

## EFFECTOS DEL PULIDO EN LA CARACTERIZACION DE Mg AZ31 DEFORMADO POR ECASED

Ing. Pablo Risso<sup>(1)</sup>, Lic. Vanina Tartalini<sup>(1)</sup>, Ing. Emigdio Mendoza Fandiño<sup>(2)</sup>, Dra. Patricia Fernández Morales<sup>(3)</sup>, Dr. Raúl Bolmaro<sup>(1,3)</sup>, Dra. Martina Ávalos<sup>(1,4)</sup>

<sup>(1)</sup>Centro Científico Tecnológico, Lab. Microscopía Electrónica de Barrido, Rosario, Argentina. <sup>(2)</sup>Universidad Pontificia Bolivariana, Instituto de Energía, Materiales y Medio Ambiente, Medellín, Colombia. <sup>(3)</sup>Facultad de Ingeniería Industrial, Universidad Pontificia Bolivariana, Medellín, Colombia. <sup>(4)</sup>Laboratorio de Ciencia de los Materiales, Instituto de Física Rosario CONICET-UNR, Rosario, Argentina.

Email: prisso@ifir-conicet.gov.ar

Las aleaciones de magnesio (Mg) han ganado el interés del sector industrial de automotrices como materiales estructurales por su excelente relación peso/propiedades mecánicas. En particular es de uso muy difundido la aleación AZ31 (3 wt.% Al, 1 wt.% Zn y 0.2–0.5 wt.% Mn), en la que el Mn ha sido usado como aleante con el fin de formar partículas intermetálicas de gran efecto en el refinado de granos [1]. Las aleaciones de Mg con propiedades mecánicas mejoradas a partir del desarrollo de una microestructura de micro-nanogranos obtenida por deformación plástica severa (SPD), han estado en estudio por las dos últimas décadas. Entre las metodologías de SPD existe una en particular denominada *Equal Channel Angular Shear Extrusion Deformation* (ECASED), prometedora porque utiliza metodologías conocidas, equipamientos casi estándar y materiales pre-existentes para producir chapas con durezas superficiales mejoradas con un mínimo incremento de la energía de fabricación [2]. Esta metodología de deformación de chapas por corte en canal angular produce grandes modificaciones localizadas en la superficie de las chapas, manteniendo un núcleo dúctil con un incremento simultáneo de la dureza y resistencia superficial. El objetivo de este trabajo es reportar la metodología y los resultados de la preparación de muestras de AZ31 para observación por SEM-EBSD con el fin de caracterizar su microestructura y “microtextura”. Se utilizó un microscopio electrónico de barrido (MEB) Quanta 200F equipado con equipo para difracción por electrones retrodifundidos (EBSD, por sus siglas en inglés), detector de Forward Scatter (FSD) y espectroscopía por dispersión de energía (EDS). Se trabajó con 6 chapas de Mg AZ31 sometidas al proceso de ECASED, combinando dos ángulos del dado (120° y 150°) y tres temperaturas de procesamiento: 25°C (ambiente), 100°C y 200°C. El pulido de aleaciones de magnesio para EBSD no es tarea simple, a lo que se suma la deformación severa. Las chapas fueron incluidas en resina conductora, pulidas con papeles abrasivos desde 240 hasta 1200 a 120 rpm y 18 N de fuerza durante 1 minuto cada uno hasta llevar la muestra a plano, seguido de pulido químico con 10% HNO<sub>3</sub> + 90% Metanol durante 5 minutos. En la Fig.1 se evidencian los granos del material en una micrografía obtenida con el detector de electrones secundario (ETD). Los patrones de Kikuchi, necesarios para EBSD, se obtuvieron solamente después de un pulido con pastas de diamante de 6, 1 y 1/4 micras, para finalizar con pulido desde 2 minutos hasta 1 hora con alúmina de 0.05 μm dispersas en etilenglicol con velocidades de 100 rpm, fuerza de 18 N, y ataque químico en tiempos escalonados, ya que su acción varía de acuerdo a la deformación. En la Fig. 2 se observa la misma muestra M3 luego del pulido para EBSD, colocada a 70°, donde se aprecian inclusiones que resaltan de la matriz. En las Fig. 3 y 4 es evidente que el ataque químico actúa de forma diferente según la severidad de la deformación: en la región cercana a los bordes con granos de menor tamaño el ataque es más intenso y facilita además la observación de inclusiones. Para observar todo el espesor de las chapas y a fin de obtener los mejores patrones de Kikuchi en cada región se fueron modificando los tiempos de ataque para cada observación. En las Fig. 5 y 6 se presentan imágenes combinadas de FSD con la figura de polos inversa (IPF, por sus siglas en inglés) de la muestra M6 cercana al borde exterior (ataque químico general) y en el interior de la misma muestra (tiempo de ataque mucho menor), respectivamente. Nótese cómo en la última figura ha mejorado la superficie como así también la definición en la imagen por IPF, es decir, hubo un aumento notable en la definición de los patrones de Kikuchi. La Fig. 7 muestra la gran variedad de inclusiones de Al-Mn con diferentes estructuras cristalinas y parámetros de red. Más allá de los parámetros típicos de EBSD como IQ (Índice de calidad), Fit (Ajuste) o CI (Índice de confianza) para identificar y separar los intermetálicos de la matriz, es indispensable trabajar en conjunto con EDS para determinar la naturaleza de los mismos. En las Fig. 8 y 9, se infiere que estos intermetálicos podrían ser Al<sub>2</sub>Mn<sub>3</sub>

## 4° Congreso de la Asociación Argentina de Microscopía (SAMIC 2016)

y  $\text{Al}_3\text{Mn}$ , respectivamente. En síntesis, el uso de diferentes tiempos de ataque químico permitió la obtención de datos de microestructura por EBSD, pero para explorar áreas de mayores dimensiones e incrementar la estadística para datos de microtextura se requiere mejorar la técnica de pulido mecánico, ya que el ataque químico produce un ataque diferencial. El uso de EDS combinado con EBSD es fundamental para caracterizar las inclusiones intermetálicas en AZ31.

## REFERENCIAS

- [1] Pawar S., (2014) "Investigation of the microstructure and the influence of iron on the formation of Al 8 Mn 5 particles in twin roll cast AZ31 magnesium alloy" *J. of Alloys and Compounds*. 628 (2015):195–198.  
 [2] Valiev R. Z., (2002) "Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation" *J. Mater. Res.*, 17 (1):5–8.

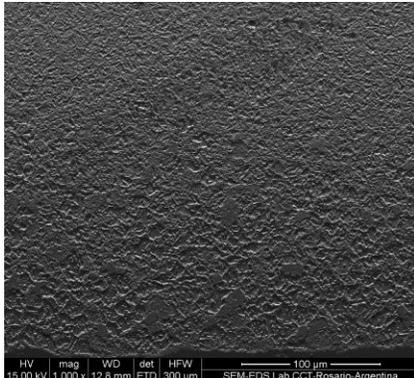


Figura 1: cercana al borde de la muestra M3 (25°C y canal de 150°).

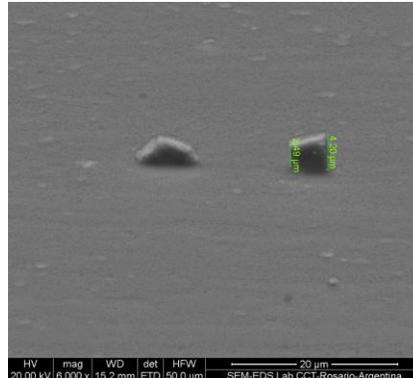


Figura 2: muestra M3 inclinada a 70°. Resaltado de las inclusiones.

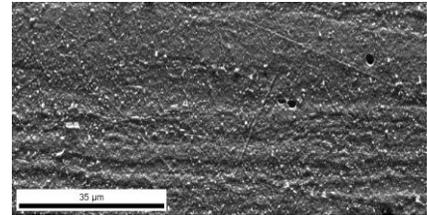


Figura 3: imagen del FSD de la zona media de la chapa M6.

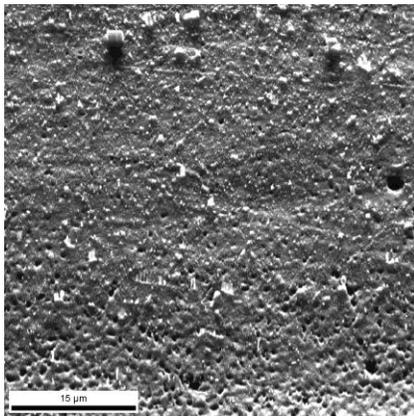


Figura 4: imagen del FSD de la zona externa de la chapa M6.

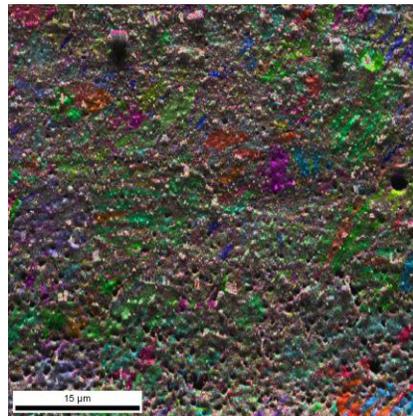


Figura 5: combinación de imágenes FSD e IPF de la zona externa M6.

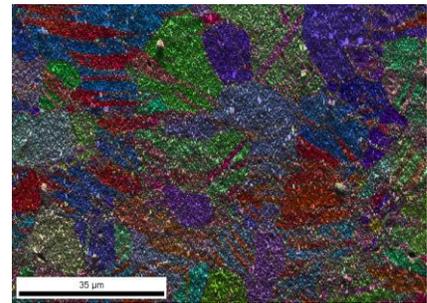


Figura 6: combinación de las imágenes de FSD e IPF de la zona externa de la muestra M6 con menor tiempo de ataque químico.

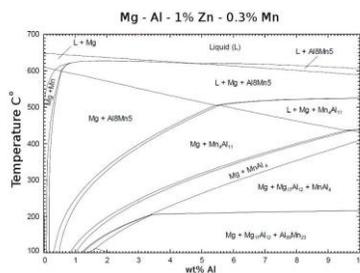


Figura 7: diagrama de fase del AZ31 con wt.%0.3 Mn.

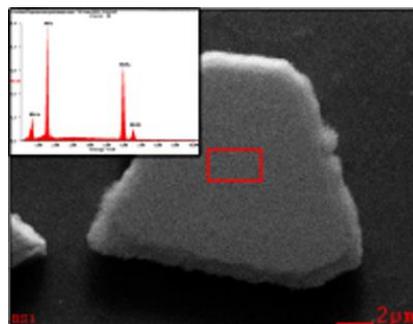


Figura 8: inclusión intermetálica de AlMn (40 At.% Al y 60 At.% Mn).

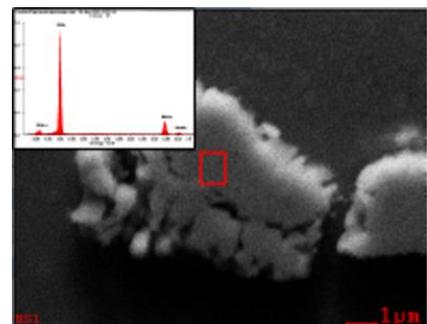


Figura 9: inclusión intermetálica de AlMn (75 At.% Al y 25 At.% Mn).

