

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE HONDURAS
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE FÍSICA
MAESTRÍA EN FÍSICA



**GENERACIÓN Y EVOLUCIÓN DE LAS ZONAS DE
GUINIER-PRESTON EN UNA ALEACIÓN DE ALUMINIO 7075
APLICANDO EL PROCESO DE ENVEJECIMIENTO**

TESIS PARA LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE:

MASTER EN FÍSICA

PRESENTADA POR:

WILMER ALEXANDER BETANCO GONZALEZ

ASESOR:

DR. GERHARD JOHANNES JOSEF RUMMEL

Tegucigalpa M.D.C. Honduras C.A 30 de abril de 2022

DEDICATORIA

Dedico con todo mi corazón este trabajo de tesis a mis padres **Orbelina Gonzales** y **Martin Betanco**, pues sin ellos no hubiera sido posible haber llegado a donde estoy ahora, porque en todo momento han estado allí para brindarme su apoyo, consejo y regaños, porque durante esta crisis que ha agobiado a la humanidad como lo es el covid-19, ellos estuvieron siempre conmigo y aunque esta enfermedad cruel me los quiso arrebatarse y no pudo, gracias a la voluntad de Dios, ellos siempre han luchado y sé que mientras tengan vida y esperanza lo seguirán haciendo.

Ellos son el pilar fundamental, no solo de este triunfo, también de mi vida, los amo y le pido al Señor que me permita tenerlos conmigo mucho tiempo más.

Quisiera también dedicar este trabajo a esos compañeros de trabajo, amigos y seres queridos que tuvieron que partir a causa de esta enfermedad que aún nos mantiene con temor, a esas personas que se han esforzado y expuesto para combatir de primera mano esta terrible afección, a todos ellos va también esta dedicatoria y todo el agradecimiento, que no es suficiente para tan enorme labor.

AGRADECIMIENTO

Agradezco a Dios, divino creador y redentor del universo, por permitirme el poder concluir con una meta más de mi vida, y de poder haber llevado acabo este trabajo, el cual me llena de mucha satisfacción y que seguiré tomando como base para futuros proyectos dentro de mi formación académica.

Quiero agradecer muy profundamente al Dr. Gerhard J. Rummel, profesor de la Escuela de Física de la Universidad Nacional Autónoma de Honduras, por confiar en mi persona y ser mi asesor durante esta investigación, por sus enseñanzas y paciencia durante este proceso, el cual no ha sido fácil, por mostrarme todo su respaldo muy a pesar de las circunstancias que se nos dieron en el camino, muchas gracias Dr. Rummel.

Al profesor Alejandro Galo Roldan, Decano de la Facultad de Ciencias, porque ha sido una de la personas que más ha creído en mi desde hace mucho tiempo y por brindarme su confianza y respaldo en muchas etapas de mi vida profesional y personal.

Al Ing. David Aguilar coordinador de la Carrera de Técnico Universitario en Metalurgia, por su enorme apoyo durante este proceso de investigación, sin su conocimiento con los equipos como el Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) y materiales de la sección de Metalurgia no hubiera sido posible este trabajo, no solo es un gran maestro, también lo considero un excelente amigo y compañero de trabajo.

Finalmente agradezco a Suany Manzanares, Kelvin Betanco, Iris Betanco, Clementina Gonzales y Valeria Betanco, por estar siempre conmigo, por ser mi familia y estar presente cuando los necesito, gracias por estar en la culminación de esta meta.

RESUMEN

Se realizó un proceso de endurecimiento por precipitación (envejecimiento) a una aleación de aluminio de la serie 7xxx (aleaciones de Aluminio-Zinc y otros elementos en pequeñas cantidades), lo cuál permitió originar cambios en las propiedades mecánicas del mismo. Además de poder generar las zonas de Guinier-Preston (GP) que están asociadas a este tipo de endurecimiento ayudándonos en la observación con el microscopio electrónico de barrido (MEB). Y a la vez proporcionar un conjunto de datos importantes mediante pruebas metalográficas y ensayos de dureza. Todo esto tiene la finalidad de demostrar que se pueden realizar las pruebas y mecanismos para mejorar las propiedades de aleaciones complejas como son las de Aluminio, usando los métodos de tratamiento térmicos y pruebas de ensayos mecánicos con los que se cuenta en la UNAH.

PALABRAS CLAVE

Endurecimiento por precipitación, envejecimiento, aleación, zonas de Guinier-Preston, propiedades mecánicas, pruebas metalográficas, ensayos de dureza, tratamiento térmico, microscopio electrónico de barrido (MEB).

ABSTRACT

A precipitation (or aging) hardening process was performed on an aluminum alloy sample of the 7xxx series (aluminum-zinc alloys and other elements in small quantities), which allowed us to bring about changes in the mechanical properties of the same. In addition to being able to generate the zones of Guinier-Preston that are associated to this type of hardening aiding us in the observation with the scanning electron microscope (SEM). Additionally, we acquired valuable data through metallographic tests and hardness tests. Moreover, we demonstrated that the thermal treatment and sample characterization methods available at the UNAH enable us to investigate procedures to enhance the mechanical properties of complex alloys.

KEY WORDS

Precipitation hardening, aging, alloy, Guinier-Preston zones, mechanical properties, metallographic tests, hardness tests, thermal treatment, Scanning Electron Microscopy (SEM).

Índice general

DEDICATORIA	III
AGRADECIMIENTO	V
RESUMEN	VII
1. Problema de investigación	1
1.1. Introducción	1
1.2. Planteamiento del problema	1
1.3. Justificación y relevancia	2
1.4. Limitaciones de la investigación	2
1.5. Objetivos	3
1.5.1. Objetivo General	3
1.5.2. Objetivos específicos	3
2. Fundamentos Teóricos	5
2.1. Antecedentes de estudio	5
2.2. Bases Teóricas	8
2.2.1. Zonas de Guinier-Preston y diversas aleaciones de aluminio	8
2.2.2. Precipitados sin equilibrio durante el envejecimiento para una aleación de Al-Cu.	11
2.2.3. Aleación 7075 (Aluminio-Zinc)	14
2.2.4. Composición química, propiedades físicas y mecánicas de la aleación 7075.	16
2.2.5. Microscopio Electrónico de Barrido (MEB ó SEM), Microscopio Óptico Metalográfico y Durómetro.	18
3. Metodología de investigación	23
3.1. Metodología del proceso	23
3.2. Plan experimental	23

3.2.1.	Materiales, equipos de laboratorio y primeros pasos del proceso	24
3.2.2.	Procedimiento para la recolección de los datos del experimento	27
3.2.3.	Hipótesis nula	28
4.	Presentación de datos	29
4.1.	Desarrollo experimental	29
4.2.	Datos del experimento	33
4.2.1.	Tablas de resultados obtenidas	33
4.2.2.	Gráficas de Tiempo vs Dureza (HB)	34
4.3.	Análisis y discusión de resultados	37
4.3.1.	Gráfica de temperaturas y zonas de interés	37
4.3.2.	Imágenes de los microscopios metalograficos y MEB	38
5.	Conclusiones	51
6.	Recomendaciones	53
	Glosario	57
	Anexos	59
6.1.	Anexo # 1: Ficha técnica de equipos.	59
6.2.	Anexo # 2: Imágenes adicionales del procesos experimental.	62
6.3.	Anexo # 3: Micrografías tomadas desde el monitor del MEB.	65
6.4.	Anexo # 4: Código de gráficas de GNUPLOT.	66
6.4.1.	Codigo Gnuplot para temperatura de 150°C	66
6.4.2.	Codigo Gnuplot para temperatura de 200°C	67
6.4.3.	Codigo Gnuplot para temperatura de 260°C	67
6.4.4.	Codigo Gnuplot para la gráfica de las tres temperaturas	68

Índice de figuras

2.1. Micrografías de patrón de difracción y en campo claro de una aleación AL-4%Cu .	12
2.2. Efecto de la temperatura y tiempo de envejecimiento de una aleación Al-4% Cu . .	13
2.3. Diagrama de límites de solubilidad aluminio-magnesio-silicio	14
2.4. Diagrama de fases de aleaciones aluminio-zinc	15
2.5. Micrografía de aleación 7075-T6	16
2.6. Principios constitutivos del microscopio óptico, TEM y SEM	19
2.7. Principios constitutivos del SEM	20
2.8. Esquema de Microscopio Metalográfico	21
2.9. Dureza Rockwell	22
3.1. Barra de aleación 7075 (ZICRAL)	24
3.2. Muestras de la aleación 7075	24
3.3. Hornos eléctricos para el proceso de investigación	25
3.4. Equipo y ácidos para el electropulido y ataque de muestras	26
3.5. Tabla de durezas Rockwell y Brinell	26
3.6. Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)	27
4.1. MEB en uso durante la observación de muestras	32
4.2. Hidróxido de Sodio y Fluoruro de Sodio	32
4.3. Gráfica para la temperatura de envejecimiento de 150°C, dentro del horno para los diferentes tiempos de permanencia de las muestras de estudio.	35
4.4. Gráfica para la temperatura de envejecimiento de 200°C, dentro del horno para los diferentes tiempos de permanencia de las muestras de estudio.	36
4.5. Gráfica para la temperatura de envejecimiento de 260°C, dentro del horno para los diferentes tiempos de permanencia de las muestras de estudio.	36
4.6. Efecto de la temperaturas de envejecimiento y la dureza en la aleación de aluminio 7075	37
4.7. Micrografía de la muestra # 8 a 75x, se muestran las fronteras de grano	38

4.8. Micrografía de la muestra # 9 a 75x, se muestran las fronteras de grano	38
4.9. Micrografía de la muestra # 9 a una ampliación de 150x	39
4.10. Micrografía de la muestra #10 a una ampliación de 150x	39
4.11. Micrografía de la muestra # 12 a 600x, no se marcan zonas porque el aumento de la zona estamos dentro de un posible grano de la microestructura	40
4.12. Micrografía de la muestra templada a una ampliación de 350x	40
4.13. Micrografía de la muestra templada a una ampliación de 600x	40
4.14. Muestra # 1, MEB a 5k de ampliación	41
4.15. Muestra # 1, MEB a 10k de ampliación	41
4.16. Muestra # 2, MEB a 1k de ampliación	42
4.17. Muestra # 2, MEB a 5k de ampliación	42
4.18. Muestra # 3, MEB a 1k de ampliación	42
4.19. Muestra # 3, MEB a 5k de ampliación	42
4.20. Muestra # 4, MEB a 1k de ampliación	43
4.21. Muestra # 4, MEB a 5k de ampliación	43
4.22. Muestra # 5, MEB a 1k de ampliación	43
4.23. Muestra # 5, MEB a 5k de ampliación	43
4.24. Muestra # 6, MEB a 1k de ampliación	43
4.25. Muestra # 6, MEB a 5k de ampliación	43
4.26. Muestra Templada, MEB a 5k ampliación	44
4.27. Muestra # 7, MEB a 10k de ampliación	44
4.28. Muestra # 8, MEB a 1k de ampliación	45
4.29. Muestra # 8, MEB a 5k de ampliación	45
4.30. Muestra # 9, MEB a 1k de ampliación	45
4.31. Muestra # 9, MEB a 4k de ampliación	45
4.32. Muestra # 10, MEB a 1k de ampliación	46
4.33. Muestra # 10, MEB a 5k de ampliación	46
4.34. Muestra # 11, MEB a 1k de ampliación	46
4.35. Muestra # 11, MEB a 5k de ampliación	46
4.36. Muestra # 12, MEB a 1k de ampliación	46
4.37. Muestra # 12, MEB a 5k de ampliación	46
4.38. Muestra Estándar, MEB a 5k ampliación	47
4.39. Muestra # 13, MEB a 1k de ampliación	47
4.40. Muestra # 13, MEB a 5k de ampliación	47
4.41. Muestra # 14, MEB a 1k de ampliación	48
4.42. Muestra # 14, MEB a 5k de ampliación	48

4.43. Muestra # 15, MEB a 1k de ampliación	48
4.44. Muestra # 15, MEB a 5k de ampliación	48
4.45. Muestra # 16, MEB a 1k de ampliación	49
4.46. Muestra # 16, MEB a 5k de ampliación	49
4.47. Muestra # 17, MEB a 1k de ampliación	49
4.48. Muestra # 17, MEB a 5k de ampliación	49
4.49. Muestra # 18, MEB a 1k de ampliación	49
4.50. Muestra # 18, MEB a 5k de ampliación	49
4.51. Muestra # 18, MEB a 10k ampliación	50
6.1. Probetas para la temperatura de 150°C	62
6.2. Hornos en funcionamiento	62
6.3. Colocación de las muestras dentro de los hornos	62
6.4. Lijado de muestras	63
6.5. Ensayo de Dureza	63
6.6. Probeta ensayada con marcas del durómetro	63
6.7. Muestras colocadas dentro del MEB	64
6.8. Microscopio Óptico Metalográfico	64
6.9. Toma de temperatura para el Electropulido	64
6.10. Micrografía donde se observa la huella del penetrador (Amarillo)	65
6.11. Micrografía de que muestra posibles zonas de precipitados (Azul) y la matriz de aluminio (Rojo)	65
6.12. Micrografía ampliada a 4500x	65
6.13. No se observa precipitado dentro de la micrografía	65
6.14. Muestra mala debido a la presencia de rayas en la estructura	66

Índice de tablas

2.1. Composición química aleación 7075, (?)	17
2.2. Propiedades Físicas Típicas (a temperatura ambiente de 20°C)	17
2.3. Propiedades Mecánicas Típicas (a temperatura ambiente de 20°C)	18
4.1. Tiempos de permanencia dentro de los hornos	30
4.2. Tiempos y durezas para la temperatura de 150°C ± 5°C	33
4.3. Tiempos y durezas para la temperatura de 200°C ± 5°C	33
4.4. Tiempos y durezas para la temperatura de 260°C ± 5°C	34
4.5. Durezas para las muestras Estándar y Templada	34
6.1. Ficha técnica del Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)	59
6.2. Ficha técnica del Microscopio Óptico Metalográfico	59
6.3. Ficha técnica del Durómetro	60
6.4. Ficha técnica de los hornos utilizados	60
6.5. Ficha técnica de la fuente de voltaje	61
6.6. Ficha técnica del agitador magnético con placa de calefacción	61

Capítulo 1

Problema de investigación

1.1. Introducción

El proceso de envejecimiento térmico permite aumentar la dureza y la resistencia de las aleaciones, se produce por una secuencia de transformaciones de fase que lleva a una dispersión uniforme de precipitados coherentes a nanoescala en una matriz más dúctil y blanda. (?)

Las escalas de longitud típicas en este proceso son muy finas, por lo que es necesario hacer uso de equipo especializado para su potencial observación, pudiéndose realizar ensayos mecánicos para su comprobación con respecto a la modificación de las propiedades

Un caso interesante de este proceso en aleaciones de materiales no ferrosos, sobre todo por el hecho de que después de cierto tiempo la sobresaturación de las fases metaestables siguen cambiando hasta llegar a una fase estable (?), este fenómeno lo podemos identificar a través de microscopios electrónicos de transmisión o barrido.

1.2. Planteamiento del problema

En la actualidad se conocen una enorme gama de materiales y aleaciones que forman un pilar fundamental del progreso y desarrollo científico, tenemos gran cantidad de aleaciones que usamos en todo nuestro entorno, y el hecho de conocer de como estas aleaciones son capaces de poseer diferentes cualidades nos lleva a querer conocer como se establecen las bases físicas para dichas propiedades presentes en las mismas. tal es el caso de las aleaciones de aluminio que poseen una gran cantidad de aplicaciones. En nuestro medio no es común realizar de manera frecuente pruebas a estas aleaciones. incluso el proporcionar cambios favorables a estas estructuras es algo que poco se conoce en Honduras, ya sea a través de algún tratamiento térmico, físico o químico.

Lo que nos lleva a pensar si es posible realizar estas pruebas de cambios en nuestros labora-

torios y generar en estas aleaciones los procesos de evolución que se nos muestran en trabajos ya efectuados(?), y así poder ver el fenómeno de precipitación que se desarrolla.

Así surge la interrogante **¿Se pueden generar y ver la evolución de las zonas de Guinier-Preston en una aleación de aluminio de la serie 7xxx con nuestros recursos?**

También el hecho de pensar que se pueden cambiar las propiedades mecánicas de dicho material, todo esto en el establecimiento de las posibles teorías y modelos matemáticos que sirven para modelar el sistema.

1.3. Justificación y relevancia

Es muy importante poder realizar este proceso del endurecimiento por precipitación de la aleación de aluminio 7075, ya que esto nos permitirá tener mayor conocimiento de este tipo de experimentación en nuestra universidad y en el país, además que esta aleación es muy utilizada en la industria automotriz, maquinaria, metalúrgica y la industria aeronáutica entre otras.

Demostrando así que podemos realizar mejoras en las propiedades mecánicas de estas aleaciones que son de gran importancia en diversas aplicaciones.

Además de que se mejore la educación brindada en la Sección de Metalurgia y Física. Permitiendo el análisis y desarrollo científico y técnico dentro del mismo.

Esto puede permitir que distintas empresas que trabajan con este tipo de aleaciones como ser Extralum, Alutech, etc. Se avoquen para solicitar el apoyo en la parte de investigación sobre estas aleaciones de aluminio, y a la vez proporcionar mayor conocimiento a los que participan en estos experimentos.

Este tipo de estudios en aleaciones de aluminio de la serie 6xxx y 7xxx no son muy comunes en nuestro medio, pero el uso de aleaciones de este tipo si lo es, por lo cuál este estudio es muy importante poderlo realizar y de la mejor manera posible aunque los primeros resultados se dieron por los años de 1930-1940 (?), sus aplicaciones son de gran importancia como ya se menciona en la industria automovilística, aviación y fuselajes para alas delta entre otros. (?)

Por lo que este estudio será de gran aplicación y aporte dentro y fuera de nuestra institución.

1.4. Limitaciones de la investigación

Esta investigación es estrictamente experimental, para poder trabajar en el mismo y desarrollar las zonas GP, es importante y básico saber que con una aleación diferente de la serie 6xxx o 7xxx, se complicaría el proceso, esto gracias a los elementos presentes en la aleación y de que para este experimento es necesario realizar diversos tratamientos térmicos como lo son el templado y posteriormente el revenido o envejecimiento de las muestras, lo que debe hacerse a temperaturas

controladas y si no se cuenta con hornos eléctricos en buen estado y que permitan regular dichas temperaturas.

Es importante el uso de ácidos para poder realizar el pulido y la revelación de la estructura, aunque no solamente se puede utilizar composiciones ácidas, también básicas (?), esto previo a un proceso al que cada muestra es sometido para poder tener una superficie plana y limpia, en ocasiones muchos de estos ácidos no son fáciles de adquirir, por lo que es necesario poder encontrar algunas alternativas con otros tipos o combinaciones reactivas de los mismos.

Debido a que los microscopios electrónicos son herramientas clave para poder ver y localizar las zonas de GP, y siendo los de transmisión los mejores para la observación de esas zonas de precipitado muy fino (?), esto provoca que no tengamos las mejores opciones, sin embargo, contamos con el microscopio electrónico de barrido (MEB) que nos permite conseguir buenas imágenes dentro de estas limitaciones.

Se puede mencionar también que el uso de una buena fuente de voltaje es importante, ya que esta se puede volver una limitante durante la investigación, junto a muchos otros factores, son los riesgos y retos de los trabajos experimentales.

1.5. Objetivos

1.5.1. Objetivo General

Determinar las zonas de Guinier-Preston mediante el envejecimiento de la aleación 7075 para aplicaciones científicas e industriales.

1.5.2. Objetivos específicos

- Realizar el tratamiento térmico correspondiente para producir el endurecimiento por envejecimiento de la aleación.
- Proporcionar los datos correspondientes a la generación de las zonas de Guinier-Preston.
- Efectuar pruebas de dureza y ensayos metalográficos.
- Mostrar a través de imágenes la ubicación de algunos precipitados de la aleación (zonas de GP).

Capítulo 2

Fundamentos Teóricos

2.1. Antecedentes de estudio

Martinez & Rodriguez, (2015), realizaron la investigación: *Estudio de la formación de precipitados en la microestructura de un aluminio 6063-T5 envejecido a una temperatura de 170°C, durante tiempos de 12, 18, 24, 48, 72 y 96 horas, usando microscopia óptica y electrónica de barrido*, Universidad Distrital Francisco José de Caldas, Facultad Tecnológica, Bogotá DC (?). La investigación llegó a las siguientes conclusiones:

1. A través de la microscopia electrónica se pudo revelar que en los precipitados del material permanecen aglomeraciones de hierro (Fe) y Silicio (Si) en su composición química.
2. Para la identificación plena de las fases del material se hace necesario el uso de Microscopia Electrónica de Transmisión (MET).
3. A pesar de los diferentes análisis y con el uso de las técnicas de caracterización presupuestadas, fue imposible detectar las zonas con precipitados Mg_2Si , en las cuales están presentes las zonas de Guinier-Preston.
4. Se evidencia el comportamiento de los precipitados con el paso del tiempo a temperatura de 170°C.
5. Se verificó que en las probetas 1 y 2 (12 y 24 horas) la distribución de los precipitados presenta una distribución metaestable¹ con varios grupos de precipitados.

Este antecedente es importante para el desarrollo de nuestro trabajo, ya que nos indica como se observa en un microscopio electrónico de barrido la precipitación de dicha aleación,

¹Sistema que se encuentra en equilibrio aparente, pero que puede cambiar a un estado más estable. (dle.rae.es/metaestable, 2022)

además de los posibles inconvenientes en la verificación de la formación y crecimiento de las zonas de Guinier-Preston.

Ochoa, (2013), realizó la investigación: *Estudio en la región de las zonas de Guinier-Preston en el aluminio AA6061, seguido por resistividad eléctrica y microscopia*, Universidad Tecnológica del Centro, UNITEC, Guacara, Estado Carabobo, Venezuela (?). La investigación llegó a las siguientes conclusiones:

1. La formación y el crecimiento de las zonas de Guinier-Preston, así como otras fases metaestables, β'' y β' , son las principales responsables en el comportamiento de la resistividad eléctrica.
2. La microscopia óptica y la microscopia electrónica de transmisión permitieron revelar la estructura de este aluminio, siendo ésta de carácter granular.
3. Se observó, a través de la microscopia, que la variación del tamaño de grano en la microestructura de esta aleación tiene influencia de carácter proporcional con el comportamiento de la resistividad eléctrica.

Este antecedente es de gran importancia para el desarrollo de nuestro trabajo, ya que utiliza técnicas complementarias de microscopia para determinar la variación de los granos, su forma, además de la formación y crecimiento de las zonas de Guinier-Preston.

Ferragut, (1997), realizó junto a otros investigadores: *Análisis de la evolución microestructural de la aleación 7012 en los primeros estadios del envejecimiento artificial*, Universidad Nacional del centro de la provincia de Buenos Aires y comisión de investigaciones Científicas de la provincia de Buenos Aires, Argentina (?). La investigación llegó a las siguientes conclusiones:

1. Durante el envejecimiento natural, a partir del templado, se forman zonas de Guinier-Preston esféricas.
2. En muestras preenvejecidas no se observa la formación de la fase η' .
3. En los primeros estadios del envejecimiento artificial habría disolución de zonas de Guinier-Preston.
4. Cuando las muestras son envejecidas artificialmente a 150°C se forman precipitados η' , que crecen con el tiempo de envejecimiento. Aparecen otras partículas, aún no identificadas, que coexisten con estos precipitados.

Este otro antecedente complementa al primero y nos proporciona una base para poder abordar nuestro trabajo desde las temperaturas bases que se utilizan en nuestro experimento.

Ferragut, (2000), realizó juntos a otros investigadores el siguiente: *Estudio de la formación de zonas de Guinier-Preston mediante SAXS² y resistometría eléctrica*, Universidad Nacional del Centro y Comisión de Investigaciones Científicas de la Provincia de Buenos Aires, Argentina. Laboratorio Nacional de Luz Sincrotron, Universidad de Estadual de Campinas, Brasil(?). La investigación llegó a las siguientes conclusiones:

1. El incremento de la resistividad eléctrica depende fundamentalmente de la fracción en volumen de las zonas de Guinier-Preston formadas y no de su tamaño medio.
2. En los primeros estadios de la precipitación, donde puede suponerse que la fracción en volumen de las zonas de GP depende linealmente del tiempo de preenvejecimiento, se encontró que: $\rho \propto f_v^{\beta 3}$, donde $\beta \sim 0.8$ en el rango de las temperaturas estudiadas.
3. La cinética del proceso de formación de zonas de GP puede ser descrita adecuadamente mediante una función del tipo Johnson-Mehl-Avrami.

Este antecedente es importante para nuestro estudio ya que nos proporciona un método de mayor eficiencia como el la SAXS y la resistometría eléctrica, como un comparativo de nuestro estudio.

Ochoa L, Ochoa J, y González G, (2008), Realizaron un trabajo sobre: *Influencia de la velocidad de calentamiento en la cinética de precipitación en el aluminio AA6061 a través de medidas de resistividad eléctrica*, Universidad Central de Venezuela, Universidad Nacional Experimental Marítima del Caribe, Catia del Mar, Venezuela(?). La investigación proporcionó las siguientes conclusiones:

1. Para velocidades de calentamiento, constantes y variables, la resistividad aumenta proporcionalmente con la temperatura debido al aumento de vibraciones de la red y a la generación de defectos térmicos tipo vacancias.
2. Debido a la acelerada cinética de formación y de transformación de los precipitados o fases secundarias, trae como consecuencia la no observación de las fases metaestables iniciales, tales como clusters y co-clusters y las zonas de GP, observándose, en tiempos más cortos, solamente las fases termodinámicas y estequiométricamente más estables.
3. La resistividad eléctrica es una medida suficientemente sensible a la velocidad o tasa de calentamiento, en procesos isotérmicos y no-isotérmicos, para la evaluación y el seguimiento de la formación y posterior transformación de los diferentes precipitados y fases.

²Pequeño ángulo de dispersión de rayos X (SAXS), es una pequeña dispersión de ángulo de la técnica (SAS). (MalvernPanalytical, 2022)

³ f_v : Fracción en volumen, β : Rango de temperaturas a estudiar

Este trabajo nos aporta una idea muy importante de como la velocidad de calentamiento que se refleja en la cinética de precipitación es capaz de afectar directamente la formación de las zonas de Guinier-Preston lo cuál puede permitir la no observación Toledano, (2016), Realizó junto a un grupo de investigadores: *Resistencia a la fatiga de la aleación de aluminio 7075-T6 en función del tipo de ensayo y espesor del recubrimiento*, área de Ciencia e Ingeniería de Materiales, E.T.S.I. Caminos, Canales y Puertos, Campus de Elviña, Coruña, España. Facultad de Ingeniería, USACH, Santiago, Chile (?). La investigación proporcionó las siguientes conclusiones:

1. La metodología de ensayo de fatiga influye sobre el resultado numérico de la resistencia y límite de fatiga.
2. El aumento del espesor del recubrimiento de anodizado no supone un deterioro en las propiedades de fatiga.

Este antecedente nos permite ver las resistencia a la fatiga de la aleación 7075, la cuál nos proporciona información importante de está propiedad mecánica de la misma.

2.2. Bases Teóricas

2.2.1. Zonas de Guinier-Preston y diversas aleaciones de aluminio

Las zonas de Guinier-Preston fueron descubiertas a través del envejecimiento de la aleación aluminio-cobre en 1938, uno de sus descubridores fue el francés A. Guinier, el cuál es muy conocido. El otro fue el británico G.D Preston. Ellos realizaron un trabajo de precipitación a etapa temprana.

Una zona de Guinier-Preston, es un fenómeno metalúrgico a escala fina, que implica la precipitación a etapa temprana. Típicamente, las zonas Guinier-Preston tienen una escala nanométrica (del orden de 3 a 10 nm de longitud, véase figura 2.1) de regiones de soluto enriquecido del material, que ofrecen obstrucciones físicas para el movimiento de las dislocaciones, por encima de la solución sólida, fortaleciendo los componentes de soluto. (?)

Basados en este importante fenómeno para poder determinar la precipitación del soluto en una matriz, en este caso, Aluminio, es importante revisar ciertas teorías realizadas en diversos trabajos sobre una serie de aleaciones de aluminio como lo son la AA6061, 7012 y la misma 7075.

El estudio realizado en la región de las zonas de Guinier-Preston en la aleación de aluminio AA6061, muestra la influencia que tienen las primeras etapas de descomposición microestructural sobre la resistividad eléctrica de esta aleación en estado de solución sólida sobre saturada o bajo tratamiento térmico T6⁴, entre la temperatura ambiente y aproximadamente 200°C; estas etapas de

⁴Tratamiento de solución, temple y maduración artificial.(?)

pre-precipitación con nucleación y crecimiento corresponden a la formación y transformación de las zonas de **Guinier-Preston**.(?)

De manera similar se han realizado otros estudios importantes alrededor de las zonas de Guinier-Preston, tal es el caso de la aleación 7012 (Al-Zn-Mg-Cu), que es más próxima a la que utilizaremos en nuestro estudio el cuál será la aleación 7075.

Para el estudio de Ferragut de la aleación 7012, se utilizó microscopia electrónica de transmisión y espectrometría temporal de aniquilación de positrones, durante los primeros estadios del envejecimiento artificial isotérmico, donde la microestructura está caracterizada por la formación de zonas de **Guinier-Preston** y de precipitados semicoherentes, cuyos tamaños típicos oscilan entre 1 nm y 10 nm.(?)

Ferragut realizó un nuevo estudio sobre la misma aleación 7012, la cuál comprende la formación de las zonas de **Guinier-Preston** mediante el uso de SAXS y resistometría eléctrica. Mediante el uso de la dispersión de rayos X a bajo ángulo (SAXS) y resistometría eléctrica la formación de las zonas **GP** inducidas durante el preenvejecimiento a temperaturas moderadas en la aleación 7012. se observa que el incremento en la resistividad eléctrica depende de la evolución de la fracción en volumen de las zonas de **GP** formadas.(?)

Es importante hacer notar que se puede hacer uso de una ley del tipo Johnson-Mehl-Avrami para describir la cinética durante estos procesos, que puede estar dada por la siguiente relación.

$$f = 1 - e^{-ct^n}$$

Donde f es la fracción transformada, c y n son constantes para una temperatura en particular y t es el tiempo relacionado con f , esta ecuación puede describir casi todas las transformaciones de fase de estado sólido. (?)

La teoría de Johnson-Mehl-Avrami describe cómo los materiales se transforman desde una fase (estado de agregación de la materia) a otra, a temperatura constante.

En su concepción, fue ideada para describir la cinética de los procesos de cristalización, partiendo de una fase líquida hasta una fase sólida cristalina. Sin embargo, el modelo teórico descrito por la teoría es aplicable a otros cambios de fase en materiales, a reacciones químicas e incluso en análisis de sistemas biológicos (?). Es de gran importancia conocer de como el envejecimiento en un metal influyen en las distintas propiedades mecánicas del mismo, esto con el fin de ser muy cuidadosos durante el proceso de la formación de las zonas de **Guinier-Preston**.

Un importante aporte es la influencia del tratamiento térmico de homogenización y reenviejamiento (RAA) en las propiedades de tensión, dureza, impacto en el aluminio 7075-T651 ⁵, con el cuál se desea trabajar durante nuestra experimentación.

⁵T6 hace referencia al tratamiento por solución, templado y envejecimiento, la disposición 51, hace referencia a una condición mecánica conocida como acritud

Las aleaciones de la serie 7xxx, pueden ser tratadas térmicamente con las técnicas de homogeneización y envejecimiento (RAA), para esta investigación se seleccionó la aleación aluminio 7075 (Ya establecido en la justificación del problema); empleando la secuencia de tratamientos térmicos de homogeneización a 500°C por 2 horas y otra 210°C durante una hora, ambas enfriadas en agua, luego se aplicó un envejecimiento a 150°C y 180°C con un intervalo de tiempo de 2,4,8,12,18 horas respectivamente, se realizaron diferentes pruebas de dureza, tensión e impacto. (?)

Esté estudio nos permite determinar como las propiedades mecánicas son influidas durante la generación de las zonas de **Guinier-Preston**.

El estudio que se realizó en el aluminio AA6061 a través de medidas de resistividad eléctrica. En este trabajo se estudia la influencia que ejerce la velocidad de calentamiento en la cinética de precipitación y en la formación y posterior transformación de las zonas de **Guinier-Preston**, en las fases metaestables β'' y β' hasta la fase de equilibrio β ⁶, y otros precipitados presentes en el aluminio AA6061 también son considerados.(?)

Es importante hacer notar que estos experimentos de los que hemos hablando, se llevaron a cabo a velocidades de calentamiento, constantes y variables, en el rango desde la temperatura ambiente hasta 600°C.

Para velocidades de calentamiento bajas ($\leq 20^\circ\text{C}/\text{min}$), las regiones de formación y transformación de las zonas de **GP**, las fases β'' y β' , y el intermetálico β se aprecia con mas detalle a través de este procedimiento de resistividad eléctrica.

Es importante hacer notar que cada uno de los trabajos expuestos anteriormente nos permitirán seguir una base sobre la generación y evolución de las zonas de **Guinier-Preston** que es nuestro principal objetivo, de hecho cada trabajo realizado nos enfoca a diferentes técnicas que se pueden usar para nuestros fines.

Cabe mencionar que ninguno de ellos menciona el uso del Microscopio Electrónico de Barrido (SEM o MEB), el cuál será nuestra principal herramienta para nuestro caso. Como nuestro trabajo se centra en la aleación de aluminio 7075, es necesario analizar la resistencia a fatiga de la misma, en función del tipo de ensayo y espesor del recubrimiento como se nos indica en el siguiente ASkeland.

En este trabajo se analizaron los principales tipos de ensayos de fatiga existentes en la bibliografía científica para determinar las curvas S-N⁷ (?).

Toledano ha desarrollado su trabajo con la aleación de aluminio 7075-T6 y se ha valorado las diferencias entre los métodos de ensayo de fatiga en flexión rotativa, los resultados obtenidos con distintos espesores han puesto de manifiesto que el aumento de espesor de la capa de recubrimiento anódico no afecta negativamente a la respuesta a fatiga de la aleación. (?)

⁶Las fases β'' y β' presentan fases menos estables, que se van regulando hasta llegar a la fase estable β .

⁷También conocidas como curvas de Wöhler y nos relacionan el esfuerzo (S) en función del número de ciclos (N).

Finalmente, en el trabajo de Toledano se presentan y analizan las diferencias fractográficas obtenidas para los recubrimientos más representativos y como influye en ellos los distintos niveles de carga.

La manera en que ocurre el proceso de envejecimiento a través de la precipitación que se da al momento de la difusión en estado sólido es muy importante al momento de analizar las zonas de **Guinier-Preston**.

El Dr. Roberto Rioja (1981,p.107) presenta: "un resumen de la secuencia de precipitación a partir de soluciones sólidas sobresaturadas" y propone la secuencia siguiente:



Donde α_{II} y α_I representan regiones enriquecidas en cobre y aluminio, respectivamente.

Nos muestran evidencias sobre la relación cristalográfica entre las fases precipitadas y la fase matriz. se discuten los mecanismos de nucleación y se presentan resultados de la cinética de crecimiento de precipitados θ'' , consistentes con el modelo de crecimiento controlado por la interfaz, este trabajo de Rioja es de interés para nosotros, ya que nos muestra como se va presentando la secuencia del precipitado en el tiempo, y nombra las regiones con la nomenclatura mostrada anteriormente.

Generalmente se acepta que la secuencia de precipitación a partir de soluciones sólidas supersaturadas, envejecidas a 130°C (403 K) y temperaturas superiores.(?)

Como se muestra en la imagen superior de la figura 2.1, las zonas de **Guinier-Preston** en el sistema Al-Cu dan lugar a la formación de líneas de intensidad en espacio recíproco en la dirección perpendicular al espesor de las zonas, empleando la técnica del haz débil, cumpliendo la reflexión de Bragg, la imagen inferior de la figura 2.1 muestra la apariencia de las zonas de **GP**, vistas en una orientación [100], usando difracción.(?)

Las zonas de **Guinier-Preston** pueden tener su origen en la nucleación homogénea o heterogénea, dependiendo de diferentes parámetros metalúrgicos como son la densidad de defectos, el tamaño de grano, el sobre-enfriamiento, la supersaturación, etc.

2.2.2. Precipitados sin equilibrio durante el envejecimiento para una aleación de Al-Cu.

Durante el envejecimiento de aleaciones aluminio-cobre, se forma una serie continua de otras fases de precipitados precursores antes de la formación de la fase θ de equilibrio. Al principio del envejecimiento, los átomos de cobre se concentran en planos (100) en la matriz de aluminio que se representa como α y producen precipitados muy delgados llamados **zonas de Guinier-Preston (GP)**. A medida que continua el envejecimiento, más átomos de cobre se difunden en el

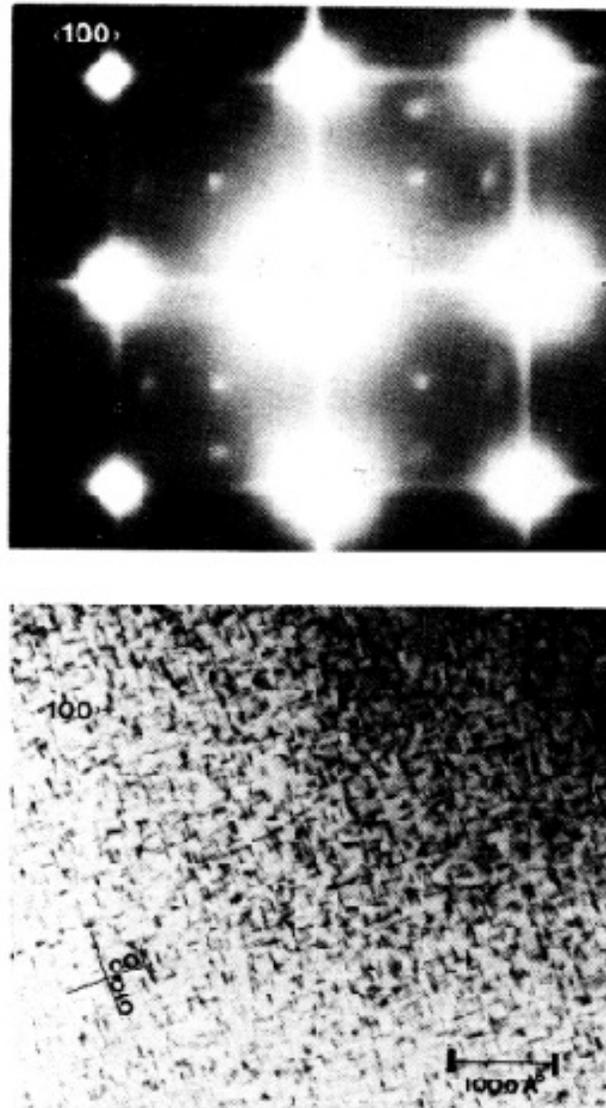


Figura 2.1: Micrografía empleando haz débil para ver el patrón de difracción y Micrografía en campo claro de una aleación AL-4%Cu envejecida a $160\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 1 h , (?)

precipitado y las zonas de GP-I se engruesan formando discos delgados, aumentando a zonas de GP-II. Al seguir la difusión continua, los precipitados desarrollan un grado superior de orden (largo alcance o rango) y se denomina θ' , al final, se producen el precipitado estable θ ⁸. (?)

La resistencia a la fluencia de la aleación aumenta con el tiempo de envejecimiento cuando estas fases coherentes crecen de tamaño durante las etapas iniciales del tratamiento térmico. Cuando están presente estos precipitados coherentes⁹, la aleación está en condición envejecida. El desarrollo en la evolución de la microestructura de aleaciones endurecidas por precipitación es la razón por la cual el tiempo para el tratamiento térmico durante el envejecimiento es muy importante.

Cuando la fase θ estable no coherente se precipita¹⁰, la resistencia de la aleación empieza a disminuir. Ahora la aleación está en condición de envejecida en exceso, la fase θ todavía proporciona algún endurecimiento por dispersión, pero, con el tiempo, esta fase crece más y hasta el simple efecto de endurecimiento por dispersión disminuye.

Las propiedades de una aleación que puede endurecerse por envejecimiento dependen de la temperatura de envejecimiento y del tiempo de envejecimiento. (?)

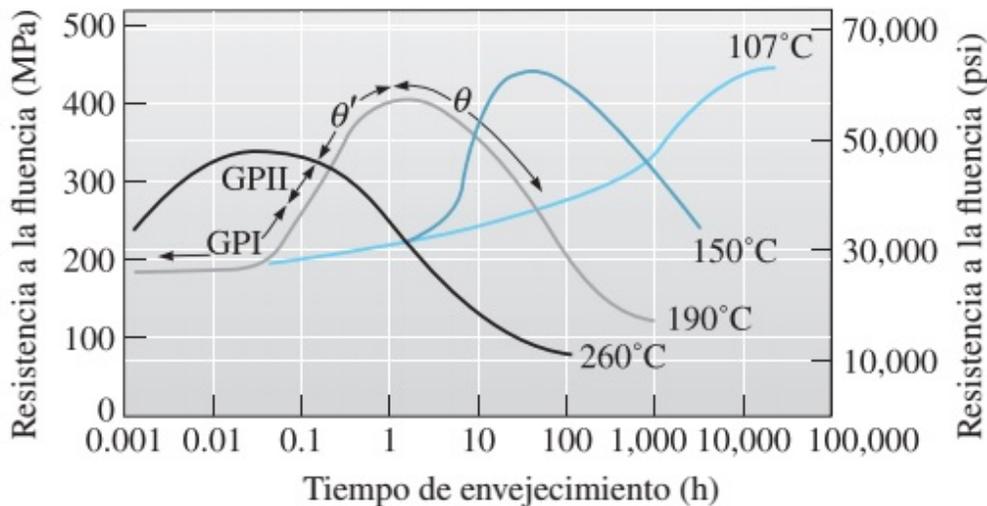


Figura 2.2: Efecto de la temperatura y tiempo de envejecimiento de una aleación Al-4% Cu, (?)

⁸Las fases θ' y θ muestran las regiones de concentraciones de precipitados, los cuales van cambiando en el tiempo

⁹Son precipitados cuyas estructuras cristalinas y arreglo atómico, tienen una relación continua con la matriz con la cual fueron formados.

¹⁰Una fase estable es una región homogénea desde el punto de vista químico y estructural que puede ser un monocristal o un policristal, al no ser coherente hace referencia a una discontinuidad con la matriz, que aún está presente en la microestructura.

2.2.3. Aleación 7075 (Aluminio-Zinc)

En nuestro estudio se tomaron como referencias de estudio a las aleaciones de aluminio de la serie 6xxx, las cuales son de aluminio-magnesio-zinc, este aluminio y el constituyente binario Mg_2Si forman un sistema cuasibinario que divide el sistema ternario en dos partes. (?)

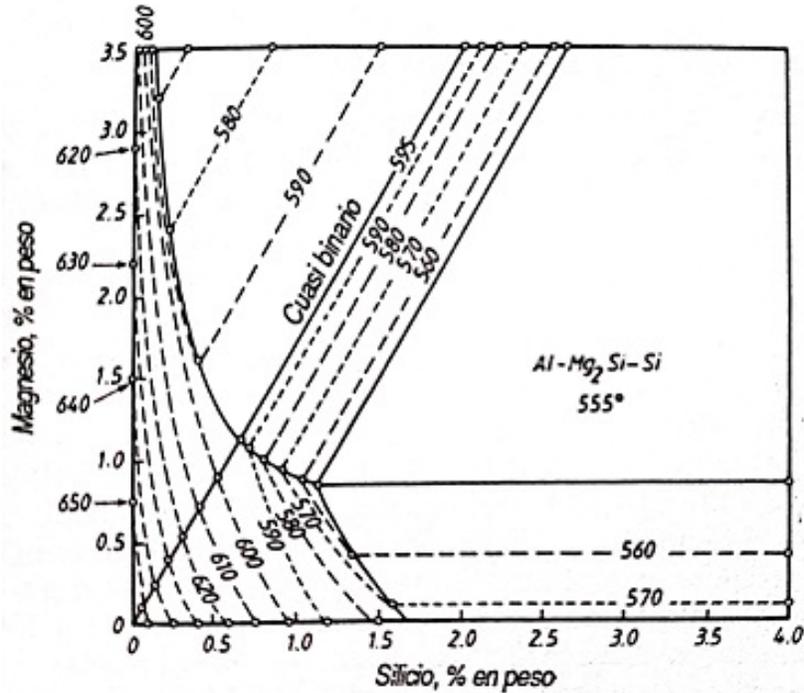


Figura 2.3: Diagrama de límites de solubilidad de una aleación de la serie 6xxx, aluminio-magnesio-silicio, (?)

Las aleaciones de la serie 6xxx y 7xxx, presentan similitudes en la aceptación de ciertos tratamientos térmicos como el T6¹¹, el cual es importante para el proceso de nuestro trabajo.

Como nos referimos a las aleaciones de aluminio de la serie 7xxx, es importante identificar las propiedades de las mismas.

Serie 7xxx. A este grupo pertenecen las aleaciones de aluminio con zinc, en cantidades promedio del 1% al 8% y cuando se combina con un porcentaje menor de magnesio, puede tratarse térmicamente para lograr un alto nivel de resistencia. Por lo regular a este tipo de aleación se le añade, también zirconio y titanio en cantidades que no sobrepasan el 0,25 para aumentar la templeabilidad. (?)

Las aleaciones 7xxx tienen una reducida resistencia a la corrosión y a menudo se utilizan ligeramente sobre-envejecidas para proporcionar mejores combinaciones de resistencia mecánica,

¹¹Tratamiento por solución, temple y maduración artificial

resistencia a la corrosión y a la fractura.

La característica más importante de este grupo es la capacidad que tiene de auto-templarse sin necesidad de solubilización, seguido de una maduración natural (diversas semanas) o artificial (diversas horas), lo cual facilita la fabricación de piezas grandes con buenas características mecánicas: Tenacidad, maquinabilidad, estabilidad y resistencia a la corrosión.

La aleación que es objeto pertenece al grupo base de Aluminio-Zinc, según el diagrama de fase (véase la figura 2.4), todas la aleaciones ricas en aluminio de este sistema solidifican como soluciones sólidas y ninguna otra fase puede existir en esta etapa, aunque dicha solución sólida se descompone a temperaturas más bajas, las aleaciones de aluminio-zinc no tienen una aplicación general como productos forjados, sin embargo aleaciones de aluminio-zinc-magnesio, son de alta resistencia y se utilizan en la construcción de aeronaves, el diagrama de la figura 2.3, nos muestra el comportamiento de la aleación aluminio-zinc, cuyos valores de los elementos aleantes en nuestra aleación de estudio 7075 con un porcentaje de no más de 6.10% de zinc y menos del 2.90% de magnesio, entran en esta categoría. (?). Las propiedades de la aleación se muestran en la sección 2.2.4.

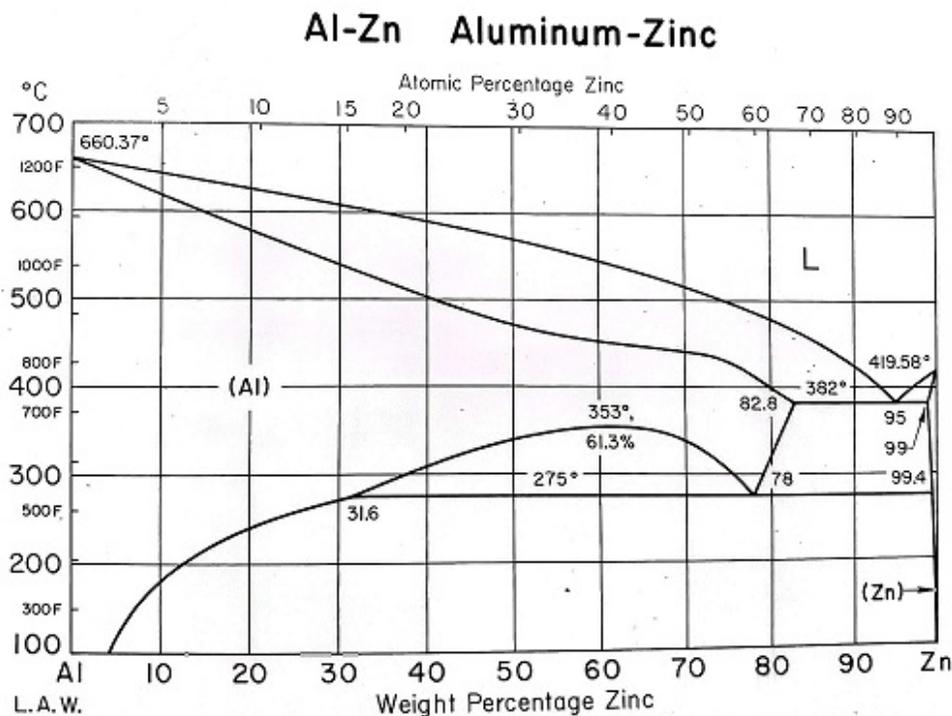


Figura 2.4: Diagrama de fases de aleaciones aluminio-zinc, (?)

En el sentido más amplio de la palabra, un tratamiento térmico se refiere a la modificación de las propiedades mecánicas y la estructura metalográfica de un metal, a partir de aumentos y

descensos controlados de temperatura. En el caso de los aceros, dichos procesos son el pan diario de la industria (?). En el caso del aluminio la historia es diferente, ya que, si bien es el segundo material más usado en la industria metalmeccánica y la construcción, aun persiste un gran desconocimiento de este metal y sus características. Es importante mencionar el tipo de tratamiento que se realizará para la aleación de la serie 7xxx en particular la 7075.

Esta corresponde al tratamiento **T6**. Conocido como tratamiento de solución, temple y maduración artificial. Requiere de un proceso de disolución, temple y maduración artificial usada para la aleación 7075-T6. (?)

Para la revelación de la microestructura de las aleaciones de aluminio es muy usual utilizar **Keller**¹², sin embargo, muchos ácidos son capaces de servir para el proceso del pulido y revelación de la microestructura del material, así, como algunas soluciones básicas como las que mencionamos en la sección 4.1, como se puede ver en la siguiente figura tomada de la colección de volúmenes de **Metals Handbook**, podemos observar de como se muestran las fronteras de grano y las zonas de precipitación.



Figura 2.5: Micrografía de aleación 7075-T6, (?)

2.2.4. Composición química, propiedades físicas y mecánicas de la aleación 7075.

A continuación se presentan una serie de tablas donde se dará la descripción química, física y mecánica de la aleación que es objeto de nuestro estudio.

¹²Este es un reactivo que se puede referir a cualquiera de dos mezclas de ácidos, en el caso de aluminio se suele combinar: ácido nítrico, ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico y ácido fosfórico entre otros.

COMPOSICIÓN QUÍMICA:

Se muestra la tabla de composición de los elementos que conforman nuestra aleación 7075, recordando que esta aleación es muy comercial, y podemos encontrar referencias de la misma, tenemos los porcentajes máximos y mínimos que puede contener nuestra muestra.

Tabla 2.1: Composición química aleación 7075, (?)

%	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Otros Ele.	Al
Mínimo			1.20		2.10	0.18	5.10			
Máximo	0.40	0.50	2.00	0.30	2.90	0.28	6.10	0.20	0.15	Resto

PROPIEDADES FÍSICAS:

En la tabla 2.2 se muestran algunas propiedades físicas típicas de nuestra aleación 7075, en la mayoría de estas pruebas se usan chapas u hojas de la misma, para poder caracterizar estas propiedades.

Tabla 2.2: Propiedades Físicas Típicas (a temperatura ambiente de 20°C), E ó Y: Modulo elástico o modulo de Young, PE: Peso Especifico, IF: intervalo de Fusión, α : Coeficiente de dilatación lineal, k : Conductividad térmica, ρ : Resistividad eléctrica, σ : Conductividad eléctrica, PD: Potencial de disolución. (?)

E ó Y (Nmm ⁻²)	PE (g cm ⁻³)	IF (°C)	α (10 ⁻⁶ K ⁻¹)	k (W m ⁻¹ K ⁻¹)	ρ a 20°C ($\mu\Omega$ cm)	σ (% IACS)	PD (V)
72000	2.81	475 – 635	23.5	0 – 175	0 – 3.8	0 – 45.5	–0.81
				T6 – 134	T6 – 5.2	T6 – 33.0	

PROPIEDADES MECÁNICAS:

Tabla 2.3: Propiedades Mecánicas Típicas (a temperatura ambiente de 20°C), Rm: Carga de rotura, Rp: Limite elástico, A: Alargamiento, τ : Resistencia a la cizalladura, HB: Dureza Brinell. (?)

Estado	Espesor (mm)	Rm (Nmm ⁻²)	Rp 0.2. (Nmm ⁻²)	(A) 5.65 %	Límite a la fatiga (Nmm ⁻²)	τ (Nmm ⁻²)	(HB)
O	—	225	105	—	230	150	60
T6	6 – 12	530	450	8	300	350	140
T6	12 – 25	530	450	5	300	350	140
T6	26 – 50	530	450	3	300	350	140
T6	51 – 63	500	430	2	300	350	130
T6	64 – 75	480	410	2	300	350	130
T6	75 – 100	480	390	2	300	350	130
T7351	—	505	435	13	300	305	140

El estado **O** hace referencia al recocido de la aleación y el estado *T7351* es un tratamiento térmico de solución, temple y maduración con doble tratamiento.

2.2.5. Microscopio Electrónico de Barrido (MEB ó SEM), Microscopio Óptico Metalográfico y Durómetro.

Principio del Microscopio Electrónico de Barrido (MEB)

A inicios del siglo XX, se descubrió la existencia del electrón, su característica ondulatoria (Broglie, 1924) y el funcionamiento del lente por campo magnético (Bush, 1926), en consecuencia se inventó el microscopio electrónico (Knoll y Ruska, 1932). El electrón que se acelera por voltaje V , tendría la siguiente longitud de onda; $\lambda = \frac{1.23}{\sqrt{V}}$ (nm), con $V : 50kV \sim 500kV$. Esto hizo pensar que se podría obtener la longitud de onda más corta que la luz, además el haz del electrón podría converger fácilmente con un campo magnético (lente magnético), por lo tanto primero se invento el microscopio en modo de transmisión (TEM) cambiando la luz usado en la microscopia óptica con el electrón. (?)

Posteriormente se invento el microscopio electrónico de barrido (SEM), utilizando en mismo mecanismo para hacer la imagen en la televisión. La idea del SEM se propuso por Knoll (1935) y se empezó a probar por Von Ardenne (1938), se fueron venciendo muchas dificultades hasta obtener lo que hoy en día representa la microscopia electrónica (?).

En la siguiente figura, se muestran las diferencias básicas de los mecanismos constitutivos de los microscopios ópticos, microscopios electrónicos de transmisión (TEM) y el microscopio electrónico de barrido (SEM).

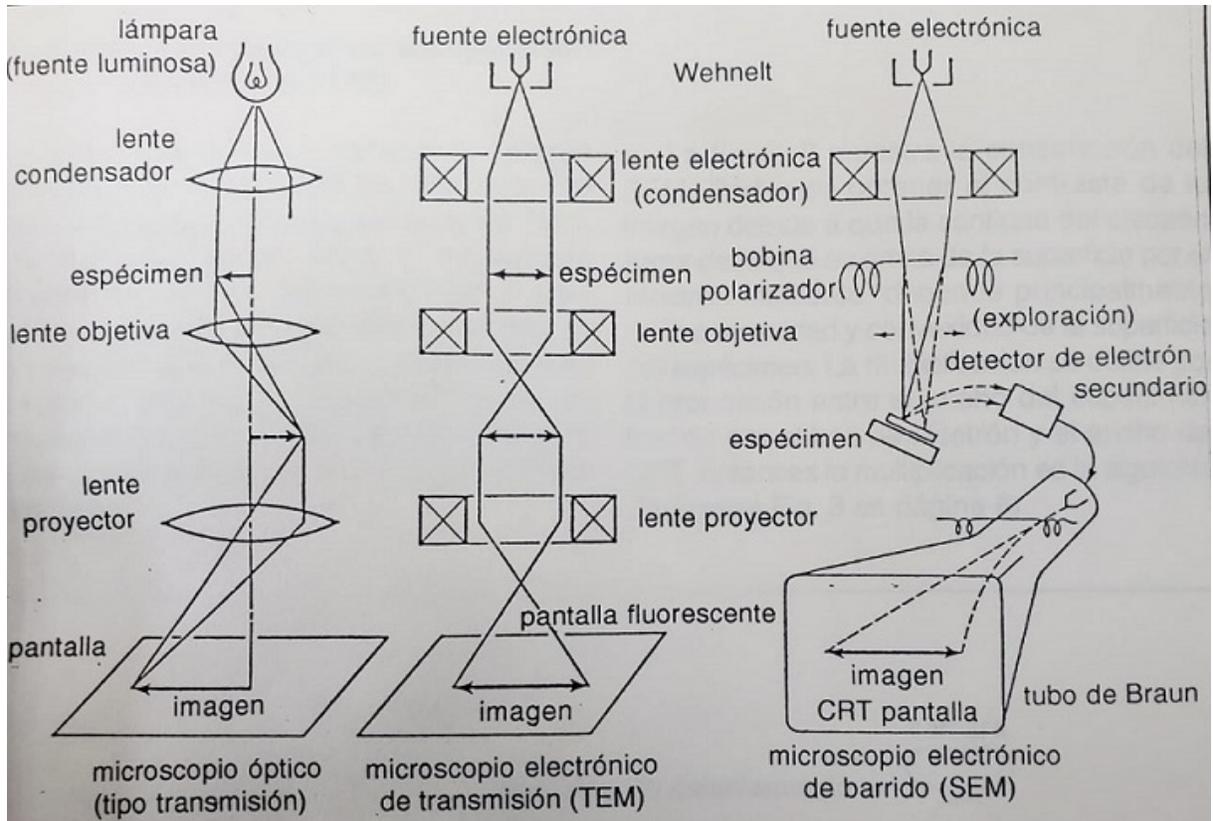


Figura 2.6: Principios constitutivos del microscopio óptico, TEM y SEM, (?)

El mecanismo para obtener la imagen multiplicada en el SEM es diferente del mecanismo en el microscopio óptico o TEM. Se barre el haz de electrón convergido finamente encima del espécimen y para obtener imagen se barre también el haz de electrón en el tubo de rayos catódicos o tubo de Braun (CRT). La figura muestra la construcción del SEM, se puede obtener el contraste de la imagen debido a que la cantidad del electrón secundario que se emite de la superficie por el electrón incidente, depende principalmente de la concavidad y convexidad de la superficie del espécimen (?).

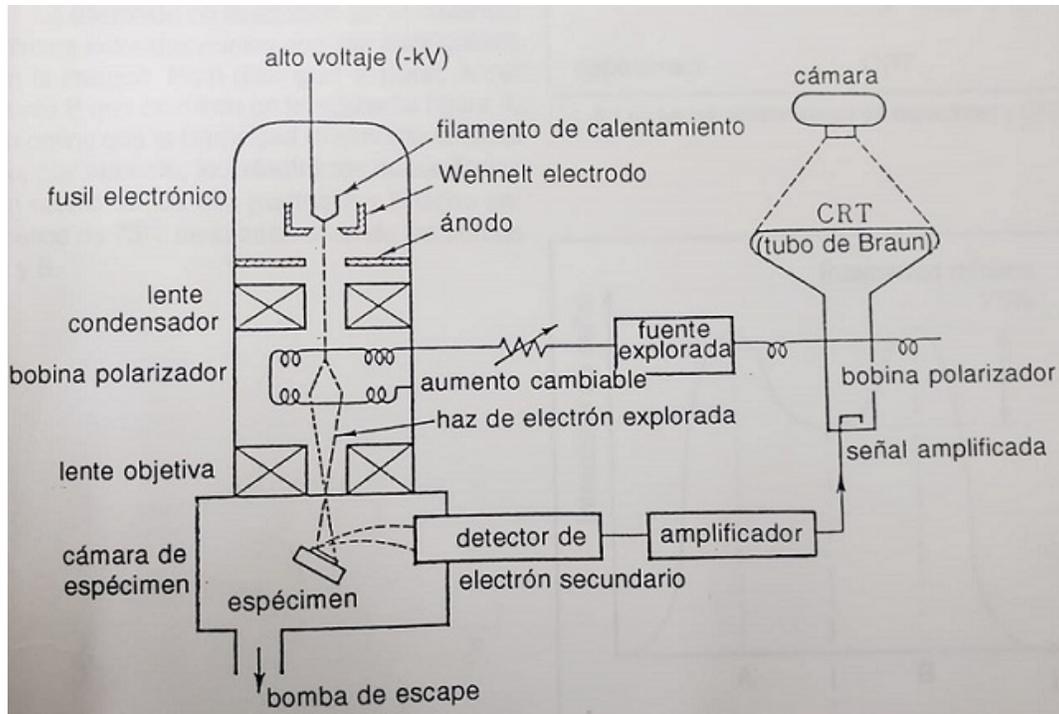


Figura 2.7: Principios constitutivos del SEM, (?)

Fundamento del microscopio óptico

A pesar de los enormes y sofisticados avances de la microscopia electrónica, la microscopia óptica, lejos de quedar como una técnica obsoleta, continua mejorando, gracias a las constantes investigaciones que se llevan a cabo para reducir en lo posible. Ahora, en cualquier estudio de materiales, la forma correcta de proceder es empezar por el nivel macroscópico, antes de estudiar los detalles microscópicos, y utilizar, la microscopia óptica y electrónica no como técnicas competitivas, sino complementarias (?).

El microscopio óptico, puede ser de luz transmitida o luz reflejada. El primero se utiliza para aquellos materiales en los que se pueden realizar cortes de capas muy finas que dejan pasar la luz visible. El microscopio de interés para nuestro estudio es el microscopio óptico de reflexión que consiste en un haz paralelo de rayos procedente de una fuente luminosa adecuada, que se refleja en un vidrio plano inclinado para que, a través del objetivo, alcance la probeta metalográfica. Una fracción de la luz incidente sobre la superficie de la probeta es reflejada por ella, y vuelve a pasar a través del objeto dando una imagen ampliada del área iluminada. La luz continua hacia arriba a través del vidrio plano y se amplifica una vez más al pasar por el sistema superior de lentes, denominada ocular, en la figura se muestra la figura de este microscopio (?).

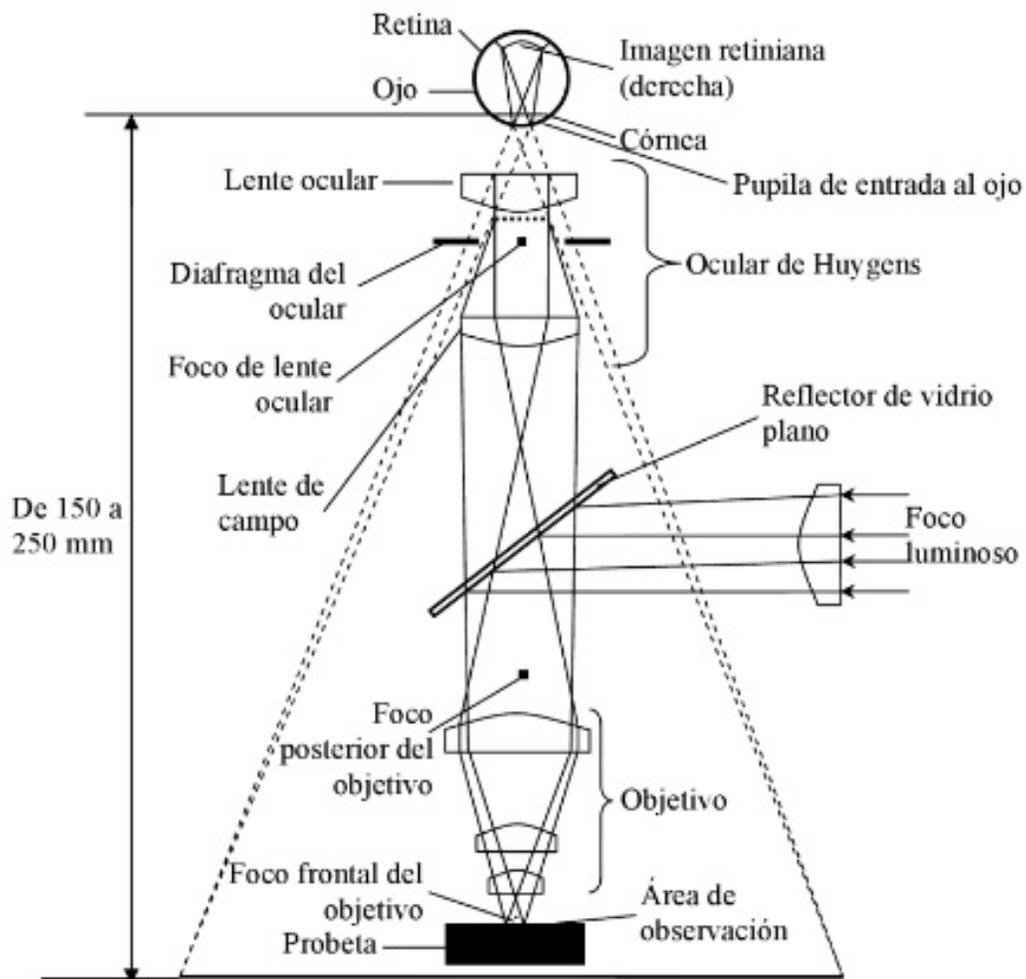


Figura 2.8: Esquema de un microscopio de luz reflejada, Microscopio Metalográfico (?)

Durómetro

Es importante el poder establecer de como los diversos tratamientos sobre los materiales en este caso los metales, afectan las propiedades mecánicas o físicas de los mismos, una prueba importante es la de dureza, que mide la resistencia a la penetración de la superficie de un material por un objeto duro (?). En la actualidad se utilizan varios equipos conocidos como durómetros, que tienen un principio general de uso, y es penetrar la superficie del metal a través de un indentador o penetrador, que suelen ser fabricados de aceros muy duros, de carburo de tungsteno o punta de diamante.

Se tienen en la actualidad varios tipos de durómetros, que de acuerdo al nivel de penetración y tipo de material pueden ser utilizados, tales son, la dureza **Rockwell**, la dureza **Brinell**, la dureza y microdureza **Vickers** y **Knoop**, la utilizada en nuestro trabajo es la dureza Rockwell.

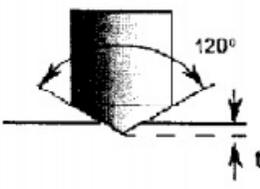
<p>Ensayo ROCKWELL A, C, D</p> <p>Indentador: Cono de diamante (HRA, HRC, HRD)</p> <p>Carga:</p> <p>$P_A = 90 \text{ Kg}$ $P_C = 150 \text{ Kg}$ $P_D = 100 \text{ Kg}$</p> <p>Formula: HRA, HRC, HRD = $100 - 500t$</p>	
<p>Ensayo ROCKWELL B, F, G, E</p> <p>Indentador:</p> <p>Esfera de acero $f = 1/16''$ (HRB, HRF, HRG)</p> <p>Esfera de acero $f = 1/8''$ (HRE)</p> <p>Carga:</p> <p>$P_B = 100 \text{ Kg}$ $P_F = 60 \text{ Kg}$ $P_G = 150 \text{ Kg}$ $P_E = 100 \text{ Kg}$</p> <p>Formula: HRB, HRF, HRG, HRE = $130 - 500t$</p>	

Figura 2.9: Dureza Rockwell (?)

Capítulo 3

Metodología de investigación

3.1. Metodología del proceso

La enorme aplicación de diversos materiales y sobre todo metales en la sociedad moderna nos lleva al análisis e investigación de los mismos, por lo que decidimos enfocarnos en metales cuya aplicación es enorme, como lo son las aleaciones de aluminio y de como estas sufren cambios en su estructura a través del tiempo durante procesos térmicos.

El presente trabajo requirió de una metodología propiamente experimental, que se efectuó a lo largo de todo el proceso, ya que permitió establecer las bases correctas para el desarrollo apropiado del mismo. Basado en la literatura existente, decidimos responder a la pregunta de si **¿Se pueden generar y ver la evolución de las zonas de Guinier-Preston en una aleación de aluminio de la serie 7xxx con nuestros recursos?**.

Nuestra hipótesis del problema dice que si es posible que podamos generar y observar la evolución de las zonas Guinier-Preston, por lo cual debemos realizar los procedimientos correspondientes y comprobar o desmentir la hipótesis planteada.

3.2. Plan experimental

A continuación detallaremos el proceso que se siguió para poder llevar a cabo nuestra investigación, el cual esta basado en el desarrollo de nuestra experimentación de manera cronológica¹.

¹Aquí establecemos el proceso de nuestro experimento desde la fase inicial que es la adquisición de materiales y equipo, hasta el procedimiento general que se llevo a cabo.

3.2.1. Materiales, equipos de laboratorio y primeros pasos del proceso

Se tiene la muestra que consiste en una barra de la aleación 7075 de un diámetro de 1.5 pulgadas, la cual comercialmente se le puede dar varios nombres, el más común de ellos es **ZICRAL**²



Figura 3.1: Barra de aleación 7075 (ZICRAL)

De esta aleación se cortaron 20 muestras de aproximadamente 1.5 cm de espesor aproximadamente, esto se hizo con una cortadora eléctrica y para evitar cualquier cambio estructural durante el corte, se iba enfriando con agua durante el proceso, los cortes para fines de poder aplicar la dureza se pueden hacer en probetas cuadradas o en este caso de forma triangular como se muestra en la figura 3.2. Estas fueron separadas en tres grupos de diferentes temperaturas y tiempos iguales que deberán permanecer dentro de nuestros hornos, para posteriores procedimientos que se detalla en la sección 4.1.



Figura 3.2: Muestras de la aleación 7075

Se prepararon los hornos³ que se utilizaron para los procedimientos térmicos, como el **Tra-**

²Conocida también como Ergal y Fortal constructural, se utiliza en la industria del transporte como aviación, automovilismo, náutica, herramientas de molde, incluso en la fabricación de algunas armas como es fusil M16, entre otras aplicaciones.

³La ficha técnica de los hornos de la sección de metalurgia-UNAH, se puede ver en la sección de anexos, en ficha técnica de equipos.

tamiento por Solución y el posterior **templado**⁴ de las muestras, para finalizar con el proceso de envejecimiento de la aleación 7075, es importante recalcar que estos hornos son relativamente nuevos y pueden mantener la temperatura que se requiere del experimento de manera estable por tiempos prolongados.



Figura 3.3: Hornos eléctricos para el proceso de investigación

Se siguió con el trabajo en las lijadores de mesa para las primeras etapas del proceso de pulido de las muestras, pasando por lijas finas para el procedimiento, siendo estas del número 1500 y 2000 de grano relativamente fino, luego se llevaron a un equipo especial para realizar pulido electrolítico, que consiste en una fuente de voltaje y un sistema del agitador magnético con regulador de temperatura⁵, esta consiste en sumergir las muestras en una solución de ácido fosfórico por un tiempo de 3 minutos aproximadamente, en donde a través de un potencial de voltaje de mas o menos 10V y una temperatura de 75°C, se logra un buen pulido de las muestras, de igual manera el termómetro de infrarrojos y los ácidos utilizados para el proceso de pulido y revelación de la estructura metalográfica que mencionaremos en el capítulo 4.

El durómetro es calibrado con una probeta estándar y colocando el dial de la aguja de medición en cero, luego la muestra a ensayar es colocada en el portamuestras del equipo, luego se procedió con la toma de valores de dureza, para esta etapa las muestras deben estar con sus caras planas y pulidas, el durómetro⁶ utilizado proporciona valores que deben ser referenciados a una tabla que se encuentra en la sección de metalurgia y esto nos permite a través de métodos de interpolación y extrapolación, el poder determinar el valor de dureza de cada muestra en escala **Brinell (HB)**⁷ y también escala **Rockwell (HR)**. Para este material se utilizo un indentador de bola de 1/16" y la escala 30T usada para aluminio y sus aleaciones.

⁴Consiste básicamente en el enfriamiento rápido de la muestra, ya sea en agua, aceite, salmuera entre otras sustancias utilizadas para el proceso.

⁵Ver ficha técnica en anexos

⁶Ver ficha técnica en anexos

⁷Ensayo de dureza, que consiste en aplicar y comprimir progresivamente sobre una superficie plana y lisa del material a ensayar una bola de acero muy duro.



Figura 3.4: Equipo y ácidos para el electropulido y ataque de muestras

<i>C</i>	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>F</i>	<i>G</i>	<i>E</i>	<i>H</i>	<i>K</i>	<i>15-T</i>	<i>30-T</i>	<i>45-T</i>	<i>Hv</i>	<i>HB</i> (100/500)
23.7	62.4	100	113.3	82.6	113.0	120.3	104.3	90.6	80.8	70.7	235	202
22.5	61.7	99	112.7	81.0	112.5	119.8	103.4	90.3	80.1	69.8	229	195
21.4	61.1	98	112.1	79.4	111.9	119.5	102.6	90.0	79.5	68.8	224	189
20.2	60.5	97	111.6	77.8	111.3	119.2	101.7	89.7	78.9	67.8	218	184
19.1	59.9	96	111.0	76.2	110.8	118.9	100.9	89.4	78.2	66.8	214	179
18.0	59.4	95	110.5	74.6	110.2	118.5	100.0	89.1	77.6	65.9	209	175
16.8	58.7	94	109.9	73.1	109.6	118.2	99.1	88.8	76.9	64.9	205	171
15.6	58.1	93	109.3	71.5	109.1	117.9	98.3	88.5	76.3	63.9	200	167
14.5	57.6	92	108.8	69.9	108.5	117.6	97.4	88.1	75.7	62.9	196	163
13.3	57.0	91	108.2	68.3	107.9	117.2	96.6	87.8	75.0	62.0	192	160
12.1	56.4	90	107.7	66.7	107.4	116.9	95.7	87.5	74.4	61.0	188	157
11.0	55.8	89	107.1	65.2	106.8	116.6	94.9	87.2	73.7	60.0	184	154
9.8	55.2	88	106.6	63.6	106.2	116.2	94.0	86.9	73.1	59.0	180	151
8.7	54.6	87	106.0	62.0	105.7	115.9	93.1	86.6	72.4	58.1	176	148
7.6	54.0	86	105.4	60.4	105.1	115.6	92.3	86.3	71.8	57.1	173	145
6.4	53.4	85	104.9	58.8	104.5	115.3	91.4	86.0	71.2	56.1	170	142
5.3	52.8	84	104.3	57.2	104.0	114.9	90.6	85.6	70.5	55.1	166	140
4.1	52.2	83	103.8	55.7	103.4	114.6	89.7	85.4	69.9	54.2	163	137
3.0	51.7	82	103.2	54.1	102.9	114.3	88.9	85.0	69.2	53.2	160	135
1.8	51.1	81	102.6	52.5	102.3	114.0	88.0	84.7	68.6	52.2	156	133
0.7	50.5	80	102.1	50.9	101.7	113.6	87.2	84.4	68.0	51.2	154	130
-0.4	49.9	79	101.5	49.3	101.2	113.3	86.3	84.1	67.3	50.3	150	128
-1.6	49.3	78	101.0	47.8	100.6	113.0	85.4	83.7	66.7	49.3	147	126
-2.7	48.7	77	100.4	46.2	100.0	112.6	84.6	83.5	66.0	48.3	145	124
-3.9	48.1	76	99.9	44.6	99.5	112.3	83.7	83.2	65.4	47.3	142	122

Figura 3.5: Tabla para determinación de dureza-sección de metalurgia-UNAH, las columnas de las letras C, A, B, F, G, E, H y K nos permiten determinar la dureza Rockwell y las columnas de las referencias 15-T, 30-T y 45-T son para determinar la dureza Rockwell superficial, Hv: Dureza Vickers y HB: dureza Brinell, cuyas unidades estándar son $\frac{kgf}{mm^2}$ (?).

Se efectuaron observaciones con los microscopios tanto metalográficos como el microscopio electrónico de barrido (SEM), los cuales nos permitieron obtener imágenes de las distintas muestras a diferentes ampliaciones, de esta manera se logro tener el equipo, materiales e insumos necesarios para poder realizar nuestro experimento dentro de las limitantes que se tenían, en la sección 4.1 en adelante se detalla los procesos con estos microscopios⁸.



Figura 3.6: Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)

3.2.2. Procedimiento para la recolección de los datos del experimento

Se realizó la toma de datos de dureza de las muestras, los tiempos y temperaturas, las cuales fueron tabuladas en tablas, se recomienda hacerlo con hojas de calculo como excell y spss para generar las gráficas y efectuar los ajustes correspondientes a la curva, en este caso se hicieron las tablas en formato de texto plano, básicamente el uso de un bloc de notas, ya que el programa usado para la generación de las gráficas puede tomar los mismos y a través de una serie de comandos se pueden verificar el comportamiento del mismo, en este caso el programa GNUPLOT, es importante siempre realizar diversas mediciones para tener mejores resultados del experimento. Incluso se pueden usar programas como Mathematica, octave, entre otros.

Se realizó la toma de micrografías con el MEB, en estas se observan ciertas zonas de precipitación que fueron analizadas de manera cualitativa, ya que para obtener el número aproximado de precipitados por región dentro de la microestructura se necesitan algunos equipos que permitan poder determinar esta cantidad de manera cuantitativa, dejando abierta la opción de seguir ampliando más este trabajo.

⁸Ver especificaciones de estos microscopios en la ficha técnica de equipos en la sección de anexos

3.2.3. Hipótesis nula

Nuestra hipótesis nula sería que **El endurecimiento por precipitación realizado no nos permitió generar las zonas de Guinier-Preston**, esto se puede comprobar comparando el resultado con la gráfica 2.2 o la variación del comportamiento de la dureza obtenida y tabulada en las tablas mostradas en el capítulo 4.

Capítulo 4

Presentación de datos, análisis y discusión de resultados

4.1. Desarrollo experimental

Una vez que las muestras fueron cortadas y preparadas correctamente¹, se siguieron una serie de procesos que detallaremos a continuación con la finalidad de poder generar las zonas de precipitación en la aleación de aluminio 7075, se realizaron tres tratamientos térmicos al grupo previamente seleccionado, estos tratamientos se basan en la referencia bibliográfica revisada, ya que al ser una aleación de la serie 7xxx, permiten templabilidad y el envejecimiento artificial aplicado.

Primero se normalizaron nuestras muestras a través de una temperatura de entre 200°C y 250°C, durante un intervalo de tiempo de 45 a 60 minutos aproximadamente dentro del horno y luego enfriadas al ambiente, fuera del horno a aire calmo (sin viento u otro medio).

El segundo fue el **tratamiento por solución**² a una temperatura aproximada de 450° ± 5°C y posterior enfriamiento rápido conocido como templado, el cual consistió en sacar las muestras del horno y enfriarlas rápidamente en agua a temperatura ambiente, durante este tratamiento las muestras se mantuvieron dentro del horno durante aproximadamente 90 minutos.

Finalmente se procedió con el tercer tratamiento conocido como **envejecimiento**³, las muestras se separaron en tres grupos de seis, colocando cada grupo dentro de los hornos a las temperaturas

¹La manera que se prepararon las muestras ya fue descrita en la sección 3.2.1.

²Consiste en calentar la aleación por encima de la temperatura de solvus y se mantiene así hasta que se produce una solución α sólida homogénea.

³Consiste en calentar la α sobresaturada a una temperatura por debajo de solvus

de $150^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, $200^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ y $260^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ respectivamente, estas temperaturas están por debajo de la temperatura eutéctica⁴ de la aleación. Los tiempos fueron determinados en base al número de muestras dentro del horno más uno ($n + 1$) y se calcularon tomando en cuenta que la muestra que mayor tiempo estaría de manera ininterrumpida dentro del horno era de aproximadamente 10000 minutos (168 horas o 7 días), con esto podemos trabajar un ajuste logarítmico en base a 10 para determinar los demás tiempos de la siguiente manera.

$$\log 10^4 = 4$$

Esto nos permitió determinar una relación⁵ para determinar los tiempos correspondientes de las muestras, siendo este ajuste logarítmico para los tiempos y de esta manera brindarnos un conjunto de valores más precisos y adecuados para la toma de datos que se realizó, el valor obtenido de 4, es el valor de este ajuste y en base a la relación de las seis muestras, esto será.

$$\frac{4}{n+1} = \frac{4}{6+1} = \frac{4}{7}$$

Y de la relación de $10^{(n*4/7)}$, donde n indica la muestra subsiguiente, se obtienen los tiempos mostrados en la tabla 4.1.

Tabla 4.1: Tiempos de permanencia dentro de los hornos, t_{det} : tiempo determinado en minutos, t_{aap} : tiempos aproximado a utilizar en minutos, t_{au} : tiempo a utilizar en horas.

$10^{(n*4/7)}$	t_{det} (min)	t_{aap} (min)	t_{au} (horas)
$10^{(1*4/7)}$	3.73	4.00	0.067
$10^{(2*4/7)}$	13.90	15.00	0.25
$10^{(3*4/7)}$	51.80	60.00	1.00
$10^{(4*4/7)}$	193.10	180.00	3.00
$10^{(5*4/7)}$	719.70	720.00	12.00
$10^{(6*4/7)}$	2682.70	2700.00	45.00
$10^{(7*4/7)}$	10000.00	10000.00	168.00

Los tiempos a utilizar en horas (t_{au}) de las muestras en los hornos se realizaron de manera sincrónica en cada uno de los tres hornos que fueron utilizados durante el proceso, el cálculo del tiempo para la primera muestra fue desechado, ya que como se puede observar el tiempo estimado fue de 4 minutos, siendo este muy pequeño como para ser considerado en el proceso, debido a que el resultado es similar al de la muestra que fue solamente templada, es importante recordar que solo

⁴Reacción invariante de tres fases en la que una fase líquida se solidifica para producir dos fases sólidas (?)

⁵Esta relación se obtuvo con la ayuda del asesor en base a una escala logarítmica

18 muestras pasaron a los hornos para el proceso de envejecimiento, las otras dos, tanto la estándar, como la que solo fue tratada por solución y posterior templado se mantuvieron aisladas para un proceso de comparación entre las diversas probetas tomadas.

Una vez que se efectuó el último envejecimiento de muestras (enfriadas a temperatura ambiente fuera del horno), se procedió a realizar un ensayo de dureza a cada una de las probetas del experimento, estos resultados se muestran en la sección 4.2. Una vez que se realizaron los ensayos de dureza, se procedió a llevar las muestras a observación en los microscopios tanto metalográficos como el de barrido (MEB), sin embargo, para poder ver la microestructura es necesario realizar el proceso de electropulido, que consiste en que las muestras de la aleación tengan una superficie lo más lisa posible para revelar la microestructura, para esto se utilizó el equipo de agitación con regulador de temperatura la cual debe ser de $75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ durante el electropulido de cada una de las muestras, esta temperatura se concluye en base a la propia experimentación realizada en la sección de metalurgia.

Estas muestras fueron sumergidas en ácido fosfórico (H_3PO_4), el cual nos permitió que las probetas tuvieran una superficie plana y lisa, sin llegar a revelar por completo la estructura, esto se realizó con una combinación básica que se menciona en esta misma sección, este ácido tiene un grado de pureza de entre 85.0% y 87.0%, de fábrica, y un tiempo aproximado de 3 minutos por muestra dentro del ácido, por experimentación in situ, para posteriormente ser observadas dentro del MEB, con la finalidad de visualizar las zonas de precipitación y los cambios de las mismas (zonas de GP y demás zonas presentes ya antes descritas) en relación con las temperaturas y tiempos de envejecimiento.



Figura 4.1: MEB en uso durante la observación de muestras

Se realizó la observación de un grupo de las muestras en el microscopio metalográfico, con el fin de hacer una comparación de las micrografías entre microscopios, solo para tener un panorama de la resolución de ambos equipos, para esto fue necesario revelar por completo de la microestructura, por lo cual se necesitó una variante del reactivo **Keller**, siendo esta una solución básica de 2g de Hidróxido de Sodio (NaOH), 5g de Fluoruro de Sodio (NaF) y 93 ml de agua, de 2 a 3 minutos de inmersión de cada muestra dentro de la solución (?).



Figura 4.2: Hidróxido de Sodio y Fluoruro de Sodio

4.2. Datos del experimento

4.2.1. Tablas de resultados obtenidas

A continuación se muestran las tablas de dureza de las diversas muestras a las temperaturas indicadas y los tiempos establecidos en la sección 4.1.

Utilizando la escala **30T**, se realizó a cada probeta cinco (5) ensayos y así determinar un promedio para luego hacer el cálculo de dureza correspondiente, el número de ensayos no afecta las propiedades del material ya que este procedimiento se hace a lo largo de toda el área y la penetración no se realiza sobre el mismo punto, por eso se busca siempre un promedio, a continuación se muestran los resultados obtenidos.

TABLA # 1:

Tabla 4.2: Tiempos y durezas para la temperatura de $150^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, t_{au} : tiempo a utilizar en horas (de tabla 4.1), P_{vdpd} : Promedio del valor determinado de la profundidad en el durómetro

Temperatura de $150^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$				
N° de muestra	t_{au} (horas)	P_{vdpd} (μm)	Dureza Brinell (HB)	Dureza Rockwell (HRC)
1	0.25	74.92	160	13.3
2	1	78.90	184	20.2
3	3	82.00	214	25.8
4	12	81.50	209	24.9
5	48	80.40	198	23.0
6	168	78.40	180	19.4

TABLA # 2:

Tabla 4.3: Tiempos y durezas para la temperatura de $200^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, t_{au} : tiempo a utilizar en horas (de tabla 4.1), P_{vdpd} : Promedio del valor determinado de la profundidad en el durómetro

Temperatura de $200^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$				
N° de muestra	t_{pdh} (horas)	P_{vdpd} (μm)	Dureza Brinell (HB)	Dureza Rockwell (HRC)
7	0.25	77.50	175	18.0
8	1	80.30	197	22.8
9	3	79.70	191	21.8
10	12	70.94	141	5.93
11	48	63.90	117	-6.82
12	168	60.40	107	-13.0

TABLA # 3:

Tabla 4.4: Tiempos y durezas para la temperatura de $260^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, t_{au} : tiempo a utilizar en horas (de tabla 4.1), P_{vdpd} : Promedio del valor determinado de la profundidad en el durómetro

Temperatura de $260^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$				
N° de muestra	t_{pdh} (horas)	P_{vdpd} (μm)	Dureza Brinell (HB)	Dureza Rockwell (HRC)
13	0.25	77.60	175	18.0
14	1	77.70	175	18.0
15	3	67.60	129	0.071
16	12	55.26	95	-22.2
17	48	52.20	89	—
18	168	49.60	84	—

TABLA # 4:

Tabla 4.5: Durezas para las muestras Estándar y Templada, P_{vdpd} : Promedio del valor determinado de la profundidad en el durómetro

Muestra Estándar (E) y Templada (T)			
Muestra	P_{vdpd} (μm)	Dureza Brinell (HB)	Dureza Rockwell (HRC)
Estándar (E)	76	167	15.6
Templada (T)	72	148	8.70

Las tablas muestran el valor promedio de la dureza obtenida en el durómetro, así como el valor de la Dureza Brinell, que se utilizó para la comparación gráfica de las temperaturas y los tiempos de las muestras del horno, también se proporciona el valor de Dureza Rockwell C, con el fin de tener un dato adicional para comparaciones futuras entre durezas, esto nos permitirá establecer las bases de nuestro análisis correspondientes.

4.2.2. Gráficas de Tiempo vs Dureza (HB)

Se muestran las gráficas respectivas en base a la temperatura de trabajo de cada grupo de seis muestras, se realizó un análisis del comportamiento de las mismas que se mostrara en la sección 4.3.

La gráfica 4.3, nos muestra el primer grupo de probetas que se comprende desde la # 1 hasta la # 6, donde la aleación estuvo a la temperatura de envejecimiento de 150°C , durante las primeras horas dentro del horno (t_{au}) se da un incremento en su dureza, pero seguidamente a medida que las

horas pasan, la misma comienza a descender, algo que podríamos decir que es común en este tipo de aleaciones y al comportamiento de las fases metaestables de la aleación y el precipitado que se va presentando, donde se originan las zonas de GP (?).

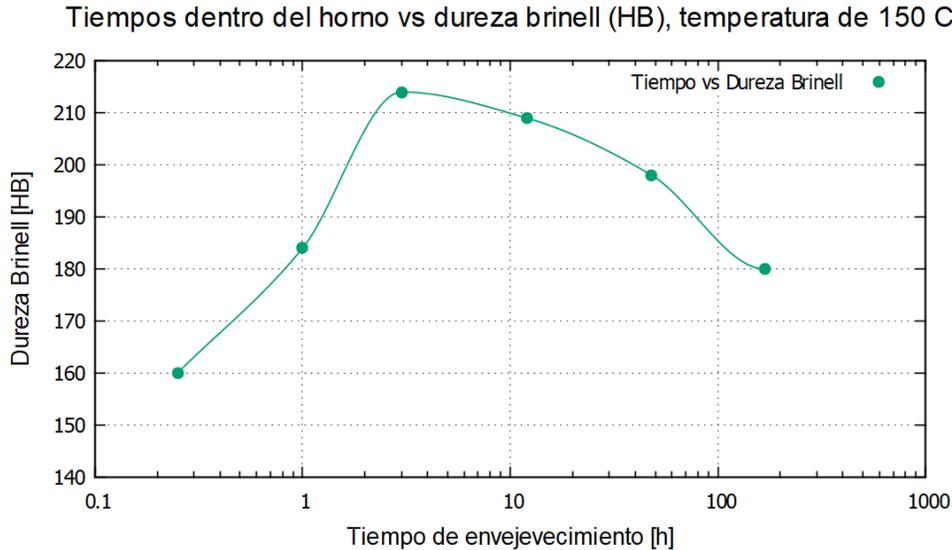


Figura 4.3: Gráfica para la temperatura de envejecimiento de 150°C, dentro del horno para los diferentes tiempos de permanencia de las muestras de estudio.

En la gráfica 4.4, podemos observar el comportamiento de las muestras que van desde la # 7 hasta la # 12, donde la aleación estuvo a la temperatura de envejecimiento de 200°C, durante las primeras horas dentro del horno (t_{au}) al igual que la gráfica anterior se dio un incremento en la dureza, sin embargo, el descenso en la misma fue mucho mayor.

La gráfica 4.3, corresponde a las probetas que van desde la # 13 hasta la # 18, se puede observar que a la temperatura de envejecimiento de 260°C, la aleación presenta una dureza uniforme durante las primeras horas dentro del horno (t_{au}), pero, de igual manera que las anteriores se da un decaimiento en la misma (ver sección 4.3.1), sin embargo, se presenta de una manera considerablemente baja con respecto a las dos anteriores, tomando como referencia el valor final del tiempo de 168 horas, la muestra de 260°C bajo su dureza en un 21.5% con respecto a la de 200°C y un 53.3% con respecto a la temperatura de 150°C.

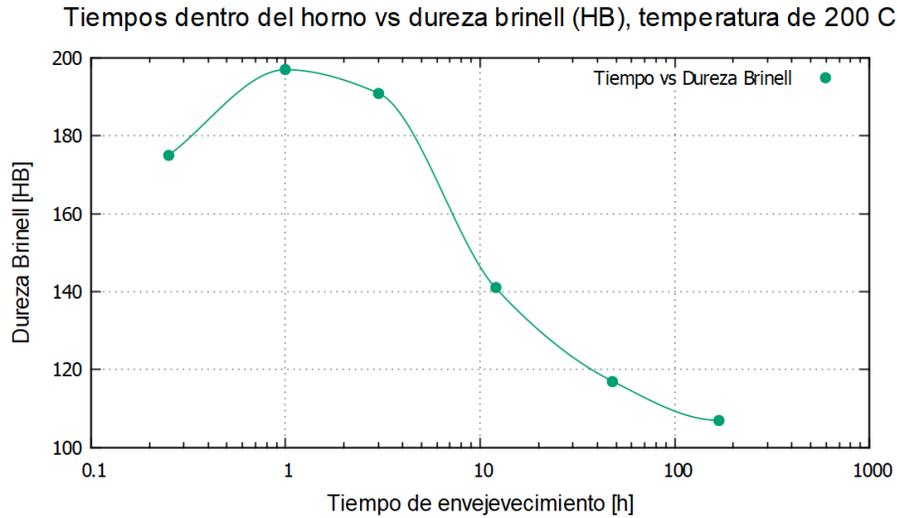


Figura 4.4: Gráfica para la temperatura de envejecimiento de 200°C , dentro del horno para los diferentes tiempos de permanencia de las muestras de estudio.

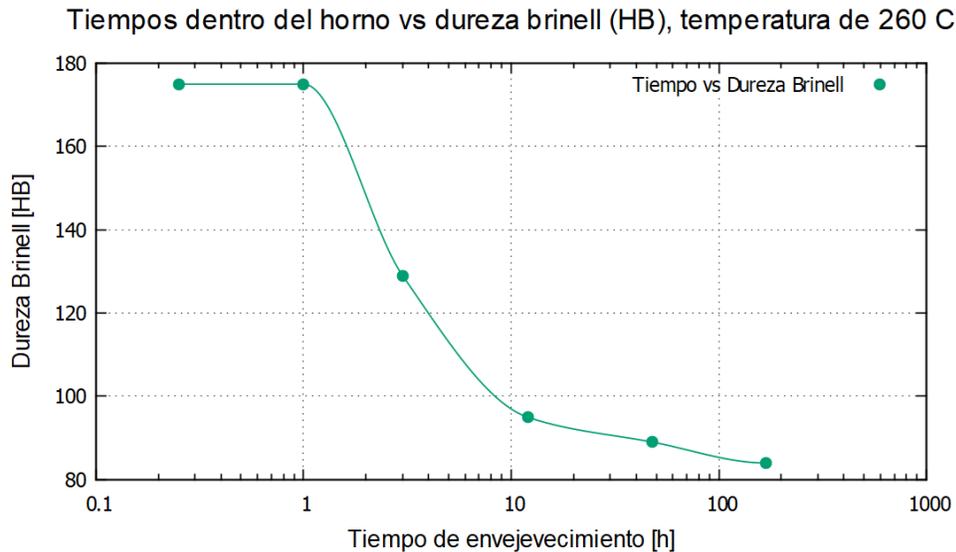


Figura 4.5: Gráfica para la temperatura de envejecimiento de 260°C , dentro del horno para los diferentes tiempos de permanencia de las muestras de estudio.

4.3. Análisis y discusión de resultados

4.3.1. Gráfica de temperaturas y zonas de interés

Se tomaron las gráficas de las diferentes temperaturas y se representaron en una sola para realizar un análisis del efecto de la dureza y los tiempos de prolongación en las mismas.

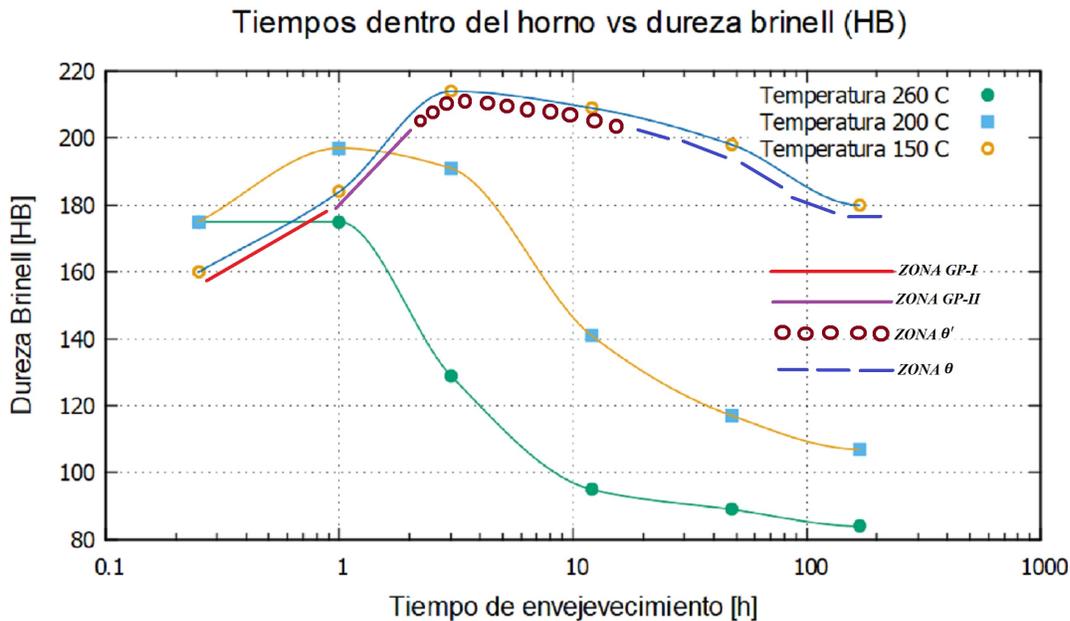


Figura 4.6: Efecto de las temperaturas de envejecimiento y la dureza en la aleación de aluminio 7075

En la gráfica se puede observar que el comportamiento a las tres diferentes temperaturas de envejecimiento que presentan diferentes comportamientos durante las primeras horas del tratamiento térmico, luego todas presentan una disminución en la dureza, a mayor temperatura se nota un notable decremento en el valor de dureza obtenido a medida que pasa el tiempo (t_{au}), el cual se va haciendo constante.

Nótese que durante los tiempos (t_{au}) iniciales de las temperaturas de 150°C y 200°C hay un aumento en el valor de la dureza, esto se debe a que al inicio los precipitados del proceso son considerablemente muy enriquecidos, donde las zonas de Guinier-Preston (GP) a pesar de ser metaestables y que son coherentes con la matriz, no presentan un endurecimiento óptimo, el cual se va estabilizando a medida que los tiempos de permanencia dentro de los hornos se incrementa, los átomos se van precipitando de manera notable y esto se ve reflejado en esta propiedad mecánica de dureza, esto es comparable con los estudios hechos por el Dr. Rioja y la teoría en el libro de texto de Askeland, (?), (?).

Las fases θ' y θ se van presentando de manera que se puede ver la evidencia en la prueba de dureza, en la gráfica solo se representan sobre la temperatura de 150°C, pero, el comportamiento en

la gráfica de 200°C es similar, no así a mayor temperatura como se observa en la gráfica de 260°C. a continuación presentaremos y analizaremos las micrografías obtenidas tanto de los microscopios metalográficos, así como, la del Microscopio Electrónico de Barrido (MEB), para determinar los efectos de la temperatura y tiempo de envejecimiento en la presencia o ausencia de las fases GP.

4.3.2. Imágenes de los microscopios metalograficos y MEB

Análisis con los microscopios ópticos metalográficos:

Se seleccionaron algunas muestras del grupo de la # 7 a la # 12, que corresponden a la temperatura de 200°C, donde se observa la microestructura a diferentes ampliaciones obtenidas en el microscopio metalográfico, la cual nos servirá en este estudio como una referencia de la diferencia entre las ampliaciones entre microscopios.

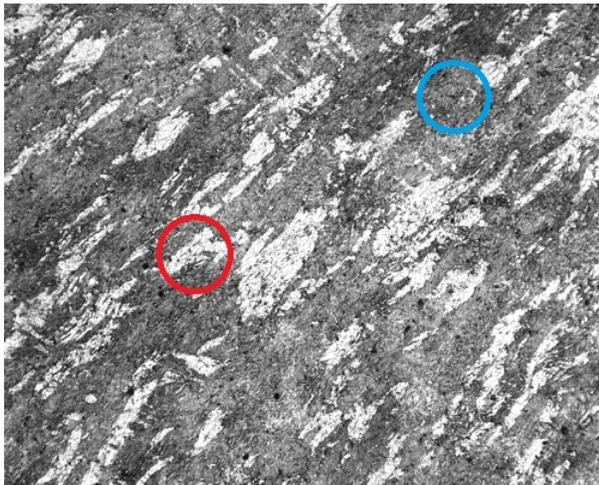


Figura 4.7: Micrografía de la muestra # 8 a 75x, se muestran las fronteras de grano

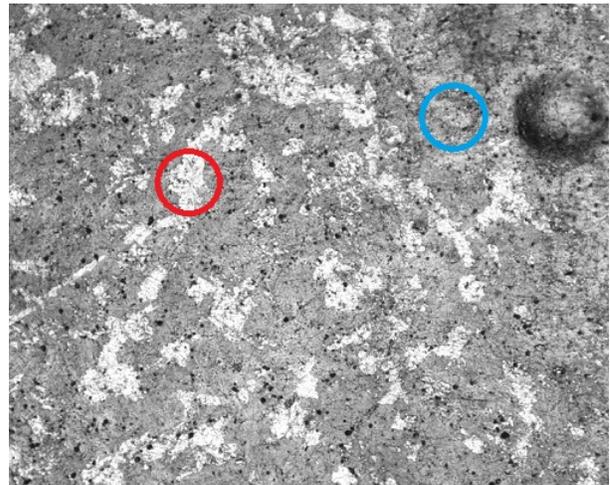


Figura 4.8: Micrografía de la muestra # 9 a 75x, se muestran las fronteras de grano

En la figura 4.8 se observa la micrografía sobre la muestra # 8, que se mantuvo dentro del horno durante un periodo de aproximadamente 1 hora y la figura 4.9 la micrografía sobre la muestra # 9, que permaneció durante 3 horas dentro del horno.

Se puede observar un poco la variación entre las microestructuras, las cuales no son considerablemente notable, se tienen la zonas claras que se marcan en el círculo en rojo y las zonas más oscuras que se marcaron con el círculo azul, dentro de estas se encuentran los precipitados que se observarán más adelante (zonas oscuras), los puntos negros podrían ser zonas de oxidación o poros de la aleación, decirlo exactamente con la imagen no sería posible.

Es importante recalcar que los granos en las aleaciones de aluminio son sensibles al tipo de combinación del atacante químico que se utiliza, o sea a la preparación del Keller, por lo que en

algunas aleaciones suelen ser mas fáciles de observar que en otras, pero en estas muestras se hacen muy evidentes.

Veremos otra comparación entre otras muestras siempre a la temperatura de 200°C a una ampliaciones mayores, se sigue usando la misma temperatura ya que esta parte del trabajo solo nos muestra una comparación entre imágenes de los dos microscopios, tanto óptico como electrónico.

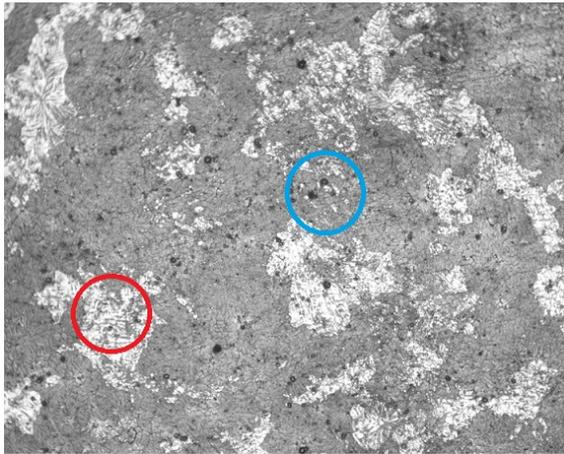


Figura 4.9: Micrografía de la muestra # 9 a una ampliación de 150x

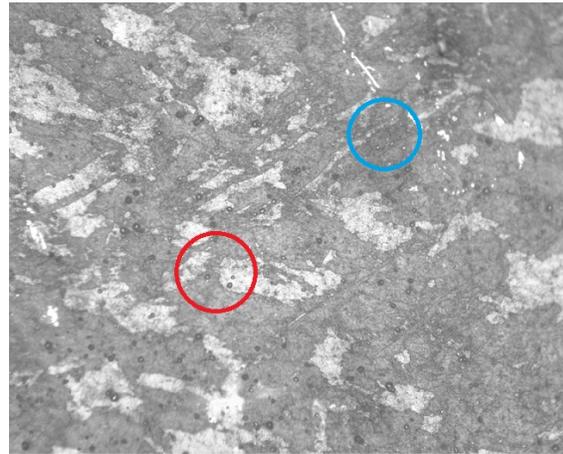


Figura 4.10: Micrografía de la muestra #10 a una ampliación de 150x

A medida que podemos aumentamos la resolución nos damos cuenta que las zonas de frontera de granos están delimitadas entre las zonas claras y las oscuras, sin embargo, se corre el riesgo de ir perdiendo mayor nitidez en la imagen con la ampliación como vemos en la siguiente probeta # 12, que corresponde a la figura 4.11, la que se mantuvo por 168 horas (7 días) dentro del horno, esto por las propias limitantes del equipo que se tiene, esto nos muestra que con solo los microscopios ópticos es difícil detectar las zonas de precipitación con mayor nitidez, por lo que, este seria un estudio complementario al uso de los microscopios electrónicos.

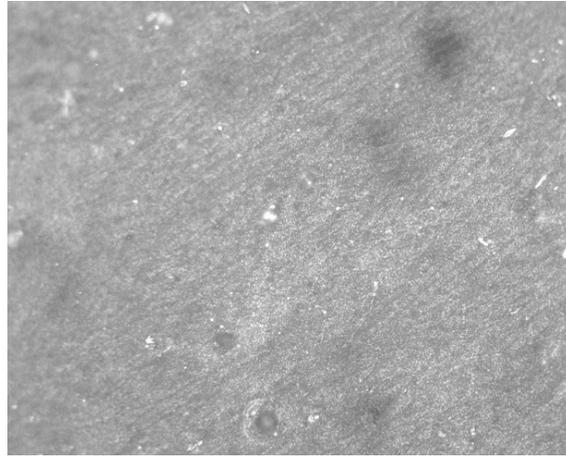


Figura 4.11: Micrografía de la muestra # 12 a 600x, no se marcan zonas porque el aumento de la zona estamos dentro de un posible grano de la microestructura

Observamos a continuación una muestra que solo fue tratada por solución y templada respectivamente, sin ser llevada al proceso de maduración o envejecimiento.

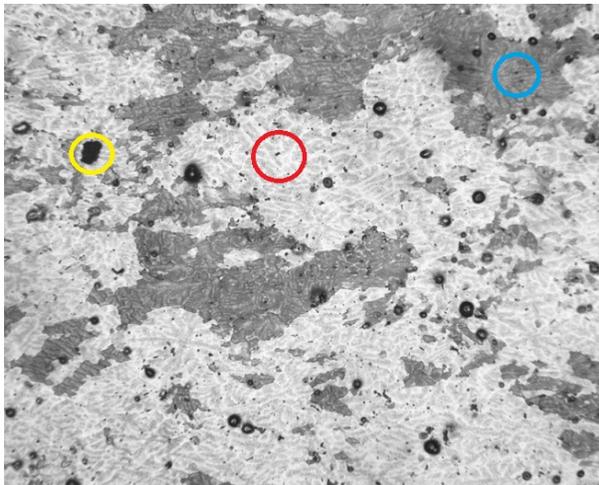


Figura 4.12: Micrografía de la muestra templada a una ampliación de 350x

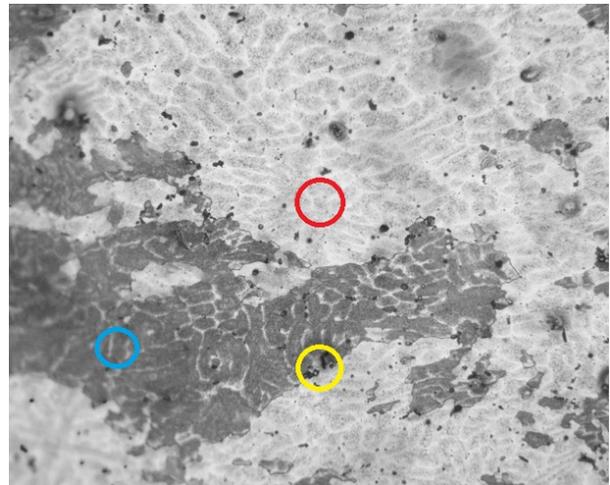


Figura 4.13: Micrografía de la muestra templada a una ampliación de 600x

Sin el envejecimiento respectivo las zonas de los granos tiene una forma muy distinta a las mostradas en las otras imágenes, de la figuras 4.8 a la 4.12 tomadas de los microscopios ópticos metalográficos. Presentaremos de manera más detallada las zonas de precipitación observadas con el MEB, con mayor resolución de las imágenes, contraste y nitidez.

Las regiones marcadas en amarillo nos muestran posibles puntos de oxidación o poros, que son muy comunes en este tipo de aleaciones (?).

Análisis con el Microscopio Electrónico de Barrido (MEB):

Se presentan las diferentes imágenes de las muestras tomadas en el MEB, donde se realizó un análisis comparativo entre las mismas y observar el comportamiento de los precipitados. Como ya se mencionó en la sección 3.2.2, este análisis de los precipitados es estrictamente cualitativo y no se presenta una relación entre la dureza y el número de precipitados de las muestras.

Se muestran las micrografías de las probetas # 1 a la # 6, que corresponden a la temperatura de 150°C, con el fin de poder observar de como varia la resolución, contraste y nitidez entre muestras, se realizan dos ampliaciones sobre la misma muestra.

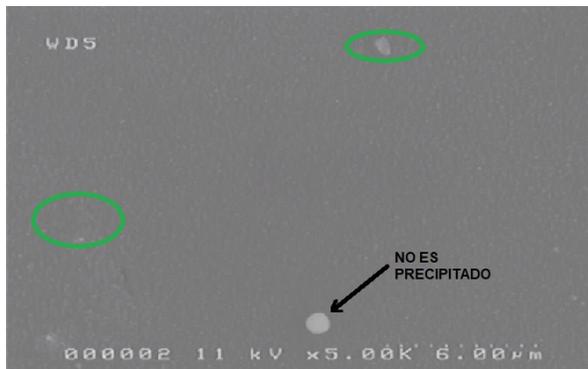


Figura 4.14: Muestra # 1, MEB a 5k de ampliación

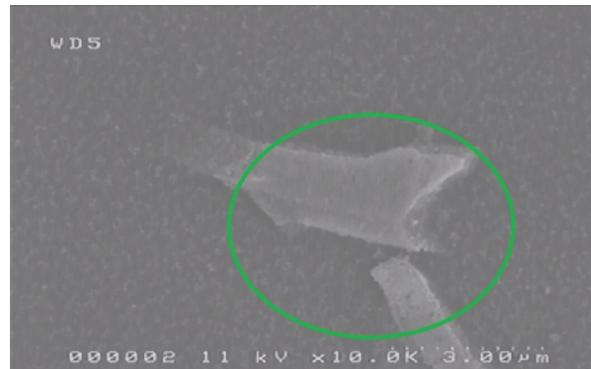


Figura 4.15: Muestra # 1, MEB a 10k de ampliación

La muestra # 1, fue envejecida por 15 minutos dentro del horno, las regiones marcadas en el ovalo de color verde, nos muestran zonas de precipitaciones, que se pueden distinguir de la matriz por ser más claras (?), las cuales pueden ser enriquecidas generalmente con zinc, silicio y cobre, estos precipitados son los responsables de la formación de las zonas de Guinier Preston (GP) y como se observó en las gráficas de la 4.4 a la 4.7, estas pasan de fase metaestable a estable a través de los tiempos de la maduración o envejecimiento.

Se debe ser muy cuidadoso al momento de establecer estas regiones de precipitados, ya que se puede tender a confundir con zonas que no lo son, en la ampliación de 10k llegamos a observar más de cerca estas regiones, sin embargo, no se logra observar los grupos de átomos que se forman debido a las zonas GP, para ello se necesitaría el uso de microscopios con mayor resolución y nivel de penetración, tal es el caso de los de transmisión (TEM o MET), las cuales serían técnicas complementarias.

Se presenta la muestra # 2, cuyo tiempo de envejecimiento fue de aproximadamente una hora, aquí podemos observar que los precipitados han aumentado su número y se empiezan a notar una especie de difusión en la estructura, pero aun, su comportamiento con respecto a la dureza sigue

siendo a aumentar de manera en las primeras horas del envejecimiento y la distribución de las zonas es menos densa.

El precipitado va tomando formas más delgadas y alargadas, como se puede ver en la micrografía de 5k, veremos qué sucede con las muestras que pasaron 3, 12, 48 y 168 horas respectivamente. Luego estableceremos una idea general con respecto a las durezas obtenidas.

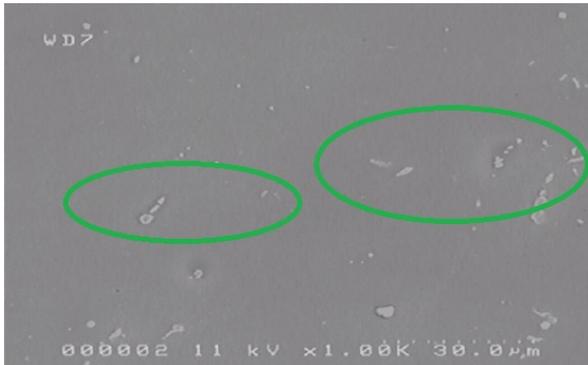


Figura 4.16: Muestra # 2, MEB a 1k de ampliación

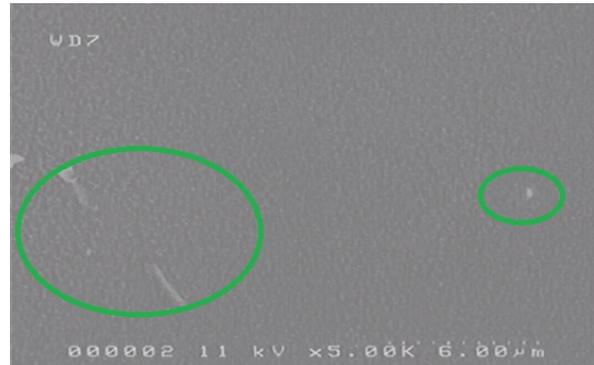


Figura 4.17: Muestra # 2, MEB a 5k de ampliación

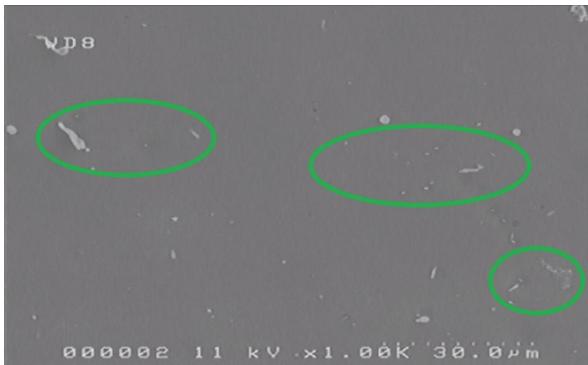


Figura 4.18: Muestra # 3, MEB a 1k de ampliación

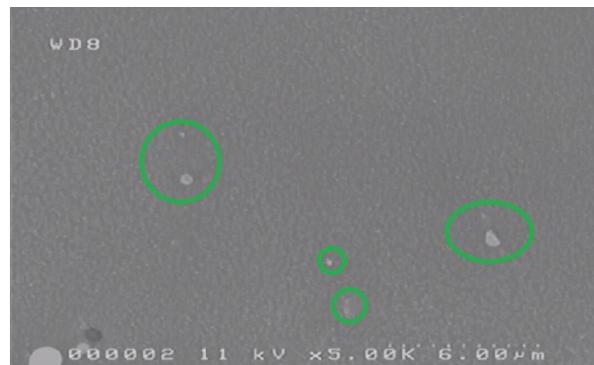


Figura 4.19: Muestra # 3, MEB a 5k de ampliación

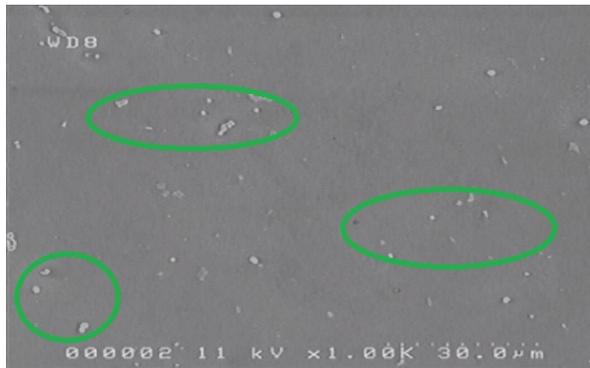


Figura 4.20: Muestra # 4, MEB a 1k de ampliación

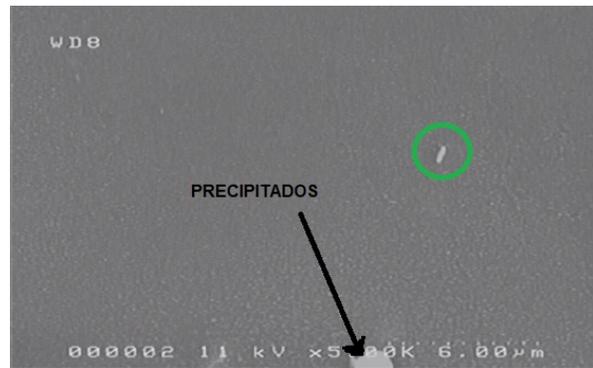


Figura 4.21: Muestra # 4, MEB a 5k de ampliación

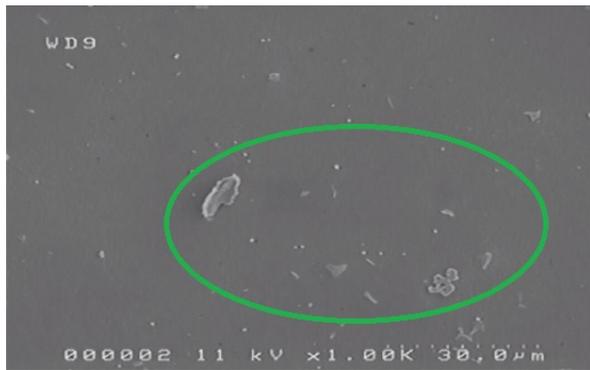


Figura 4.22: Muestra # 5, MEB a 1k de ampliación

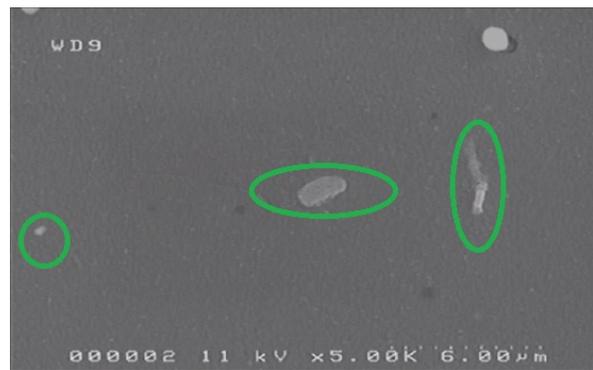


Figura 4.23: Muestra # 5, MEB a 5k de ampliación

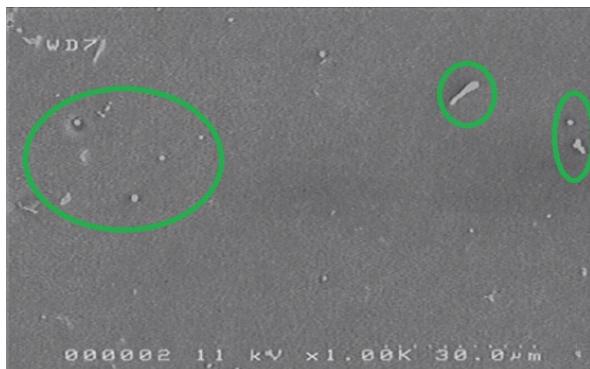


Figura 4.24: Muestra # 6, MEB a 1k de ampliación

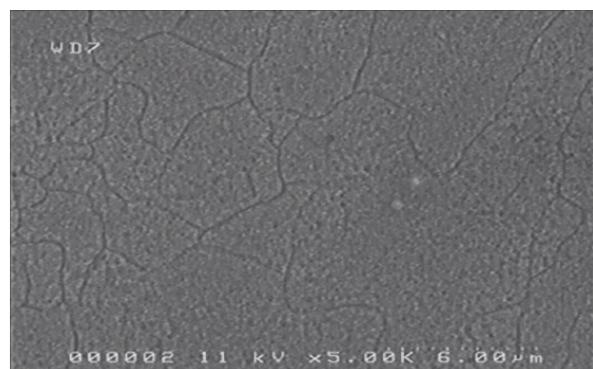


Figura 4.25: Muestra # 6, MEB a 5k de ampliación



Figura 4.26: Muestra Templada, MEB a 5k ampliación

En las muestras # 3, # 4, # 5 y # 6, para los tiempos de envejecimiento (t_{au}) 3, 12, 48 y 168 horas respectivamente, se puede observar como los precipitados son más numerosos en estas micrografías, pero en proporciones más pequeñas, lo que hace que las zonas de Guinier Preston se vayan estabilizando, y las propiedades tanto físicas como mecánicas de la aleación siguen sufriendo cambios en el tiempo, pero ya de una manera mucho más constante.

En la última imagen se muestra la micrografía realizada a la probeta que fue templada, sin proceso de envejecimiento, aquí se puede ver que los precipitados no son tan numerosos, ya que la concentración de átomos de los mismos están en menores regiones, que a medida que se presenta el envejecimiento se ve el progreso de los precipitados de la aleación.

Micrografías de las probetas # 7 a la # 12, que corresponden a la temperatura de 200°C.

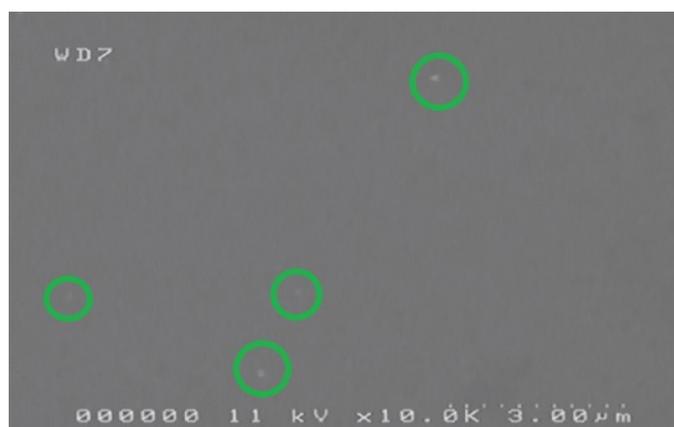


Figura 4.27: Muestra # 7, MEB a 10k de ampliación

La muestra # 7 al igual que la muestra # 1, tienen el mismo tiempo de permanencia de 15 minutos dentro de los hornos, lo que varía es la temperatura de envejecimiento a la que fue sometida

cada muestra, en este caso, se puede observar que los precipitados presentes que están encerrados en los círculos, corresponden a una ampliación de 10k, el comportamiento de estas primeras etapas de los precipitados suele ser muy similar entre las muestras ya antes mencionadas.

La dureza en esta muestra también tiende a elevarse durante las primeras horas del envejecimiento (recordemos que se mantuvieron las muestras a diferentes tiempos del proceso y fueron sacadas de los hornos), sin embargo, no llega a valores tan considerables como las de la muestra tratada a 150°C, y decae más rápidamente, como se muestra en la figura 4.7 que corresponde a la comparación de las curvas del procesos.

A continuación se mostrará el comportamiento de los precipitados en las muestras de la # 8 hasta la # 12 y observaremos en las micrografías el proceso que se fue efectuando a través del tiempo.

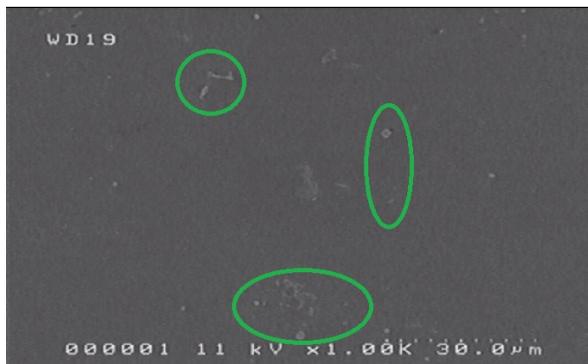


Figura 4.28: Muestra # 8, MEB a 1k de ampliación

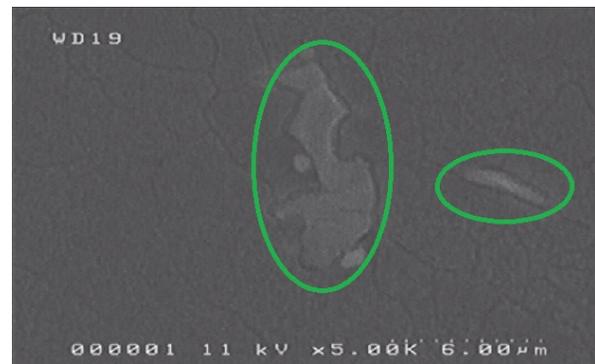


Figura 4.29: Muestra # 8, MEB a 5k de ampliación

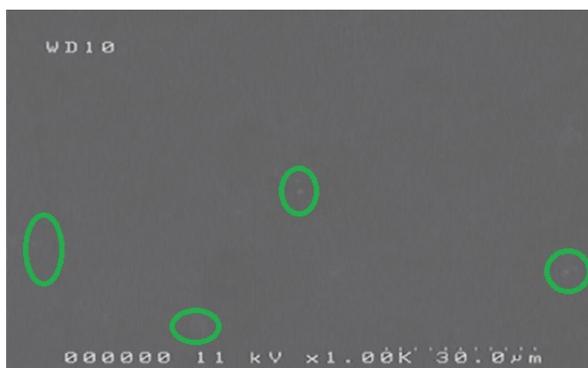


Figura 4.30: Muestra # 9, MEB a 1k de ampliación

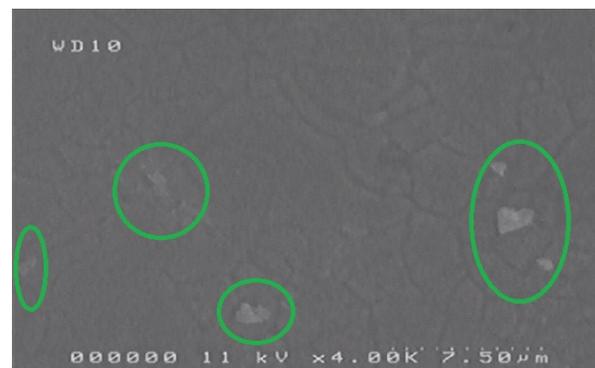


Figura 4.31: Muestra # 9, MEB a 4k de ampliación

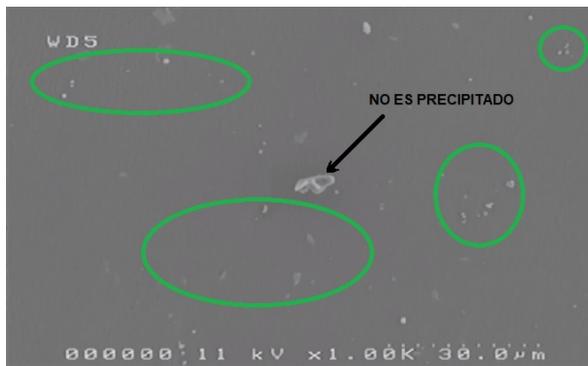


Figura 4.32: Muestra # 10, MEB a 1k de ampliación

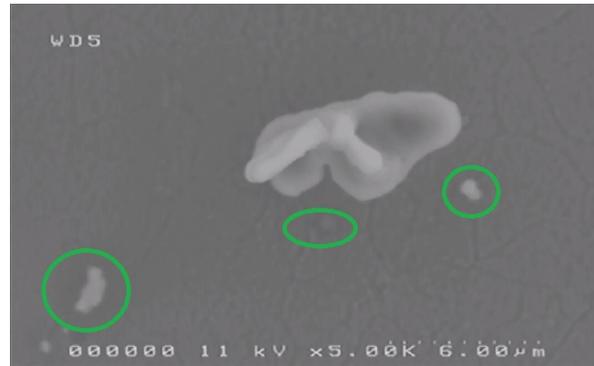


Figura 4.33: Muestra # 10, MEB a 5k de ampliación

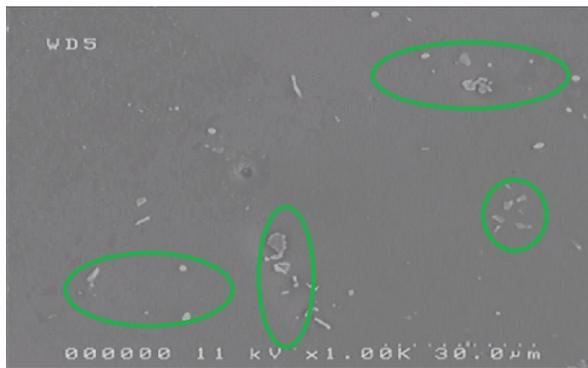


Figura 4.34: Muestra # 11, MEB a 1k de ampliación

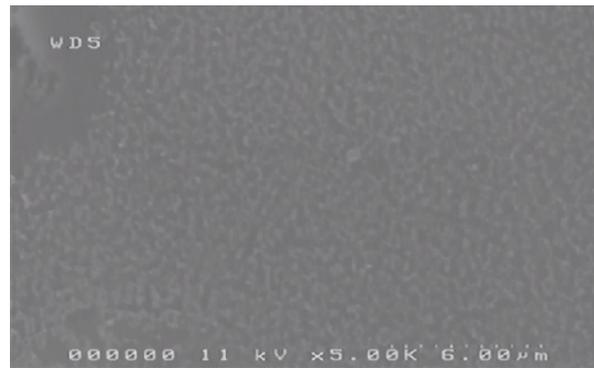


Figura 4.35: Muestra # 11, MEB a 5k de ampliación



Figura 4.36: Muestra # 12, MEB a 1k de ampliación

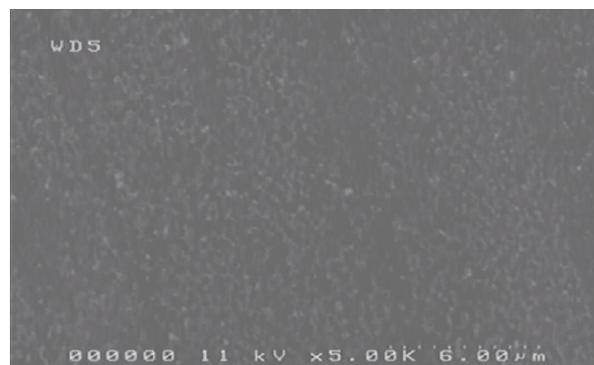


Figura 4.37: Muestra # 12, MEB a 5k de ampliación



Figura 4.38: Muestra Estándar, MEB a 5k ampliación

En las muestras # 8, # 9, # 10, # 11 y # 12, se puede ver como los precipitados siguen siendo numerosos, y el comportamiento del proceso con respecto a las muestras anteriores es similar, sin embargo, la difusión es mas rápida, haciendo que los valores de dureza sean menores.

En la última imagen se muestra la micrografía realizada a la probeta Estándar.

Micrografías de las probetas # 13 a la # 18, que corresponden a la temperatura de 260°C.

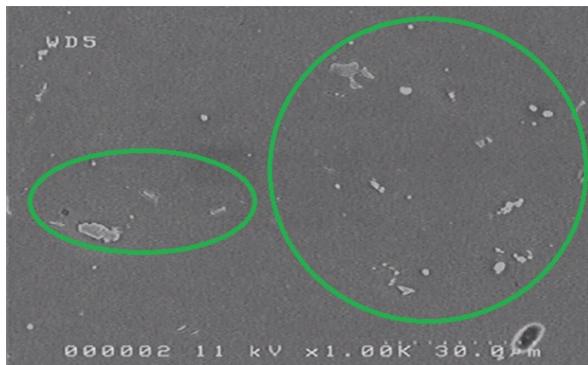


Figura 4.39: Muestra # 13, MEB a 1k de ampliación

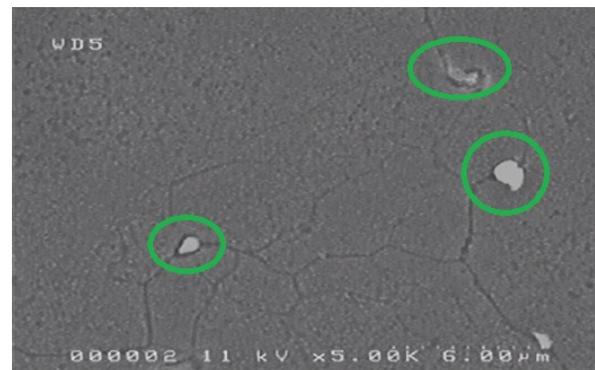


Figura 4.40: Muestra # 13, MEB a 5k de ampliación

La muestra # 13 al igual que la muestras # 1 y # 7, permanecieron 15 minutos dentro de los hornos, en este último caso la temperatura de 260°C, se observa mayor cantidad de precipitados presentes en la micrografía.

El comportamiento de estas primeras etapas de los precipitados varia un poco de las otras dos temperaturas, ya que el valor de dureza no necesariamente incrementa, más bien parte de una zona especifica y empieza a bajar como se puede ver en la gráfica correspondiente.

A continuación se mostrara el comportamiento de los precipitados en las probetas de la # 14 hasta la # 18 y realizaremos un análisis comparativo con el comportamiento de las demás probetas,

es muy importante establecer una serie de conclusiones, las cuales realizamos al final del trabajo experimental efectuado.

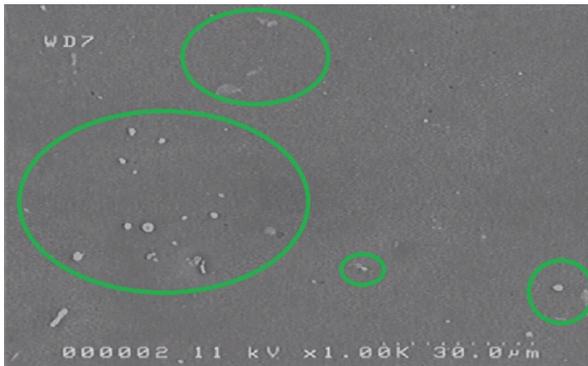


Figura 4.41: Muestra # 14, MEB a 1k de ampliación

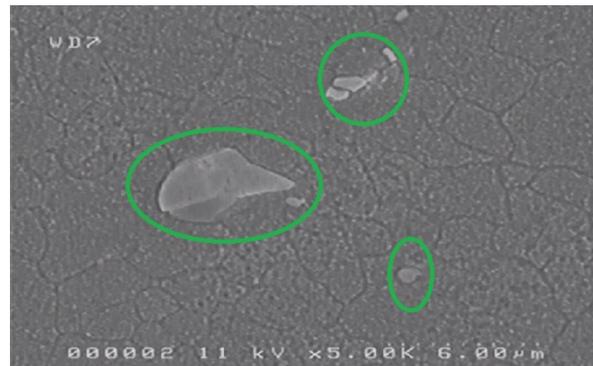


Figura 4.42: Muestra # 14, MEB a 5k de ampliación

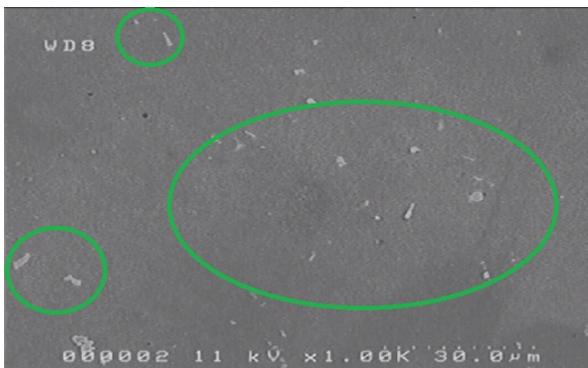


Figura 4.43: Muestra # 15, MEB a 1k de ampliación

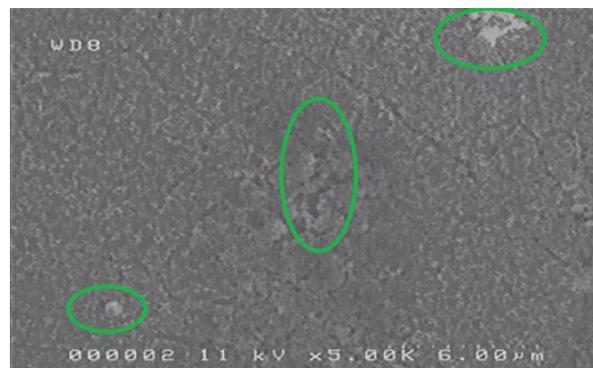


Figura 4.44: Muestra # 15, MEB a 5k de ampliación

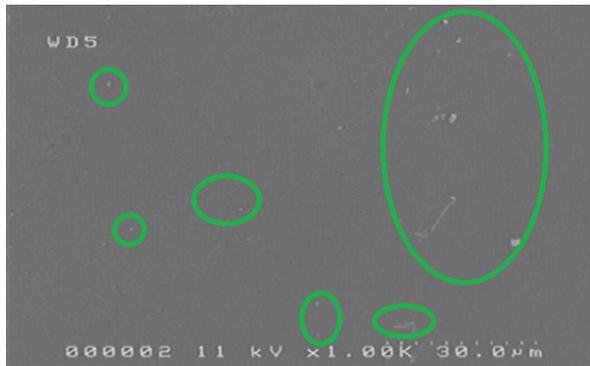


Figura 4.45: Muestra # 16, MEB a 1k de ampliación



Figura 4.46: Muestra # 16, MEB a 5k de ampliación

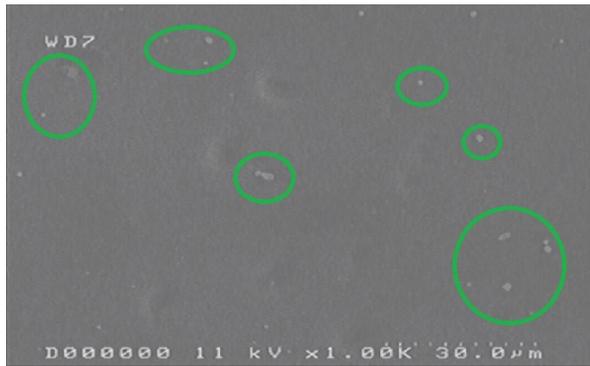


Figura 4.47: Muestra # 17, MEB a 1k de ampliación

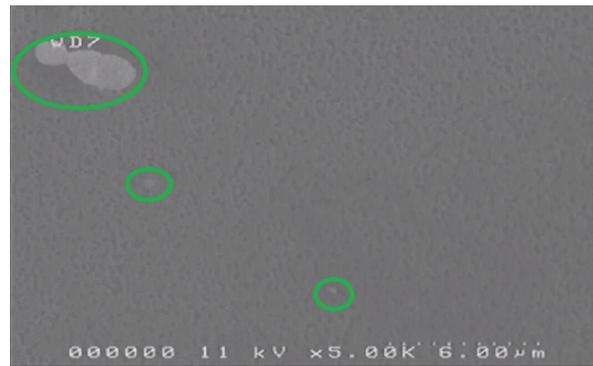


Figura 4.48: Muestra # 17, MEB a 5k de ampliación



Figura 4.49: Muestra # 18, MEB a 1k de ampliación

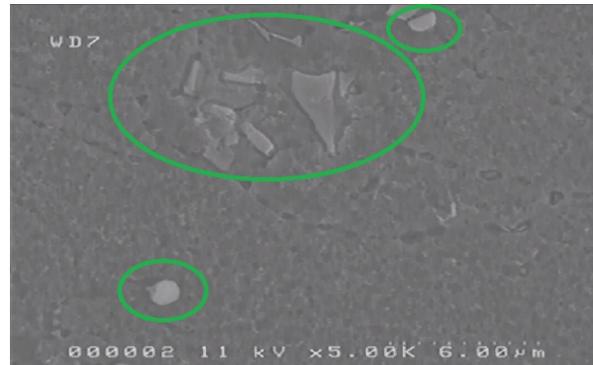


Figura 4.50: Muestra # 18, MEB a 5k de ampliación

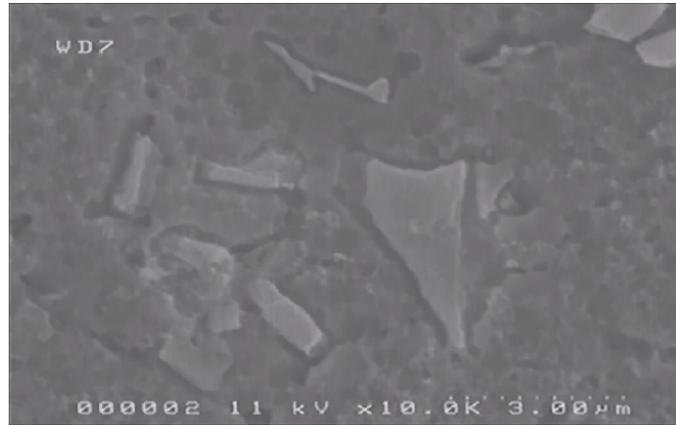


Figura 4.51: Muestra # 18, MEB a 10k ampliación

En estas últimas probetas desde la # 14, # 15, # 16, # 17 y # 18, podemos observar que durante los primera horas, el precipitado presente es muy enriquecido con respecto a la densidad mostrada, gracias a la difusión por el tiempo dentro del horno durante el envejecimiento, pero la concentración se va dispersando de manera considerable, provocando que los mismos se estabilicen mucho más rápido que en los procesos a las temperaturas de 150°C y 200°C , de hecho, los valores en la dureza son muy bajos a medida que transcurre el tiempo (nuevamente recordemos que las muestras fueron retiradas del horno en diferentes tiempos, durante el proceso de envejecimiento).

Se fue observando como los diversos precipitados en las muestras, fueron variando en su cantidad dentro de la matriz y de como la temperatura del proceso de envejecimiento juega un papel muy importante en el desarrollo de las zonas de Guinier Preston, de como estas van volviéndose más estables con el paso del tiempo, sin embargo, es necesario mencionar que en estos tipos de aleaciones el proceso de difusión se sigue presentando en el tiempo, sin importar que el material este expuestos a cambios de temperaturas significativos, en este caso hablamos de un proceso de envejecimiento natural en vez del artificial que aplicamos. Sin embargo, esto nos permite obtener buenas aplicaciones de este tipo de aleaciones de aluminio dentro de la industria tecnológica, estructuras y diseño de piezas especializadas entre otras.

Capítulo 5

Conclusiones

- De los resultados obtenidos en las gráficas, podemos concluir que la dureza en este tipo de aleación aumenta en las primeras horas del proceso de envejecimiento, donde los precipitados se analizaron de manera cualitativa, observándose la tendencia a aumentar en las primeras 3 a 4 horas del proceso en las diversas temperaturas, a medida que el tiempo dentro de los hornos fue pasando, la dureza se volvió más estable. Debido a que esto fue cualitativo, queda abierta la opción a realizar un estudio cuantitativo de la cantidad de precipitados presentes en la muestra y poder así determinar una correlación entre la dureza y el número de precipitados presentes.
- Los tiempos para los procesos de envejecimiento y las temperaturas son de vital importancia para que los precipitados presentes puedan generar las zonas de Guinier Preston. Además, podemos afirmar que las aleaciones de la serie 7xxx, permiten la formación de estas zonas GP, la aleación seleccionada de nuestro estudio la 7075, permitió ver los precipitados que se observan en las micrografías obtenidas en el MEB.
- Las zonas de **Guinier Preston**, se determinan en la concentración de los precipitados mostrados en las imágenes obtenidas con el Microscopio Electrónico de Barrido como en las primeras horas de los procesos mostrados en la gráfica 4.7, donde los valores de la dureza aumentan debido a que durante esta parte se pueden observar los precipitados presentes en zonas donde la saturación es mayor, pasando de estas primeras horas de una fase metaestable a fases más estables.
- Podemos concluir que es posible la generación y observación de los precipitados en donde se manifiestan las zonas de Guinier Preston y su evolución en esta aleación de aluminio 7075, y aunque podemos observar los precipitados que se forman en la microestructura los cuales son los responsables de este proceso, también, podemos concluir que es imposible con nuestro

equipo el poder ver los átomos que se dan dentro de los precipitados, para lo cual se ocupa un equipo más avanzado y que por ahora no contamos en nuestra sección de metalurgia. (?)

- Con los resultados obtenidos de otros trabajos, aleaciones, y sobre todo con equipos especializados, podemos determinar que estos son muy buenos y que se puede trabajar con nuestro equipo de una manera muy eficiente, además de incorporar este procedimiento a laboratorios tanto de la sección de Metalurgia como a la Escuela de Física en la orientación de física de metales entre otros proyectos de investigación.

Capítulo 6

Recomendaciones

- Si se desearía observar la naturaleza atómica de las zonas de Guinier Preston, lo recomendable sería poder tener un microscopio capaz de dar imágenes para estructuras más finas, tal es el caso de los microscopios electrónicos de transmisión, sin embargo, para nuestro estudio y bajo nuestras limitaciones, podemos decir que los resultados son muy buenos.
- Para el proceso, sería recomendable el poder trabajar con mayores tiempos de envejecimiento y así tener mas puntos a considerar dentro de las gráficas, el comparar o establecer investigaciones con otras propiedades como la tracción o la cinética, pueden resultar en datos muy interesantes para futuros trabajos.
- Para el caso que se desee trabajar la parte cuantitativa y así poder hacer la correlación entre la dureza y los precipitados, se recomienda leer sobre coeficientes de correlación y buscar la correlación de Pearson o Spearman, para tener una mejor perspectiva del procesos a seguir.
- Es importante siempre tener una fuente de voltaje muy estable, el poder mantener los valores apropiados, y la temperatura de igual manera, sobre todo en los procesos de electropulido, sin dejar a un lado el uso correcto de los ácidos para dicho trabajo.
- Para la aplicación del Keller al momento de realizar el ataque químico a las estructuras, es importante que las muestra este bien pulida y que el tiempo de permanencia dentro de la solución sea el adecuado, o puede afectar el revelado completo de la microestructura de la muestra y esto obligue a repetir todo el proceso.
- Sugiero el uso de paquetes de software gratuitos como GnuPlot, Octave o ImageJ, para la presentación de datos experimentales y un exhaustivo análisis numérico. La Escuela de Física podría ofrecer cursos prácticos en conjunto con la Escuela de Matemáticas.

- Este trabajo queda recomendado para ser implementado como laboratorio como parte del estudio de aleaciones no ferrosas para las carreras de Técnico Universitario en Metalurgia y la Licenciatura en Física con las clases orientadas a materiales, es este caso en particular metales.

Referencias

- Abeláez, J., Hincapié, D., Torres, E., y Ramírez, A. (2014, enero). Caracterización de aleación de aluminio AA6063-T5 mediante microscopía electrónica de barrido y electrónica de transmisión. *Revista colombiana de materiales*, 59-64.
- Alacermas, G. (2019). Propiedades del aluminio en aleación 7075.
- Alcoa, G. (2021). Alloy 7075 plate and sheet.
- Askeland, D. R., Fulay, P. P., y Wright, W. J. (2017). *Ciencia e ingeniería de materiales*. Cengage learning.
- ASM, H. C. (1961). *Metals handbook, properties and selection of metals*. American Society for Metals.
- ASM, H. C. (1972). *Metals handbook, atlas of microstructures of industrial alloys*. American Society for Metals.
- ASM, H. C. (1973). *Metals handbook, metallography, structures and phase diagrams*. American Society for Metals.
- Castro, F. (2014). Aleaciones de aluminio. *Metal Actual*.
- Ferragut, R., Somoza, A., y Tolley, A. (1997). Análisis de la evolución microestructural de la aleación 7012 en los primeros estadios del envejecimiento artificial. *ANALES AFA*.
- Ferragut, R., Somoza, A., y Torriani, I. (2000). Estudio de la formación de zonas de Guinier-Preston mediante saxs y resistometría eléctrica. *Jornadas SAM-200*.
- Guinier, A. (1935). Personal reminiscense.
- Hernández, C., y Amortegui, Y. (2012). Influencia del tratamiento térmico de homogenización y reenvejecimiento (RAA) en las propiedades de tensión, dureza, impacto en el aluminio 7075 T651.
- King, F. (1992). *El aluminio y sus aleaciones*. Lumisa, S.A. de C.V.
- KJMA, L. E. L.-T. D. (2021). Teoría de kolmogorov-johnson-mehl-avrami.
- Luiggi, N., y Del Valera, M. (2017, mayo). Estudio cinético de la precipitación de fases en una aleación AA7075 sometida a los tratamientos térmicos T6 y T7. *La revista latinoamericana de Metalurgia y Materiales, RLMM*, 37, 160-178.
- Martinez, C., Giovanni, V., Rodríguez, G., Fernando, D., y cols. (2015). Estudio de la formación

- de precipitados en la microestructura de un aluminio 6063-T5 envejecido a una temperatura de 170°C durante tiempos de 12, 18, 24, 48, 72 y 96 horas usando microscopía óptica y electrónica de barrido.
- Mur, F. G., y Planella, J. M. (2005). *Metalografía*. Universitat Politècnica de Catalunya. Iniciativa Digital Politècnica.
- Obando, J., y Sánchez, E. (2014). Tratamientos térmicos para aluminios. *Metal Actual*.
- Ochoa, J., y Arias, A. (2017, enero). Caracter viscoelástico del aluminio AA6061 por efecto de la temperatura y la microestructura, caracterizado por la resistividad eléctrica, microscopía y modelos cuantitativos. *La revista latinoamericana de Metalurgia y Materiales, RLMM*, 37, 195-218.
- Ochoa, J., Ochoa, L., y González, G. (2008, mayo). Influencia de la velocidad de calentamiento en la cinética de precipitación en el aluminio aa-6061 a través de medidas de resistividad eléctrica. *Facultad de ingeniería U.C.V.*, 23, 17-26.
- Ochoa, J. L., Arias, A. R., y Morales, J. M. (2013). Estudio en la región de las zonas de guinier-preston en el aluminio aa6061, seguido por resistividad eléctrica y microscopía. *Acta Microscopica*.
- Remolina, G., Hernandez, C., y Coy, A. (2017, mayo). Efecto de la adición del nitrato de cerio y el tiempo de envejecimiento en la síntesis de recubrimientos híbridos sol-gel base teos-gptms sobre la aleación de aluminio AA2050-T8. *La revista latinoamericana de Metalurgia y Materiales, RLMM*, 37, 147-159.
- Renau-Piqueras, J., y Faura, M. (1994). Principios básicos del microscopio electrónico de barrido.
- Rioja, R., y Laughlin, D. (1981, noviembre). La secuencia de precipitación en aleaciones de aluminio y cobre. *Ciencia*, 32, 107-116.
- Rodriguez Velarde, G. G. O. (2021). Investigación técnica del zircal 7075-t6 y sus propiedades para la solución a la problemática en la industria aeronáutica.
- Santos, E., Yenque, J., Rojas, O., y Rosales, V. (2001). Acerca del ensayo de dureza. *Industrial Data*, 2(4), 73-80.
- Toledano, M., Arenas, M., Galan, J., y Borja, S. (2016). Resistencia a fatiga de la aleación de aluminio 7075-T6 en función del tipo de ensayo y espesor del recubrimiento.
- Yamaguchi, O., Aguilar, D., y V., G. (1995). *Procedimiento de manejo y observación del SEM (scanning electron microscope)*. JICA.

Glosario

1. **Acritud:** La acritud es una propiedad mecánica que adquieren los metales como consecuencia de la deformación en frío, también conocida como proceso de endurecimiento por acritud, que aumenta su dureza, fragilidad y resistencia, aunque los hace perder, al mismo tiempo, su ductilidad o maleabilidad. (Definiciones, 2022)
2. **Aleación 7075:** La primera aleación 7075 fue desarrollada por la compañía japonesa Sumitomo Metals, en 1936. Es un aleación de aluminio con zinc como principal elemento. Es fuerte, con buena resistencia a la fatiga frente a otros metales y es fácil de mecanizar, pero no es soldable y tiene menos resistencia a la corrosión que muchas otras aleaciones (Aluminios y metales unicornio, 2013)
3. **Aleación AA6061:** Aleación Dúctil y Ligera, con gran resistencia y excelentes características de acabado, el aluminio 6061-T6 es ideal para la elaboración de piezas maquinadas con calidad de excelencia y para trabajos que requieran buen acabado superficial. (Tecniaceros, 2013)
4. **Anódico:** Es un método que consiste en recubrir un metal con una fina capa de óxido para que no se corra. (Facultad de ingeniería, Venezuela, 2012)
5. **Eutéctico:** Representa la temperatura más baja en la que se puede obtener la máxima cristalización del solvente y el soluto, o sea la temperatura mínima a la que se puede fundir una mezcla de sólidos. (Ingenieriaquimicareviews.com, 2021)
6. **Metaestable:** Dicho de un sistema, que se encuentra en equilibrio aparente, pero que puede cambiar a un estado más estable. (dle.rae.es/metaestable, 2022)
7. **Positrones:** Electrón con carga positiva. La interacción con el electrón puede resultar en la aniquilación de ambos, con lo que se produce un par de fotones cuya energía equivale a la masa del par electrón-positrón. Esta propiedad define al positrón como la antipartícula asociada al electrón. (Ecured, 2016)
8. **Precipitación:** Es un proceso de obtención de un sólido a partir de una disolución. Puede realizarse por una reacción química, por evaporación del disolvente, por enfriamiento repentino

de una disolución caliente, o por cambio de polaridad del disolvente. El sólido así obtenido se denomina precipitado y puede englobar impurezas. En general será necesario cristalizarlo y recristalizarlo.(Precipitación-Técnicas, 2014)

9. **Resistometría eléctrica:** Es la técnica que consiste en el análisis del comportamiento de la resistividad eléctrica de un material, o sea a la oposición del paso de la corriente eléctrica por el mismo material.(Documents.mx, 2015)
10. **Revenido:** Tratamiento térmico a baja temperatura, que se realiza normalmente después de un proceso de temple neutro, temple doble, entre otros.(bodycote.com, 2019)
11. **SAXS:** Es una técnica analítica que mide las intensidades de rayos X dispersados en una muestra como función del ángulo de dispersión. Las mediciones se realizan en ángulos muy pequeños, generalmente, en el rango de 0.1 a 5 grados. (MalvernPanalytical, 2022)
12. **Solvus:** Curva de solubilidad que separa una región de una sola fase sólida de una región de dos fases sólidas en un diagrama de fases. (Ciencia e Ingeniería de Materiales, 2017)
13. **TEM:** Microscopio electrónico de transmisión (TEM, por sus siglas en inglés, o MET, en español) Es una técnica de microscopía electrónica capaz de producir imágenes de alta resolución de la superficie de una muestra utilizando las interacciones electrón-muestra. Utiliza un haz de electrones en lugar de un haz de luz para formar una imagen.(Iesmat.com, 2021)

Anexos

6.1. Anexo # 1: Ficha técnica de equipos.

MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (SEM):

Tabla 6.1: Ficha técnica del SEM
SEM o MEB ubicado en la UNAH-CU, en la sección de Metalurgia

Modelo	Fabricado por:	Resolución (nm)	Aumento
S-2700	HITACHI-JAPÓN	4.0	$\times 15 \sim \times 300,000$
Nivel de vacío (Pa)	Fuerza eléctrica	Voltage de aceleración	———
7×10^{-4}	AC, 100V, 3kVA	$0.2kV \sim 30kV$	———

MICROSCOPIO ÓPTICO METALOGRAFICO:

Tabla 6.2: Ficha técnica del Microscopio óptico Metalográfico
Microscopio Óptico Metalográfico, ubicado en la UNAH-CU, en la sección de Metalurgia

Modelo	Marca	Bombillo de Tungsteno	Resolución (M)
BHM	Olympus	6V 15W	5x, 10x, 20x, 40x y 100x

La página web del distribuidor de la marca Olympus es: <https://www.olympus-ims.com/en/microscope/gx/>

DURÓMETRO:

Tabla 6.3: Ficha técnica del Durómetro

Durómetro, ubicado en la UNAH-CU, en la sección de Metalurgia			
Modelo	Marca	Serie	Carga (kilos)
S12A	Clark	1849	15, 30 y 45
Escalas	Penetrador	Escalas	Penetrador
15N, 30N y 45N	De diamante	15T, 30T, 45T	De bola de 1/16"

La página web del distribuidor de la marca Clark es: <https://mspmetrology.com/product/clark-instrument-portable-rockwell-hardness-tester-cpt-series/>

HORNOS PARA TRATAMIENTOS TÉRMICOS:

Tabla 6.4: Ficha técnica de los hornos

Horno eléctrico tipo mufla # 1			
Modelo	Marca	Temperatura Máxima (°C)	Peso (kg)
SNOL 3/1100	SNOL	1,100	17
Voltaje (V)	Frecuencia (Hz)	Potencia (kW)	Protección
230	~ 50	1.8	IP20
Horno eléctrico tipo mufla # 2			
Modelo	Marca	Temperatura Máxima (°C)	Peso (kg)
SNOL 8,2/1100	SNOL	1,100	25
Voltaje (V)	Frecuencia (Hz)	Potencia (kW)	Protección
230	~ 50/60	1.8	IP20
Horno eléctrico tipo mufla # 3			
Modelo	Marca	Temperatura Máxima (°C)	Peso (kg)
SNOL 6,7/1300	SNOL	1,300	35
Voltaje (V)	Frecuencia (Hz)	Potencia (kW)	Protección
230	~ 50/60	2.4	IP20

La página web del distribuidor de la marca SNOL es: <https://www.directindustry.es/producto-fabricante/horno-laboratorio-snol-73449-3101.html>

FUENTE DE VOLTAJE:

Tabla 6.5: Ficha técnica de la fuente de voltaje

Fuente de voltaje			
Modelo	Marca	Voltaje de entrada	Voltaje de salida
NP3010H	NaviTech	110VAC/220VAC \pm 10 %	0 – 30V
Corriente de salida	Peso (kg)	Temperatura de trabajo ($^{\circ}$ C)	Humedad relativa
0 – 10A	\leq 1.7	0 ~ 40	\leq 85 %

Agitador magnético con placa de calefacción:

Tabla 6.6: Ficha técnica del agitador magnético

Agitador magnético con placa de calefacción		
Modelo	Cap. max. de agitación (ml)	Pot. Calentamiento(W)
79-1	1000	250
Voltaje de entrada (V)	Velocidad (RPM)	Rango de Temp.($^{\circ}$ C)
110	0-2400	0-80
Pot. agitación(W)	Enchufe	—
25	US-Plug	—

Página web de distribuidor: <https://greenforest.com.co/producto/mezclador-agitador-magnetico-1000-ml-de-110-v-50-hz-78-1/>

6.2. Anexo # 2: Imágenes adicionales del procesos experimental.



Figura 6.1: Probetas para la temperatura de 150°C



Figura 6.2: Hornos en funcionamiento



Figura 6.3: Colocación de las muestras dentro de los hornos



Figura 6.4: Lijado de muestras



Figura 6.5: Ensayo de Dureza



Figura 6.6: Probeta ensayada con marcas del durómetro

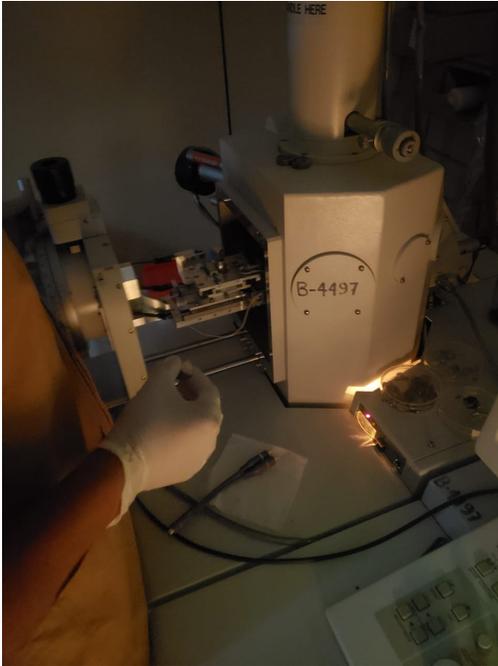


Figura 6.7: Muestras colocadas dentro del MEB



Figura 6.8: Microscopio Óptico Metalográfico



Figura 6.9: Toma de temperatura para el Electropulido

6.3. Anexo # 3: Micrografías tomadas desde el monitor del MEB.

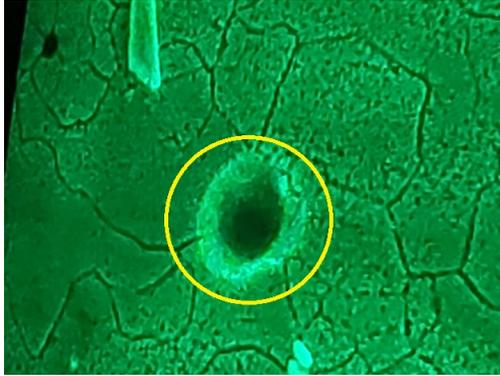


Figura 6.10: Micrografía donde se observa la huella del penetrador (Amarillo)

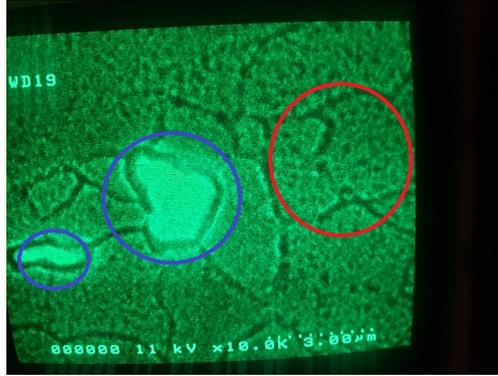


Figura 6.11: Micrografía de que muestra posibles zonas de precipitados (Azul) y la matriz de aluminio (Rojo)



Figura 6.12: Micrografía ampliada a 4500x



Figura 6.13: No se observa precipitado dentro de la micrografía



Figura 6.14: Muestra mala debido a la presencia de rayas en la estructura

6.4. Anexo # 4: Código de gráficas de GNUPLOT.

6.4.1. Código Gnuplot para temperatura de 150°C

GNUPLOT

Version 5.0 patchlevel 0 last modified 2015-01-01

Copyright (C) 1986-1993, 1998, 2004, 2007-2015

Thomas Williams, Colin Kelley and many others

gnuplot home: <http://www.gnuplot.info>

faq, bugs, etc: type "help FAQ"

immediate help: type "help"(plot window: hit 'h')

Terminal type set to 'wxt'

```
gnuplot>cd 'D: Desktop'
```

```
gnuplot>set grid
```

```
gnuplot>set title "Tiempos dentro del horno vs dureza brinell (HB), temperatura de 150 C"font .Arial, 14"
```

```
gnuplot>set xlabel "Tiempo de envejecimiento [h]"font .Arial, 12"
```

```
gnuplot>set ylabel "Dureza Brinell [HB]"font .Arial, 12"
```

```
gnuplot>set logscale x
```

```
gnuplot>set yrange [140:220]
```

```
gnuplot>set samples 5000
```

```
gnuplot>plot "Datos150C2.txt" u 1:2 t "Tiempo vs Dureza Brinell"lw 2 lc 2 pt 7 w p, using 1:2 smooth mcsplines t
```

6.4.2. Código Gnuplot para temperatura de 200°C

G N U P L O T

Version 5.0 patchlevel 0 last modified 2015-01-01
 Copyright (C) 1986-1993, 1998, 2004, 2007-2015
 Thomas Williams, Colin Kelley and many others
 gnuplot home: <http://www.gnuplot.info>
 faq, bugs, etc: type "help FAQ"
 immediate help: type "help"(plot window: hit 'h')

Terminal type set to 'wxt'

gnuplot>cd 'D: Desktop'

gnuplot>set grid

gnuplot>set title "Tiempos dentro del horno vs dureza brinell (HB), temperatura de 200 C"font
 .Arial, 14"

gnuplot>set xlabel "Tiempo de envejecimiento [h]"font .Arial, 12"

gnuplot>set ylabel "Dureza Brinell [HB]"font .Arial, 12"

gnuplot>set logscale x

gnuplot>set yrange [100:200]

gnuplot>set samples 5000

gnuplot>plot "Datos200C2.txt" u 1:2 t "Tiempo vs Dureza Brinell" lw 2 lc 2 pt 7 w p,using 1:2
 smooth mcsplines t

6.4.3. Código Gnuplot para temperatura de 260°C

G N U P L O T

Version 5.0 patchlevel 0 last modified 2015-01-01
 Copyright (C) 1986-1993, 1998, 2004, 2007-2015
 Thomas Williams, Colin Kelley and many others
 gnuplot home: <http://www.gnuplot.info>
 faq, bugs, etc: type "help FAQ"
 immediate help: type "help"(plot window: hit 'h')

Terminal type set to 'wxt'

gnuplot>cd 'D: Desktop'

gnuplot>set grid

gnuplot>set title "Tiempos dentro del horno vs dureza brinell (HB), temperatura de 260 C"font

```
.Arial, 14"
gnuplot>set xlabel "Tiempo de envejecimiento [h]"font .Arial, 12"
gnuplot>set ylabel "Dureza Brinell [HB]"font .Arial, 12"
gnuplot>set logscale x
gnuplot>set yrange [80:180]
gnuplot>set samples 5000
gnuplot>plot "Datos260C2.txt" 1:2 t "Tiempo vs Dureza Brinell"lw 2 lc 2 pt 7 w p,using 1:2
smooth mcsplines t
```

6.4.4. Código Gnuplot para la gráfica de las tres temperaturas

G N U P L O T

Version 5.0 patchlevel 0 last modified 2015-01-01

Copyright (C) 1986-1993, 1998, 2004, 2007-2015

Thomas Williams, Colin Kelley and many others

gnuplot home: <http://www.gnuplot.info>

faq, bugs, etc: type "help FAQ"

immediate help: type "help"(plot window: hit 'h')

Terminal type set to 'wxt'

```
gnuplot>cd 'D: Desktop'
```

```
gnuplot>set grid
```

```
gnuplot>set title "Tiempos dentro del horno vs dureza brinell (HB)"font .Arial, 14"
```

```
gnuplot>set xlabel "Tiempo de envejecimiento [h]"font .Arial, 12"
```

```
gnuplot>set ylabel "Dureza Brinell [HB]"font .Arial, 12"
```

```
gnuplot>set logscale x
```

```
gnuplot>set yrange [80:220]
```

```
gnuplot>set samples 5000
```

```
gnuplot>plot "Datos260C2.txt" 1:2 t "Temperatura 260 C"lw 2 lc 2 pt 7 w p,using 1:2 smooth
mcsplines t , "Datos200C2.txt" 1:2 t "Temperatura 200 C"lw 2 lc 3 pt 5 w p, using 1:2 smoo th
mcsplines t , "Datos150C2.txt" 1:2 t "Temperatura 150 C"lw 2 lc 4 pt 6 w p, using 1:2 smooth
mcsplines t
```