

Capítulo 5

Desarrollo Experimental

En este capítulo se detalla el método experimental propuesto para la obtención de probetas de aluminio con tamaño de grano en el rango centimétrico. Este trabajo se encuentra dentro del marco de una tesis doctoral en la que, como ya se ha explicado, una vez obtenidas las probetas con cristales de tamaño adecuado, se procederá al estudio experimental dentro del campo de la mecánica microestructural, llevando a cabo ensayos de fatiga monoaxial en modo I pero con una relación tamaño de grieta – microestructura del material, mucho mayor a la estudiada hasta la actualidad.

Como se ha explicado anteriormente, el trabajo permite una contrastación de dichos resultados con los obtenidos numéricamente a través de la implementación del modelo de crecimiento microestructural NR, previamente adaptado para el caso de una placa con un agujero circular sometida a carga en modo I y teniendo en cuenta que el concentrador no necesariamente se encuentra simétricamente dispuesto en el centro del primer grano.

El procedimiento que se describe tiene como objetivo entonces, la obtención de probetas para ensayos de fatiga con una relación grieta-microestructura elevada. Esta relación aumenta al aumentar el tamaño de la microestructura, por lo que se detallaran los pasos a seguir para obtener probetas con granos centimétricos y equiaxiales.

Se trabaja con Aluminio de alta pureza, y se utilizan las normas ASTM para obtener el revelado microestructural (E3-01), realizar ensayos de tracción (E8), y para medición del tamaño de grano (E112, E1382).

5.1. Características del material

5.1.1. Selección del material

Se trabaja con Aluminio 1100H14. Siguiendo los resultados obtenidos por Carpenter y Ellam se elige un material de alta pureza que pueda ser recocido, ya que como se ha explicado, para poder llevar a cabo un tratamiento de crecimiento de grano se debe elegir un material que pueda ser recocido. Se selecciono entonces un aluminio de alta pureza, ya que como hemos visto, la formación de precipitados o segundas fases inhiben el crecimiento de grano.

Se compró el material en forma de láminas de $250 \times 250 \times 6,35$ mm.

El aluminio de la serie *1XXX* posee una pureza mínima del 99 % y se utiliza para numerosas aplicaciones dentro de las industrias química y eléctrica. Esta calidad se caracteriza por su gran resistencia a la corrosión, gran conductividad térmica, reducidas propiedades mecánicas y excelente trabajabilidad.

Esta elección permite contar con un material de fácil acceso, en que no se tienen gradientes pronunciados de temperatura durante los tratamientos térmicos, y que fácilmente puede ser maquinado para fabricar las probetas necesarias para el ensayo de fatiga.

La designación *H14* hace referencia a la acritud, y da idea del grado de deformación en frío del material: *H1* significa que solo ha sido deformado mecánicamente y no posee tratamiento térmico, en este caso se debe al proceso de laminado en frío. El siguiente número indica que la dureza alcanzada es de $1/2$ respecto de la dureza máxima alcanzable, esto da una idea del grado de deformación que ha sufrido.

Las láminas del material fueron cortadas en probetas de $120 \times 30 \times 6,35$ mm. Estas probetas serán sometidas a los tratamientos térmicos y mecánicos para obtener la microestructura deseada. Para la elección del tamaño de las probetas se tuvo en cuenta la siguiente relación de compromiso:

- Se trabajara con un elevado número de probetas, siendo este factor fundamental para evaluar la repetibilidad de los resultados. Este factor se relaciona estrechamente también con el costo del Aluminio. Lo que hace que se opte por probetas pequeñas.

- Por otro lado y teniendo en cuenta la norma ASTM E112 para medición de tamaño de grano, y sabiendo que una medición se considera estadística si incluye más de 50 granos, al esperar la aparición de granos centimétricos, se deben emplear probetas que lleven a mediciones bajo norma. Esto implica trabajar, en el caso de los granos de mayor tamaño, con áreas de

medición de más de 250cm^2 . Analizando los costos, la capacidad del horno y el resto de los equipos resulta claro que no es posible trabajar con muestras de estas dimensiones. Por lo que se optó por las probetas antes mencionadas, y en ciertos casos (las de mayor tamaño de grano) se duplicó la superficie trabajando con probetas de $240 \times 30 \times 6,35\text{mm}$ aún así, ya veremos que no se llega a medir la cantidad de granos propuesta por la norma.

5.1.2. Propiedades mecánicas

Como se ha dicho, este aluminio solo ha sido tratado mecánicamente durante la conformación. A continuación se presenta la curva del ensayo de tracción realizado:

Las propiedades mecánicas según norma son las siguientes:

Tensión de Rotura	125 MPa
Límite Elástico	115 MPa
Dureza	32 HB
Límite de Fatiga	50 MPa
Módulo Elástico	69 GPa

El material posee entonces una historia de deformación previa de la que no tenemos datos precisos y su microestructura revela granos alargados en la dirección de deformación. Esto debe ser subsanado mediante un tratamiento térmico que elimine esta historia de deformación previa.

5.2. Equipo

5.2.1. Horno de tratamiento térmico

Para llevar a cabo los tratamientos térmicos fue necesaria la adquisición de un horno. Al efectuar la compra se tuvieron en cuenta los siguientes factores:

El horno debe tener gran capacidad. Como veremos más adelante; uno de los tratamientos térmicos dura aproximadamente 24 horas, y sumado a esto se trabajará con un gran número de muestras.

Debe asegurar un bajo gradiente de temperatura en su interior. Estas variaciones de temperatura generan dispersiones en los resultados y el objetivo es generar probetas con un control estricto de la microestructura.



Figura 5-1: Horno de tratamiento térmico adquirido para el proyecto. Marca Carbolite Modelo GHA 12/1050/3216

Debe poder ser utilizado para otros metales y aleaciones, por lo que es importante contar con un amplio rango de temperatura de trabajo.

Debe poder ser refrigerado para disminuir los tiempos de enfriamiento.

Se debe poder trabajar con atmosfera controlada para evitar la corrosión. Esto involucra trabajar con gases inertes como Nitrógeno o Argón. O con vacío.

Teniendo en cuenta estas características se descartaron los hornos tipo mufla y se analizaron las distintas opciones de los hornos tubulares existentes en el mercado. Se pidió asesoramiento técnico y presupuestos a las empresas Interbil, Hobersal y Carbolite (Izasa)

Finalmente se optó por un horno de la marca Carbolite (figura 5-1) de las siguientes características:

Modelo GHA12/1050/3216

Temperatura hasta 1200°C

Zona calefactada 1050 mm.

Zona de Estabilidad de Temperatura 760 mm

Tubo de trabajo tipo "D" de 1650 mm de longitud y 150 mm de diámetro interior.

Dimensiones 670 x 1126 x 468

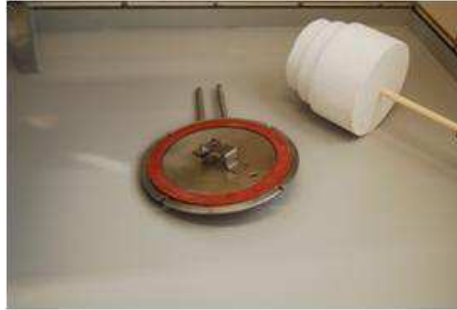


Figura 5-2: Tapa refrigerada del horno y tapones cerámicos que permiten homogeneizar la temperatura



Figura 5-3: Interior del horno en el que se observa el ladrillo que sostiene las placas de alumina. Su geometría permite disminuir la inercia térmica

Incluyendo cabezales de cierre refrigerados y adaptados para trabajar en vacío y tapones cerámicos para disminuir los gradientes de temperatura, que se muestran en la figura 5-2

Adicionalmente se compraron ladrillos y placas de alumina con los que se fabricó el dispositivo para alojar las probetas dentro del horno. De esta manera se pueden alojar en el tercio central del horno, en donde la temperatura es más finamente controlada, 24 probetas por tratamiento térmico. De ser necesario este número puede ser fácilmente incrementado. La figura 5-3 muestra el interior del horno y la carga del mismo.

En un primer ensayo, al probar un tratamiento térmico que había sido utilizado anteriormente para el mismo fin pero con otro horno (trabajo de Mariola Roldán) los resultados no fueron satisfactorios ya que al tratarse en esta ocasión de un horno más grande la variación de



Figura 5-4: Carga del material extraída del horno en la que se observa el efecto del gradiente de temperatura.

temperatura se lleva a cabo más lentamente. Con lo que se obtienen resultados distintos. Además se comprobó el efecto del gradiente de temperatura al enfriar el material.

En las etapas de calentamiento el horno asegura estabilidad de temperatura en el interior. Pero al apagar las resistencias, el flujo de calor se produce hacia los extremos del tubo, generándose un inevitable gradiente de temperatura que hace que el tratamiento térmico sea distinto según la posición de la probeta en el interior del horno, como puede verse en la figura 5-4.

Para minimizar este efecto, como ya se ha dicho, se trabaja únicamente con el tercio central del horno.

También se evaluó el tiempo de enfriamiento y la inercia térmica, con y sin carga, con y sin tapones y con y sin corriente de aire.

Esto es debido a que como ya se ha dicho, el tubo del horno posee un diámetro de 150mm y esto implica que para asegurar la integridad del equipo el gradiente de temperatura no debe superar el valor de $2,6^{\circ}\text{C}/\text{min}$

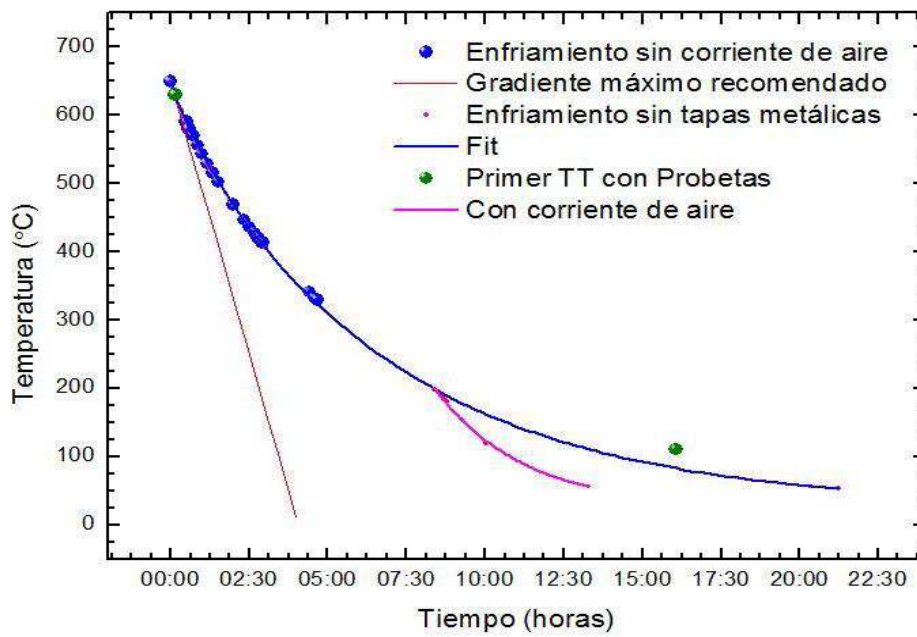


Figura 5-5: Curvas de enfriamiento del horno sometido a distintas condiciones de extracción de calor.

En el caso de la corriente de aire, la misma fue aplicada una vés que la temperatura desendió por debajo de $200^{\circ}C$ que es donde el material ya se vuelve inactivo y donde el enfriamiento al aire posee un gradiente menos acusado.

5.2.2. MTS 810

Para realizar la deformación controlada de las probetas, se utilizó la máquina de tracción MTS 810. Como con esta máquina es posible controlar la deformación por desplazamiento de la travesa, fácilmente se puede tratar mecánicamente a cada probeta en un período relativamente corto de tiempo. Como el material casi no posee comportamiento elástico, el control por carga contribuye con una mayor dispersión en la deformación obtenida. Por otro lado, el control por desplazamiento hace posible poder observar la deformación remanente al abrir las mordazas y liberar la carga. Con este valor se obtiene fácilmente la componente elástica de la deformación.

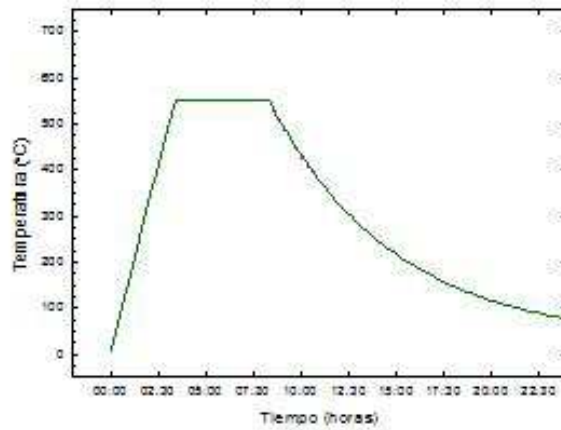
5.3. Tratamiento termomecánico propuesto

Como se ha explicado, y en base a los trabajos de Carpenter y Ellam, el procedimiento es el siguiente: Realizar un tratamiento térmico de recocido total que elimine la historia de deformación previa que posee el material, recordando que es Aluminio $1100H-14$ con lo cual ha sido trabajado en frío. Luego se someten las muestras a distintas cargas de tracción obteniéndose distintos niveles de deformación en las probetas. Estas finalmente se someten a un nuevo tratamiento de recristalización y crecimiento de grano.

5.3.1. Primer tratamiento térmico

La finalidad de esta etapa es obtener una estructura equiaxial y libre de deformación, se probaron numerosos tratamientos, cambiando la temperatura de recristalización, la velocidad de calentamiento y el intervalo a temperatura constante. Luego de observar las microestructuras obtenidas se optó por: Calentamiento a $2,6^{\circ}C/min$ desde temperatura ambiente hasta 550° . Mantener la temperatura constante por un intervalo de 5 horas para luego enfriar en aire.5.3.1

Si se aumenta el tiempo de permanencia a temperatura constante, se produce un mayor crecimiento de los granos superficiales. Este gradiente de tamaño de grano a lo largo del espesor de la probeta provocaría en la etapa siguiente (tratamiento mecánico) una deformación no uniforme.



Primer tratamiento térmico

5.3.2. Tratamiento mecánico.

Como se ha comentado, en esta etapa se traccionan las probetas. Este proceso es equivalente al laminado en frío, pero posee un mayor control y es la técnica más accesible. Según resultados anteriores, viendo en dónde se produce la mayor variación de tamaño de grano, se eligieron los siguientes porcentajes de deformación:

0,5 – 1 – 1,5 – 2 – 2,5 – 3 – 3,5 – 4 – 4,5 – 5 – 6 – 7 – 8 – 9 – 10 – 11 – 12 – 13 – 14 – 15 – 20.

Este grado de deformación se aplica en la máquina de ensayos MTS 810 controlando por desplazamiento el movimiento de la travesa, como muestra la figura 5.3.2 20% de deformación es el máximo valor que permite medir el extensómetro del equipo. El gráfico 5.3.2 muestra los tratamientos mecánicos realizados.



El tratamiento mecánico se lleva a cabo en la máquina MTS 810 controlando el nivel de deformación mediante el desplazamiento de la travesa.

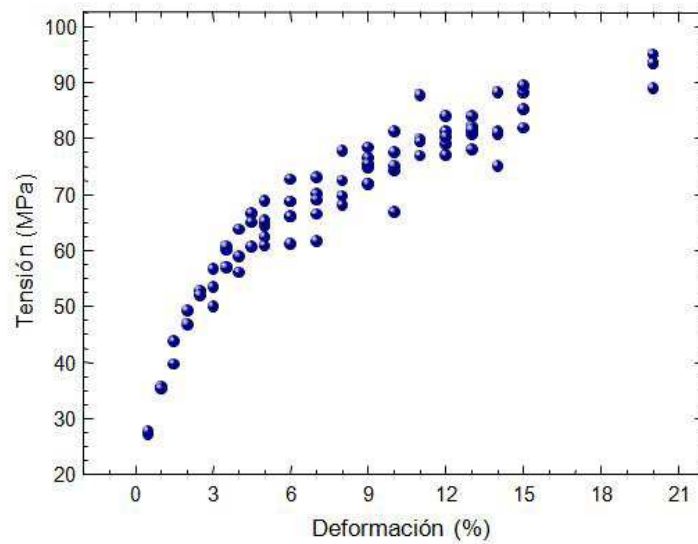
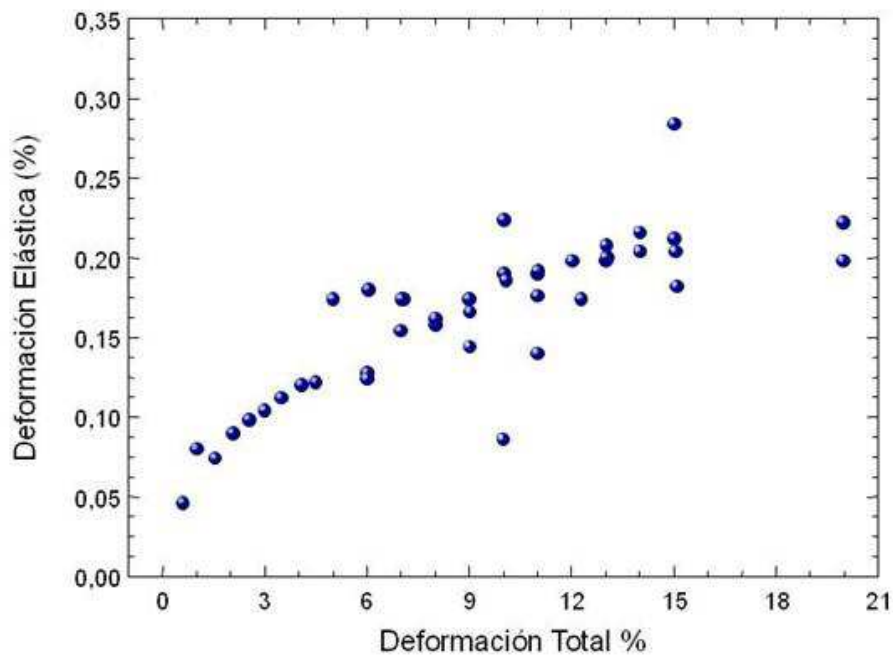


Gráfico de Tensión vs. deformación que muestra los tratamientos mecánicos realizados

Una vez alcanzado el valor de deformación deseado se libera la mordaza y se registra la deformación remanente. Esto permite tener una idea del valor de la deformación elástica del material. Como se muestra en la figura 5.3.2, este valor aumenta con el aumento de la deformación total.



Componente elástica de la deformación según la deformación total realizada.

Como la componente elástica es bastante menor que la componente plástica, para facilitar los cálculos se optó por considerar la deformación plástica del material como la deformación total.

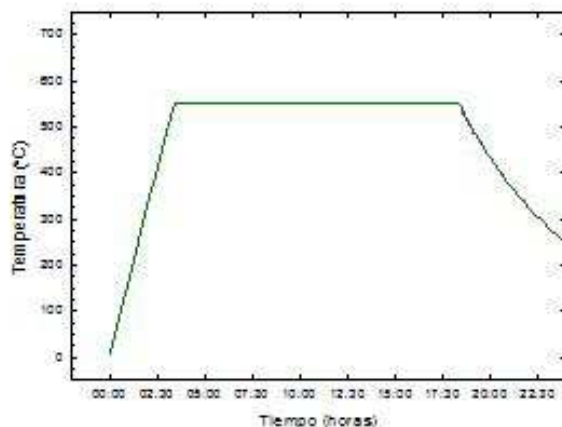
5.3.3. Segundo tratamiento térmico

Se optó por un tratamiento similar al primero, pero se aumentó el tiempo de permanencia a temperatura constante para permitir la movilidad de los granos. Por lo tanto se aumentó la temperatura a $2,6^{\circ}\text{C}/\text{min}$ desde temperatura ambiente hasta 550° . Luego se mantiene la temperatura constante por un intervalo de 15 horas para finalmente enfriar en aire.

Se ha encontrado que los granos de gran tamaño se comienzan a formar a partir de un tratamiento con un plateau de 500°C con una dispersión de $\pm 20^{\circ}\text{C}$ para el mismo tratamiento

mecánico anterior. Por otro lado la teoría de nucleación y crecimiento nos dice que la menor temperatura a la que se pueda producir este proceso será con la que se obtengan los granos más grandes. Y esto se debe a que se activa un menor número de núcleos.

La figura 5.3.3 esquematiza el segundo tratamiento térmico.



2do Tratamiento térmico: Crecimiento de Grano

5.4. Metalografía

El estudio metalográfico resulta fundamental en esta etapa del trabajo ya que permite revelar la microestructura del material. Es la vía mediante la cual se evalúan los resultados obtenidos. Poder observar y medir la microestructura es lo que permite afinar la técnica de crecimiento de grano propuesta.

5.4.1. Preparación de la muestra

Las muestras son preparadas para facilitar la manipulación y observación al microscopio. En un primer paso se la lleva a las dimensiones adecuadas mediante el corte con sierra o disco abrasivo, siendo el segundo el más conveniente ya que se obtienen un acabado superficial más suave, y el corte es más rápido. Luego se procede (en ciertos casos y dependiendo de la geometría) al empastillado, que facilita el desbaste y pulido del material. La muestra es embutida en resina epoxi, o termoplásticas. En este último caso la muestra se coloca en un molde junto con el

polímero en polvo y mediante la aplicación de presión y calor se forma la matriz que incluye a la muestra.



Figura 5-6: Lijado y pulido: 1er paso, lijas n° 500 y n°1000; 2do paso, lijas n° 2400 y n° 4000.

El siguiente paso en la preparación es el desbaste y pulido de la superficie. En este paso se obtiene una superficie plana libre de rayaduras. Es el paso más importante en la preparación del espécimen para el análisis microestructural ya que se se elimina completamente el daño ocasionado en la etapa de corte. Es por esto que se debe elegir correctamente la herramienta de corte para minimizar el trabajo en el pulido. Esta etapa comienza con el pulido en bruto, utilizando discos de lija de diferentes granulometrías, entre 240 y 2400 g/cm^2 En la última etapa del pulido se utiliza un disco de paño húmedo cargado con partículas abrasivas. Estas partículas son seleccionadas en función de la dureza y la reactividad química. Las suspensiones más comúnmente utilizadas son la de alumina y de óxido de silicio coloidal. Los abrasivos de base alumina son más utilizados como abrasivos mecánicos gracias a su resistencia y durabilidad. En el caso del Aluminio de la serie 1100, que es un material sumamente blando, debe usarse una suspensión de diamante ya que las partículas de Alumina no dan buenos resultados al incrustarse sobre la superficie de pulido.



Figura 5-7: Paño húmedo cargado con suspensión de diamante de 3 micras o sílica coloidal de 1 micra

5.4.2. Ataque y revelado de la microestructura.

El ataque y revelado es el proceso para revelar la microestructura del material. Dentro de las técnicas más comunes de revelado se encuentran:

- Químico
- Electrolítico
- Térmico
- Plasma
- Por sal fundida
- Magnético

Aunque las dos técnicas más comúnmente utilizadas son el ataque químico y el ataque electroquímico. El primero es en general una combinación de una base o un ácido con un agente reductor u oxidante en un soluto como el alcohol. El ataque electroquímico es una combinación de un ataque químico con un ataque por corriente/voltaje.

En el caso del material de trabajo utilizado en este estudio, el ataque químico realizado se hace sumergiendo la muestra con la cara pulida hacia arriba en el reactivo. Produciéndose un ataque preferencial sobre los bordes de grano. Si el tiempo de ataque es corto, la muestra queda subatacada, no pudiendo revelarse claramente la estructura granular. En el caso de que el tiempo

sea excesivo, la muestra puede oscurecerse demasiado, a causa de la corrosión. Luego del ataque se lava la muestra en agua y finalmente se enjuaga con alcohol y se seca en corriente de aire. Se probaron numerosos agentes para encontrar el que mejor revele la microestructura. Siguiendo las indicaciones de bibliografía (G. Petzow- E Behara B. Shpigler- ASTM A9 - E. Weck and E. Leistner,1986) se probaron varios reactivos como muestra la tabla

Composición	Concentración
Reactivo de Flick	
Agua Destilada	90 ml
Ácido Clorhídrico	15 ml
Ácido Fluorhídrico	(40 %) 10 ml
Reactivo de Keller	
Agua Destilada	50 ml
Ácido Clorhídrico	15 ml
Ácido Fluorhídrico	(40 %) 10 ml
Ácido Nítrico	25 ml
Reactivo de Trucker	
Agua Destilada	25 ml
Ácido Clorhídrico	45 ml
Ácido Fluorhídrico	(40 %) 15 ml
Ácido Nítrico	15 ml
Agua Destilada	100 ml
Ácido Sulfúrico	5.5 ml
Reactivo de Poulton	
Agua Destilada	100 ml
Ácido Sulfúrico	25 ml
Ácido Crómico	3 gr

El agente que mejor revela la microestructura es una solución al 10%V/V de ácido fluorhídrico. Este ácido debe ser tratado con precaución ya que es tóxico y altamente corrosivo, atacando al vidrio entre otros materiales. Es por eso que se utilizan materiales plásticos y se trabaja en campana.



Figura 5-8: Calentamiento de la solución en baño de arena

Una vez preparada la solución debe llevarse a ebullición, mediante un baño de arena y un recipiente de teflón como muestra la figura 5-8 . En esta fase se satura la solución con óxido de molibdeno. Luego se deja reposar hasta que se decante el óxido en exceso. Esta solución posee una vida útil de 24 horas. El ataque ha de llevarse a cabo en varias etapas; un primer ataque de 20 segundos, un segundo de 7 segundos y otro tercero de 7 segundos. La muestra brilla ya que los granos se colorean según la orientación, por lo que a simple se puede saber si se requiere un cuarto ataque. Esta solución es la que se utilizó en el caso de los granos grandes, en las que se realizó un macroataque. Para los granos pequeños, resulta demasiado corrosiva por lo que se optó por el reactivo propuesto por Carpenter y Ellam en el que se utiliza primero una solución saturada de hidróxido de sodio por 15 minutos y luego se ataca el material en etapas, con una solución de 1 % de ácido fluorhídrico.

Las imagenes presentan algunos resultados



Figura 5-9: Muestra del ataque con el reactivo seleccionado (90% Agua Destilada, 10% Ácido Fluohídrico, Óxido de Molibdeno) correspondientes a probetas deformadas 10, 6, y 5%

