

MICROESTRUCTURA Y SUSCEPTIBILIDAD A LA CORROSION BAJO TENSION DE LA ZONA AFECTADA TERMICAMENTE EN PIEZAS SOLDADAS DE LA ALEACION AA7017 (Al-Zn-Mg)

García-Cordovilla, C.¹, Louis, E.², Pamies, A.¹, Caballero, L.³, Elices, M.³

1. Industria Española del Aluminio. Centro de Investigación y Desarrollo. Apartado 25, 03080- Alicante.
2. Departamento de Física Aplicada. Universidad de Alicante. Apartado 99. 03080-Alicante.
3. Departamento de Ciencia de Materiales. E.T.S. Ingenieros de Caminos. Ciudad Universitaria. 28040-Madrid.

Resumen.- En este trabajo se comparan las características microestructurales y la susceptibilidad a la corrosión bajo tensión (CBT) de la zona afectada térmicamente en piezas soldadas de la aleación AA7017, y en particular de la zona adyacente al cordón de soldadura conocida como zona blanca (ZB), con (ZBP) y sin tratamiento post-soldadura, con las correspondientes a los temple comerciales T4 y T651. La microestructura se analizó mediante microscopía óptica y calorimetría diferencial de barrido, mientras que la susceptibilidad a la CBT se evaluó mediante ensayos a tracción lenta y medidas de la velocidad de propagación de grietas en medios agresivos. Los resultados para esta última son tales que $T651 \ll ZBP \sim T4 < ZB$, variando en el rango $2 \times 10^{-9} \text{ m.s}^{-1}$ (T651) a $3.8 \times 10^{-6} \text{ m.s}^{-1}$ (ZB). La mayor susceptibilidad a la CBT del material ZBP que revelan los ensayos a tracción lenta, demuestran la importancia de la etapa de iniciación. Estos resultados se pueden interpretar en términos de la teoría propuesta por Nguyen et al, según la cual es posible evaluar la resistencia de un material a la CBT en función de la capacidad de frenado de las bandas de deslizamiento que tienen las partículas que forman su microestructura.

Abstract.- In this work, the microstructure and the susceptibility to stress corrosion cracking (SCC) of the heat affected zone in AA7017 weldments, prior (WZ) and after (WZP) a post-weld heat treatment, are compared to those of the commercial tempers T4 and T651. The microstructure was studied by means of optical microscopy and differential scanning calorimetry, whereas the susceptibility to SCC was evaluated by means of slow strain rate tests and measurements of the crack growth rate, in aggressive environments. The results for the latter were such that $T651 \ll WZP \sim T4 < WZ$, varying from $2 \times 10^{-9} \text{ m.s}^{-1}$ (T651) to $3.8 \times 10^{-6} \text{ m.s}^{-1}$ (WZ). The higher susceptibility to SCC showed by the ZBP in the slow strain rate test, prove the relevance of the crack initiation process. These results admit an interpretation along the lines proposed by Nguyen et al, who suggested that it was possible to evaluate the resistance to SCC of a given material in terms of the ability to bend slip bands of the particles being part of its microstructure.

Ataque NO_3H → No le ataca la zona blanca. (250-500 μm)

1. INTRODUCCION

En la actualidad se dispone de la tecnología necesaria para incrementar notablemente la resistencia a la corrosión bajo tensión (CBT) de las aleaciones soldables de Al-Zn-Mg (serie AA7000) (1). Sin embargo, la zona afectada térmicamente por la soldadura presenta significativos cambios microestructurales que parecen ser los responsables del fuerte aumento de la susceptibilidad a la CBT observado en piezas soldadas de estos materiales (2-4). En

particular la zona adyacente al cordón de soldadura, conocida como zona blanca (ZB), debido a su aspecto después de un ataque con ácido nítrico, juega un papel primordial en el proceso de propagación de grietas en medios agresivos (5-7).

Schmiedel y Gruhl (8) propusieron un método para estudiar las propiedades macroscópicas, y en particular la susceptibilidad a la CBT, de una región de dimensiones tan reducidas como las de la zona blanca (anchura $\sim 0.4 \text{ mm}$), que consistía

en reproducir la microestructura de dicha zona mediante tratamientos térmicos que pretendían simular el ciclo térmico originado en el proceso de soldadura. El análisis de la susceptibilidad a la CBT de las probetas con microestructura similar a la de la ZB, realizado por dichos autores (8), se limitó a ensayos a carga constante. Recientemente, los autores del presente trabajo, siguiendo el procedimiento propuesto por Schmiedel y Gruhl (8), han evaluado la resistencia a la CBT de la aleación AA 7017 (Al-Zn-Mg) mediante ensayos a tracción lenta y medidas de velocidad de propagación de grieta (9,10); estos métodos proporcionan una información mucho más rica que el utilizado por Schmiedel y Gruhl (8). Aunque los resultados de ambos trabajos sugieren que la zona blanca es mucho más sensible a la CBT que el material T651, en el de los presentes autores se concluye además que la velocidad de propagación de grieta en la zona blanca es aproximadamente tres órdenes de magnitud superior a la que se produce en dicho temple (10).

El objeto de este trabajo es profundizar en la línea iniciada en las refs. (9,10), y en particular comparar la microestructura y la susceptibilidad a la CBT de la zona blanca con (ZBP) y sin tratamiento post-soldadura (ZB), con las correspondientes a los temple comerciales T4 (envejecido natural) y T651 (envejecido artificial).

2. METODOS EXPERIMENTALES

El material utilizado en este trabajo fué suministrado en planchas de 10 y 30mm. de espesor en el estado T651. Su composición en % peso, obtenida mediante absorción atómica, es: Zn 5,01, Mg 2,44, Cu 0,12, Cr 0,17, Zr 0,13, Mn 0,29, Fe 0,23, Si 0,11 y Ti 0,05.

Con objeto de reproducir la microestructura de la zona blanca se siguió un procedimiento similar al de Schmiedel y Gruhl (8); sus particularidades están descritas en la ref. (9). Como tratamiento post-soldadura se eligió el mismo utilizado en el temple T651, por otra parte el envejecido natural (temple T4 y ZB) se prolongó durante al menos 30 días. La evaluación de la susceptibilidad a la corrosión bajo tensión se realizó mediante ensayos de tracción lenta (SSRT) en probeta cilíndrica lisa, mecanizada haciendo coincidir la dirección de sollicitación con la transversal corta del material. Los ensayos se realizaron en una solución acuosa de ClNa al 3.5%, pH 6.5 y temperatura media de 25°C, a potencial constante entre -800 y -1400 mV (los potenciales se referirán siempre al electrodo de calomelano saturado), y a una velocidad de sollicitación de 3×10^{-2} m. min⁻¹; como referencia se utilizaron los valores obtenidos en aire seco (muestras inmersas en perclorato magnésico anhidro).

La velocidad de propagación de grietas se midió sobre probetas DCB autotesadas a apertura constante. La solución acuosa fue la anteriormente citada y los ensayos se realizaron a potencial libre de corrosión (PLC). Una descripción detallada de los procedimientos seguidos se puede encontrar en las Refs. (9-11).

La microestructura se analizó mediante microscopía óptica y calorimetría diferencial de barrido (DSC). Las medidas de DSC se realizaron en un calorímetro Perkin Elmer DSC-2C, en atmósfera de argón dinámica (1 l. h⁻¹) y utilizando como referencia aluminio de alta pureza.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

3.1 Microestructura

En las refs. (9, 10) se discutieron en detalle las características esenciales de la microestructura de la zona blanca simulada mediante el procedimiento seguido en este trabajo, y se compararon con las de la zona blanca en el material soldado. La conclusión fué que el mencionado procedimiento reproduce adecuadamente las características microestructurales de la zona blanca real. Al comparar las

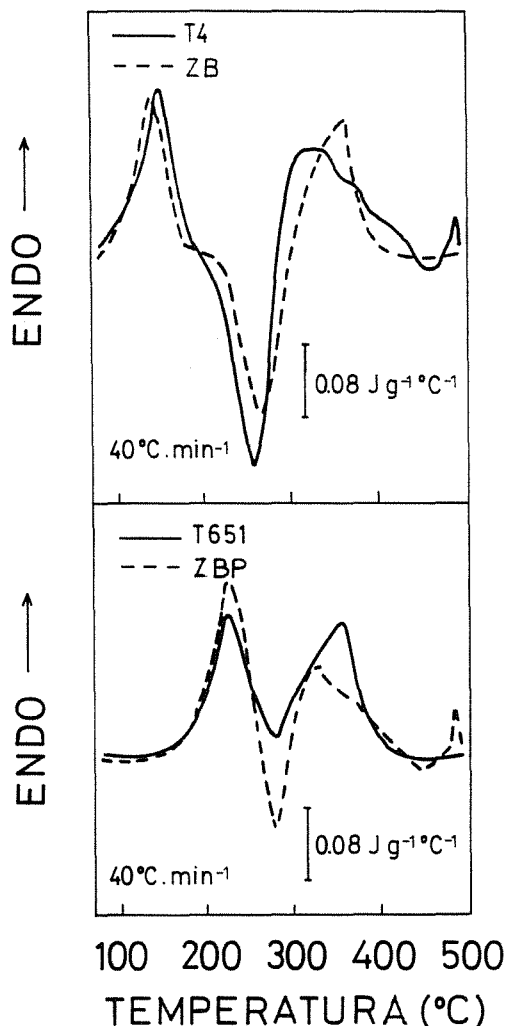


Fig. 1 Curvas de calorimetría de barrido para la aleación AA7017 en los temple T4 y T651, y en probetas con estructura similar a la de la zona blanca en piezas soldadas con (ZBP) y sin (ZB) tratamiento post-soldadura.

microestructuras de la ZB y ZBP con las del material en los temple T4 y T651, podemos resaltar los puntos siguientes: 1) Los dos tratamientos comerciales presentan una estructura de granos sin recrystalizar (bandas de deformación) muy similar, mientras que tanto en las muestras ZB como en las ZBP los granos son grandes y equiaxiales (microestructura recrystalizada). 2) La distribución de partículas en el material T4 y T651 es bastante uniforme, mientras que en la zona blanca hay pocas partículas en el interior de los granos, observándose mayor concentración en las fronteras (este efecto es más notable en la ZBP).

Las observaciones anteriores se han complementado con medidas calorimétricas, que proporcionan información sobre el tipo de partículas que forman la microestructura. En la fig. 1 se muestran las curvas DSC correspondientes a la ZB, ZBP y al material en los temple T4 y T651. Resaltamos las siguientes características: i) Las curvas DSC de la ZB y el material T4 son muy similares, especialmente el primer pico endotérmico que corresponde a la disolución de las partículas presentes en las muestras; esto indica que tanto el tipo (zonas G.P.) como el tamaño y densidad de las partículas, es muy similar en los dos casos. ii) Se notan mayores diferencias en las curvas correspondientes a la ZBP y el temple T651; aunque el primer pico endotérmico es relativamente similar, las diferencias en la primera exoterma son notables. Dado que esta última está esencialmente asociada a la

formación de fases η (12), podemos concluir que la presencia de estas fases en el material T651 es significativamente más importante que en la ZBP. Considerando que ambos materiales fueron sometidos a idénticos envejecimientos artificiales, este resultado sugiere que las cinéticas de precipitación en ambos materiales son notablemente distintas. Este resultado no debe extrañar, habida cuenta del importante papel que juegan las fronteras de grano, y demás características microestructurales, en los procesos de precipitación. Estos aspectos serán discutidos con mayor profundidad en futuros trabajos.

3.2 Susceptibilidad a la Corrosión bajo Tensión

Las propiedades mecánicas y electroquímicas de los materiales aquí estudiados, relevantes para la discusión subsiguiente, se resumen en la Tabla I.

Los resultados de los ensayos a tracción lenta se muestran en la figura 2 y la Tabla I. La novedad respecto de los resultados presentados en la ref. (9) reside en el temple T4. Observamos que dicho material se comporta notablemente peor que el T651, y de un modo muy similar al de la ZB. En cuanto a la superficie de fractura de este material en medio agresivo, ilustrada en la Figura 3, observamos que presenta dos zonas bien diferenciadas: una plana, característica de la CBT en este material, y otra característica de las probetas ensayadas en medio inerte que evidencia una fractura por nucleación y coalescencia de

TABLA I. Características de la aleación AA7017 en los temple T4 y T651 y tratada térmicamente para reproducir la microestructura de la zona blanca en muestras soldadas, con (ZBP) y sin (ZB) tratamiento post-soldadura. PLC es el potencial libre de corrosión, σ_{UTS} la carga de rotura, $\sigma_{0.2}$ el límite elástico y v la velocidad de propagación de grieta.

	AIRE SECO				PLC (mV)	NaCl (3.5%) pH (6.5)			
	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_{UTS} (MPa)	Al (%)	K_{IC} MPa.m ^{1/2}		SSRT (0.3µm.min ⁻¹)		DCB	
						σ_{UTS} (MPa)		PLC (mV)	
						PLC	-1200 (mV)	v (ms ⁻¹)	K_{ISCC} MPa.m ^{1/2}
T651	400	461	8.5	27.6	-915	430	416	1.9×10^{-9}	6
ZBP	410	440	2.0	16.8	-902	140	273	9.4×10^{-7}	6
ZB	265	329	2.5	28.3	-926	144	213	3.8×10^{-6}	10
T4	288	472	11.3	39.8	-956	192	349	9.0×10^{-7}	10

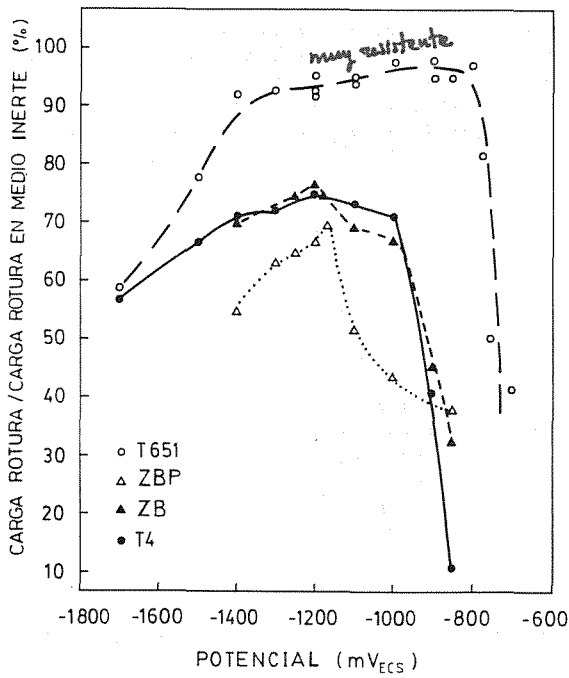


Fig. 2 Resultado de los ensayos de corrosión bajo tensión a tracción lenta para las mismas muestras de la fig. 1.

huecos. La zona plana varía con el potencial de ensayo, así: i) para potenciales más nobles que -1200 mV (fig. 3) tiene la forma de una media luna, no llegando a contornear la superficie, ii) al aumentar el potencial se produce, además de la media luna, un anillo similar al del material T651 (9-11) y, finalmente, iii) para potenciales muy catódicos, solo resta el anillo mencionado. Estos resultados se pueden interpretar en términos de las cinéticas de iniciación y propagación de grieta. En efecto, para potenciales más nobles dominará la etapa de propagación, aumentando progresivamente la importancia de la de iniciación al disminuir el potencial, llegando a dominar esta última para potenciales muy catódicos.

Los resultados para la velocidad de propagación de grietas en medios agresivos se ilustran en la figura 4 y la Tabla I. Observamos que la velocidad de propagación resultante es tal que $T651 \ll ZBP \sim T4 < ZB$, siendo los valores correspondientes a los tres últimos materiales al menos dos órdenes de magnitud superiores al del temple T651, y alcanzándose el valor máximo para la ZB (alrededor de $4 \times 10^{-6} \text{ m.s}^{-1}$). Es igualmente interesante resaltar que el K_{Isc} es mayor en las muestras sin envejecimiento artificial (T4 y ZB) que en aquellas que sí lo tienen (T651 y ZBP).

Estos resultados indican que la velocidad de propagación de grieta puede efectivamente ser el factor fundamental a la hora de entender la baja resistencia a la CBT de las piezas soldadas de la aleación AA7017, como ya sugirieron Holroyd et al (5). Por otra parte la combinación de los

resultados de los ensayos de tracción lenta con estos últimos, permite concluir que la iniciación de grieta es también un factor a tener en cuenta. En efecto, mientras que en los ensayos a tracción lenta es el material ZBP el que peor se comporta, su velocidad de propagación de grieta es sensiblemente inferior a la de la ZB; esto sugiere que el proceso de iniciación, fundamental en los ensayos a tracción lenta, es mucho más rápido en la ZBP.

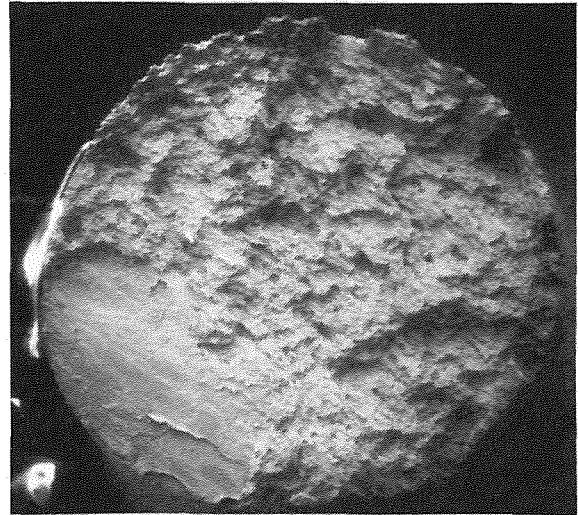


Fig. 3 Micrografía (microscopio electrónico de barrido) correspondiente a la superficie de fractura de la aleación AA7017-T4 ensayada a tracción lenta en C1Na 3,5%, a $3 \times 10^{-7} \text{ m.min}^{-1}$ y -1100 mV(ECS).

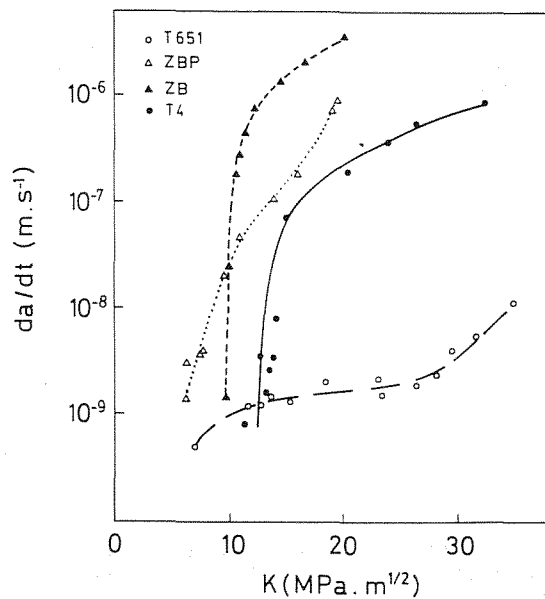


Fig. 4 Velocidad de propagación de grieta en medios agresivos en función del factor de intensidad de tensiones, para las muestras de la fig. 1.

3.3 Discusión

Los resultados anteriores podrían encontrar una explicación en la teoría recientemente propuesta por Nguyen et al (13), que resalta la relevancia de la microestructura en el proceso de fragilización por hidrógeno. El argumento, basado en detallados estudios microestructurales, adscribe un papel crucial a la planicidad de las bandas de deslizamiento: unas bandas de deslizamiento planas favorecen la difusión de hidrógeno, mientras que bandas curvadas la dificultan. De ese modo, una microestructura que sustente unas bandas de deslizamiento planas, sería mucho más sensible a la CBT que otra capaz de doblarlas. Entonces, las muestras envejecidas naturalmente (T4) cuya microestructura está formada por unas partículas (preferentemente zonas G.P.) que pueden ser cortadas por las bandas de deslizamiento, debe ser mucho más sensible a la CBT que las envejecidas artificialmente (T651), cuya microestructura contiene partículas (η' y η) que fuerzan a las bandas de deslizamiento a plegarse (Fig. 5). Este análisis proporciona una explicación razonable del comportamiento de las aleaciones de la serie 7000 en los temple comerciales (ver resultados anteriores y ref. 14). Por otra parte, también es posible entender el comportamiento de la zona blanca; en efecto, dado que la densidad de partículas en el interior de los granos de la zona blanca es muy baja, su resistencia a la CBT será también muy baja, independientemente del tipo de partículas que formen su microestructura. La mayor susceptibilidad a la CBT de la ZBP que indican los resultados de los ensayos a tracción lenta (fig. 2), habría que entenderla, como ya se ha indicado, en términos de un proceso de iniciación de la grieta más rápido.

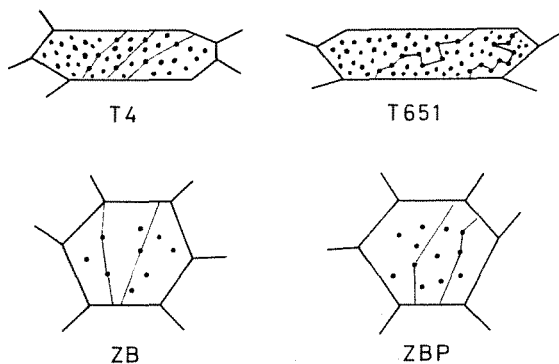


Fig. 5 Esquema que ilustra la aplicación de la teoría de Nguyen et al (13) a los materiales estudiados en este trabajo.

4. CONCLUSIONES

- 1) Las medidas de la velocidad de propagación en medios agresivos realizados en este trabajo sugieren que la susceptibilidad a la CBT de los materiales investigados es tal que $T651 \ll ZBP \sim T4 < ZB$, variando dichas velocidades en el rango $2 \times 10^{-9} \text{ m.s}^{-1}$ (T651) a $3.8 \times 10^{-6} \text{ m.s}^{-1}$ (ZB).
- 2) Los ensayos a tracción lenta indican, sin embargo, que el material más sensible a la CBT es el ZBP. Este resultado, junto a los ya descritos para la velocidad de propagación de grietas, revelan la importancia del proceso de iniciación de la grieta.
- 3) Los resultados anteriores admiten una interpretación en términos de la teoría propuesta por Nguyen et al (13), según la cual es posible evaluar la susceptibilidad a la CBT de un material en función de la capacidad de desviar las bandas de deslizamiento que tienen las partículas que forman su microestructura. Así, la alta susceptibilidad a la CBT que presenta la ZB sería una consecuencia de la baja densidad de partículas en el interior de sus granos.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la "Industria Española del Aluminio" la concesión del permiso para publicar este trabajo. Se agradece igualmente el soporte financiero de la Comisión Interministerial para la Ciencia y la Tecnología (CICYT) a través del contrato N° PC85- 0096-C01-01.

6. REFERENCIAS

- (1) L.F. Mondolfo, "Aluminium Alloys: Structure and properties" Butterworth (London-Boston, 1979).
- (2) S. Abis y E.D. Russo, in Proc. Conf. L'alluminio nei trasporti, Milano 1987.
- (3) G.M. Scamans, J.A. Hunter and N.J.H. Holroyd in Proc. 8th International Light Metal Conference, Leoben-Vienna 1987, Vol I, pp 699-705.
- (4) K.G. Kent "Metals and Materials, Metallurgical Reviews, Review 147" (1970) 135.
- (5) N.H. Holroyd, G.M. Scamans y W. Hepples in Proc. Conf. "Fatigue Corrosion Cracking, Fracture Mechanics and Failure Analysis", ASM, 1985 pp 291-302.
- (6) H. Cordier, M. Shippers y I.J. Polmear, Z. Metallkunde, 68, 280-284, (1977).
- (7) I.J. Polmear, in Recrystallization and Grain Growth of Multi-Phase and Particle Containing Materials. RISO 1980, pp 177-187.

-
- (8) H. Schmiedel y W. Gruhl, *Metall.* 38, 32-37 (1984).
- (9) C. García-Cordovilla, E. Louis, A. Pamies, L. Caballero, M. Elices y V. Sánchez-Galvez en VI Encuentro del Grupo Español de Fractura, Eds., J. Dominguez, J. García-Lomas y A. Navarro, Sevilla 2-3 marzo 1989.
- (10) C. García-Cordovilla, E. Louis, A. Pamies, L. Caballero, V. Sánchez-Galvez y M. Elices, *Scripta Metall.* 23, 2091-2096, (1989).
- (11) L. Caballero, C. García-Cordovilla, A. Pamies, V. Sánchez-Galvez, E. Louis y M. Elices, en VI Encuentro del Grupo Español de Fractura, Eds. J. Dominguez, J. García-Lomas y A. Navarro, Sevilla 2-3 marzo 1989.
- (12) J.M. Papazian, *Metall. Trans. A*, 13A, 761-769 (1981); C. García-Cordovilla y E. Louis, *J. Thermal Anal.* 24, 215-22 (1982)
- (13) D. Nguyen, A.W. Thompson and I.M. Bernstein, *Acta Metall.*, 35, 2417-2425, (1987).
- (14) N.J.H. Holroyd and G.M. Scamans in "Environment-Sensitive Fracture: Evaluation and Comparison of Test Methods", ASTM-STP 821, pp 202-241, Philadelphia (1984).