



Universidad Nacional Autónoma de México

Facultad de Ingeniería

**“Producción y caracterización microestructural de
aleaciones Al-4.5Mg y Al-4.5Mg-0.2Sc”**

T E S I S

Que para obtener el título de:

INGENIERO MECÁNICO

Presenta

MIRANDA CHÁVEZ JAVIER

DIRECTOR DE TESIS

DR. IGNACIO ALEJANDRO FIGUEROA VARGAS



MÉXICO, D.F.

2012



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.

Dedicada con todo mi cariño a:

*A mis padres y hermanos, quienes
con su amor, comprensión, confianza
y sacrificio he logrado salir adelante.*

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer a la Universidad Nacional Autónoma de México que, a través de la Facultad de Ingeniería me permitió realizar mis estudios de Licenciatura.

A los miembros de mi jurado asignado: Dr. Arturo Barba Pingarrón, Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas, Ing. Raúl Escalante Rosas, Dr. Gabriel Ángel Lara Rodríguez, Dr. Novelo Peralta por revisar este trabajo de tesis y brindarme sus valiosos consejos para mejorarla.

Al Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM por facilitar sus instalaciones y equipos para la realización de esta tesis.

Al Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas por ser mi tutor, por darme la oportunidad de formar parte de su grupo de trabajo, por facilitarme siempre todos los medios y herramientas suficientes para llevar a cabo el desarrollo de esta tesis.

Quiero expresar mi más sincero agradecimiento a todas las personas del IIM-UNAM que me brindaron su ayuda durante la parte experimental de mi trabajo, sin algún orden en particular los menciono a continuación: Dr. Gabriel. A. Lara Rodríguez por colaboración en el microscopio óptico y en los procesos de fundición y laminación, Dr. Omar Novelo Peralta por su colaboración en el microscopio electrónico de barrido, Dr. Gonzalo González por su apoyo brindado en este trabajo, Dr. José Chávez Carvayar por su colaboración en el microscopio estereográfico, M. en C. A. Tejeda Cruz por su colaboración en la difracción de rayos X, I.Q. Erika Contreras Casillas por el apoyo en la preparación de los reactivos químicos utilizados en este trabajo. Finalmente al Ing. J. J. Camacho, Ing. G. Arámuro, Sr. E. A. Caballero, Fis. R. Reyes, C. Flores, E. Sánchez, J. Morales, C. González y M.J. Arellano por su apoyo y colaboración técnica.

Agradezco enormemente al proyecto SENER-CONACYT “151496” por el financiamiento para la realización del proyecto.

A todos los amigos que han estado ahí cuando los he necesitado y que de forma directa o indirecta hicieron posible la realización de este trabajo.

Por último, a las personas más importantes de mi vida: mis padres Rebeca Chávez Villanueva y Javier Miranda Nava y hermanos Yadira y Japheth, porque siempre han creído en mí y me han brindado su apoyo incondicional.

RESUMEN

Se realizó un estudio de la adición de Escandio al sistema de aleación Al-Mg para determinar el efecto que tiene sobre el tamaño de grano y la microestructura de dicho sistema. Se comparó la microestructura de una aleación Al-Mg-Sc con una aleación libre de Sc. Los materiales empleados en la preparación de la aleación experimental de Al-Mg-Sc fueron; Aluminio (Al) de pureza comercial (99.5%), Magnesio (Mg) de alta pureza (99.9%) y Escandio (Sc) de alta pureza (99.9%). Los materiales de ambas aleaciones se fundieron en un crisol de grafito en un horno de inducción con atmósfera controlada. Se obtuvo una aleación de Al-4.5Mg-0.2Sc (% en peso) y otra libre de Sc con el mismo contenido de Mg. La composición química de las dos aleaciones se analizó mediante espectroscopia por chispa.

Ambos sistemas de aleación obtenidos en la fundición se homogeneizaron y laminaron en frío hasta conseguir un 90% de deformación total. Se cortaron pequeñas muestras de cada condición: fundición, homogeneización y laminado en frío. Las muestras se desbastaron y pulieron utilizando técnicas estándar de metalografía, posteriormente, se atacaron con reactivo Keller. La caracterización microestructural de las aleaciones se llevó a cabo por medio de: microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos X.

Del análisis de microscopía óptica se pudo observar que la adición de Sc al sistema Al-4.5Mg no causó refinamiento de grano, por el contrario el tamaño de grano resultó ser más grande. El análisis de microscopía electrónica de barrido permitió observar las impurezas de hierro que no se pudieron observar con el microscopio óptico. Con los resultados obtenidos del análisis de difracción de rayos X se pudo ver que ambas aleaciones presentaron un corrimiento con respecto del difractograma correspondiente del Al puro (ficha JCPDS 00-004-0787). Dicho corrimiento se atribuye a los elementos aleantes: Mg y Sc, los cuales se encuentran en solución sólida.

ÍNDICE GENERAL

AGRADECIMIENTOS

RESUMEN	I
ÍNDICE DE FIGURAS.....	V
ÍNDICE DE TABLAS	VIII
INTRODUCCIÓN	1
OBJETIVO GENERAL.....	4
OBJETIVOS PARTICULARES	4
CAPÍTULO I “FUNDAMENTOS TEÓRICOS”	5
1.1. EL ALUMINIO Y SUS ALEACIONES	5
1.1.1. Generalidades.....	5
1.1.2. Propiedades del aluminio.....	7
1.1.3. Aleaciones de aluminio.....	8
1.1.4. El Aluminio en la industria aeronáutica y aeroespacial.....	11
1.2. ALEACIONES Al-Mg.....	13
1.2.1. Diagrama de fases Al-Mg	14
1.2.2. Precipitación	16
1.2.3. Elementos aleantes.....	16
1.2.4. Propiedades mecánicas	19
1.2.5. Aplicaciones.....	22
1.2.6. Problemáticas	22
1.3. ALEACIONES Al-Sc	23
1.3.1. Diagrama de Fases Al-Sc.....	24
1.3.2. La fase Al ₃ Sc.....	25
1.3.3. Efectos del Sc en las aleaciones de aluminio.....	26
1.4. ALEACIONES Al-Mg-Sc.....	29



CAPÍTULO II “TRATAMIENTOS TÉRMICOS Y PROCESOS TERMOMECAÑICOS”	30
2.1. FUNDICIÓN	30
2.1.1. Horno de arco eléctrico	31
2.1.2. Horno de inducción sin núcleo	32
2.2. SOLIDIFICACIÓN	33
2.3. TRATAMIENTOS TÉRMICOS	36
2.3.1. Homogeneización	38
2.4. LAMINADO	38
2.4.1. Defectos en los productos de laminado	40
CAPÍTULO III “DESARROLLO EXPERIMENTAL”	41
3.1. PREPARACIÓN DE ALEACIONES	41
3.2. TRATAMIENTO DE HOMOGENEIZACIÓN	44
3.3. LAMINADO	45
3.4. MICROSCOPIA ÓPTICA	46
3.4.1. Microscopio Óptico Compuesto	47
3.4.2. Estereomicroscopio	48
3.4.3. Preparación de muestras	48
3.5. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	50
3.5.1. Microscopio Electrónico de Barrido	50
3.5.2. Preparación de muestras	51
3.6. DIFRACCIÓN DE RAYOS X	52
3.6.1. Fenómeno de Difracción y Ley de Bragg	52
3.6.2. Método de Polvos	53
3.6.3. Preparación de muestras	54
CAPÍTULO IV “RESULTADOS Y DISCUSIÓN”	55
4.1. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DEL ANÁLISIS DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LAS ALEACIONES	55

4.2.	ANÁLISIS DE RESULTADOS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X	56
4.2.1.	Fundición	56
4.2.2.	Homogeneización	58
4.2.3.	Laminación	60
4.3.	DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS DE DRX.....	62
4.4.	ANÁLISIS DE RESULTADOS POR MICROSCOPIA ÓPTICA.....	63
4.4.1.	Fundición	63
4.4.2.	Homogeneización	65
4.5.	DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS MICROSCOPIA ÓPTICA.....	67
4.6.	ANÁLISIS DE RESULTADOS POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	68
4.6.1.	Fundición	68
4.6.2.	Homogeneización	69
4.6.3.	Laminado	70
4.7.	DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS DE MEB.....	71
4.8.	ANÁLISIS DEL PROCESO DE LAMINADO.....	72
4.9.	DISCUSIÓN DEL PROCESO DE LAMINADO.....	77
	CAPÍTULO V “CONCLUSIONES”	78
	TRABAJO FUTURO.....	79
	REFERENCIAS.....	80

ÍNDICE DE FIGURAS

Fig. 1.1 Estructura Cristalina -cúbica centrada en las caras: a) representación de esferas rígidas para una celda unitaria; b) celda unitaria con esferas reducidas, y c) un agregado de varios átomos	7
Fig. 1.2 División de las Aleaciones de Forja	10
Fig. 1.3 Nuevas aleaciones de Al en la industria aeronáutica.....	12
Fig. 1.4 Diagrama de fases Al-Mg.....	15
Fig. 1.5 Efecto del Mg en las propiedades de las aleaciones Al-Mg recocidas.....	19
Fig. 1.6 Respuesta al endurecimiento por deformación del Al de alta pureza y de las aleaciones Al-Mg durante el proceso de laminación	20
Fig. 1.7 Efecto del contenido de Mg en el tamaño de grano para aleaciones Al-Mg sometidas a un recocido.....	21
Fig. 1.8 a) Curvas de recocido parcial para una serie de aleaciones Al-Mg laminadas en frío a un 70% de deformación, b) recuperación de la elongación con disminución en la resistencia mecánica de las aleaciones mostradas en (a)	21
Fig. 1.9 Diagrama de Fases Al-Sc	24
Fig. 1.10 Bosquejo del extremo rico en Al del diagrama de fases Al-Sc. La línea representa una composición hipereutéctica arbitraria.....	25
Fig. 1.11 Arreglo atómico de la fase Al ₃ Sc.....	25
Fig. 1.12 Temperatura de recristalización (50% de recristalización) de aleaciones binarias Al-X (X= Mn, Zr, Cr, Sc) laminadas vs Contenido de Mn, Zr, Cr, Sc.....	26
Fig. 2.1 Horno de arco eléctrico directo; a) esquema del horno, b) horno en funcionamiento	31
Fig. 2.2 Principales componentes del horno de inducción sin núcleo	32
Fig. 2.3 Crecimiento de los cristales: a) un frente plano en metales puros, b) dendrítico en soluciones sólidas.....	34
Fig. 2.4 Estructura cristalina característica de: a) un metal puro, b) una aleación	35
Fig. 2.5 Proceso de laminación: a) laminado plano, b) Molino de laminación	39
Fig. 2.6 Defectos producidos durante el laminado plano.....	40
Fig. 3.1 a) Electrodo y crisoles del horno de arco eléctrico, b) Horno de arco eléctrico Leybold-Heraeus LK8 utilizado para la fundición de la aleación maestra.....	42
Fig. 3.2 Muestras de aleación maestra (Al-0.2%Sc).....	42

Fig. 3.3 a) Horno de inducción Leybold-Heraeus de 40 kVA, b) Lingotera con muestra colada	43
Fig. 3.4 Aleaciones obtenidas en la fundición	43
Fig. 3.5 Equipo para analizar la composición química de las aleaciones mediante análisis por chispa.....	44
Fig. 3.6 Horno utilizado para tratamientos térmico (IIM-UNAM).....	44
Fig. 3.7 Probeta para el proceso de laminado	45
Fig. 3.8 Equipo de Laminación Chicago Gear D.O. James (IIM-UNAM).....	45
Fig. 3.9 Análisis de la estructura por microscópico óptico.....	46
Fig. 3.10 Principio de operación del microscopio óptico compuesto	47
Fig. 3.11 Principio de operación del estereomicroscopio de objetivo común	48
Fig. 3.12 Probetas de fundición y homogeneización	49
Fig. 3.13 Microscopios utilizados en el análisis del las muestras.....	49
Fig. 3.14 Descripción esquemática de un MEB.....	50
Fig. 3.15 Microscopio electrónico de barrido Stereoscan 440 (IIM-UNAM)	51
Fig. 3.16 Difracción de rayos X por los planos atómicos.....	52
Fig. 3.17 Esquema del método de polvos	54
Fig. 3.18 Equipo de difracción de rayos X Bruker D8 (IIM-UNAM).....	54
Fig. 4.1 Difractograma de las muestras Al-4.5Mg y Al-4.5Mg-0.2Sc de Fundición.....	56
Fig. 4.2 DRX de las muestras Al-4.5Mg y Al-4.5Mg-0.2Sc de Homogeneización	58
Fig. 4.3 DRX de las muestras Al-4.5Mg y Al-4.5Mg-0.2Sc de Fundición-Laminada.....	60
Fig. 4.4 DRX de las muestras Al-4.5Mg y Al-4.5Mg-0.2Sc de Homogeneización y Laminada.....	61
Fig. 4.5 Muestra de fundición de la aleación Al-4.5Mg en microscopio estereográfico (16X).....	63
Fig. 4.6 Muestra de fundición de la aleación Al-4.5Mg en microscopio óptico (100X)..	64
Fig. 4.7 Muestra de fundición de la aleación Al-4.5Mg-0.2Sc en microscopio estereográfico (16X)	64
Fig. 4.8 Muestra de fundición de la aleación Al-4.5Mg-0.2Sc en microscopio óptico (100X).....	65
Fig. 4.9 Muestra de homogeneización de la aleación Al-4.5Mg en microscopio estereográfico (16X)	65
Fig. 4.10 Muestra de homogeneización de la aleación Al-4.5Mg en microscopio óptico (50X).....	66

Fig. 4.11 Muestra de homogeneización de la aleación Al-4.5Mg-0.2Sc en microscopio estereográfico (16X)	66
Fig. 4.12 Muestra de homogeneización de la aleación Al-4.5Mg-0.2Sc en microscopio óptico (50X).....	67
Fig. 4.13 Muestra Al-4.5Mg Fundición en MEB.....	68
Fig. 4.14 Muestra Al-4.5Mg-0.2Sc Fundición en MEB	68
Fig. 4.15 Muestra Al-4.5Mg Homogeneizada en MEB.....	69
Fig. 4.16 Muestra Al-4.5Mg-0.2Sc Homogeneizada en MEB	69
Fig. 4.17 Muestra Al-4.5Mg-0.2Sc de Fundición y Laminación en MEB	70
Fig. 4.18 Muestra Al-4.5Mg-0.2Sc de Homogeneización y Laminación en MEB	71
Fig. 4.19 Muestras laminadas al 35% de deformación total.....	72
Fig. 4.20 Muestras laminadas al 52% de deformación total.....	73
Fig. 4.21 Muestras laminadas al 75% de deformación total.....	73
Fig. 4.22 Muestras laminadas al 93% de deformación total.....	74
Fig. 4. 23 Comparativa entre porcentaje de deformación teórica y experimental de las muestras laminadas obtenidas de fundición.....	76
Fig. 4. 24 Comparativa entre porcentaje de deformación teórica y experimental de las muestras laminadas obtenidas del tratamiento de homogeneización.....	76

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 Los Diversos Grados de Pureza para el Al (Estándar de los E.U.).....	6
Tabla 1.2 Propiedades físicas del Al de pureza comercial (99.5%).....	8
Tabla 1.3 Designación de aleaciones de Forja.....	9
Tabla 1.4 Designación de aleaciones de Fundición.....	9
Tabla 1.5 Condiciones metalúrgicas básicas de los productos de Al.	11
Tabla 2.1 Direcciones de crecimiento dendrítico en varias estructuras cristalinas.....	35
Tabla 2.2 Tipos de tratamiento térmico para las aleaciones de Al	37
Tabla 3.1 Proporción de cada elemento para la fabricación de las Aleaciones I y II.	41
Tabla 4.1 Composición química de las Aleaciones I y II (% en peso) error $\pm 0.8\%$	55
Tabla 4.2 Comparativa de ángulos de las muestras de fundición.....	57
Tabla 4.3 Medida del parámetro reticular para la condición de fundición	57
Tabla 4.4 Comparativa de ángulos de las muestras de homogeneización	59
Tabla 4.5 Medida del parámetro reticular para la condición de homogeneización	59
Tabla 4.6 Comparativa de ángulos de las muestras de fundición laminadas.....	61
Tabla 4.7 Comparativa de ángulos de las muestras de homogeneización laminadas.....	62
Tabla 4.8 Comparativa entre porcentaje de deformación teórica y experimental de cada muestra de laminado	75

INTRODUCCIÓN

Las aleaciones de Al han sido el principal material de elección para los componentes estructurales de aeronaves desde 1930 [1]. Estas aleaciones son la opción contundente para el fuselaje, alas y estructuras de apoyo de los aviones comerciales y militares, a pesar de que en la actualidad los materiales compuestos se utilizan ampliamente por su baja densidad y su alta resistencia mecánica, en aeronaves militares de alto rendimiento. Las características de rendimiento, costos de fabricación, experiencia en el diseño, así como las instalaciones y métodos de manufactura establecidos, son sólo algunas de las razones de la continua confianza en las aleaciones de Al. Además, se han logrado grandes avances en las aleaciones de Al que las mantienen en una posición competitiva, debido a una mejor comprensión en la relación entre la composición, el procesamiento, la microestructura y propiedades de las aleaciones.

Recientemente, ha surgido un nuevo desafío sobre las aleaciones de Al; el aumento de los precios del petróleo que hace más importante que nunca la necesidad de aleaciones ligeras, debido a que cada kilogramo ahorrado del peso total de la estructura, reduce la cantidad de combustible necesaria para proporcionar el despegue a la aeronave [2]. Para reducir costos y mejorar la eficiencia energética, la industria aeroespacial, aeronáutica y de transporte han impulsado el desarrollo de aleaciones de Al de baja densidad, alta resistencia mecánica y buenas propiedades químicas, tales como resistencia a la corrosión y buena soldabilidad.

Por otra parte, en la industria sigue siendo una necesidad permanente, la producción de aleaciones de Al con una alta tenacidad y resistencia mecánica, que sean útiles en una gran variedad de aplicaciones, en donde es difícil o inconveniente aplicar la deformación en frío antes de un tratamiento térmico, como lo es el envejecimiento artificial. Todo esto ha implicado la creación de un gran número de aleaciones para la industria aeronáutica y aeroespacial, en las que se incluyen las aleaciones de forja, que son sujetas a procesos de deformación y a tratamientos térmicos para optimizar sus propiedades mecánicas para alguna aplicación en específico [2].

Un aspecto muy importante en la industria aeronáutica y aeroespacial es el control del fenómeno de la corrosión [3]. Las aleaciones de Al 2024 y 7075, empleadas como componentes estructurales en aeronaves, son muy susceptibles de sufrir picaduras por corrosión en la superficie y en consecuencia presentan una elevada densidad de defectos superficiales propicios para el inicio de las grietas por fatiga. En contraste las aleaciones de Al que contienen Mg como principal elemento de aleación son resistentes a la corrosión y tienen dos ventajas potenciales sobre las aleaciones de la serie 2XXX y 7XXX; son más ligeras y se pueden soldar por técnicas convencionales de fusión, lo que podría reducir los costos de fabricación mediante la reducción de los 2-3 millones de remaches que normalmente se utilizan para ensamblar el fuselaje de un avión comercial [3]. Sin embargo, las aleaciones Al-Mg no son particularmente adecuadas para aplicaciones aeroespaciales, debido a los niveles medios de resistencia mecánica que poseen este tipo de aleaciones [1,2].

Un método alternativo y eficaz para aumentar la resistencia del sistema Al-Mg, implica la adición de Sc como un elemento de aleación [4]. La investigación llevada a cabo en los últimos 40 años ha establecido que la solución sólida Al-Sc se descompone para formar finos precipitados de Al_3Sc , coherentes con la matriz de Al, que producen una respuesta significativa al endurecimiento por precipitación, a pesar de la baja solubilidad del Sc en Al [5]. En la literatura, se ha reportado que la fina dispersión de precipitados de Al_3Sc inhibe la recrystalización, incluso a grandes niveles de deformación plástica y altas temperaturas de recocido. Esto permite aplicar el endurecimiento por deformación y precipitación para aumentar la resistencia de las aleaciones de Al-Mg a los niveles alcanzados en el endurecimiento por precipitación tradicional [6].

Encontrar nuevos elementos de aleación con el fin de optimizar las propiedades mecánicas de las aleaciones Al-Mg es todavía un campo abierto a la investigación y cabe señalar que se deben tomar en cuenta diversos factores como: la resistencia a la corrosión, resistencia a la fractura, procesos de fabricación y soldadura, antes de la introducción de una nueva aleación. Resulta evidente que todo trabajo de investigación capaz de aportar algún dato sobre la estructura, propiedades y tratamiento de las aleaciones de Al, así como de nuevos métodos de ensayo y estudio de las mismas, será sin duda positivo, pues supondrá un paso más en el conocimiento de estas aleaciones.

Dado que gran parte del trabajo de las aleaciones Al-Mg-Sc reportado en la literatura se ha llevado a cabo sobre las aleaciones de forja y existe poca información disponible sobre las propiedades de las aleaciones en condición de colada. El objeto del presente trabajo, consiste en estudiar y determinar la influencia de la adición de 0.2% en peso de Sc sobre la microestructura del sistema de aleación Al- 4.5Mg (% en peso). Así como establecer si ésta aleación puede ser sometida al proceso ECAP.

El presente trabajo de Tesis se ha estructurado en 5 partes que son descritas brevemente a continuación:

En el *primer capítulo* se presenta una revisión bibliográfica sobre el Al y sus principales características. Se ahonda en las propiedades más importantes de las aleaciones Al-Mg y Al-Sc, al final del capítulo se describen las aleaciones Al-Mg-Sc.

El *segundo capítulo* describe las características principales de los procesos de fundición y solidificación, los tratamientos térmicos, haciendo énfasis en el tratamiento de homogeneización, al final del capítulo se describe el proceso de laminado.

El *tercer capítulo* describe el procedimiento experimental adoptado en este trabajo. Se describen las técnicas de análisis microestructural utilizadas: microscopía óptica (MO), microscopía electrónica de barrido (MEB) y difracción de rayos X (DRX).

El *cuarto capítulo* trata de los resultados obtenidos y su discusión, primero del proceso de fundición, después el proceso de homogeneización y finalmente del proceso de deformación en frío.

El *quinto capítulo* está dedicado a la exposición de las conclusiones sobre este trabajo de acuerdo con el análisis de resultados.

Por último, se presenta una breve descripción del trabajo a futuro y las referencias bibliográficas.

OBJETIVO GENERAL

Producción y caracterización de una aleación de Al de composición Al- 4.5% Mg- 0.2% Sc (en peso). Determinar el efecto del Sc en el tamaño de grano y en la microestructura del sistema Al-Mg mediante las técnicas de Difracción de Rayos X, Microscopía Óptica y Electrónica.

OBJETIVOS PARTICULARES

- Comparar las microestructuras obtenidas del sistema binario y ternario después de los procesos de fundición, homogeneización y laminado a fin de observar la influencia de 0.2% (en peso) de Sc sobre la micro y macroestructura en cada condición.
- Mediante el proceso de laminado y la deformación total obtenida en las aleaciones, determinar si la aleación propuesta se puede someter al proceso ECAP (equal channel angular pressing por sus siglas en inglés).

CAPÍTULO I “FUNDAMENTOS TEÓRICOS”

1.1. EL ALUMINIO Y SUS ALEACIONES

1.1.1. Generalidades

El Al es uno de los metales que se obtienen industrialmente en mayor escala, así mismo se consume más Al que cualquier otra combinación de metales no-férreos, incluyendo al cobre y sus aleaciones, así como el plomo, estaño y zinc. El Al logró esta posición a pesar de que su producción comercial no empezó sino hasta la segunda mitad del siglo XIX. La razón reside en la dificultad de extraer el Al de la bauxita (mineral de óxido de aluminio natural con impurezas de Fe_2O_3 y SiO_2), debido a que forma un compuesto con el oxígeno que no puede ser reducido con la ayuda del carbono como lo es en el caso del hierro u otros metales.

En 1886, el norteamericano Charles Martín Hall y el francés Paul L. T. Héroult, trabajando de forma independiente pero simultánea, descubrieron un proceso económico para producir el Al. Este proceso sigue siendo la base para la producción de Al [7]. En aquel tiempo el Al era poco empleado, debido a su baja resistencia mecánica.

La producción del Al consta de dos etapas:

- Transformación de la bauxita en óxido de aluminio (alúmina) lo más puro posible (empleando un método químico de vía húmeda conocido como proceso Bayer, puesto en práctica en 1892 [8]).
- Electrólisis de esta alúmina disuelta en criolita fundida

El Al producido por electrólisis en un baño de criolita normalmente tiene una pureza entre un 99.5 y un 99,7%, siendo las impurezas más usuales el Hierro (Fe) y el Silicio (Si) [9]. Dependiendo de la cantidad de impurezas, el Al se clasifica en; Al de extrema pureza y Al de pureza comercial. La Tabla 1.1 muestra la nomenclatura para los diversos grados de pureza de Al adoptada por los Estados Unidos. Para obtener el metal con una pureza mayor del 99.9%, el metal procedente del baño de criolita debe ser sometido a procesos de refinado.

Tabla 1.1 Los Diversos Grados de Pureza para el Al (Estándar de los E.U.) ^[10]

% Aluminio	Designación
99.5000 a 99.7900	Pureza Comercial
99.8000 a 99.9490	Alta Pureza
99.9500 a 99.9959	Súper Pureza
99.9960 a 99.9990	Extrema Pureza
> 99.9990	Ultra Pureza

Fue hasta 1906 cuando la industria intentó abrir mercados con el Al comercialmente puro y varias aleaciones más de colada y forja [1]. En ese mismo año Alfred Wilm anuncia su descubrimiento acerca del proceso para endurecer una aleación de Al-Cu por medio de un enfriamiento rápido y un tratamiento de envejecimiento natural a temperatura ambiente, que producía un aumento considerable de la resistencia mecánica. La aleación (4% cobre (Cu), 0.5% manganeso (Mn), 0.5% Mg, más impurezas de Fe y Si) propuesta por Wilm, recibió el nombre de *duraluminio* [2].

Con la aparición del *duraluminio* la industria del Al empezó a expandirse. Esta aleación era la base para la construcción de aviones y dirigibles. A partir de ese momento el empleo del Al y sus aleaciones ha ido en auge y se utiliza para diversos campos como, la producción de automóviles, envasado de alimentos y bebidas, la construcción de edificios, la transmisión de energía eléctrica, desarrollo de infraestructuras de transporte, aeroespacial y aeronáutica, fabricación de maquinaria y herramientas. La resistencia del Al a la corrosión marina lo hace útil para fabricar cascos de barco u otros mecanismos acuáticos. Una aplicación importante del Al puro es como revestimiento para mejorar la resistencia a la corrosión de aleaciones tratables térmicamente o para mejorar las características de acabado de las aleaciones no tratables térmicamente [10].

1.1.2. Propiedades del aluminio

Las tres propiedades principales en las que se basa la aplicación de Al son; su baja densidad (2.71 g/cm^3 , que es alrededor de un tercio que el acero), alta resistencia mecánica obtenida mediante elementos aleantes y tratamientos térmicos, y su gran resistencia a la corrosión, debido a la formación instantánea de una capa fina (4-5 μm de espesor) y adherente de óxido de aluminio (Al_2O_3) sobre la superficie del metal que impide la difusión de oxígeno hacia el metal base [8]. Otras propiedades destacables incluyen alta reflectividad, alta conductividad térmica y eléctrica.

El Al tiene estructura cúbica centrada en la caras (fcc), esta estructura es la de mayor empaquetamiento y no tiene modificaciones alotrópicas (Fig.1.1). El radio atómico (1.43\AA) se determina como la mitad de la distancia entre los átomos vecinos más cercanos en la estructura cristalina. El peso atómico del Al es de 26.9815 g/mol (basado en ^{12}C) [10].

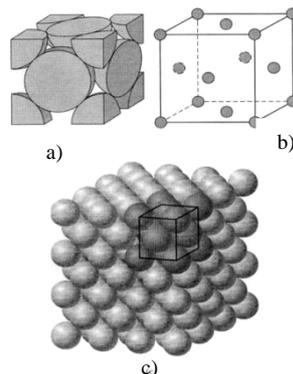


Fig. 1.1 Estructura Cristalina -cúbica centrada en las caras: a) representación de esferas rígidas para una celda unitaria; b) celda unitaria con esferas reducidas, y c) un agregado de varios átomos^[10]

Como ya se mencionó el Al presenta una gran resistencia a la corrosión, pero los ácidos como el clorhídrico, fluorhídrico y sulfúrico concentrado pueden atacar fácilmente el Al y sus aleaciones, mientras que en soluciones de ácidos orgánicos reaccionan ligeramente. Dichos ácidos se emplean en la fabricación de los reactivos para el ataque químico de las aleaciones de Al. La resistencia química del Al depende de la composición química y de la concentración de la solución así como de la pureza del metal [9].

La Tabla 1.2 resume las propiedades físicas para un Al de pureza comercial, el cual se empleó en la fabricación de las aleaciones a tratar en este trabajo.

Tabla 1.2 Propiedades físicas del Al de pureza comercial (99.5%) ^[7]

Peso Atómico	26.9815 [g/mol]
Numero Atómico	13
Estructura Cristalina	Cúbica Centrada en las Caras
Parámetro Reticular a 25°C	0.40496 x 10 ⁹ [nm]
Densidad a 20°C	2.71 [g/cm ³]
Conductividad Térmica	2.1 - 2.3 [W/cm·K]
Coefficiente de Expansión Térmica 60-100°C (293-373 °K)	23.5 [1 / K·10 ⁵]
Cambio volumétrico durante la solidificación	6.5 %
Punto de fusión	658 (931) [°C (K)]
Calor Específico a 20°C (293 °K)	0.9 [J / g K]
Calor Específico a 658°C (931 °K)	1.13 [J / g K]
Calor Específico a 700°C (973 °K)	1.045 [J / g K]
Calor de Fusión	396 [J / g]
Calor de vaporización a 1.01325 bar (1 atm)	1.1 x 10 ⁴ [J / g]
Punto de ebullición	2270 (2543) [°C (K)]
Conductividad Eléctrica	34-36 [m / μΩ-mm ²]
Resistividad a 20°C	2.65 x 10 ⁻⁶ [μΩ-cm]
Módulo de Elasticidad E	7.2 x 10 ⁴ [N/mm ²]
Módulo de Corte	2.7 x 10 ⁴ [N/mm ²]
Coefficiente de Poisson	0.34

1.1.3. Aleaciones de aluminio

Los principales elementos de aleación son el Cobre (Cu), Manganeso (Mn), Silicio (Si), Magnesio (Mg) y Zinc (Zn). Todos estos elementos presentan una gran solubilidad en el Al y en todos los casos la solubilidad aumenta con la temperatura. En general, la máxima solubilidad se consigue a la temperatura correspondiente de los puntos invariantes: eutéctico, peritéctico o monotéctico. También se agregan otros elementos en pequeñas cantidades, como es el caso del Sc en el presente trabajo, para mejorar ciertas propiedades mecánicas del material y para refinar el tamaño de grano [10].

Las aleaciones de Al se dividen en dos clases, de acuerdo a cómo se fabrican: *fundición* ó *forja*. Las aleaciones de *fundición* se utilizan para la fabricación de piezas complejas, obtenidas por colada del metal líquido en moldes metálicos o de arena, o por inyección. Las aleaciones de *forja* son coladas en forma de placas que posteriormente se transforman en semi-productos (chapas, perfiles, etc.) por medio de los diferentes procesos de conformado [8].

Debido a que existe una gran variedad de aleaciones de Al, la Asociación de Aluminio (AA) desarrolló un sistema de designación para distinguir las aleaciones de una manera significativa. Cada aleación de fundición o forja se designa por un número para describir en términos generales la aleación. Para una aleación de forja se asigna un número de cuatro dígitos y para una aleación de fundición se asigna un número de tres dígitos seguido de un decimal. En ambos casos, el primer dígito representa la serie de la aleación e indica el principal elemento de aleación.

El sistema de designación de las aleaciones de Al de forja y de fundición se muestra en la Tabla 1.3 y Tabla 1.4, respectivamente.

Tabla 1.3 Designación de aleaciones de Forja

Serie	Elemento de Aleación
1XXX	Aluminio 99.0% mín.
2XXX	Cobre
3XXX	Manganeso
4XXX	Silicio
5XXX	Magnesio
6XXX	Magnesio y Silicio
7XXX	Zinc
8XXX	Otros Elementos
9XXX	No se utiliza

Tabla 1.4 Designación de aleaciones de Fundición

Serie	Elemento de Aleación
1XX.X	Aluminio 99.00% mín.
2XX.X	Cobre
3XX.X	Manganeso
4XX.X	Silicio
5XX.X	Magnesio
6XX.X	No se utiliza
7XX.X	Zinc
8XX.X	Estaño
9XX.X	Otros Elementos

Como se aprecia en la Fig. 1.2, las aleaciones de forja a su vez, se dividen en dos categorías:

1. Aleaciones *no tratables térmicamente*, que derivan su resistencia de la solución sólida y el endurecimiento por deformación. Las series que pertenecen a esta categoría son: 1XXX, 3XXX, 4XXX, y 5XXX que se discutirá con más detalle en el apartado 1.2.

2. Aleaciones *tratables térmicamente*, que derivan su resistencia del endurecimiento por precipitación (pequeños precipitados del elemento aleante en la matriz) por medio de tratamientos de envejecimiento. Estos pequeños precipitados coherentes o semicoherentes se forman mediante tratamiento térmico controlado. Las series que pertenecen a esta categoría son 2XXX, 6XXX, y 7XXX [11].

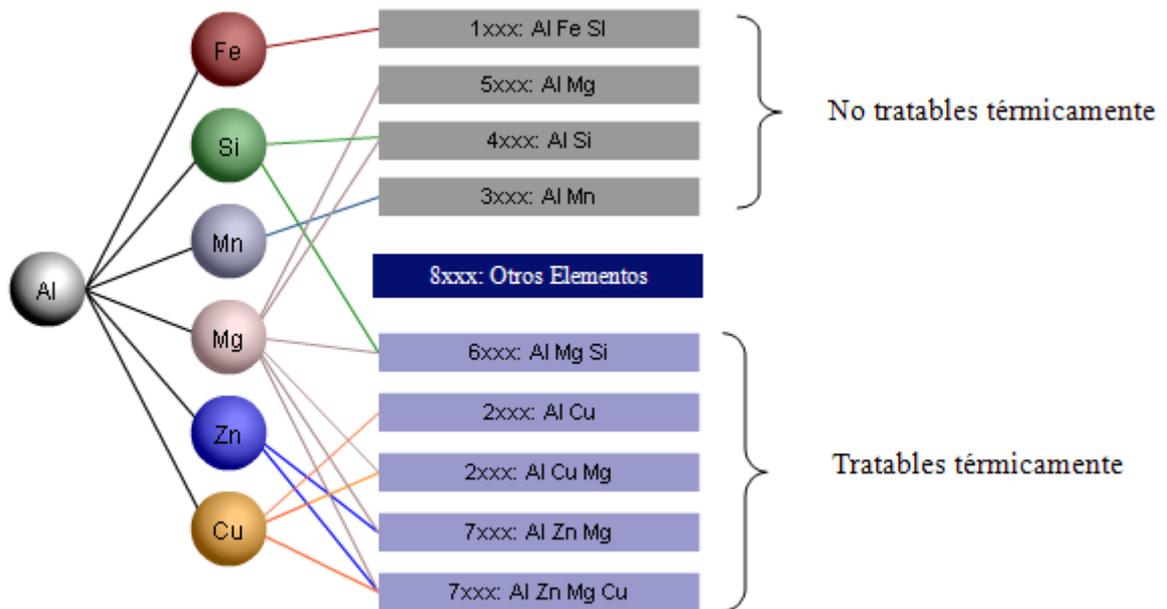


Fig. 1.2 División de las Aleaciones de Forja^[11]

Las aleaciones de fundición no se pueden endurecer por deformación y por lo tanto se utilizan en condiciones de fundición o de tratamiento térmico.

Cabe resaltar que la especificación de una aleación de Al no está completa sino se designa la condición metalúrgica o tratamiento de la aleación. Las condiciones metalúrgicas básicas de las aleaciones de Al se muestran en la Tabla 1.5.

Tabla 1.5 Condiciones metalúrgicas básicas de los productos de Al

“F”	<i>Tal como se fabrica:</i> Se aplica a los productos resultantes de un proceso de conformado en el cual no se emplea ningún control particular de las condiciones térmicas o del endurecimiento por deformación.
“O”	<i>Recocido:</i> Se aplica a los productos que son recocidos con objeto de conseguir el estado de menor resistencia mecánica.
“H”	<i>Endurecido por Deformación:</i> Se aplica a los productos de forja que son endurecidos por deformación a través del trabajo en frío.
“W”	<i>Tratamiento Térmico de Solución:</i> Esta designación describe un estado inestable. Solamente se aplica a aleaciones que maduran espontáneamente a temperatura ambiente después del tratamiento de solución y enfriamiento rápido.
“T”	<i>Tratado Térmicamente:</i> Esta designación se aplica a los productos tratados térmicamente, con o sin endurecimiento por deformación suplementario, para alcanzar un estado estable. Existen diferentes tipos de tratamientos denominados T1, T2.....T10

1.1.4. El Aluminio en la industria aeronáutica y aeroespacial

A partir de 1930 las aeronaves se han construido en su mayoría a partir de aleaciones de Al tanto de la serie 2XXX como de la serie 7XXX. Desde su introducción, éstas aleaciones han sido sometidas a constantes mejoras, impulsadas por la necesidad ingenieril de alta resistencia mecánica, resistencia a la fractura, a la fatiga y a la corrosión [12]. Esto conllevó, a que la evolución en la aeronáutica y el desarrollo de las aleaciones de Al hayan ido de la mano, planteando una exigencia cada vez mayor, que ha motivado el desarrollo de nuevas aleaciones de mejores propiedades mecánicas.

Para algunos de los vehículos aéreos futuros, el desarrollo y despliegue de nuevas tecnologías en las estructuras pueden tener un mayor impacto en la reducción de los costos de producción [13]. Hoy en la industria aeronáutica y aeroespacial existen grandes programas de reducción de costos que requieren de nuevas aleaciones. Un aspecto importante de estos programas es la sustitución de las estructuras diferenciadas o ensambladas por las estructuras integrales. Una estructura ensamblada normalmente

consiste de un número de hojas formadas y piezas extruidas o mecanizadas que están remachadas o unidas de otro modo. La tecnología integral por otro lado incorpora la función de todos estos componentes individuales en una gran estructura (Fig. 1.3).

Otro aspecto de los programas de reducción de costos es reducir el número de uniones en la estructura de la aeronave aumentando el tamaño del componente individual o mediante el uso de las nuevas tecnologías de unión en lugar del remachado. Los avances en las técnicas de soldadura tales como; soldadura por fricción (FSW por sus siglas en inglés) y soldadura por rayo laser (LBW por sus siglas en inglés) capaces de unir paneles prefabricados, requieren nuevas aleaciones y/o mejoras en las propiedades de las aleaciones aeroespaciales convencionales, que estén optimizadas para estas técnicas de unión [14].

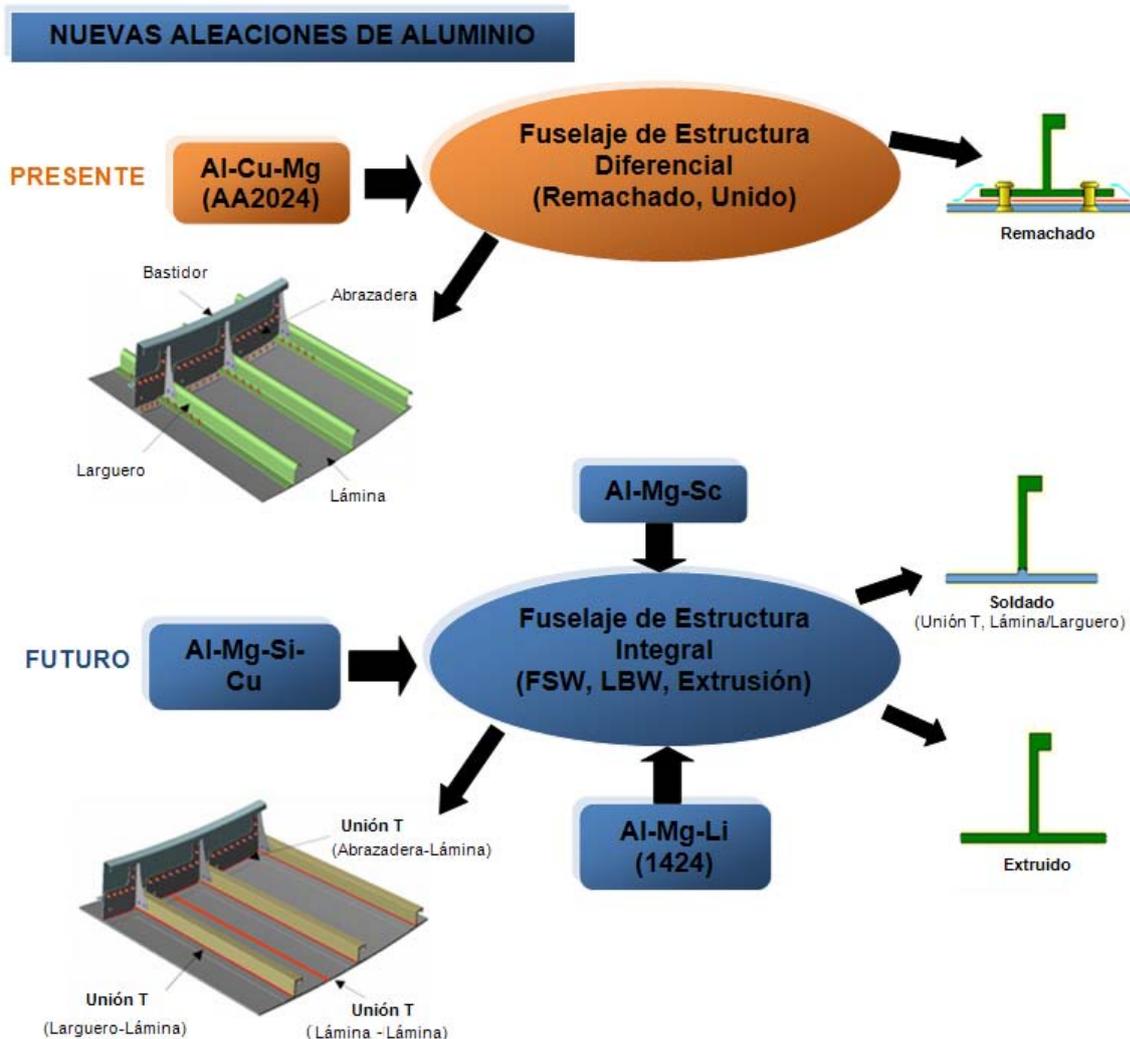


Fig. 1.3 Nuevas aleaciones de Al en la industria aeronáutica [15]

1.2. ALEACIONES Al-Mg

Las aleaciones Al-Mg (serie 5XXX) se desarrollaron inicialmente en la década de 1930 en respuesta a las demandas de materiales en forma de lámina con mayor resistencia mecánica, mejor conformado y altos niveles de resistencia a la corrosión. El Mg puede disminuir la densidad del Al en aproximadamente un 0.5% por cada 1% (en peso) de Mg en solución sólida [10], pero la influencia más importante del Mg es su capacidad para promover el endurecimiento del Al a través del trabajo en frío.

A diferencia de las aleaciones tratables térmicamente estos materiales derivan su resistencia mecánica principalmente a través del endurecimiento por trabajo en frío, del endurecimiento por solución sólida y en menor medida por los efectos del tamaño de grano. Las aleaciones comerciales contienen hasta 6% de Mg, en donde la mayor parte de Mg se encuentra en solución sólida, pero conforme la solubilidad disminuye con la temperatura, se produce la expulsión de Mg para formar la fase Al_3Mg_2 en los límites de grano y en las regiones de tensión localizadas dentro de la microestructura, provocando efectos perjudiciales sobre la resistencia a la corrosión derivada de la naturaleza anódica de esta fase con respecto a la matriz [2,8].

Para este sistema de aleación la precipitación se produce lentamente a temperatura ambiente y es equivalente a la de las aleaciones endurecidas por envejecimiento, pero en este caso la naturaleza de la fase Al_3Mg_2 es tal que no causa ningún endurecimiento significativo y resulta perjudicial para las propiedades de la aleación. Por lo tanto, el tratamiento térmico de envejecimiento no se aplica al sistema Al-Mg, aunque existen aleaciones de fundición que permiten endurecerse por precipitación cuando el contenido es de 7-8% (en peso) de Mg.

Por un lado las aleaciones de bajo Mg tienen la mejor capacidad de conformado, y a medida que la concentración de Mg crece, la fluidez de la aleación aumenta durante el proceso de fundición, mientras que la resistencia a la corrosión (especialmente corrosión bajo tensión y exfoliación) por el contrario disminuye, deteriorando las propiedades mecánicas durante servicio a elevadas temperaturas.

Si la concentración de Mg es inferior al 6%, no hay tendencia a la corrosión intergranular, no obstante, ésta última se puede activar si la temperatura aumenta por encima de 70°C. Para servicio en o por encima de esta temperatura en ambientes ligeramente corrosivos, el contenido de Mg debe estar limitado a un máximo de 3% de Mg, sin embargo, si se requiere obtener niveles de resistencia mecánica que se acerquen al régimen de las aleaciones de endurecimiento por precipitación, la concentración de Mg debe mantenerse en el límite superior [4], aunque en la práctica, las aleaciones que contienen más de 6% de Mg rara vez se utilizan en la condición de trabajo en frío, dado que pueden ser susceptibles a la corrosión por tensión. Para evitar esto, se aplica un tratamiento estabilizador (alivio de esfuerzos), que tiene poco efecto sobre las propiedades mecánicas del material, pero reduce sustancialmente la susceptibilidad a la corrosión por tensión.

Las características distintivas de las aleaciones 5XXX son: alta ductilidad, combinada con resistencia mecánica media, excelente resistencia a la corrosión (superior a otras series de Al) y alta calidad de capacidad de anodizado y soldabilidad que resultan en muchas aplicaciones para la exposición al aire libre. Otra característica del sistema Al-Mg es la baja tendencia a la fisuración en caliente que permite soldarlas.

1.2.1. Diagrama de fases Al-Mg

Como se observa en el diagrama de fases Al-Mg (Fig.1.4), el sistema Al-Mg forma un eutéctico; $L \rightarrow (Al) + Mg_2Al_3$ a 450°C y a una composición de 35 % (en peso) de Mg. Las fases sólidas en equilibrio del sistema son [16]:

(1) La solución sólida de (Al) con estructura fcc y solubilidad máxima de 14.9% de Mg en el punto eutéctico y disminuye hasta 1.7 % (en peso) a temperatura ambiente.

(2) La solución sólida de (Mg) con estructura hexagonal compacta (cph) y con solubilidad máxima de Al de 11.8 % (atómico) a una temperatura eutéctica de 437°C.

(3) La fase β con composición Al_3Mg_2 y con una compleja estructura fcc. Esta fase, a baja temperatura sufre una transformación martensítica a otra estructura de baja simetría que puede ser una distorsión de la estructura . El máximo intervalo de composición de β es aproximadamente 38.5- 40.3% (atómico) de Mg [16].

(4) La línea de la fase R con composición de 42% (atómico) Mg y con un intervalo de aproximadamente $\pm 0.3\%$ (atómico). Esta fase se forma por la reacción peritectoide; $\beta + \gamma \rightarrow \text{R}$ a 370°C y sufre una transformación inversa; $\text{R} \rightarrow \beta + \gamma$ por debajo de 320°C .

(5) La fase γ con estructura αMn . A 450°C y con un rango de composición máxima aproximada de 45-60% (atómico) de Mg, pero la estructura cristalina ideal tiene estequiometría $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ en 58,6% (atómico) de Mg.

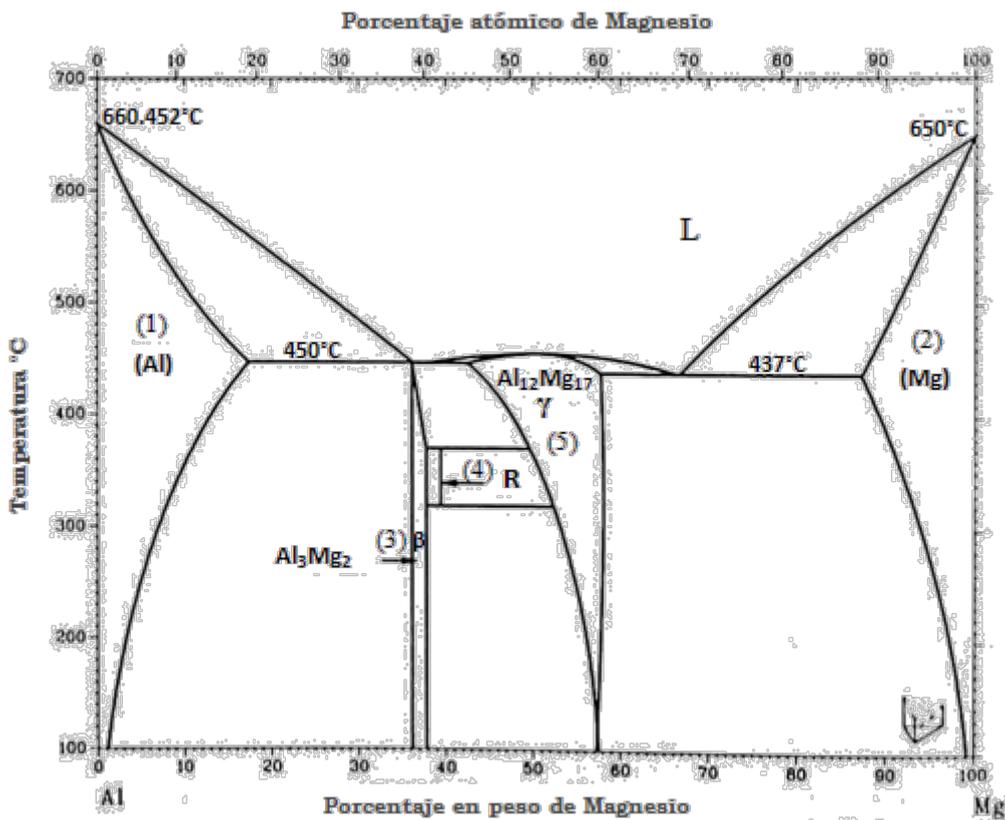


Fig. 1.4 Diagrama de fases Al-Mg [16]

1.2.2. Precipitación

Un gran número de aleaciones comerciales de la serie 5XXX se producen y utilizan en condiciones en las cuales la matriz está sobresaturada, provocando así, la fuerza impulsora para la precipitación del Mg que está en solución. La precipitación sigue la clásica secuencia $\alpha_{Al_{SSS}} \rightarrow \text{Zonas GP} \rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta$, donde $\alpha_{Al_{SSS}}$ es la solución sólida sobresaturada obtenida por enfriamiento rápido (temple), GP se refiere a las zonas Guinier–Preston, β'' con estequiometría Al_3Mg , es una fase ordenada $L1_2$ que aparece como precipitados esféricos coherentes, β' de composición aproximada Al_3Mg_2 y principal precipitado de endurecimiento, es una fase intermedia hexagonal semi-coherente con parámetro de red $a = 1.002$ nm y $c = 1.636$ nm y β que tiene estequiometría Al_3Mg_2 es la fase de equilibrio, cuyo parámetro de red es $a = 2.824$ nm. [17]. Dependiendo de la temperatura de envejecimiento y como se observa de la secuencia de precipitación, se puede formar más de una fase metaestable (β'' y β'). Estas fases no son más que precipitados metaestables de la fase β estable, pero los precipitados de la fase β' se forman por nucleación directa de las zonas GP. La fase β' es muy estable a baja temperatura y típicamente, la transformación a la fase de equilibrio (β) no se observa incluso después de tiempos muy largos de envejecimiento [2,17].

El rango de temperaturas más óptimo para los tratamientos de precipitación del Al_3Mg_2 oscila entre 200 y 300°C. Dicha precipitación ocurre preferencialmente en los planos cristalográficos $\{100\}$ seguidos del $\{120\}$ y se acelera si la aleación es severamente trabajada en frío, provocando la recuperación del material que resulta en un reblandecimiento neto de la aleación [2].

1.2.3. Elementos aleantes

El sistema Al-Mg permite agregar un tercer elemento aleante para mejorar ciertas propiedades mecánicas. Un requisito para tal adición es que el elemento adicional proporcione endurecimiento por trabajo en frío, pero que no interactúe químicamente con el Mg y lo remueva de la solución sólida [10]. A continuación se describe brevemente la influencia de algunos elementos aleantes sobre este sistema.

Hierro

El Fe es la impureza más común encontrada en el Al y en ausencia de manganeso y silicio, genera la fase Al_3Fe en forma de inclusiones aciculares (cristales relativamente gruesos) que reducen drásticamente el nivel de propiedades mecánicas como: la ductilidad, la resistencia a la fluencia y a la fatiga. Sin embargo, tiene un efecto de endurecimiento limitado en las aleaciones con bajos contenidos de Mg (<2%) y a veces se añade intencionadamente para proporcionar un ligero aumento en la resistencia mecánica y para incrementar la temperatura de recristalización [10].

Silicio

El Si se agrega en concentraciones de hasta 1,7% (en peso) para mejorar la fluidez y por ende la colabilidad de las aleaciones Al-Mg, pero reduce muy significativamente la plasticidad de este sistema de aleación. Trabajos reportados en la literatura indican que el Si mejora la respuesta del sistema Al-Mg al tratamiento de envejecimiento [18]. El Si se combina con el Mg para formar siliciuro de magnesio (Mg_2Si), en su mayoría insoluble, especialmente en las aleaciones con más de 3-4% de Mg [19]. El contenido de Si está por lo general estrechamente controlado en las aleaciones Al-Mg [10].

Manganeso

El Mn se utiliza a menudo en cantidades de hasta 1% (en peso) Mn para reducir el efecto de la corrosión intergranular y para neutralizar la influencia negativa del Fe sobre la resistencia a la corrosión. La adición de Mn también consiste en mejorar el endurecimiento por deformación sin una apreciable reducción de ductilidad en las aleaciones con bajos contenidos de Mg, debido a que puede entrar completamente en la matriz de Al, resultando en un endurecimiento significativo por solución sólida. En aleaciones con altos contenidos de Mg la solubilidad del Mn decrece y el tamaño de sus partículas tiende a crecer. A niveles más altos de Mg, el Mn se precipita como dispersoides Al_6Mn , que retardan la recristalización, y por lo tanto mejoran en gran medida la tasa de endurecimiento por trabajo en frío [8,10].

Zinc

El Zn en concentraciones de hasta 1.5-2% (en peso) provoca un ligero aumento en la resistencia mecánica de la aleación, pero con un poco o casi nulo efecto sobre la resistencia a la fluencia. La presencia conjunta de Mg y Zn permite lograr un aumento significativo en la resistencia mecánica debido a la precipitación de la fase T' ($\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}$). Es recomendable que la concentración total de Mg y Zn no exceda el 6-7%, dado que habría un incremento en el agrietamiento por corrosión. A diferencia del cobre, el zinc tiende a incrementar el potencial electrofítico de la aleación [10,19]

Cobre

El Cu proporciona un aumento sustancial en la resistencia mecánica e induce el endurecimiento por precipitación que resulta en severos problemas de segregación. En la mayoría de los casos es una impureza perjudicial porque durante la solidificación puede formar la fase $\text{Al}_6\text{Mg}_4\text{Cu}$, la cual reduce la plasticidad, la resistencia a la corrosión y el potencial eléctrico de la aleación [19].

Cromo

El cromo (Cr) tiene una tasa de difusión lenta y forma fases finas dispersas que inhiben la nucleación y crecimiento de grano. El Cr se puede añadir en lugar del Mn para conseguir el mismo efecto que tiene el Mn sobre las aleaciones Al-Mg, 0.2% de Cr es equivalente a 0.4% de Mn. Las adiciones de Cr en cantidades generalmente no superiores a 0.35% se especifican en las aleaciones con altos contenidos de Mg para reducir la susceptibilidad a la corrosión intergranular [10].

Titanio, Zirconio y Berilio

El sistema de aleación Al-Mg contiene adiciones auxiliares de titanio, zirconio y berilio. Por un lado, el titanio y el zirconio se emplean como refinadores de grano y, por lo tanto, generan un incremento en la resistencia a la fluencia y en la temperatura de recristalización de este tipo de aleaciones. El berilio no presenta ningún efecto apreciable en las propiedades mecánicas del sistema Al-Mg, pero se utiliza para reducir la oxidación del Mg a alta temperatura, especialmente en el estado líquido [19]. El efecto del Sc en las aleaciones Al-Mg se describirá en el apartado 1.4.

1.2.4. Propiedades mecánicas

Como ya se mencionó, la resistencia mecánica de las aleaciones de la serie 5xxx se controla principalmente mediante una combinación de endurecimiento por trabajo en frío, endurecimiento por solución sólida y en menor medida por el tamaño de grano. El Mg imparte un efecto limitado de endurecimiento por solución en las aleaciones recocidas. Tanto el esfuerzo de cedencia como el esfuerzo último se incrementan con el aumento en el contenido Mg, mientras que el alargamiento cae bruscamente incluso con pequeñas adiciones de Mg (Fig. 1.5).

Los valores de resistencia para el estado de recocido (“O”) oscilan desde 40 MPa en cedencia y 125 MPa en tracción para una aleación Al-0.8Mg (5005) hasta 160 MPa en cedencia y 310 MPa en tracción para la aleación 5456. Ésta última (5456) completamente endurecida mediante trabajo en frío (H19) puede alcanzar una resistencia a la fluencia cercana a los 400 MPa aunque la ductilidad y la capacidad de conformado son limitadas.

En este sistema de aleación el módulo de elasticidad se reduce por la adición de Mg, pero se incrementa por la mayoría de los otros elementos aleantes. El efecto es acumulativo y el resultado es un módulo poco diferente al del Al puro para las aleaciones con 5-6% de Mg, pero ligeramente inferior cuando el contenido de Mg es superior.

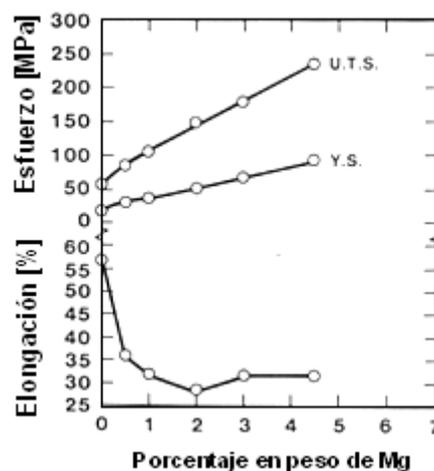


Fig. 1.5 Efecto del Mg en las propiedades de las aleaciones Al-Mg recocidas [10]

Las aleaciones Al-Mg muestran un aumento más rápido en la resistencia a la tracción que en el límite elástico, lo que indica que el Mg promueve el endurecimiento por trabajo en frío. Este fenómeno se atribuye hoy al efecto del Mg en disminuir la energía por falla de apilamiento y a la retención de la red deformada. La disminución de la energía por falla de apilamiento reduce la capacidad de movimiento de las dislocaciones resultando en una alta tasa de endurecimiento por trabajo en frío (Fig. 1.6) [2,10]. Conforme se aumenta el contenido de Mg, la retención de la red deformada aumenta, por lo tanto, la tendencia a la recuperación dinámica y reordenamiento de dislocaciones en configuraciones de energía más baja se reduce, con un aumento en el contenido de dislocaciones y una distribución de dislocaciones más uniforme en la aleación [10,19].

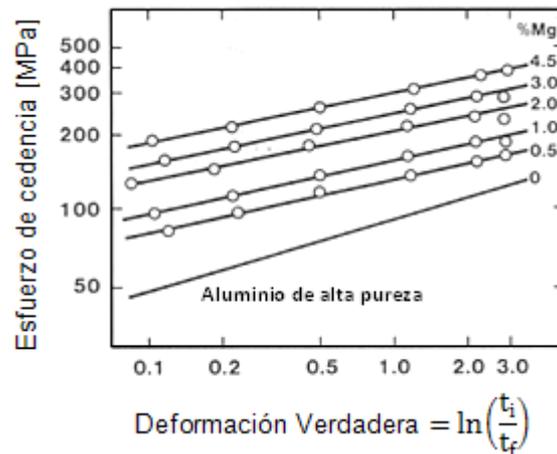


Fig. 1.6 Respuesta al endurecimiento por deformación del Al de alta pureza y de las aleaciones Al-Mg durante el proceso de laminación ^[10]

Otro efecto que surge al aumentar el contenido de Mg en el sistema de aleación Al-Mg es el tamaño de grano después de someter las aleaciones a un tratamiento de recocido posterior a una deformación. De la Fig. 1.7 se observa que si el contenido de Mg es de 3,5% se obtiene un tamaño de grano más fino después de que se ha aplicado una deformación y un tratamiento de recocido a la aleación [2,10]. Durante el recocido, las aleaciones con un mayor contenido de Mg pierden en mayor proporción su resistencia a la tracción a través de la recuperación a diferencia de las aleaciones con bajos contenidos de Mg que la pierden más a través de la recristalización (Fig. 1.8a).

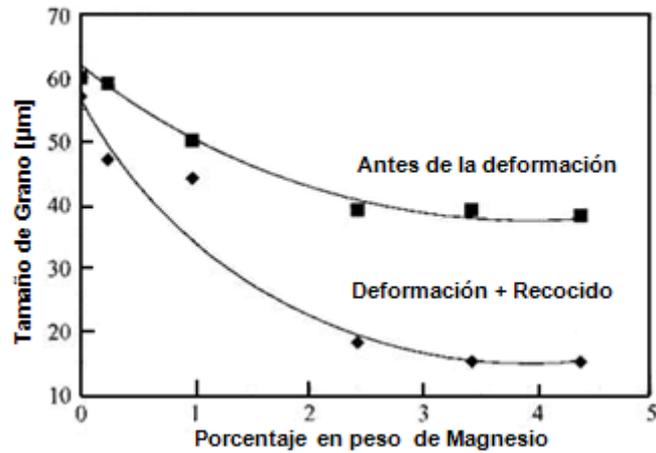


Fig. 1.7 Efecto del contenido de Mg en el tamaño de grano para aleaciones Al-Mg sometidas a un recocido [10]

La Fig. 1.8b muestra que para las aleaciones recocidas parcialmente, con mayor concentración de Mg, tendrán mayor alargamiento a causa de un mayor grado de recuperación. Aumentando la concentración de Mg y disminuyendo la temperatura de recocido disminuye el tamaño de los subgranos recuperados, lo que resulta en mayor resistencia retenida.

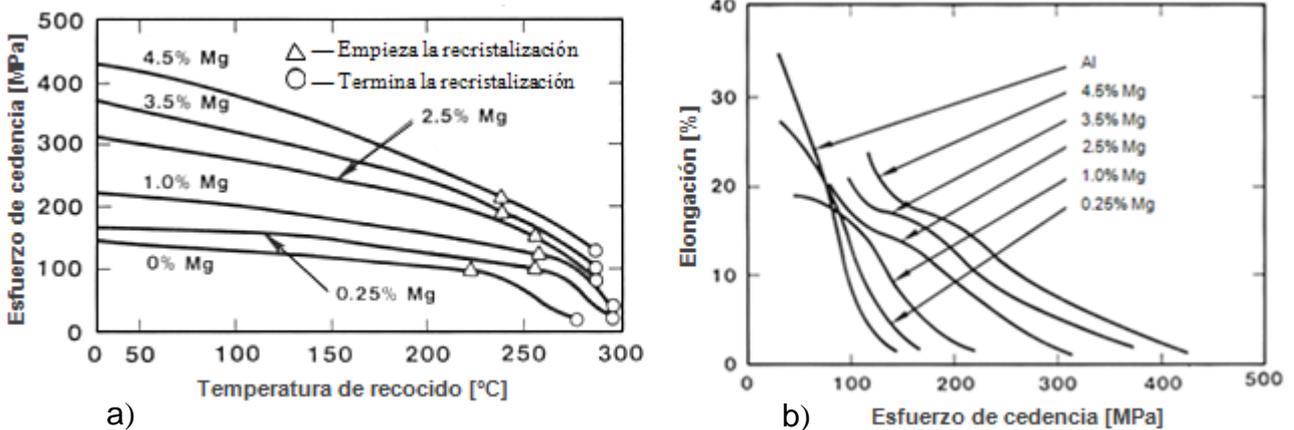


Fig. 1.8 a) Curvas de recocido parcial para una serie de aleaciones Al-Mg laminadas en frío a un 70% de deformación, b) recuperación de la elongación con disminución en la resistencia mecánica de las aleaciones mostradas en (a) [10]

1.2.5. Aplicaciones

Las aleaciones del sistema Al-Mg se utilizan preferentemente en la fabricación de latas, utensilios caseros, postes de alumbrado, en la industria aeroespacial, aeronáutica, automotriz, en la construcción naval y otras áreas donde los artículos deben estar trabajando en atmósfera húmeda (por ejemplo, las secciones internas del casco, hélices) y en aplicaciones criogénicas, mientras que las aleaciones de fundición se utilizan principalmente en la manipulación de los alimentos lácteos y en procesos químicos [2]. Las aleaciones con mayor contenido de Mg se utilizan en aplicaciones estructurales donde la resistencia a la fractura y resistencia a la fatiga, y la soldabilidad son importantes.

1.2.6. Problemáticas

Todos los beneficios que brindan las aleaciones Al-Mg no están exentos de ciertos inconvenientes. Por un lado como ya se ha mencionado, las aleaciones que contienen aproximadamente más de 3% de Mg son susceptibles de agrietamiento por corrosión bajo tensión y corrosión por exfoliación a menos que la microestructura se controle cuidadosamente, y por otro lado, las aleaciones deformadas por trabajo en frío, a temperatura ambiente pierden parte de su resistencia mecánica alcanzada durante el conformado [19].

Esta serie de aleaciones tiene una temperatura de recristalización baja y a diferencia de otros sistemas de aleación, son más difíciles de manejar en la fundición y requieren cuidado especial en el vaciado por ser susceptibles a la oxidación.

También son muy sensibles a las impurezas de Fe, que crecen con mayores concentraciones de Mg. Esto es debido a la influencia del hierro no sólo sobre las propiedades mecánicas, sino también sobre la resistencia a la corrosión. Por eso, es una práctica normal preparar estas aleaciones de los grados superiores de Al (99,7 o superior) para obtener la máxima resistencia a la corrosión y la reflectividad, por lo que los contenidos de Fe y Si son generalmente más bajos que en otras aleaciones de Al.

1.3. ALEACIONES Al-Sc

Los trabajos de investigación sobre el efecto del Sc en la estructura y propiedades de las aleaciones de Al se iniciaron en Rusia de forma simultánea en el Instituto de Metalurgia Baikov y en el Instituto de Aleaciones Ligeras a finales de la década de los 60's [20]. Pero fue hasta 1971 cuando el interés por el Sc como elemento aleante de las aleaciones de Al creció notablemente con la publicación de la patente de Willey en los Estados Unidos. Él encontró que la adición de Sc en pequeñas cantidades (0.1-1.0%) a un número de aleaciones de Al, mejoraba considerablemente las propiedades mecánicas de dichas aleaciones [21].

Las aleaciones Al-Sc se caracterizan por tener una resistencia a la corrosión y soldabilidad superior a otras aleaciones de Al. Son aleaciones ligeras muy resistentes, tienen una notable capacidad para retardar la recristalización a altas temperaturas homólogas, resultan ser muy adecuadas para operaciones de conformado superplástico e inducen el endurecimiento por precipitación. [22]. También se ha demostrado que pequeñas adiciones de Sc a la aleación de base, así como a las aleaciones de material de aporte para soldadura tienen una influencia benéfica sobre la soldabilidad y la resistencia al agrietamiento en caliente de las aleaciones de Al.

Hoy en día, las aleaciones se utilizan en la industria aeroespacial y para la fabricación de equipo deportivo de alto desempeño (estructuras de bicicletas, palos de golf, bates de béisbol, etc.). También existe un creciente interés por parte de la industria, pero el precio de las aleaciones Al-Sc es todavía demasiado alto para la mayoría de aplicaciones comerciales. Sin embargo, se están realizando esfuerzos para extender el proceso Bayer para producir Sc a partir del óxido de escandio junto con la extracción de Al. Esto permitiría reducir los costos del Sc enormemente y se espera por lo tanto que el Sc se utilice más ampliamente en un futuro próximo [23].

Existen tres razones principales para agregar Sc a las aleaciones de Al: refinamiento del grano durante la fundición y soldadura, endurecimiento por precipitación y aumento de la temperatura de recristalización. No obstante, el efecto del Sc depende de la composición y del tipo de aleación [20]. Los efectos antes mencionados serán discutidos a detalle en el apartado 1.3.3 de este trabajo.

1.3.1. Diagrama de Fases Al-Sc

Para comprender el efecto del Sc sobre las aleaciones de Al, el diagrama de fases Al-Sc y la descripción de la fase Al_3Sc es un buen punto de partida. La Fig. 1.9 muestra el diagrama de fase binario Al-Sc [16]. El primer estudio de la gama de composición entera fue realizado por Naumkin et.al. [24]. Ellos mostraron que en este sistema existen cuatro compuestos estables: Al_3Sc , Al_2Sc , AlSc y AlSc_2 , todos con rangos estrechos de homogeneidad. La fase que está en equilibrio termodinámico con el Al es el compuesto Al_3Sc que funde aproximadamente a 1320°C .

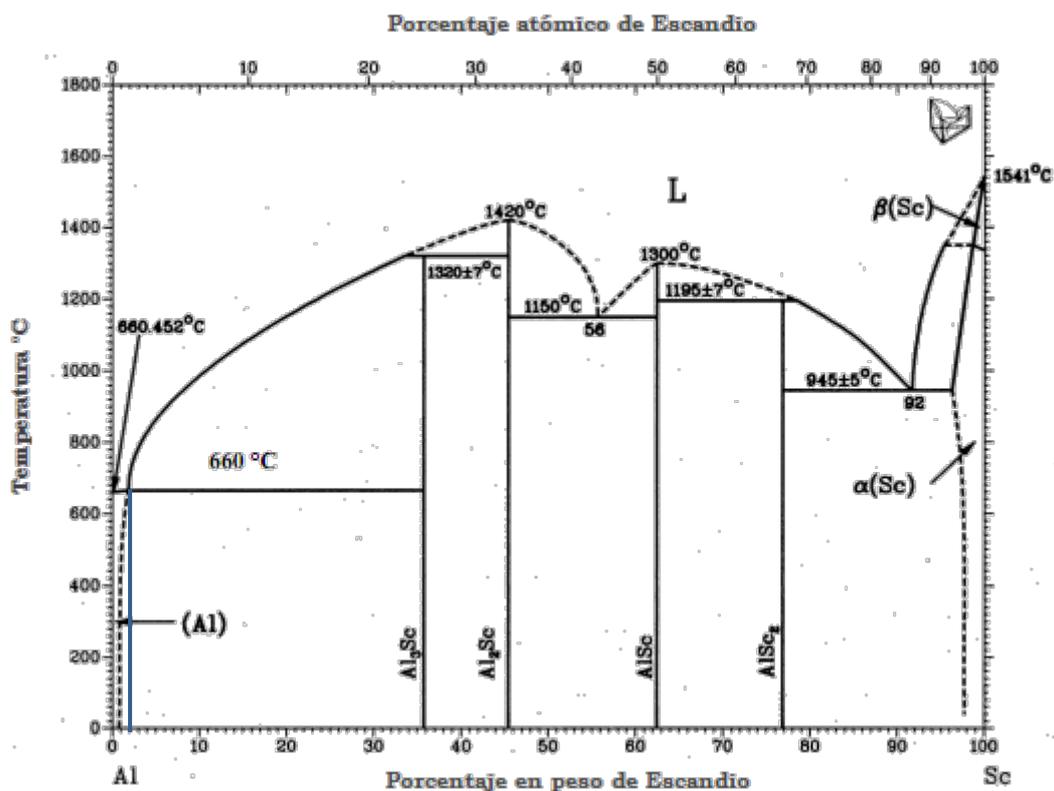


Fig. 1.9 Diagrama de Fases Al-Sc [16]

Como se puede ver en el extremo rico en Al del diagrama de fases, se forma un eutéctico; $L \rightarrow (\text{Al}) + \text{Al}_3\text{Sc}$ (Fig. 1.10). J. Røyset y N. Ryum reportaron que la temperatura eutéctica es de 659°C , y la concentración de Sc en el punto eutéctico es aproximadamente de 0.55 % (en peso). La máxima solubilidad del Sc en Al es aproximadamente de 0.35% (en peso) [22]. Esta solubilidad de por sí, muy baja, se reduce aun más al enfriarse el material. Por ejemplo, a 500°C sólo 0.075% de Sc (en peso) se disuelve en la matriz de Al [24].

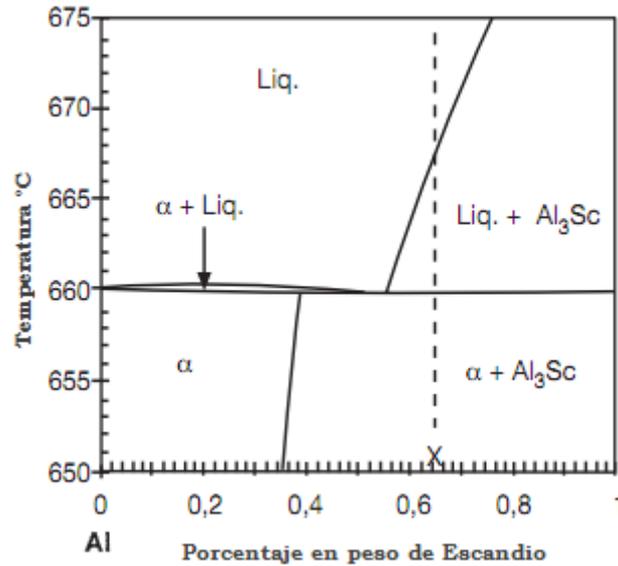


Fig. 1.10 Bosquejo del extremo rico en Al del diagrama de fases Al-Sc. La línea representa una composición hipereutéctica arbitraria [25]

1.3.2. La fase Al₃Sc

De las aleaciones Al-Sc, la fase que se obtiene a través de la descomposición de la solución sólida sobresaturada (Al), es la fase Al₃Sc, que forma finos precipitados coherentes con la matriz de Al. Para comprender mejor los efectos del Sc sobre las aleaciones de Al es esencial conocer la microestructura de ésta fase. Los primeros en describir la estructura de la fase Al₃Sc fueron Rechkin y sus colaboradores en 1964. Ellos encontraron que la estructura cristalina era cúbica con un parámetro de red de 0.410 nm. Años más tarde, se logró determinar que la cristalografía era una estructura ordenada del tipo L₁₂, grupo espacial Pm3m [24].

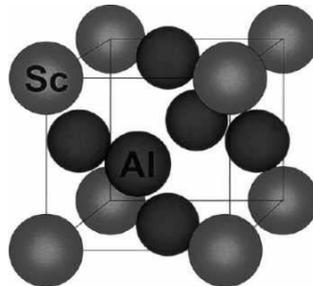


Fig. 1.11 Arreglo atómico de la fase Al₃Sc [22]

En la Fig. 1.11, se muestra la disposición atómica de la fase Al_3Sc . La estructura parece ser fcc, pero de hecho es cúbica simple con una base que consiste de un átomo de Al y tres de Sc. El espacio reticular es de 4.105 \AA a temperatura ambiente y se determinó con gran precisión utilizando difracción de rayos X. La densidad de ésta fase es de 3.03 g/cm^3 y el desajuste reticular con la matriz de Al es de $\delta = 1.36\%$ [20,22].

1.3.3. Efectos del Sc en las aleaciones de aluminio

La mayoría de los efectos de la adición de Sc en las aleaciones de Al están directamente relacionados con la formación de las partículas de la fase Al_3Sc en diferentes condiciones: la solidificación o el procesamiento (conformado o tratamientos térmicos) en un rango de temperaturas de $250\text{-}600^\circ\text{C}$.

Efecto de antirecristalización

El Sc es el elemento más eficaz para inhibir la recristalización en aleaciones de Al (Fig. 1.12). La razón principal de hacer una adición de Sc a las aleaciones de Al es aumentar la temperatura de recristalización de los semi-productos de forja por encima de la temperatura del tratamiento térmico de solución (en el caso de las aleaciones tratables térmicamente) y por encima de la temperatura de recocido (en el caso de las aleaciones no tratables térmicamente) [20].

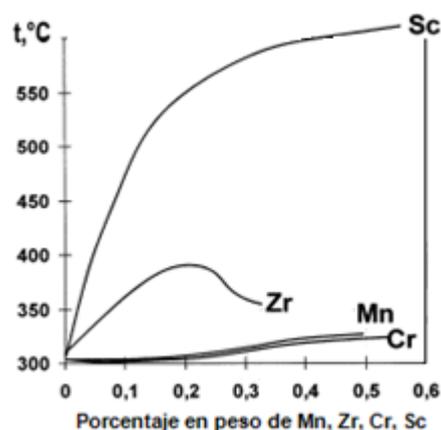


Fig. 1.12 Temperatura de recristalización (50% de recristalización) de aleaciones binarias Al-X (X= Mn, Zr, Cr, Sc) laminadas vs Contenido de Mn, Zr, Cr, Sc [20]

La alta eficiencia del Sc para inhibir la recristalización se atribuye a la alta densidad (gran número de partículas por unidad de volumen de la matriz) de partículas secundarias (dispersoides) de Al_3Sc . Debido a la similitud entre redes cristalinas de la matriz de Al y la fase Al_3Sc en términos de su estructura y tamaño, las partículas de fase Al_3Sc precipitan de manera homogénea a partir de la descomposición de la solución sólida como partículas esféricas estables y totalmente coherentes con la matriz. La descomposición de la solución sólida sigue la secuencia de una etapa de incubación y nucleación inicial, un crecimiento rápido de partículas secundarias Al_3Sc y posteriormente un crecimiento gradual de dichas partículas. No se observan zonas GP o precipitados metaestables [20,22].

El espacio pequeño entre partículas asegura un efecto drástico de antirecristalización, que se retiene mientras la coherencia entre la partícula y de la matriz existe. Cuando se pierde la coherencia, se produce un crecimiento rápido de las partículas entre partículas incremento de los espacios y el efecto de antirecristalización desaparece prácticamente [20].

Refinamiento de grano

Con el fin de obtener refinamiento de grano en las aleaciones Al-Sc, la concentración de Sc debe ser superior al 0.55% (en peso), es decir, aleaciones hipereutécticas. Esto se debe a que la acción de inoculación del Sc se manifiesta por encima de ésta concentración. En este tipo de aleaciones, las partículas primarias de la fase Al_3Sc son las primeras en cristalizar y sirven como centros de nucleación de la solución sólida de Al durante la solidificación. La capacidad de refinamiento de grano por parte del Sc, también se ve afectada al mismo tiempo, por la formación de un gran número de partículas Al_3Sc en unidad de volumen fundido [20,25].

Autores como Davydov, Filatov y Zakharov [20,21] también atribuyen la eficiencia de inoculación del Sc a la similitud en tamaño y estructura de la fase Al_3Sc con la matriz de Al. Se considera que ésta similitud cristalográfica es la causa principal de los efectos tan drásticos del Sc sobre las aleaciones de Al.

Endurecimiento por precipitación

La formación de las partículas secundarias de la fase Al_3Sc (finos precipitados) que resultan de la descomposición de la solución sólida de Al sobresaturada de Sc en los rangos de temperatura de 250°C a 400°C, también dan lugar a un endurecimiento por precipitación significativo dado que bloquean el movimiento de las dislocaciones. Las dimensiones de los precipitados Al_3Sc dependen de la temperatura de envejecimiento, la concentración de Sc y el tiempo de envejecimiento [26].

Estudios previos de las aleaciones de Al que contienen entre 0.2-0.5% (en peso) de Sc [21,24,26] han demostrado que por debajo de 350°C se pueden formar finos precipitados Al_3Sc coherentes y homogéneamente distribuidos con un parámetro de red desajustado de 1.25%. Estos precipitados son muy estables con respecto al crecimiento, incluso para tiempos largos de envejecimiento, y su tamaño está entre 4-10 nm. La baja tasa de crecimiento de dichos precipitados se explica parcialmente por la baja solubilidad del Sc en Al.

La estabilidad de los precipitados Al_3Sc contra el crecimiento a 350°C es una mejora significativa en comparación con las aleaciones comerciales de endurecimiento por precipitación que limita su aplicación por debajo de temperaturas de 220°C. Mientras que la microestructura de las aleaciones convencionales de la serie 2xxx y 6xxx seguirán creciendo cuando se somete a temperaturas moderadas de (150-220°C) los precipitados Al_3Sc se mantendrá pequeños y coherentes [27]. Pero cuando se aplica un envejecimiento por encima de 400°C los precipitados Al_3Sc comienzan a crecer y pierden coherencia con la matriz cuando su tamaño excede los 20-30 nm [22].

Parece muy difícil diseñar un proceso termomecánico mediante el cual se pueda obtener un endurecimiento por precipitación completo a partir de los precipitados Al_3Sc en las aleaciones tratables térmicamente comunes. Por lo tanto, parece ser más factible el uso del Sc para promover el endurecimiento por precipitación mediante la fase Al_3Sc en las aleaciones no tratables térmicamente (1XXX, 3XXX y 5XXX) que las aleaciones tratables térmicamente (2XXX, 6XXX y 7XXX).

1.4. ALEACIONES Al-Mg-Sc

En los años comprendidos entre 1970-1980 varios investigadores intentaron la adición de un tercer elemento a las aleaciones de Al-Mg para mejorar su resistencia mecánica, en especial el esfuerzo de cedencia. Pero fue Willey en 1971 quién propuso la adición de Sc como elemento aleante para mejorar la resistencia mecánica de las aleaciones de Al (incluyendo la serie 5XXX). El límite de solubilidad de Mg y Sc en Al sólido a la temperatura del eutéctico en el sistema ternario es 10.5% de Mg y 0.007% Sc en comparación con 14.9% de Mg en el sistema binario [28].

En las aleaciones Al-Mg-Sc a parte del endurecimiento obtenido por solución sólida con el Mg, también se pueden emplear los mismos mecanismos de endurecimiento que se producen en las aleaciones Al-Sc: refinamiento del grano, endurecimiento por precipitación y endurecimiento estructural debido a la inhibición de la recristalización incluso a grandes niveles de deformación plástica y altas temperaturas de recocido. Pero con la diferencia de que la aleación de Al con Mg aumenta el parámetro de red de la matriz de Al y provoca una mayor reducción en el desajuste reticular de $\delta=0.54\%$ entre los precipitados Al_3Sc y la matriz [29]. Debido a este desajuste reticular más pequeño, la coherencia de los precipitados Al_3Sc se mantiene a mayores temperaturas ($450^\circ C$) y a exposiciones más largas (hasta 10 hrs.) asegurando una mayor estabilidad térmica de las aleaciones Al-Mg-Sc. Sólo cuando los precipitados Al_3Sc alcanzan un tamaño de 62 nm la coherencia entre la matriz y los precipitados se pierde.

Trabajos reportados en la literatura como el de Filatov y colaboradores [30] muestran que la nueva serie de aleaciones Al-Mg-Sc (01515, 01523, 01535, 01545, 01570 y 01571) tiene incrementos considerables en el esfuerzo último a la tracción y en el esfuerzo de cedencia, en comparación con las aleaciones Al-Mg libres de Sc. Por ejemplo, la aleación 1570 es 100 MPa más resistente que su homóloga libre de Sc. Otro estudio como el de Musin et al., [31] demuestra que las aleaciones Al-Mg-Sc, con tamaño de grano ultra-fino producidas mediante la extrusión sobre un canal angular (ECAE), poseen propiedades de superplasticidad y pueden alcanzar alargamientos a la tracción de 1000%. Cabe resaltar que es la presencia de los precipitados Al_3Sc quienes favorecen la estabilidad de la microestructura (necesaria para obtener dichos alargamientos) inmovilizando la estructura de los subgranos.

CAPÍTULO II “TRATAMIENTOS TÉRMICOS Y PROCESOS TERMOMECAÑICOS”

2.1. FUNDICIÓN

La fundición es uno de los procesos de manufactura más antiguos que se remonta 6 mil años atrás. El principio de operación consiste en procesar los metales y aleaciones a elevadas temperaturas para luego vaciarlos sobre un molde que tiene la geometría del producto a fabricar donde se le deja solidificar y enfriar.

El fenómeno de fusión se puede explicar de la siguiente forma; en un sólido cristalino, los átomos que lo componen vibran respecto a su posición en la red; la vibración es mínima en el cero absoluto. Sin embargo, al calentar el sólido, los átomos vibran en amplitudes siempre crecientes y cuando se alcanza una temperatura crítica (temperatura de fusión $-T_m-$), el sólido se funde y se convierte en líquido. Durante la fundición el orden cristalino de largo alcance del sólido se pierde en gran parte, aunque puede existir un orden de corto alcance extendiéndose a varios átomos. De esta forma, al fundirse, el sólido cristalino se transforma en un líquido amorfo que fluye por gravedad u otra fuerza dentro de un molde donde se solidifica y toma la forma de la cavidad del molde. Aproximadamente entre el 25-30% de los productos vaciados no sufre ninguna deformación plástica antes de ser utilizados, mientras que el resto de material vaciado se produce bajo la forma de lingotes que posteriormente se transforman mediante procesos de conformado al producto final [32].

En la fundición, los principales factores que determinan la optimización del proceso de fusión son: la composición química de la aleación, el intervalo de temperaturas de operación, el tipo de horno, la capacidad del horno y la velocidad de fusión. La composición química de la aleación determina la fluidez, los mecanismos de solidificación y la cantidad de calor requerida para que la aleación pase del estado sólido al líquido. Los intervalos de temperatura de operación están definidos por la composición química de la aleación y por el sistema de calentamiento del horno. El tipo de horno tiene que ver con su diseño y su fuente generadora de calor. Los distintos tipos de horno que existen son: de cubilote, giratorio, de reverbero, de crisol, de arco eléctrico, de túnel o de inducción [33].

La capacidad del horno, tipo de carga, condiciones de transferencia de calor y temperaturas de fusión requeridas determinan la velocidad de fusión. A continuación se describe brevemente los hornos empleados en la fabricación de las aleaciones analizadas en el presente trabajo.

2.1.1. Horno de arco eléctrico

Este tipo de hornos se componen de un electrodo superior y uno inferior conectado a un crisol conductor. El arco eléctrico pasa entre los electrodos a través del material a fundir (Fig. 2.1). La corriente para producir el arco se suministra a los electrodos por medio de un transformador que regula el voltaje y los parámetros de la corriente. El calentamiento se deriva del efecto Joule producido por la corriente a su paso por el material hasta el electrodo de retorno incrustado en el crisol. La fusión se lleva a cabo en una atmósfera controlada y los electrodos cuentan con un sistema de refrigeración que opera durante la fusión para evitar sobrecalentamiento en los electrodos.

En este tipo de horno es posible alear elementos con altos puntos de fusión como el silicio, boro, etc., y por lo general se utiliza para generar aleaciones maestras entre un material con alto punto de fusión y otro con bajo punto de fusión.

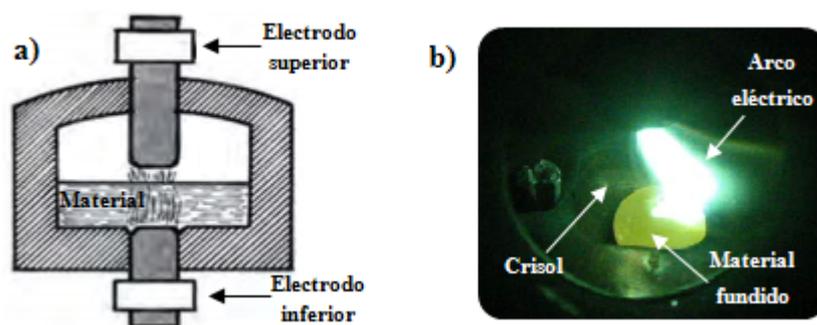


Fig. 2.1 Horno de arco eléctrico directo; a) esquema del horno ^[34], b) horno en funcionamiento

2.1.2. Horno de inducción sin núcleo

Los hornos de inducción sin núcleo son equipos eléctricos que utilizan una corriente inducida para fundir la carga (material). Es decir, consisten en una unidad de potencia o inversor que inyecta corriente de frecuencia alterna y variable a una bobina de cobre enfriada por agua (Fig.2.2). La corriente alterna que pasa por la bobina forma un campo electromagnético que penetra la carga y le induce una corriente que por efecto Joule funde la carga. Una vez que la carga está fundida, el campo y la corriente inducida agitan el metal.

El intervalo de capacidades de los hornos de inducción abarca desde menos de 1 kg hasta 320 toneladas y son utilizados para fundir toda clase de metales ferrosos y no ferrosos, incluso metales preciosos. El intervalo de frecuencias de operación de los hornos de inducción depende generalmente del tamaño del equipo, del metal que se quiere fundir y de la unidad de potencia. Los equipos pueden ser de baja frecuencia (50-60 Hz), de media frecuencia (150 a 10000 Hz) y de alta frecuencia (más de 10 kHz). La temperatura máxima que se alcanza en estos equipos sólo está limitada por el refractario y la eficacia del aislamiento frente a las pérdidas del calor [35].

La ventaja del horno de inducción es que es limpio, extremadamente rápido y uniforme, eficiente desde el punto de vista energético cuando se realiza correctamente, y es un proceso de fundición de metales más controlable que la mayoría de los demás modos de fundición de metales.

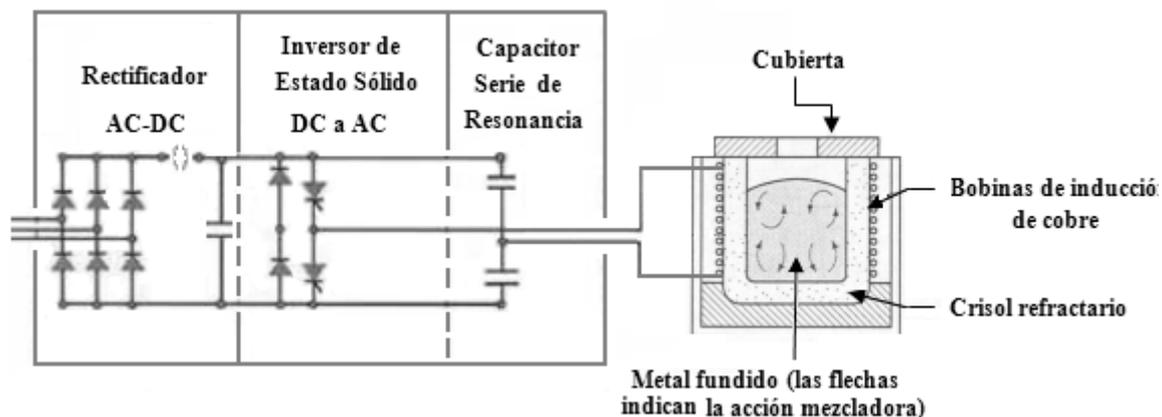


Fig. 2.2 Principales componentes del horno de inducción sin núcleo [33,35]

2.2. SOLIDIFICACIÓN

Los factores que determinan la transformación líquido-sólido (solidificación) son: la composición química de la aleación y los gradientes de temperatura, que controlan el flujo de calor de la pared del molde hacia el interior de la pieza. El proceso de solidificación difiere, dependiendo de si el metal es un elemento puro o una aleación, pero los mecanismos necesarios para llevar a cabo la solidificación son los mismos: una fuerza impulsora, la nucleación y el crecimiento. Existen dos formas en las cuales se pueden formar los núcleos: *nucleación homogénea* y *nucleación heterogénea*. La fuerza impulsora para llevar a cabo la transformación de líquido a sólido (ΔS) mediante la nucleación homogénea o heterogénea, considerando un volumen unitario, es el cambio en la energía libre del sistema dada por las ecuaciones:

$$\Delta G_{homogenea} = \frac{16}{3} \pi \frac{\gamma^3 T_m^2}{L^2 \Delta T} \quad \Delta G_{heterogenea} = \frac{16}{3} \pi \frac{\gamma^3 T_m^2}{L^2 \Delta T} f(\theta)$$

Donde:

γ - es la tensión superficial

ΔT - es el subenfriamiento

L - es el calor latente

T_m - es la temperatura de fusión del material

Cuanto mayor es el subenfriamiento, mayor es la energía libre (ΔG) disponible para llevar a cabo la transformación líquido-sólido. Grandes subenfriamientos generan muchos núcleos de tamaño pequeño y bajos subenfriamientos producen pocos núcleos pero de gran tamaño. La nucleación homogénea ocurre generalmente en metales puros mientras que la nucleación heterogénea es más común en aleaciones y depende de una función de ángulo de contacto $f(\theta)$ entre el sólido que se forma y el sustrato donde se lleva a cabo la nucleación [36].

Durante la nucleación, el núcleo se forma por el ordenamiento de los átomos en posiciones correspondientes a la red cristalina. Por debajo de la temperatura de fusión los átomos están en una condición altamente agitada, y se forman y desaparecen de manera continua cúmulos de átomos (núcleos). Los núcleos crecen por la deposición de más átomos en la misma orientación cristalográfica, pero sólo los núcleos que alcanzan un tamaño crítico son estables y capaces de crecer lo cual hacen sólo a temperaturas considerablemente por debajo de la temperatura de fusión [33].

Una vez que se ha producido la nucleación, la solidificación procede con el movimiento de la interfase sólido-líquido. Si la extracción de calor se hace a través de la fase sólida, la interfase es uniforme y se mueve hacia el líquido entonces se produce un crecimiento planar (Fig. 2.3a). Pero si existe acumulación de soluto y de calor por delante de la interfase, esto puede conducir a circunstancias en las que el líquido que está delante del frente de solidificación se subenfria. La interfase de este modo se vuelve inestable y pueden saltar, como disparadas, puntas cristalinas desde la interfase dentro del líquido. La estructura resultante puede volverse también muy complicada, con ramas secundarias formándose sobre las puntas primarias, y posiblemente con ramas terciarias formándose sobre las secundarias. El cristal ramificado resultante tiene, con frecuencia la apariencia de un pino en miniatura, y por tanto se le conoce como una dendrita (Fig. 2.3b) [32].

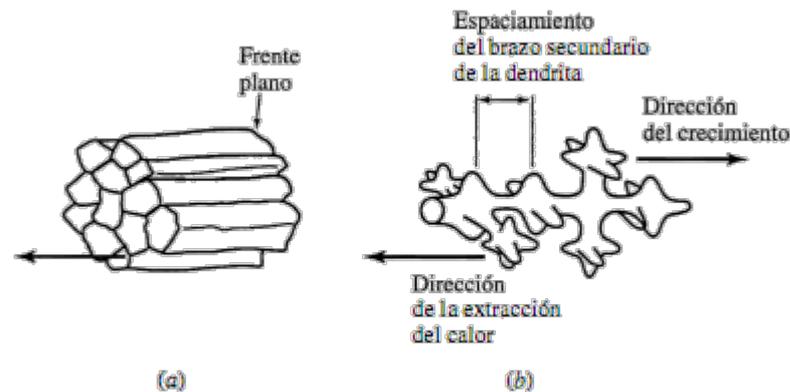


Fig. 2.3 Crecimiento de los cristales: a) un frente plano en metales puros, b) dendrítico en soluciones sólidas [32]

Las razones para el crecimiento ramificado de un cristal dentro de un líquido, cuya temperatura desciende adelante del sólido, no son difíciles de comprender. Cada que una pequeña sección de la interfase se encuentra delante de la superficie que la rodea, estará en contacto con un metal líquido a temperatura más baja. Su velocidad de crecimiento aumentará en relación a la superficie que la rodea, que está en contacto con un líquido a temperatura más elevada, y solamente debe esperarse la formación de una punta. Asociado con la formación de cada punta, está el desprendimiento de una cantidad de calor (calor latente de fusión). Este calor eleva la temperatura del líquido adyacente a cualquier punta dada y retarda la formación de otra formación similar sobre la interfase general en su vecindad inmediata. La dirección en la que crecen estas puntas es cristalográfica y se conoce como *dirección de crecimiento dendrítico* [37]. Dicha

dirección de crecimiento, depende de la estructura cristalina del metal, como se puede observar en la Tabla 2.1.

Tabla 2.1 Direcciones de crecimiento dendrítico en varias estructuras cristalinas [37]

<i>Estructura cristalina</i>	<i>Dirección de crecimiento dendrítico</i>
Cúbica centrada en las caras (fcc)	$\langle 100 \rangle$
Cúbica centrada en el cuerpo (bcc)	$\langle 100 \rangle$
Hexagonal Compacta (hcp)	$\langle 10\bar{1}0 \rangle$
Tetragonal centrada en el cuerpo	$\langle 110 \rangle$

Un metal puro solidifica a temperatura constante mientras el calor latente de fusión se libera. Durante este proceso, la intercara se mueve desde la superficie dentro de las paredes del molde hacia el interior. Esto conduce a la formación de granos columnares con sus ejes longitudinales apuntando de la superficie hacia el interior de la pieza colada. Además de los granos columnares, la estructura granular consiste en una capa exterior que contiene granos equiaxiales (Fig. 2.4a). Los granos equiaxiales finos en la superficie son el resultado de la gran rapidez de nucleación ocasionada por el subenfriamiento apreciable en las paredes del molde relativamente frías. La región de los granos equiaxiales también se conoce con el nombre de zona de enfriamiento rápido.

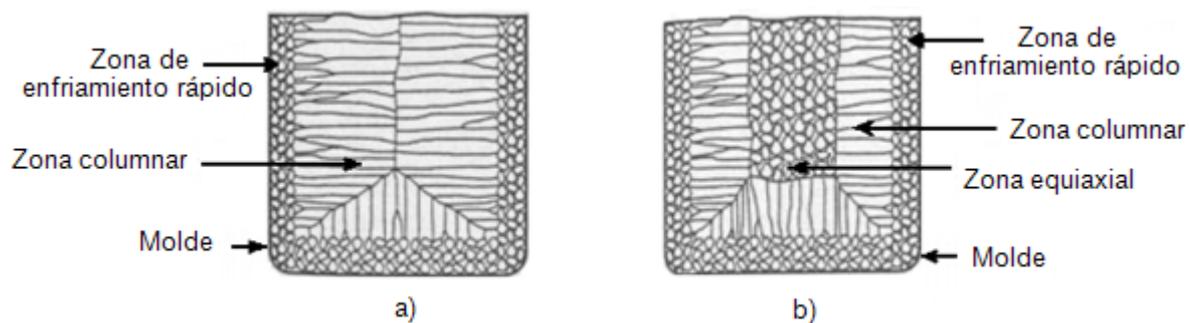


Fig. 2.4 Estructura cristalina característica de: a) un metal puro, b) una aleación [33]

Las aleaciones solidifican en un intervalo de temperatura en lugar de una temperatura única. El intervalo exacto depende del sistema de aleación y de su composición particular. La composición química varía a través de la fundición en sí. Como las regiones de la fundición que se solidificaron primero (generalmente cerca de las paredes del molde) son más ricas en un componente que en otro, la composición de

la aleación fundida remanente queda modificada cuando ocurre la solidificación en el interior. Se genera entonces, una segregación general a través de la sección transversal de la fundición y al final la estructura granular también da como resultado una zona de enfriamiento rápido y una estructura de grano columnar. Sin embargo, en contraste con las fundiciones producidas a partir de metales puros, la región central de una pieza fundida con solución sólida está formada de una segunda región de granos equiaxiados (Fig. 2.4b). Otra diferencia entre la microestructura de los granos columnares en aleaciones y los metales puros, es la presencia de estructura dendrítica dentro de los granos columnares de las aleaciones.

2.3. TRATAMIENTOS TÉRMICOS

El termino *tratamiento térmico* se refiere a cualquiera de las operaciones de calentamiento y enfriamiento que se realizan con el propósito de cambiar las propiedades mecánicas, la estructura metalúrgica, o el estado de tensión residual de un producto metálico. Pero cuando el término se aplica a las aleaciones de Al, su uso está limitado con frecuencia a las operaciones específicas empleadas para aumentar la resistencia y la dureza de las aleaciones de forja y fundición que endurecen por precipitación. Los tratamientos térmicos incluyen los siguientes:

- Homogeneización
- Recocido
- Tratamiento de Solución
- Enfriamiento rápido
- Envejecimiento Natural
- Envejecimiento Artificial (endurecimiento por precipitación)

En algunos casos, el tratamiento se aplica antes del proceso de conformado, por ejemplo para ablandar el metal y ayudar a formarlo más fácilmente mientras se encuentra caliente. En otros casos, se usa el tratamiento térmico para aliviar los efectos del endurecimiento por deformación que ocurre durante el conformado [8,10].

Las aleaciones de la serie 2XXX, 6XXX, 7XXX y las de fundición se calientan en un tratamiento de solución, se enfrían rápidamente y se someten a un envejecimiento artificial para conseguir las propiedades mecánicas finales deseadas. Las aleaciones de las series 1XXX, 3XXX, y 5XXX se someten a un tratamiento de recocido parcial o completo para ablandar el material trabajado en frío. Como ya se mencionó el sistema Al-Mg también se somete a un tratamiento estabilizador para reducir la susceptibilidad a la corrosión bajo tensión. La combinación de los tratamientos térmicos con los procesos de conformado (en frío o caliente) originan lo que se conoce con el nombre de tratamiento termomecánico [10]. La Tabla 2.2 indica los tratamientos térmicos o termomecánicos aplicados a las aleaciones de Al.

Tabla 2.2 Tipos de tratamiento térmico para las aleaciones de Al ^[10]

Tratamiento Térmico	Designación
Enfriamiento después de una operación de conformado a alta temperatura y envejecimiento natural.	T1
Enfriamiento después de una operación de conformado a alta temperatura, más trabajo en frío y envejecimiento natural.	T2
Tratamiento de solución más trabajo en frío y envejecimiento natural.	T3
Tratamiento de solución y envejecimiento natural.	T4
Enfriamiento después de una operación de conformado a alta temperatura y envejecimiento natural.	T5
Tratamiento de solución y envejecimiento artificial.	T6
Tratamiento de solución y sobre-envejecimiento.	T7
Tratamiento de solución más trabajo en frío y envejecimiento artificial.	T8
Tratamiento de solución, envejecimiento artificial y trabajo en frío.	T9
Enfriamiento después de una operación de conformado a alta temperatura, trabajo en frío y envejecimiento artificial.	T10

2.3.1. Homogeneización

Después de la colada la mayoría de las aleaciones de Al se someten normalmente a un tratamiento térmico de homogeneización debido a las variaciones en la composición del material solidificado.

Este tratamiento suele llamarse *recocido de homogeneización* y consiste en un calentamiento por debajo de la temperatura solidus (T_s) para redistribuir uniformemente los elementos aleantes dentro de la matriz, a través de la difusión, de modo que se forme una solución homogénea y se mejore la respuesta del lingote para posteriores tratamientos termomecánicos. El tiempo de tratamiento térmico depende del tamaño de grano y la tasa de difusión de los componentes de aleación. Pero por lo general se aplica por largos periodos de tiempo (15-20 horas). Posterior al mismo, la pieza puede ser enfriada para después ser procesada por laminación o extrusión [8,10]. Para muchas aleaciones el tipo de enfriamiento después de la homogeneización es de importancia, dado que si un componente de la aleación no es completamente soluble en el Al a la temperatura de homogeneización máxima admisible, de acuerdo con el diagrama de fases, se pueden formar precipitados finamente dispersos tanto en el grano como en los límites de grano durante el enfriamiento [7].

Otros beneficio de la homogeneización son el reacomodo de dislocaciones y la reducción de las tensiones internas residuales que resultan de la presencia de los gradientes de temperatura durante la solidificación [8,10].

2.4. LAMINADO

El laminado es un proceso de deformación por compresión en el cual el espesor del material trabajado se reduce mediante fuerzas de compresión ejercidas por dos rodillos opuestos. Los rodillos giran, como se ilustra en la Fig. 2.5a, para jalar el material y simultáneamente apretarlo entre ellos [33]. Los rodillos se soportan en bastidores y su separación se puede ajustar por medios mecánicos o hidráulicos (Fig. 2.5b). Cuando el proceso de laminación se lleva a cabo a una temperatura mayor que la de recristalización del metal, se llama laminado en caliente, pero si se realiza por debajo de esa temperatura, se llama laminado en frío.

El laminado en frío produce endurecimiento por deformación debido a que genera un aumento en la densidad de dislocaciones del material. Por lo tanto este proceso aumenta la resistencia mecánica, pero reduce la tenacidad y ductilidad del material. Con el laminado en caliente no se produce endurecimiento en el material pero se consiguen grandes deformaciones. Los metales laminados en caliente están generalmente libres de esfuerzos residuales y sus propiedades son isotrópicas. Las desventajas del laminado en caliente son que el producto no puede mantenerse dentro de tolerancias adecuadas, y la superficie presenta una capa de óxido característica [32,33].

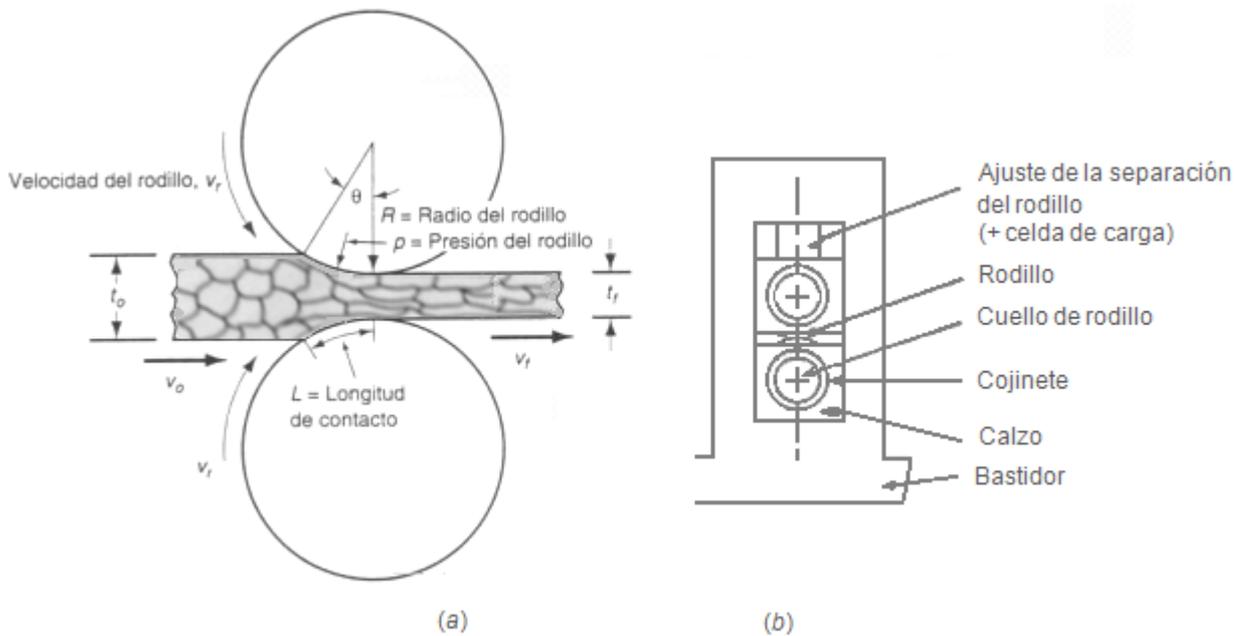


Fig. 2.5 Proceso de laminación: a) laminado plano, b) Molino de laminación [33]

En el laminado plano, los rodillos entran en contacto con el material de trabajo, a lo largo de un arco de contacto definido por el ángulo θ . Cada rodillo tiene un radio R y su velocidad de rotación, tiene una velocidad superficial v_r . Esta velocidad es mayor que la velocidad de trabajo v_0 y menor que la velocidad de salida v_f . Como el flujo de metal es continuo, hay un cambio gradual en la velocidad del material de trabajo entre los rodillos (Fig. 2.5a). Sin embargo, existe un punto a lo largo del arco donde la velocidad de trabajo se iguala la velocidad del rodillo. Este punto se llama punto de no deslizamiento, también conocido como punto neutro. A cualquier lado de este punto, ocurren deslizamientos con fricción entre el rodillo y el material de trabajo [33].

La fricción se presenta en el laminado con un cierto coeficiente de fricción, la fuerza de compresión de los rodillos, multiplicada por este coeficiente de fricción da por

resultado una fuerza de fricción entre los rodillos y el material de trabajo. La fricción entre el cilindro y el metal también afecta la magnitud y distribución de la presión del cilindro. En el lado de la entrada, la fuerza de fricción tiene una dirección y en el otro lado tiene dirección opuesta. Sin embargo, las dos fuerzas no son iguales, la fuerza de fricción es mayor en la entrada que en la salida. El laminado no sería posible sin esta diferencia en las fuerzas [32,33].

En procesos como el laminado, los granos se orientan en una dirección y en un plano cristalográfico dando una *textura laminar*. Este alineamiento cristalográfico puede producir el comportamiento anisotrópico del metal laminado, es decir, las propiedades de resistencia y ductilidad son distintas dependiendo si se miden en dirección paralela o perpendicular a la de la laminación.

2.4.1. Defectos en los productos de laminado

Durante el proceso de laminado pueden surgir defectos específicos dependiendo de la interacción de la deformación plástica de la pieza de trabajo con la deformación elástica de los rodillos de laminación. Una diferencia en la elongación entre diferentes lugares de la hoja de laminado puede dar lugar a la ondulación de la orilla en hojas de bajo calibre (Fig. 2.6a). Los problemas con la forma y planicidad son provocados por diferencias en la deformación en la dirección de laminación de la hoja [38].

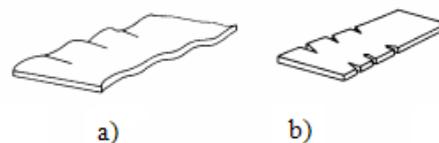


Fig. 2.6 Defectos producidos durante el laminado plano [38]

Otro defecto de la deformación heterogénea puede conducir a la formación de grietas. Mientras la pieza de trabajo pasa a través de los rodillos, algunas partes de la lámina sufren cierta tendencia a expandirse lateralmente (en la dirección transversal de la hoja). La tendencia de la propagación lateral se opone por las fuerzas de fricción transversal. Estas fuerzas son más grandes en el centro de la hoja, de manera que los elementos en la región central se extienden mucho menos que los elementos exteriores cerca de la orilla (Fig. 2.6b). Cuando se presentan grietas en la orilla de la lámina, ésta también puede desarrollar un ligero redondeo en sus extremos [38].

CAPÍTULO III “DESARROLLO EXPERIMENTAL”

Se produjeron 2 aleaciones de las siguientes composiciones:

- Aleación I Al-4.5Mg-0.2Sc (% en peso)
- Aleación II Al-4.5Mg (% en peso)

3.1. PREPARACIÓN DE ALEACIONES

Primero se prepararon 2 lingotes de 500 g partiendo de Al de pureza comercial (99.5%), Mg (99.9%) y Sc (99.9%). Los pesos correspondientes para cada aleación se calcularon de la siguiente forma:

Tabla 3.1 Proporción de cada elemento para la fabricación de las Aleaciones I y II.

Aleación I	Aleación II
$\%Al = 95.3\%$ Si 500 g es el 100 %, por lo tanto, 95.5 % = 476.5 g	$\%Al = 95. \%$ Si 500 g es el 100 %, por lo tanto, 95.5 % = 477.5 g
$\%Mg = 4.5\%$ Si 500 g es el 100 %, por lo tanto, 4.3 % = 22.5 g	$\%Mg = 4.5\%$ Si 500 g es el 100 %, por lo tanto, 4.5% = 22.5 g
$\%Sc = 0.2\%$ Si 500 g es el 100 %, por lo tanto, 0.2% = 1 g	

Debido al alto punto de fusión del Sc, para la preparación de la Aleación I se produjo una aleación maestra entre el Al y el Sc. De acuerdo con el diagrama de la Fig. 1.9, el Al con 2% de Sc (línea azul) funde aproximadamente a 700°C. La composición para la aleación maestra quedo de la siguiente manera: 49 g de Al y 1g de Sc.

Después de calcular la composiciones, se pesaron los elementos en una balanza de precisión OHAUS modelo AP250D con un rango de precisión de 0.0001 g. Una vez pesados los elementos de la aleación maestra, se dividieron en 12 muestras a causa del tamaño tan pequeño de los crisoles del horno de arco eléctrico (Fig. 3.1a).

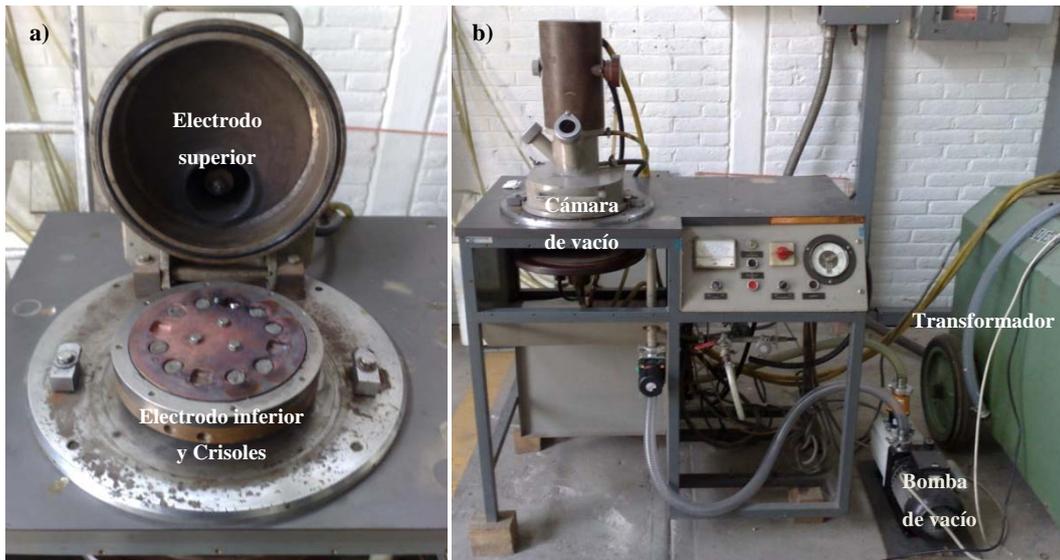


Fig. 3.1 a) Electrodo superior y Electrodo inferior y Crisoles del horno de arco eléctrico, b) Horno de arco eléctrico Leybold-Heraeus LK8 utilizado para la fundición de la aleación maestra

Posteriormente, se realizó la fusión de la aleación maestra en el horno de arco eléctrico de atmósfera controlada Leybold-Heraeus LK8 (Fig. 3.1b) en el Instituto de Investigaciones en Materiales de la Universidad Nacional Autónoma de México (IIM-UNAM). En esta fusión, la cámara fue evacuada hasta una presión aproximada de 1×10^{-2} Torr seguido por una inyección de Argón (Ar) hasta alcanzar una presión atmosférica, esta operación se realizó con la finalidad de obtener una atmósfera inerte de argón. Una vez obtenida la aleación maestra (Fig. 3.2), se sometió a una segunda fusión. Al tener la atmósfera deseada se procedió a fundir las muestras (este procedimiento se hizo con el fin de homogeneizar la aleación lo mejor posible), al terminar la última fusión de homogeneización se procedió a pesar los lingotes, dando como resultado una pérdida en peso menor al 0.1 %.



Fig. 3.2 Muestras de aleación maestra (Al-0.2%Sc)

Después de obtener la aleación maestra bien homogeneizada, se procedió a fundir las aleaciones I y II colocando los componentes de cada aleación en un crisol de grafito. La fundición de ambos sistemas se realizó en un horno de inducción Leybold-Heraeus (IIM-UNAM) de 40 KVA de potencia (Fig. 3.3a), el cual funciona con una corriente eléctrica a una frecuencia entre 500 y 4000 Hz. Dichas fundiciones se llevaron a cabo en atmósfera de Ar para evitar la oxidación del material fundido.

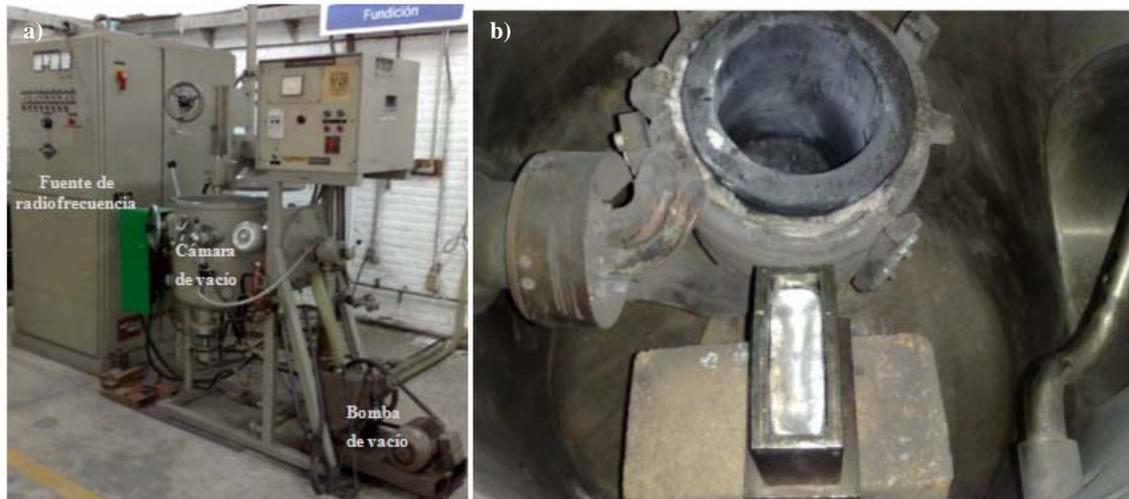


Fig. 3.3 a) Horno de inducción Leybold-Heraeus de 40 kVA, b) Lingotera con muestra colada

Las aleaciones en estado líquido se vaciaron y solidificaron en una lingotera de acero inoxidable que se muestra en la Fig. 3.3b. Se obtuvieron bloques de 10cm x 6cm x 2.5cm. La Fig. 3.4 muestra la geometría de los lingotes obtenidos por fundición y el rechupe formado durante la solidificación.

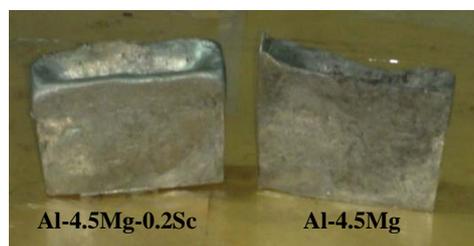


Fig. 3.4 Aleaciones obtenidas en la fundición

Al terminar la última fusión se procedió a pesar los lingotes, dando como resultado una pérdida de 7.3 g para la *aleación I* y 12.3 g para la *aleación II* debido a la formación de escoria durante la fusión.

De las muestras obtenidas del proceso de fundición se cortaron muestras de forma cúbica de aproximadamente 2.5 cm de lado para realizar un análisis químico de cada aleación empleando espectroscopia por chispa. Dicho análisis se realizó en un equipo SPECTRO (Fig. 3.5) en el edificio “D” de la Facultad de Química de la UNAM.



Fig. 3.5 Equipo para analizar la composición química de las aleaciones mediante análisis por chispa

3.2. TRATAMIENTO DE HOMOGENEIZACIÓN

De los lingotes obtenidos, se cortaron otras muestras de 3.5 cm x 4.5cm x 2.5 cm que posteriormente se sometieron a un tratamiento térmico de homogeneización a una temperatura de 430°C durante 15 horas. La homogeneización se realizó con el fin de redistribuir de manera uniforme en la matriz de Al, a través de diversos procesos de difusión, los elementos aleantes que hayan precipitado durante la solidificación. El tratamiento se realizó en un horno THERMOLYNE modelo 1500 (Fig. 3.6), en el cual, se monitoreó la precisión de la temperatura del tratamiento a través de un termopar.



Fig. 3.6 Horno utilizado para tratamientos térmico (IIM-UNAM)

3.3. LAMINADO

Para llevar a cabo el proceso de laminado en este trabajo, las probetas se cortaron tanto del lingote de fundición como de las muestras que fueron homogenizadas. Las probetas de dimensión aproximada 3cm x 3cm x 1.5cm (Fig. 3.7) no necesitaron una preparación previa al proceso de laminado.

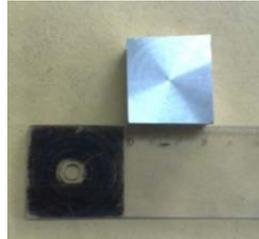


Fig. 3.7 Probeta para el proceso de laminado

El proceso de laminado en frío se realizó en una laminadora dual reversible Chicago Gear D.O. James (Fig. 3.8), en la cual, las muestras fueron sometidas a 26 pasos con una deformación del 10% en cada una y a una velocidad del rodillo de laminado de 5 mpm, hasta obtener un espesor aproximado 1 mm con el fin de comparar que aleación (binaria o ternaria) presentaba mejor comportamiento plástico.



Fig. 3.8 Equipo de Laminación Chicago Gear D.O. James (IIM-UNAM)

3.4. MICROSCOPIA ÓPTICA

El aspecto más importante en cualquier material es su estructura puesto que sus propiedades están estrechamente relacionadas con esta característica. Entender la relación entre la estructura del material con sus propiedades permite predecir el comportamiento del materia cuando se encuentre en servicio. Una primera aproximación al estudio de la estructura de los materiales consiste en el uso del microscopio óptico que permite estudiar la estructura a nivel macro y microscópico. El procedimiento general de análisis consiste en realizar la observación primaria a bajos aumentos e ir aumentando progresivamente las magnificaciones.

El microscopio óptico utiliza la luz visible para crear una imagen aumentada del objeto. Este tipo de análisis requiere comúnmente algún tipo pulido sobre la pieza con el fin de ajustar la superficie a analizar. Así mismo se debe aplicar un ataque químico sobre la superficie del material que se estudia. El ataque químico permite revelar detalles de la microestructura tales como: límites de grano, diferencia de fases, morfología de grano, entre otros. Debido a la energía química más elevada de los átomos de la frontera de grano, se les ataca con preferencia y generan un surco que produce una mayor dispersión de luz (Fig.3.9). En materiales constituidos por diferentes fases, los reactivos reaccionan más o menos activamente, según el material constituyente. Dependiendo del reactivo que se utilice para el ataque químico, dependerá el tipo de información revelada por el material.

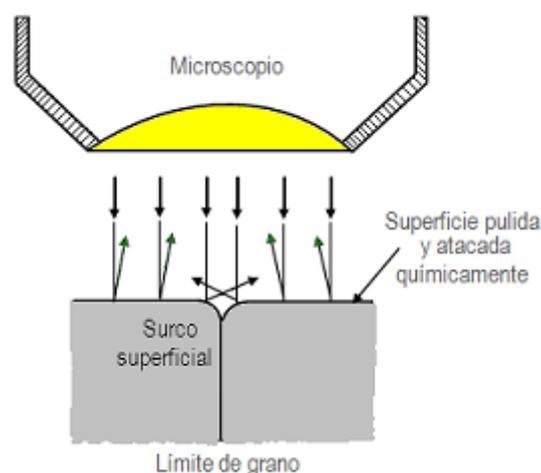


Fig. 3.9 Análisis de la estructura por microscopio óptico

3.4.1. Microscopio Óptico Compuesto

El funcionamiento del microscopio óptico compuesto se basa en la reflexión de un haz de luz para crear una imagen aumentada del objeto. El aumento de la imagen se logra cuando los rayos luminosos procedentes de la fuente de luz pasan a través de un condensador constituido por un sistema de lentes convergentes, que dirigen los rayos de luz hacia la muestra. Desde aquí los rayos pasan al interior de la lente objetivo, la lente más próxima a la muestra. Después la imagen de la muestra vuelve a ser ampliada por el ocular (Fig. 3.10). El objetivo es un sistema de lentes pequeñas, de reducida distancia focal, que da una imagen real aumentada del objeto examinado. El ocular suele estar formado por dos lentes convergentes y crea una imagen virtual aumentada de la imagen real dada por el objetivo. La distancia del objetivo al ocular es invariable y cuando, por medio de un dispositivo mecánico, el tubo se acerca o se aleja del objeto a observar para enfocar el instrumento, son los dos sistemas de lentes los que se desplazan [39].

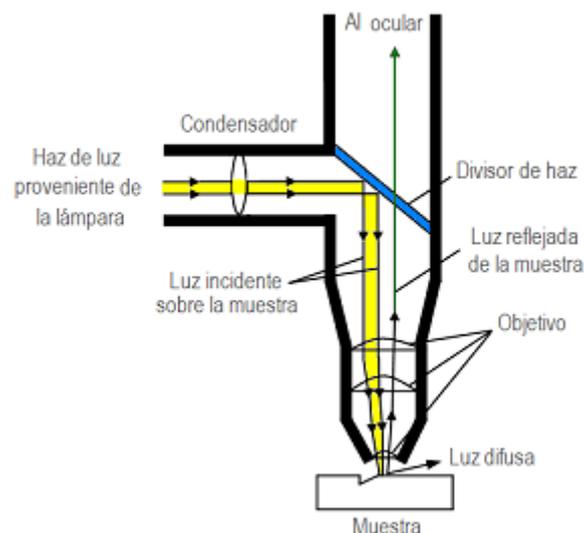


Fig. 3.10 Principio de operación del microscopio óptico compuesto [40]

Un principio general de la microscopía es que cuanto más corta sea la longitud de onda de la luz utilizada en el instrumento mayor será la resolución. La luz blanca utilizada en el microscopio óptico compuesto posee una longitud de onda relativamente grande y no puede resolver estructuras de menos de $0.2 \mu\text{m}$. Este hecho y otras consideraciones prácticas limitan el aumento logrado por los mejores microscopios ópticos a casi 2000X. Aunque se pueden utilizar filtros de luz para dejar pasar las radiaciones de longitud de onda más convenientes de la luz emitida por el sistema de iluminación para mejorar la observación o alterar contrastes.

3.4.2. Estereomicroscopio

El estereomicroscopio consta realmente de dos microscopios completos, cada uno con su objetivo y ocular en los que, al no coincidir sus ejes ópticos, las imágenes formadas en los oculares son distintas, por lo que se ve una imagen de tres dimensiones.

El estereomicroscopio de objetivo común utiliza dos rutas ópticas paralelas que se hacen converger en el mismo punto y con un cierto ángulo con un objetivo común a ambos microscopios (Fig. 3.11). Estos microscopios suelen estar dotados de un sistema pancrático (zoom) o un sistema de cambiador de aumentos que permite observar la muestra en un rango de aumentos variable, siempre menor que el de un microscopio óptico compuesto. Este tipo de microscopio es apropiado para observar objetos de tamaños relativamente grandes debido a que permite unas distancias que van desde un par de centímetros a las decenas de ellos desde la muestra al objetivo [41].

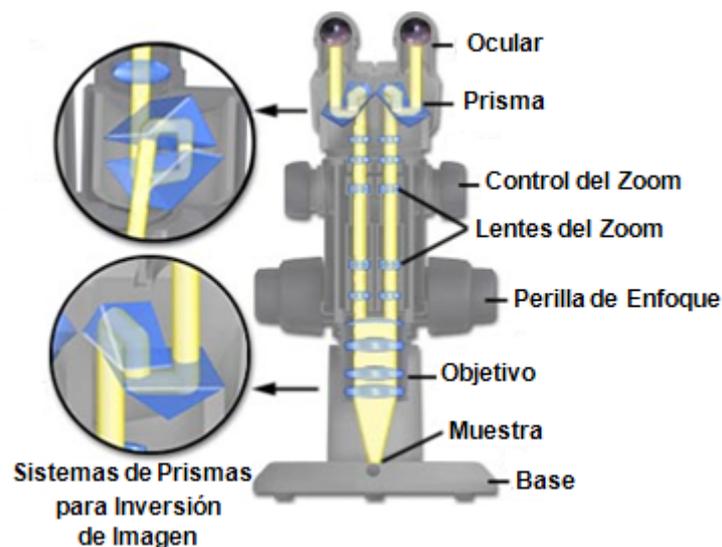


Fig. 3.11 Principio de operación del estereomicroscopio de objetivo común [41]

3.4.3. Preparación de muestras

Para el análisis de microscopía óptica se cortaron probetas de aproximadamente 1.5cm x 1.5cm x 1cm. Después se realizó un desbaste de la superficie de las muestras utilizando lijas del número 280, 400, 600, 1000, 1500 y 2000, posteriormente a esto, se les dio un pulido con acabado tipo espejo con alúmina de 0.04 μ m (Fig. 3.12). Una vez alcanzado el grado de pulido necesario, la pieza fue sometida a una limpieza mediante ultrasonido

para remover todo rastro de alúmina remanente sobre la superficie del material. Por último se atacaron las muestra con reactivo Keller (50 ml H₂O, 15 ml HCl, 25 HNO₃ y 10 ml HF), aplicando el reactivo sobre la superficie de las probetas con intervalos de 10 segundos hasta obtener el revelado de granos óptimo. Las muestras en su condición de fundición, homogeneización y laminado se analizaron a través de un microscopio estereográfico Olympus modelo SZX16 (Fig. 3.13a) y de un microscopio óptico Olympus modelo Vanox AHMT3 (Fig. 3.13b). También se empleó el software Carnoy 2.0 para la medición del diámetro promedio de los granos y el tamaño de los brazos dendríticos.



Fig. 3.12 Probetas de fundición y homogeneización



Fig. 3.13 Microscopios utilizados en el análisis del las muestras

3.5. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Desde su aparición a principios de 1930, la microscopía electrónica se ha convertido en una herramienta muy valiosa en la investigación de materiales. Mediante el uso de las longitudes de onda muy cortas de los electrones, empleados en éste tipo de microscopía, se pudo obtener la información sobre la microestructura de los materiales que había permanecido oculta a luz del microscopio óptico.

3.5.1. Microscopio Electrónico de Barrido

El principio de funcionamiento de un microscopio electrónico de barrido se puede describir de un modo sencillo. Un cañón de electrones produce un haz de electrones, denominado haz primario. El haz se acelera y enfoca con precisión sobre un área pequeña de la muestra mediante un condensador electromagnético que cumple más o menos la misma función que el condensador del microscopio óptico, es decir, dirige el haz de electrones en una línea recta para iluminar la muestra. Cuando los electrones del haz primario inciden en la superficie de la muestra, éstos son dispersados en el material y van perdiendo energía. Debido a la interacción que sufren estos electrones con la muestra se genera una serie de señales que son transmitidas hasta un colector. Después son amplificadas y utilizadas para formar una imagen sobre una pantalla (Fig. 3.14). Respecto de las señales que se generan en el sólido, éstas dependen del tipo de interacción que tiene lugar entre los electrones incidentes y el material, distinguiéndose la elástica y la inelástica de acuerdo con la cantidad de energía que el electrón incidente transfiere al átomo del material en estudio [42].

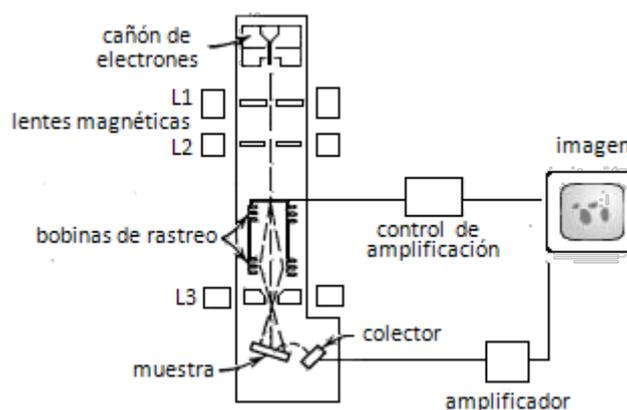


Fig. 3.14 Descripción esquemática de un MEB [42]

En el microscopio electrónico, como se usa un haz de electrones, cuya longitud de onda es muy pequeña, el poder de resolución es muchísimo mayor. La resolución depende del voltaje de aceleración. Las lentes electromagnéticas del microscopio electrónico sirven para controlar la intensidad del haz de electrones, el enfoque y los aumentos. Es importante el vacío dentro del cañón del microscopio electrónico, ya que los electrones pueden ser desviados por las moléculas de aire, de forma que tiene que hacerse un vacío casi total en el interior de un microscopio de estas características.

3.5.2. Preparación de muestras

Las muestras para el análisis mediante microscopía electrónica de barrido, siguieron la misma secuencia de preparación que de las probetas utilizadas en el microscopio óptico con la diferencia de que estas muestras no se atacaron químicamente. Para estas muestras, se comprobó la calidad del pulido mediante el microscopio óptico, buscando que la superficie del material presentara la menor cantidad posible de rayas. El análisis se realizó a través de un microscopio electrónico de barrido Leica modelo Stereoscan 440 (Fig. 3.15) para las muestras en condición de fundición, homogeneización y laminado.



Fig. 3.15 Microscopio electrónico de barrido Stereoscan 440 (IIM-UNAM)

3.6. DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La técnica de difracción de rayos X se utiliza comúnmente para determinar las estructuras cristalinas y sus parámetros reticulares. La difracción permite diferenciar los materiales cristalinos de los materiales no cristalinos o amorfos. Además es posible identificar a los componentes del material así como al sistema cristalino del sólido.

3.6.1. Fenómeno de Difracción y Ley de Bragg

La difracción es un fenómeno que sólo muestran las ondas dispersadas desde centros de dispersión periódicos. Los átomos o moléculas de una red cristalina constituyen un conjunto de centros de dispersión dispuestos periódicamente, desde los cuales emanan las ondas dispersas. Estas ondas deben interferir unas con otras de forma constructiva para producir la difracción. Para la difracción se necesita que el rayo X (onda electromagnética) utilizado, sea de una sola longitud de onda (monocromático) y que esté polarizado en un plano. En el momento que los rayos X inciden sobre un electrón, el electrón oscila, y su oscilación emite una onda electromagnética de la misma frecuencia que los rayos X (Fig. 3.16) [43].

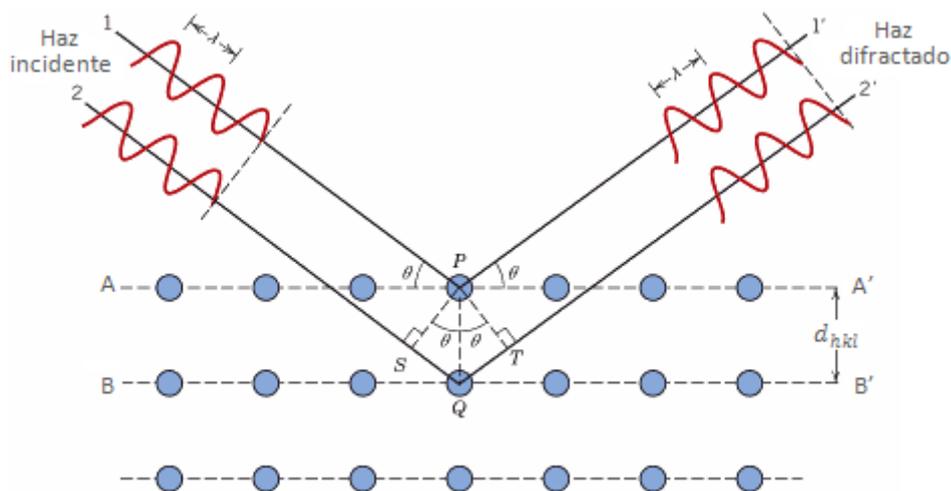


Fig. 3.16 Difracción de rayos X por los planos atómicos [44]

Cuando los rayos X inciden con un cierto ángulo θ , sobre los diferentes planos de los cristales que forman el material, se puede apreciar una diferencia en el trayecto entre los dos rayos del esquema de la Fig. 3.16. Se puede ver que la diferencia en el trayecto es $SQ + QT$ y cada uno de estos segmentos corresponde a la distancia $d_{hkl} \text{ sen } \theta$, por lo tanto la diferencia de trayecto es $SQ + QT = 2d_{hkl} \text{ sen } \theta$ [44].

El fenómeno de difracción está descrito matemáticamente por $n\lambda = 2d_{hkl} \text{sen } \theta$. Es decir que cuando el evento de dispersión de los rayos X por los planos cristalinos produce un desfase de los rayos que corresponde a un número n entero de longitudes de onda tendrá lugar la difracción, esto es lo que se conoce como la *ley de Bragg*. Conociendo el ángulo de difracción, y sustituyéndolo en la *ley de Bragg* se puede conocer la magnitud de la distancia entre dos planos de átomos contiguos y paralelos (d_{hkl}). Para un sistema cúbico (como el Al ó la fase Al₃Sc), la separación entre planos en función de los índices de Miller (h, k y l), así como del parámetro de red a está dada por la ecuación:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

Utilizando la ecuación anterior, se puede calcular el parámetro de red una vez que se conocen los índices de los planos difractados y la distancia interplanar.

3.6.2. Método de Polvos

La difracción de rayos X por el método de polvos es una técnica que permite obtener un patrón de difracción del material analizado. El patrón de difracción se registra mediante una gráfica (intensidad vs. ángulo 2θ) por medio de un difractómetro de rayos X (Fig. 3.17). El material a analizar se mantiene sobre una barra delgada y se coloca en el centro de una mesa transportadora. Se hace girar la barra a medida que los rayos X inciden en el material y los rayos difractados son medidos por un detector de rayos X móvil (goniómetro), que se desplaza desde la salida de los rayos X, sobre la circunferencia de una mesa transportadora calibrada en ángulos. El goniómetro mide el ángulo de difracción, 2θ , donde se produce la difracción (interferencia constructiva), así como la intensidad de los rayos X; ambos valores se registran y mediante una computadora se obtienen gráficas de intensidad relativa en función del ángulo 2θ . Estos valores son los que se utilizan para determinar la estructura cristalina y parámetro reticular de los materiales [43]. Los picos del espectro corresponden a familias de planos que son particulares de una fase sólida. La identificación se realiza comparando la posición de los picos (en ángulo) y la intensidad relativa de éstos. Este método utiliza la ley de Bragg para conocer la distancia interplanar correspondiente a la posición del pico.

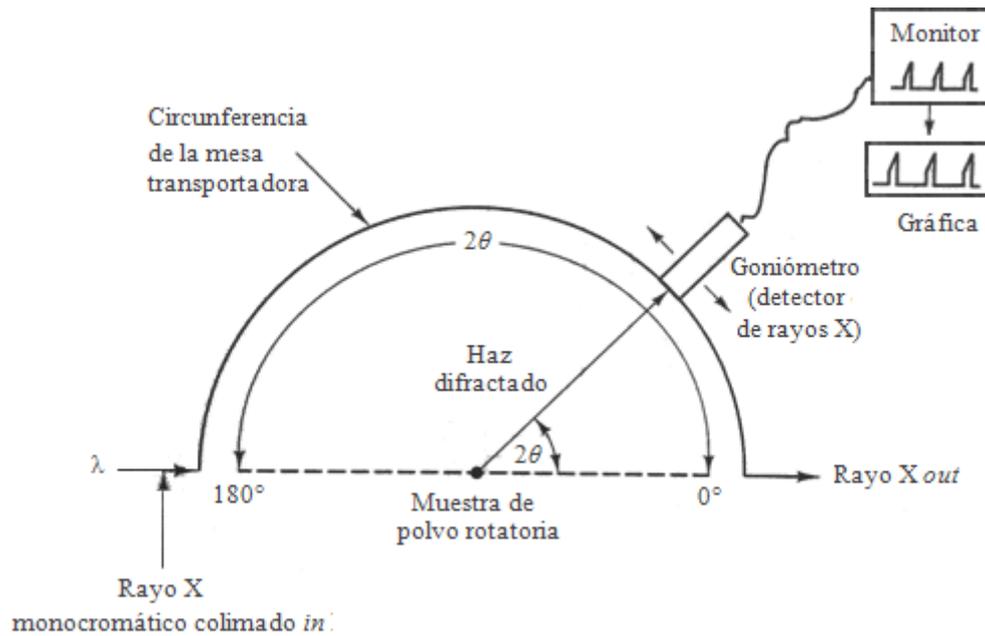


Fig. 3.17 Esquema del método de polvos ^[43]

3.6.3. Preparación de muestras

Las muestras para el análisis por difracción de rayos X no requirieron de una preparación especial. De igual manera que para las técnicas anteriores, las probetas de dimensión aproximada 1.5cm x 1.5cm x 1cm se pulieron hasta alcanzar un acabado tipo espejo para asegurar que la superficie en la cual incidiera el haz estuviera completamente plana. Todas las muestras de fundición, homogeneización y laminación fueron analizadas utilizando un difractómetro de rayos X Bruker D8 (Fig. 3.18) usando radiación $K\alpha$ de Cu ($\lambda=0.15406$ nm) a 30 kV. El ángulo de barrido fue de 15 a 120°.



Fig. 3.18 Equipo de difracción de rayos X Bruker D8 (IIM-UNAM).

CAPÍTULO IV “RESULTADOS Y DISCUSIÓN”

A continuación se presentan los resultados del análisis de la composición química de las aleaciones estudiadas en este trabajo y los resultados obtenidos de las técnicas de difracción de rayos X, microscopía óptica y electrónica de barrido para las muestras en su condición de fundición, homogeneización y laminado. El análisis se realizó con el fin de ir de la microestructura a la macroestructura.

4.1. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DEL ANÁLISIS DE LA COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LAS ALEACIONES

La composición química de las aleaciones que se obtuvo del análisis por espectroscopia por chispa se muestra en la Tabla 4.1 para cada aleación. Debido a las características del equipo (Fig.3.5), no se pudo determinar la cantidad de Sc en la *aleación I*.

Tabla 4.1 Composición química de las Aleaciones I y II (% en peso) error ± 0.8 %

Aleación	Mg	Si	Fe	Mn	Cr	Cu	Ti	Ni	V	Al
(I)-Al-4.5Mg-0.2Sc	5.08	0.0620	0.2728	0.0106	0.0013	0.0219	0.0105	0.0023	0.0106	94.5
(II)-Al-4.5Mg	5.17	0.0633	0.2469	0.0100	0.0012	0.0204	0.0101	0.0016	0.0091	94.5

De la Tabla 4.1 se observa que las aleaciones fabricadas en este trabajo presentaron una cantidad considerable de Fe (0.2469-0.2728%). Esto es debido al Al de pureza comercial que se utilizó en la producción de las aleaciones, el cual como ya se mencionó en el apartado 1.1.1, usualmente presenta impurezas de Fe y Si. Estas cantidades presentes de Fe pueden repercutir en las propiedades mecánicas de las aleaciones como son: la ductilidad y la tenacidad a la fractura.

El análisis por espectroscopia de chispa también permitió observar que la cantidad de magnesio fue superior a la calculada. Esto nos indica que la solidificación de los lingotes no se llevó a cabo en el equilibrio y permitió la segregación del Mg durante la solidificación.

4.2. ANÁLISIS DE RESULTADOS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X

4.2.1. Fundición

La Fig. 4.1 muestra los patrones de difracción de rayos X de la aleación binaria y de la aleación con 0.2% de Sc en su condición de fundición. Se puede observar que la aleación libre de Sc presenta menor intensidad en todos sus picos comparado con la aleación que contiene Sc. Para ambos sistemas los planos difractados se compararon con los planos correspondientes del Al (JCPDS 00-004-0787), dichos planos están representados en la Fig. 4.1 con línea punteada para poder observar el desplazamiento de los planos de las aleaciones binaria y ternaria. La Tabla 4.2 presentan los ángulos correspondientes a los valores teóricos y experimentales, en donde se puede apreciar el corrimiento entre los difractogramas obtenidos y la ficha JCPDS.

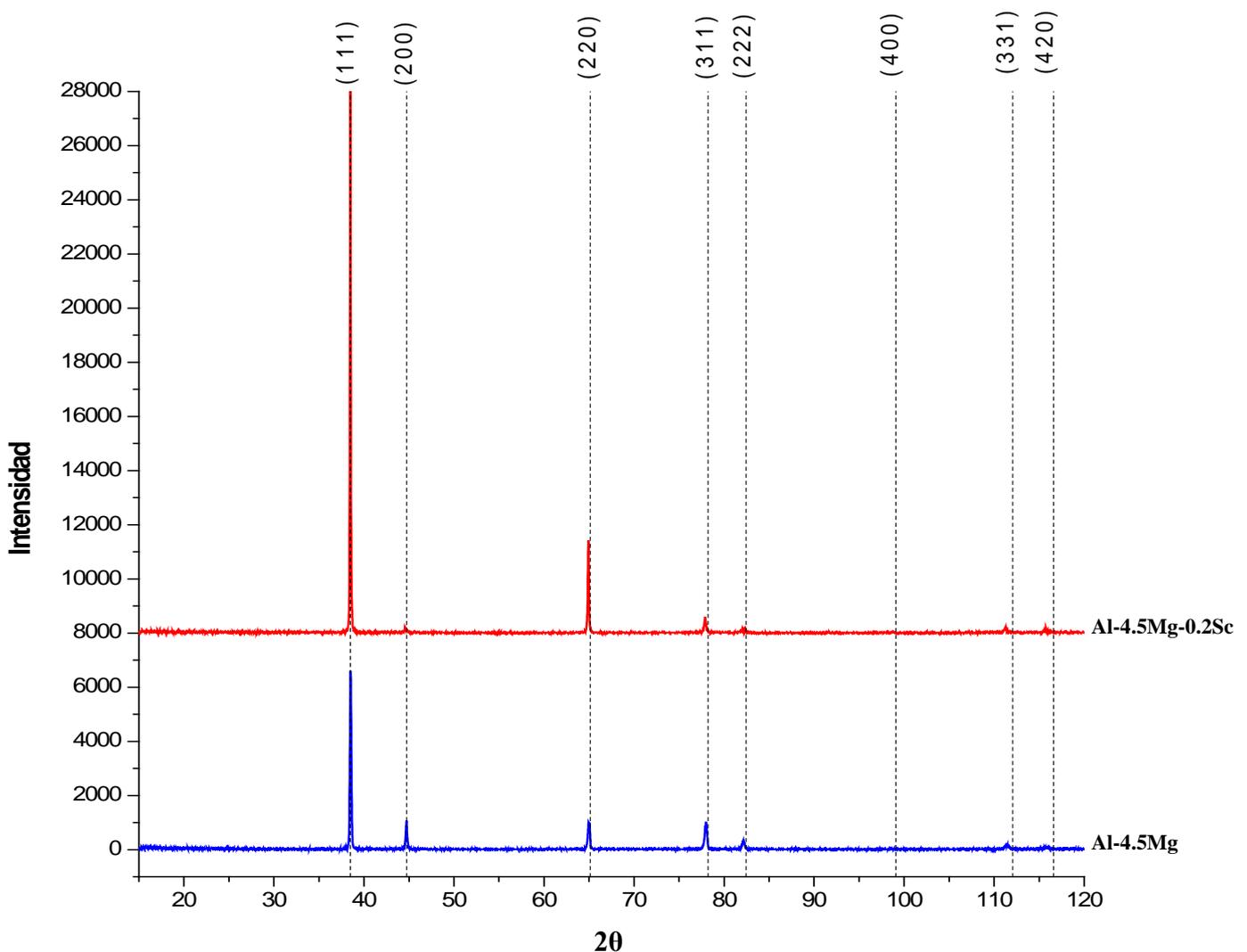


Fig. 4.1 Difractograma de las muestras Al-4.5Mg y Al-4.5Mg-0.2Sc de Fundición

De los difractogramas obtenidos se puede observar que los planos difractados por la aleación que contiene Sc presentaron mayor intensidad que los difractados por la aleación libre de Sc. Por ejemplo, el pico correspondiente al plano (1 1 1) presentó una intensidad de 20000 comparado con 7000.

En ambos sistemas de aleación conforme aumentó el corrimiento también aumento, pero el corrimiento de los planos del sistema Al-4.5Mg-0.2Sc fue mayor que el sistema Al-4.5Mg. La Tabla 4.3 muestra que el corrimiento mayor provocado por la adición de Sc resultó en una distorsión mayor de la red de Al, debido a que se obtuvo un parámetro de red más grande en comparación con el parámetro de red del Al de pureza comercial (0.40496 nm) indicado en la Tabla 1.2 de este trabajo.

Tabla 4.2 Comparativa de ángulos de las muestras de fundición

PLANOS	VALOR TEÓRICO 2 θ	VALOR EXPERIMENTAL 2 θ (Al-4.5Mg)	DIFERENCIA	VALOR EXPERIMENTAL 2 θ (Al-4.5Mg-0.2 Sc)	DIFERENCIA
111	38.473	38.513	0.04	38.497	0.024
200	44.740	44.726	0.014	44.625	0.115
220	65.135	64.966	0.169	64.932	0.203
311	78.230	78.008	0.222	77.891	0.339
222	82.438	82.116	0.322	82.05	0.388
400	99.081	98.516	0.565	98.499	0.582
331	112.046	111.408	0.638	111.274	0.772
420	116.574	115.867	0.707	115.8	0.774

Tabla 4.3 Medida del parámetro reticular para la condición de fundición

Aleación	Al-4.5Mg	Al-4.5Mg-0.2 Sc
Parámetro Reticular (nm)	0.40586	0.40618

4.2.2. Homogeneización

Los difractogramas obtenidos de las muestras que fueron homogeneizadas se presentan en la Fig. 4.2. De nuevo la intensidad de los picos fue mayor en la aleación ternaria que en la binaria. Sin embargo, se puede observar que la aleación binaria presentó la mayor intensidad de todos sus picos en el plano (1 1 1), a diferencia de la aleación ternaria que presentó mayor intensidad en el plano (2 0 0). Otra diferencia que se puede apreciar, es la ausencia del plano (2 2 0) para la aleación Al-4.5Mg-0.2Sc y del plano (4 0 0) para la aleación libre de Sc. Esto se pudo deber a que las muestras de homogeneización no se tomaron de la sección que estuvo en contacto con el molde durante la solidificación.

Para ambos sistemas hubo un desfaseamiento muy pequeño (0.007-0.04) hacia la derecha para el plano (1 1 1), pero para los planos restantes el desfaseamiento fue a la izquierda.

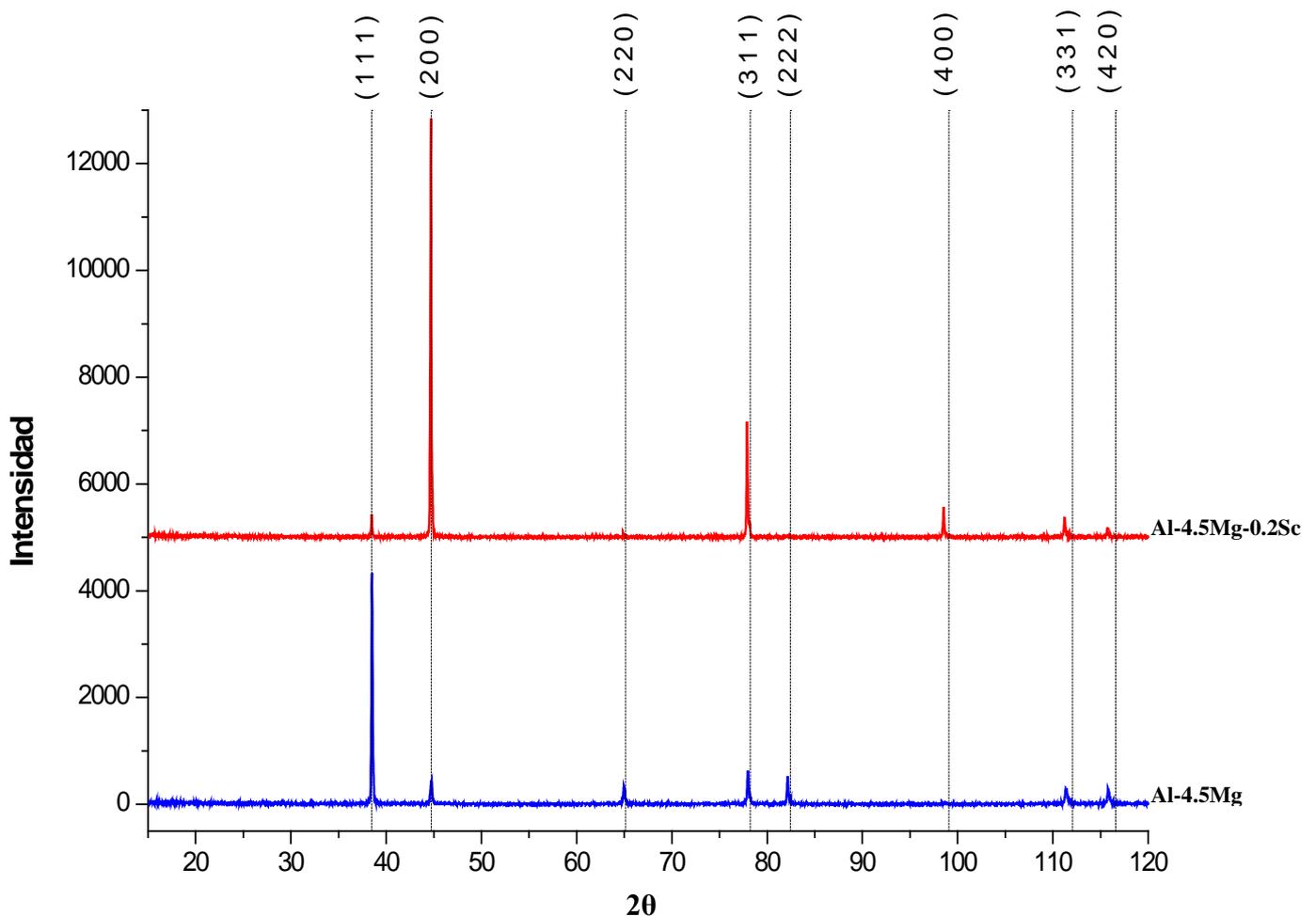


Fig. 4.2 DRX de las muestras Al-4.5Mg y Al-4.5Mg-0.2Sc de Homogeneización

La Tabla 4.4 muestra la magnitud de dichos desfasamientos. De igual manera que para las muestras de fundición el máximo corrimiento de los planos se localiza en los planos (4 0 0), (3 3 1) y (4 2 0) con valores entre 0.432 y 0.838. De nueva cuenta la Tabla 4.5 muestra que la aleación binaria presenta un parámetro de red menor que la aleación ternaria.

Tabla 4.4 Comparativa de ángulos de las muestras de homogeneización

PLANOS	VALOR TEÓRICO 2θ	VALOR EXPERIMENTAL 2θ (Al-4.5Mg)	DIFERENCIA	VALOR EXPERIMENTAL 2θ (Al-4.5Mg-0.2 Sc)	DIFERENCIA
111	38.473	38.513	0.04	38.48	0.007
200	44.740	44.759	0.019	44.692	0.048
220	65.135	64.966	0.169	64.899	0.236
311	78.230	77.992	0.238	77.891	0.339
222	82.438	82.167	0.271	82.05	0.388
400	99.081	98.649	0.432	98.532	0.549
331	112.046	111.375	0.671	111.208	0.838
420	116.574	115.833	0.741	115.75	0.824

Tabla 4.5 Medida del parámetro reticular para la condición de homogeneización

Aleación	Al-4.5Mg	Al-4.5Mg-0.2 Sc
Parámetro Reticular (nm)	0.40578	0.40617

4.2.3. Laminación

En las Figuras 4.3 y 4.4 se presentan los difractogramas correspondientes a las muestras de fundición y homogeneización respectivamente, que fueron sometidas al proceso de laminado. Se puede observar que en ambos casos ocurrió una orientación preferencial en el plano (2 2 0) dado que la intensidad es más grande que en los planos restantes. En este análisis las muestras de fundición y de homogeneización no mostraron ausencia de planos difractados aunque los planos (2 2 2) y (4 0 0) presentaron intensidades muy pequeñas (menores a 50). El corrimiento de los planos para todos los casos fue hacia la izquierda comparándolos con los planos de la ficha JCPDS 00-004-0787 del Al. Las Tablas 4.6 y 4.7 presentan el desfaseamiento del ángulo para cada plano de las muestras de fundición y homogeneización que se laminaron. De dichas tablas se observa que el mayor desfaseamiento se obtuvo, de igual forma que en las muestras sin laminar, en los planos (4 0 0), (3 3 1) y (4 2 0). El mayor desfaseamiento se presentó en la aleación Al-4.5Mg-0.2Sc con una diferencia en el ángulo de 0.974.

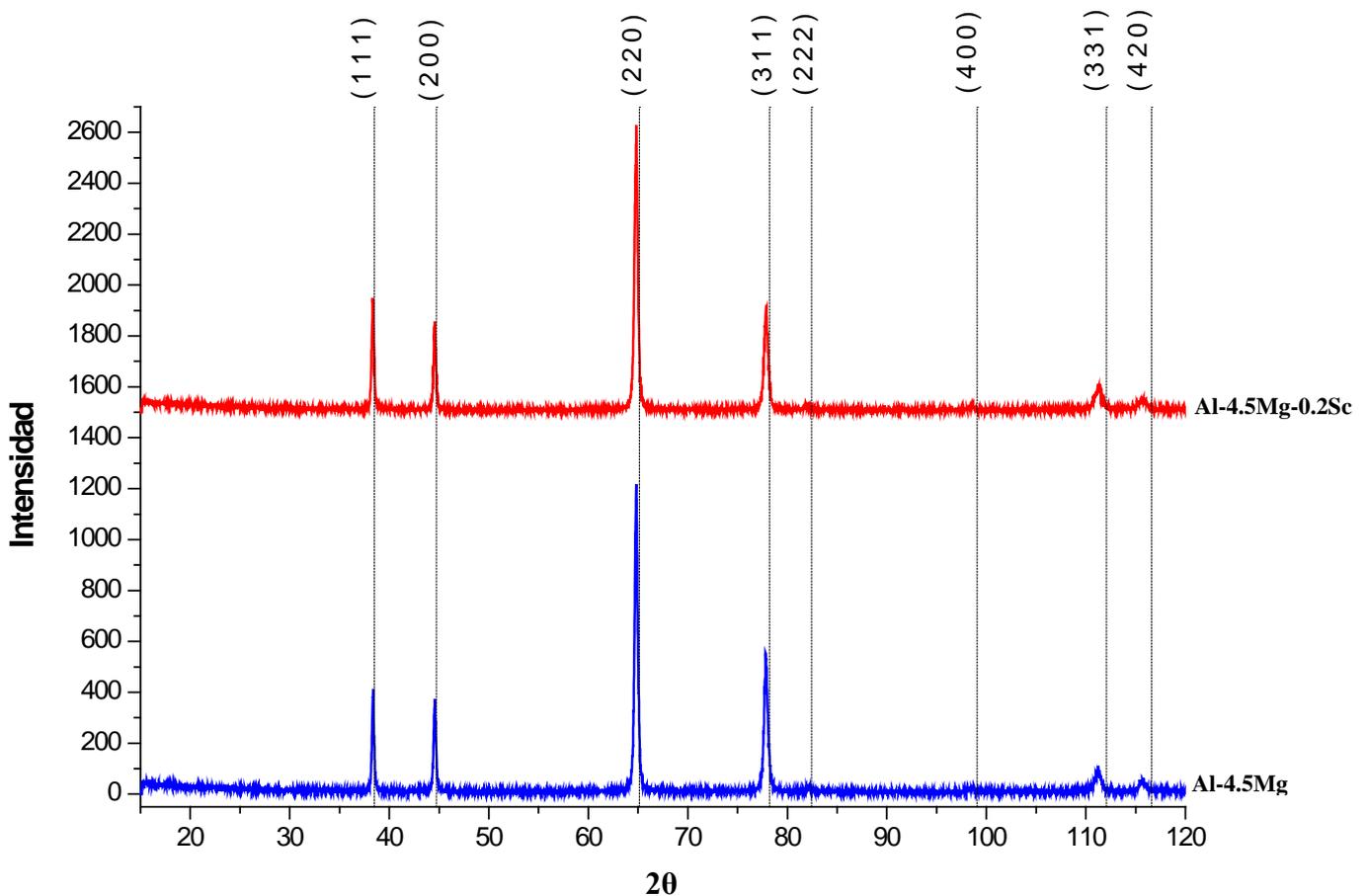


Fig. 4.3 DRX de las muestras Al-4.5Mg y Al-4.5Mg-0.2Sc de Fundición-Laminada

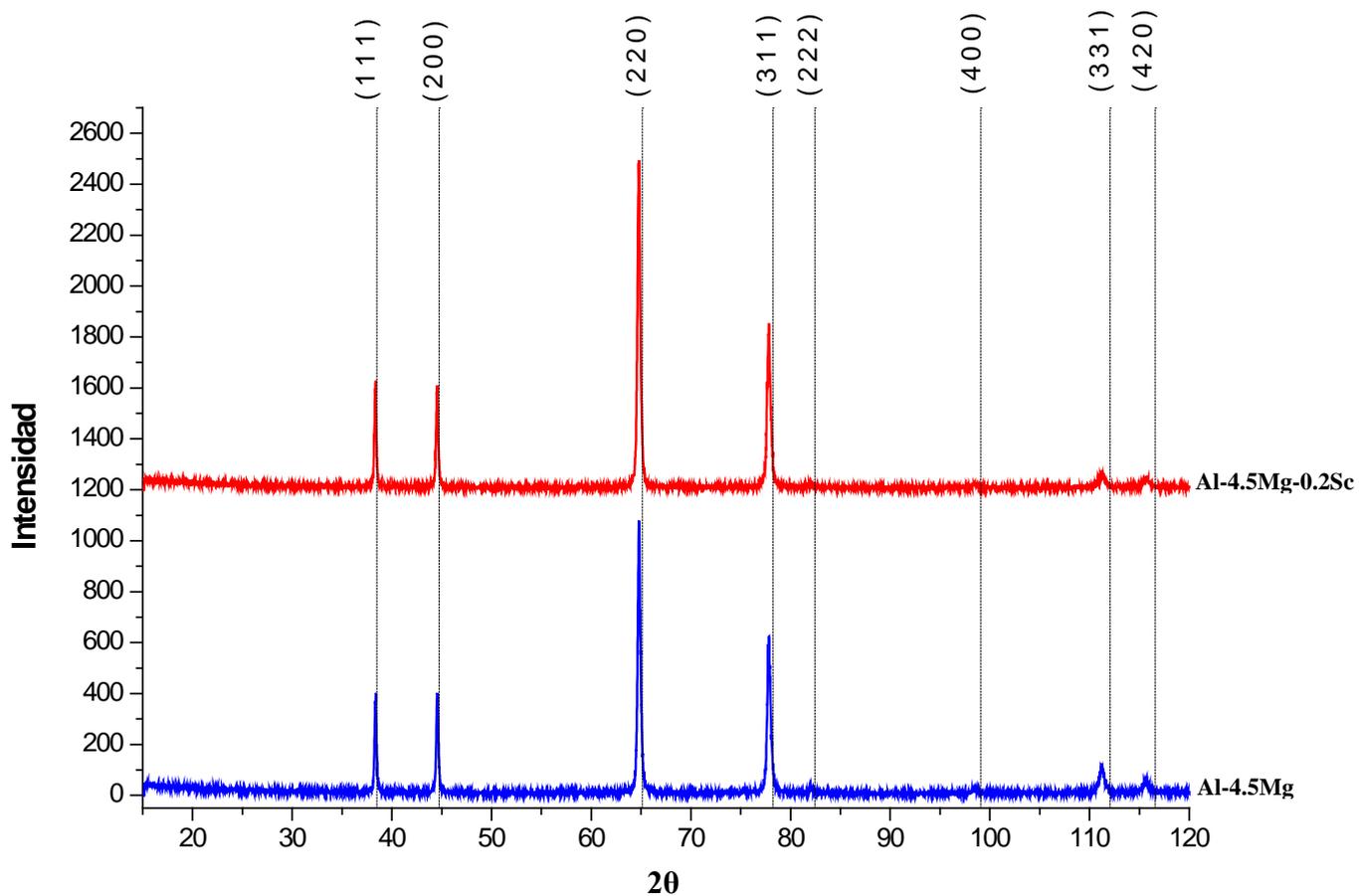


Fig. 4.4 DRX de las muestras Al-4.5Mg y Al-4.5Mg-0.2Sc de Homogeneización y Laminada

Tabla 4.6 Comparativa de ángulos de las muestras de fundición laminadas

PLANOS	VALOR TEÓRICO 2θ	VALOR EXPERIMENTAL 2θ (Al-4.5Mg)	DIFERENCIA	VALOR EXPERIMENTAL 2θ (Al-4.5Mg-0.2 Sc)	DIFERENCIA
111	38.473	38.363	0.11	38.313	0.16
200	44.740	44.592	0.148	44.559	0.181
220	65.135	64.799	0.336	64.816	0.319
311	78.230	77.808	0.422	77.858	0.372
222	82.438	82.15	0.288	82.116	0.322
400	99.081	98.532	0.549	98.466	0.615
331	112.046	111.241	0.805	111.208	0.838
420	116.574	115.7	0.874	115.6	0.974

Tabla 4.7 Comparativa de ángulos de las muestras de homogeneización laminadas

PLANOS	VALOR TEÓRICO 2 θ	VALOR EXPERIMENTAL 2 θ (Al-4.5Mg)	DIFERENCIA	VALOR EXPERIMENTAL 2 θ (Al-4.5Mg-0.2 Sc)	DIFERENCIA
111	38.473	38.38	0.093	38.36	0.11
200	44.740	44.559	0.181	44.542	0.198
220	65.135	64.765	0.37	64.799	0.336
311	78.230	77.841	0.389	77.825	0.405
222	82.438	82.033	0.405	81.983	0.455
400	99.081	98.466	0.615	98.499	0.582
331	112.046	111.157	0.889	111.224	0.822
420	116.574	115.7	0.874	115.7	0.874

4.3. DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS DE DRX

Con los resultados obtenidos del análisis de difracción de rayos X tanto de las muestras de fundición y homogeneización laminadas y sin laminar, se pudo ver que todas presentaron un ángulo de desfasamiento con respecto del difractograma correspondiente del Al puro (ficha JCPDS 00-004-0787). Dicho desfasamiento se atribuye a los elementos aleantes: Mg y Sc, los cuales se encuentran inmersos en la matriz de Al. El corrimiento de los planos difractados previamente mencionado es prueba de ello, lo cual indica que la red del Al está siendo distorsionada. El sistema de aleación Al-4.5Mg-0.2Sc mostró un mayor desfasamiento y un mayor parámetro de red que el sistema libre de Sc. Que el corrimiento haya ocurrido hacia la izquierda nos indica que la deformación de la red de Al es provocada por una expansión de la misma debido al Mg y Sc presentes en la red de Al. Comparando las Tabla 4.3 y Tabla 4.5 se observó que el tratamiento de homogeneización tuvo más influencia en el sistema de aleación binario que en el ternario debido a que la disminución en la magnitud del parámetro de red fue mayor para el sistema binario. El sistema ternario no sufrió un cambio en el parámetro de red para la muestra que fue sometida al tratamiento de homogeneización.

Sólo las muestras que fueron laminadas tanto de fundición como de homogeneización mostraron una orientación preferencial en el plano (2 2 0). Por otro lado, las intensidades en los picos fueron mayores en la aleación ternaria que en la binaria.

4.4. ANÁLISIS DE RESULTADOS POR MICROSCOPIA ÓPTICA

4.4.1. Fundición

En la Fig. 4.5 se observa la macroestructura que se obtuvo después del ataque químico a la muestra de fundición del sistema Al-4.5Mg. La imagen obtenida por medio del microscopio estereográfico presenta un tamaño de grano irregular con tamaños desde 100 micras hasta 500 micras.

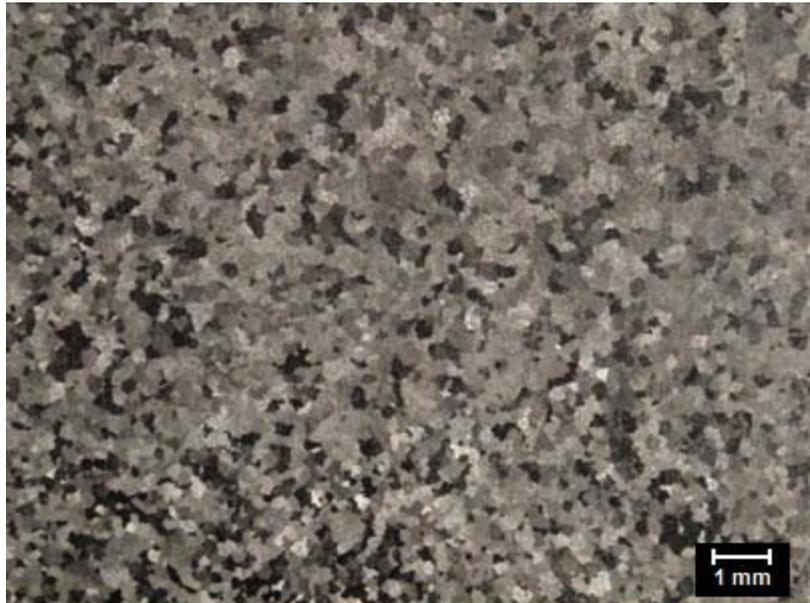


Fig. 4.5 Muestra de fundición de la aleación Al-4.5Mg en microscopio estereográfico (16X)

Con ayuda del microscopio óptico fue posible observar que la microestructura para esta aleación presenta dendritas dentro de los granos (Fig. 4.6). La formación de las dendritas se produjo por la inestabilidad de la interfase durante la solidificación. La inestabilidad de la interfase se produjo porque la solidificación se realizó de forma rápida, provocando cambios en la concentración de la aleación que condujo a la acumulación de soluto y de calor delante de la interfase, al mismo tiempo que el líquido que estaba delante del frente de solidificación se subenfrió. El tamaño de los brazos dendríticos primarios es aproximadamente de 100 y 200 micras. Los brazos secundarios tienen un tamaño aproximado de 30 y 50 micras.

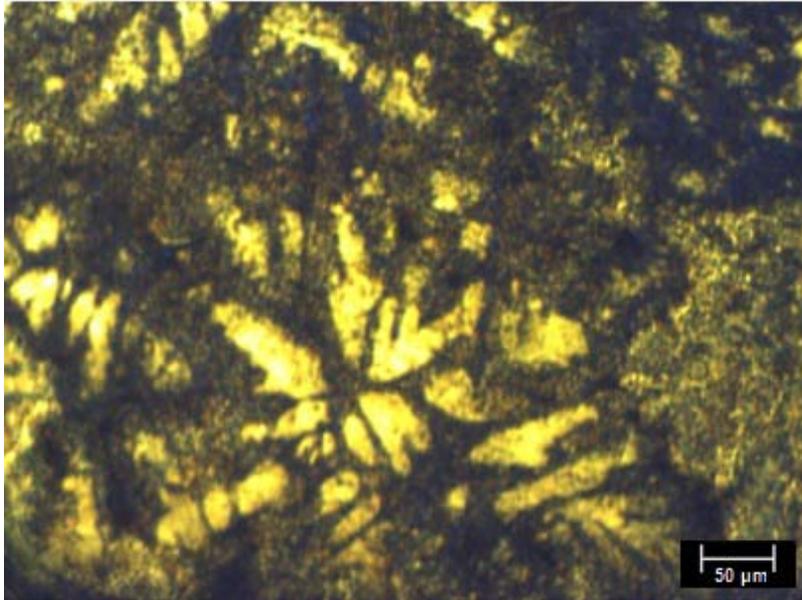


Fig. 4.6 Muestra de fundición de la aleación Al-4.5Mg en microscopio óptico (100X)

En la Fig. 4.7 se observa la macroestructura que se obtuvo después del ataque químico a la muestra de fundición del sistema Al-4.5Mg-0.2Sc. En la parte superior se aprecian los granos columnares y en la parte inferior granos de forma irregular con tamaños desde 0.1 mm hasta 1 mm. Por otra parte la Fig. 4.8 muestra que la microestructura también presenta una estructura dendrítica pero no tan definida como el sistema libre de Sc. Los brazos secundarios tienen tamaño entre 25 y 50 micras.

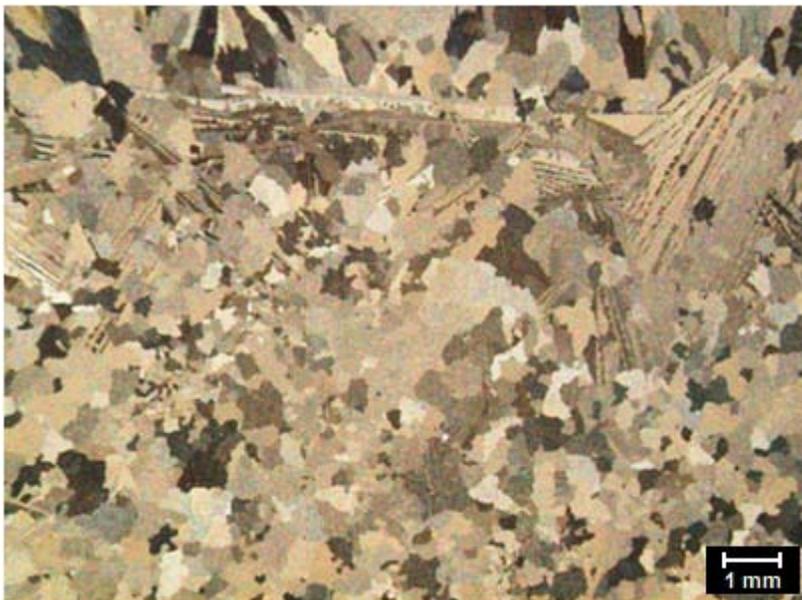


Fig. 4.7 Muestra de fundición de la aleación Al-4.5Mg-0.2Sc en microscopio estereográfico (16X)

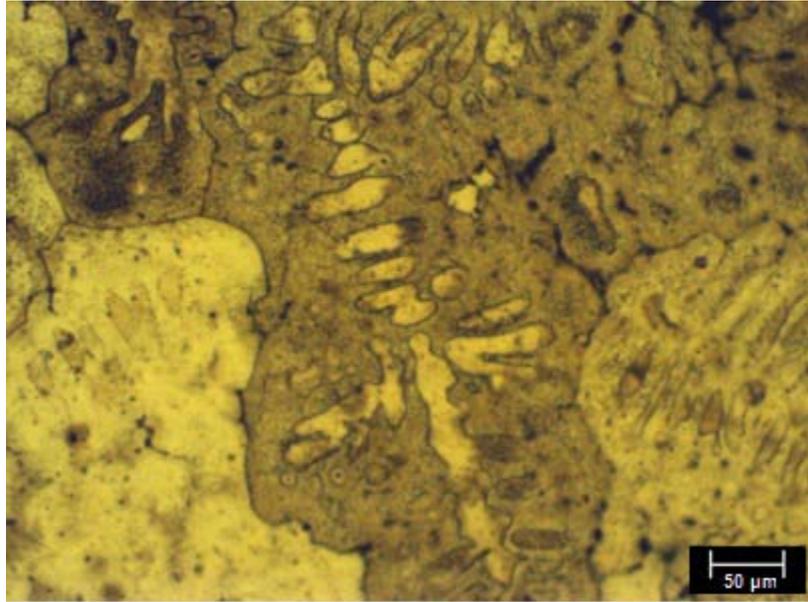


Fig. 4.8 Muestra de fundición de la aleación Al-4.5Mg-0.2Sc en microscopio óptico (100X)

4.4.2. Homogeneización

Después de aplicar el tratamiento de homogeneización a ambas aleaciones. La aleación Al-4.5Mg no presentó cambios en la macroestructura (Fig. 4.9). El tamaño y forma de los granos se mantuvo. Sin embargo la Fig. 4.10 reveló que la homogeneización ayudó a que las dendritas se disolvieran a través de la difusión del soluto en la matriz de Al.

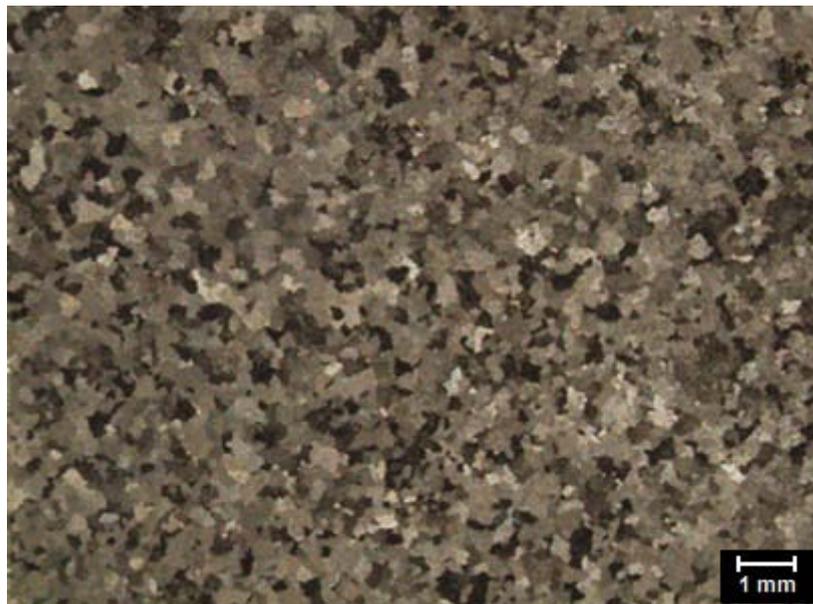


Fig. 4.9 Muestra de homogeneización de la aleación Al-4.5Mg en microscopio estereográfico (16X)

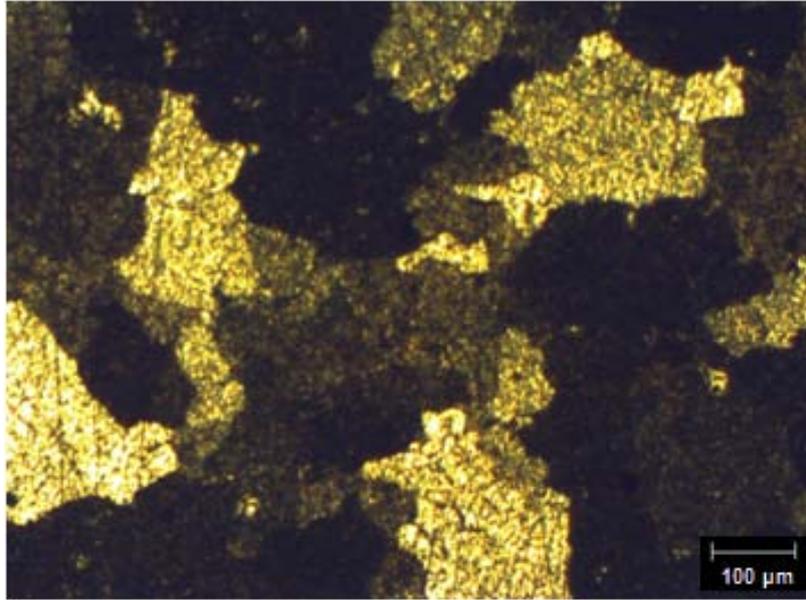


Fig. 4.10 Muestra de homogeneización de la aleación Al-4.5Mg en microscopio óptico (50X)

La muestra de la aleación Al-4.5Mg-0.2Sc que se homogeneizó también presentó la misma macroestructura que su homóloga sin tratamiento (Fig. 4.11). Sólo que ésta muestra no se tomó de la orilla que estuvo en contacto con el molde durante la solidificación como se hizo con la de fundición. El tamaño de grano oscila entre 0.1 mm y 1 mm. En la Fig. 4.12 se observa que en la microestructura las dendritas en gran medida, también se disolvieron debido a la difusión de los elementos aleantes (Mg y Sc) que se produjo durante el tratamiento de homogeneización.



Fig. 4.11 Muestra de homogeneización de la aleación Al-4.5Mg-0.2Sc en microscopio estereográfico (16X)

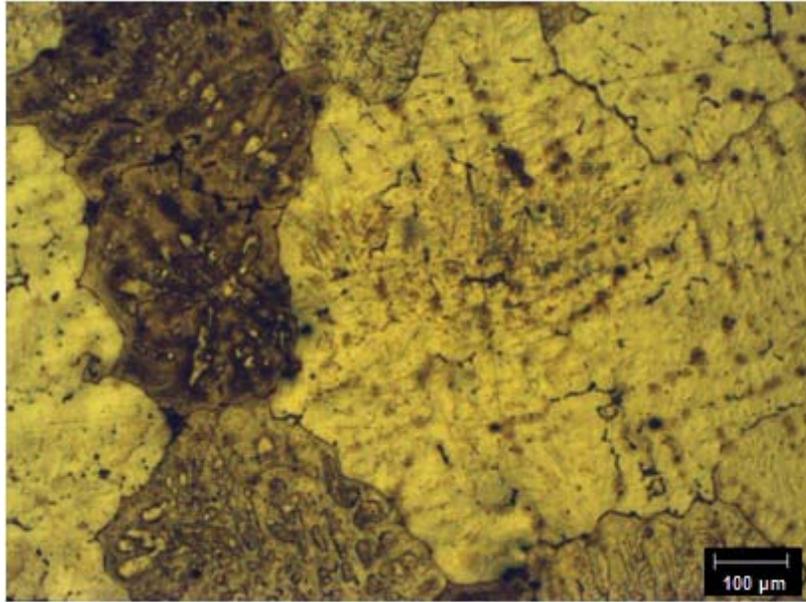


Fig. 4.12 Muestra de homogeneización de la aleación Al-4.5Mg-0.2Sc en microscopio óptico (50X)

4.5. DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS MICROSCOPIA ÓPTICA

Del análisis de microscopía óptica se pudo observar que la adición de Sc al sistema Al-4.5Mg no causó refinamiento de grano, por el contrario el tamaño de grano resultó ser más grande. Ambos sistemas presentaron dendritas, sólo que en el sistema que contiene Sc, las dendritas no se formaron de completamente. También se observó que el tratamiento de homogeneización ayudó a redistribuir mejor los elementos aleantes (Mg y Sc) en la matriz, dado que las dendritas tendieron a desaparecer, pero el sistema de aleación ternario no respondió de la misma forma a dicho tratamiento como lo hizo el sistema de aleación binario. El ataque químico tuvo un mejor revelado en la aleación que contiene Sc.

4.6. ANÁLISIS DE RESULTADOS POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

4.6.1. Fundición

De la Fig. 4.13 se puede observar la aleación binaria (Al-4.5Mg) analizada con electrones retrodispersados donde se observa claramente las partes donde están las inclusiones e las impurezas de forma acicular de *Hierro* que precipitaron durante la solidificación. De igual forma para la aleación ternaria (Al-4.5Mg-0.2Sc) el análisis por MEB sólo mostró las impurezas de *Hierro* formadas durante la solidificación (Fig. 4.14). Para ambos casos los precipitados de hierro son de forma acicular y tienen un tamaño que oscila entre las 20 y 100 micras. En ninguna de las dos imágenes se aprecian los límites de grano debido a que el análisis se hizo sobre muestras sin ataque químico.

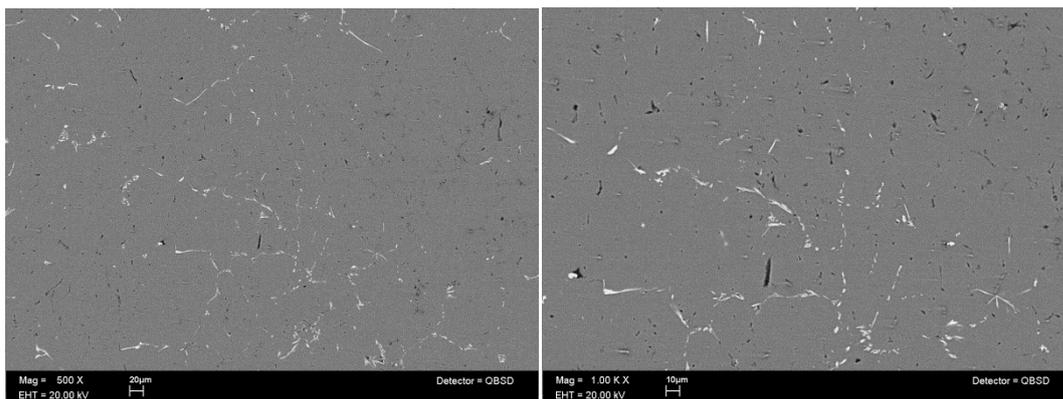


Fig. 4.13 Muestra Al-4.5Mg Fundición en MEB

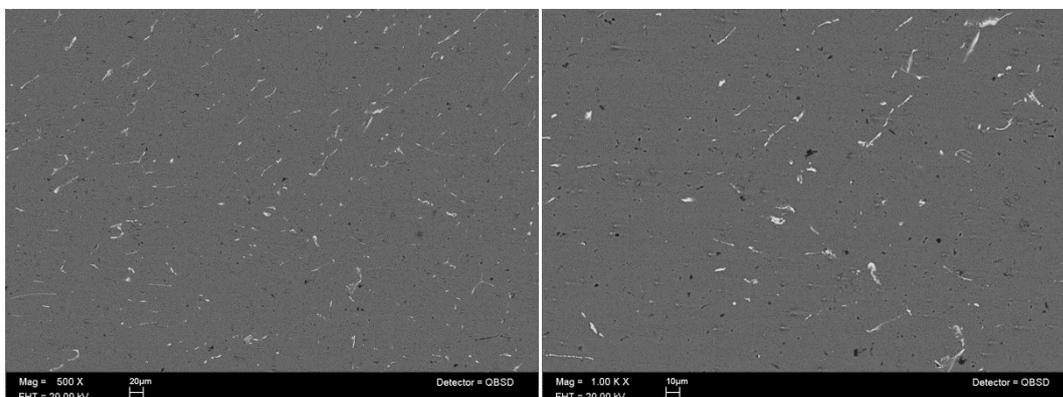


Fig. 4.14 Muestra Al-4.5Mg-0.2Sc Fundición en MEB

4.6.2. Homogeneización

Después de aplicar el tratamiento de homogeneización se analizaron las muestras de la aleación binaria y ternaria para determinar si durante la homogeneización las impurezas de hierro habían sufrido algún cambio. De la Fig. 4.15 y Fig. 4.16 se observa que dichas impurezas disminuyeron en cantidad tanto para el sistema Al-4.5Mg-0.2Sc como para el sistema que no contiene Sc, debido a que pudo ocurrir un poco de difusión de hierro en el transcurso de la homogeneización. Este análisis también se realizó sobre muestras que no se atacaron químicamente.

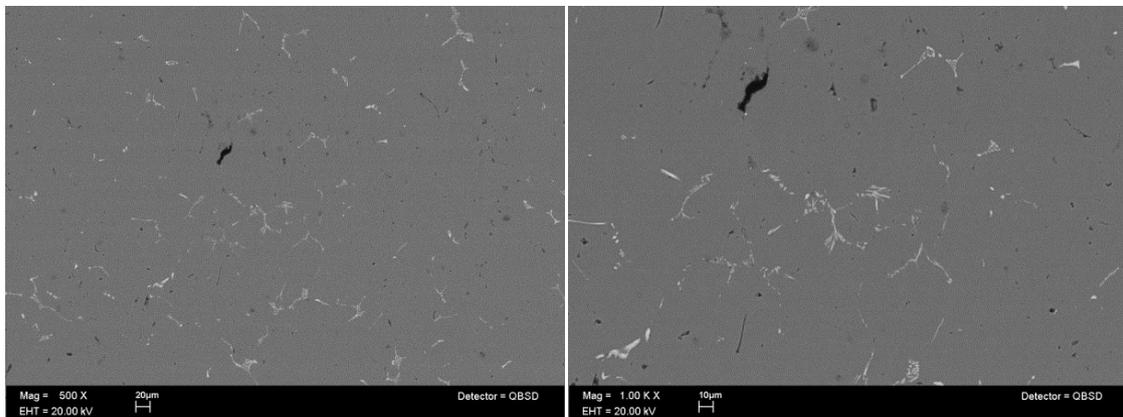


Fig. 4.15 Muestra Al-4.5Mg Homogeneizada en MEB

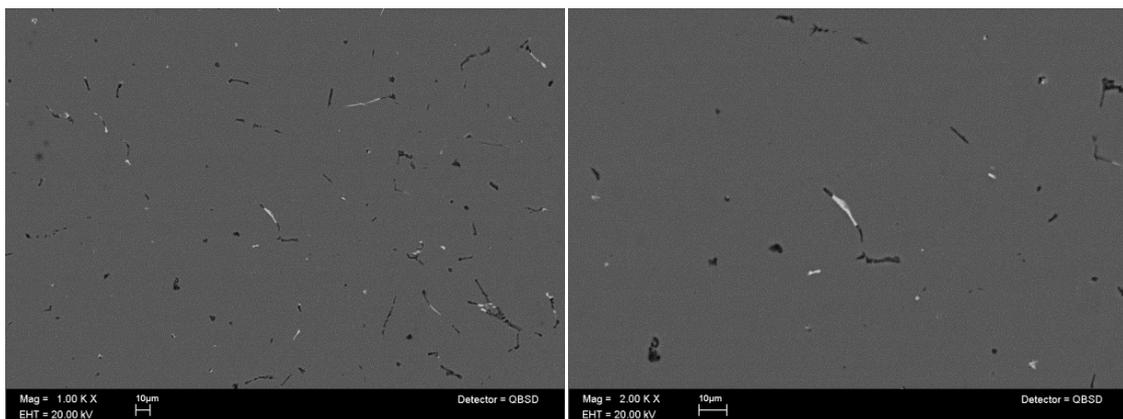


Fig. 4.16 Muestra Al-4.5Mg-0.2Sc Homogeneizada en MEB

4.6.3. Laminado

Después del proceso de laminado se analizaron mediante MEB las muestras de la aleación propuesta en este trabajo (Al-4.5Mg-0.2Sc) en su condición de fundición y homogeneizado. En la Fig. 4.17 y la Fig. 4.18 se puede observar que las impurezas de hierro se rompieron y los remanentes se alinearon con la dirección del proceso de laminado. La muestra que se tomó directamente de fundición y se laminó presentó porosidades debido a que durante el laminado ocurrió desprendimiento de material de la superficie que estuvo en contacto con los rodillos de laminación.

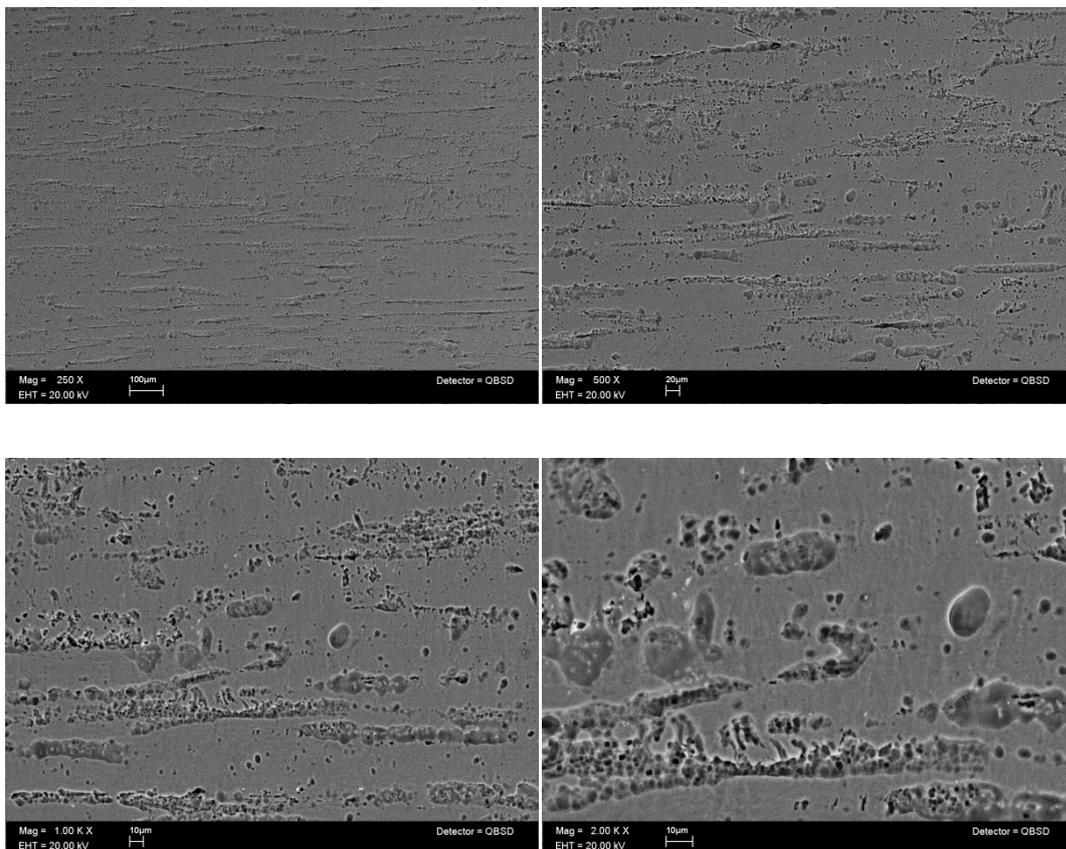


Fig. 4.17 Muestra Al-4.5Mg-0.2Sc de Fundición y Laminación en MEB

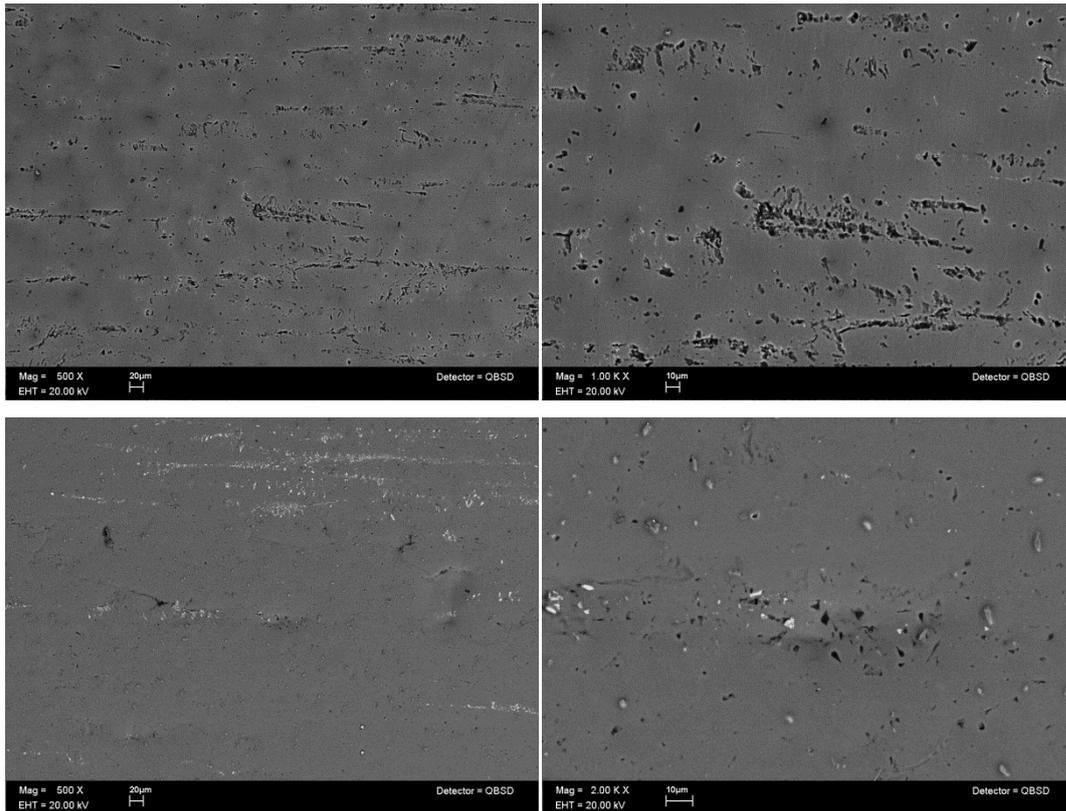


Fig. 4.18 Muestra Al-4.5Mg-0.2Sc de Homogeneización y Laminación en MEB

4.7. DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS DE MEB

El análisis que se llevó a cabo con MEB permitió observar las impurezas de hierro que no se pudieron observar con el microscopio óptico. Se observó que la cantidad de impurezas fue similar tanto para la aleación Al-4.5Mg-0.2Sc como para la que no contiene Sc. Se pudo apreciar que dichas impurezas se rompieron durante el proceso de laminado y se orientaron con la dirección de laminado.

4.8. ANÁLISIS DEL PROCESO DE LAMINADO

La Fig. 4.19 muestra las aleaciones producidas en este trabajo, después de que se sometieron al proceso de laminado aplicando una deformación total del 35%. A este porcentaje de deformación, sólo la muestra de la aleación Al-4.5Mg-0.2Sc (Fig. 4.19b) que se obtuvo directamente del proceso de fundición presentó grietas en la parte superior e inferior, las cuales estuvieron en contacto con los rodillos de laminación.

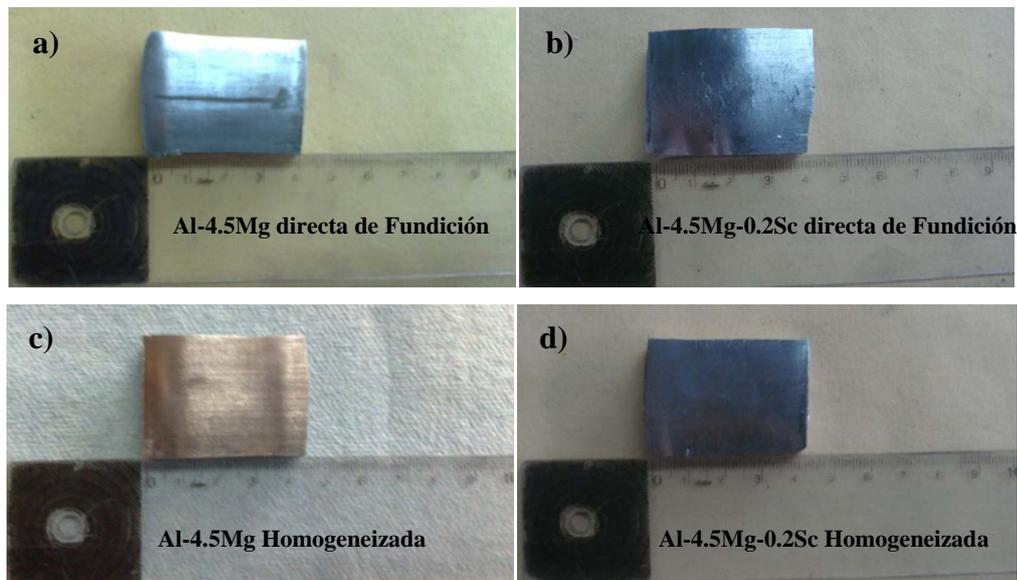


Fig. 4.19 Muestras laminadas al 35% de deformación total

Cuando se aplicó el 52% de la deformación total, la muestra de la aleación Al-4.5Mg-0.2Sc que fue sometida al tratamiento de homogeneización empezó a presentar grietas en las orillas de la muestra (Fig. 4.20d). Como se vio en el apartado 2.4.1, este es un defecto común en los productos de laminado que ocurre cuando algunas partes de la lámina sufren cierta tendencia a expandirse lateralmente (en la dirección transversal de la hoja). Esta tendencia de la propagación lateral se opone por las fuerzas de fricción transversal y como las fuerzas son más grandes en el centro de la hoja, los elementos en la región central se extienden mucho menos que los elementos exteriores cerca de la orilla. A este porcentaje de deformación las muestras empezaron a desarrollar un redondeo en sus extremos.

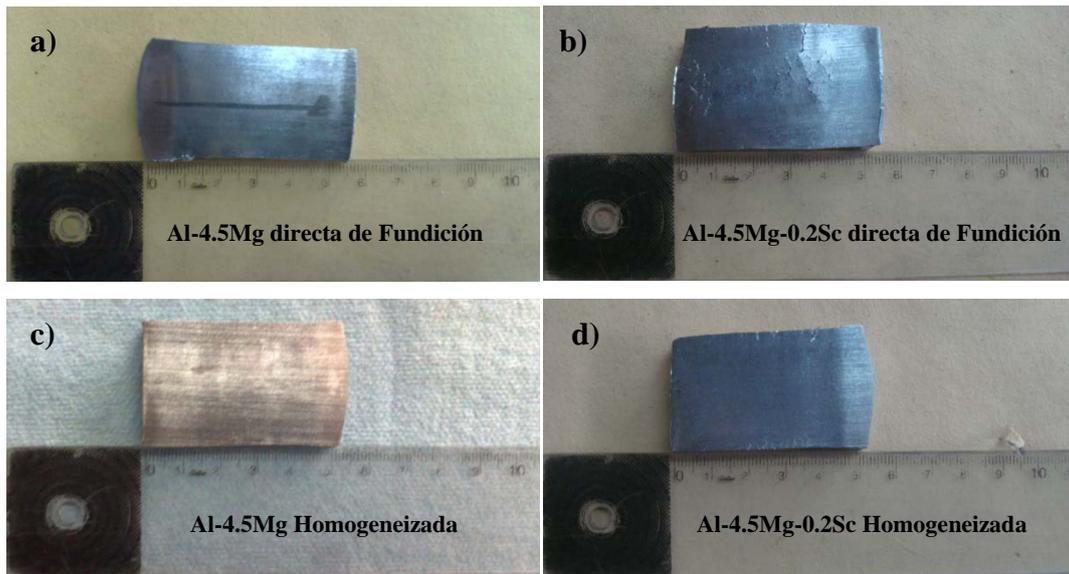


Fig. 4.20 Muestras laminadas al 52% de deformación total

Cuando se aplicó el 75% de deformación total en las muestras, el sistema de aleación ternario, tanto en condición de fundición como homogeneización siguió presentando los mismos defectos del proceso de laminado. De la Fig. 4.21a se observa que la aleación binaria que se tomó directamente del lingote de fundición también empezó a desarrollar grietas en la orilla de la muestra. Con este porcentaje de deformación, el redondeo en los extremos de las muestras fue más pronunciado.

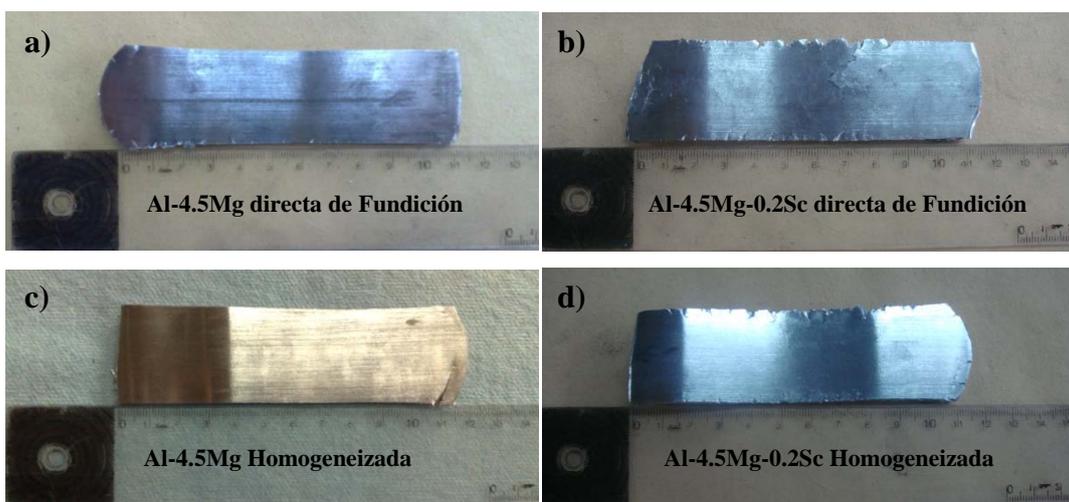


Fig. 4.21 Muestras laminadas al 75% de deformación total

Al final del proceso de laminado se obtuvo un porcentaje de deformación total del 93%. De la Fig. 4.22b se observa que la aleación ternaria en su condición de fundición presentó la mayor cantidad de defectos de laminado. Por otro lado la aleación binaria en su condición de homogeneizado (Fig. 4.22c) fue la que exhibió menos defectos de laminado y por ende presentó un mejor comportamiento plástico.

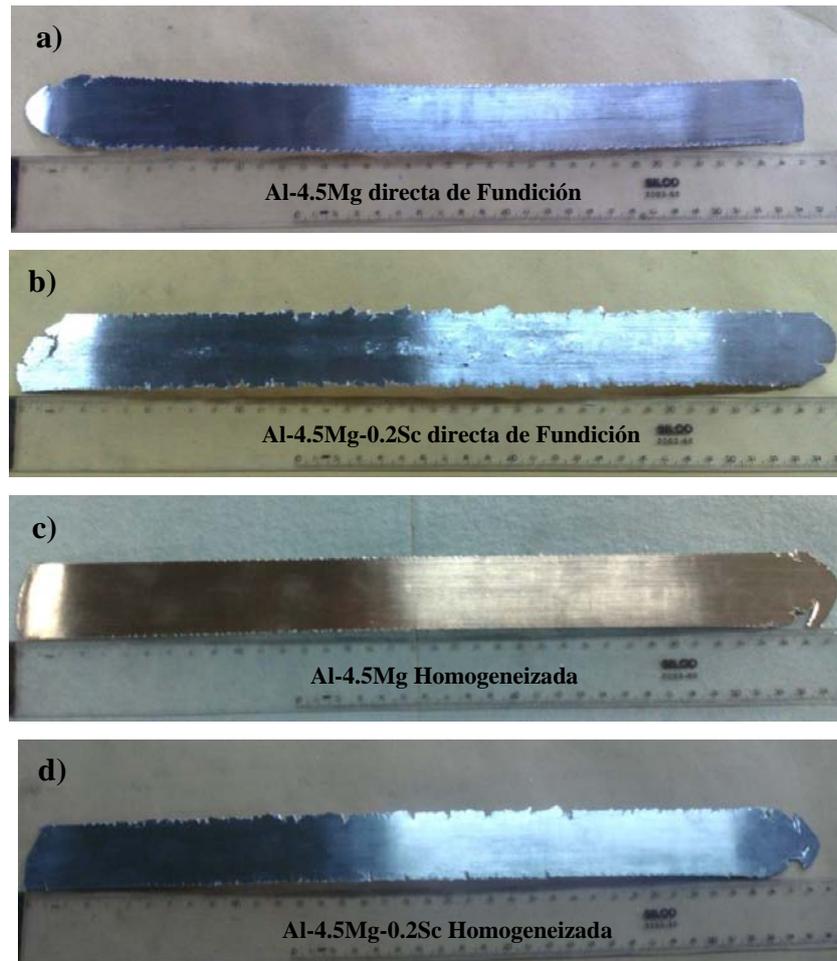


Fig. 4.22 Muestras laminadas al 93% de deformación total

La Tabla 4.8 presenta una comparación entre el porcentaje de deformación teórico y el experimental que se obtuvo para cada muestra durante el proceso de laminado. De dicha tabla se puede observar que conforme el espesor de las muestras iba disminuyendo el porcentaje de deformación total también disminuía, debido a que en cada paso se aplicaba el 10% de deformación del espesor que se obtenía del paso anterior.

Tabla 4.8 Comparativa entre porcentaje de deformación teórica y experimental de cada muestra de laminado

# Paso	%Def.(teo)	% Def.(exp) Al-Mg-F	% Def.(exp) Al-Mg-Sc-F	% Def.(exp) Al-Mg-H	% Def.(exp) Al-Mg-Sc-H
1	10.00	9.46	8.61	8.93	9.90
2	19.00	17.92	17.61	18.27	18.73
3	27.10	25.65	25.95	26.13	26.09
4	34.39	33.04	33.02	33.00	33.38
5	40.95	39.91	39.63	39.80	40.07
6	46.86	46.10	45.63	45.73	46.09
7	52.17	51.23	50.97	51.07	51.44
8	56.95	56.16	55.77	55.87	56.12
9	61.26	60.43	59.97	60.20	60.20
10	65.13	64.36	63.98	63.93	64.21
11	68.62	67.82	67.24	67.53	67.69
12	71.76	71.02	70.31	70.67	70.84
13	74.58	73.68	72.92	73.20	73.98
14	77.12	76.42	75.58	76.00	76.39
15	79.41	78.81	78.12	78.33	78.53
16	81.47	80.68	80.12	80.47	80.87
17	83.32	82.68	82.05	82.20	82.68
18	84.99	84.34	83.92	83.80	84.21
19	86.49	85.88	85.46	85.53	85.62
20	87.84	87.21	86.79	86.87	86.96
21	89.06	88.21	88.06	88.07	88.43
22	90.15	89.34	89.06	88.93	89.77
23	91.14	90.41	90.06	90.07	90.84
24	92.02	91.34	90.99	91.07	91.64
25	92.82	92.14	91.93	91.93	92.31
26	93.54	92.80	92.46	92.80	92.98

Las gráficas de la Fig. 4. 23 y Fig. 4. 24 muestran de una forma más clara los datos de la Tabla 4.8 para el estado de fundición y homogenización respectivamente. De dichas gráficas se puede ver que el proceso de laminado se realizó de manera correcta, dado que las muestras no presentaron grandes variaciones con respecto de la deformación que se aplicó en cada paso del proceso de laminado.

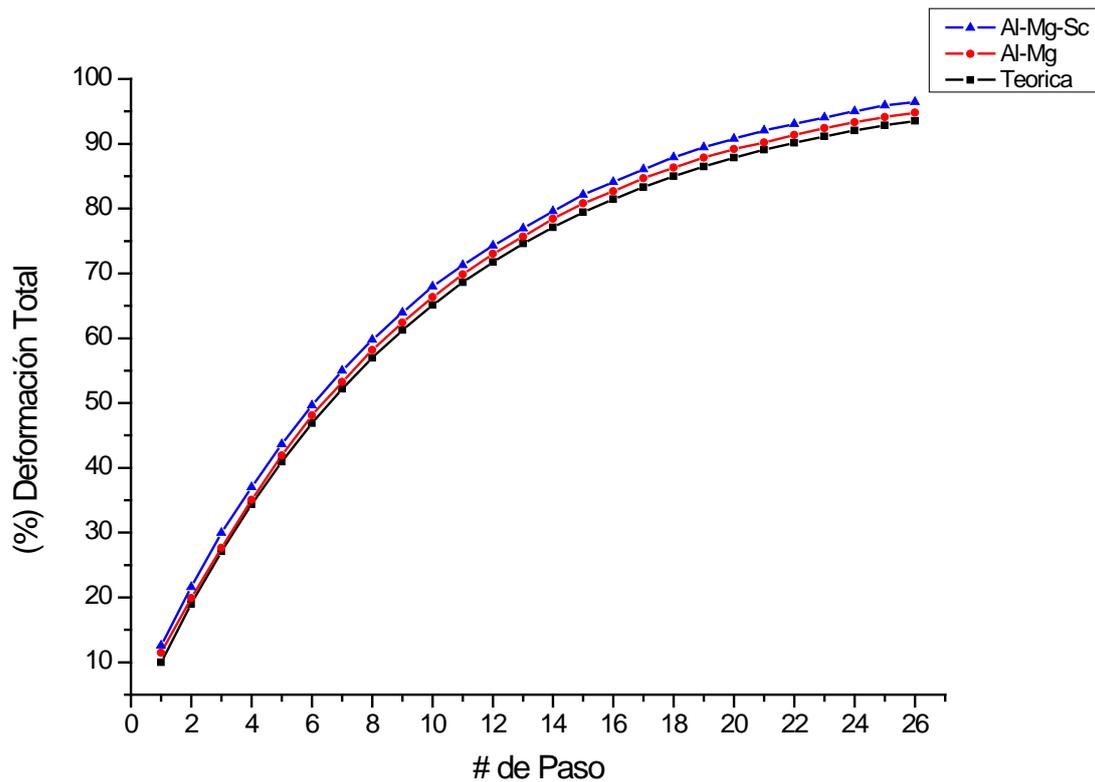


Fig. 4. 23 Comparativa entre porcentaje de deformación teórica y experimental de las muestras laminadas obtenidas de fundición

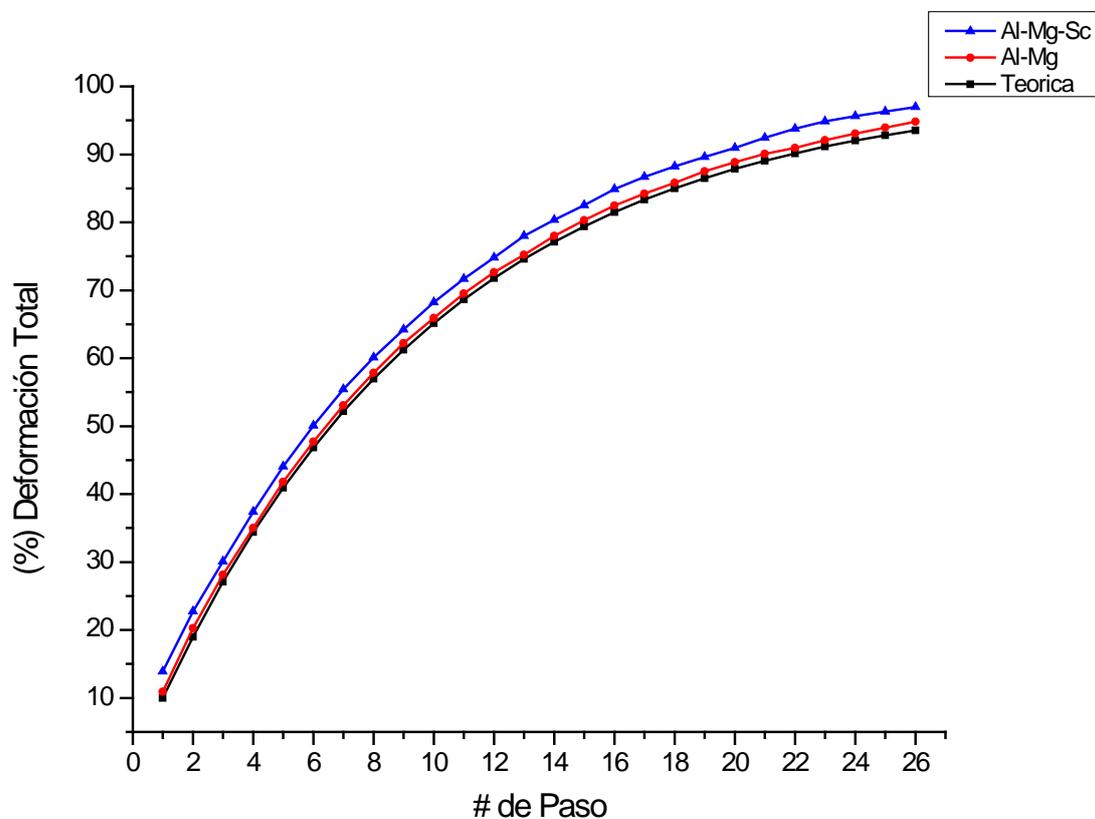


Fig. 4. 24 Comparativa entre porcentaje de deformación teórica y experimental de las muestras laminadas obtenidas del tratamiento de homogeneización

4.9. DISCUSIÓN DEL PROCESO DE LAMINADO

Durante el proceso de laminado la aleación Al-4.5Mg mostró un mejor comportamiento plástico que la aleación Al-4.5Mg-0.2Sc tanto en la condición de fundición como en la condición de homogeneización.

Del análisis del proceso de laminado, se puede observar que la adición de 0.2% de Sc provocó un aumento en la resistencia mecánica de la aleación, pero disminuyó la ductilidad de la misma. Las dos aleaciones que se compararon en este estudio presentaron grietas por deformación en las orillas de las muestras, pero fue la aleación ternaria la que tuvo grietas de mayor tamaño. Cabe resaltar que la cantidad de grietas fue menor en las muestras homogeneizadas. Esto demuestra que el tratamiento de homogeneizado ayudó a ambos sistemas de aleación (binario y ternario) a redistribuir de manera uniforme los elementos aleantes en la matriz de Al, al mismo tiempo que disminuyó la cantidad de esfuerzos internos que impiden el deslizamiento de las dislocaciones.

La muestra de fundición de la aleación Al-4.5Mg-0.2Sc a parte de las grietas en las orillas exhibió grietas en el centro de la aleación a lo largo de la dirección de laminado. Además presentó desprendimiento de material de la superficie que estuvo en contacto con los rodillos. Todas las muestras presentaron redondeo en sus extremos al final del proceso de laminado.

CAPÍTULO V “CONCLUSIONES”

- Debido a las limitaciones que existen en la determinación de la composición química elemental de la aleación, sólo se pudo comprobar la presencia de Mg, Al, Fe, Si, Mn, Cu, etc. Sin embargo la cantidad de Sc no fue posible determinarla por la técnica propuesta.
- La adición de Sc al sistema de aleación Al-4.5Mg en la cantidad propuesta en este trabajo 0.2% (en peso) no sirvió para refinar el tamaño de grano, al contrario la aleación Al-4.5Mg-0.2Sc presentó un tamaño de grano mucho mayor. Esto se pudo deber a la cantidad tan pequeña de Sc que se utilizó en este trabajo. Ambos sistemas presentaron dendritas dentro de los granos, pero en el sistema ternario no se formaron completamente.
- Mediante el análisis de microscopía electrónica no se lograron observar precipitados de la fase Al_3Sc en la aleación ternaria debido al tamaño tan pequeño (4-10 nm). Sólo se observaron las impurezas de hierro en ambas aleaciones.
- Del análisis de Rayos X se logró observar que la adición de Sc al sistema binario Al-4.5Mg provocó una distorsión mayor en la red de Al que el sistema binario sin Sc. Esto se verificó con el parámetro de red, que resultó ser mayor para el sistema ternario.
- La aleación binaria presentó una mejor respuesta al tratamiento de homogeneización que la aleación ternaria. Esto se verificó con el proceso de laminación, en el cual se observó que la aleación libre de Sc presentó mejor comportamiento plástico.
- La aleación propuesta en este trabajo (Al-4.5Mg-0.2Sc) sí puede ser sometida al proceso de deformación plástica severa (ECAP), pero en condición de homogeneización, debido a que dicho tratamiento mejoró su comportamiento plástico.
- La producción de aleaciones de Al-Mg con pequeñas adiciones de Sc se recomienda en cantidades superiores al 0.2% para obtener mejores resultados.

TRABAJO FUTURO

El trabajo futuro consiste en la caracterización mecánica de las aleaciones por medio de las diferentes pruebas mecánicas (ensayo de tracción, dureza, etc.) y diferentes tratamientos térmicos. Por otra parte, la aleación propuesta en este trabajo se comparará con otra aleación con un contenido de Sc superior al 0.6% en peso, cuando se someten al proceso de deformación plástica severa *ECAP*. Se analizarán los mecanismos de refinamiento de grano que sufren estas aleaciones sometidas al proceso *ECAP*, para correlacionar la microestructura de la aleación con las propiedades mecánicas. El estudio se hará con el objetivo de determinar que aleación de Al-Mg-Sc presenta un mejor comportamiento si una aleación hipoeutéctica o una hipereutéctica en cuanto a la adición de Sc se refiere. Ambas aleaciones tendrán 4.5% de Mg. Finalmente, con los resultados obtenidos la adición de Sc sería muy benéfica para la producción de espumas metálicas o materiales altamente porosos. Debido a esto, la producción de estos materiales y procesos de deformación se analizan detalladamente para su trabajo futuro.

REFERENCIAS

- [1] E. A. Starke, Jr and J. T. Staley, *Application of modern aluminum alloys to aircraft*, Prog. Aerospace Sci. Vol. 32, pp. 131-172, 1996.
- [2] A. K. Vasudevan, R. D. Doherty, *Aluminum Alloys-Contemporary research and applications*. Treatise on Materials Science and Technology, Volume 31, Academic Press, Inc. 1989.
- [3] Micky Fernandes, T. Ralph Dorward, *Aluminum-Magnesium-Scandium alloys with Zinc and Copper*. European Patent, 2000.
- [4] S. Lathabai, P.G. Lloyd, *The effect of scandium on the microstructure, mechanical properties and weldability of a cast Al-Mg alloy*. Acta Materialia 50 (2002) 4275-7292.
- [5] Toporova L.S., Eskin D.G., Kharakterova M.L. *et al.*, *Advanced Aluminum Alloys Containing Scandium*, Gordon & Breach, Amsterdam, 1998).
- [6] YuA Filatov, VI VV Zakharov Yelagin, *New Al-Mg-Sc alloys*, Materials Science and Engineering A280 (2000) 97-101.
- [7] Altenpohl D. *Aluminum Viewed from Within*, 1^a edición, Germany, Aluminum-Verlag, Düsseldorf, 1982.
- [8] Polmear R I. J., *Light Alloys From Traditional Alloys to Nanocrystals* (4^a ed.). U.K., Elsevier Butterworth-Heinemann, 2006.
- [9] Francisco J. Gil Mur, *Aleaciones Ligeras*, Ediciones UPC, 2001.
- [10] Totten George E., Mackenzie D. Scott, *Handbook of Aluminum Volume 1 Physical Metallurgy and Processes*, Marcel Dekker, 2003.
- [11] Joseph R. Davis et al., *Aluminum and Aluminum Alloys: ASM Specialty Handbook*, 5^a edición, ASM International, 1993
- [12] E. A. Starke, Jr and J. T. Staley, *Application of modern aluminum alloys to aircraft*, Prog. Aerospace Sci. Vol. 32, pp. 131-172, 1996.
- [13] Ahmed K. Noor, Samuel L. Venneri, Donald B. Paul, Mark A. Hopkins, *Structures technology for future aerospace systems*, Elsevier Science, Computers and Structures 74 (2000) 507-519.
- [14] A. Heinz, A. Haszler, C. Keidel, S. Moldenhauer, R. Benedictus, W.S. Miller, *Recent development in aluminium alloys for aerospace applications*, Materials Science and Engineering A280 (2000) 102-107.
- [15] Gerhard Tempus, *New aluminium alloys and fuselage structures in aircraft design*, EADS Airbus GmbH Bremen, ETH Zürich, Switzerland 2001.

- [16] Thaddeus B. Massalski et al., *Binary Alloy Phase Diagrams*, Volume 1, American Society for Metals, Metals Park, Ohio.
- [17] M. J. Starink, A.-M. Zahra, *The kinetics of isothermal precipitation in Al-Mg alloys*, Journal of Materials Science, Vol. 34 (1999) pp. 1117-1127.
- [18] M. Vedani, G. Angella et al., *DSC Analysis of strengthening precipitates in ultrafine Al-Mg-Si alloys*, Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, Vol. 87 (2007) 1, 227-228.
- [19] Zolotarevsky Vadim S., Nikolai A. Belov, Michael V. Glazoff, *Casting Aluminum Alloys*, Elsevier Ltd., 2007
- [20] V.G. Davydov, T.D. Rostova, et al., *Scientific principles of making an alloying addition of scandium to aluminum alloys*, Elsevier Science, Materials Science and Engineering A280 (2000) 30-36.
- [21] V. V. Zakharov, *Effect of scandium on the structure and properties of aluminum alloys*, Metal Science and Heat treatment, Vol. 45 (2003).
- [22] J. Røyset and N. Ryum, *Scandium in aluminum alloys*, International Materials. Reviews 50, 19,2005.
- [23] K. Venkateswarlu, V. rajinikanth, Ajoy Kumar ray, *High strength aluminum alloys with emphasis on scandium addition*, Special Metal Casting and Forming Processes, CAFP – 2008.
- [24] O. Wouters, *Plasticity in aluminum alloys at various length scales*, PhD thesis series 2006, University Press, Groningen.
- [25] J. Røyset, *Scandium in aluminum alloys overview: physical metallurgy, properties and applications*, Metallurgical Science and Technology, Vol. 25 No.2, 2007 pp. 11-21.
- [26] E. A. Marquis and D. N. Seidman, *Nanoscale structural evolution of Al₃Sc precipitates in Al(Sc) Alloys*, Acta Materialia, 49 (2001) 1909-1919.
- [27] Hatch J.E., *Aluminum: Properties and Physical Metallurgy*, ASM, Metals Park, Ohio, 1984.
- [28] Nikolay A. Belov, Dmitry G. Eskin, et al, *Multicomponent phase diagrams: Application for commercial Aluminum alloys*, Elsevier, 2005.
- [29] Emmanuelle A. Marquis, *Microstructural evolution and strengthening Mechanism in Al-Sc and Al-Mg-Sc Alloys*, PhD thesis, Northwestern University, Evanston Illinois, 2002.
- [30] Yu. A. Filatov, V. I. Yelagin, V.V. Zakharov, *New Al-Mg-Sc alloys*, Materials Science and Engineering A280 (2000) 97-101.

-
- [31] F. Musin, R. Kaibyshev, Y. Motohashi, G. Itoh, *High strain rate superplasticity in a commercial Al-Mg-Sc alloy*, Scripta Materialia 50 (2004) 511-516.
- [32] John A. Schey, *Procesos de Manufactura*, 3ª edición, Mc Graw-Hill, 2002.
- [33] Mikell P. Groover, *Fundamentos de Manufactura Moderna*, 1ª edición, Pearson Educación, 1997.
- [34] José L. Enríquez, et al., *Monografías sobre Tecnología del Acero. Parte I: Acerería Eléctrica*, Universidad Politécnica de Madrid, 2009.
- [35] Botero Federico: « Hornos de Inducción: Producción Limpia y Eficiente ». *Metal Actual*, 20ª edición, (mayo-julio 2011). pp. 26-31.
- [36] K. T. Kashyap, T. Chandrashekar, *Effects and mechanisms of grain refinement in aluminium alloys*, Bull. Mater. Sci., Vol. 24, No. 4, 2001, pp. 345–353.
- [37] Robert E. Reed-Hill, *Principios de Metalurgia Física*, 2ª edición, Compañía Editorial Continental, 1980.
- [38] George E. Dieter, *Mechanical metallurgy*, 3ª edición, McGraw-Hill, 1986.
- [39] Francisco J. Gil Mur et al., *Metalografía*, Ediciones UPC, 2005.
- [40] W. F. Smith, *Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de Materiales*, 3ª edición, McGraw-Hill, España, 1998.
- [41] <http://www.microscopyu.com/articles/stereomicroscopy/stereointro.html>
- [42] John D. Verhoeven, *Fundamentos de metalurgia física*, Limusa, 1987.
- [43] Pat L. Mangonon, *Ciencia de Materiales: Selección y Diseño*, 1ª edición, Pearson Educación, 2001.
- [44] William D. Callister, David G. Rethwisch, *Fundamentals of Materials Science and Engineering: An Integrated Approach*, 4ª edición, John Wiley, 2011.