



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**EFFECTO DE LA ADICIÓN DE COBRE
SOBRE LOS PRECIPITADOS OBTENIDOS
EN LA ALEACIÓN Al-Cu ENVEJECIDA**

TESIS

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO**

PRESENTA

LUIS JESÚS COLEGIO RAMÍREZ



CIUDAD DE MÉXICO, 2019



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.

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: Profesor: SERGIO GARCÍA GALÁN

VOCAL: Profesor: VICTOR ANTONIO ARANDA VILLADA

SECRETARIO: Profesor: IGNACIO ALEJANDRO FIGUEROA VARGAS

1er. SUPLENTE: Profesor: CLARA SARAID FLORES ROSAS

2° SUPLENTE: Profesor: BALBINA OJEDA RAMIREZ

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES, UNAM

ASESOR DEL TEMA:

DR. IGNACIO ALEJANDRO FIGUEROA VARGAS

Firma

SUPERVISORA TÉCNICA:

M. EN C. BALBINA OJEDA RAMÍREZ

Firma

SUSTENTANTE:

LUIS JESÚS COLEGIO RAMÍREZ

Firma

RESUMEN

Hoy en día, el proceso de endurecimiento por precipitación (o de envejecimiento) en aleaciones de aluminio ha tomado gran relevancia dentro de la industria automotriz y aeroespacial debido a todas las aplicaciones que se les puede dar, principalmente, por la ligereza del material base. Una de las aleaciones en las que las dos áreas de la industria actual ya mencionadas se han visto más interesadas es la que comprende la serie 2000 de los aluminios. En el *Instituto de Investigaciones en Materiales* se determinó que este proceso aplicado en dichas aleaciones se puede comprender de mejor forma realizando un estudio desde la aleación binaria Al-Cu, variando los porcentajes de adición de Cu. En este caso, para determinar el efecto de la adición de 3.5 y 5.5% de Cu en la distribución y morfología de los precipitados y para evaluar el efecto de dos temperaturas de exposición ($T_1=170\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $T_2=220\text{ }^{\circ}\text{C}$). sobre la dureza de ambas aleaciones, aplicando este proceso a diferentes tiempos. Se realizó un balance de carga para fabricar las aleaciones Al-3.5%Cu y Al- 5.5%Cu por fundición en un horno de arco eléctrico. Las fundiciones obtenidas fueron seccionadas y se les realizó una sobresaturación de solución sólida a 550°C seguido de un temple con agua a temperatura ambiente para después pasar por el proceso de envejecimiento artificial a las temperaturas de 170 y 220 $^{\circ}\text{C}$ con tiempos de exposición de 20, 40, 60, 80, 120, 120 y 140 min. Las muestras tratadas fueron analizadas y caracterizadas metalográficamente con microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB), también se realizó la medición de dureza Vickers para la construcción de una curva sobre el cambio de dureza en función del tiempo del tratamiento térmico.

AGRADECIMIENTOS

También agradezco al proyecto *UNAM-DGAPA-PAPIME* PE216518 por el apoyo económico recibido durante la elaboración de esta tesis.

CONTENIDO

Resumen	3
Agradecimientos	4
Contenido	5
Índice de tablas	7
Índice de figuras	8
Capítulo 1. Introducción, objetivos e hipótesis	11
1.1. Introducción.....	11
1.2. Objetivos.....	12
1.2.1. Objetivo general.....	12
1.2.2. Objetivos particulares.....	12
1.3. Hipótesis.....	12
Capítulo 2. Marco Teórico	13
2.1. Aleaciones de aluminio.....	15
2.1.1. Aleaciones de Al-Cu.....	17
2.2. Tratamientos térmicos de los aluminios.....	18
2.2.1. Envejecimiento.....	18
2.3. Fundición de aluminios.....	20
2.3.1. Horno de arco eléctrico para la fundición de aluminios.....	21
2.4. Técnicas de caracterización microestructural.....	21
2.5. Difracción de Rayos X (DRX)	23
2.6. Ensayo de Dureza.....	26
Capítulo 3. Metodología Experimental	27
3.1. Balance de carga.....	28
3.2. Fundición en horno de arco eléctrico.....	28
3.3. Seccionamiento de piezas.....	29
3.4. Solubilización.....	30
3.5. Envejecimiento artificial (precipitación).....	31
3.6. Metalografía.....	32
3.7. Análisis de Composición Química.....	32
3.7.1. Espectrometría de Dispersión de Energía de Rayos X (EDS).....	32
3.7.2. Espectrometría de Emisión Óptica.....	33
3.8. Técnicas de caracterización.....	33
3.8.1. Microscopía Óptica (MO).....	33

3.8.2.	Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)	34
3.8.3.	Difracción de Rayos X (DRX)	35
3.9.	Ensayos mecánicos	36
3.9.1.	Dureza Vickers.....	36
3.10.	Validación de la solubilización en la aleación Al-5.5%Cu.....	36
Capítulo 4.	Resultados y análisis.....	37
4.1.	Fundición en horno de arco eléctrico.....	37
4.2.	Análisis de Composición Química.....	38
4.2.1.	Espectrometría de Dispersión de Energía de Rayos X (EDS).....	38
4.2.2.	Espectrometría de Emisión Óptica.....	39
4.3.	Técnicas de caracterización.....	39
4.3.1.	Microscopía Óptica.....	39
4.3.2.	Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)	40
4.3.3.	Difracción de Rayos X (DRX)	44
4.4.	Ensayos Mecánicos.....	48
4.4.1.	Dureza Vickers	48
4.5.	Validación de la solubilización en la aleación Al-5.5%Cu.....	50
Capítulo 5.	Conclusiones.....	53
Referencias.....		54
Anexos.....		57
Anexo 1.	Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).....	57
Anexo 2.	Difracción de Rayos X (DRX).....	58

Índice de Tablas

Tabla 1. Propiedades del aluminio y sus aleaciones ^[7]	15
Tabla 2. Clasificación de las aleaciones de aluminio ^[8]	17
Tabla 3. Tipos de envejecido ^[8]	19
Tabla 4. Masa calculada para cada aleación.....	28
Tabla 5. Símbolos de creación de los códigos para el envejecimiento.....	34
Tabla 6. Plan de trabajo y piezas seleccionadas para MEB y DRX.....	34
Tabla 7. Masa promedio real pesada para cada aleación.....	37
Tabla 8. Masa promedio perdida por fundición.....	38
Tabla 9. Resultados de composición química por EDS.....	38
Tabla 10. Resultados composición química por espectrometría de emisión óptica.....	39
Tabla 11. Fases encontradas por DRX.....	47
Tabla 12. Durezas Vickers para cada una de las piezas.....	48
Tabla 13. Dureza Vickers para la aleación 5.5%Cu solubilizada y después envejecida.....	52

Índice de Figuras

Figura 1. Proceso de obtención de aluminio a partir de bauxita [2].....	14
Figura 2. Diagrama de fases del sistema Al-Cu [11].....	17
Figura 3. Secuencia de precipitación en las aleaciones Al-Cu [8] [13] [14] [15]	18
Figura 4. Esquema de horno de crisol [16].....	20
Figura 5. Horno de arco eléctrico de nivel industrial. Obtenida de: gih SMART FURNACES.....	21
Figura 6. Microestructura de la aleación 2024-T3. (izq.) Microscopio óptico: presencia de θ y θ' . (der.) MEB: se observa la presencia de θ' [19]	22
Figura 7. Secuencia de precipitación en las aleaciones aluminio-cobre vista con microscopía de transmisión (a) Zonas GP 720000x. (b) θ'' a 63000x. (c) θ' a 18000x. (d) θ a 8000x [20]	23
Figura 8. Difractograma de una pieza de 4.4Cu-0.5Mg- 0.9Si-0.8Mn solubilizada [21].....	24
Figura 9. Difractograma de aleaciones Al-Cu-Mg-Ag endurecidas por ECAP [22]	25
Figura 10. Patrones de DRX de una mezcla simple de polvo de AlCu, polvo de AlCu molido de bolas, un pellet de AlCu prensado en caliente y una lámina de AlCu laminada en caliente [23].....	25
Figura 11. Curva de envejecimiento a 160 ° C de una aleación Al-4.4Cu-0.5Mg-0.9Si 0.8Mn después de ser solubilizada a 505 °C durante 40 minutos y posteriormente enfriada con agua [21].....	26
Figura 12. Diagrama de fases Al-Cu y aleaciones seleccionadas [11]...27	
Figura 13. Materia prima ocupada para la elaboración de las aleaciones. Aluminio (izq.) y cobre (der.).....	28
Figura 14. Horno de arco eléctrico Arc Melting Sistem AM Edmund Bühler GmbH.....	29
Figura 15. Cortadora ALLIED y disco de diamante ISOMET 11-4276 a 300 rpm.....	30
Figura 16. Seccionamiento de las piezas obtenidas en fundición.....	30
Figura 17. Realización de la sobresaturación de la solución sólida a 550°C durante 4 horas.....	31
Figura 18. Envejecimiento de las aleaciones Al-Cu a 170 y 220 °C... 31	

Figura 19. Equipo de protección utilizado durante el tratamiento térmico.....	32
Figura 20. Montaje en resina de las aleaciones. Al-Cu (3.5 y 5.5%Cu).....	32
Figura 21. Imágenes de una zona donde se aplicó EDS. (Izq.) Pieza maestra de 3.5%Cu. (Der.) Pieza maestra de 5.5%Cu.....	33
Figura 22. Equipo de Microscopía Electrónica de Barrido JSM-700F JOEL.....	35
Figura 23. Rigaku Ultima IV XRD system.....	35
Figura 24. Durómetro Vickers Shimadzu HVM-G.....	36
Figura 25. Piezas obtenidas directamente de fundición (2.7 cm de diámetro).....	37
Figura 26. Estructura de Al-3.5%Cu en MO. (a) 20, (b) 40, (c) 60, (d) 100 y (e) 120 min, respectivamente. 220°C.....	40
Figura 27. Piezas maestras de 3.5%Cu y 5.5%Cu, respectivamente.....	41
Figura 28. Piezas solubilizadas, 3.5%Cu y 5.5%Cu, respectivamente.....	42
Figura 29. Piezas de 3.5%Cu a 80 y 140 min, respectivamente; 170°C (arriba); 220°C (abajo).....	43
Figura 30. Piezas de 5.5%Cu a 80 y 140 min, respectivamente; 170°C (arriba); 220°C (abajo).....	44
Figura 31. Difractogramas correspondiente a las piezas maestras: 3.5%Cu (azul) y 5.5% (rosa).....	45
Figura 32. Difractogramas correspondiente a las piezas tratadas a 170°C y 80 min: 3.5%Cu (azul) y 5.5%Cu (rosa).....	45
Figura 33. Difractogramas correspondiente a las piezas tratadas a 220°C y 80 min: 3.5%Cu (azul) y 5.5%Cu (rosa).....	46
Figura 34. Gráfico de dureza Vickers en función del tiempo de envejecimiento.....	49
Figura 35. Piezas con 5.5%Cu solubilizadas durante 8 y 10 h, respectivamente.....	51
Figura 36. Piezas con 5.5%Cu solubilizadas por 8 y 10 h, respectivamente. Envejecidas durante 140 min.....	51
Figura 1 A1. Piezas de 3.5%Cu a 80 y 140 min, respectivamente; 170°C (arriba); 220°C (abajo).....	57

Figura 2 A1. Piezas de 5.5%Cu a 80 y 140 min, respectivamente; 170°C (arriba); 220°C (abajo).....	57
Figura 1 A2. Difractogramas correspondiente a las piezas solubilizadas: 3.5%Cu (azul) y 5.5%Cu (rosa).....	58
Figura 2 A2. Difractogramas correspondiente a las piezas tratadas a 170°C y 140 min: 3.5%Cu (azul) y 5.5%Cu (rosa).....	58
Figura 3 A2. Difractogramas correspondiente a las piezas tratadas a 220°C y 140 min: 3.5%Cu (azul) y 5.5%Cu (rosa).....	59

Capítulo 1

Introducción, objetivos e hipótesis

1.1. Introducción

Las aleaciones de aluminio han tomado una gran importancia dentro de la industria moderna debido a la ligereza con la que cuenta. Actualmente se puede encontrar en casi cualquier utensilio como un bolígrafo, un llavero y una cuchara hasta componentes complejos para la industria aeroespacial y automotriz con el propósito de disminuir su peso de las estructuras.

Las aleaciones de aluminio con mayor valoración dentro de las dos industrias, antes mencionadas, son las pertenecientes a la serie 2000. Estas aleaciones son estudiadas principalmente cuando son envejecidas artificialmente, aplicándoles un tratamiento térmico, dicho tratamiento provoca que en la estructura precipite la fase Al_2Cu (θ). El fenómeno de precipitación de esta fase es fundamental en el endurecimiento. El primer paso para ello es introducir el metal a un horno que esté a una temperatura en donde la solución sólida (aluminio alfa o α) de la aleación sea estable, por lo tanto, la fase Al_2Cu (θ) se encuentre completamente disuelta (en este caso a $550^\circ C$). El segundo es el temple, con este paso se pretende que en la microestructura solamente se obtenga la solución sólida α . El tercer y último paso es el envejecimiento artificial o precipitación de Al_2Cu (θ) la cual se realiza a temperaturas donde la fase de solución sólida α sea estable, por ejemplo, este paso se puede realizar a $160^\circ C$ y durante cierto tiempo, el Al_2Cu (θ) precipitará poco a poco, lo que provocará que la aleación gane dureza.

Se ha considerado estudiar el envejecimiento de estas aleaciones desde su aleación binaria Al-Cu para comprender de una mejor manera el efecto

que tiene el cobre sobre la morfología de los precipitados y con ello, en el endurecimiento del material envejecido artificialmente.

1.2. Objetivos

1.2.1. Objetivo general

Estudiar el efecto que tiene la adición de cobre sobre las características de los precipitados de las aleaciones aluminio-cobre (Al-3.5 Cu% y Al-5.5 %Cu) envejecidas, así como evaluar el resultado de la dureza cuando se realiza el envejecimiento a las temperaturas $T_1=170$ °C y $T_2=220$ °C y analizar el crecimiento que de los precipitados con respecto al tiempo.

1.2.2. Objetivos particulares

- Obtener las aleaciones por medio de una fundición en horno de arco eléctrico.
- Realizar diferentes técnicas de análisis de composición química para asegurar el contenido de cobre en el aluminio.
- Caracterizar la microestructura de las aleaciones obtenidas directamente de fundición, así como de las tratadas térmicamente.
- Comparar los resultados obtenidos con los presentados en la literatura.
- Ofrecer recomendaciones objetivas para posteriores trabajos experimentales sobre el tema de esta tesis.

1.3. Hipótesis

Se prevé que, si el porcentaje de cobre y la temperatura del tratamiento térmico incrementan, el tamaño del precipitado crecerá y aumentará la dureza, esto siempre y cuando el porcentaje de cobre no pase su límite de solubilidad en el aluminio.

Capítulo 2

Marco Teórico

Este capítulo pretende reunir información previa conocida sobre el aluminio, sus aleaciones y, de manera más profunda, sobre las aleaciones Al-Cu envejecidas artificialmente. Cabe mencionar que se realizará un breve pasaje histórico sobre el aluminio y cómo fue que pasó de ser un material que no se lograba obtener en su forma metálica y pura, a ser un material necesario, demandado e importante para la humanidad.

El aluminio fue utilizado desde la antigüedad por los egipcios y babilónicos en forma de arcilla (aprox. entre los 2000 y 5000 a.C.) para fabricar utensilios de cerámica y no fue hasta el año 1809 que Humphry Davy intentó aislar por primera vez este elemento utilizando desde métodos electrolíticos hasta la fusión por horno de arco eléctrico, pero no consiguió obtener resultados positivos. En el año 1821 el geólogo francés Pierre Berthier descubrió un mineral rojizo con grandes cantidades de aluminio y le otorgó el nombre de "Bauxita" ^{[1][2]}.

Unos años después, en 1825 el científico danés Hans C. Oersted logró la obtención de pequeños cristales del metal a partir del cloruro de aluminio (AlCl_3) pero el problema se reflejó en las grandes cantidades de energía utilizadas. Para el año 1827, Friedrich Wöhle quien fuera investigador alemán y un admirador del trabajo de Oersted, logró extraer aluminio en polvo utilizando potasio como agente para reducir cloruro de aluminio. En el año 1854 Henri Sainte-Claire Deville, utilizó cloro para reducir el cloruro de aluminio para obtener muestras de aluminio puro, esto sirvió como base para que la planta Salindres comenzara la industria del aluminio,

aunque no por mucho tiempo, debido a que el proceso era demasiado caro [2][3].

A finales del siglo XIX, en 1883, Dieudonné Lontin realizó una patente en la cual presentaba el proceso de electrólisis para obtener aluminio a partir de un baño fundido en donde disolvía Al_2O_3 . Ya para los años 1886 Charles Martin Hall y Paul Héroult, desarrollaron un proceso más eficaz que el de Lontin, también a partir del Al_2O_3 y en 1889 Carl Josef Bayer desarrollo un proceso con bauxita y soda caustica para obtener Al_2O_3 , reduciendo un 80% los costos de la extracción de aluminio. Fue desde entonces que la demanda y producción industrial de aluminio se disparó [2][3]. En la figura 1 se muestra el proceso actual de obtención de aluminio primario a nivel industrial a partir de la bauxita.

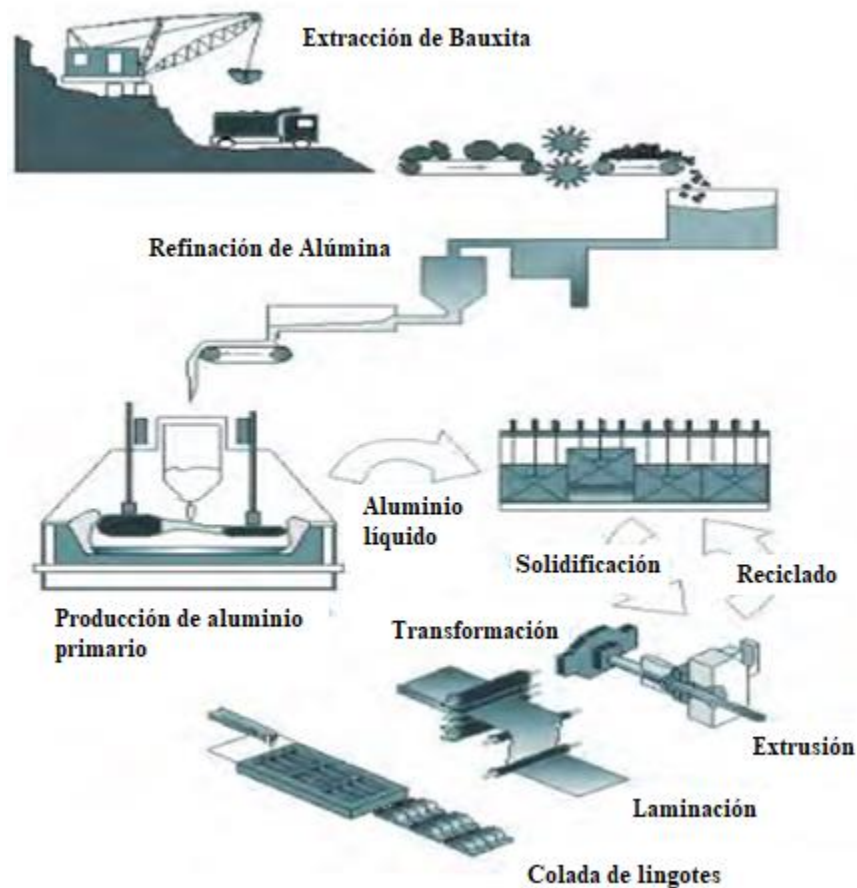


Figura 1. Proceso de obtención de aluminio a partir de bauxita [2].

2.1. Aleaciones de aluminio

A lo largo de todo el siglo XX y hasta la actualidad, la demanda del aluminio y sus aleaciones se ha visto incrementada debido a que éste presenta características demasiado interesantes [4]. La densidad, tenacidad, ductilidad y conductividad eléctrica que posee este metal lo han posicionado como un gran contendiente del acero y del cobre, llegando a requerirse aproximadamente 100 000 (cien mil) toneladas de aluminio diario en el mundo (2016) [2]. En la tabla 1 se presentan algunas propiedades físicas, químicas y térmicas destacadas del aluminio y sus aleaciones.

Tabla 1. Propiedades del aluminio y sus aleaciones [7].

Propiedad	Límite inferior	Límite superior	Unidad
<i>Densidad</i>	2.5	2.9	g/cm ³
<i>Punto de fusión</i>	495	660	°C
<i>Mínima temperatura de servicio</i>	120	200	°C
<i>Máxima temperatura de servicio</i>	-273	---	°C
<i>Módulo de Young</i>	68	80	GPa
<i>Límite elástico</i>	95	610	MPa
<i>Resistencia a la tracción</i>	180	620	MPa
<i>Dureza Vickers</i>	60	160	HV
<i>Elongación</i>	1	20	%
<i>Resistencia a la fatiga (10⁷ ciclos)</i>	57	210	MPa
<i>Precio (junio 2019)</i>	33.5		MXN/kg

Sin duda, una de sus propiedades más llamativas es su densidad, teniendo un valor de 2.7 g/cm³, lo que es casi un tercio de la densidad del acero (7.85 g/cm³), esto hizo que la industria automotriz se interesara en él para modificar algunas piezas de los automóviles, esta idea fue ganando lugar cuando después de algunos años las ganancias en esta industria eran cada vez mayores. La ligereza de este metal, su gran maleabilidad, su alta ductilidad y su gran capacidad para absorber energía

sin llegar a la fractura permitió que no sólo la industria automotriz se viera beneficiada, también permitió que la industria aeronáutica se desarrollara y viera un gran crecimiento económico ^{[5][6]}.

El diseño de estructuras para automóviles, aviones y vehículos náuticos se vio extremadamente favorecido gracias a la presencia del aluminio y sus aleaciones. Fue tanto el desarrollo de estructuras ligeras que incluso se vio nacer a una nueva industria "*la industria aeroespacial*" ^{[5][6]}.

El aluminio y sus aleaciones han tomado tanta importancia en el mundo moderno que hoy en día las podemos encontrar en forma de llaveros, utensilios de cocina, láminas, perfiles, cables eléctricos, latas para refresco, tuberías, monoblocks y turbinas de aviones. Ya es tan común para el ser humano que en ocasiones es imposible percibir que estamos rodeados de un material llamado aluminio ^{[5][7]}.

Debido a la gran demanda que ha tenido, el aluminio y sus aleaciones se encuentran clasificados en dos grupos, el grupo de los aluminios de procesos de forja o conformado (xxxx) y los aluminios de fundición (xxx.x) ^[8]. Estos grupos se presentan de mejor forma en la tabla 2. El primer dígito representa el elemento aleante principal para ambos grupos, con excepción de las series 1xxx y 1xx.x. Para el caso de las aleaciones de forja el segundo dígito representa el límite de impureza de la aleación, si la aleación no contiene impurezas el segundo dígito será cero, el tercer y cuarto dígito no suelen representar algo significativo (se suelen utilizar para dar nombre a aleaciones completamente diferentes). En el caso de las aleaciones de fundición, el segundo y tercer dígito representan el mínimo de pureza que excede en porcentaje al 99%, el cuarto dígito indica si la aleación fue directamente de colada en molde (xxx.0), si fue colada en lingote y tiene límites en su composición química (xxx.1) o si

es una aleación colada en lingote fuera de los límites de composición química establecida [2].

Tabla 2. Clasificación de las aleaciones de aluminio [8].

<i>Forja</i>		<i>Fundición</i>	
1xxx	Al 99%	1xx.x	Al 99%
2xxx	Cu	2xx.x	Cu
3xxx	Mn	3xx.x	Si (Cu, Mg)
4xxx	Si	4xx.x	Si
5xxx	Mg	5xx.x	Mg
6xxx	Mg-Si	6xx.x	Serie no utilizada
7xxx	Zn	7xx.x	Zn
8xxx	Otros	8xx.x	Sn
9xxx	Serie no utilizada	9xx.x	Otros

2.1.1. Aleaciones de Al-Cu

Los aluminios pertenecientes a las series 2000 y 200.0 se representan, según lo mostrado en el diagrama de fases de la figura 2.

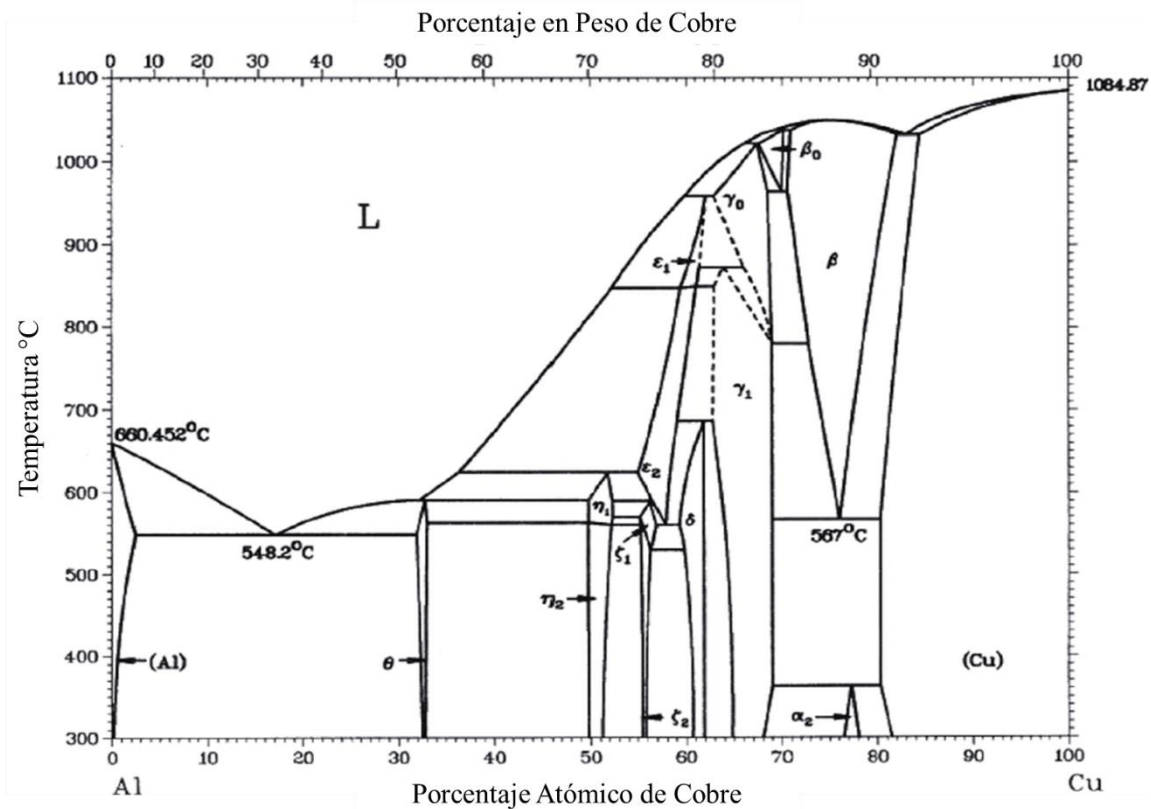


Figura 2. Diagrama de fases del sistema Al-Cu [11].

Estas aleaciones suelen utilizarse en su forma terciaria: Al-Cu-Mg, Al-Cu-Si, Al-Cu-Li, por mencionar algunas; como, por ejemplo, para realizar estructuras para la industria automotriz, aeronáutica y aeroespacial [9][10].

2.2. *Tratamientos térmicos de los aluminios*

En demasiadas ocasiones, a la nomenclatura de las aleaciones de aluminio se le podrá agregar una letra, la cual dará información relevante del material. Entre las letras más comunes agregadas se encuentran F, H, O, T y W [2].

F: Aleaciones directamente en condiciones de fábrica moldeados por trabajo en frío o en caliente. También para aleaciones fabricadas por fundición sin algún control de enfriamiento.

H: Aleaciones deformadas en frío más alguna operación que involucra calentamiento (laqueado o pintado).

O: Aleaciones que fueron tratadas con un recocido.

T: Aleaciones con tratamiento de solución (solubilización), un envejecimiento (artificial o natural) o ambos tratamientos.

W: Aleaciones templadas a temperatura ambiente después de haber sido solubilizadas.

Cabe mencionar que no todas las aleaciones de aluminio pueden ser tratadas térmicamente. Las series de aluminio que pueden tratarse térmicamente son: 2000, 6000, 7000 del grupo de forja y 200.0, 300.0 (la mayoría), 400.0 (sólo algunas), 700.0 y 800.0. de las aleaciones de fundición [8][12].

2.2.1. *Envejecimiento*

Como ya se mencionó, las aleaciones tratadas por envejecimiento artificial o natural suelen recibir una "T" al final de su clasificación y, como existen diferentes formas de realizar un envejecimiento, también es

necesario clasificar este tratamiento, dicha clasificación se presenta en la tabla 3.

Tabla 3. Tipos de envejecido [8].

<i>Tratamiento Térmico</i>	<i>Descripción</i>
<i>T1</i>	<i>Envejecimiento natural</i>
<i>T2</i>	<i>Enfriamiento desde alta temperatura → trabajo en frío → envejecimiento natural</i>
<i>T3</i>	<i>Tratamiento de solución → trabajo en frío → envejecimiento natural</i>
<i>T4</i>	<i>Tratamiento de solución → envejecimiento natural</i>
<i>T5</i>	<i>Envejecimiento artificial</i>
<i>T6</i>	<i>Tratamiento de solución → envejecimiento artificial</i>
<i>T7</i>	<i>Tratamiento de solución → estabilización</i>
<i>T8</i>	<i>Tratamiento de solución → trabajo en frío → envejecimiento artificial</i>
<i>T9</i>	<i>Tratamiento de solución → envejecimiento artificial → trabajo en frío</i>

El envejecimiento artificial se ha vuelto una de las formas más comunes de aumentar la dureza las aleaciones Al-Cu, debido a que el endurecimiento de dichas aleaciones se da por la precipitación de una fase llamada theta ($AlCu_2$). Esta fase precipitará en forma de pequeñas partículas sobre la matriz de aluminio alfa conforme la aleación se envejezca [8].

La precipitación de las aleaciones binarias Al-Cu se ha caracterizado por la morfología que presentan, tamaño y estabilidad, además de la coherencia o incoherencia que tienen las partículas con respecto a la matriz, dicha precipitación sigue la secuencia que se muestra a continuación en la figura 3.

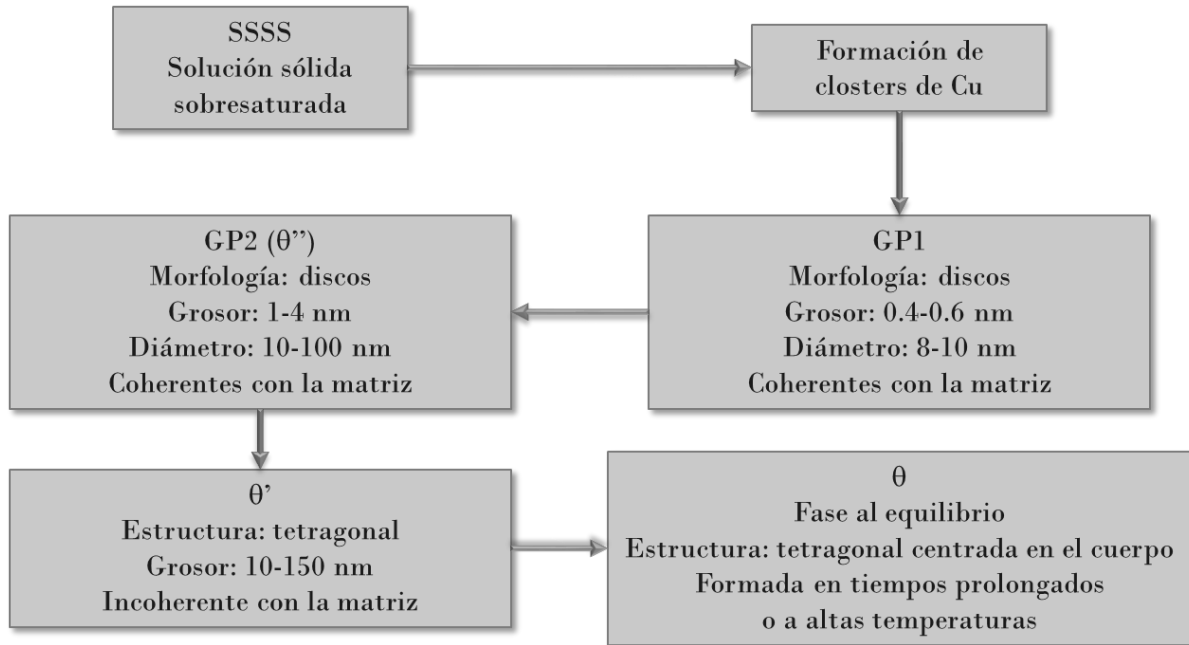


Figura 3. Secuencia de precipitación en las aleaciones Al-Cu [8][13][14][15].

*GP: Guinier-Preston.

2.3. Fundición de aluminios

La fundición de los aluminios a nivel industrial suele hacerse en hornos de crisol de todo tipo ya sea basculante, rotatorio, inmerso, móvil o fijo, el horno de crisol es de los que más se ocupan para las aleaciones de este metal y puede funcionar con diferentes combustibles tales como gas, coque o petróleo [16][17].

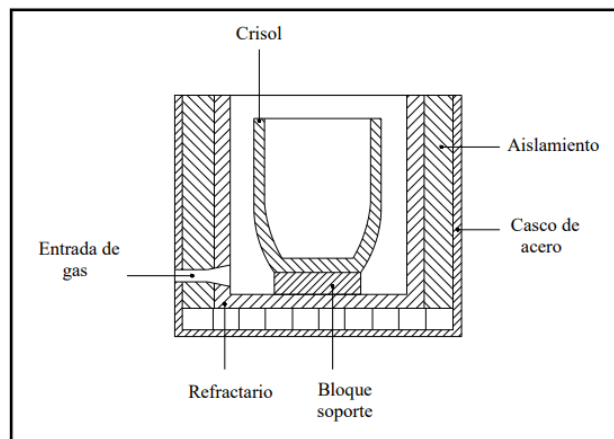


Figura 4. Esquema de horno de crisol [16].

Otro de los hornos más utilizados para la fundición de no ferrosos y de manera muy particular para la fundición de aluminios, es el horno de reverbero el cual se ha convertido en un tipo de horno muy común dentro de la industria de aluminio de México [16][17].

2.3.1. *Horno de arco eléctrico para la fundición de aluminios*

La fundición de aluminio en hornos de arco eléctrico a nivel industrial no es muy común debido a que no se puede desgasificar el metal líquido, algo que es un requisito en estas aleaciones, lo que normalmente se funde es este tipo de hornos eléctricos son aceros y hierros, sin embargo, existen antecedentes de intentos de la fusión del aluminio y sus aleaciones en este tipo de hornos [18].



Figura 5. Horno de arco eléctrico de nivel industrial. Obtenida de: gih SMART FURNACES.

2.4. *Técnicas de caracterización microestructural*

Como ya se mencionó en varias ocasiones a lo largo de este capítulo, se han realizado varias investigaciones sobre las aleaciones Al-Cu para la elaboración estructuras aeroespaciales. En esta ocasión, en la figura 6 se

presentan dos micrografías resultantes de la investigación de Huda y compañía [19] para una de estas estructuras. Estas pertenecen a una aleación 2024-T3, las cuales fueron tomadas con microscopio óptico (micrografía de la izquierda) y con microscopio electrónico de barrido (la micrografía de la derecha) donde Huda y compañía caracterizan los precipitados como θ y θ' [19].

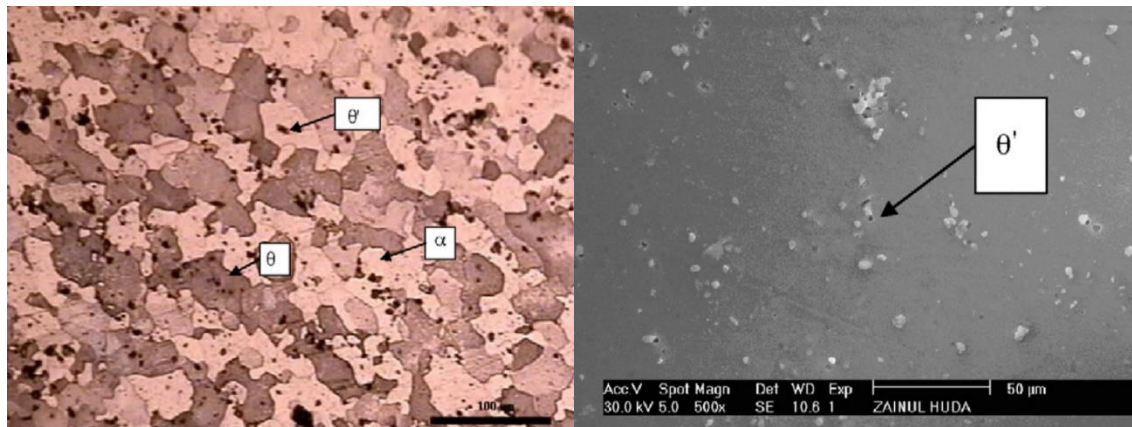


Figura 6. Microestructura de la aleación 2024-T3. (izq.) Microscopio óptico: presencia de θ y θ' . (der.) MEB: se observa la presencia de θ' [19].

Además de la microscopía óptica y la microscopía electrónica de barrido, otra técnica de caracterización muy utilizada en la actualidad es la de la microscopía electrónicas de transmisión.

En la figura 7 se muestra las imágenes obtenidas en Microscopio Electrónico de Transmisión (MET) de la aleación binaria Al-Cu. Las imágenes fueron publicadas por A. Porter y K.E. Easterling [20] y muestran la secuencia de precipitación de partículas en la matriz de aluminio alfa.

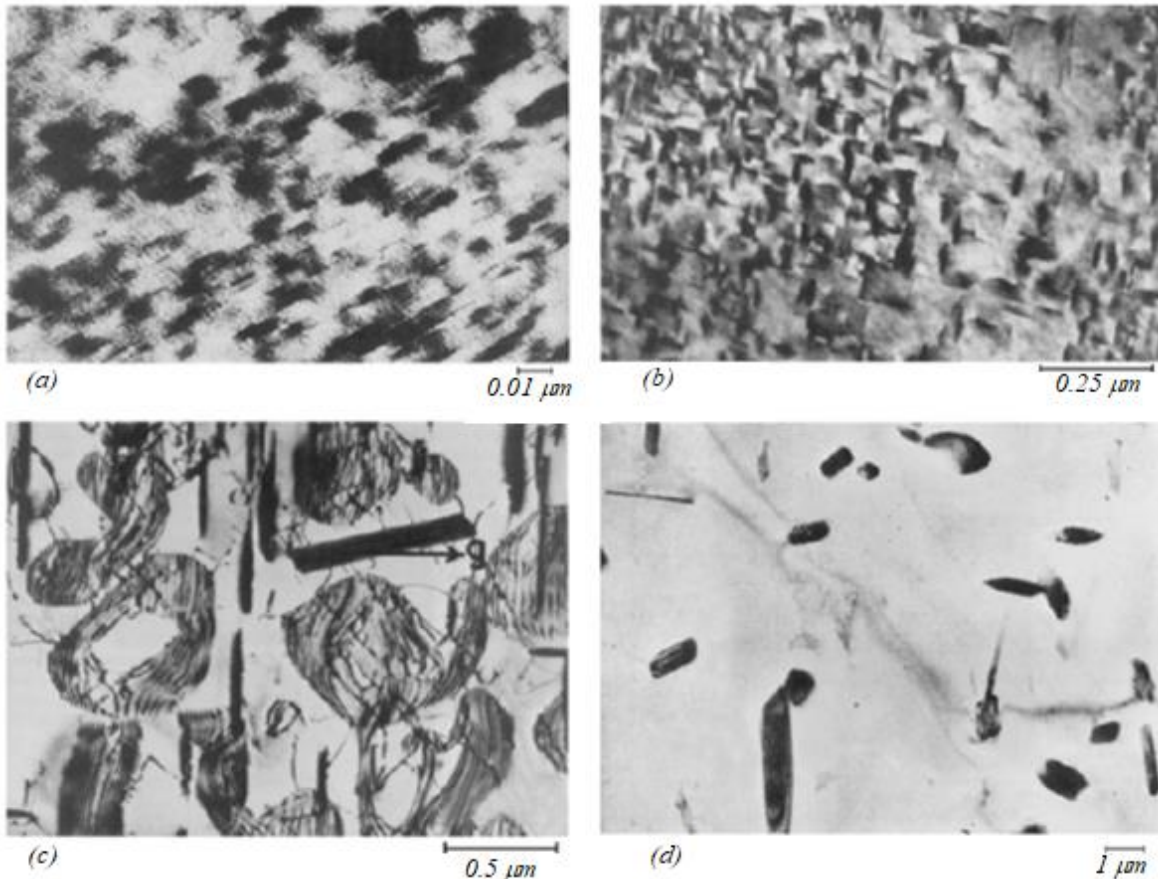


Figura 7. Secuencia de precipitación en las aleaciones aluminio-cobre vista con microscopía de transmisión (a) Zonas GP 72000x. (b) θ'' a 63000x. (c) θ' a 18000x. (d) θ a 8000x ^[20].

2.5. Difracción de Rayos X (DRX)

Para saber las fases presentes en la estructura y la composición de ellas es necesario utilizar la técnica de difracción de rayos X, la cual permite saber estos datos a través de su base de datos.

En la figura 8 se presenta un difractograma obtenido para la aleación Cu-0.5Mg-0.9Si-0.8Mn solubilizada, en él, el autor hace el señalamiento de la presencia de la fase aluminio alfa solamente, lo cual vendría siendo lo correcto, ya que la pieza está solubilizada.

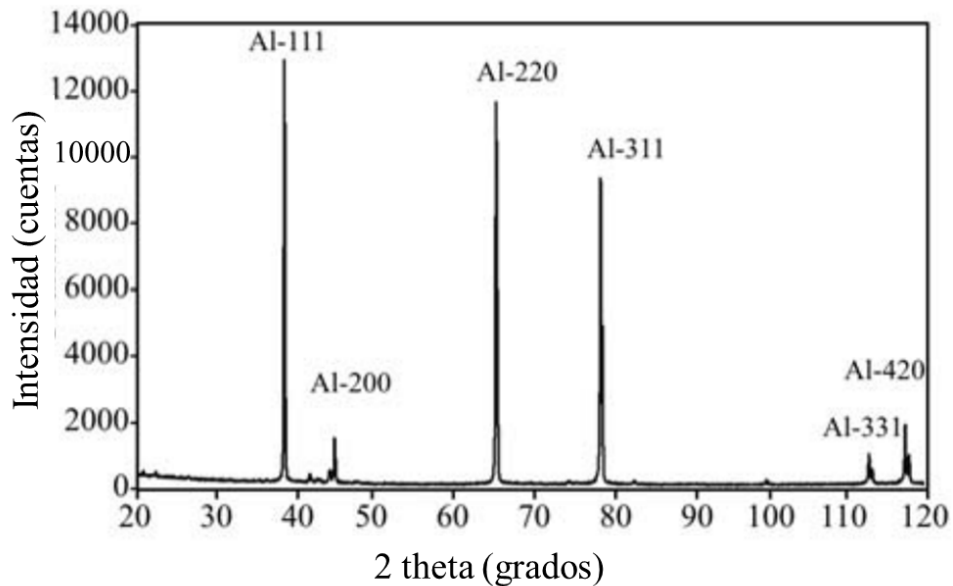


Figura 8. Difractograma de una pieza de 4.4Cu-0.5Mg-0.9Si-0.8Mn solubilizada [21].

Otro estudio, tiene como resultado muchos difractogramas que se muestran en forma ordena en la figura 9, en esta ocasión la aleación estudiada fue Al-Cu-Mg-Ag, la cual fue deformada por Prensado Angular de Canales Iguales (ECAP por sus siglas en inglés).

Lo más interesante que los difractogramas muestran todas las posibles posiciones de 2θ en las cuales podría aparecer un pico y por lo tanto identificar una fase y el plano en el que se encuentra.

Caso parecido al anterior es el que presenta la figura 10, sólo que en esta ocasión la aleación binaria Al-Cu fue analizada en piezas fabricadas con polvos. Además de tener más puntos posibles de Al_2Cu y un intervalo de 2θ de 60 unidades.

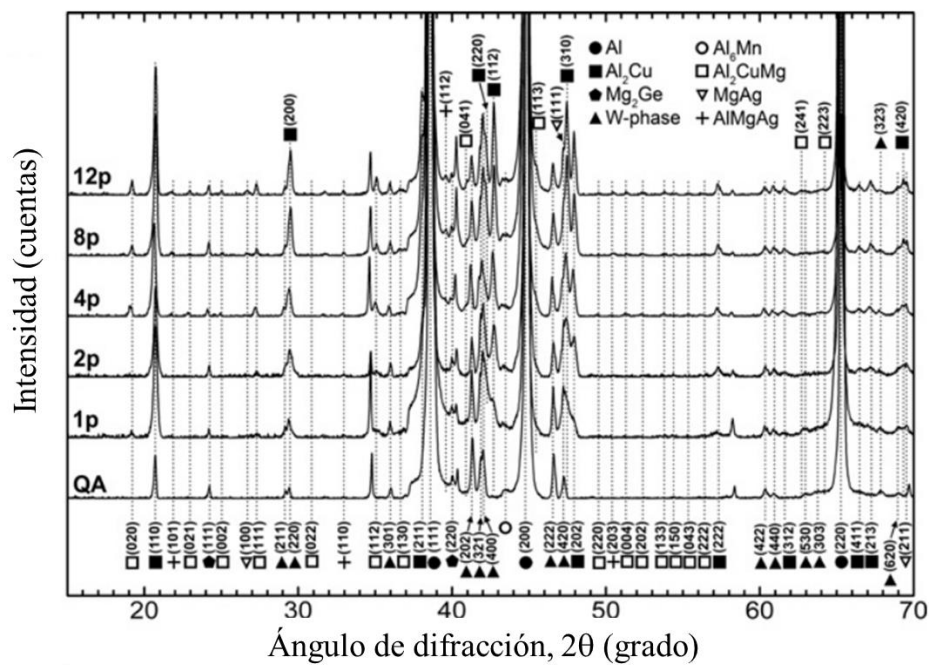


Figura 9. Difractograma de aleaciones Al-Cu-Mg-Ag endurecidas por ECAP [22].

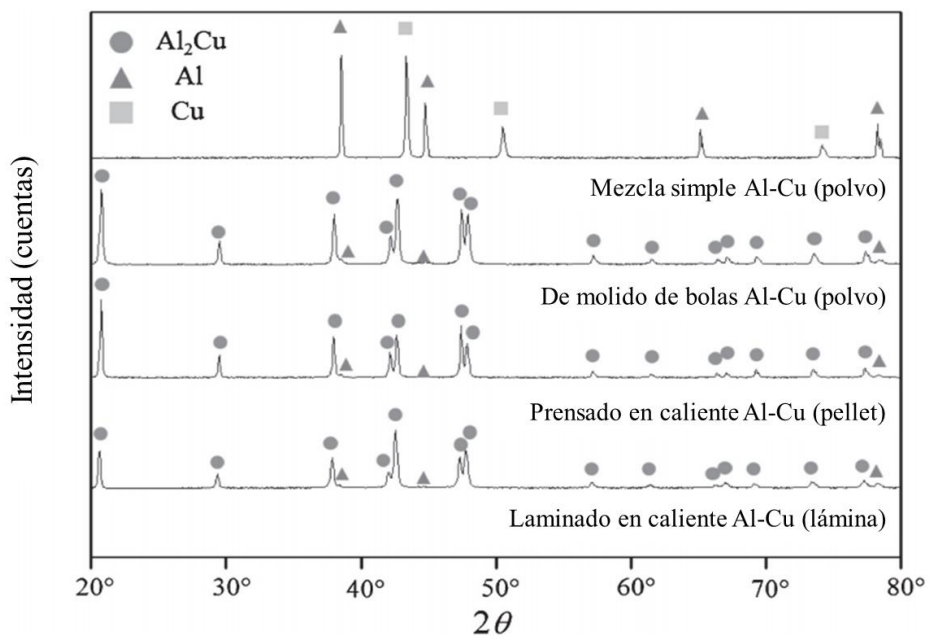


Figura 10. Patrones de DRX de una mezcla simple de polvo de AlCu, polvo de AlCu molido de bolas, un pellet de AlCu prensado en caliente y una lámina de AlCu laminada en caliente [23].

Los estudios sugieren que la técnica de difracción de rayos X es una de las preferidas por los investigadores en materiales para caracterizar sus muestras de trabajo.

2.6. Ensayo de Dureza

Los ensayos mecánicos son muy requeridos dentro del mundo de los materiales ya que, la mayoría de los componentes están sujetos a esfuerzos, por lo que es de suma importancia realizar este tipo de pruebas.

La curva de dureza con respecto al tiempo de aplicación del tratamiento térmico permite tener un mejor control de esta propiedad en el material de interés. La figura 11 presenta el estudio del envejecimiento a 160°C de la aleación Al-4.4Cu-0.5Mg-0.9Si-0.8Mn que previamente fue solubilizada [21].

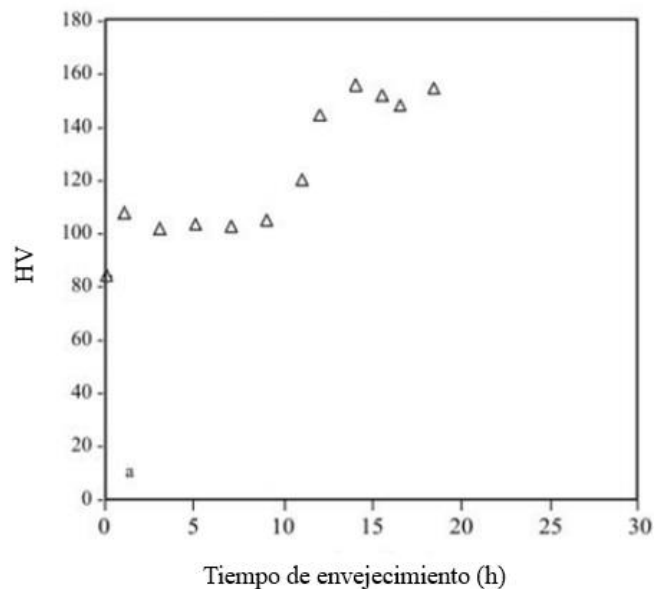


Figura 11. Curva de envejecimiento a 160 ° C de una aleación Al-4.4Cu-0.5Mg-0.9Si-0.8Mn después de ser solubilizada a 505 °C durante 40 minutos y posteriormente enfriada con agua [21].

Capítulo 3

Metodología Experimental

Este capítulo describe de manera detallada el desarrollo experimental: cómo y en qué condiciones fueron elaboradas las aleaciones, los pasos que realizados para los tratamientos térmicos y las técnicas empleadas para la caracterización de las aleaciones, así como los equipos usados en toda la parte experimental.

Las aleaciones para trabajar se seleccionaron de tal forma que el porcentaje del elemento aleante no excediera el límite de solubilidad, como en este caso el porcentaje máximo de solubilidad del cobre en el aluminio es de 5.65%, las aleaciones seleccionadas fueron de 3.5 y 5.5%Cu, como se muestran en la figura 12, esto tomando en cuenta que una de las aleaciones binarias de la serie 2000 más utilizadas en la actualidad es Al-4.5%Cu.

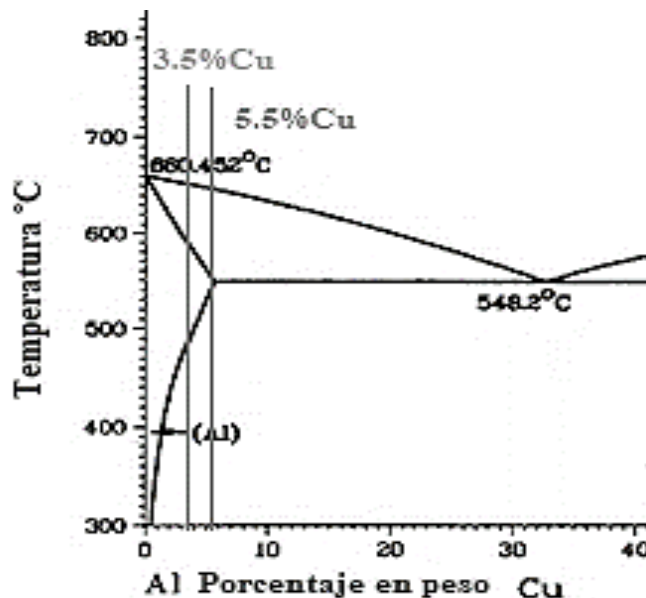


Figura 12. Diagrama de fases Al-Cu y aleaciones seleccionadas ^[11].

3.1. Balance de carga

Habiendo seleccionado las aleaciones que se ocuparían para realizar este proyecto (Al-3.5Cu% y Al-5.5%Cu), se procedió a realizar el balance de carga para obtener los gramos necesarios de aluminio y cobre para preparar lingotes de 10 g (ver tabla 4). Las materias primas utilizadas fueron: aluminio Alfa Aesar con 99.9% de pureza en forma de "pellets" y cobre Alfa Aesar con 99.9% de pureza en pequeñas láminas. En la figura 13 se muestra la morfología y presentación de dichos materiales.

Tabla 4. Masa calculada para cada aleación.

	<i>Al (g)</i>	<i>Cu (g)</i>	<i>Al-Cu (g)</i>
<i>Al-3.5%Cu</i>	9.65	0.35	10
<i>Al-5.5%Cu</i>	9.45	0.55	10



Figura 13. Materia prima ocupada para la elaboración de las aleaciones. Aluminio (izq.) y cobre (der.).

3.2. Fundición en horno de arco eléctrico

Posteriormente, en el horno de arco eléctrico Arc Melting System AM, Edmund Bühler GmbH del Instituto de Investigaciones en Materiales (IIM), mostrado en la figura 14 se realizó la fusión de las aleaciones.



Figura 14. Horno de arco eléctrico Arc Melting Sistem AM Edmund Bühler GmbH.

La fundición se realizó de la siguiente manera, se colocó la carga de la aleación en uno de los moldes del plato de cobre del horno y una esfera de titanio en otro, se cerró la cámara con precaución, cuidando de tal manera que no existiera ninguna fuga en la cámara del horno, enseguida se realizó un vaciado hasta que la presión del sistema llegara a 0.055 Torr. Después se realizó una purga con gas argón hasta alcanzar una presión de 4.3×10^{-5} Torr. Todo esto para lograr que la cámara quedara lo más libre posible de cualquier contaminante. Una vez que se llegó a estas condiciones se procedió a fundir seis veces la aleación para asegurar su homogeneidad. Finalmente, se dejó enfriar la aleación dentro de la cámara (aproximadamente por 3 min), las condiciones del horno se restablecen y se abre la cámara para retirar los lingotes.

3.3. Seccionamiento de piezas

Luego de obtener los lingotes de Al-3.5%Cu y Al-5.5%Cu con 2.7 cm de diámetro, en la cortadora ALLIED con disco de diamante ISOMET 11-4276

del IIM A 300rpm se realizó el seccionamiento de los lingotes (figura 15). Los cortes fueron realizados tal y como se muestra en la figura 16.



Figura 15. Cortadora ALLIED y disco de diamante ISOMET 11-4276 a 300 rpm.



Figura 16. Seccionamiento de las piezas obtenidas en fundición.

3.4. Solubilización

Habiendo completado los cortes correspondientes a los lingotes, se llevaron las piezas obtenidas al Departamento de Ingeniería Metalúrgica (DIM) de la Facultad de Química, UNAM, para realizar la sobresaturación de la solución sólida (tratamiento de solución) en un horno de piso Muffle furnace MX6-12T BIOBASE durante 5 horas a 550°C. En la figura 17 se muestran fotografías del horno de piso utilizado.

Una vez pasadas las 5 horas, se realizó un temple en agua a temperatura ambiente.



Figura 17. Realización de la sobresaturación de la solución sólida a 550°C durante 5 horas.

3.5. Envejecimiento artificial (precipitación)

Enseguida, a las piezas se les realizó un envejecimiento artificial a 170°C y 220°C, tal y como se muestra en la figura 18. Este tratamiento se llevó a cabo a siete tiempos: 20, 40, 60, 80, 100, 120 y 140 min y se creó un código de etiquetado para las muestras, dicho código se presenta en las Tablas 5 y 6 (en la parte de Microscopía Electrónica de Barrido de este capítulo).

Es importante señalar que durante toda la experimentación se usó el equipo de seguridad, para trabajar con hornos de piso (muflas), el cual se presenta en la figura 19.



Figura 18. Envejecimiento de las aleaciones Al-Cu a 170 y 220 °C.



Figura 19. Equipo de protección utilizado durante el tratamiento térmico.

3.6. Metalografía

Todas las piezas (2 maestras, 2 solubilizadas), 14 piezas envejecidas a 170°C y 14 piezas envejecidas a 220°C), se montaron en resina transparente (ver figura 20) y se desbastaron con lijas de agua de 120, 240, 320, 400, 600, 1000 y 1500, para después pulir a espejo utilizando un paño fino y alúmina (Al_2O_3) de media micra, como abrasivo. Después se reveló con Keller la microestructura de cada una de las muestras.

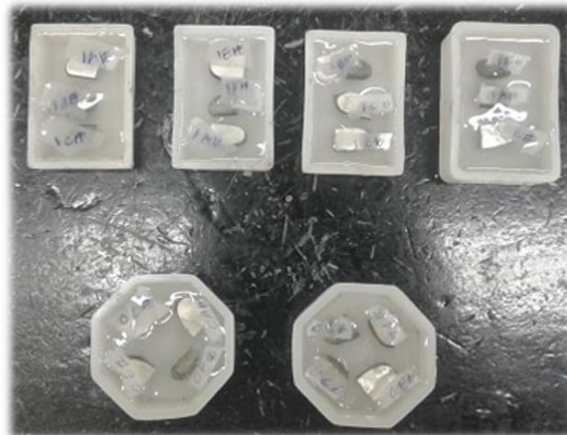


Figura 20. Montaje en resina de las aleaciones. Al-Cu (3.5 y 5.5%Cu).

3.7. Análisis de Composición Química

3.7.1. Espectrometría de Dispersión de Energía de Rayos X (EDS)

Las dos muestras maestras fueron llevadas al laboratorio de Microscopía Electrónica de Barrido del Instituto de Investigaciones en Materiales para realizar un análisis con Espectrometría de Dispersión de Energía (o EDS por sus siglas en inglés) utilizando el Microscopio Electrónico de Barrido

JSM-700F JOEL. Este método fue aplicado de manera global sobre diferentes zonas de las muestras. Ejemplo de ello se presenta en la figura 21, del lado izquierdo se tiene la imagen de una de las zonas de la pieza con 3.5%Cu y del lado derecho una de la con 5.5%Cu.

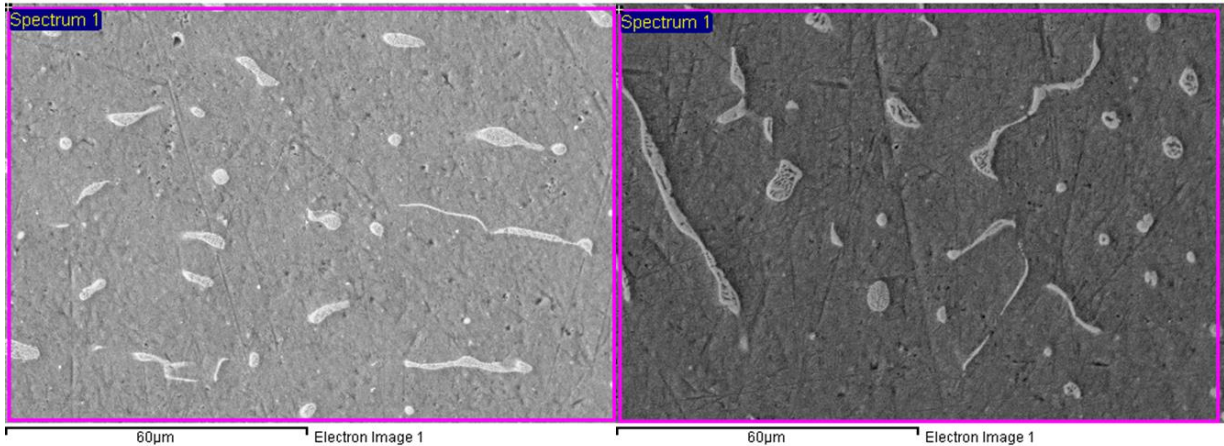


Figura 21. Imágenes de una zona donde se aplicó EDS.
(Izq.) Pieza maestra de 3.5%Cu. (Der.) Pieza maestra de 5.5%Cu.

3.7.2. Espectrometría de Emisión Óptica

Para comprobar los resultados arrojados por EDS en las aleaciones fabricadas, se realizó un análisis mediante espectrometría de emisión óptica utilizando el equipo SPECTRO-LAB M8 del departamento de Ingeniería Metalúrgica (DIM).

3.8. Técnicas de caracterización

3.8.1. Microscopía Óptica (MO)

Las piezas preparadas metalográficamente se seleccionaron conforme está descrito en la tabla 6, las piezas en amarillo se llevaron a DRX del IIM y las sobrantes se analizaron en los microscopios ópticos del DIM.

3.8.2. Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Como ya se mencionó anteriormente, las tablas 5 y 6 representan la nomenclatura que se decidió darle a las piezas tratadas térmicamente, además, de que la tabla 6 contiene en color amarillo las piezas que fueron enviadas a DRX y MEB.

Después del análisis microestructural en microscopio óptico, fue necesario realizar otro análisis en microscopía electrónica de barrido, haciendo uso del equipo JSM-700F JOEL del Instituto de Investigaciones en Materiales (Figura 22), obteniendo imágenes a 1000 y 10000 aumentos.

Tabla 5. Símbolos de creación de los códigos para el envejecimiento.

Aleación	0/3.5%Cu	1/5.5%Cu					
Tiempo (min)	A/20	B/40	C/60	D/80	E/100	F/120	G/140
Temperatura (°C)	#/170	b/220					

Tabla 6. Plan de trabajo y piezas seleccionadas para MEB y DRX.

	% Cu			
	3.5		5.5	
	Maestra / M0		Maestra / M1	
	Solución sólida sobresaturada / OSSSS		Solución sólida sobresaturada / 1SSSS	
t (min)/T (°C)	170	220	170	220
20	0A#	0Ab	1A#	1Ab
40	0B#	0Bb	1B#	1Bb
60	0C#	0Cb	1C#	1Cb
80	0D#	0Db	1D#	1Db
100	0E#	0Eb	1E#	1Eb
120	0F#	0Fb	1F#	1Fb
140	0G#	0Gb	1G#	1Gb



Figura 22. Equipo de Microscopía Electrónica de Barrido JSM-700F JOEL.

3.8.3. Difracción de Rayos X (DRX)

Se realizó Difracción de Rayos X utilizando el equipo Rigaku Ultima IV XRD system (figura 23) del Instituto de Investigaciones en Materiales para obtener las fases presentes en las piezas seleccionadas para este método (tabla 6). Se utilizó un blanco de cobre el cual irradió las muestras en un intervalo de 2θ de 20 a 80 grados durante una hora.

Los difractogramas obtenidos fueron indexados con el programa Evaluation (Eva).



Figura 23. Rigaku Ultima IV XRD system.

3.9. Ensayos Mecánicos

3.9.1. Dureza Vickers

Se realizó el ensayo de dureza Vickers por triplicado a cada pieza con una carga 0.5 kg y un tiempo de 15 segundos (con el durómetro Shimadzu HVM-G del IIM presentado en la figura 24), para obtener una curva de dureza Vickers en función del tiempo de envejecimiento.

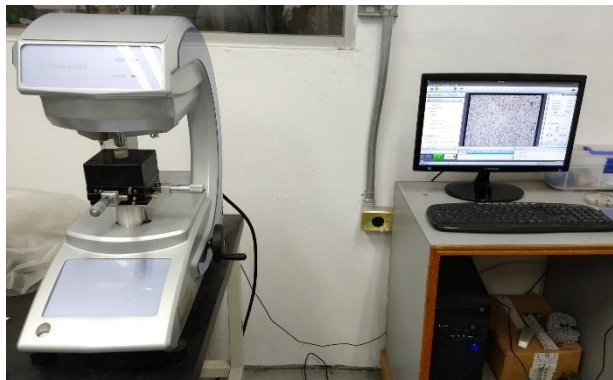


Figura 24. Durómetro Vickers Shimadzu HVM-G.

3.10. Validación de la solubilización de la aleación Al-5.5%Cu

Se determinó realizar otro tratamiento de solubilización, esta vez únicamente a piezas de 5.5%Cu durante 8 y 10 horas, para después a esas mismas piezas envejecerlas a 220°C y 140 min. Para ello cuatro piezas se introdujeron a la mufla, posteriormente se envejecieron, se prepararon metalográficamente y se llevaron a microscopia electrónica de barrido en donde se obtuvieron imágenes a 1000 y 10000 aumentos. Finalmente, se les midió su dureza Vickers.

Capítulo 4

Resultados y análisis

En este capítulo se presentarán los resultados obtenidos en la experimentación. Con base a la información obtenida se pretende hacer un análisis claro y conciso ligado con los objetivos de este trabajo.

4.1. Fundición en horno de arco eléctrico

La tabla 7 comprende la masa promedio pesada para la elaboración de los lingotes de las aleaciones escogidas: Al-3.5%Cu y Al-5.5%Cu. Como se puede apreciar, el porcentaje de cobre no varía demasiado respecto al porcentaje teórico.

Tabla 7. Masa promedio real pesada para cada aleación.

	Al (g)	Cu (g)	Al-Cu (g)	%Al	%Cu
<i>Para 10 g de Aleación Al-3.5%Cu</i>	9.671 ± 0.194	0.359 ± 0.005	10.030 ± 0.016	96.42	3.57
<i>Para 10 g de Aleación Al-5.5%Cu</i>	9.468 ± 0.230	0.555 ± 0.006	10.023 ± 0.024	94.46	5.53

De la fusión en horno de arco eléctrico se obtuvieron piezas circulares con 2.7 cm de diámetro (se muestra un ejemplo de los lingotes obtenidos en la figura 25). Las aleaciones fueron pesadas para determinar si había pérdida de masa, los datos se reunieron y se utilizaron para obtener el porcentaje de material perdido durante la fundición (tabla 8).

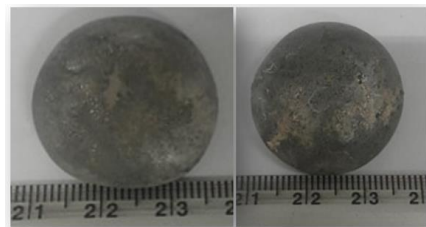


Figura 25. Piezas obtenidas directamente de fundición (2.7 cm de diámetro).

Tabla 8. Masa promedio perdida por fundición.

	<i>Al-Cu (g)</i>	<i>%Al-Cu</i>
<i>Al-3.5%Cu</i>	<i>0.035 ±0.015</i>	<i>0.346</i>
<i>Al-5.5%Cu</i>	<i>0.023 ±0.007</i>	<i>0.233</i>

Como se puede observar, el porcentaje de masa perdida para la aleación con 3.5%Cu es de 0.346% y para la de 5.5%Cu es de 0.233%, porcentajes bajos y adecuados que indican que el vacío, la purga de argón y la esfera de titanio colocada en la cámara del horno fueron condiciones bien elegidas para que hubiera la mínima pérdida de masa.

4.2. *Análisis de Composición Química*

4.2.1. *Espectrometría de Dispersión de Energía de Rayos X (EDS)*

La tabla 9 muestra la composición química arrojada como resultado después de aplicar la técnica EDS de análisis químico, en la cual se observa que los valores son mayores a los esperados. Se sabe que uno de los probables motivos por lo que el porcentaje de cobre puede dar alto es que se haya perdido aluminio en la fusión, pero como ya se mencionó, esto no sucedió, no se perdió una cantidad considerablemente alta como para que haya tanto desnivel en los valores de composición química.

Justo por ello fue por lo que se realizó otro análisis de composición química, pero en esta ocasión con la técnica de espectrometría de emisión óptica.

Tabla 9. Resultados de composición química por EDS.

<i>Muestra</i>	<i>%Al</i>	<i>%Cu</i>	<i>Diferencia</i>
<i>Al-3.5Cu</i>	<i>95.48 ±0.272</i>	<i>4.52 ±0.272</i>	<i>1.02</i>
<i>Al-5.5Cu</i>	<i>93.68 ±0.455</i>	<i>6.32 ±0.455</i>	<i>0.82</i>

4.2.2. Espectrometría de Emisión Óptica

Cómo se observa en la tabla 10, los valores arrojados por el equipo de espectrometría de emisión óptica son considerablemente buenos. Estos nuevos valores varían tan sólo por 0.12 y 0.07%Cu de la composición teoría del Al-3.5%Cu y Al-5.5%Cu, respectivamente. Con lo anterior se considera que la composición química de las aleaciones fabricadas en el horno de arco eléctrico del IIM, son correctas.

Tabla 10. Resultados composición química por espectrometría de emisión óptica.

<i>Muestra</i>	<i>%Al</i>	<i>%Cu</i>	<i>Otros</i>	<i>Diferencia</i>
<i>Al-3.5Cu</i>	<i>96.30 ±0.029</i>	<i>3.62 ±0.025</i>	<i>0.08</i>	<i>0.12</i>
<i>Al-5.5Cu</i>	<i>94.30 ±0.153</i>	<i>5.57 ±0.015</i>	<i>0.13</i>	<i>0.07</i>

4.3. Técnicas de caracterización

4.3.1. Microscopía Óptica (MO)

Se presentan las microestructuras obtenidas en microscopía óptica figura 26. Es importante mencionar que sólo se presentan las microestructuras envejecidas a 220 °C de 3.5%, debido a que no se encontraron precipitados en ninguna pieza analizada. Lo que si se aprecia, es que los granos crecieron conforme aumentó el tiempo de envejecimiento.

Debido a que a estos aumentos no se observan precipitados, se consideró realizar un análisis microestructural en Microscopía Electrónica de Barrido.

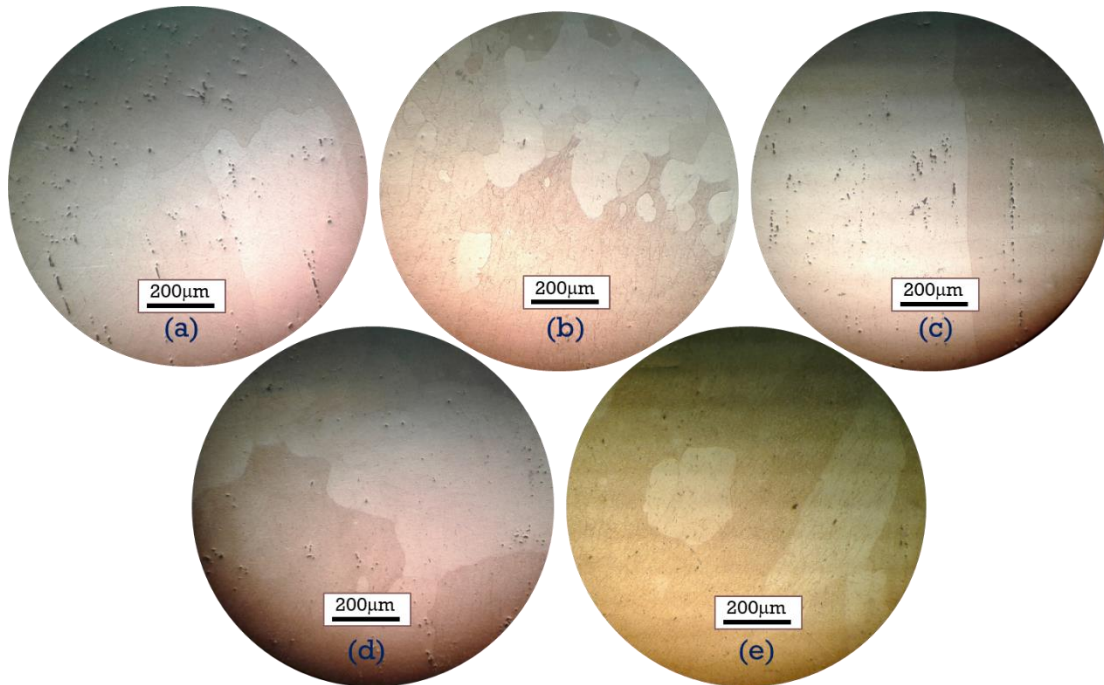


Figura 26. Estructura de Al-3.5%Cu en MO a 100x. (a) 20, (b) 40, (c) 60, (d) 100 y (e) 120 min, respectivamente. 220°C.

4.3.2. Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Los resultados obtenidos en MEB, se presentan a continuación en las figuras 27, 28, 29 y 30 (Piezas maestras, solubilizadas, 3.5%Cu envejecidas y 5.5%Cu envejecidas, respectivamente).

En la figura 27 se puede apreciar que tanto la estructura de 3.5%Cu como la de 5.5%Cu son muy similares en la morfología de los precipitados. Aunque, los precipitados presentes en la microestructura con mayor porcentaje de cobre son más alargados y gruesos, lo que estaría comprobando, a primera instancia, que los precipitados de una aleación con un mayor porcentaje de cobre son más grandes y dichos precipitados provocarían mayor endurecimiento.

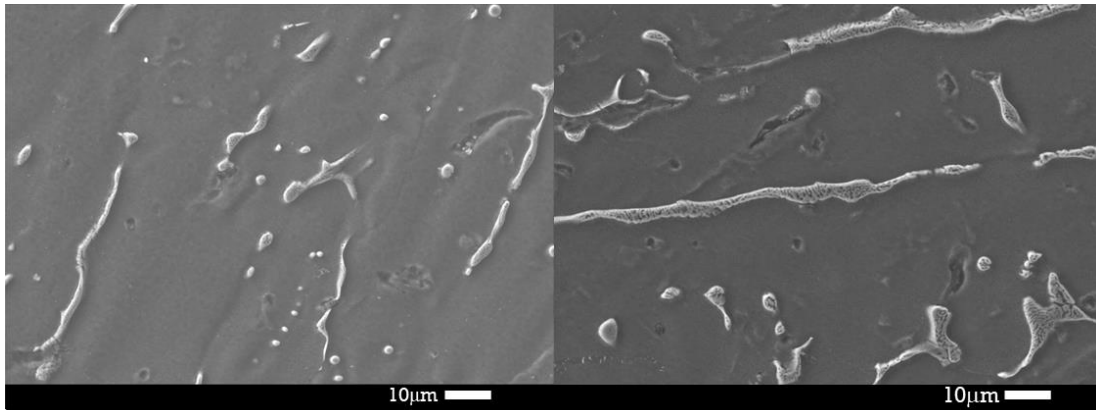


Figura 27. Piezas maestras de 3.5%Cu y 5.5%Cu, respectivamente. MEB.

Una pieza 100% solubilizada no debería presentar alguna otra fase que no sea la de su matriz. Si se observan las imágenes presentadas en la parte superior de la figura 28 (a 1000x), se distingue que la micrografía de la pieza con 3.5%Cu casi logra solubilizarse por completo, mientras que la microestructura de la pieza de mayor porcentaje de cobre contiene una gran cantidad de precipitados e incluso con una morfología definida, en esferas. Este detalle es mejor apreciado en las imágenes a 10000x de la misma figura. Los precipitados de en la pieza solubilizada de 3.5%Cu son de morfología irregular, mientras que en la de 5.5%Cu se presentan tres esferas.

La solubilización incompleta de las aleaciones puede deberse a la formación de burbujas durante el temple, lo que causaría que el enfriamiento de las muestras no fue lo suficientemente rápido como para evitar el crecimiento de la fase theta. Por otro lado, en la aleación Al-5.5%Cu, como el porcentaje de cobre que contiene se acerca al porcentaje máximo de solubilidad del cobre en el aluminio es posible que la fase theta precipitara antes de templar.

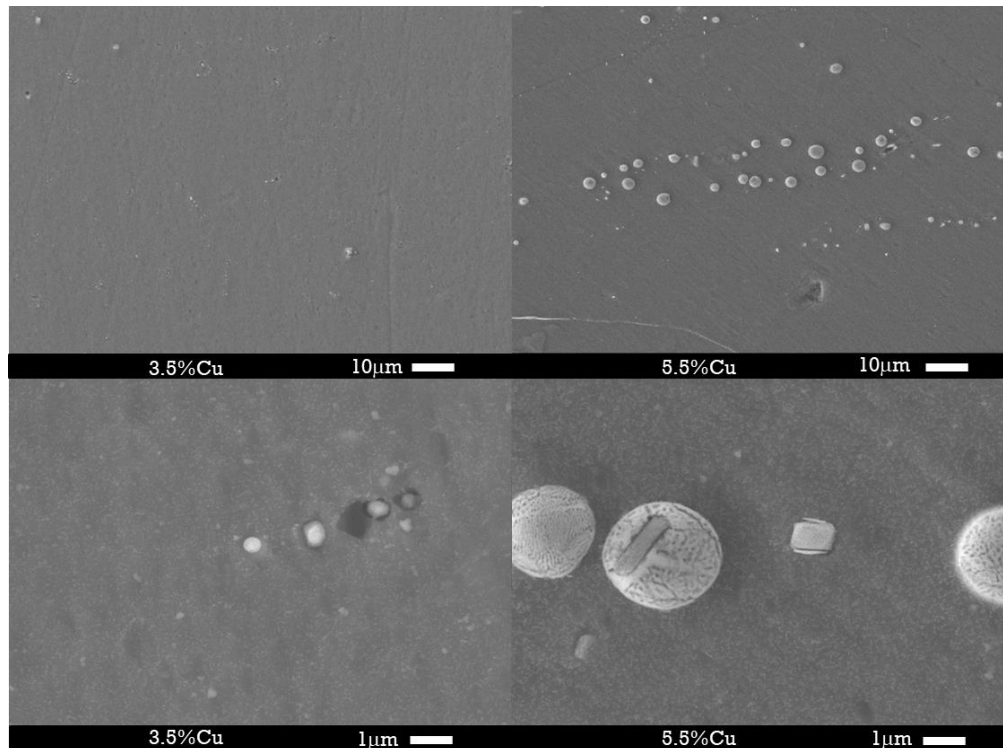


Figura 28. Piezas solubilizadas, 3.5%Cu y 5.5%Cu, respectivamente.

Ahora se presentarán las imágenes a 10000x obtenidas de las piezas envejecidas. En la figura 29 se presentan las micrografías de la aleación con 3.5%Cu. Se tiene que casi todos los precipitados en las imágenes de esta figura presentan una morfología irregular a excepción de uno que parece clúster correspondiente a la pieza tratada a 170°C por 140 min. La mayoría de los precipitados también tienen un grosor alrededor de 0.3 (300 nm), por lo que si se compara con las medidas de la figura 3 (Capítulo 2: Marco Teórico), la fase sería la fase theta en equilibrio. También se puede notar que existe preferencia de los precipitados por ir a los límites de grano (con excepción de los precipitados de 170°C durante 80 min). Esta preferencia, tal vez se logre distinguir más en las figuras a 1000x que se encuentran en el Anexo 1.

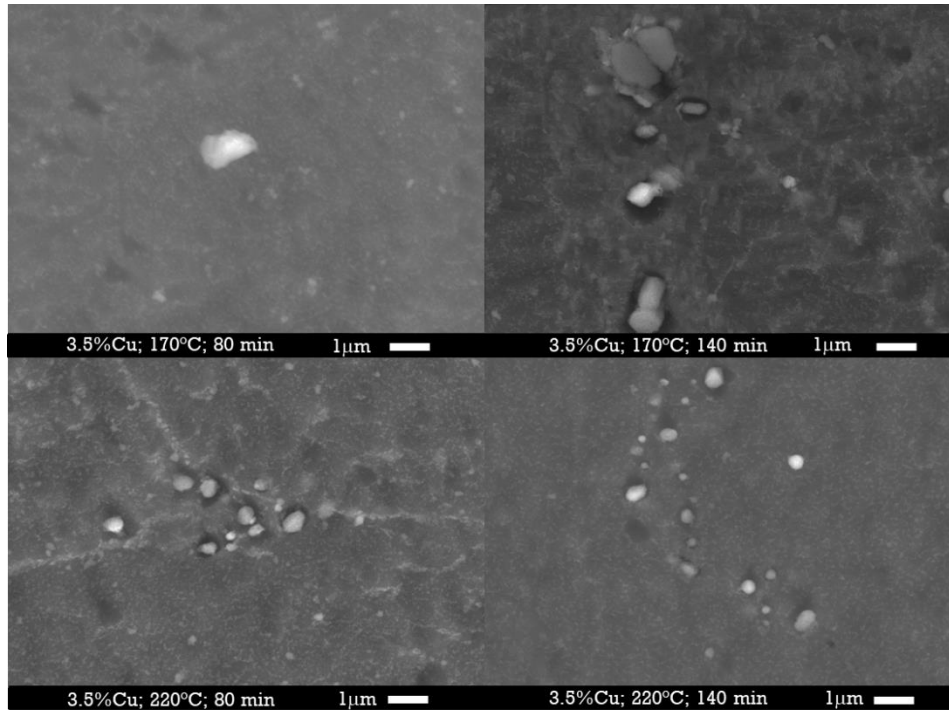


Figura 29. Piezas de 3.5%Cu a 80 y 140 min, respectivamente; 170°C (arriba); 220°C (abajo).

Para el caso de los precipitados de las piezas envejecida de 5.5%Cu, la morfología que se encuentra en la figura 30 es esférica (o semi esférica para el caso de la pieza tratada a 220°C por 80 min), con la excepción de la pieza tratada a 170°C durante 140 minutos, además los precipitados a 80 min miden aproximadamente 1 micrómetro (1000 nm), mientras que los de 140 min, miden entre 1.5 y 1.8 micrómetros (1500-1800nm), por lo que para la figura 3, estos también vendrían siendo la fase theta en equilibrio.

Al igual que las de 3.5%Cu, estos precipitados también tienen mayor afinidad por los límites de grano (dicho comportamiento se aprecia mejor en las figuras del Anexo 1)

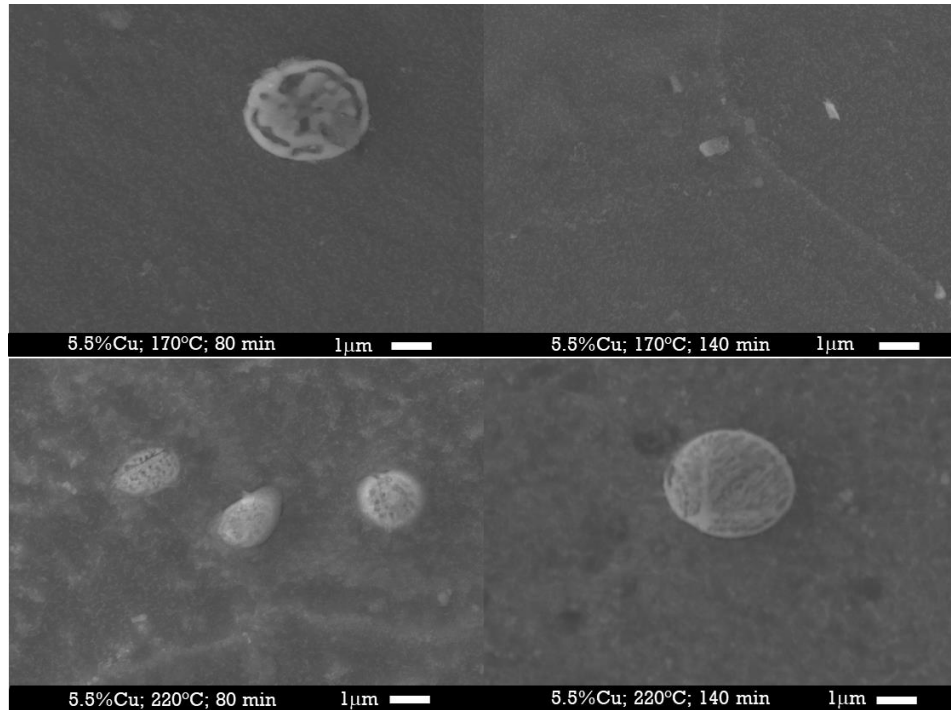


Figura 30. Piezas de 5.5%Cu a 80 y 140 min, respectivamente; 170°C (arriba); 220°C (abajo).

4.3.3. Difracción de Rayos X

Los difractogramas obtenidos para las dos aleaciones directas de fundición (maestras), solubilizadas, envejecidas a 170°C y 220°C durante 80 y 140 min, se presentan a continuación. Se debe mencionar que los difractogramas en color azul corresponden a las aleaciones con 3.5%Cu y las que se encuentran en color rosa corresponden a las aleaciones con 5.5%Cu.

En la figura 31, los difractogramas que representan las muestras maestras contienen las fases de Al (α), Al₂Cu (θ) y AlCu₃, esta última como fase metaestable. La figura 32 que contiene los difractogramas de las piezas tratadas a 170°C durante 80 min, en este caso, el difractograma de la aleación con menor contenido de cobre, además de presentar las fases Al (α) y AlCu₃, también presenta la fase Al₂Cu (θ) y la fase metaestable AlCu.

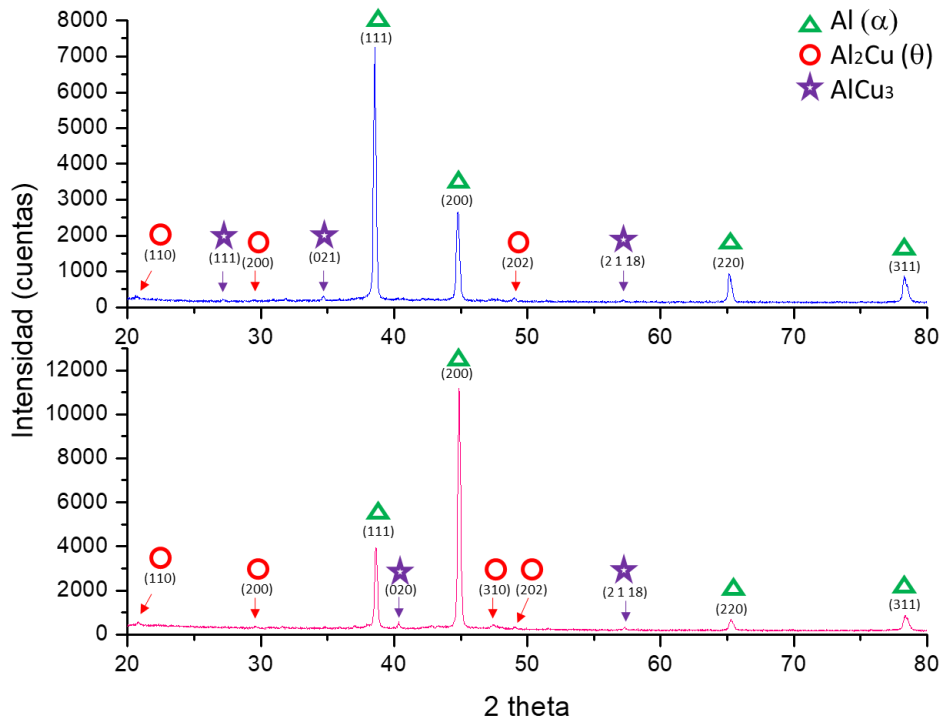


Figura 31. Difractogramas correspondiente a las piezas maestras: 3.5%Cu (azul) y 5.5% (rosa).

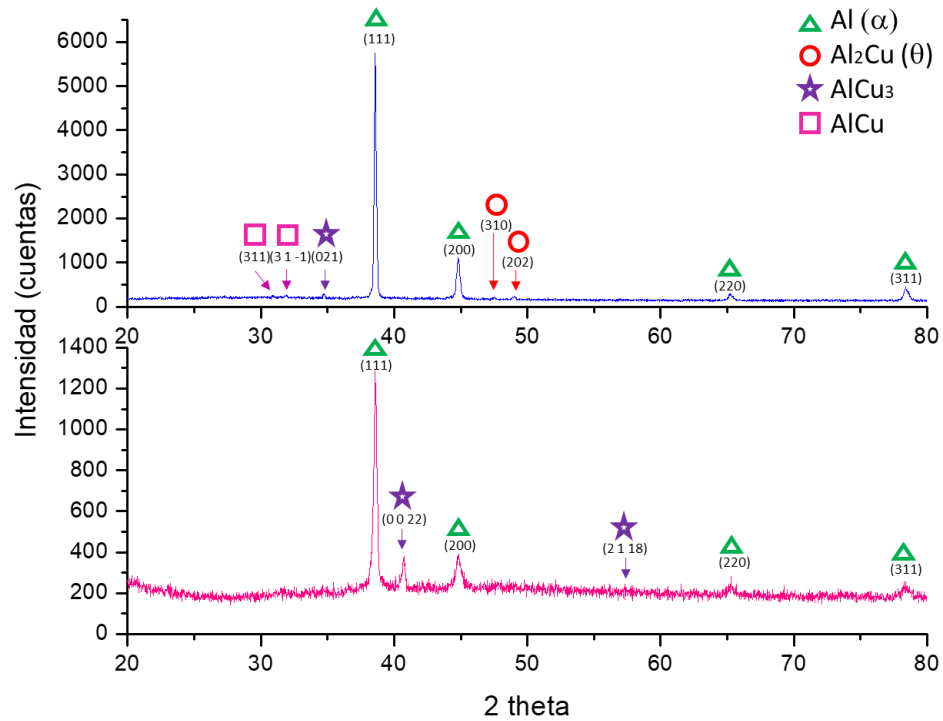


Figura 32. Difractogramas correspondiente a las piezas tratadas a 170°C y 80 min: 3.5%Cu (azul) y 5.5%Cu (rosa).

Al observar la figura 33 se podría decir que hay otra fase metaestable presente en las piezas trabajadas y esta es el Al_4Cu_9 , pero esto sólo aparece en la pieza de 3.5%Cu tratada a 220°C por 80 minutos, mientras que su similar de 5.5%Cu presenta sólo dos fases: Al alfa y la fase theta.

Como ya se observó, algunos picos que presentan los difractogramas de las figuras 32 y 33, son valorados en el mismo valor de 2θ y representan la misma fase, si se hace la comparación de los difractogramas obtenidos en la experimentación y los presentados en las figuras 8, 9 y 10 (Capítulo 2: Marco Teórico), se observa que la indexación realizada con el programa Evaluation (EVA), fue sumamente adecuada, ya que, dicha indexación presenta las mismas fases encontradas en difractogramas de la literatura en picos de intensidad muy parecidos.

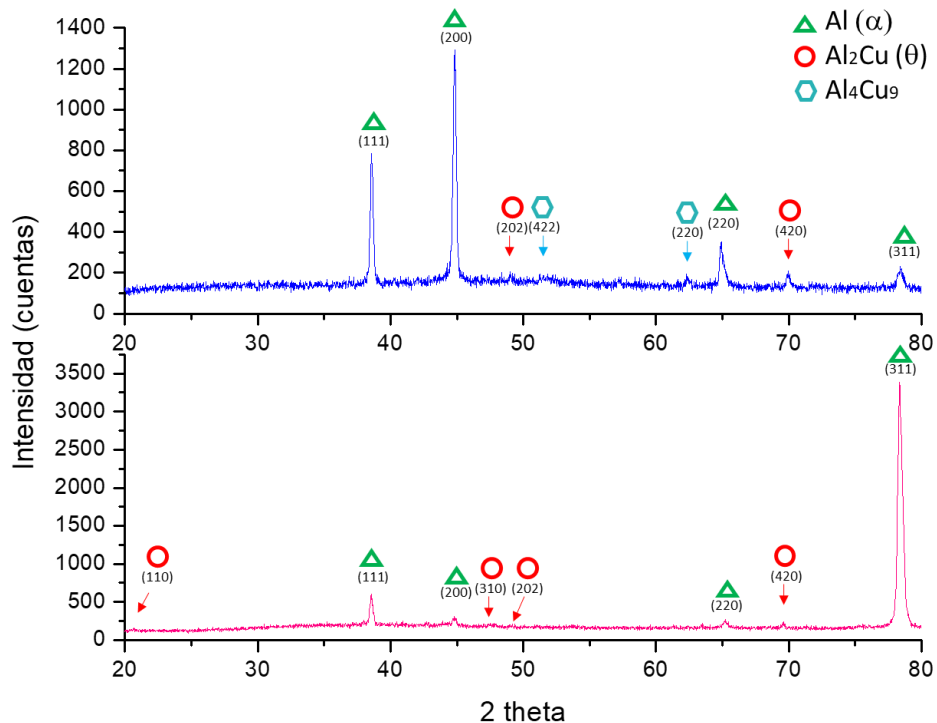


Figura 33. Difractogramas correspondiente a las piezas tratadas a 220°C y 80 min: 3.5%Cu (azul) y 5.5%Cu (rosa).

Los difractogramas restantes con las fases encontradas en las aleaciones de aluminio analizadas, se encuentran en el Anexo 2.

La tabla 11 contiene un resumen de todas las fases presentes en las piezas analizadas en DRX. Se observa que la fase Al_2Cu se encuentra en prácticamente todas las piezas con excepción de la aleación Al-5.5%Cu tratada a 170°C durante 80 min y que también existe al menos una fase metaestable detectada en cada pieza con excepción de la Al-5.5%Cu tratada a 220°C por 80 min.

Las fases metaestables presentes, también pueden ser causa de la presencia de una capa de hidrógeno provocado en el temple del envejecimiento, ya que, las fases $AlCu_3$, $AlCu$, y Al_4Cu_9 son fases que sólo aparecen con la presencia de más de 55% Cu en la estructura.

Tabla 11. Fases encontradas por DRX

		%Cu			
		3.5		5.5	
Maestras		$Al (\alpha)$ $Al_2Cu (\theta)$ $AlCu_3$		$Al (\alpha)$ $Al_2Cu (\theta)$ $AlCu_3$	
	Solubilizadas	$Al (\alpha)$ $Al_2Cu (\theta)$ $AlCu_3$		$Al (\alpha)$ $Al_2Cu (\theta)$ $AlCu_3$	
t (min)		170°C	220°C	170°C	220°C
	80	$Al (\alpha)$ $Al_2Cu (\theta)$ $AlCu_3$ $AlCu$	$Al (\alpha)$ $Al_2Cu (\theta)$ Al_4Cu_9	$Al (\alpha)$ $AlCu_3$	$Al (\alpha)$ $Al_2Cu (\theta)$
		140	$Al (\alpha)$ $Al_2Cu (\theta)$ $AlCu_3$	$Al (\alpha)$ $Al_2Cu (\theta)$ $AlCu_3$	$Al (\alpha)$ $Al_2Cu (\theta)$ $AlCu_3$ $AlCu$

4.4. Ensayos Mecánicos

4.4.1. Dureza Vickers

La tabla 12 presenta la dureza Vickers de todas las piezas envejecidas, así como las solubilizadas y las maestras. A primera instancia se observa que la pieza maestra con 5.5%Cu tiene mayor dureza que la de 3.5%Cu. Se observa que este comportamiento se cumple para todas las piezas, es decir, que mientras mayor sea la adición del cobre en la aleación, mayor será la dureza y esto también se podría explicar, con lo que ya se mencionó anterior mente. El contenido de cobre hace que los precipitados sean más grandes y, por lo tanto, que se endurezca más la aleación.

Para un mejor entendimiento de los datos de la tabla 12, se realizó una curva de dureza Vickers en función del tiempo de tratamiento térmico y se presenta en la figura 34.

Tabla 12. Durezas Vickers para cada una de las piezas.

	% Cu			
	3.5		5.5	
	<i>51.40 ±0.28</i>		<i>60.03 ±5.60</i>	
	<i>79.13 ±4.1</i>		<i>101.67 ±1.15</i>	
<i>t (min)\T (°C)</i>	<i>170</i>	<i>220</i>	<i>170</i>	<i>220</i>
<i>20</i>	<i>65.70 ±3.18</i>	<i>64.43 ±1.65</i>	<i>106.00 ±1.00</i>	<i>83.67 ±0.83</i>
<i>40</i>	<i>65.63 ±0.91</i>	<i>64.70 ±3.06</i>	<i>116.33 ±1.52</i>	<i>100.10 ±1.09</i>
<i>60</i>	<i>66.43 ±3.90</i>	<i>66.23 ±2.45</i>	<i>119.67 ±2.08</i>	<i>104.83 ±3.45</i>
<i>80</i>	<i>73.73 ±1.02</i>	<i>74.67 ±0.77</i>	<i>121.33 ±1.15</i>	<i>102.25 ±1.25</i>
<i>100</i>	<i>57.97 ±0.51</i>	<i>68.13 ±3.51</i>	<i>127.33 ±2.08</i>	<i>107.33 ±1.52</i>
<i>120</i>	<i>65.80 ±0.96</i>	<i>70.97 ±2.51</i>	<i>134.50 ±1.25</i>	<i>109.33 ±4.58</i>
<i>140</i>	<i>66.77 ±0.61</i>	<i>77.63 ±4.18</i>	<i>128.00 ±1.51</i>	<i>108.00 ±2.64</i>

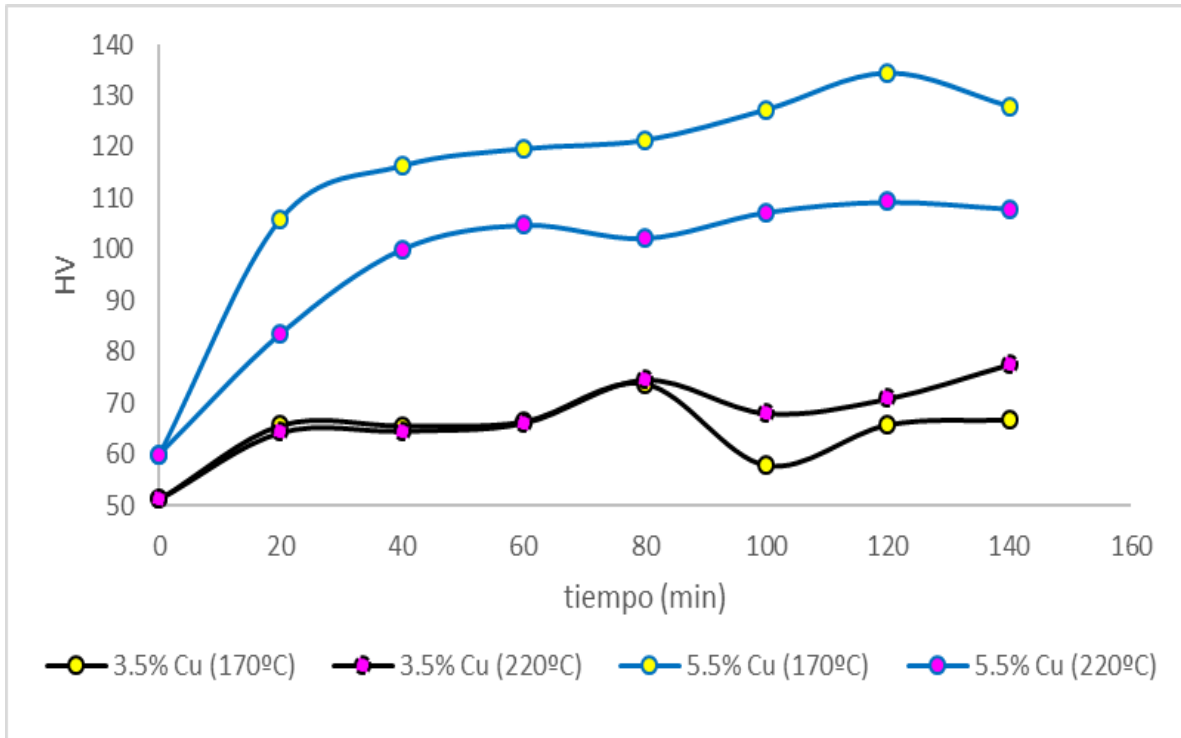


Figura 34. Gráfico de dureza Vickers en función del tiempo de envejecimiento.

Se observa que en las curvas correspondientes a 3.5%Cu (curvas negras), no se nota un cambio significativo en las curvas, esto hasta el minuto 80 que es cuando la curva con el tratamiento a mayor temperatura comienza a subir, es decir la dureza se incrementó después de pasar el minuto 80 de tratamiento.

Lo anterior dejaría claro que, a mayor temperatura de tratamiento, la dureza se verá incrementada, pero esto no se cumple para las curvas tratadas a 5.5%Cu. En este caso se observa que aleación tratada a 170°C conforme pasa el tiempo, va incrementando su dureza y la que fue tratada a 220°C se mantiene, siempre por debajo de la de 170°C. De hecho, la diferencia de dureza Vickers entre una y la otra se encuentra alrededor de 20 unidades.

4.5. Validación de la solubilización de la aleación Al-5.5%Cu

Debido a que la aleación de 5.5%Cu, no se pudo solubilizar por completo y ni siquiera se le acercó a la solubilización de la de 3.5%Cu, se decidió hacer de nuevo la solubilización para dicha aleación a 8 y 10 horas.

La figura 35, muestra las microestructuras de las piezas solubilizadas y en ella se puede distinguir que la solubilización no se pudo lograr. Y por eso se concluye que al ser poco el tiempo que se tiene para templar la aleación con 5.5%Cu, debido a que se encuentra muy cerca del límite de solubilidad, no es posible obtener una pieza de esta aleación solubilizada completamente, con las condiciones ocupadas.

Las microestructuras presentadas en la figura 35, son muy parecidas entre sí, como si no hubiera diferencia en los tiempos de solubilización. Pero si se observa con detenimiento se notará que el límite de grano de la que fue solubilizada por 10 horas casi desaparece.

En la figura 36, se observa que la pieza solubilizada a 10 horas y posteriormente envejecida a 220°C durante 140 min presenta precipitados mucho más grandes y esféricos que los que presenta la que fue solubilizada por 8 horas y luego envejecida a las mismas condiciones (220°C durante 140 min).

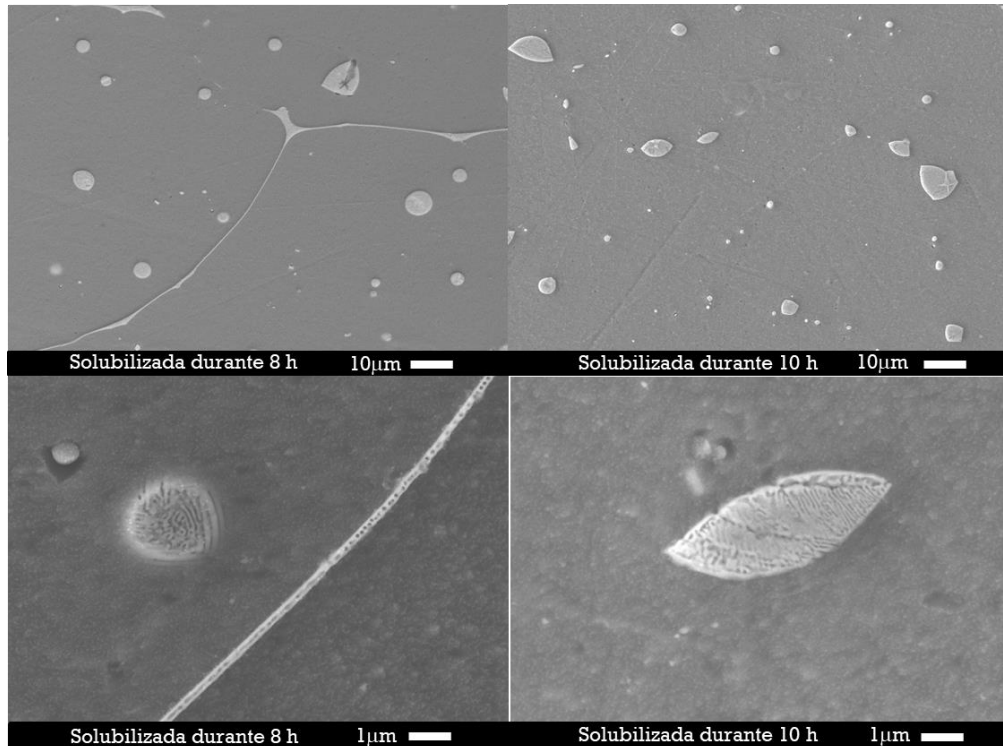


Figura 35. Piezas con 5.5%Cu solubilizadas durante 8 y 10 h, respectivamente.

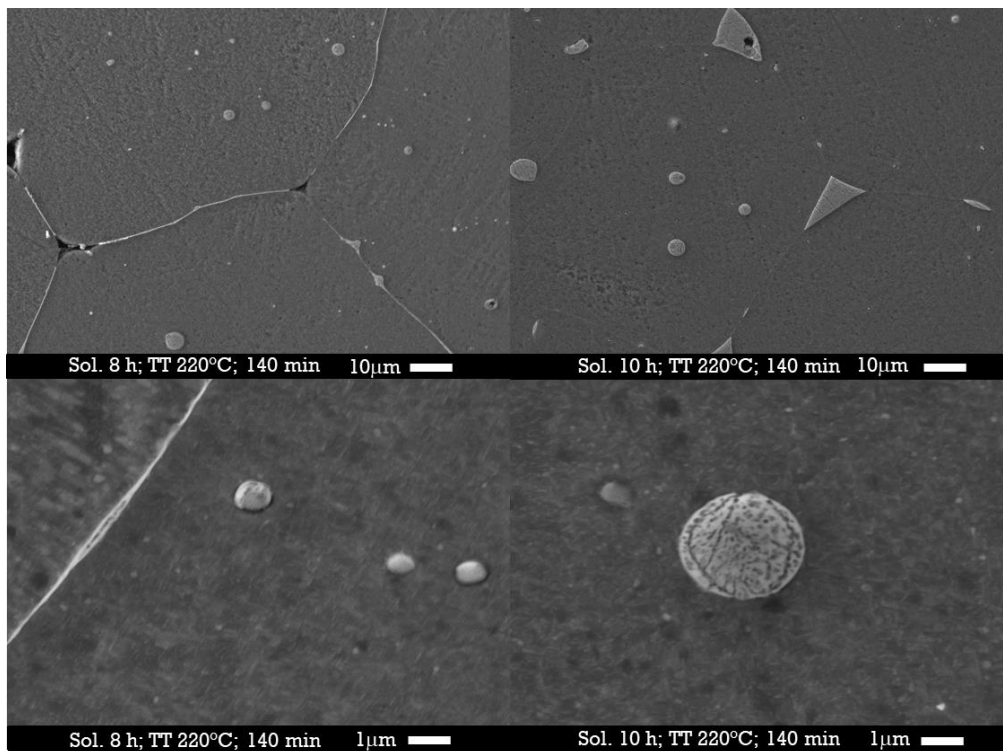


Figura 36. Piezas con 5.5%Cu solubilizadas por 8 y 10 h, respectivamente. Envejecidas durante 140 min.

Para finalizar, en la tabla 13 se presentan las durezas correspondientes a la validación de la solubilización. Se observa que existe una diferencia de aproximadamente 15 HV, entre la pieza solubilizada a 8 horas y la solubilizada a 10 horas. Tal vez, la desaparición de los límites de grano sí genere que la concentración de precipitados aumente y por lo tanto los precipitados de la fase theta se encuentren en equilibrio en su mayoría.

Tabla 13. Dureza Vickers para la aleación 5.5%Cu solubilizada y después envejecida.

<i>Tiempo de solubilización (h)</i>	<i>Dureza de la pieza solubilizada (HV)</i>	<i>Dureza de pieza envejecida a 220°C por 140 min (HV)</i>
8	90.33 ±4.17	114.50 ±4.11
10	102.75 ±2.61	117.20 ±2.16

Capítulo 5

Conclusiones

- ✓ La dureza aumentó conforme se incrementó la adición de cobre al aluminio en un intervalo aproximado de 30-50 unidades de dureza Vickers.
- ✓ La aleación con 5.5% Cu a 170°C alcanzó una dureza máxima de 134.5 HV a 120 min mientras que a 220°C la dureza máxima fue de 109.33 y se dio, de igual forma, a los 120 min. Esta disminución en la dureza en las piezas con 5.5%Cu tratadas a 220°C también se vio acompañada de una mayor presencia de precipitados esféricos en la microestructura.
- ✓ La mayoría de los precipitados presentes en la estructura son la fase theta en equilibrio, pero existe la presencia de precipitados aún más pequeños y existe presencia de precipitados metaestables al considerar el porcentaje de cobre adicionado. Las fases metaestables encontradas son $AlCu_3$, $AlCu$ y Al_4Cu_9 .
- ✓ La morfología de los precipitados cambia de forma irregular a forma esférica cuando la cantidad de cobre es de 5.5%Cu.
- ✓ La solubilización total de la aleación Al-5.5%Cu vio un incremento en la dureza aproximadamente de 6 unidades Vickers, cuando la pieza se trató de solubilizar durante 8 horas y de 9 unidades Vickers cuando la pieza se trató de solubilizar durante 10 horas.

Referencias

1. A. Nesse, G. Garbossa, G. Pérez, D. Vittori y N. Pregi. (2003). *Aluminio: ¿Culpable o inocente?*. Química Viva, Vol 2, Número 1.
2. M. A. Zúñiga. (2012). *Reconocimiento de fases en aleaciones de aluminio en estado modelado*. Piura y Lima, Perú: Universidad de Piura.
3. M. Laparra. (2012). *The aluminium false twins. Charles Martin Hall and Paul Héroult's first experiments and technological options*. CAIRN INFO, 84-105.
4. S. Estrada. (2007). *Liderazgo a través de la historia*. Scientia et Technica, Año XIII, 343-348.
5. E. G. Maffia. (2013). *Aluminio y sus aleaciones*. La Plata, Argentina: Universidad Nacional de La Plata.
6. ASM Metals Handbook, Volume 2, (1990). *Properties and selection nonferrous alloys and special-purpose materials, Introduction to Aluminum and Aluminum Alloys*, ASM International.
7. CES EduPack. (2018). *Non-ferrous: Aluminium Alloys*, CES EduPack. Junio 2019, De CES EduPack Base de datos.
8. B. Ojeda. (2014). *Endurecimiento por precipitación de aleaciones de aluminio*. (Tesis de Maestría). Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad de México, México.
9. O. Novelo. (2004). *Estudio de la precipitación del sistema Al-Cu-Mg*. (Tesis de Maestría). Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad de México, México.

10. I. N. Fridlyander, V. Sister, O. Grushko, V. Berstenev, L. Sheveleva, and L. Ivanova¹. (September 2002). *Aluminum alloys: promising materials in the automotive industry*. Metal Science and Heat Treatment, Vol. 44, 365–370.
11. ASM Metals Handbook, Volume 3, (2016). *Alloy Phase Diagrams*, ASM International.
12. A. Echavarría y A. Orrego (2012). *Metalurgia básica de algunas aleaciones de aluminio extruidas o laminadas*. Revista Colombiana de Materiales.
13. S. W. Choi, H. S. Cho and S. Kumai (2016). *Effect of the precipitation of secondary phases on the thermal diffusivity and thermal conductivity of Al-4.5Cu alloy*. Journal of Alloys and Compounds, 688, 897-902
14. D.E. Laughlin and K. Hono. (2015). *Physical Metallurgy*. Vol 5. USA: Elsevier.
15. A. Rodríguez and B. Bellón, I. Papadimitriou, G. Manzanares, I. Sabirov, J. Llorca (2018). *A multidisciplinary approach to study precipitation kinetics and hardening in an Al-4Cu (wt. %) alloy*. Journal of Alloys and Compounds, 757, 504–519.
16. F. M. Pando and C. M. Palacios. (2012). *Análisis del proceso de fundición de aluminio y propuestas de mejoras en la eficiencia de producción de bases dentadas en la empresa PRESS FORJA S.A.* Cuenca, Ecuador: Tesis de Licenciatura.
17. C. S. Calvo. (2015). *Hornos utilizados en la fabricación de aleaciones ferrosas y no ferrosas*. Scientia Et Technica, Vol. XVII, 143-160.

18. F. Johnson (1966) *Aluminum Production* 3, 251, 676 Filed Aug. 16, 1962, Ser. No. 217,448
19. Z. Huda, N. I. Taib and T. Zaharinie (2009). *Characterization of 2024-T3: An aerospace aluminum alloy*. *Materials Chemistry and Physics*, 113(2-3), 515–517.
20. D.A. Porter and K.E. Easterling, *Phase Transformations in Metals and Alloys*, 2nd ed., Chapman and Hall, 1996, p 514
21. P. Bassani¹, E. Gariboldi and G. Vimercati (2007). *Calorimetric analyses on aged Al-4.4Cu-0.5Mg-0.9Si-0.8Mn alloy (AA2014 grade)*. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, Vol. 87, 247–253.
22. M. Gazizov and R. Kaibyshev (2012). *Effect of over-aging on the microstructural evolution in an Al-Cu-Mg-Ag alloy during ECAP at 300°C*. *Journal of Alloys and Compounds*, 527, 163–175.
23. S. Nam, H. Jo, H. Choe, D. Ahn and H. Choi. (2014). *Development of Nanoporous Copper Foams by Chemical Dealloying of Mechanically Alloyed AlCu Compounds*. *Materials Transactions*, 55, 1414-1418.

Anexos

Anexo 1. Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)/Microestructuras a 1000x

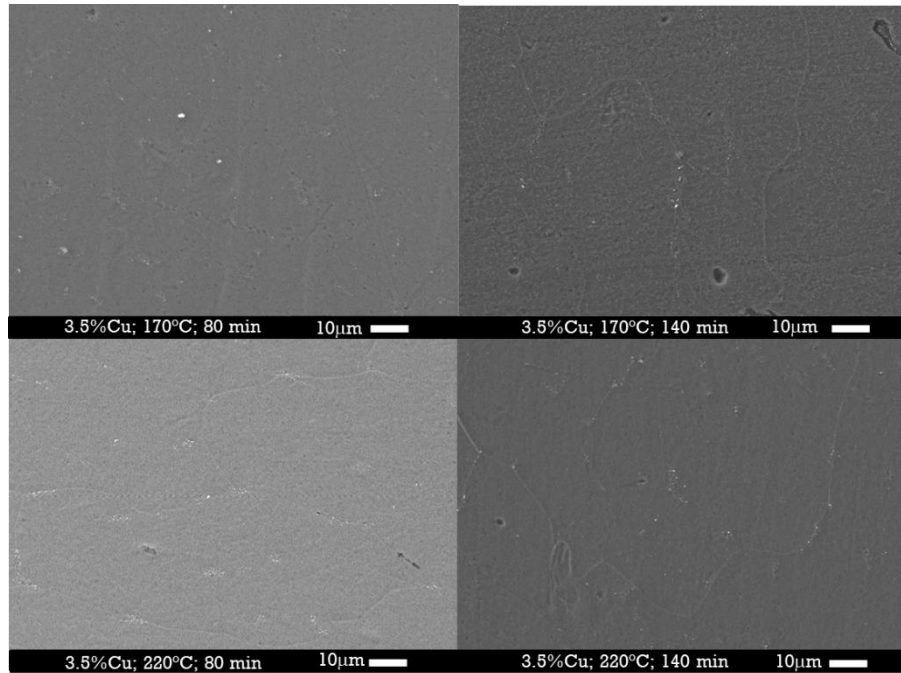


Figura 1 A1. Piezas de 3.5%Cu a 80 y 140 min, respectivamente; 170°C (arriba); 220°C (abajo).

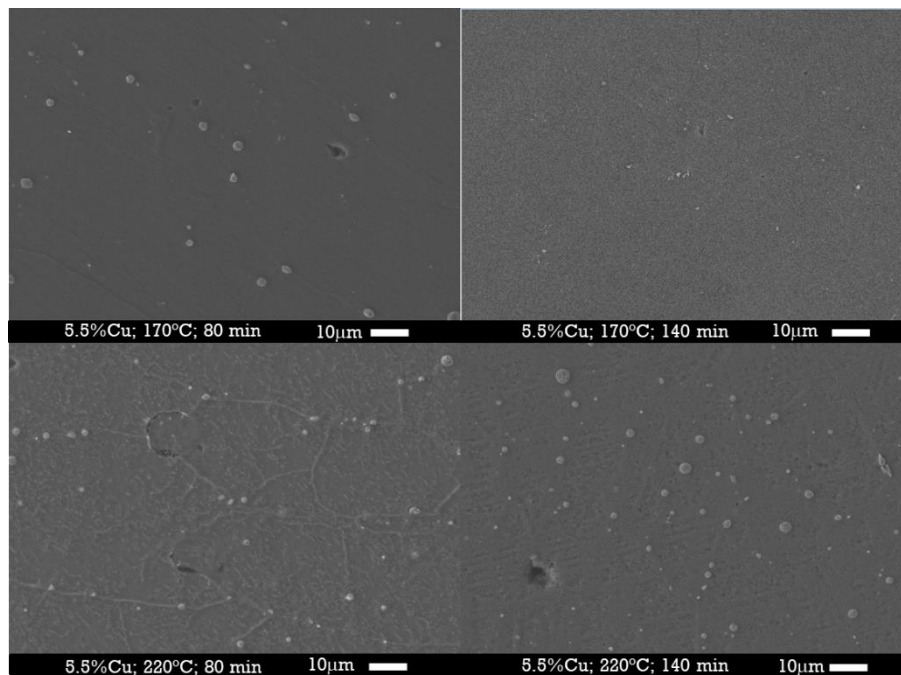


Figura 2 A1. Piezas de 5.5%Cu a 80 y 140 min, respectivamente; 170°C (arriba); 220°C (abajo).

Anexo 2. Difracción de Rayos X (DRX)/Difractogramas

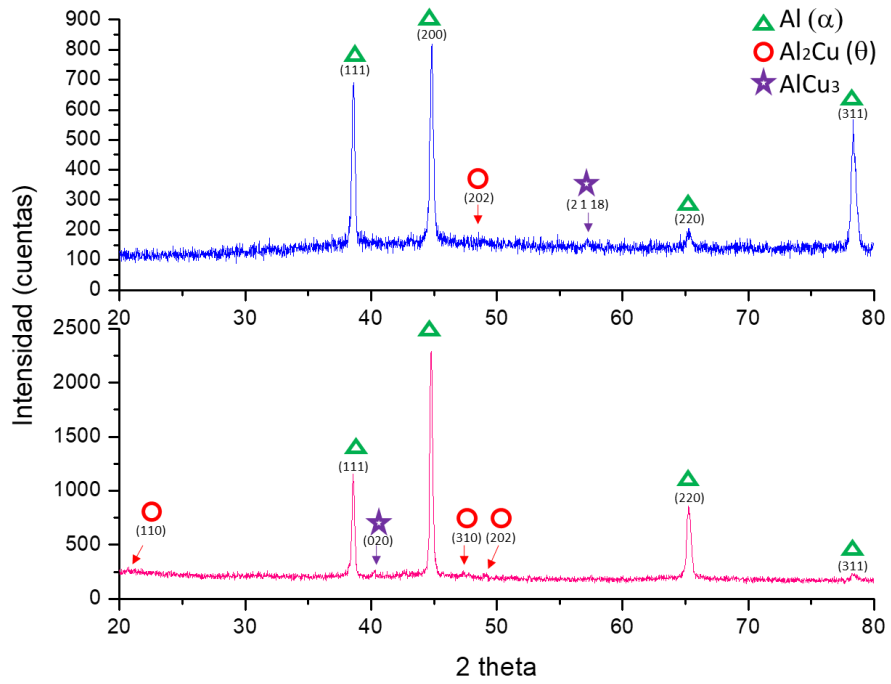


Figura 1 A2. Difractogramas correspondiente a las piezas solubilizadas:
3.5%Cu (azul) y 5.5%Cu (rosa).

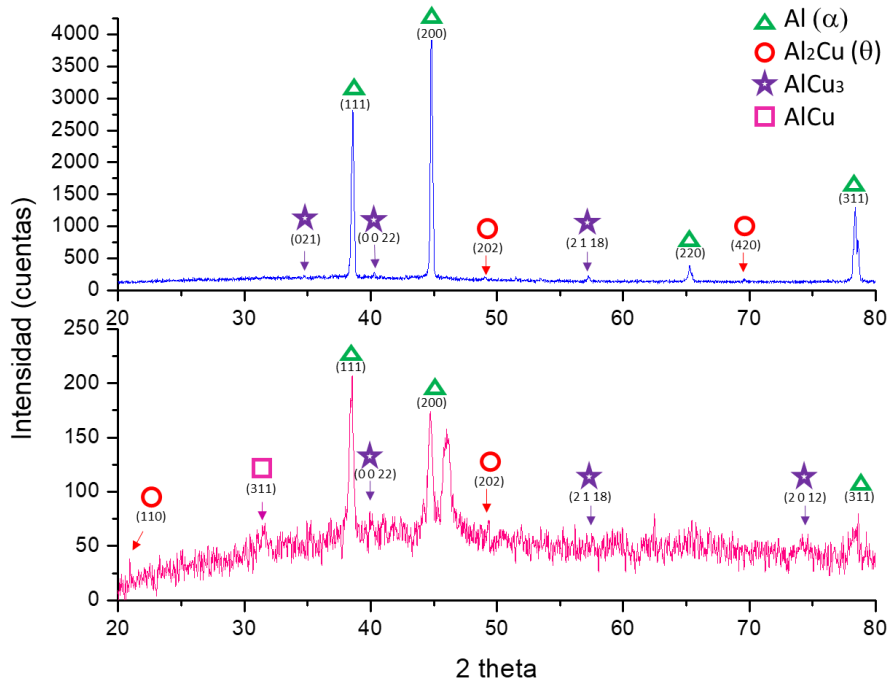


Figura 2 A2. Difractogramas correspondiente a las piezas tratadas a 170°C y 140 min:
3.5%Cu (azul) y 5.5%Cu (rosa).

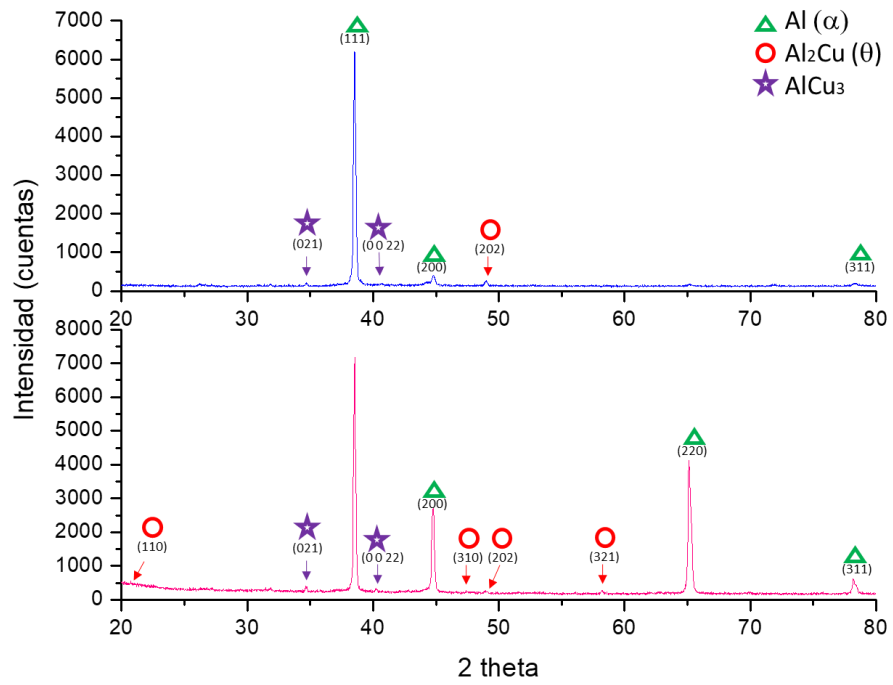


Figura 3 A3. Difractogramas correspondiente a las piezas tratadas a 220°C y 140 min: 3.5%Cu (azul) y 5.5%Cu (rosa).