

EFFECTO DE LA RUGOSIDAD SUPERFICIAL EN LA VIDA A FATIGA DE LA ALEACIÓN DE ALUMINIO 2024 T3 SOMETIDA A UN RECUBRIMIENTO DEL TIPO SOL-GEL

A. Monsalve¹, M. Toledano², M. Páez³, A. Artigas¹, C. Montes¹ y Y. Sepúlveda³

(1) Dpto. Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Ingeniería, USACH, Santiago, Chile

amonsalv@usach.cl

(2) E.T.S.I. Caminos, Canales y Puertos, Universidade da Coruña, Campus Elviña, A Coruña.

mtoledano@udc.es

(3) Depto. Química de Materiales, Fac. Qca. y Biología, USACH

mpaez@usach.cl

Resumen. Con el fin de estudiar el origen de los cambios en la respuesta a fatiga de la aleación de aluminio 2024 T3, se trazaron las curvas S-N-P (esfuerzo, número de ciclos, probabilidad de fractura), a muestras de la aleación, empleando para ello fatiga rotatoria. Previamente se midió a las probetas rugosidad superficial tras cada etapa del tratamiento superficial, consistente en desengrasado, distintos tipos de decapado (NaOH 0,03% y 0,5%), decapado industrial y sol-gel. Este último consistió en la aplicación de alcoholóxido de zirconio. Los resultados muestran que el aumento en la rugosidad superficial de las probetas, generada durante el tratamiento de decapado, afecta deteriorando la vida útil a fatiga en el rango de altas rugosidades. Sin embargo, los resultados obtenidos en relación a las muestras sometidas a tratamiento de sol-gel, muestran que la vida útil a fatiga aumenta en estas probetas decapadas industrialmente y disminuye en los casos de decapado básico. Esta diferencia puede explicarse debido a que durante el tratamiento de decapado industrial, se genera un daño en el material que produce un aumento en la rugosidad superficial que lo hacen más propicio a la fractura por fatiga. Se concluye que la rugosidad es un parámetro importante para predecir la respuesta a fatiga de la aleación, sin embargo, no es el único. Finalmente, no está suficientemente claro el origen de las diferencias en la respuesta a fatiga en probetas sometidas a sol-gel en los casos de decapado ácido y básico.

Abstract. In order to study the origin of the changes in the fatigue response of 2024 T3 aluminum alloy, the S-N-P (strength, number of cycles, fracture probability) were plotted by means of rotative fatigue. Previously, roughness was measured over the samples after each surface treatment: degreasing, alkaline (0.03% and 0.5% NaOH), industrial pickling and sol-gel. The last consisted in the application of zirconio alcoxide. The results show that the increase in the roughness during pickling produces a decrease in fatigue limits, for such cases of higher roughness. However, the results obtained for samples subjected to sol-gel process after pickling process show that in the case of industrial (acid) pickling the fatigue limit increase, while in the case of basic pickling, the fatigue limit decrease in relation to pickled samples. This difference could be explained, taking into account that the acid pickling produces damage over the surface of the samples, which increase the roughness, leaving a material in a more favourable condition to fatigue failure. It is possible to conclude that roughness is an important parameter in the fatigue response of this alloy when it is subjected to surface treatments, but it does not the unique parameter that influences fatigue life. Finally, it is not enough clear the origin of the differences between the sol-gel process influence on the fatigue life of pickled samples in the cases of acid and alkaline pickling processes.

1. INTRODUCCIÓN

La aleación de aluminio 2024 con el tratamiento térmico T3 es usualmente usada en la industria aeronáutica para la construcción de fuselajes de aeronaves, debido a su bajo peso específico y a su relativamente alta resistencia mecánica. Sin embargo, presenta una baja resistencia a la corrosión^[1], lo que hace preciso realizar tratamientos superficiales para mejorar esta propiedad^[2]. Dos de los tratamientos superficiales más usados son el denominado *conversion coating* (alodinado) y el anodizado, sin embargo ambos procesos utilizan ión cromo hexavalente que presenta efectos carcinógenos, razón por la cual estos procesos deben ser reemplazados a nivel industrial por otros que no empleen este ión. No obstante todas las ventajas asociadas al empleo de

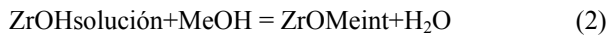
recubrimientos anticorrosivos, la resistencia a la fatiga se ve afectada en mayor o menor medida por cada uno de estos tratamientos^[3-5]. Una de las líneas de desarrollo en la búsqueda de nuevos recubrimientos consiste en el empleo de películas de materiales cerámicos que se aplican sobre la superficie de la aleación, conocidas como depósitos de tipo sol-gel^[6-10]. En el presente trabajo, se analiza la influencia de los tratamientos superficiales previos a la aplicación de la película de sol-gel en la vida a fatiga de la aleación, correlacionándose estos resultados con los valores de rugosidad asociada a cada tipo de tratamiento. Además se estudia la respuesta a fatiga de la aleación sometida a tratamientos superficiales de sol-gel basados en películas de óxido de zirconio.

Los recubrimientos sol-gel investigados están basados en zirconoles ^[11]. Las reacciones asociadas a ese tipo de recubrimientos se pueden escribir como:

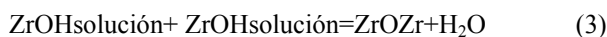


Esta reacción transforma el alcóxido de zirconio en zircanol (ZrOH), generando el alcohol ROH.

A partir de la reacción anterior, es posible que el zircanol reaccione con el hidróxido del metal a proteger de acuerdo a:



En esta reacción de condensación, el hidróxido del metal (MeOH), se encuentra sobre la superficie del metal debido a que previamente, dicha superficie ha sido tratada con una solución alcalina (NaOH). Esta reacción genera ZrOMe en la interfase metal-solución, que corresponde a un sol (es decir una dispersión coloidal de partículas finas). Al aplicar temperatura, se produce secado de la película de sol, generando una estructura tridimensional de zircoxanos (ZrOZr) denominada gel, de acuerdo a la reacción:



Antes de la condensación, las moléculas de zircanol (ZrOH) son adsorbidas en la superficie del metal hidroxilado, a través de enlaces de hidrógeno formados entre los grupos ZrOH y MeOH del metal hidroxilado. Después de la condensación y durante el secado, se forman los enlaces covalentes MeOZr y ZrOZr en la interfase. Con esto, se obtiene un excelente enlazado de una película de óxido de zirconio sobre la superficie de los metales tratados.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Caracterización del Material y Tratamientos Superficiales

La aleación de aluminio seleccionada en esta investigación es la aleación 2024-T3, ampliamente utilizada en la industria aeronáutica en la fabricación de componentes estructurales por su elevada tenacidad y resistencia a la corrosión bajo tensión.

La composición química de esta aleación se determinó por espectrometría de emisión óptica y coincide con las descritas en la literatura ^[3]. Las propiedades mecánicas se determinaron mediante el ensayo de tracción. Los resultados obtenidos se presentan en la Tabla 1.

El tratamiento térmico T3 corresponde a un tratamiento de solubilización cercano a 490°C, seguido de temple, trabajo en frío y envejecimiento natural ^[3].

La aleación base se obtiene a partir del proceso de laminación del aluminio. Las probetas son extraídas de

las chapas con orientación T-L con respecto a la dirección del laminado, según la muestra B en la Fig. 1.

Tabla 1. Propiedades mecánicas de la aleación 2024 T3. ^[12]

Aleación	E (GPa)	σ_{YS} (MPa)	σ_{UTS} (MPa)	Elong. %
2024 T3	72	345	485	18

Con esta orientación se garantiza que las condiciones con las que va a fatigar sean las más críticas, favoreciendo la etapa de crecimiento subcrítico de las fisuras. En esta figura se observa además que la orientación de los granos en el corte transversal coincide con la dirección de laminación y, por tanto, se puede asegurar que los resultados que se obtengan de los ensayos de fatiga corresponderán a la situación en servicio más desfavorable para el componente.

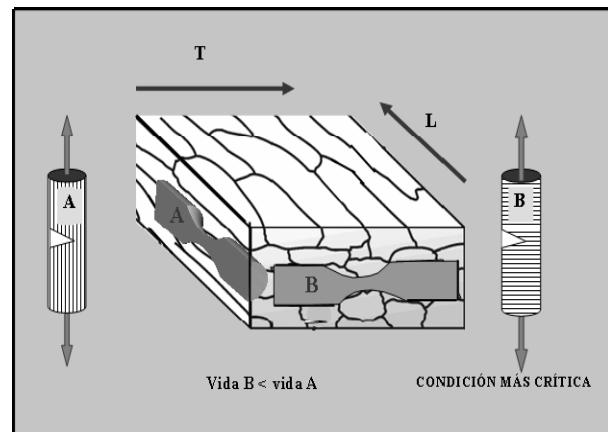


Fig. 1. Orientación de las probetas según el sentido de laminación del material.

Las probetas son mecanizadas con sección circular y con rebaje en el centro, variando el diámetro entre 9 mm en los extremos, donde se produce el amarre de la probeta y 4 mm en la zona central rebajada. Con esta geometría se consigue que las mayores tensiones superficiales se produzcan en el centro de la probeta, y se generen las primeras fisuras de fatiga que promuevan la fractura inestable. Después de ser fabricadas, las probetas fueron desbastadas con una lija N° 1000-P, con un tamaño de grano de 18,3 (µm), con el fin de igualar la rugosidad superficial inicial del material.

El decapado industrial utilizado en el presente trabajo corresponde al utilizado por la Empresa Nacional de Aeronáutica (ENAER) previo al anodizado de las piezas de aluminio. Este decapado está principalmente basado en soluciones de ácido crómico y fosfórico (H₂CrO₄-H₃PO₄). Para el desengrase se emplea tricloroetileno a 84° C por 5 min, inmersión en solución comercial TURCO 4215-S a 60°C por 10 min con agitación y enjuague con agua bidestilada a temperatura ambiente por 5 min. Luego se procede al decapado que consiste en la inmersión en solución comercial SMUT-GO#4 (30-45 g/l al 10% de

ácido nítrico a temperatura ambiente por 5 min con agitación) y enjuague con agua bidestilada a temperatura ambiente^[8].

En el caso del recubrimiento sol-gel, las probetas fueron sometidas a un proceso de desengrase basado en Turco 4215-S. A continuación, las probetas fueron sumergidas en una solución de NaOH al 0,03% con una gota de Triton X100, que es un agente tensoactivo, cuya función es lograr una completa mojabilidad en la superficie de la probeta. A continuación las probetas son sumergidas en la solución de propóxido de zirconio al 5% en 1-propanol por 60 segundos, con agitación mecánica y a temperatura ambiente. Luego que se retiran las probetas de la solución de propóxido de zirconio y se espera 60 segundos a que se seque a temperatura ambiente. Posteriormente se llevan las probetas a un horno a 60 °C y se dejan secar por 30 minutos. Al retirar las probetas se retira el exceso de precipitado que queda en la superficie. El proceso de sol-gel se repite por segunda vez, desde la inmersión en la solución en sol-gel, hasta el proceso de secado en el horno. Se cuidó que el tiempo transcurrido entre el decapado básico y el tratamiento superficial de sol-gel no fuera superior a 2 min, con el fin de evitar el deterioro de la superficie.

Ensayos de Fatiga

Para la caracterización de la vida a fatiga se utilizó una máquina de fatiga en flexión rotativa, a una frecuencia de 100 Hz y con razón de carga $R = -1$.

Los resultados experimentales de estos ensayos dan pares de valores S-N, dicho de otro modo, se relaciona la resistencia (S) a la rotura del material, normalmente expresada en función de la tensión máxima del ciclo (σ_{max}), con la vida esperada (N), a este nivel constante de tensión cíclica. Es conocido, que este tipo de ensayos arrojan una dispersión de los resultados muy elevada, por lo que es preciso utilizar un método estadístico, que permita interpolar los resultados, para manejar datos fiables. La metodología estadística que se ha utilizado es la propuesta por W. Maening, descrita por los autores en artículos anteriores^[4-6]. Mediante esta metodología probabilística se obtienen curvas S-N-P, incluyendo la probabilidad de fractura como un tercer parámetro.

3. RESULTADOS

Curvas S-N-P

En la figura 2 se muestran las curvas S-N-P de la aleación 2024 sometida al proceso de desengrasado, de acuerdo al procedimiento descrito anteriormente. En la figura 3 se muestra la curva de Wohler correspondiente a la aleación sometida sólo al tratamiento superficial de decapado de acuerdo al procedimiento industrial, esto es, decapado ácido. En la figura 4 se muestra la curva S-N correspondiente a un decapado 0.03% en NaOH y en la figura 5 se muestra la curva correspondiente a un decapado 0.5%.

En la tabla 2 se muestran los valores de rugosidad R_a (promedio aritmético del valor absoluto de las desviaciones respecto de la línea central de rugosidad) obtenidos a través de un rugosímetro Talysurf 4, pudiéndose apreciar que el menor valor de rugosidad corresponde al decapado 0.5% NaOH. La mayor rugosidad corresponde al material sólo desengrasado, es decir, con la terminación superficial del maquinado y lijado.

Tabla 2. Medidas de rugosidad obtenida para diversos tratamientos de decapado.

Tipo de decapado	Desengrasado	Industrial	0.03% NaOH	0.5% NaOH
Rugosidad R_a (μm)	0.34	0.32	0.30	0.19

Finalmente, en la tabla 3 se muestran los límites de fatiga de 1%, 50% y 99% de probabilidad de fractura, tomados a 10 millones de ciclos. Se incluyen en dicha tabla, valores de límites de fatiga correspondientes a casos de recubrimientos sol-gel con distintos tipos de decapado, observándose que en el caso de decapado industrial, el tratamiento de sol-gel incrementa la vida a fatiga, en cambio para los casos de decapados básicos, el tratamiento de sol-gel disminuye el comportamiento a fatiga de la aleación.

Tabla 3. Límites de fatiga de las aleaciones estudiadas.

Tratamiento	$S_{FL1\%}$ (MPa)	$S_{FL50\%}$ (MPa)	$S_{FL99\%}$ (MPa)
Desengrasado ^[12]	84	125	176
Decapado Ind. ^[11]	108	161	209
Decapado 0.03%NaOH ^[13]	149	196	246
Decapado 0.5%NaOH ^[13]	140	170	207
Sol Gel (Dec. Ind.) ^[12]	119	168	224
Sol Gel (Dec. Bás. 0.03%) ^[11]	110	138	179
Sol Gel (Dec. Bás. 0.5%) ^[12]	100	150	215

Par facilitar la comparación entre los distintos casos estudiados, en la figura 6 se muestran las curvas correspondientes al decapado industrial seguido de sol-gel. En la figura 7 se muestran las curvas correspondientes al decapado 0.03% NaOH seguido de sol-gel y finalmente en la figura 8 se muestran las curvas correspondientes al decapado 0.5%NaOH seguido de sol-gel.

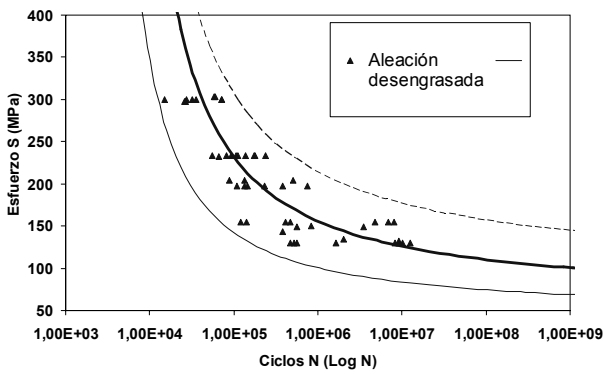


Fig. 2. Curvas S-N-P para la aleación sometida al tratamiento de desengrasado.

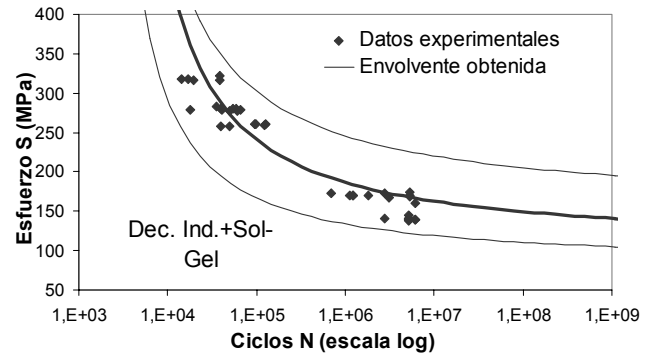


Fig. 6. Curvas S-N-P para la aleación de aluminio 2024 sometida al tratamiento de decapado industrial seguido de sol-gel.

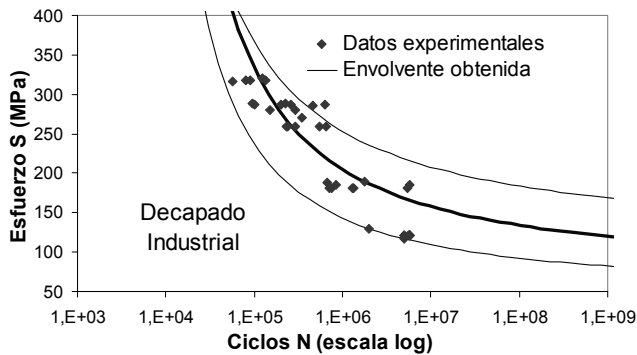


Fig. 3. Curvas S-N-P para la aleación sometida al tratamiento de decapado industrial.

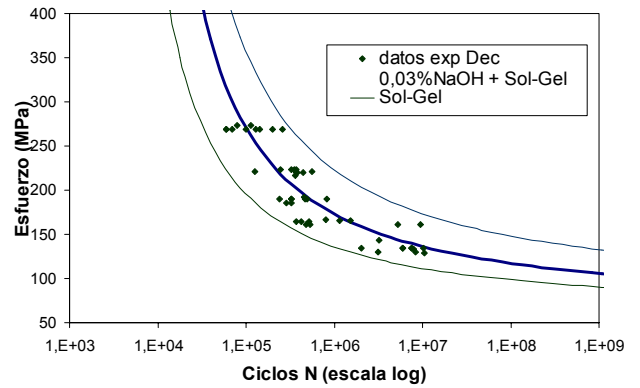


Fig. 7. Curva S-N-P para la aleación sometida a un tratamiento de decapado básico con NaOH al 0,03% seguido de sol-gel^[15].

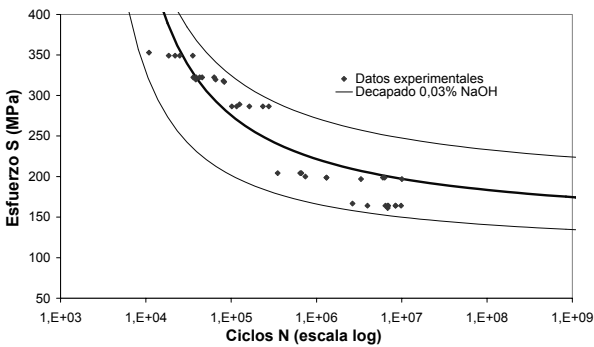


Fig. 4. Curvas S-N-P para la aleación sometida al tratamiento de decapado básico 0.03%NaOH.

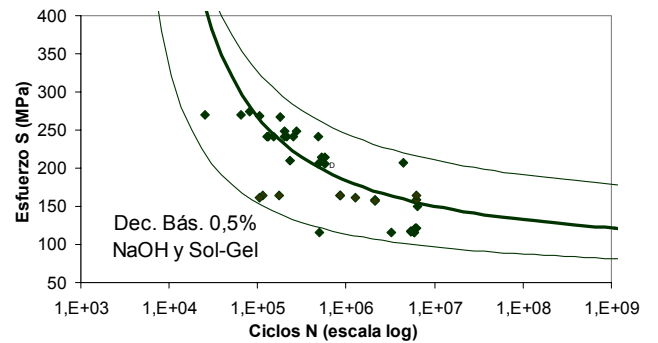


Fig. 8. Curva S-N-P para la aleación sometida a un tratamiento de decapado básico con NaOH al 0,5% seguido de sol-gel.

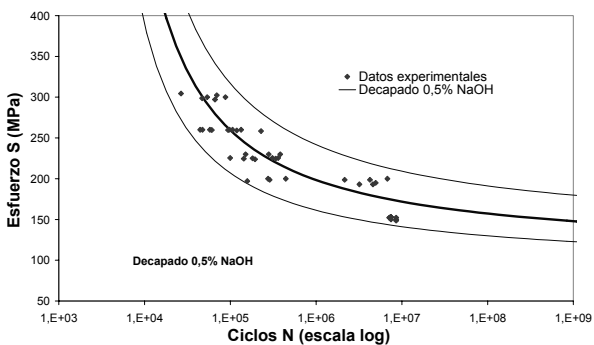


Fig. 5. Curvas S-N-P para la aleación sometida al tratamiento de decapado básico 0.5%NaOH.

El resumen de las figuras 2 a 8 se muestra en la tabla 3. En general, todos los casos estudiados presentan mejor respuesta a fatiga en comparación con el material sólo desengrasado, debido a la mejora en la rugosidad producida por los tratamientos de decapado, como puede deducirse de la tabla 2, en la que la mayor rugosidad corresponde al caso de sólo desengrasado. Además, exceptuando el caso de decapado 0.5% NaOH,

en general se observa una mejora en la resistencia a la fatiga al disminuir la rugosidad superficial, lo que se ilustra en la figura 9. La excepción la constituye la rugosidad de $0.19 \mu\text{m}$, en la que se observa una disminución en el límite de fatiga, lo cual puede deberse a que en el caso de baja rugosidad, los defectos superficiales no son capaces de transformarse en una grieta capaz de crecer por fatiga. Al parecer, en este caso la rugosidad influye en la respuesta a fatiga, sólo para valores mayores de $0.30 \mu\text{m}$.

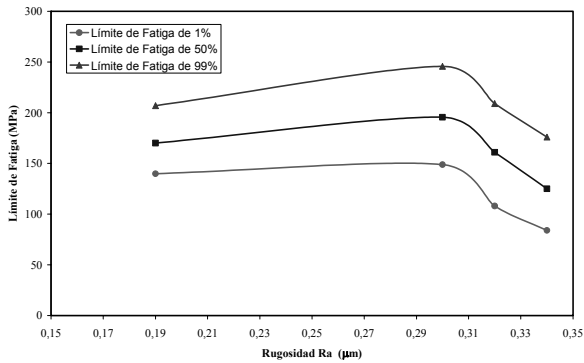


Fig. 9. Relación entre límite de fatiga a 10 millones de ciclos y la rugosidad superficial.

Con el fin de apreciar el efecto del recubrimiento sol-gel sobre la respuesta a fatiga de la aleación para cada decapado estudiado, a continuación se comparan las curvas S-N-P correspondientes a las probetas decapadas y las que han sido sometidas al tratamiento de sol-gel.

En la figura 10 se muestran las curvas correspondientes a las probetas sólo decapadas ($0.03\% \text{NaOH}$) y aquellas sometidas a este decapado y al tratamiento de sol-gel, apreciándose que la aplicación del recubrimiento, disminuye la resistencia a la fatiga. La razón de este resultado no está aún suficientemente claro.

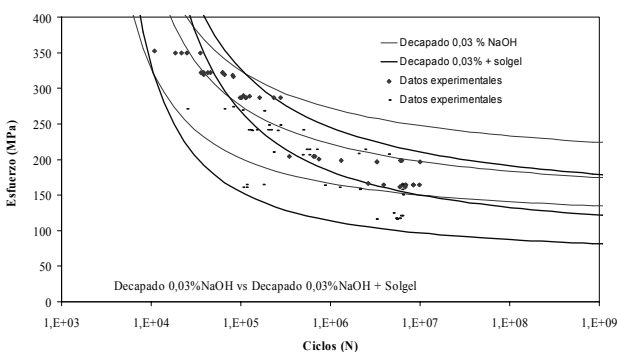


Fig. 10. Curvas S-N-P para la aleación sometida al tratamiento de decapado básico 0.03% de NaOH comparada con la probeta decapada y sometida al tratamiento de sol-gel.

En la figura 11, se muestran las curvas correspondientes a la probeta sometida a un tratamiento de decapado básico de 0.5% comparada con la probeta sometida a este decapado y al tratamiento de sol-gel. Una vez más

se aprecia una disminución en la resistencia a la fatiga para el caso de las probetas sometidas al tratamiento de sol-gel.

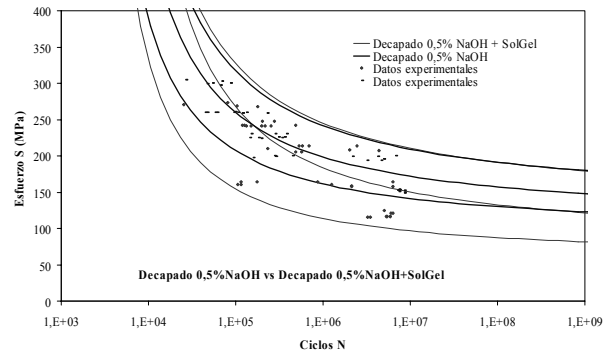


Fig. 11. Curvas S-N-P para la aleación sometida al tratamiento de decapado básico 0.5% de NaOH comparada con la probeta decapada y sometida al tratamiento de sol-gel.

Finalmente, en la figura 12 se muestran las curvas correspondientes a las probetas decapadas industrialmente y aquellas sometidas además al tratamiento de sol-gel. Como se aprecia, en este caso el tratamiento de sol-gel mejora la respuesta a fatiga en comparación con las probetas sometidas a decapado industrial. Esto se puede deber a la agresividad que presenta el tratamiento de decapado industrial, lo cual queda de manifiesto por los bajos valores de límites de fatiga en probetas que fueron sometidas sólo a decapado, ver tabla 3. Es probable entonces, que el recubrir estas probetas decapadas industrialmente, mejore la calidad superficial y por tanto mejore la respuesta a fatiga. Sin embargo, esto es sólo una hipótesis que debiera ser confirmada.

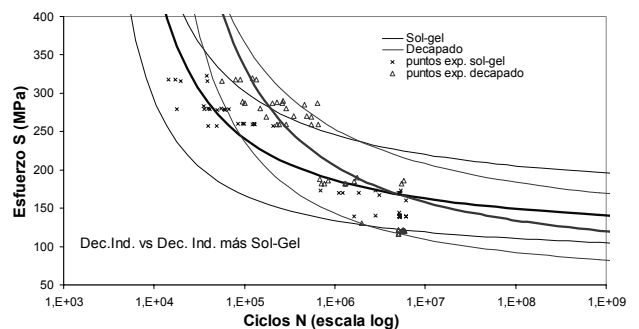


Fig. 12. Curvas S-N-P para la aleación sometida al tratamiento de decapado industrial comparada con el decapado industrial seguido del tratamiento de sol-gel.

De los tres decapados estudiados, el que entrega la menor rugosidad corresponde al decapado básico 0.5% de NaOH, que no es el caso que presenta las mejores propiedades a fatiga, lo que está de acuerdo con lo hallado por otros autores [16]. Los otros tratamientos superficiales, entregan todas rugosidades más altas, cumpliéndose en este caso que las mayores rugosidades están asociadas a un pobre desempeño en fatiga. El peor

comportamiento tanto en fatiga desde el punto de vista de la rugosidad, la presenta la aleación sólo desengrasada, lo que es coherente con la terminación superficial típica de maquinado.

Al recubrir las probetas con la capa de sol-gel, se produce una caída en la respuesta a fatiga para el caso de las probetas decapadas en medio básico. Sin embargo, el efecto es al revés en el caso de las probetas decapadas industrialmente.

4. CONCLUSIONES

Se ha logrado determinar la influencia de distintos tratamientos de decapado sobre la vida a fatiga de la aleación 2024 T3. El tratamiento de desengrasado es el que está asociado a la peor respuesta a fatiga, lo que puede explicarse por la terminación superficial propia de un proceso de maquinado.

El tratamiento de decapado 0.5%NaOH es el que menor rugosidad superficial presenta, pero no es el caso más favorable en cuanto a la respuesta a fatiga. El tratamiento de decapado 0.03% NaOH es el que presenta el mejor comportamiento a fatiga, sin embargo no es el que presenta la menor rugosidad superficial.

Los tratamientos de decapado básico seguidos del tratamiento de sol-gel, entregan buenos resultados a fatiga, sin embargo, los límites de fatiga obtenidos permanecen por debajo de aquellos correspondientes a la aleación sometida al tratamiento de decapado industrial seguido de sol-gel.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer al proyecto Fondecyt N° 1060050 por el apoyo dado al presente proyecto. Además, desean agradecer a la Academia Politécnica Aeronáutica, a la Empresa Nacional de Aeronáutica ENAER y a la Universidad de la Coruña por el interés y permanente compromiso mostrado por la línea de investigación.

6. REFERENCIAS

- [1] E.P. Short and P. Sheasby., Trans. Inst. Metal Finish, 47, 27 (1969).
- [2] G.E.Thompson and G.C.Wood. "Corrosion: Aqueous Processes and Passive films" (Treatise on Material Science and technology), V.23, 1983.
- [3] ASM Speciality Handbook, Aluminium and Aluminium Alloys, 1998.
- [4] Parra R., Monsalve A., Páez M., Sepúlveda Y., Valencia N.y Toledano M., "Influencia de los tratamientos superficiales en la vida útil a fatiga de la aleación de aluminio 2024 T3", Jornadas Conamet-Sam, La Serena, 3-5 de noviembre, 2004.
- [5] Monsalve A., Páez M., Toledano M., Artigas A., Parra R., Sepúlveda Y., "Curvas S-N-P en aleaciones de aluminio 2024-T3 y 7075-T7351 y su dependencia con los tratamientos superficiales", XXII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Almagro, 9-11 de marzo, 2005, España.
- [6] Parkhill R.L., Knobbe E.T., Donley M.S., *Application and evaluation of environmentally compliant pray-coated ormosil films and corrosion resistant of treatments for aluminium 2024 T3*, Progress in Organic Coatings 41 (2001), 261-265.
- [7] Khobaib M., Reynolds L.B., Donley M.S., *A comparative evaluation of corrosion protection of sol-gel based coating systems*, Surface and Coatings Technology, 140 (2001), 16-23.
- [8] Voevoding N., Jeffcoate C., Simon L., Khobaib M., Donley M., Characterization of pitting corrosion in bare sol-gel coated aluminium 2024 T3 alloy, Surface and Coatings Technology, 140 (2001), 29-34.
- [9] Yang X.F., Tallman D.E., Gelling V. J., Bierwagen G.P., Kasten L. J., Berg J., *Use of a sol-gel conversion coating for aluminum corrosion protection*, Surface and Coatings Technology, 140 (2001), 44-50.
- [10] Monsalve, A., Toledano M., Segovia C., Artigas A., Sepúlveda Y. y Páez M., "Efecto de un recubrimiento sol-gel en la resistencia a la fatiga de la aleación de aluminio 2024 T3", III Congreso Internacional de Materiales, Simposio Materia 2005, Cartagena de Indias, Colombia. 12 al 16 de septiembre 2005.
- [11] Segovia C., "Influencia de los tratamientos superficiales, alodine y sol-gel, en la vida útil a fatiga de la aleación de aluminio aeronáutico 2024-T3" Tesis de Ingeniería Metalúrgica, USACH, 2004. A. Monsalve, Corrosión y Selección de Materiales, Apuntes de Curso, Universidad de Santiago de Chile, Facultad de Ingeniería, 2005.
- [12] Parra R., "Influencia de los tratamientos superficiales en la vida útil a fatiga de aleaciones de aluminio aeronáutico", Tesis de Ingeniería, Chile, 2004.
- [13] Montes C., "Influencia de los tratamientos superficiales de decapado en la vida útil a fatiga de la aleación de aluminio aeronáutico 2024 T3", Tesis de Ingeniería, Chile, 2006.
- [14] Monsalve, A., Toledano, Segovia C., Artigas A., Sepúlveda Y. y Páez, M., "Estudio comparativo entre diversos tratamientos de protección superficial en la aleación de aluminio 2024 T3", Jornadas SAM-CONAMET 2005, Mar del Plata, Argentina, Octubre 2005.
- [15] Monsalve A., Toledano M., Páez M., Artigas A., Castillo A., Sepúlveda Y., "Efecto de un recubrimiento del tipo sol-gel en la vida a fatiga de la aleación de aluminio 2024-T3", XXIII Encuentro del Grupo Español de Fractura, Albarracín, 29-31 de marzo, 2006, España.
- [16] Giummarra C., Zonker H., Improving the fatigue response of aerospace structural joints, ICAF 2005 Proceedings, Hamburg, Germany, (2005)