

2 Ej. No. 4



Universidad Nacional Autónoma de México

FACULTAD DE QUIMICA

"INFLUENCIA DEL FENOMENO DE RECRISTALIZACION EN EL ENDURECIMIENTO POR PRECIPITACION DE UN DURALUMINIO TL - 023"



EXAMENES PROFESIONALES
FAC. DE QUIMICA

T E S I S

Que para obtener el Título de
INGENIERO QUIMICO METALURGICO

P r e s e n t a

RICARDO CASTILLO HERNANDEZ

1984



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

C O N T E N I D O

CAPITULO I	INTRODUCCION
CAPITULO II	GENERALIDADES DEL PROCESO DE PRECIPITACION.
CAPITULO III	RECUPERACION Y RECRISTALIZACION
CAPITULO IV	RESULTADOS EXPERIMENTALES
CAPITULO V	CONCLUSIONES
CAPITULO VI	BIBLIOGRAFIA

CAPITULO I

INTRODUCCION.

La metalurgia, contribuye en forma decisiva en el desarrollo y crecimiento de la técnica moderna; así también participa directamente en la economía de un país. Por ejemplo el aluminio, con sus propiedades como son: bajo peso específico, maleable, con alta conductividad eléctrica y térmica; modifica desde la vida doméstica hasta la aplicación de aleaciones en la industria aeronáutica y automotriz.

En los últimos años la metalurgia en su constante desarrollo, ha requerido de diversas técnicas de carácter físico y químico; las cuales le han permitido un conocimiento mas profundo de la microestructura de los materiales, estableciendo la relación con sus propiedades metalúrgicas; para que con esta base se emplea en forma adecuada en la construcción de maquinaria y en la industria en general. El carácter microestructural incluye el conocimiento de la composición química, la estructura cristalina, el tamaño de grano y la distribución de otras fases; estas condiciones son controladas por el método de aleación y el tratamiento térmico y mecánico.

De acuerdo a lo antes mencionado, la finalidad del presente trabajo es tratar de establecer cierta relación de carácter microestructural del proceso de recristalización en el endurecimiento por precipitación cuando se proporciona una deformación plástica.

La aleación de aluminio TL-023 seleccionada para la realización de esta tesis, es del sistema aluminio-cobre, puesto que este tipo de aleación constituye la base del endurecimiento por precipitación. El parámetro de comparación, en los resultados experimentales será la variación de la dureza.

Se considera de interés, aprovechar los datos obtenidos con el objeto de proporcionar las condiciones óptimas del tratamiento térmico efectuado y así tener una base para determinar el empleo de la aleación.

CAPITULO II

GENERALIDADES DEL PROCESO DE PRECIPITACION.

INTRODUCCION.

El método mas recientemente descubierto para el aumento de resistencia y dureza de los metales es el endurecimiento por precipitación, teniendo su mayor desarrollo práctico en las aleaciones de aluminio.

Las reacciones de precipitación, tienen su origen en los experimentos de Wilm en el año de 1906 en Alemania. El propósito de Wilm era el de reforzar soluciones sólidas, adicionando magnesio a una aleación de aluminio-cobre-manganeso. En sus experimentos encontró por accidente, que el envejecimiento de una aleación de aluminio templada producía un considerable aumento en la dureza. Wilm, no podía observar los cambios microestructurales en el período de reforzamiento y por consiguiente, el origen del refuerzo de la aleación quedó sin explicación.

En el año de 1920 P.D. Merica, publicó un artículo en el cual dedujo correctamente, que el aumento de dureza en la aleación, es el resultado de la formación de precipitados submicroscópicos producidos a bajas temperaturas en la línea de Solvus.

La naturaleza de la formación de los precipitados quedó físicamente clara, hasta el año de 1950 con el desarrollo de la técnica de microscopia de transmisión electrónica.

TRATAMIENTO TERMICO DE SOLUBILIZACION.

Los sistemas de aleaciones susceptibles de ser endurecidos por precipitación, son aquéllos que forman soluciones sólidas sobresaturadas y que segregan un precipitado finamente disperso cuando envejecen a temperaturas bajas o intermedias. El sistema aluminio-cobre es un ejemplo de las aleaciones que son sometidas al tratamiento de precipitación; en el cual la aleación es inicialmente solubilizada por calentamiento en la zona bifásica, dando un tiempo de permanencia a esa temperatura para que se efectúe una disolución completa. Después se temple rápidamente en agua, la rapidez de enfriamiento impide la formación del precipitado de equilibrio; formándose entonces una solución sólida sobresaturada. Manteniendo la aleación cierto tiempo a una temperatura superior a la ambiente, se forman pequeñas estructuras de transición denominadas GP, θ'' y θ' , previas a la formación de la fase de equilibrio θ (Cu Al_2); la descripción de estas etapas se hará mas adelante.

El requisito básico para que una aleación, sea susceptible de endurecimiento por precipitación, es la presencia en su diagrama de fases de una línea solvus; como se muestra en la figura 1, la cual significa que la solubilidad de un componente en otro disminuye con la temperatura.

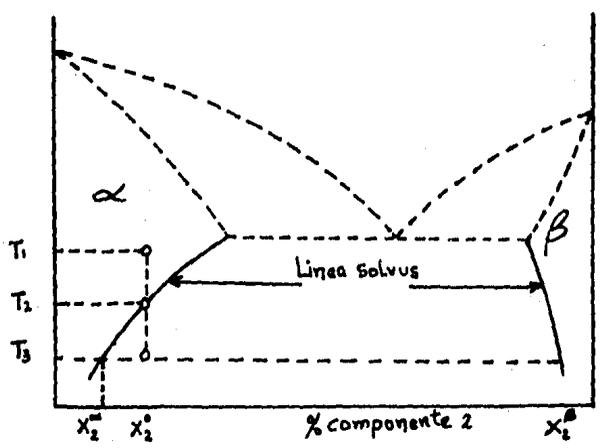


FIG. 1 LOCALIZACION DE LA LINEA SOLVUS EN UN DIAGRAMA DE FASES.

NUCLEACION Y CRECIMIENTO DEL PRECIPITADO.

El proceso de precipitación se efectúa por medio de nucleación y crecimiento, es decir, primeramente es necesario formar un inicio de los cristales del precipitado, después éstos empiezan a crecer por medio del fenómeno de difusión; por lo anterior no se puede efectuar la precipitación sin antes empezar la nucleación, pero una vez iniciada la precipitación, la solución sólida sobresaturada puede perder átomos de dos formas: por el crecimiento de partículas o en la formación de nuevos núcleos.

La precipitación de las estructuras GP, θ'' y θ' , en la matriz de aluminio producen distorsiones localizadas que obstaculizan el movimiento de las dislocaciones; aumentando por consiguiente la dureza y el esfuerzo de cedencia.

La naturaleza espontánea de la reacción del proceso de precipitación, hace que comience muy rápido y termine lentamente. En general, la precipitación no comienza inmediatamente sino que requiere de un tiempo determinado antes de que sea detectable; este intervalo de tiempo es llamado período de incubación, y representa el tiempo necesario para formar núcleos estables.

La terminación lenta del proceso de precipitación se explica por el efecto que tiene la pérdida continua de soluto en solución sólida.

NUCLEACION HOMOGENEA Y HETEROGENEA.

La teoría de nucleación de la segunda fase, está basada en un crecimiento uniforme del embrión en todas direcciones. El comportamiento del crecimiento uniforme de partículas, en el proceso de precipitación es conocido como nucleación homogénea; y la presencia de un sustrato, en el cual un núcleo puede formarse, -----

da origen a la nucleación heterogénea.

La nucleación homogénea, se lleva a cabo por la formación espontánea de núcleos a través de las variaciones de composición de soluto; y se supone que existe -- una probabilidad razonable, tal que se forme un embrión con un tamaño de radio mayor al crítico, para que de esta forma sea estable y pueda continuar creciendo; la nucleación homogénea ocurre con dificultad considerable.

La nucleación heterogénea, se efectúa en defectos reticulares como son: Dislocaciones, nudos de dislocación, partículas de impurezas y en límites de grano;-- este tipo de nucleación ocurre con mayor frecuencia, dado que con los defectos reticulares se tiene formada la superficie en donde se lleva a cabo la nucleación del precipitado.

COHERENCIA DE PARTICULAS DE PRECIPITADO.

El proceso de precipitación en una solución sólida, se efectúa por la formación de agregados atómicos de soluto; los cuales se encuentran situados al azar.

Estos agregados atómicos crecen y se someten a un ordenamiento interno para producir un precipitado con una estructura cristalina diferente a la de la matriz.

La forma del precipitado y su distribución, influyen en las propiedades mecánicas de la aleación.

Se dice que un precipitado es coherente, cuando existe continuidad entre los -- planos cristalográficos de la matriz y el precipitado; por lo cual no existe --

una verdadera interfase entre la partícula y la matriz. Las partículas de precipitado coherente, son obstáculos muy efectivos para el movimiento de las dislocaciones.

En el caso de un precipitado incoherente, su formación es favorecida por el crecimiento en espesor de la partícula de segunda fase; por esta situación se provoca una deformación elástica compresiva alrededor de la partícula de precipitado, y en consecuencia de este efecto la partícula puede separarse de la matriz formándose una interfase.

La coherencia está favorecida al inicio de la precipitación, y la formación de precipitados incoherentes se efectúa en la etapa final.

EFFECTO DE LA TEMPERATURA, TIEMPO Y COMPOSICION QUIMICA.

El efecto de la temperatura, se refleja en la velocidad con la que se efectúa la precipitación, es decir que a temperaturas bajas se requieren tiempos mas -- largos para una precipitación completa; debido a que la difusión es muy lenta.

A temperaturas elevadas, el proceso de precipitación se produce rápidamente, esto es debido al efecto de la rapidéz de difusión de los átomos; por lo cual se obtiene una dureza máxima pequeña.

De lo expuesto anteriormente se puede decir, que empleando temperaturas intermedias en el proceso de precipitación, se encuentra una combinación de velocidades de difusión y nucleación, dando como resultado una precipitación rápida y completa.

El otro factor de importancia para el proceso de precipitación, es el tiempo de permanencia; el empleo de tiempos prologandos en el proceso de precipitación, a una temperatura dada se obtiene como resultado una disminución en la dureza; - este efecto se conoce como sobreenviejimiento, y en este caso aparece una --- fracción considerable de segunda fase $\theta(\text{Cu Al}_2)$.

El proceso de precipitación es función principalmente de dos variables; la temperatura y la composición química de la aleación.

La consideración de la temperatura fue tratada anteriormente, y queda por mencionar la aplicación del efecto que causa el emplear una temperatura demasiado baja, con el objeto de detener la precipitación; éste es debido al movimiento lento de los átomos. La aplicación de este efecto, es en la industria aeronáutica en la incorporación de remaches, los cuales endurecen a temperatura ambiente.

El efecto de la composición química, es otra variable que influye en el proceso. En bajas concentraciones de soluto, el grado de sobresaturación es pequeño en el tratamiento de solubilización; por lo consiguiente, la energía libre en estas condiciones es ligeramente mayor que la energía libre en la concentración de equilibrio. En estas condiciones es difícil nuclear la segunda fase, por lo tanto el endurecimiento ocurre lentamente y la dureza máxima es pequeña.

Al aumentar la concentración del soluto se facilita la formación de la segunda fase, y se obtiene una dureza mayor a una temperatura dada. Este efecto de la composición química, está limitado a la cantidad de soluto que sea posible disolver durante el tratamiento de solubilización.

SECUENCIA DE PRECIPITACION.

En aleaciones de aluminio la formación de la fase del precipitado, no se origina en su estructura final; sino que se forman cierto número de estructuras cristalinas intermedias antes de que se inicie la formación del precipitado final.

Una aleación de aluminio conteniendo 4% de cobre, presenta tres fases de precipitación intermedia antes de obtener la fase de equilibrio final θ (Cu Al_2).

La secuencia de precipitación que se observa en aleaciones de aluminio (4% de cobre), es la siguiente: Zonas G.P. θ'' , θ' y θ .

ZONAS G.P.

Estudios de microscopia electrónica muestran que las partículas que constituyen esta fase, tienen forma de disco, con un diámetro de 80 \AA y un espesor de únicamente 3 a 6 \AA , su composición promedio es de 90% de cobre. Estas zonas aparecen uniformemente en toda la matriz, con una densidad de aproximadamente 10^{18} precipitados por cm^3 . este tipo de pequeñas zonas se forman rápidamente durante el enfriamiento.

PRECIPITADO θ'' .

Durante el calentamiento las Zonas G.P. se disuelven y en seguida se forma un precipitado llamado θ'' ; su estructura cristalina es tetragonal con $a=b=4.0 \text{ \AA}$ y $c=7.8 \text{ \AA}$. tiene forma de lámina, con un espesor aproximadamente de 20 \AA y un -

diámetro de 300 \AA . esta fase aparece al nuclearse uniformemente las partículas de precipitado en la matriz de aluminio, formando una interfase coherente.

PRECIPITADO θ' .

Es el primer precipitado que se observó con el microscopio de luz, y consecuentemente debe tener dimensiones del orden de $1,000 \text{ \AA}$. su estructura es tetragonal con $a=b=4.04$ y $C=5.8 \text{ \AA}$.

La nucleación de este precipitado es en forma heterogénea, efectuándose en las dislocaciones y en la pared de las celdas. La interfase formada es semicoherente con la matriz de aluminio.

PRECIPITADO θ .

Constituye el precipitado de equilibrio, tiene su estructura cristalina tetragonal con $a=b=6.06 \text{ \AA}$ y $C=4.87 \text{ \AA}$, la nucleación del precipitado es heterogénea y se efectúa en el límite de grano, formando una interfase incoherente con la matriz.

El importante reforzamiento de las aleaciones de aluminio, ocurre antes de la formación del precipitado θ' , como se observa en la figura 12. este resultado indica que el refuerzo se lleva a cabo por la interacción de las dislocaciones con las pequeñas Zonas G.P. y el Precipitado θ'' .

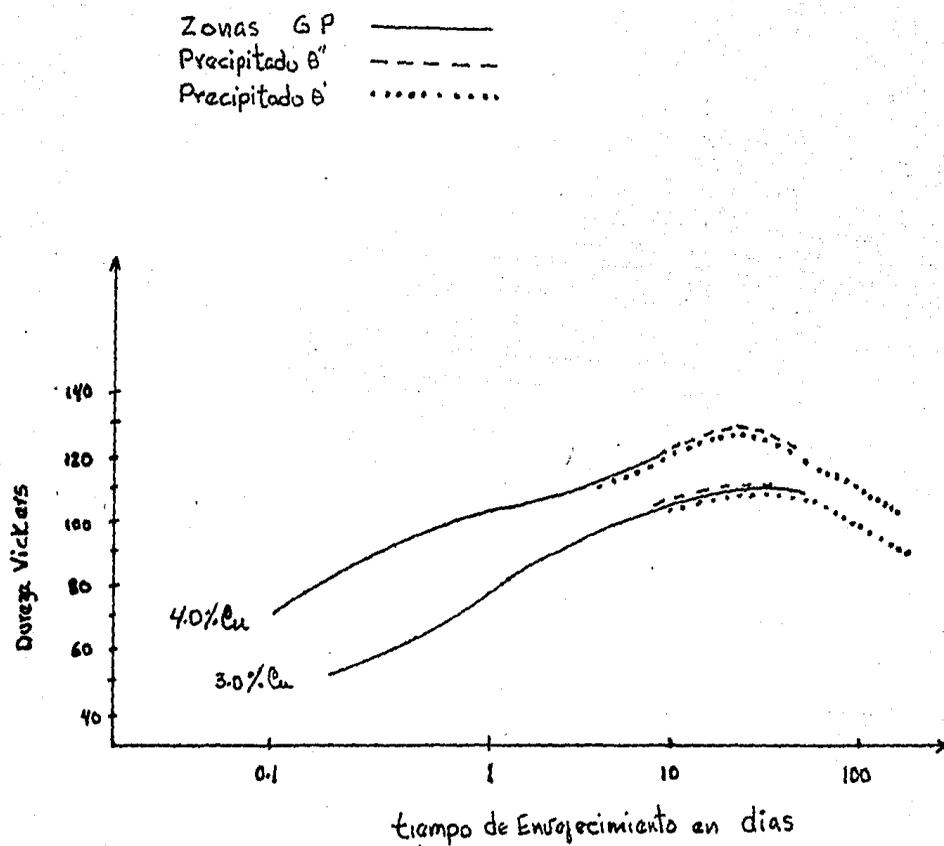


FIGURA 1a.

CURVAS DE ENDURECIMIENTO POR PRECIPITACION DE ALEACIONES AL-Cu.

El tipo de secuencia de precipitación en aleaciones aluminio-cobre, descrito anteriormente también se encuentra en otros metales que pueden ser reforzados por reacciones de precipitación. En la tabla número 1 se muestra la secuencia de precipitados observados.

<u>METAL BASE</u>	<u>ALEACION</u>	<u>SECUENCIA DE PRECIPITADOS</u>	<u>PRECIPITADO DE EQUILIBRIO</u>
Aluminio	Al-Ag	Zonas(esferas) $\rightarrow \gamma'$ (placas) $\rightarrow \gamma'$	(Ag ₂ Al)
	Al-Cu	Zonas(discos) θ'' (discos) $\rightarrow \theta$ $\rightarrow \theta$	(Cu Al ₂)
	Al-Zn-Mg	Zonas(esferas) M'(placas) \rightarrow	(MgZn ₂)
	Al-Mg-Si	Zona(varilla) $\rightarrow \beta'$ $\rightarrow \beta$	(Mg ₂ Si)
	Al-Mg-Cu	Zona(esferas y varillas) $\rightarrow S'$ $\rightarrow S$	(Al ₂ CuMg)
Cobre	Cu-Be	Zona(discos) $\rightarrow \gamma'$ $\rightarrow \gamma'$	(CuBe)
	Cu-Co	Zona (esferas) $\rightarrow \beta$	
Fierro	Fe-C	ϵ -Carburo (discos) \rightarrow	Fe ₃ C
	Fe-N	α'' (discos) \rightarrow	Fe ₄ N
Niquel	Ni-Cr-Ti-Al	γ' (cubos) $\rightarrow \gamma'$	(Ni ₂ Ti ₁ Al)

TABLA No. 1.

SECUENCIA DE PRECIPITACION OBSERVADA EN DIFERENTES ALEACIONES

MECANISMO DE ENDURECIMIENTO.

El refuerzo de un metal es controlado por la generación y movilidad de las dislocaciones, en consecuencia el incremento en la dureza de una aleación, por medio de tratamiento térmico de envejecimiento; es debido a la interacción de la fase -- dispersada de precipitados con las dislocaciones.

La comprensión de la naturaleza del mecanismo de reforzamiento, es un tema bastante complejo y únicamente en este trabajo se exponen algunas ideas básicas.

Cuando un precipitado fino es formado en solución sólida se crea un obstáculo para el movimiento de las dislocaciones.

La interacción de las dislocaciones con las partículas, puede efectuarse de dos formas:

- a) Movimiento de las dislocaciones alrededor de las partículas.
- b) Corte de las dislocaciones a través de las partículas.

Para el primer caso, Orowan propuso un mecanismo con el cual supone que la dislocación rodea a la partícula de precipitado por medio de anillos. Como puede observarse en la figura 2.

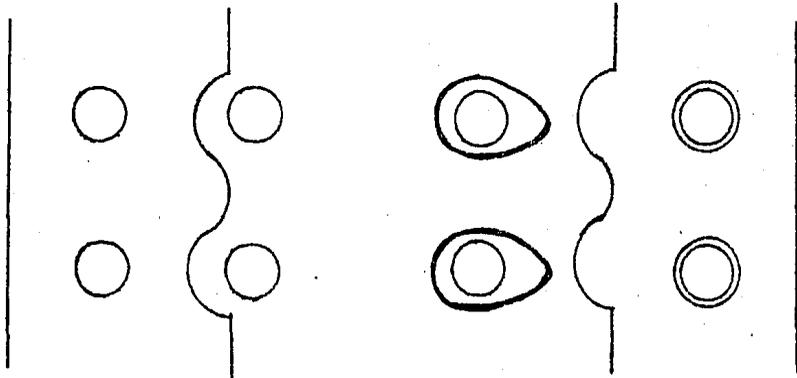


FIGURA 2.

MECANISMO DE OROWAN, INTERACCION DE DISLOCACIONES CON PARTICULAS.

En este mecanismo se supone que la fuerza repulsiva entre la dislocación y la partícula, es suficientemente grande para que la dislocación se detenga en el punto de contacto partícula-dislocación; con esta interacción se obtiene la separación de la partícula rodeada por una línea de dislocación. En consecuencia de la formación del anillo de dislocación se crea un campo de esfuerzo, aumentando la dificultad para el movimiento de las dislocaciones. El mecanismo de Orowan es característico de aleaciones sobre-envejecidas con dispersión de precipitados de tamaño basto.

El segundo mecanismo predomina en aleaciones envejecidas, que presentan zonas de precipitados finos coherentes.

Para este caso, la línea de dislocación se desliza en forma recta a través de la partícula de precipitado; y en compensación del esfuerzo de corte, se provoca la formación de una interfase en el plano de deslizamiento, como se observa en la figura 3.

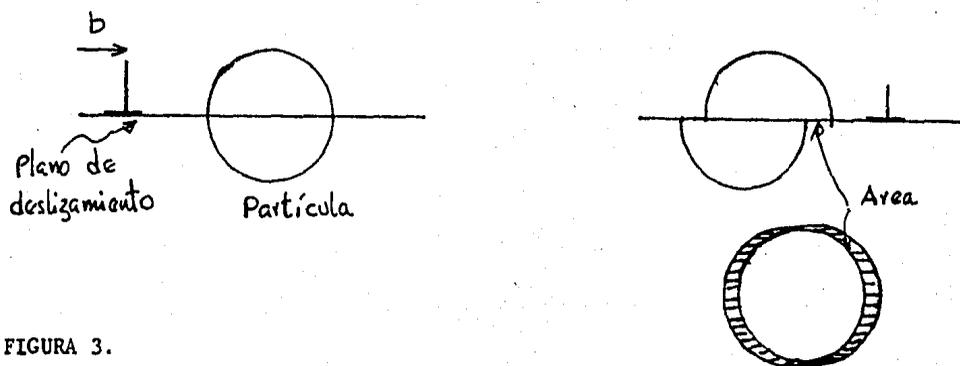


FIGURA 3.

CORTE DE UNA PARTICULA POR EL MOVIMIENTO DEL PLANO DE DESLIZAMIENTO.

De acuerdo a lo indicado en la figura 3 existe un trabajo necesario para forzar las dislocaciones a través de las partículas, el cual es obtenido por la concentración de esfuerzos debido al apilamiento de dislocaciones en la proximidad de partículas en el precipitado.

CAPITULO III

RECUPERACION Y RECRISTALIZACION.

INTRODUCCION:

Cuando un metal es deformado plásticamente, se provoca en su estructura un aumento en la densidad de dislocaciones y defectos de punto. La cantidad de dislocaciones producidas es del orden de 10^9 a 10^{12} por cm^2 .

Un metal deformado que se encuentra en estado de tensión, además de experimentar un aumento de dureza, desarrolla la tendencia a la formación de grietas. El recobro de su ductilidad se obtiene por medio de un tratamiento térmico de recocido, en el cual intervienen los procesos de recuperación y recristalización.

La recuperación dirige el cambio estructural hacia la recristalización; en esta primera etapa se inicia el reacomodamiento de granos deformados por nuevos granos libres de esfuerzo.

El proceso de recristalización consiste en la nucleación de nuevos granos, siendo la energía acumulada por deformación la fuerza que dirige su desarrollo.

Los cambios estructurales que se efectúan cuando un metal deformado es recocido se reflejan en la modificación de sus propiedades físicas y mecánicas. Estudios efectuados por difracción de rayos X y microscopía de transmisión electrónica, revelan que en el cambio estructural que involucra el movimiento, redistribución y eliminación de defectos de punto, así como de dislocaciones.

En resumen los procesos que se efectúan en el recocido de un metal deformado -- son:

RECUPERACION

RECRISTALIZACION

CRECIMIENTO DE GRANO.

RECUPERACION.

En la deformación de un metal, se concentran en su estructura zonas de relativa baja densidad de dislocaciones. En estas zonas se inicia la formación de celdas o sub-granos, los cuales empiezan a aumentar de tamaño por el efecto de la temperatura; por lo consiguiente los límites entre sub-granos desaparecen durante esta primera etapa de recocido. También la orientación desigual de los granos próximos empiezan a desaparecer, ésto es debido probablemente al movimiento de la interfase de las dislocaciones. En el proceso de recuperación, -- los mecanismos de operación están afectados directamente por la temperatura de recocido. Los mecanismos que operan a temperatura intermedia y alta son: rearrreglo de dislocaciones, eliminación de dislocaciones, crecimiento de sub-granos y poligonización; a continuación trataremos de explicar este mecanismo.

POLIGONIZACION.

Es un mecanismo de recuperación que se presenta en cristales que han sido deformados plásticamente. Al efectuar el recocido de un cristal deformado, éste se descompone en cierto número de fragmentos relacionados entre sí, a tal fragmentación se le dá el nombre de poligonización.

La forma en que se lleva a cabo la poligonización, según estudios de Cahn en aluminio y zinc, es por medio del movimiento de dislocaciones de borde. Tal movimiento es por deslizamiento sobre el plano de la dislocación. También experimenta un ascenso en dirección perpendicular al plano de deslizamiento.

El ascenso de las dislocaciones está en función del movimiento de los lugares vacantes, ésto significa que es un proceso activado, por lo cual la poligonización ocurre a temperaturas elevadas, generalmente a $\frac{1}{2}$ de la temperatura de fusión.

ENERGIA ACUMULADA.

En un metal trabajado en frío, gran cantidad de defectos son forzados dentro de la red cristalina. La mayoría de la energía empleada en el trabajado, es consumida en el cambio de forma y en la generación de calor, sin embargo una pequeña parte de esta energía, aproximadamente el 5%, permanece acumulada en el metal.

La producción de defectos, aunado con los esfuerzos elásticos funcionan como mecanismo de la energía acumulada; la cual es importante en la forma de energía elástica en el campo de esfuerzo de las dislocaciones.

Los defectos en la red mas importantes producidos por la deformación, son las dislocaciones y vacancias. Las vacancias aportan una pequeña fracción del total de la energía acumulada, por lo tanto la mayor parte de ésta es debido a la generación de dislocaciones.

La energía acumulada, se determina cuantificando la energía liberada durante el tratamiento de recocido de un metal que ha sido deformado.

Varios métodos calorimétricos pueden ser empleados, sin embargo podemos considerar el resultado de un calorímetro diferencial, cuando dos especímenes, uno deformado y el otro sin deformar, son recocidos en hornos separados, la fuerza para elevar la temperatura en cada espécimen es medida, y se obtiene que la fuerza necesaria para el espécimen deformado es menor, pues existe la liberación gradual de la energía acumulada en forma de calor. De esta forma la diferencia de fuerza (ΔP) es proporcional a la liberación de la energía acumulada.

Experimentos realizados en metales como el cobre, de alta pureza, el cual se ha examinado utilizando la técnica donde la liberación de la energía se efectúa en forma isotérmica, estos experimentos se efectuaron a temperaturas entre 100°C a 200°C , donde se muestran dos etapas en la liberación de la energía, la primera cuando la energía es liberada en forma rápida disminuyendo con el tiempo; esta etapa corresponde al proceso de recuperación. La segunda liberación de energía forma un pronunciado pico, como se observa en la figura 4 la cual corresponde al 90% de energía acumulada, y es asociada con el proceso de recristalización.

De acuerdo al experimento anterior, se puede decir que el proceso de recuperación se lleva a efecto a bajas temperaturas, por lo que queda establecido claramente que la energía acumulada no es un término constante, puesto que está en función de las siguientes variables: grado de deformación, temperatura de deformación, composición química y tamaño de grano.

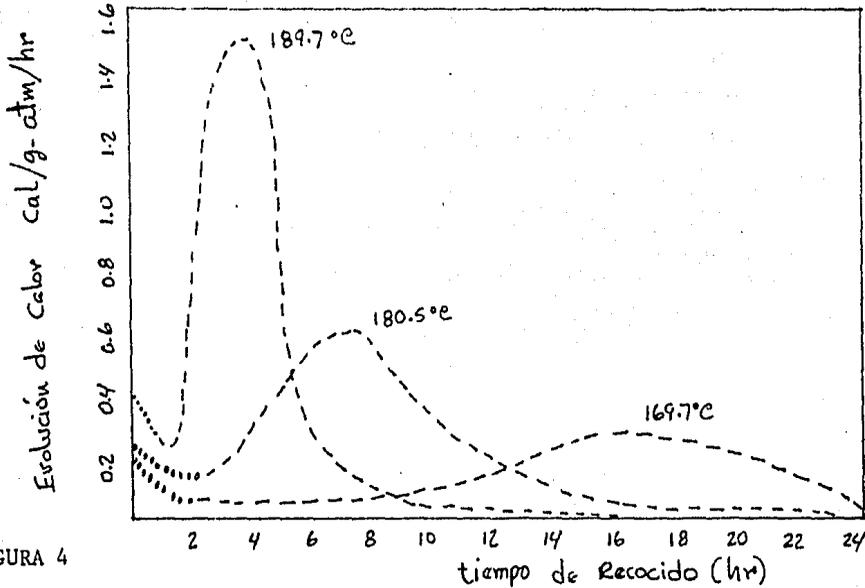


FIGURA 4

LIBERACION ISOTERMICA DE LA ENERGIA ACUMULADA EN COBRE 99.99%, DEFORMADO 30% --
POR ALARGAMIENTO.

CAMBIO DE PROPIEDADES FISICAS DURANTE LA RECUPERACION.

A) DUREZA.

Existe un pequeño cambio en la dureza del metal durante la recuperación, aproximadamente 1/5 del total del cambio incluyendo recristalización; este cambio es debido al alivio de tensiones, y a la disminución en la densidad de dislocaciones.

B) RESISTIVIDAD ELECTRICA.

La resistividad eléctrica, es sensitiva al movimiento de defectos de punto y dislocaciones; por definición la resistividad eléctrica, es la medida de la resistencia ofrecida por la red de un metal, al flujo de electrones producido por un campo eléctrico.

Los defectos en la red, pueden ser sitios de dispersión para el movimiento de los electrones, es decir que al aumentar el número de defectos se incrementa la resistividad; por lo consiguiente, durante la recuperación la resistividad disminuye.

Los defectos de punto, como son vacancias y átomos intersticiales son mas efectivos para la dispersión de los electrones que las dislocaciones, de esta forma -- los cambios en la resistividad eléctrica, refleja la modificación en la concentración de vacancias.

C) DENSIDAD

La densidad de un metal trabajado en frio, experimenta una disminución debido a la generación de vacancias, también el aumento en la densidad de dislocaciones -- contribuye a la disminución de la densidad. De acuerdo a lo anterior en la recuperación, la densidad del metal aumenta gradualmente, los cambios que se efectúan son difíciles de medir pues son muy pequeños.

RECRISTALIZACION.

A diferencia de la recuperación, la recristalización ocurre por medio de los -- procesos de nucleación y crecimiento. En el proceso de recristalización, las -- propiedades físicas y mecánicas como son: dureza, esfuerzo de cedencia, esfuer-- zo de tensión, resistividad eléctrica y densidad, experimentan un cambio brusco en un intervalo de temperatura.

El primer estudio extenso acerca de la cinética en recristalización, fue reali-- zado por Anderson y Mehl , quienes determinaron mediante el microscopio electró-- nico la fracción recristalizada en el espécimen, considerando las variables de tiempo y temperatura de recocido.

En la Figura 5 se muestran los datos de la recristalización para aluminio defor-- mado en tres grados diferentes, el cual fue recocido a una temperatura de 350°C. En la gráfica se observan los siguientes rasgos, los cuales son comparados con el funcionamiento del proceso de recuperación:

- a) Existe un período de incubación
- b) La recristalización se inicia lentamente y gradualmente alcanza su máxima -- cantidad de estructura recristalizada.

El objeto de la recristalización, es usualmente proporcionar ablandamiento a un metal que ha sido deformado, por medio de este proceso se reestablece la ducti-- lidad y se disminuye la energía necesaria para cualquier operación de trabajado. Otra utilidad es el control del tamaño de grano en piezas terminadas, pues éste influye en las propiedades del metal.

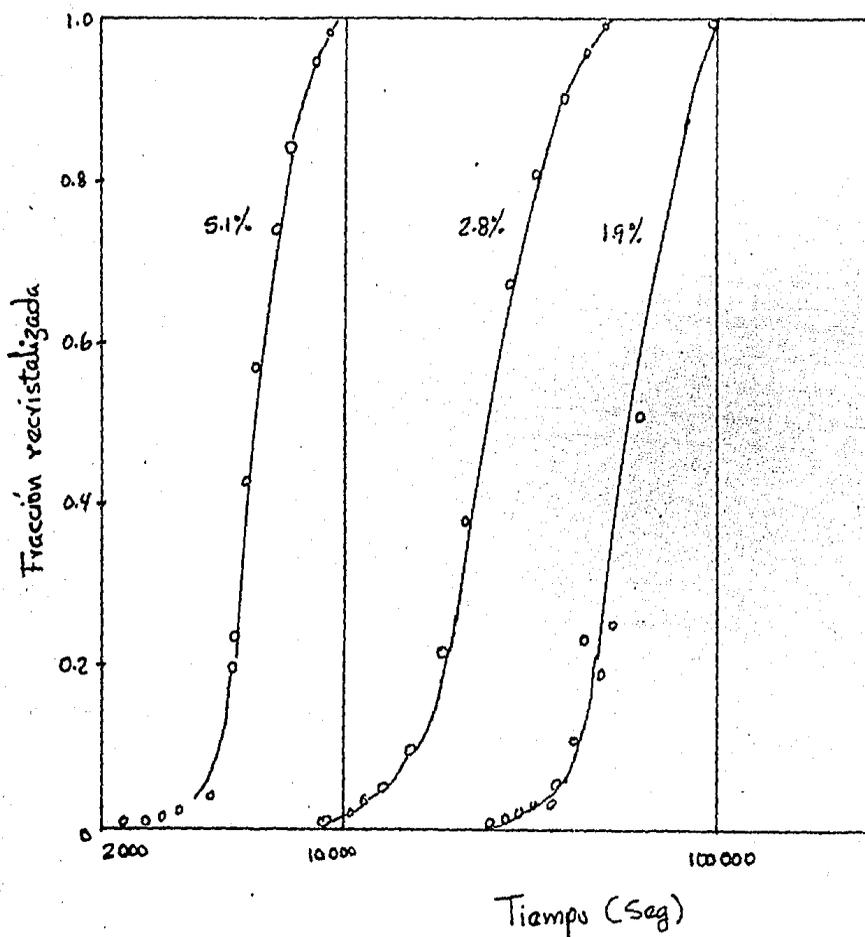


FIGURA 5.

EFFECTO DE LA DEFORMACION EN LA RECRISTALIZACION DE ALUMINIO, RECOCIDO A 350°C.

VARIABLES DE RECRISTALIZACION.

A) GRADO DE DEFORMACION.

La recristalización se promueve aumentando la cantidad de trabajo en frío, el cual es medido en términos de porcentaje de reducción en área de la sección transversal. Una cantidad de deformación demasiado pequeña en un metal hace imposible que se efectúe la recristalización; esto conduce a establecer el término de deformación crítica, la cual se puede definir como la cantidad mínima de deformación que permite a un metal recristalizar en un tiempo razonable.

En la extrusión de metales a temperatura elevada, ocurre el fenómeno de recristalización durante el proceso de trabajado; el gradiente de esfuerzo -- produce regiones con tamaño de grano basto, afectando las propiedades mecánicas del material. Por esta razón es necesario el control de las variables que influyen en el proceso de recristalización.

B) PUREZA

En un metal puro el fenómeno de la recristalización se efectúa rápidamente, por lo cual ocurre a baja temperatura. Este hecho proviene por la tendencia de átomos de impurezas para segregarse en los límites del grano, los cuales son sitios preferenciales para la formación de núcleos de recristalización.

La presencia de átomos extraños en los límites de grano influyen fuertemente en sus movimientos, provocando una disminución en la velocidad de la recristalización.

C) TEMPERATURA Y TIEMPO

En un material deformado, la recrystalización se efectúa mas rápidamente -- conforme se aumenta la temperatura; ésto demuestra que la recrystalización es un proceso activado térmicamente.

Es utilizado con frecuencia el término de temperatura de recrystalización, la cual se puede definir como la temperatura en donde un metal con determinado trabajo en frio, recrystaliza completamente en un tiempo razonable, usualmente una hora.

En la práctica de acuerdo a la sensibilidad del proceso de recrystalización para pequeños cambios en la temperatura, se puede considerar a la temperatura de recrystalización como una propiedad de un determinado metal.

D) TAMAÑO DE GRANO.

La recrystalización se efectúa mas facilmente en metales de grano fino, pues en su estructura existe mayor cantidad de límites de grano que en un metal con estructura de tamaño de grano basto.

La nucleación de la recrystalización se efectúa preferentemente en los límites de grano, de esta forma el tamaño de grano influye en la cinética del proceso.

El efecto del tamaño de grano es ilustrado en la Figura 6 donde el metal -- (cobre 99.88%), con estructura de grano basto posee menor energía acumulada y una apreciable alta temperatura de recrystalización ; es notable la dife-

rencia del mismo metal con estructura de grano fino.

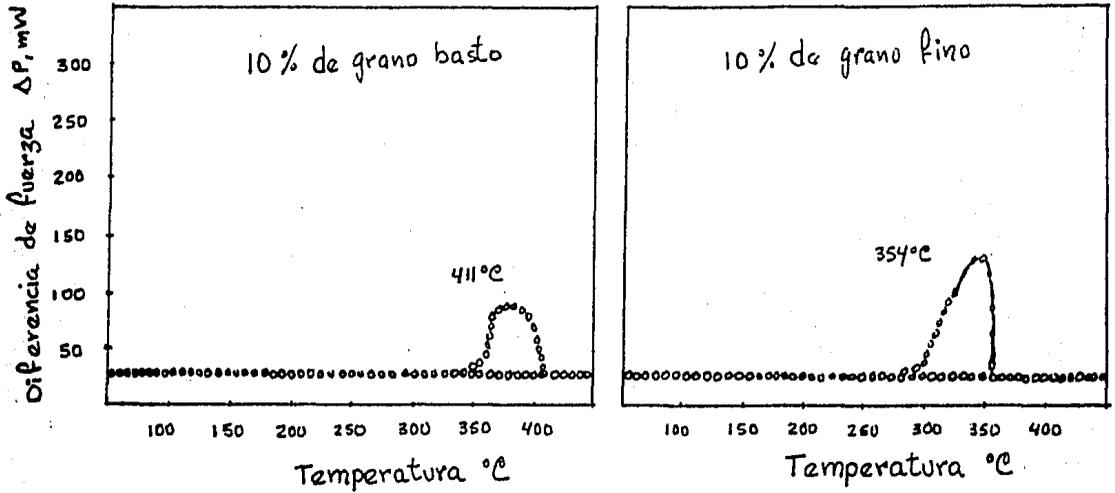


FIGURA 6.

EFFECTO DEL TAMAÑO DE GRANO EN LA RECRISTALIZACION DE COBRE, EN DONDE SE MUESTRA LA MEDICION DE LA ENERGIA ACUMULADA.

CINETICA DE RECRISTALIZACION.

TEORIA CONVENCIONAL.

La recrystalización puede ser tratada formalmente como un proceso de nucleación y crecimiento, en el cual las cantidades fundamentales son: N Velocidad de nucleación y G Velocidad de crecimiento de los núcleos de la recrystalización.

El objetivo de la teoría convencional de la recrystalización, es proporcionar un modelo conveniente para este proceso; además derivar una relación para la fracción recrystalizada en un tiempo dado, en términos de N y G .

Johnson y Mehl , derivaron una relación general para el cambio de fase efectuado por nucleación y crecimiento, haciendo las siguientes suposiciones:

- La nucleación se efectúa al azar en toda la matriz.
- La velocidad de nucleación N , se expresa como el número de núcleos formados por segundo en unidad de volúmen, esta velocidad es constante.
- La velocidad de crecimiento G de los núcleos es constante.
- El crecimiento de los núcleos es en forma de esferas.

La cantidad de la matriz deformada que es absorbida por la recristalización, - en función del tiempo, se puede determinar por un tratamiento de la teoría convencional con el cual se obtiene la siguiente expresión.

$$f(t) = 1 - e^{-(\pi/3) N G^3 t^4}$$

Donde $f(t)$ es la fracción transformada en un tiempo dado. La gráfica de esta - expresión se muestra en la Figura 7. La forma de la curva cambia marcadamente -- para diferentes valores de N y G .

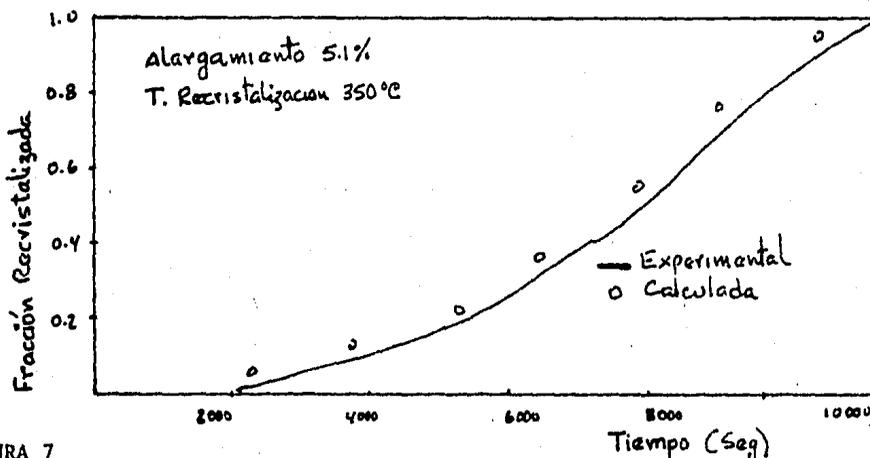


FIGURA 7

GRAFICA DE RECRISTALIZACION CALCULADA PARA ALUMINIO Y COMPARADA CON RESULTADOS EXPERIMENTALES.

Avrami, tomó una etapa de la teoría convencional para examinar la velocidad de nucleación con respecto al tiempo, en este estudio se supone que antes de la transformación existen sitios preferenciales para la nucleación, y cada cual tiene una frecuencia γ^1 . Estos sitios son gradualmente utilizados durante la recristalización, de esta forma la velocidad de nucleación N disminuye exponencialmente de acuerdo a la siguiente expresión:

$$N = N_0 \gamma^1 e^{-\gamma t}$$

Cuando esta expresión es introducida en la teoría convencional, se obtienen dos expresiones para la fracción recristalizada, de acuerdo a la magnitud de γt .

Para γt grande se obtiene: $f(t) = 1 - e^{-K G^3 N t^3}$
 y cuando $\gamma t \rightarrow 0$ la expresión es parecida a la ecuación de Johnson Mehl

$$f(t) = 1 - e^{-\frac{K G^3 N t^4}{4}}$$

Avrami presenta una forma general de la ecuación convencional para la recristalización.

$$f(t) = 1 - e^{-\beta t^k}$$

Donde β es una constante.

Las consideraciones de Avrami son tales que cuando la nucleación disminuye exponencialmente con el tiempo:

$K=3$ Disminución rápida

$K=4$ Disminución lenta.

ORIGEN DE LOS NUCLEOS DE RECRISTALIZACION.

La examinación microscópica, revela que los sitios que favorecen la formación de núcleos para la recristalización son: límites de grano, interfase, bandas de deformación y la superficie del metal. Estos sitios pueden ser caracterizados como regiones de fuerte distorsión, o de alta densidad de dislocaciones.

Hace algunos años, Cahn sugirió que los núcleos fueran de hecho sub-granos formados por poligonización; lo cual se encuentra fundamentado en que los núcleos se formarían en la región mas deformada.

Bailey y Hirsh, estudiaron por medio de la microscopia electrónica, la recristalización de cobre policristalino, plata y níquel; empleando hojas delgadas con previa deformación, la cual produce dentro de los granos una estructura bien de finida de celdas. Los límites de las celdas están formados por un arreglo complejo de dislocaciones.

La recristalización en la escala de microscopia electrónica es muy heterogenea, sin embargo numerosas observaciones indican que el proceso empieza del abultamiento en el límite de grano, producido por la migración de átomos.

En el crecimiento de los núcleos, es sustancial la diferencia de orientación entre los sub-granos y otros próximos sub-granos del metal deformado.

Recientes estudios en aluminio, efectuados por Aust K.T. y Rutter J.N., tienen confirmado que los subgranos proveen a los núcleos de los granos recristalizados.

En este estudio, se menciona que la coalescencia ocurre aparentemente junto con la migración extensiva de las paredes de la celda; ésto es mas probable en metales con alta energía por falla de apilamiento como el aluminio.

ESTRUCTURA DE RECRISTALIZACION.

En la formación de la estructura del metal recocido previamente deformado, se efectua el fenómeno de crecimiento normal del grano; el cual es considerado normal cuando es de tamaño mediano en una matriz completamente recristalizada.

La fuerza impulsora para el crecimiento del grano, es la reducción en la energía de superficie sobre el límite de grano.

En un metal trabajado en frío, los granos generalmente presentan orientaciones cristalográficas preferentes; y éstas son características del tipo de deformación, laminado, estirado, etc.

El origen de la estructura de recristalización puede provenir de:

- a) Rearreglo de dislocaciones (poligonización)
- b) Recristalización de los granos deformados, con crecimiento de grano normal. (recristalización primaria).
- c) El crecimiento subsecuente de granos selectos, en el material recristalizado (recristalización secundaria)

La recristalización secundaria, es inducida por la elevación de la temperatura de recocido sobre la temperatura donde ocurre el crecimiento del grano original. El número de granos que crecen es pequeño, y su crecimiento es a expensas de los granos de la recristalización primaria, la causa probable que produce este efecto es la coalescencia de los granos.

La recristalización secundaria es en realidad un crecimiento de grano exagerado en donde la fuerza impulsora para este proceso es la curvatura de la interfase de los granos de tamaño normal.

CAPITULO IV

RESULTADOS EXPERIMENTALES

En la elaboración de la parte experimental de esta tesis, se utilizó una aleación del sistema aluminio-cobre; la composición química promedio de la aleación es la siguiente:

Fe	0.70% Max.
Cu	3.0 - 5.0 %
Si	5.0 - 7.0 %
Mg	0.10 - 0.30 %
Zn	1.30% Max.
Mn	0.30 - 0.60 %
Ni	0.10 Max.
Cr	0.10 Max.
Ti	0.15 - 0.25 %
Al	R

Esta aleación es de fabricación especial, y se emplea en la industria automotriz en la manufactura de cabezas para motores. De acuerdo a su composición química de esta aleación, y proporcionando el tratamiento térmico adecuado se obtiene buena resistencia al desgaste.

En primer término, se prepararon probetas de la aleación de las dimensiones siguientes:

1 cm. de diámetro

1 cm. de longitud

Para el tratamiento térmico de solubilización, el tiempo de permanencia se fijó en 1 hr., efectuándose el enfriamiento en H_2O . El temple de retención de fase se llevó a cabo a las temperaturas siguientes: 450°, 460°, 470°, 480°, 490° y 510°C.

Equipo necesario para el tratamiento térmico:

- a) Mufla Termolyne (Control de temperatura $\pm 3^\circ C$)
- b) Máquina de dureza Brinell (Wulpert)
- c) Penetrador de 2.5 mm. carga 187 Kg.
- d) Microscopio Hartmann Wetzlar 117 (medición de huella)
- e) Máquina de ensayo universal Mohr.

Las probetas que fueron templadas, se mantuvieron en refrigeración para evitar el endurecimiento natural. Después estas probetas se sometieron a un tratamiento de envejecido a las temperaturas de 160° y 180°C, con un tiempo de permanencia de -- 3 hr. y 2 hr., respectivamente.

Se designará:

T_1	450°C
T_2	460°C
T_3	470°C
T_4	480°C
T_5	490°C
T_6	510°C

La dureza de la aleación, proveniente de colada es de 79 brinell.

Envejecimiento a $T=160^{\circ}\text{C}$ $t=3$ hr.

TEMPERATURA	DUREZA BRINELL
T_1	95.50
T_2	96.93
T_3	98.76
T_4	105.00
T_5	* 108.33
T_6	83.40

Envejecimiento a $T=180^{\circ}\text{C}$ $t=2$ hr.

TEMPERATURA	DUREZA BRINELL	
T_1	84.46	
T_2	89.67	
T_3	92.35	
T_4	100.12	
T_5	* 106.25	* Dureza máxima
T_6	83.02	

La dureza máxima se obtuvo en la temperatura número 5, con lo cual se determinó la temperatura de solubilización, que es de 490°C con este dato se prosigue a - efectuar el tratamiento de precipitación, con el objeto de encontrar las condiciones óptimas, para esta aleación, con este propósito de emplearon las siguien

tes temperaturas: T ambiente, 100°C, 130°C, 150°C, 180°C, 200°C y 230°C.

Para observar el comportamiento de la aleación, se muestran a continuación los datos y graficas correspondientes.

TEMPERATURA AMBIENTE		TEMPERATURA 100°C	
TIEMPO (DIAS)	DUREZA BRINELL	TIEMPO	DUREZA BRINELL
0	88.66	0	88.6
1	96.0	15 min.	97.4
2	107.0	30 min.	103.3
3	111.6	1 Hr.	108.0
4	114.5	2 Hr.	110.0
5	115.6	3 Hr.	113.6
6	118.3	4 Hr.	* 115.6
7	* 119.0	5 Hr.	115.6
8	119.0	6 Hr.	115.6
9	119.0	7 Hr.	115.6
30	119.0		

TEMPERATURA 130°C.		TEMPERATURA 150°C.	
TIEMPO	DUREZA BRINELL	TIEMPO	DUREZA BRINELL
15 min.	90.7	15 min.	93.85
30 min.	90.7	30 min.	97.0
1 Hr.	94.9	1 Hr.	103.3
2 Hr.	102.0	2 Hr.	109.0
3 Hr.	107.0	3 Hr.	112.6
4 Hr.	115.0	4 Hr.	122.6
5 Hr.	118.0	5 Hr.	* 126.3
6 Hr.	* 122.0	6 Hr.	122.6
7 Hr.	122.0	7 Hr.	118.0

TEMPERATURA 180°C

TIEMPO	DUREZA BRINELL
15 min.	90.7
30 min.	94.9
1 Hr.	103.0
2 Hr.	107.0
3 Hr.	112.0
4 Hr.	114.0
5 Hr.	* 128.0
6 Hr.	121.0
7 Hr.	116.0

TEMPERATURA 200°C

TIEMPO	DUREZA BRINELL
15 min.	94.9
30 min.	107.0
1 Hr.	115.0
2 Hr.	* 130.0
3 Hr.	121.0
4 Hr.	112.0
5 Hr.	107.0
6 Hr.	107.0
7 Hr.	107.0

TEMPERATURA 230°C.

TIEMPO	DUREZA BRINELL
15 min.	103
30 min.	107
1 hr.	122
2 hr.	115
3 hr.	94.9
4 hr.	94.9
5 hr.	94.9
6 hr.	90.7
7 hr.	90.7

De acuerdo a las observaciones y análisis de los datos, se determinaron las condiciones óptimas en el tratamiento de endurecimiento por precipitación, para esta aleación de aluminio TL-023.

- a) Temperatura de solubilización 490°C
- b) Temperatura de envejecimiento 200°C
- c) Tiempo de permanencia 2 hr
- d) Dureza máxima obtenida 130 Brinell

Con el objeto de establecer la influencia que tiene la recristalización, en el endurecimiento por precipitación; se efectuó una deformación plástica en tres grados diferentes a las probetas previamente solubilizadas. Posteriormente se llevó a efecto el tratamiento térmico de precipitación a 200°C. que es la temperatura óptima; los resultados obtenidos son los siguientes:

a) GRADO DE DEFORMACION 2.7%

TIEMPO	DUREZA BRINELL
0 min.	87
15 min.	99.5
30 min.	112.0
1 Hr.	118
2 Hr.	124
3 Hr.	115
4 Hr.	102
5 Hr.	102
6 Hr.	102
7 Hr.	102

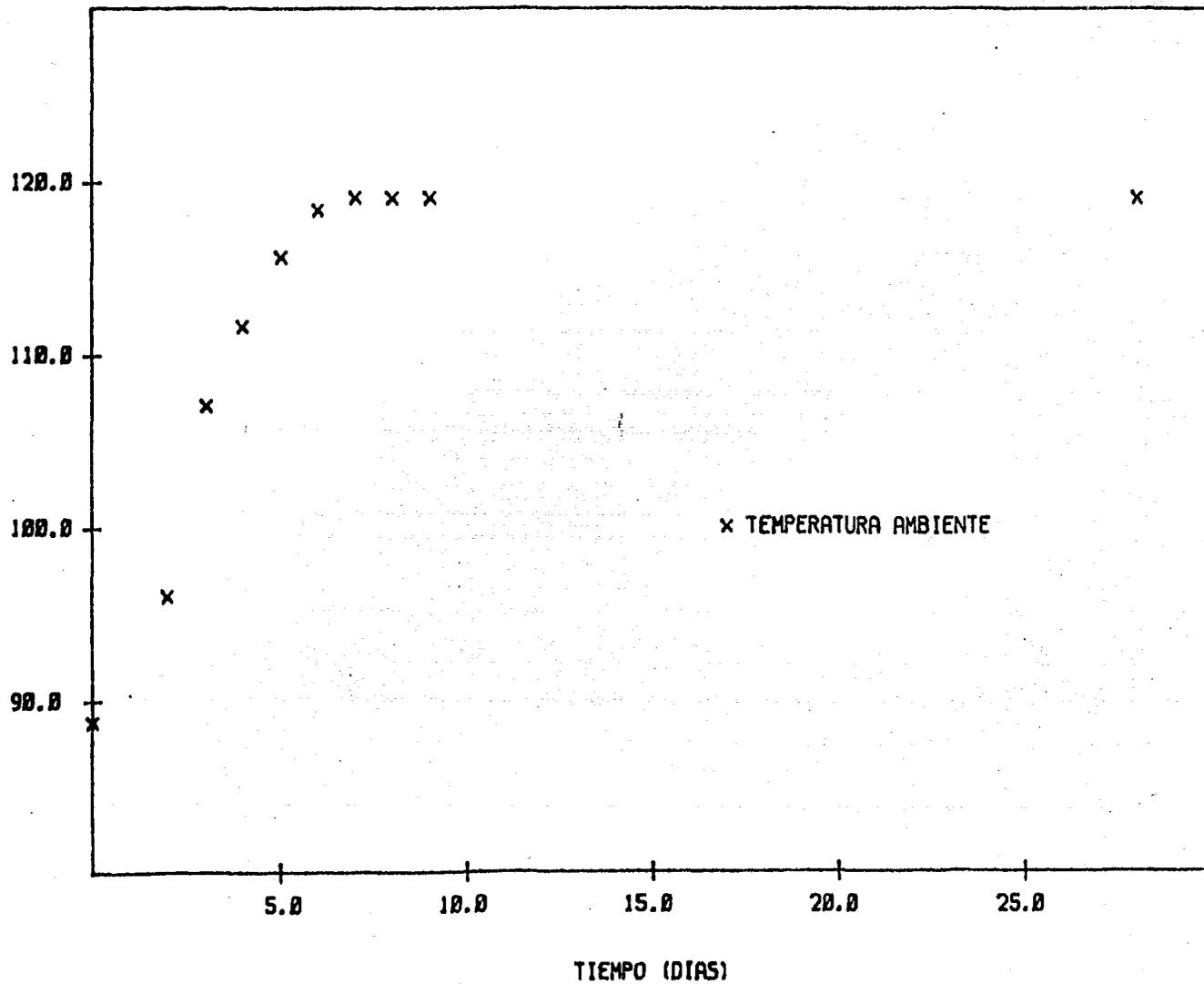
b) GRADO DE DEFORMACION 5.9%

TIEMPO	DUREZA BRINELL
0 min.	87
15 min.	97
30 min.	112
1 Hr.	121
2 Hr.	121
3 Hr.	115
4 Hr.	112
5 Hr.	99.5
6 Hr.	99.5
7 Hr.	99.5

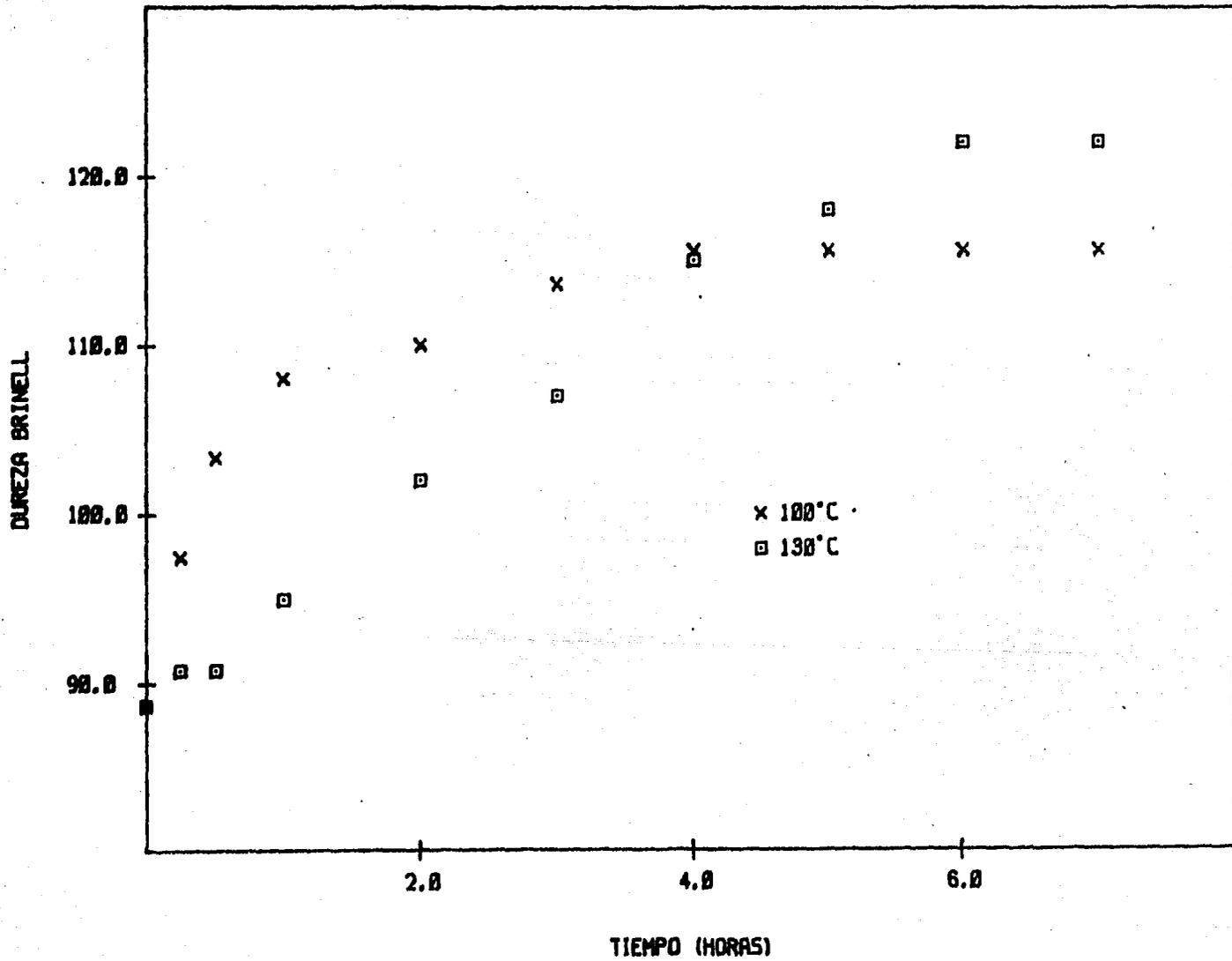
c) GRADO DE DEFORMACION 10%

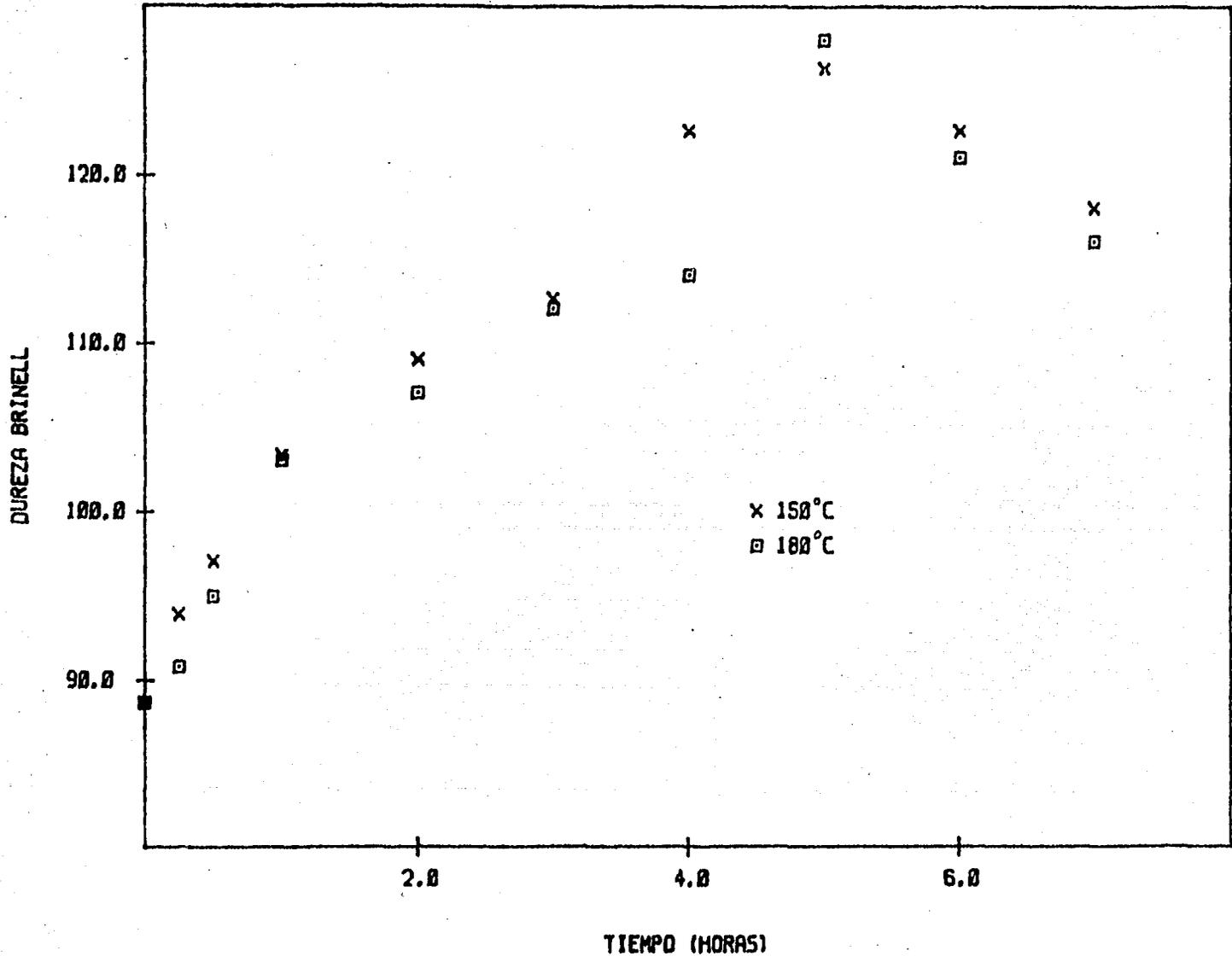
TIEMPO	DUREZA BRINELL
0 min.	93
15 min.	97
30 min.	115
1 Hr.	118
2 Hr.	118
3 Hr.	112
4 Hr.	112
5 Hr.	104
6 Hr.	102
7 Hr.	102

DUREZA BRINELL

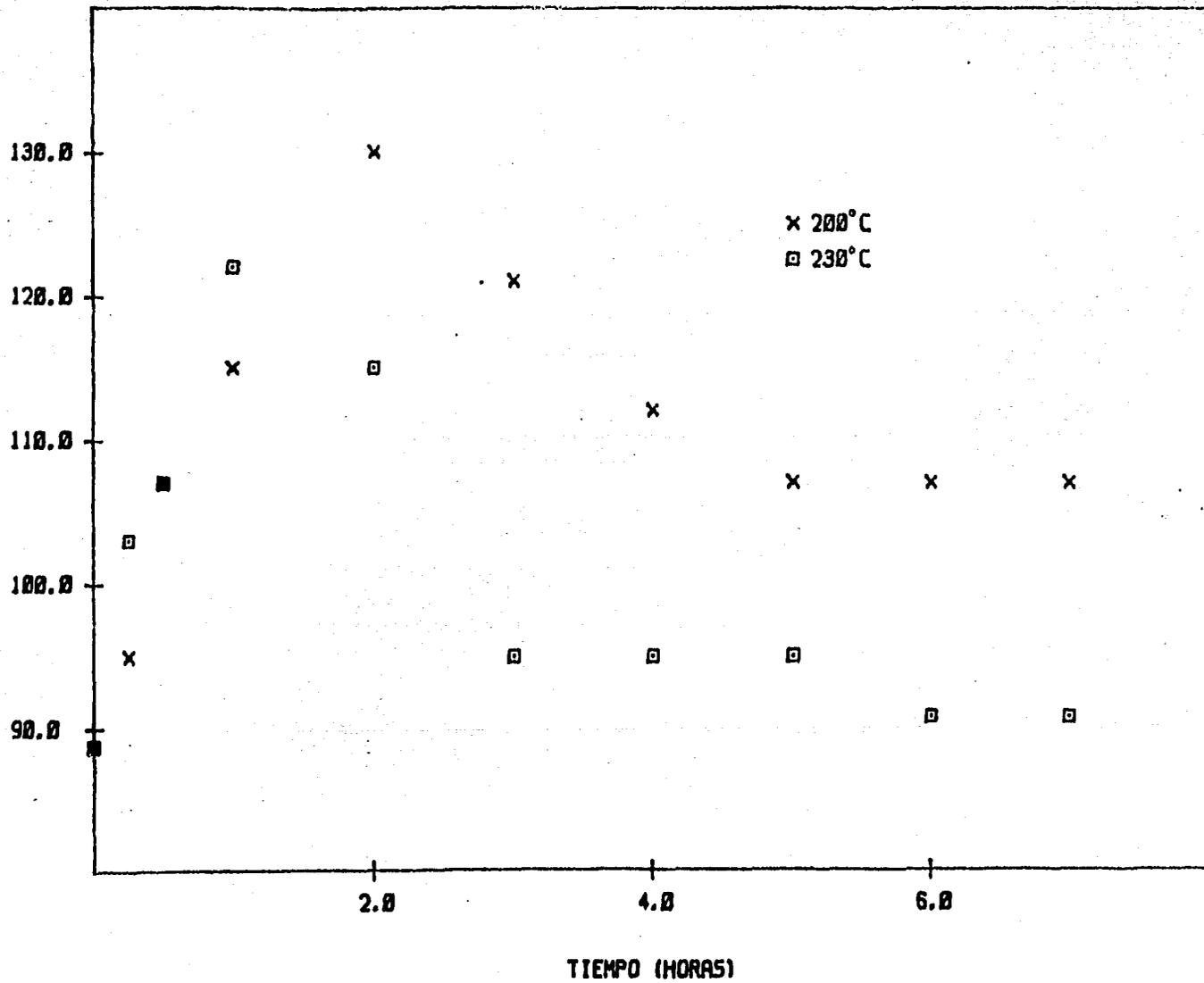


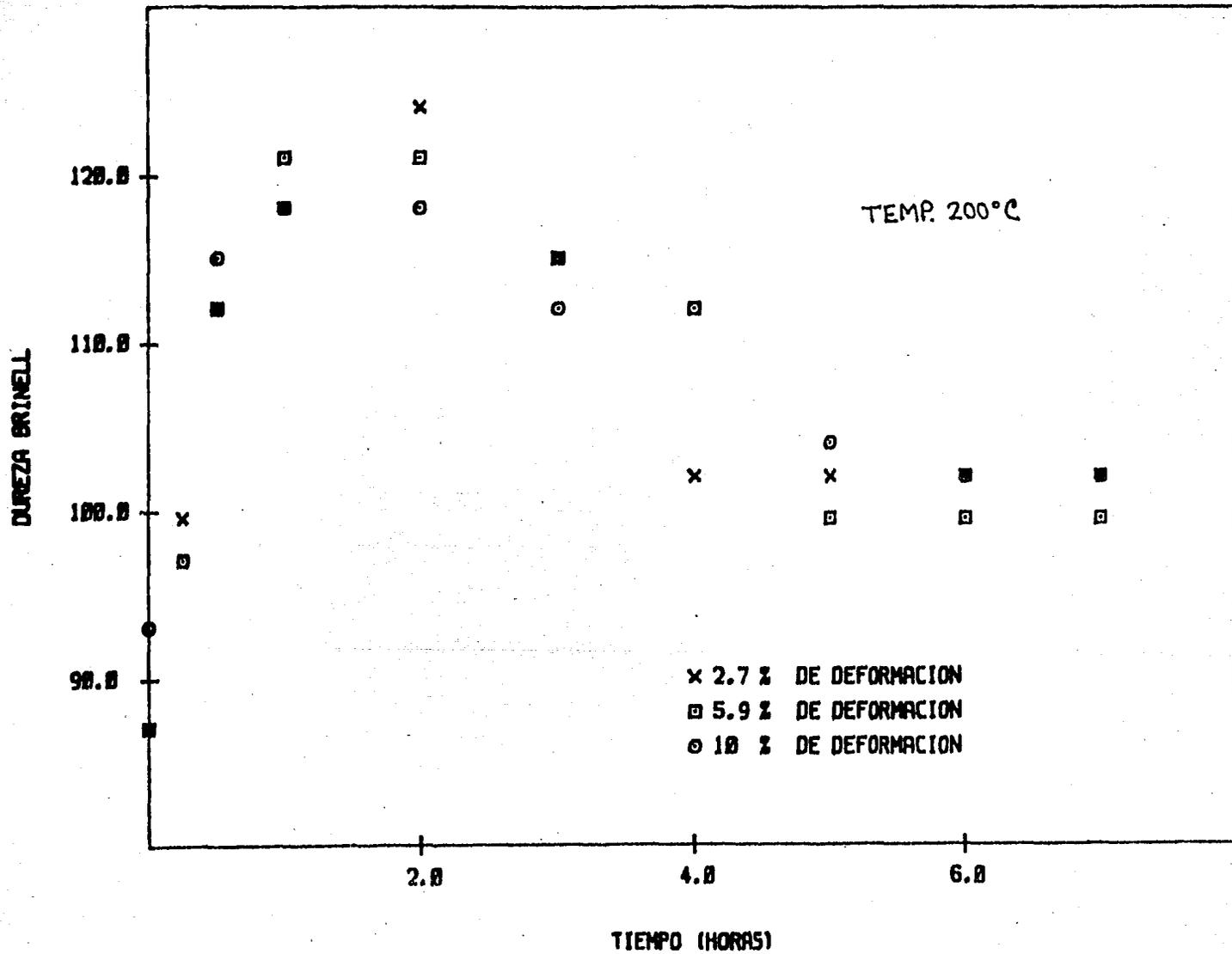
x TEMPERATURA AMBIENTE





DUREZA BRINELL





CAPITULO V

CONCLUSIONES.

Si consideramos que el valor de la dureza de 130 Brinell en aleaciones de aluminio, representa buena resistencia al desgaste; entonces los resultados obtenidos, en el tratamiento térmico de precipitación de la aleación de aluminio TL-023 son aceptables.

La deformación plástica, combinada con el endurecimiento por precipitación es empleada para aumentar la resistencia mecánica necesaria de aleaciones comerciales.

La deformación plástica promueve el proceso de precipitación, conduciendo la dureza a valores relativamente altos; ésto sucede cuando el envejecimiento se lleva a cabo en bajas temperaturas, y por lo tanto los fenómenos de recuperación y recristalización no se efectúan.

En nuestro caso, observamos que el valor de la dureza máxima disminuye, cuando se proporciona a la aleación una deformación plástica previa al tratamiento de precipitación; este efecto se puede interpretar de la siguiente forma:

- a) La zona de deformación, proporciona regiones de fácil nucleación.
- b) Al incrementar el número de núcleos, se reduce la distancia en que los átomos tienen que difundir.

c) Las tensiones internas aceleran el gradiente de difusión.

Se recomienda para efectuar un estudio profundo, de los fenómenos que modifican la microestructura de las aleaciones endurecidas por precipitación, emplear métodos sofisticados de examinación microestructural como son: la microscopia de transmisión electrónica y la difracción de rayos X.

CAPITULO VI

BIBLIOGRAFIA

1. MARTIN J.W.
Precipitación Hardening
1a. Edición Pergamon Press. 1968
2. SHEWMON P.G.
Tranformación in Metals
1a. Edición Mc. Graw-Hill Book Company 1969
3. JOHN D. VERHOEVEN
Fundamentals of Physical Metallurgy
Ed. Willey and Sons Inc. 1975
4. REED HILL R.E.
Principios de Metalurgia Física
3a. Edición C.E.C.S.A.
5. J. HERENGEL
Metalurgia Especial
El Aluminio y sus Aleaciones
Ed. URMO
6. MALISHEV A. NILOLAIEV G.
Tecnología de los Metales
Ed. MIR Moscú 1979
7. BARRAND PIERRE
Enciclopedia del Aluminio Vol. I, II y III
Ed. URMO 1967

8. WILLIAM G. MOFFATT
La Ciencia de los Materiales Tomo I
Ed. LIMUSA 1968
9. JESUS DEL RIO
Deformación Plástica de los Materiales
Ed. Gustavo Gill Barcelona 1980
10. R.W.K. HONEYCOMBE
The Plastic Deformation of Metals
Ed. Edward Arnold 1971
11. YU M. LAJTIN
Metalografía y tratamiento térmico de los metales
Ed. MIR Moscú 1973
12. J.W. MARTIN AND R.O. DOHERTY
Stability of microstructure in Metallic Systems.
Cambridge University Press 1976

ARTICULOS

- a) R.A. VANDERMEER Met. Tran. 1 1970
- b) F.H. KISS AND H. BILONI Met. Tran. 1 1970
- c) S.K. KANG AND. C. LAIRD Acta Met. 23 1975
- d) J.W.H.G. SLAKHORST Acta Met. 23 1975
- f) W. BLUM J. HAUSSELT Acta Met. 24 1976
- g) T. HASEGAWA Acta Met. 27 1979