

00368



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

1
20j-

FACULTAD DE CIENCIAS

"CARACTERIZACION DE UNA ALEACION
EUTECTOIDE Zn-Al MODIFICADA CON Cu"

TESIS CON
FALIA DE ORIGEN

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:
MAESTRO EN FISICA DE MATERIALES

P R E S E N T A:

ALBERTO RAMIRO SANDOVAL JIMENEZ

JULIO 1992



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 está 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.

I N D I C E

Resumen.....	i
Introducción.....	ii

CAPITULO I.- GENERALIDADES

1.1.- Aleaciones Zn-Al-Cu.....	1
--------------------------------	---

CAPITULO II.- DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1.- Preparación de la Aleación.....	13
2.2.- Densidad.....	14
2.3.- Tratamientos Térmicos.....	14
2.4.- Preparación de las Muestras.....	14
2.5.- Laminación.....	15
2.6.- Pruebas Mecánicas.....	15
2.7.- Microscopía Electrónica de Barrido y Análisis con Microsonda.....	18
2.8.- Análisis Térmico Diferencial.....	22
2.9.- Difracción con R-X. Método de Polvos.....	25
2.10.-Corrosión.....	28

CAPITULO III.- RESULTADOS EXPERIMENTALES

3.1.- Microscopía Electrónica de Barrido y microanálisis.....	32
3.2.- Análisis Térmico Diferencial	51
3.3.- Difractogramas (R-X).....	55
3.4.- Pruebas Mecánicas.....	60
3.5.- Densidad.....	70
3.6.- Corrosión.....	70
CAPITULO IV.- ANALISIS Y DISCUSION DE RESULTADOS	73

CONCLUSIONES.....	78
BIBLIOGRAFIA.....	79

CARACTERIZACION DE UNA ALEACION EUTECTOIDE
Zn-Al MODIFICADA CON Cu
RESUMEN

Cuando al eutectoide Zn-Al se le adiciona un tercer elemento, se le modifican sus características y propiedades mecánicas.

Se han realizado estudios de aleaciones ternarias Zn-Al-Cu con un bajo contenido de éste último elemento, entre los que se encuentra el "Zinalco" (2% peso Cu).

Con la finalidad de ampliar el conocimiento al aumentar la concentración del Cu y diversificar las aplicaciones industriales, se preparó un material con 5% peso Cu, tomando como base el eutectoide antes mencionado y con fórmula final Zn-21Al-5Cu, en % peso.

Haciendo uso de técnicas como la microscopía electrónica de barrido, análisis con microsonda, análisis térmico, difracción de R-X y pruebas mecánicas de tensión, dureza y microdureza, se determinaron algunas características de la aleación, tales como su microestructura, composición de sus diferentes fases, temperaturas de transición de fases, espectros de emisión y las propiedades mecánicas derivadas de las pruebas respectivas para probetas sin laminar y laminadas en caliente.

INTRODUCCION

La aleación eutectoide Zn-22Al presenta un comportamiento superplástico [1], pero al agregarle cobre en pequeñas cantidades, modifica su comportamiento mecánico aumentando su resistencia. Elementos tales como el Mn, Mg, Ca y Si también se han adicionado al binario antes mencionado, presentando características muy interesantes [2,3].

Se han realizado estudios de la aleación variando la proporción de los aleantes en % peso de Al con cantidades del 40, 30, 22 y 15, [4].

Al agregarle Cu al eutectoide Zn-Al en proporción del 2% peso, aumento su resistencia mecánica y a la corrosión, su deformación plástica alcanzó un máximo de 180% a temperatura ambiente por lo que se considera una aleación superplástica [5].

En este trabajo se presentan las propiedades y características al aumentar el contenido de Cu al 5% peso, por lo que la composición de la aleación es Zn-21Al-5Cu.

El desarrollo de éste trabajo se inicia con la revisión bibliográfica sobre aleaciones ternarias Zn-Al-Cu, presentándose ésta en el capítulo I. El capítulo II se refiere al trabajo experimental, empezando con la preparación de la aleación, seguido del homogeneizado de la microestructura. Para conocer su microestructura y comportamiento mecánico bajo diferentes condiciones, se realizaron tratamientos térmicos distintos a varias muestras.

Los estudios experimentales realizados comprenden microscopía electrónica de barrido, análisis con microsonda, análisis térmico diferencial, R-X, algunas pruebas mecánicas, mediciones de densidad y pruebas de corrosión en ambiente marino.

En el capítulo III se presentan los resultados experimentales y el análisis y discusión de los mismos se presentan en el capítulo IV,finalizando con las conclusiones.

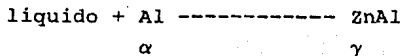
CAPITULO

I

ALEACIONES Zn-Al-Cu

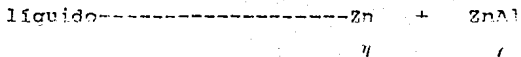
En el diagrama de fases de equilibrio del sistema binario Zn-Al (fig. I.1) las transformaciones invariantes en solidificación son :

un peritético



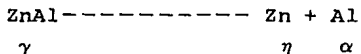
a aproximadamente 70% Zn y 716 K , y

un eutéctico



a 94.5%Zn y 655 K.

La fase γ con un contenido de Zn en mayor proporción que el Al, a 548 K se descompone por reacción eutectoide:



con el punto eutectoide en 78%Zn .

Smith y Hare[3] al adicionar Cu (1% máximo) al eutectoide Zn-Al, encontraron que, para estructuras equivalentes, mejoraba el nivel general de las propiedades mecánicas, la resistencia al impacto a bajas temperaturas se mantenía, la dureza y la resistencia a la fluencia se elevan y la ductilidad se reduce. Las microestructuras observadas dependieron del tratamiento térmico realizado. Al efectuar un enfriamiento lento desde 360 °C, la microestructura resultante es perlita, y granular uniforme de α y η mezclados si se temple desde la misma temperatura; una microestructura de granos finos equiaxiales es el resultado de laminar en caliente.

Nuttal [2] estudió una aleación a la cual adicionó mas cobre (4%).Al someterla a tratamientos térmicos semejantes a los realizados al eutectoide Zn-Al,las microestructuras fueron exactamente similares,consistiendo en una fina mezcla lamelar de fases α (rica en Al) y η (rica en Zn). Al templar de 250 °C se obtuvo una microestructura compuesta de granos finos equiaxiales

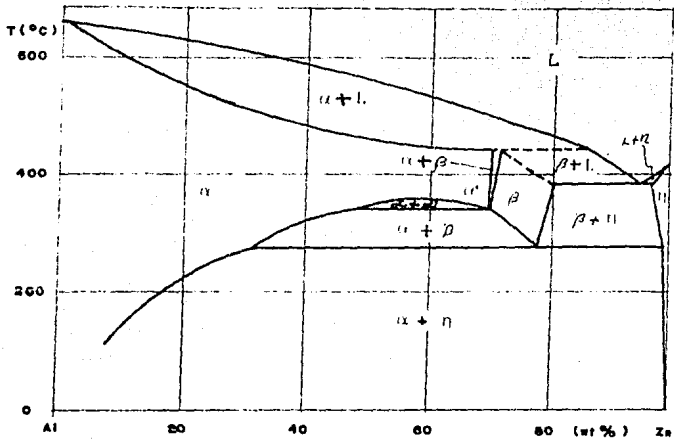


Figura I.1.- Diagrama de equilibrio sólido-líquido del sistema Zn-Al.

característica de un material superplástico. En ella observó una tercera fase con composición desconocida, revelando los microanálisis que el contenido de cobre era mayor que en las fases α y η , ya que en éstas el cobre se encuentra en solución en una cantidad muy baja .

En estudios posteriores se determinó la estructura de aquella fase, la que se clasificó como fase τ' , [6].

Para un sistema Zn-Al con composición cercana al eutectoide, Satyanarayana e Hirano [7] propusieron la secuencia de envejecimiento siguiente:

Solución sólida supersaturada (s.s.s.) -----
Zonas de Guinier-Preston (G.P.) esféricas ----- Zonas de
G.P. elipsoidales ----- Fase Rombohedral (R) -----
Fase α' ----- Fase de equilibrio β .

No quedando bien establecido si las zonas G.P. son primero que la fase R ó viceversa.

Las adiciones de cobre al sistema Zn-Al influyen la formación de compuestos intermetálicos, como las fases θ (Al₂Cu), ϵ (CuZn₄) y la ternaria τ' (Al₄Cu₃Zn), además de retardar las reacciones en el estado sólido del binario en cuestión. Por consiguiente las transformaciones de fase en la aleación ternaria Zn-Al-Cu son mucho más complejas que en la binaria Zn-Al.

Las aleaciones Zn-Al con pequeñas cantidades de cobre son de importancia comercial y tienen algunas ventajas sobre otros materiales, pero también tienen el problema de sufrir una expansión irreversible que ocurre con el tiempo a temperatura ambiente ó cuando se exponen a temperaturas ligeramente elevadas. Esto se debe a la conversión de las fases metaestables retenidas en fases de equilibrio.

Con un tratamiento térmico adecuado se pueden acelerar los cambios de las fases metaestables a las de equilibrio.

La solución sólida de Zn y Al se extiende hasta alrededor del 80% de Zn y existe en tres modificaciones isoestructurales designadas α , α' , y β , [fig I.1].

Enfriando lentamente cualquiera de las fases individuales de la aleación, el resultado final es la formación de Zn y Al, éste último con un bajo contenido de Zn. El enfriamiento rápido ó templado retiene el zinc en la solución sólida supersaturada y en un envejecimiento subsecuente la descomposición de éstas soluciones forman una serie de fases de transición.

La naturaleza exacta de la transformación depende del contenido de zinc en la aleación templada y de la temperatura de envejecimiento. Para aleaciones con un contenido mayor al 50% de Zn, la secuencia del envejecimiento es la siguiente [8]:

Solución	sólida	supersaturada	-----	Zonas
G.P.esféricas	----	Fase Rombohedral	α' (ó R)	----- Fase α'
cúbica	---	Zinc.		

La fase rombohedral (ó R) es distorsionada por deformación y difiere ligeramente en el parámetro de red ($a_r = 0.4005$ nm) de la α' cúbica ($a_a' = 0.3992$ nm).

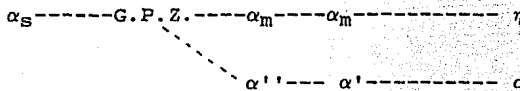
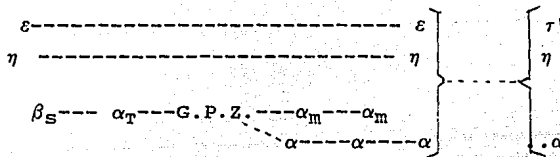
Al templar éstas aleaciones a temperaturas ligeramente superiores a la ambiente se produce una mezcla estructural que contiene productos de descomposición continua y discontinua (celular).

Las aleaciones que tienen composición correspondiente al campo de la fase β , al templarlas a temperatura ambiente producen una fina mezcla de granos equiaxiales ricos en zinc unos y en aluminio otros. Este cambio estructural se interpreta en términos de la descomposición espinodal.

Se han determinado transformaciones de fase en el estado sólido a algunas temperaturas, por ejemplo:

β	+	τ' -----	α	+	ε	a 558 K
β	+	ε -----	α	+	η	a 549 K
α	+	ε -----	τ'	+	η	a 541 K

Para aleaciones de composiciones dentro del campo de las fases $\alpha + \varepsilon + \eta$ alrededor de los 549 K en el diagrama de fases de equilibrio, la secuencia de las transformaciones durante el proceso de envejecimiento es como sigue [9]:



Entre éstos estados de equilibrio y no-equilibrio existen correlaciones intrínsecas, por lo que, para aleaciones de soluciones sólidas supersaturadas, se da una regla [9]:

1.-Las transformaciones de fase que ocurren en equilibrio a temperaturas entre la temperatura de solubilidad total y la temperatura de envejecimiento en s.s.s., generalmente son posibles en templado-envejecido, es decir, procesos de no equilibrio.

2.-Entre éstas posibles transformaciones de fases de equilibrio, aquellas de altas temperaturas ocurren en la etapa inicial del envejecimiento, mientras las de baja temperatura siempre suceden durante envejecimientos prolongados.

3.-Las transformaciones de fase que ocurren durante el temple-envejecido dependen de la rapidéz del temple, de la temperatura de tratamiento y de la localización de la aleación en el diagrama de fases de equilibrio, es decir, de su composición.

4.- Las etapas de la transformación con barreras de baja energía de activación, tales como las zonas G. P. y algunas fases de transición, siempre aparecen en todos los procesos de transformaciones de fase. Es posible que sucedan por separado ó paralelamente durante el proceso de envejecido.

El diagrama de fases de equilibrio para el sistema Zn-Al-Cu no ha sido totalmente establecido (figura I.2). Para una sección isotérmica Murphy, realizó un diagrama a 350 oC (figura I.3) y estableció las reacciones en el estado sólido para la zona de bajo contenido de cobre, (figura I.4), [10].

Además de las reacciones propuestas por Murphy, los autores Krol y Tasior [10] propusieron, para aleaciones con 17-22% Al y 1-10% Cu en peso, sometidas a un proceso de temple-envejecido, la siguiente reacción celular en el estado sólido:

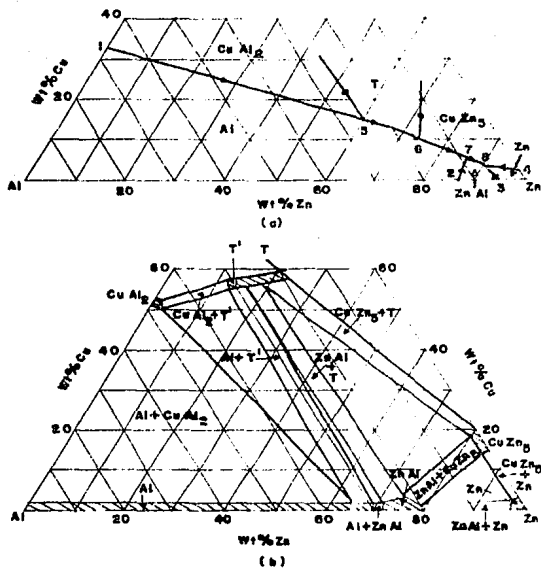


Figura 1.2.- Diagrama de fases del sistema Zn-Al-Cu.

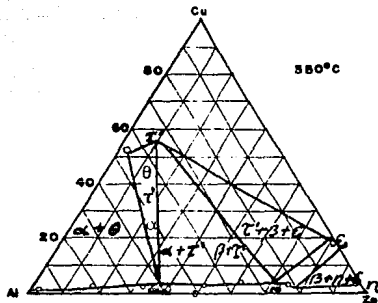


Figura 1.3.- Sección isotérmica a 350°C del sistema Zn-Al-Cu

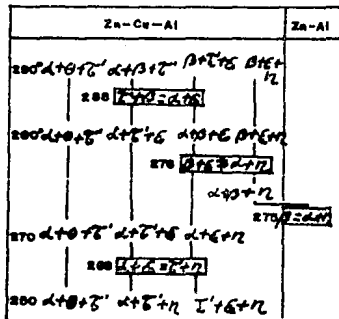
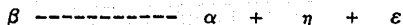


Figura 1.4.- Reacciones en el estado sólido en la región baja en Cu en el sistema Zn-Al-Cu.



El sistema ternario Zn-Al-Cu presenta similitudes con el binario Zn-Al. A temperaturas entre 973 K y 823 K se muestra una fase individual γ con un contenido de 16 a 22% peso Al. Entre 623 K y 473 K ésta región se divide en tres partes: la rica en Cu, γ' (16 a 19% Al), la intermedia γ_1 (19.1 a 20.5% peso Al), y la región rica en Al (20.6 a 22% peso Al), [11].

Cerca del intervalo de composición entre 23 a 26% Al se muestra una fase individual ξ_1 a 973 K y ξ_2 a 823 K y temperaturas mas bajas; la fase ξ_1 se compara con la ξ_2 y la ξ_2 con las fases ξ_1 y ϵ_2 del diagrama binario Al-Cu.

En el diagrama de fases también se muestra una fase τ , la cual es una ternaria que se forma por reacción peritáctica entre la solución sólida ξ_1 y el líquido a 1023 K. A 973 K ésta fase tiene una zona estrecha comprendida alrededor de 70% Cu, 9% Zn y 21% Al, en peso. Con la disminución de la temperatura, el intervalo de composición se extiende hacia el lado del aluminio y del zinc y baja el contenido de cobre. Entre los 873 K y 823 K aparece una fase intermetálica τ' rica en Al. A 823 K la fase τ tiene un intervalo de extensión de composición alrededor de 62% peso Cu, 18% peso Zn y 20% Al, y la fase τ' alrededor de 62% peso Cu, 11% Zn y 27% Al, también en peso. A 523 K las fases τ y τ' se separan siendo la primera rica Zn y la otra rica en Al.

Otras fases que aparecen en el diagrama son las η_1 y η_2 las cuales son un sistema binario Al-Cu, la ϵ , que es Cu-Zn (CuZn_5), la θ que tiene una fórmula CuAl_2 y la δ que es un binario Cu-Zn con fórmula CuZn_3 .

Las propiedades de las aleaciones se habían estudiado a temperaturas diferentes de la ambiente, por lo que para conocer sus propiedades mecánicas y microestructura se realizaron estudios a aquella temperatura en aleaciones con contenido de

zinc del 60, 70, 78 y 85 % en peso [4,12], encontrándose que ambas varían de acuerdo al tratamiento térmico que se les aplique.

Al agregar cobre en diferentes cantidades, se encontró que la aleación con un contenido del 2% presenta características muy interesantes que la hacen aplicable a nivel industrial [4,13]. A ésta aleación se le denominó "Zinalco".

El Zinalco tiene una microestructura compuesta de dos fases; la fase alfa (α), que es aluminio con menos del 1% de zinc y la fase eta (η), que es zinc con menos del 0.5% de aluminio disuelto y en ambas fases hay una cantidad de cobre no bien determinada que también se encuentra en solución. La forma geométrica que toman éstas fases depende de la trayectoria seguida durante el enfriamiento a partir de una temperatura superior a 280 °C pero inferior a 420 °C, que es la región en que éste material adquiere una estructura atómica idéntica a la del aluminio. Si se enfría rápidamente, la estructura resultante es formada por granos muy finos de fase α y η , mientras que si se enfría lentamente las fases se arreglan en forma de láminas alternadas dando una estructura perlítica [14].

Con el propósito de estudiar su comportamiento al aumentar la concentración del cobre, se preparó una aleación con la fórmula Zn-21Al-5Cu.

CAPITULO

II

DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.1.- PREPARACION DE LA ALEACION.

Para obtener un kilogramo de aleación con composición Zn-21Al-5Cu en % peso, se pesaron cantidades suficientes de los mismos, es decir: Zn 740 gr, Al 210 gr y 50 gr de Cu. La metodología fue la siguiente:

-Se usó un horno de atmósfera libre y un crisol de grafito, precalentándose a 500oC.

-Al alcanzar la temperatura de precalentamiento se colocó el aluminio en el crisol y se elevó a 750oC.

-A fusión total del aluminio se agregó el cobre, sumergiéndolo inmediatamente para evitar su oxidación. Se agitó varias veces para inducir homogeneización.

-Una vez fundido el cobre, se adicionó el zinc manteniendo la temperatura a 750oC. Se agitó varias veces hasta fusión completa.

-El producto obtenido se vació en una lingotera agitando continuamente para favorecer una distribución homogénea de los aleantes.

-Para eliminar la estructura dendrítica de la fundición original, ésta se sometió a un período de homogeneización de siete días a 300oC.

-La composición de la aleación, al realizar los análisis por vía húmeda, resultó ser: Zn-72.5, Al-21.8 y Cu-5.3.

-Después de la homogeneización se cortaron probetas de 3mm de ancho, 3 mm de espesor y 6 mm de largo para realizar las metalografías.

-El lingote se maquinó dándole la forma de las probetas para la prueba de tensión, seccionándola posteriormente en cuatro partes. Los siguientes tratamientos térmicos se les realizaron a las probetas para las metalografías y a tres de las partes mencionadas anteriormente.

2.2. DENSIDAD

La densidad se determinó por desplazamiento del volumen de un gas y conociendo el peso de una muestra de material. Se usó un densitómetro AccuPic 1330 de Micromeritics obteniendo el resultado por lectura directa para muestras de diferentes masas.

2.3. TRATAMIENTOS TERMICOS.

La microestructura y comportamiento mecánico de probetas de una misma aleación sometidas a tratamientos térmicos diferentes es de acuerdo a los mismos. A muestras de la aleación previamente homogeneizada, se le realizaron los siguientes :

Enfriamiento lento	350 ----12 °C
Enfriamiento al aire	350 ----12 °C
Templado en agua	350 ----12 °C

Los tratamientos térmicos se realizaron en un horno tipo mufla, las muestras se calentaron con el horno, al alcanzar los 350 °C se dejaron por 30 minutos a ésta temperatura en el interior del mismo; transcurrido éste tiempo, se realizaron los tratamientos térmicos antes mencionados. Las muestras con enfriamiento se dejaron enfriar dentro del horno al apagar éste. Se conservaron muestras homogeneizadas para realizarles los mismos estudios que a las muestras anteriores.

2.4.- PREPARACION DE LAS MUESTRAS.

Después de los tratamientos térmicos las muestras se prepararon para observarlas al microscopio. Se siguió el procedimiento habitual de pulido con lijas de mayor a menor grado, posteriormente con alúmina de 0.05 y 0.03 μm sucesivamente, disueltas en agua. Para el pulido final, y para evitar formación de óxidos que impidieran ver la microestructura, se diluyó alúmina de 0.03 μm en acetona. Para la limpieza final se usó una cámara de ionización de alto vacío Jeol Fine Coat Ion

Sputter JFC-1100. De la misma manera se prepararon probetas para las pruebas de tensión, cortándolas de las piezas tratadas térmicamente y homogeneizadas.

2.5.- LAMINACION

Una vez separadas las probetas para las pruebas de tensión, las paredes restantes se sometieron a laminación en caliente a 250 °C con una reducción del 77%. Las muestras laminadas se sometieron a los mismos estudios y pruebas que las no laminadas, excepto a la prueba de dureza Rockwell B por ser muy delgadas.

2.6.- PRUEBAS MECANICAS

Las pruebas mecánicas determinan las propiedades mecánicas que caracterizan la capacidad de los materiales a reaccionar a la deformación o destrucción bajo la acción de fuerzas externas. Estas propiedades dependen de la clase del material, tratamiento termomecánico y estructura interna.

Existen varios tipos de pruebas mecánicas: 1) con carga estática, cuando la carga que se aplica va aumentando lenta y gradualmente; 2) con carga dinámica, cuando la fuerza externa actúa con gran velocidad (choque); 3) con carga periódica variable si en el curso de la prueba varían la magnitud y dirección de ésta, [15].

2.6.1.- Prueba de Tensión

Esta prueba es de carácter estático y se utiliza para determinar las características de resistencia mecánica de los materiales, es decir, la propiedad que presentan a oponerse a la destrucción bajo la acción de fuerzas externas.

La prueba consiste en estirar un material durante un período relativamente corto a una velocidad constante de deformación, midiéndose como variable dependiente la carga necesaria para producir una elongación especificada o hasta ruptura de la probeta.

Con los resultados de la tensión se puede graficar una curva de carga contra elongación, que generalmente se registran como valores de esfuerzo y deformación unitarios.

Las pruebas para la aleación de interés se realizaron en una máquina Instron Universal 1125 con capacidad de 10 toneladas, con velocidad de cabezal de 1 mm/min.

2.6.2.- Pruebas de Dureza

Se denomina dureza a la capacidad de los materiales de resistir a la penetración. Esta prueba es de carácter estático y en la práctica industrial tienen aplicación diferentes métodos para medirla.

- Dureza Rockwell B.- El ensayo de dureza en los aparatos tipo Rockwell es uno de ellos. Para medir la dureza Rockwell del material se hace penetrar una esfera de acero de 1.59 mm de diámetro ó un penetrador en forma de cono con un ángulo de 120° en el vértice. Los materiales blandos se ensayan con la esfera de acero y los duros con el cono de diamante. En ésta prueba se determina la profundidad de la huella. La penetración de la punta se realiza en dos etapas sucesivas; primero se aplica una carga preliminar de 10 Kg, luego, sin quitarla, se aplica la carga fundamental de 90 Kg en los ensayos con esfera y 140 Kg con el cono de diamante. Pasado un intervalo de 15 segundos se quita la carga fundamental, determinándose por el indicador del aparato la dureza del material. El número de dureza corresponde a la diferencia entre la profundidad de las huellas que se obtienen bajo la acción de la carga fundamental y la preliminar. Esta diferencia es lo que señala la aguja del indicador.

Existen varias escalas, la B que indica la dureza al usar la esfera, la C que se usa con el cono de diamante y la A para materiales de gran dureza.

Para el material objeto de éste estudio las pruebas se realizaron en un equipo MIsawa Seiki Seisa Kusho 312, con penetrador de acero en la escala B.

- Microdureza Vickers.- La microdureza Vickers es otro tipo de ensayo y se aplica para determinar la dureza de las capas superficiales muy finas, de piezas pequeñas, de diferentes constituyentes estructurales de la aleaciones, hilos metálicos, etc.

El ensayo se realiza introduciendo una pirámide de diamante con un ángulo de 136° en el vértice; la carga aplicable puede variar entre 1 y 200 gramos durante un tiempo entre 5 y 45 segundos.

Después de hacer penetrar la punta piramidal, se mide la longitud de la diagonal de la huella obtenida con ayuda del microscopio metalográfico que tiene integrado el aparato. Los resultados obtenidos se comparan con valores tabulados, los que finalmente proporcionan la microdureza del material.

El equipo utilizado para ésta prueba fue un Shimadzu 3077; se aplicó una carga de 200 gramos durante 15 segundos.

2.7.- MICROSCOPIA ELECTRONICA Y ANALISIS CON MICROSONDA

2.7.1.- Sistema de Formación de Imagenes

- Interacción entre un haz electrónico y el sólido

Al hacer incidir un haz de electrones sobre un material, ocurren varios procesos y la información que proporcionan permite conocer sus características. Los procesos son: retrodispersión de electrones, generación de electrones secundarios, absorción de electrones, formación de rayos X y electrones Auger y transmisión y difracción de electrones, (fig.II.1).[16].

Los electrones retrodispersados son aquellos que se desvían del haz hacia atrás debido a la dispersión elástica por los átomos de la red, por lo que su energía está muy cercana a la del haz incidente, si se barren distintas zonas de la muestra, se tendrá variación en la intensidad de electrones retrodispersados a un ángulo dado, y el resultado será una imagen de la topografía de la muestra. La intensidad del haz aumenta cuando crece el número atómico de los elementos del compuesto sujeto a a observación, esto permite detectar zonas de diferente composición en el material, y pueden verse los granos, precipitados y en general, las características superficiales de la muestra.

Los electrones secundarios son originados en el sólido y emitidos como el resultado de excitación atómica por el haz primario. La emisión de éstos electrones depende tanto de la densidad como de la topografía del sólido y también se pueden formar imágenes parecidas a las de electrones retrodispersados.

Los electrones absorbidos son los que pierden tal cantidad de energía que no pueden salir del sólido; pueden ser detectados si se colocan electrodos en la muestra, de manera que cualquier exceso de carga fluya a través de ellos a tierra.

Debido a las transiciones de los electrones excitados por el haz primario, se emiten rayos X característicos. Si se utiliza algún espectrómetro apropiado y un detector tipo Geiger, se puede obtener un perfil de intensidades por medio del cual se conocen los elementos y concentración de éstos en la muestra, es

decir, realizar un análisis químico. Si un átomo excitado regresa a un estado de menor energía, emite un electrón en vez de rayos X. Estos electrones se denominan Auger y se caracterizan por tener valores discretos de energía.

Algunos electrones del haz inicial logran atravesar la muestra proporcionando información sobre la estructura interna de la misma, éstos son los electrones transmitidos y difractados. La formación de una imagen a partir de éstos electrones constituye la microscopía electrónica de transmisión.

Se tienen dos maneras posibles de formar una imagen: una consiste en enfocar el haz sobre la muestra y barrir su superficie, a ésta técnica se le denomina microscopía electrónica de barrido. La otra se basa en iluminar una parte de la muestra con un haz fijo y adaptar un sistema electro-óptico para la amplificación de la imagen, ésta es la microscopía convencional.

- Formación de la Imagen en un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM).

Con ésta técnica se pueden obtener imágenes en distintos modos de operación: emisorio, reflectivo, absorptivo, transmisivo, rayos X, catodoluminiscencia y conductividad inducida por el haz. El modo para un SEM es el reflectivo.

Las partes que se necesitan para la formación de una imagen en un microscopio de éste tipo se muestran en la figura II.2. El haz se enfoca sobre una área muy reducida de la muestra, colocando ésta área en el foco de una lente (objetivo) los electrones emitidos por la muestra son recolectados por los detectores adaptados a un fotomultiplicador de centelleo cuya señal se amplifica sucesivamente y se utiliza para modular la polarización de rejilla de un tubo de rayos catódicos, estableciéndose una correspondencia uno a uno entre la cantidad de electrones detectada y la intensidad del punto correspondiente en la pantalla del tubo. La imagen completa de la muestra se construye finalmente por medio de un generador de barrido que defleca tanto el haz incidente como el haz del tubo de rayos catódicos

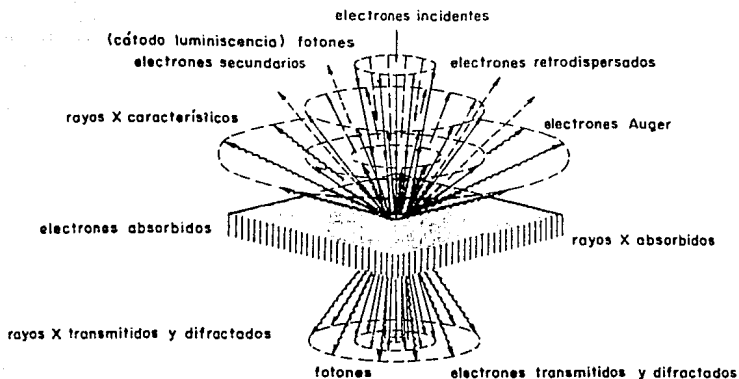


FIGURA II.1.- Reacciones de interacciones de un haz electrónico incidiendo en un sólido.

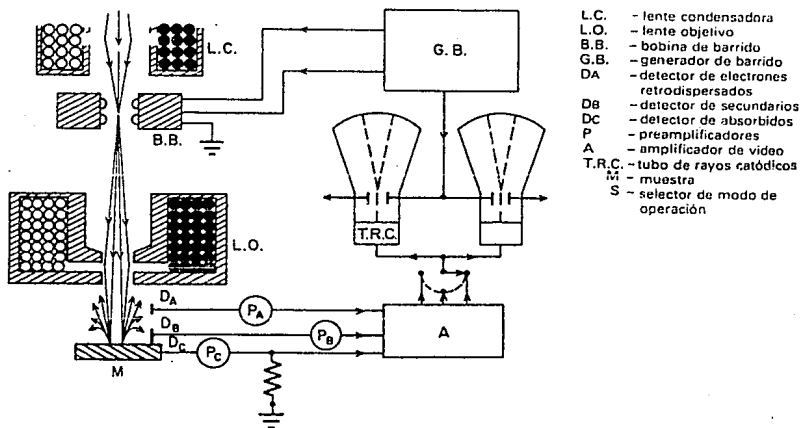


FIGURA II.2.- Diagrama del sistema de formación de imágenes en un microscopio electrónico de barrido.

sincronicamente, de manera que a cada punto de área barrida de la muestra corresponde otro en la pantalla. La amplificación se da como la razón entre el área barrida en la pantalla y el área cubierta por el haz incidente en la muestra.

La resolución de un microscopio es limitada por varios factores, entre las que se encuentran las aberraciones de las lentes como son la coma, la curvatura de campo, la distorsión, el astigmatismo, la aberración esférica y la aberración cromática.

El microanalizador, para su funcionamiento, utiliza los electrones retrodispersados ya que con ellos se pueden detectar las composiciones de las diferentes zonas del material.

Para la observación de la microestructura de las muestras de la aleación sujeta a estudio, se utilizó un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-T20 con una resolución de 100 angstroms y aumentos desde 35X hasta 40,000X.

Los análisis con microsonda se realizaron con ésta acoplada a un microscopio electrónico JEOL JEM-1200EX a un voltaje de 40KV.

Las fotografías se tomaron con película Kodak TMY 120 de 400 ASA, a diferentes aumentos.

2.8.-ANÁLISIS TÉRMICO DIFERENCIAL.

El análisis térmico es un término que cubre un grupo de técnicas en las que se registra la diferencia de temperaturas entre una sustancia y un material de referencia cuando las dos muestras son sujetas a idénticos regímenes de temperatura en un medio calentado ó enfriado a una rapidéz controlada. El registro obtenido es llamado curva térmica diferencial, y si las sustancia es térmicamente activa en el rango de temperatura usado, muestra una serie de picos, la posición de los cuales está determinada por su composición química y estructura cristalina, y el área bajo de los mismos está relacionada con la energía de la reacción.

Entre las técnicas de análisis térmico se encuentra la calorimetría diferencial de barrido (DSC), con la que se pueden registrar las temperaturas de las reacciones en el estado sólido.

Para un pico endotérmico como el de la figura II.1, a lo largo de la línea BC, parte del calor suministrado por la fuente está siendo absorbido por la reacción y parte está siendo empleado en calentar la muestra; la absorción total de calor por la muestra será mayor que la absorción de calor por el material de referencia. En el punto C, la cantidad de calor adicional proporcionado por la fuente se equilibra, siendo absorbido por la reacción, por lo tanto, este punto no indica el final de la reacción. A lo largo de CD, la absorción de calor por la muestra es apaciguada y en el punto D el estado cuasi-estacionario de $dT=0$ es otra vez establecido. Se puede decir que si el pico está representando una reacción endotérmica, la cantidad de calor proporcionada por la fuente a la muestra, es mayor que la dada a la referencia, [17].

Todas las transformaciones ó reacciones que incluyen cambios de energía en la muestra, son reflejados en la curva de DTA, entre ellas se pueden incluir transiciones de fase,

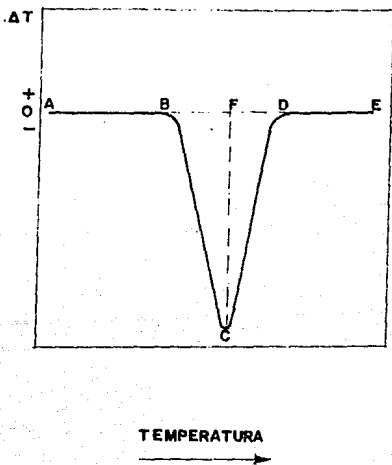


Figura II.3.- Pico endotérmico en Análisis Térmico.

reacciones en el estado sólido, descomposiciones y transiciones de segundo orden.

Los análisis térmicos de las muestras de la aleación de interés se realizaron con un equipo Du Pont Thermal Analyst 2100, en un rango de temperaturas de 20 a 500 °C y una rapidéz de calentamiento de 20 °C/min.

2.9.- DIFRACCION DE R-X. METODO DE POLVOS

La técnica de difracción de polvos es el método más comunmente usado para generar patrones de difracción. La muestra a ser examinada puede ser en polvo ó placa. Si es polvo debe ser capáz de pasar a travéz de una malla 325, y es soportada en un tubo, moldeada en un cilindro ó recubriendo una fibra. Además de ésta, hay otras técnicas, y en todas ellas es importante que el material sobre el cual ó dentro del cual la muestra será soportada, tenga una baja absorción de R-X y sea suficientemente amorfa para que no genere un patrón de difracción. Para el caso de éste estudio la muestra es una placa soportada en el centro de la cámara del equipo y un haz de R-X colimado, el cual entra en un puerto diseñado para eliminar bordes indeseables de patrones de difracción, es difractado por ella. Los R-X no difractados abandonan la cámara a través de un puerto de salida, diseñado exprefeso para eliminar reflexiones no deseadas.

El patrón de difracción resultante es una serie de líneas sobre una película cilíndrica; éstas líneas son llamadas líneas de Debye, y en ellas se obtiene el ángulo de difracción con respecto al haz incidente. Si el polvo es demasiado grueso, la línea de definición puede ser mejorada por oscilación y rotación de la muestra, [18].

La ventaja de éste método es la relativa facilidad de preparación de la muestra, y el hecho que la orientación de un cristal particular con respecto al haz incidente no es necesaria. La interpretación de los datos de salida también es sencilla, aún en R-X sobrepuestos debido a interferencias que pueden introducir algunos problemas.

Este método de difracción puede ser usado para identificar materiales en conjunción con el Powder Diffraction File publicado por el Joint Committe on Powder Diffraction Standards y contiene información sobre patrones de difracción para sustancias cristalinas.

Lo anterior se fundamenta en la ley de Bragg. Esta ley es la herramienta principal de los cristalógrafos para la determinación de la estructura cristalina, aunque la aplicación del método puede variar, como en el caso presente, para identificar elementos y compuestos.

La ley de Bragg se basa en la superposición de los R-X reflejados de planos cristalinos adyacentes. Si la diferencia en la amplitud de la onda de los R-X del haz A, (fig. II.2), con la de los R-X del haz B es un entero de la longitud de onda de los R-X, ocurre un refuerzo de éstos rayos, y si ésta condición no se cumple, los haces de R-X se cancelan. La condición de reforzamiento es expresada por la relación:

$$n\lambda = 2dsen\theta$$

donde : n es un entero

λ es la longitud de onda del haz de R-X

d es el espaciamiento interplanar entre los planos hkl

θ es el ángulo de incidencia del haz de R-X y es definido como el ángulo de Bragg

Aunque la relación conocida como ley de Bragg fue derivada para difracción de R-X, también se aplica a difracción de electrones y de neutrones.

Para obtener los difractogramas de la muestra en estudio, se utilizó un difractómetro D-500 de Siemens con filtro de níquel y radiación de Cu-K α con longitud de onda de 1.5418 angstroms.

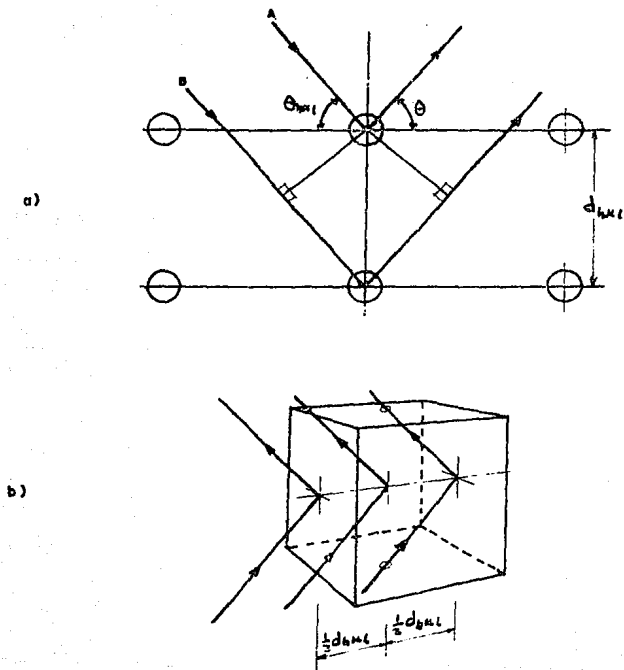


Figura II.4.- a) Difracción de R-X de planos adyacentes.

b) Difracción de R-X en una estructura cúbica centrada en las caras.

2.10.- CORROSION

La corrosión es un fenómeno químico muy frecuente en los materiales metálicos; las pérdidas económicas que resultan por consecuencia directa de ella son grandes así como el costo de las medidas preventivas.

Es importante conocer la resistencia que un material opone a la corrosión, porque en base a esto se pueden tomar medidas preventivas y determinar los medios en donde se utilicen bajo condiciones de óptimo rendimiento.

En general, la corrosión se puede definir como la degradación de un material por su medio ambiente y en particular, la corrosión metálica es el desgaste superficial que sucede cuando los metales se exponen a ambientes reactivos; el grado de desgaste depende principalmente de las propiedades de conducción iónica del producto de corrosión, en el caso en que este esté presente como una capa sólida, y por su resistencia mecánica y adherencia al metal subyacente. A las temperaturas en las que el agua es líquida, el proceso de corrosión que predomina es electroquímico, esto es, el desgaste metálico ocurre por disolución anódica. La rapidez de corrosión electroquímica no solo está determinada por las propiedades conductoras de las capas superficiales formadas por el proceso, sino también por factores cinéticos, tales como la difusión volumétrica y las reacciones de transferencia de electrones que ocurren más lentamente a bajas temperaturas, [18]. El estudio de la corrosión a bajas temperaturas es entonces un estudio de la electroquímica, la cinética heterogénea del electrodo, y de la influencia de la temperatura, el pH, la concentración y geometría del espécimen sobre la disolución metálica y sobre la formación y propiedades de las capas superficiales. La más simple de las manifestaciones de la corrosión es el ataque uniforme, y se caracteriza por el adelgazamiento progresivo y uniforme del componente metálico, pero existen otras formas como son la corrosión por ataque en hendiduras, la corrosión bimetalica o ataque galvánico la cual se caracteriza por la disolución acelerada del metal más reactivo, el ataque selectivo en bordes de grano y el ataque por picado.

Las tensiones mecánicas acentúan el daño y en los materiales se puede presentar la corrosión bajo tensión. La corrosión - erosión se manifiesta como consecuencia de las colisiones de partículas inmersas dentro de un agente corroyente. La fragilización por hidrógeno y la corrosión fatiga también son efectos de la tensión mecánica.

- Diagrama de Evans

El diagrama de Evans es una gráfica lineal del potencial contra la corriente o densidad de corriente. En el se grafican tanto la curva de polarización catódica para el proceso de reducción, esto es, el agente oxidante responsable de la corrosión, como la curva de polarización anódica para el proceso de disolución del metal. El punto de intersección de estas dos curvas proporciona la rapidéz de ataque medida en amperes o en A/m^2 dependiendo de la abscisa. El diagrama de Evans ofrece una útil demostración de la manera en que la rapidéz de corrosión depende de la separación existente entre los potenciales individuales de equilibrio y de las pendientes promedio de las dos curvas. Mientras mas inclinadas sean estas, menor será la cantidad de corrosión, medida en función de corriente o de densidad de corriente.

En el punto de intersección del diagrama de Evans, el número total de electrones generado por la disolución del metal debe balancear exactamente el número de electrones que son consumidos por el proceso de reducción catódica. Esto es, las corrientes anódica y catódica deben de ser iguales al potencial de corrosión (E_{corr}). Es por esta razón que el diagrama de Evans se dibuja casi universalmente teniendo a la corriente como abscisa.

- Medición de la Corrosión

Para medir la velocidad de corrosión se usan métodos electroquímicos. La rapidéz de corrosión puede expresarse como una densidad de corriente (A/m^2) o como una rapidéz promedio de penetración (mm/año).

El primer método para medir la rapidéz de corrosión es la determinación del potencial de corrosión. La corrosión sucede a un potencial mixto, por lo que depende de la diferencia de E_{corr} con respecto al potencial individual de equilibrio del metal. Conociendo la pendiente de Tafel apropiada, y en donde se requiere, los efectos del cambio de concentración, es posible deducir la velocidad de corrosión a partir de una medición de E_{corr} .

La medición de E_{corr} se realiza mediante un voltímetro de alta impedancia conectado al metal y con un electrodo de referencia adecuado sumergido en el electrolito.

El segundo método de determinación de la rapidéz de corrosión es mediante la medición de la conductancia de polarización, la cual es básicamente el recíproco de la pendiente lineal de las curvas de polarización cerca del potencial de corrosión.

Para la medición de la rapidéz de corrosión de la aleación objeto de este trabajo se usó un equipo conocido como potencióstato-galvanostato de Princeton Applied Research modelo 351 corrosion measurement systems, en un ambiente marino.

C A P I T U L O

I I I

RESULTADOS EXPERIMENTALES

3.1.-MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO Y MICROANALISIS

Si se tiene varias muestras de una misma composición, y se someten a distintos tratamientos térmicos, las microestructuras y propiedades mecánicas resultantes de cada una de ellas serán muy distintas. Para conocer las características microestructurales se realizaron las microscopías de barrido de cada una de ellas con los resultados que se mencionan a continuación.

A). - Aleaciones Homogeneizadas

En las fotomicrografías se observa la matriz tipo perlítica, ésta morfología se obtiene como resultado de una reacción espinal la cual es común en aleaciones que se descomponen por transformación eutectoide sujetas a un tratamiento térmico en el cual la temperatura desciende paulatinamente.

Las colonias de perlita están formadas por laminillas de fases alternadas, la parte oscura es fase α rica en aluminio, y la parte clara es fase η rica en zinc; en ambas fases hay cobre en solución, (M, foto 1). Las fases se identificaron con análisis con microsonda, (tabla III.1). Según el diagrama de fases y de acuerdo a las reacciones de las transformaciones de fase en el estado sólido para el sistema Zn-Al-Cu, debería aparecer la fase τ' , no obstante, en los resultados de la aleación que nos ocupa, no aparece ésta fase, posiblemente porque no se alcanza el equilibrio.

En la misma fotomicrografía también se observa una fase clara con límites bien definidos, (F, foto 1). Los resultados de los microanálisis indican que corresponden al campo de la fase ϵ con fórmula CuZn_5 . Esta fase se encuentra localizada, en el diagrama de fases, en una región de alta temperatura la cual al enfriarse da como resultado un campo de fases α y η . Dentro de las zonas de fase ϵ se observan precipitados con bordes rectos formando figuras regulares, que al microanalizarlos resultaron ser ricos en aluminio correspondiendo al campo de la fase α , (P, foto 1).

Las dos últimas fases son el resultado de una reacción espinodal en la que una fase se transforma en dos sin nucleación, es decir, se realiza por procesos difusionales.

- Efectos de la Laminación

Al someter a una aleación a un trabajo mecánico, el número de dislocaciones aumenta considerablemente, reflejándose esto en un cambio en sus propiedades mecánicas y transformándose la microestructura original resultante del tratamiento térmico realizado. A varias muestras de cada uno de los tratamientos se les realizó laminación en caliente.

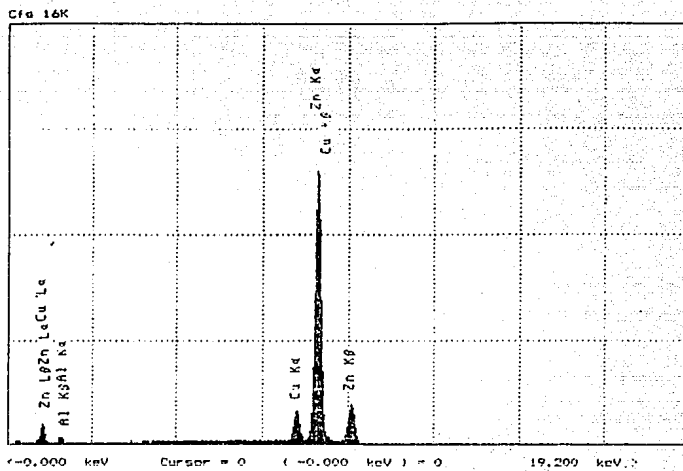
Al laminar, la microestructura perlítica resultante del tratamiento térmico de homogeneizado tiende a desaparecer, observándose todavía algunas zonas con microestructura perlítica. También se distingue un aumento de zonas claras características de alta concentración de zinc. Esto quiere decir que la laminación en caliente facilitó la difusión del zinc propiciando la formación de gránulos sin morfología definida ricos en este elemento.

En la matriz aumentó la concentración de aluminio por efecto de la laminación, ya que al realizarse ésta se libera el aluminio que se encontraba en solución con el cobre y el zinc, formando éstos dos elementos la fase ϵ y el aluminio la α pero en mayor concentración en la matriz, (tabla III.1).

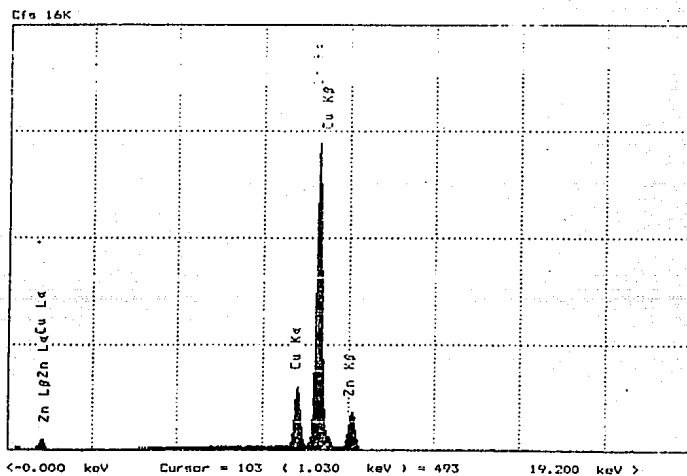
La fase ϵ no registra variación en su composición, pero sí en su morfología, deformándose en el sentido de la laminación. Los precipitados contenidos en ésta fase también se deforman de manera semejante sin registrarse variación en su composición, (foto 2).

- Efectos del Recocido

Muestras homogeneizadas y laminadas se sometieron a recocidos a una temperatura de 250°C a diferentes tiempos: 48, 72 y 96 horas. El recocido es un tratamiento térmico mediante el cual, después de un trabajo mecánico, se pueden recuperar o



Espectro del microanálisis, fase matriz de foto 1.



Espectro del microanálisis, fase ϵ de foto 2.

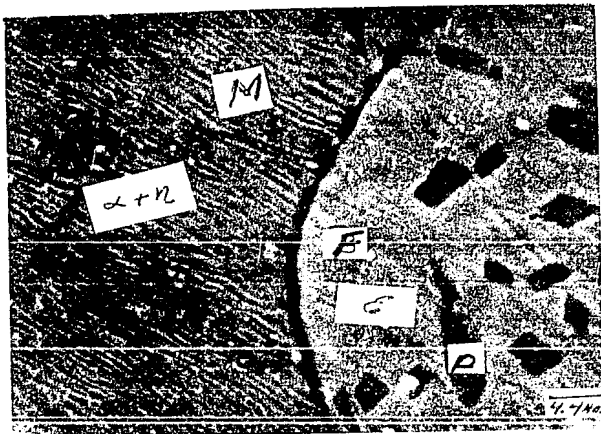


Foto 1. Homogeneizada 3500X. Matriz con microestructura perlítica de $\alpha + \eta$ y gránulo de fase γ con precipitados ricos en Al.

* M = Al:25.45; Cu:3.16; Zn:71.39 % peso

F = Cu:15.01; Zn:84.99 " "

P = Al:24.18; Cu:23.33; Zn:52.41 " "

* M - Matriz F - Fase P - Precipitado en fase

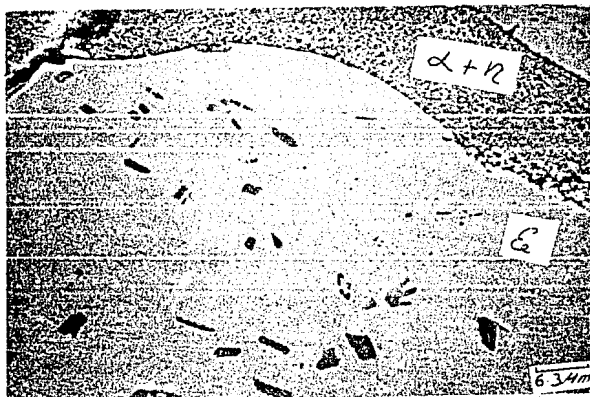


Foto 2.- Homogeneizada laminada; perlita fragmentada y fase γ con precipitados orientados por la laminación. 1500X

M = Al:54.04; Cu:1.65; Zn:44.31 F = Cu:14.91; Zn:85.09

P = Al:47.82; Cu:18.08; Zn:34.10

mejorar las propiedades mecánicas originales del material trabajado.

En las fotomicrografías de las muestras recocidas por un período de 48 horas, se observa que la matriz empieza a tomar la apariencia de perlita laminar formándose además precipitados esferoidales ricos en aluminio en las fronteras de grano que se revelan por efecto de la laminación. La composición de la matriz varió significativamente descendiendo la concentración del aluminio y aumentando la del zinc, la del cobre se conservó; por los resultados de los microanálisis, se infiere que está compuesta por fases α y η con cobre en solución, (tabla III.1).

Una característica muy interesante es que los precipitados de la fase ϵ tienden a adoptar una forma esferoidal, es decir, tienden a adquirir la forma de menor energía superficial. También se observa un crecimiento de éstos precipitados y migración hacia los bordes de las fases por las fronteras de grano recién reveladas por la deformación, (foto 3); la composición de la fase ϵ no sufrió cambios, pero en los precipitados aumentó considerablemente la cantidad de aluminio, posiblemente por la transformación de la fase ϵ en τ rica en aluminio, (tabla III.1).

Continuando el recocido hasta 72 horas, la microestructura perlítica laminar se hizo más notable en la matriz; las partículas de la fase ϵ que aparecieron en el recocido de 48 horas con bordes irregulares muestran, a este tiempo de recocido, una forma esferoidal, así también aparecen precipitados de coloración grisácea con límites redondeados de composición no establecida que posiblemente sea la fase τ . La matriz presenta un aumento en la concentración de aluminio aunque sin llegar a la que tenía antes de la laminación; la concentración de cobre disminuye. Las fases presentes en la matriz corresponden al campo de las fases $\alpha + \eta + \tau$, (tabla III.1). Los precipitados ricos en aluminio contenidos en la fase ϵ aumentan de tamaño presentando una forma circular, esto es indicio de una reducción de su energía superficial. También se observa un aumento en el número de precipitados en los límites

de las fases ε , (foto 4), y líneas tenues de límites de granos en la matriz.

A las 96 horas de recocido, la microestructura de la matriz es perlita fina de fases α y η con límites de grano bien definidos; el número de precipitados de fase ε disminuyó y los precipitados grises de r' que se formaron en las fronteras de grano en el recocido por 72 horas se hacen mas notables. Los microanálisis revelan que la cantidad de aluminio disminuyó ligeramente, aumentando la concentración del cobre, (tabla III.1). Los precipitados de la fase ε disminuyeron en cantidad y aumentaron su tamaño con ligera baja en la concentración de aluminio, (foto 5). Esto se debe al tiempo de recocido, a mayor tiempo de recocido, la migración de aluminio se favorece y tiende a reaccionar con el cobre y el zinc formando fase r' en los límites de los granos de la fase ε y de las colonias de perlita.

Los resultados de la concentración de los elementos obtenidos en los microanálisis indican que los precipitados negros de la fase ε corresponden al campo de las fases α y η , (tabla III.1).

B).- Aleación con Enfriamiento Lento

La aleación homogeneizada se llevó hasta una temperatura de 350°C en un horno tipo mufla, se mantuvo durante 30 minutos a ésta temperatura y se apagó el horno. La muestra se sacó al día siguiente.

Las muestras con éste tratamiento térmico en la matriz presentan una microestructura de perlita de fases α y η , (foto 6), se observa también una fase clara como precipitado incoherente cuya composición obtenida por microanálisis indica que corresponde a la ε ; limitando ésta fase y separándola de la matriz se localiza una zona negra la cual debe ser rica en aluminio, correspondiente a la descomposición de ε en r' . Como en la aleación descrita anteriormente, en ésta también se formaron precipitados en la fase ε y corresponden al campo de las fases α y η . Según el diagrama de fases de Murphy 10], a la

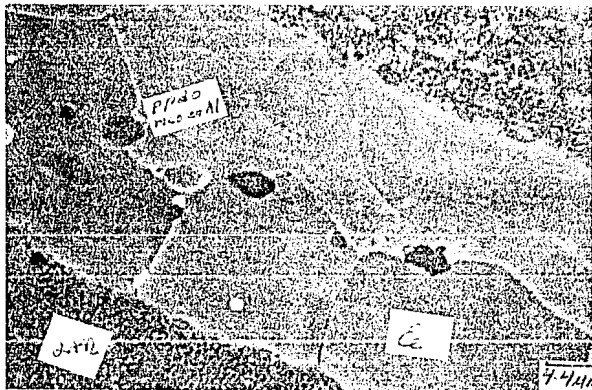


Foto 3. - Homogeneizada laminada, recocida a 250°C 48h, 2000X;
 precipitados ricos en Al en fronteras de grano.
 M = Al:33.21; Cu:2.52; Zn:64.27 F = Cu:16.53; Zn:83.87
 P = Al:74.96; Cu:2.09; Zn:22.94

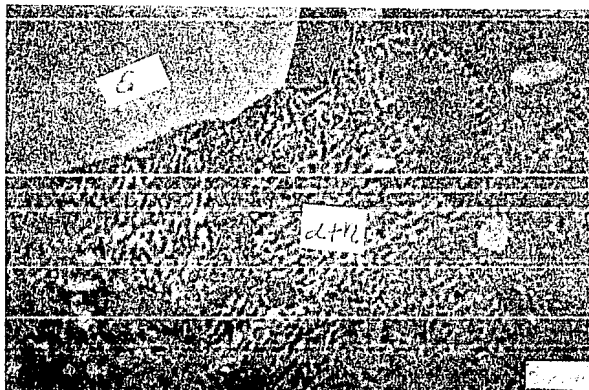
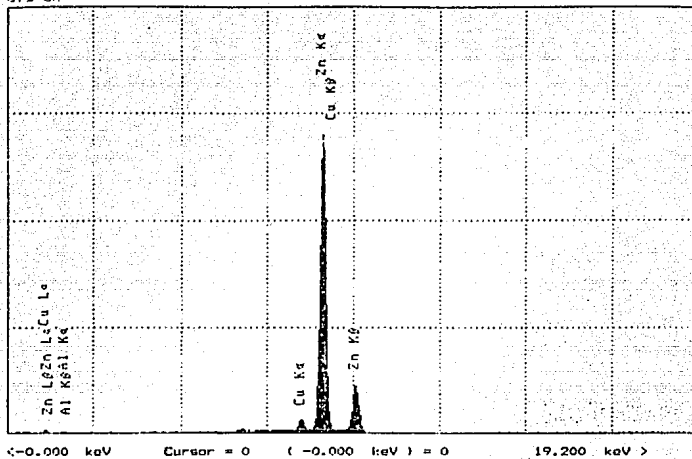


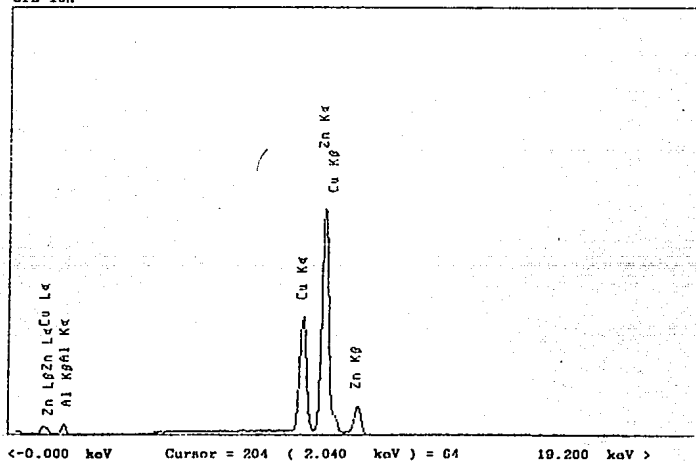
Foto 4. - Homogeneizada laminada recocida a 250°C 72h, 3500X.
 Se distinguen límites de grano en la matriz.
 M = Al:33.21; Zn:55.49 F = Cu:16.58; Zn:85.44
 P = Al:59.80; Cu:20.36; Zn:59.84.

Cfs 08K



Espectro del microanálisis, fase matriz de foto 3.

Cfs 16K



Espectro del microanálisis, fase matriz de foto 4.

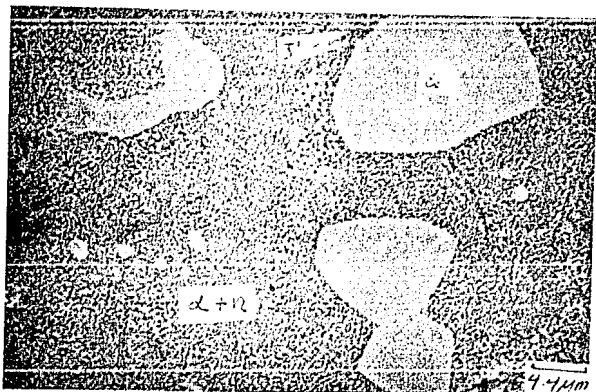


Foto 5.- Homogeneizada laminada recocida a 250 C 96h, 2000X;
 se observa menor cantidad de precipitados claros.
 M = Al:38.43; Cu:4.03; Zn:57.54 F = Cu:16.03; Zn:83.97
 P = Al:33.24; Cu:4.02; Zn:62.75

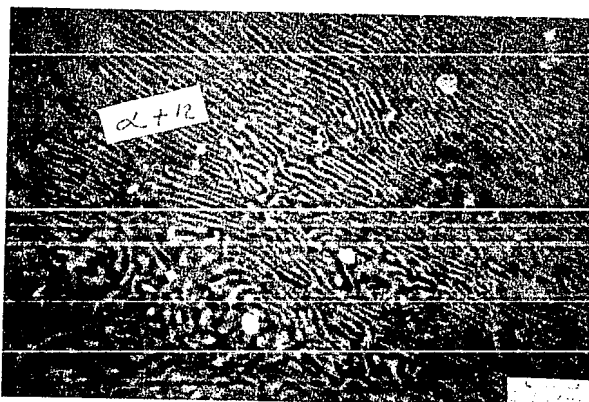
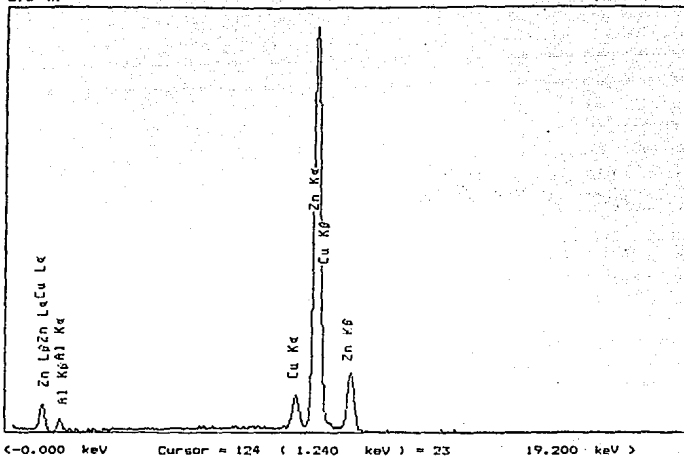


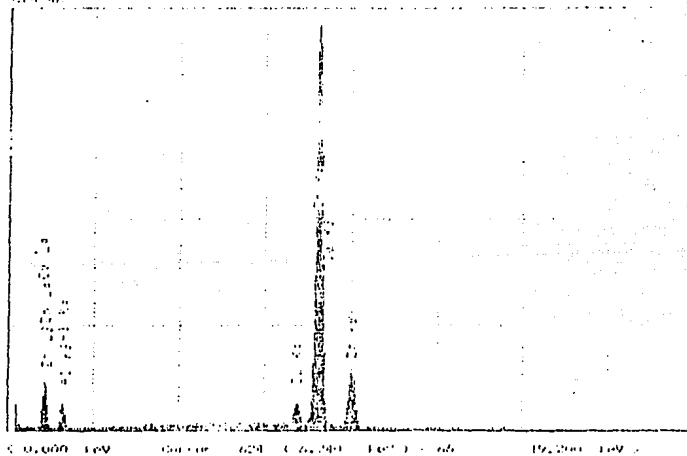
Foto 6.- Enfriamiento lento, 3500X; microestructura perlítica
 de fases α y η .
 M = Al:30.25; Cu:3.04; Zn:66.71 F = Cu:18.99; Zn:80.11
 P = Al:19.69; Cu:22.79; Zn:57.52

Cfs 4K



Espectro del microanálisis, fase matriz de foto 5.

Cfs 4L



Espectro del microanálisis, fase matriz de foto 6.

temperatura de inicio del tratamiento térmico (350°C), las fases existentes son $\beta + \eta + \varepsilon$ y al descender la temperatura se transforman en fases de equilibrio α y η , reteniendo gran parte de fase ε .

- Efectos de la Laminación

La laminación en caliente activa la difusión del aluminio propiciando el aumento de la concentración superficial. Esto se deriva de los resultados de los microanálisis en los que se obtuvieron cantidades de hasta 53 % peso de Al, (tabla III.1). Este proceso termomecánico ayuda a alcanzar las fases de equilibrio, ya que antes del laminado la fase rica en aluminio correspondía solamente a la α y al laminarse se obtiene τ . La fase ε cambia de composición pasando de CuZn_4 a CuZn_5 , realizándose este cambio por transformación polimórfica.

La microestructura perlítica de la matriz de la aleación con éste tratamiento termomecánico se transforma a una microestructura de granos equiaxiales, observándose también una precipitación homogénea de fase ε . Los precipitados ricos en aluminio contenidos en las zonas de la fase anterior se deforman en el sentido de la laminación, (foto 7).

C). - Aleación Enfriada al Aire

En las fotomicrografías de ésta aleación se observan una gran cantidad de zonas claras en forma de agujas, (foto 3). Los microanálisis revelan que son ricas en zinc, (tabla III.1), por lo que la matriz corresponde al campo de la fase η . Según el diagrama ternario (fig. III.2), ésta fase proviene de la región $\beta + \varepsilon$ de alta temperatura, la cual al enfriarse llega al campo de las fases $\alpha + \eta + \varepsilon$, lo cual concuerda totalmente con los resultados de los microanálisis. La microestructura perlítica característica del enfriamiento lento empieza a aparecer en laminillas gruesas.

- Efecto de la Laminación



Foto 7.- Enfriamiento lento laminado, 1000X. Matriz de perlita fragmentada y fase ϵ con precipitados ricos en Al.
 M = Al:53.59; Cu:1.68; Zn:44.23 F = Cu:15.21; Zn:84.79
 P = Al:50.61; Cu:12.26; Zn:37.13

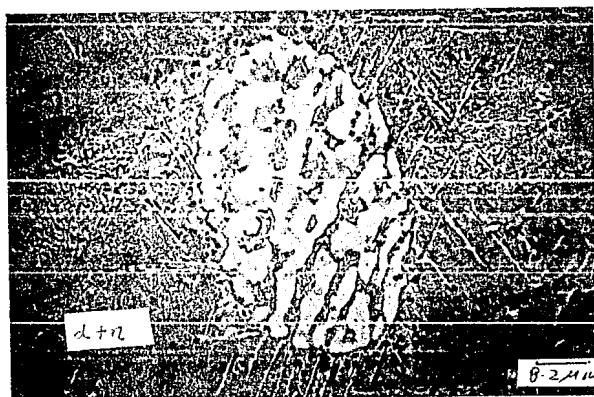
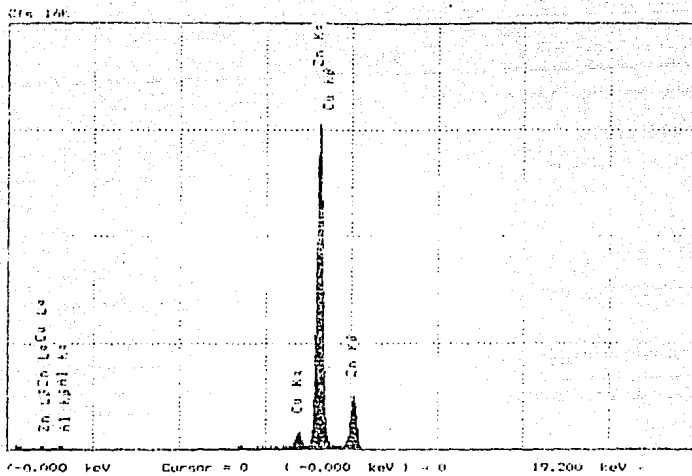
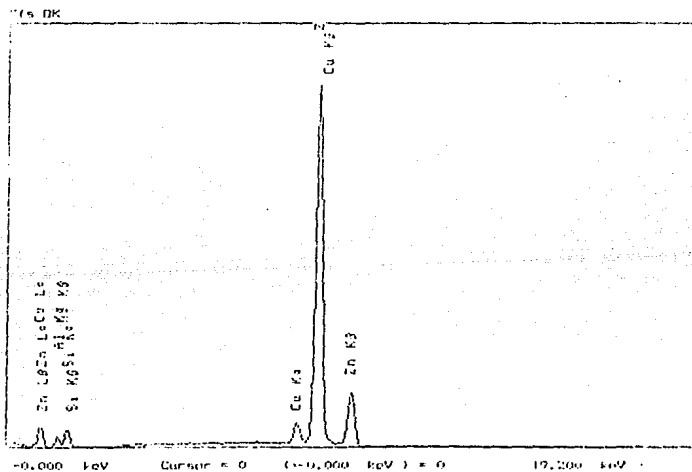


Foto 8.- Enfriamiento al aire, 1000X. Precipitados en forma de agujas ricos en Zn en la matriz de $\alpha + \eta$.
 M = Cu:4.64; Zn:95.36 F = Cu:20.98; Zn:79.02
 P = Al:18.69; Cu:2.87; Zn:54.51; Si:23.92



Espectro del microanálisis, precipitado en fase C de foto 7.



Espectro del microanálisis, precipitado en fase c de foto 8.

Al laminar la muestra enfriada al aire, la microestructura con indicios de perlita en la matriz, cambia su apariencia por una microestructura de granos equiaxiales de fases α y η . La fase clara rica en zinc (ϵ) que en la muestra sin laminar aparece en forma de agujas, en ésta muestra presenta forma granular fina y dispersa en la matriz. Esto sucede porque al laminar en caliente, se fraccionan en partes y adquieren una configuración esferoidal representativa de un estado de mínima energía superficial (foto 9).

Los precipitados contenidos en las fases ϵ que aparecen con bordes rectos antes de la laminación, adquieren una forma más alargada orientada en el sentido de la laminación, sin variar su composición, (tabla III.1).

De los resultados de los microanálisis presentados en la tabla III.1, se observa que la composición de la matriz de ésta muestra antes de la laminación corresponde a la fase η , la que es una fase de equilibrio a temperatura ambiente rica en zinc, y al laminar en caliente, el zinc distribuido en la superficie de la matriz forma precipitados de fase ϵ disminuyendo la concentración de éste elemento en la matriz, realizándose una transformación al campo de las fases de equilibrio $\alpha + \eta$. Los precipitados de las fases ϵ son ricos en aluminio y corresponden al campo de las fases $\alpha + \eta$.

D).- Aleación Templada en Agua

La matriz de la aleación con este tratamiento térmico presenta una microestructura de fases α y β de granos finos. La fase ϵ se agrupa en zonas con intersticios de fases α y β dando una apariencia de ramificaciones, (foto 10, tabla III.1).

Se observa que los precipitados ricos en aluminio que se presentan en la fase ϵ en las muestras con otros tratamientos térmicos, en ésta son muy pequeños, apareciendo inclusive en la matriz. Esto se debe al enfriamiento rápido, el cual impidió el crecimiento de estos precipitados, es decir, las fases de alta temperatura ϵ y β se retienen al templar formándose por

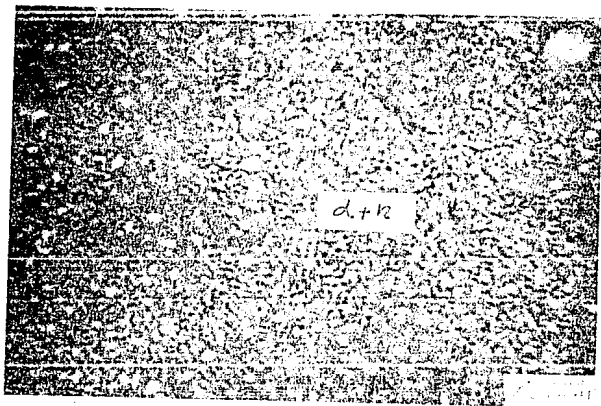


Foto 9. - Enfriamiento al aire laminado, 5000X. Fase ϵ dispersa en la matriz de $\alpha + \eta$.

M - Al:39.56; Cu:2.20; Zn:52.39; Si:9.85 F = Cu:16.72; Zn:83.2
 P - Al:23.46; Cu:10.93; Zn:54.60; Si:11.53

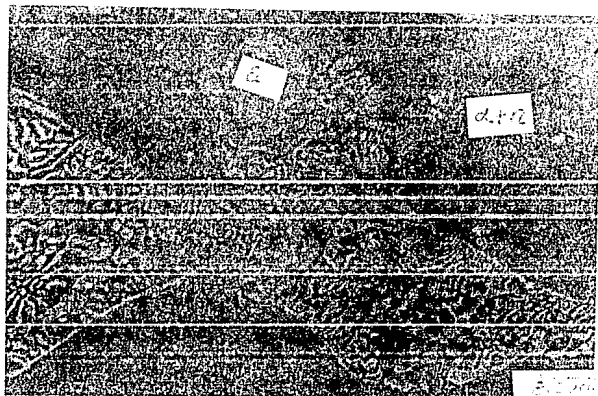
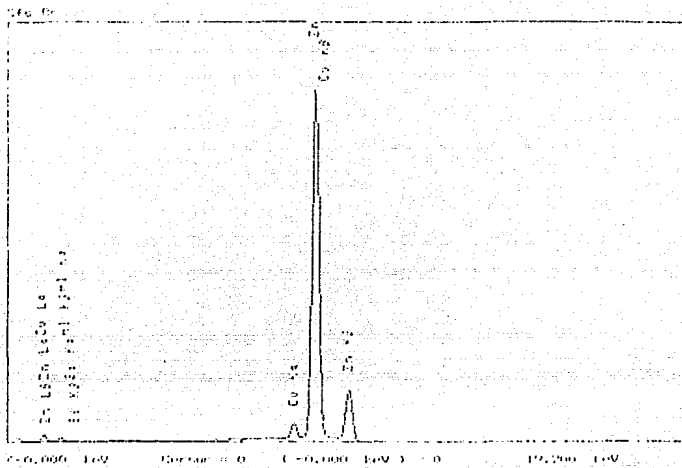


Foto 10. - Templada en agua, 1000X. Fase ϵ dendrítica rodeada de fases α y η .

M - Al:39.09; Cu:3.26; Zn:57.66 F = Cu:13.30; Zn:84.70
 P - Al:40.25; Cu:2.95; Zn:56.80

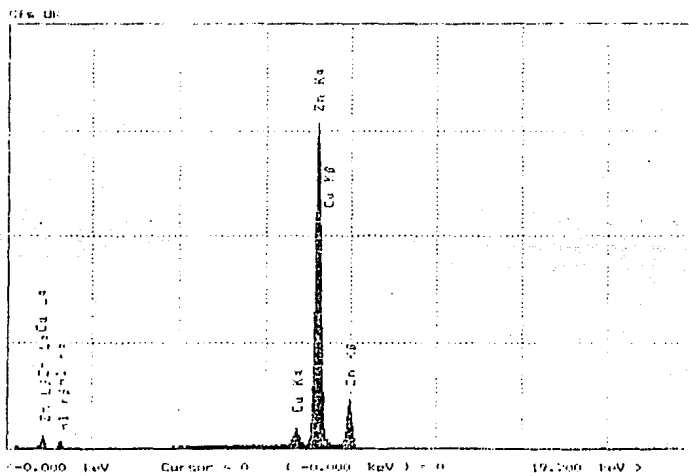


reacción espinodal pequeños precipitados con aluminio en solución.

-Efecto de la laminación

La laminación refina el grano en la matriz y adquiere una orientación equiaxial. Dispersa en ella de manera homogénea se observan zonas claras ricas en zinc (foto 11). La composición de la matriz corresponde al campo de las fases α y η . Las zonas de fase ϵ se deforman en el sentido de la laminación al igual que los precipitados que contiene, apareciendo homogéneamente distribuidos, sin variar apreciablemente su composición (tabla III.1).

Foto 11.- Templada en agua laminada, 10,000X. Granos finos equiaxiales de $\alpha + \eta$, en la matriz.
 M = Al:15.33; Cu:3.90; Zn:80.77 F = Cu:15.47; Zn:84.53
 P = Al:15.91; Cu:18.47; Zn:65.61



Espectro del microanálisis. Fase matriz.

TRATAMIENTO TÉRMICO	ZONA DE LA MUESTRA	AI	E L E M E N T O			FASE	CAMPO DE FASES
			Cv	Zn	Si		
Homogeneizado	Matriz	25.45	3.16	71.39		$\alpha + \eta$	$\eta + \xi + \eta$
	2a. fase	24.18	15.01	84.99		ξ	
	ppdo. en 2a. fase		23.33	52.41		$\alpha + \eta$	
Homogeneizado laminado	Matriz	54.04	1.65	44.31		$\eta + \alpha$	$\alpha + \xi + \eta$
	2a. fase	47.82	14.91	85.09		ξ	
	ppdo. en 2a. fase		18.08	34.10		α	
Enfriamiento lento	Matriz	30.25	3.04	66.71		$\eta + \alpha$	$\alpha + \xi + \eta$
	2a. fase	19.69	19.89	80.11		$\alpha \xi$	
	ppdo. en 2a. fase		22.79	57.52		$\alpha \alpha$	
Enfriamiento lento laminado	Matriz	53.59	1.68	44.73		α	$\alpha + \xi$
	2a. fase	50.61	15.21	84.79		ξ	
	ppdo. en 2a. fase		12.26	37.13		α	
Enfriada al aire	Matriz	18.69	4.64	95.36		η	$\eta + \xi + \sigma + \tau$
	2a. fase		20.98	79.02		ξ	
	ppdo. en 2a. fase		2.87	54.51	23.92	$\eta + \sigma$	
Enfriada al aire laminado	Matriz	35.56	2.20	52.39	9.85	$\eta + \alpha$	$\alpha + \xi + \sigma$
	2a. fase	23.46	16.72	83.28		ξ	
	ppdo. en 2a. fase		10.93	54.68	11.53	$\eta + \sigma$	
Templada en agua	Matriz	39.09	3.26	57.66		α	$\alpha + \xi + \eta$
	2a. fase	40.25	15.30	84.70		ξ	
	ppdo. en 2a. fase		2.95	56.80		$\alpha + \eta$	
Templada en agua laminada	Matriz	15.33	3.90	80.77		$\alpha + \eta$	$\eta + \xi + \alpha$
	2a. fase	15.91	15.47	84.53		ξ	
	ppdo. en 2a. fase		18.47	65.61		α	
Laminada, recocida a 250°C, 48 hrs.	Matriz	33.21	2.52	64.27		$\eta + \alpha$	$\alpha + \xi + \eta$
	2a. fase	74.96	16.13	83.87		ξ	
	ppdo. en 2a. fase		2.09	22.94		α	
Laminada, recocida a 250°C, 72 hrs.	Matriz	44.51		55.49		$\eta + \alpha$	$\alpha + \xi + \eta$
	2a. fase	39.80	16.58	83.44		ξ	
	ppdo. en 2a. fase		20.36	39.84		α	
Laminada, recocida a 250°C, 96 hrs.	Matriz	38.43	4.03	57.54		$\eta + \alpha$	$\alpha + \xi + \eta$
	2a. fase	33.24	16.03	83.97		ξ	
	ppdo. en 2a. fase		4.02	62.75		$\eta + \alpha$	

TABLA III.1.- RESULTADOS DE LOS MICROANÁLISIS.

3.2.- ANALISIS TERMICO

- Aleaciones antes de la laminación

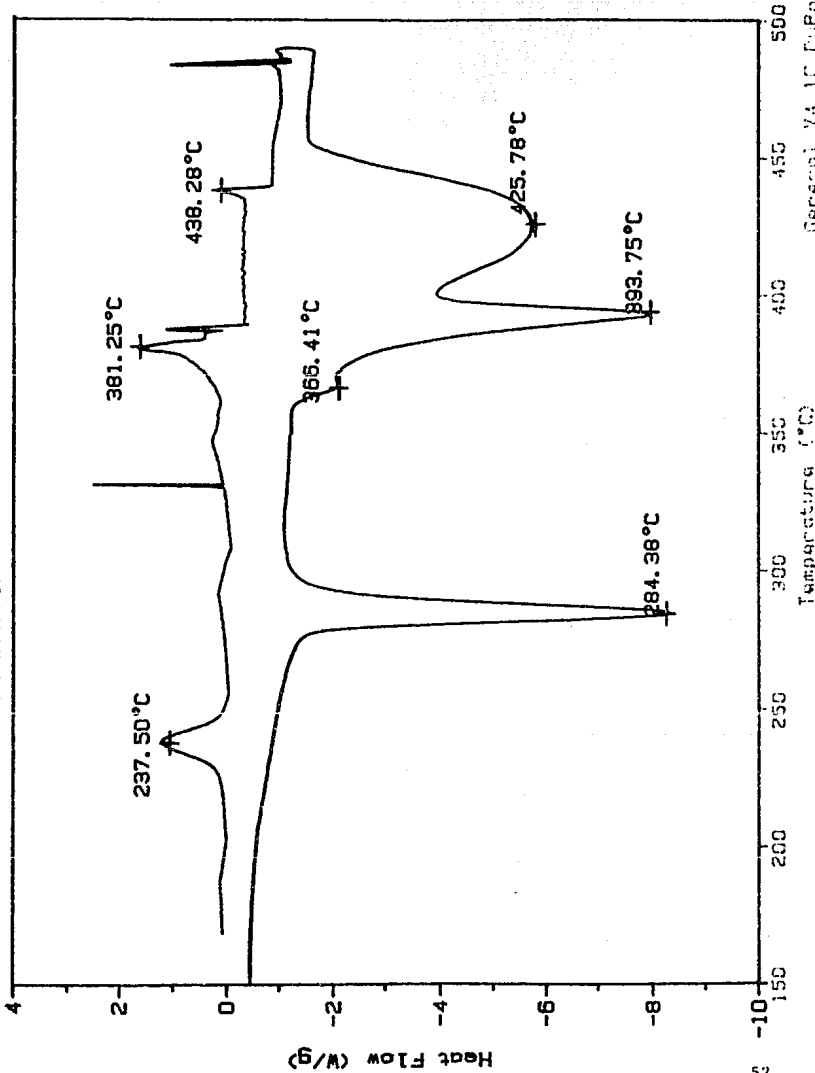
El termograma de la muestra homogeneizada indica la primera transformación en calentamiento a 284 °C, (figura III.1). Refiriéndose al diagrama de fases de Murphy, Mikura y Zhu, (figura III.2) y a la composición de aleación obtenida por microanálisis, esta transformación representa el cambio del campo de fases $\alpha + \eta + \varepsilon$ al campo de fases $\alpha + \beta + \varepsilon$ reportada a una temperatura de 276 °C por los autores antes mencionados. La diferencia en las temperaturas de transformación se debe a la mayor cantidad de cobre en la aleación sujeta a estudio. El cobre retarda las transformaciones tanto en el calentamiento como en el enfriamiento. Esta transformación coincide con la del diagrama binario (figura I.1), del campo de fases $\alpha + \eta$ al $\alpha + \beta$, es decir, de la fase de equilibrio η a temperatura ambiente, a la β de equilibrio a temperatura elevada. Siguiendo la línea de composición en el diagrama de fases, la segunda transformación se encuentra dentro del campo de las fases β y ε a una temperatura de 366 °C; como se observa, la fase de equilibrio α de baja temperatura ha desaparecido en este punto de la segunda transformación. Esta transformación es muy rápida requiriendo poca energía para realizarse, el cambio es de una fase metaestable a una de equilibrio conservando la composición, variando solamente el parámetro de red. Otra transformación, la tercera, que absorbe mas energía que la anterior, y que por el tipo de curva se clasifica como rápida ya que el pico es agudo se registra a 393 °C. La transformación de fase termina aproximadamente a los 400 °C conservando alrededor del 50 % de la energía absorbida que necesitó para activarse, de tal manera que la siguiente transformación que empezó a la temperatura antes mencionada requiere menos energía para su inicio, no así para realizarse totalmente ya que esta se lleva a cabo de manera mas lenta que las anteriores. Al terminar esta cuarta transformación comienza la región de líquidus (455 °C).

Sample: Zn-Al-Cu-S A. SANDOVAL
Size: 2.9500 mg
Method: ENFRIAMIENTO

Comment: ATM DE N2 VEL DE CAL 200/MIN

DSC

File: C:ZNAI-CU--S.03
Operator: C. VAZQUEZ R.
Run Date: 21-Jun-91 13:14



Temperatura (°C)

Generasi V4.1C DuPont 2100

Figura III.1

Al enfriarse la aleación, la región de sólidos empieza a aparecer a los 438 °C, es decir, 17 °C abajo de la temperatura de aparición de líquidos en calentamiento. Este fenómeno se debe a la tendencia de la materia de permanecer inalterada bajo a influencia de una energía de activación. La segunda transformación se registra a los 381 °C y es menor la energía que desprende para realizarse que la que absorbe en el calentamiento, presenta un pico agudo por lo que se considera como rápida, y la ΔT con la transformación correspondiente con el calentamiento es de 12 °C. La siguiente transformación, la cual corresponde a la segunda del calentamiento, prácticamente pasa desapercibida. La última del enfriamiento que corresponde a la primera del calentamiento, presenta un pico menos agudo que las anteriores y tiene un intervalo mayor de temperaturas para completarse, la ΔT es aproximadamente de 47 °C.

Las transformaciones de fase de esta aleación ternaria en el enfriamiento coinciden con las del enfriamiento de la binaria Zn-Al. La primera transformación de la ternaria (438 °C) coincide con el cambio de líquido + α a $\alpha' + \beta$, la siguiente concuerda con la transformación $\alpha' + \beta$ a $\alpha + \beta$ y la última, para alcanzar las fases de equilibrio, de $\alpha + \beta$ a $\alpha + \eta$.

- Aleaciones laminadas

En las muestras laminadas la primera transformación se registra en promedio a 290 °C. Representa el cambio del campo de fases $\alpha + \beta + \epsilon$ al campo de fases $\beta + \tau' + \epsilon$, lo cual coincide con el diagrama de fases de Murphy, ya que la composición de las aleaciones obtenida en los microanálisis corresponde al campo de las fases $\alpha + \beta + \epsilon$. Las variaciones en la composición son consecuencia del tratamiento térmico original. La segunda transformación se ubica a los 374 °C en promedio y para realizarse requirió poca energía, lo que indica que se obtuvieron fases metaestables que alcanzaron el equilibrio a mayor temperatura (388 °C), identificándose a este punto como la tercera transformación. La cuarta y última del estado sólido se

registró a 440 °C y fue mas lenta que las anteriores. Al terminar esta transformación comienza la región de líquidus.

Al enfriarse, las temperaturas de las transformaciones varían ligeramente entre cada tratamiento térmico apareciendo el solidus en general a 450 °C. Exceptuando la aleación laminada templada en agua, las aleaciones laminadas registran las transformaciones a temperaturas semejantes, la segunda de enfriamiento a 429 °C, la tercera a 380 °C y la cuarta a diferentes temperaturas variando entre los 330 °C y los 210 °C, (figuras III.3,4 y 5.).

La muestra templada en agua presenta el inicio de la zona de líquidus a 450 °C en enfriamiento, la segunda a 385 °C y tres transformaciones con pequeños intervalos de temperatura lo que indica cambios de fases metaestables a fases de equilibrio de alta temperatura; la última transformación de ésta aleación si coincide con la de las otras muestras, alcanzando las fases de equilibrio $\alpha + \gamma$. Las aleaciones recocidas presentan transformaciones semejantes (figura III.6).

3.3.- DIFRACTOGRAMAS (R-X)

- Aleaciones sin Laminar

Al templar una aleación desde una temperatura elevada, las fases presentes a esa temperatura se retienen. Las difracciones de las fases de equilibrio a alta temperatura se observan en el difractograma de la muestra templada en agua de 350 a 10 °C; en éste difractograma las fases retenidas están perfectamente definidas a distintos ángulos y al tender al equilibrio a temperatura ambiente éstas fases se transforman, desapareciendo ó presentándose difracciones a otros ángulos. Esto sucede al enfriar lentamente, ya que al realizar éste tipo de tratamiento térmico, ocurren cambios por descomposición espinodal, obteniéndose las fases de equilibrio a temperatura ambiente.

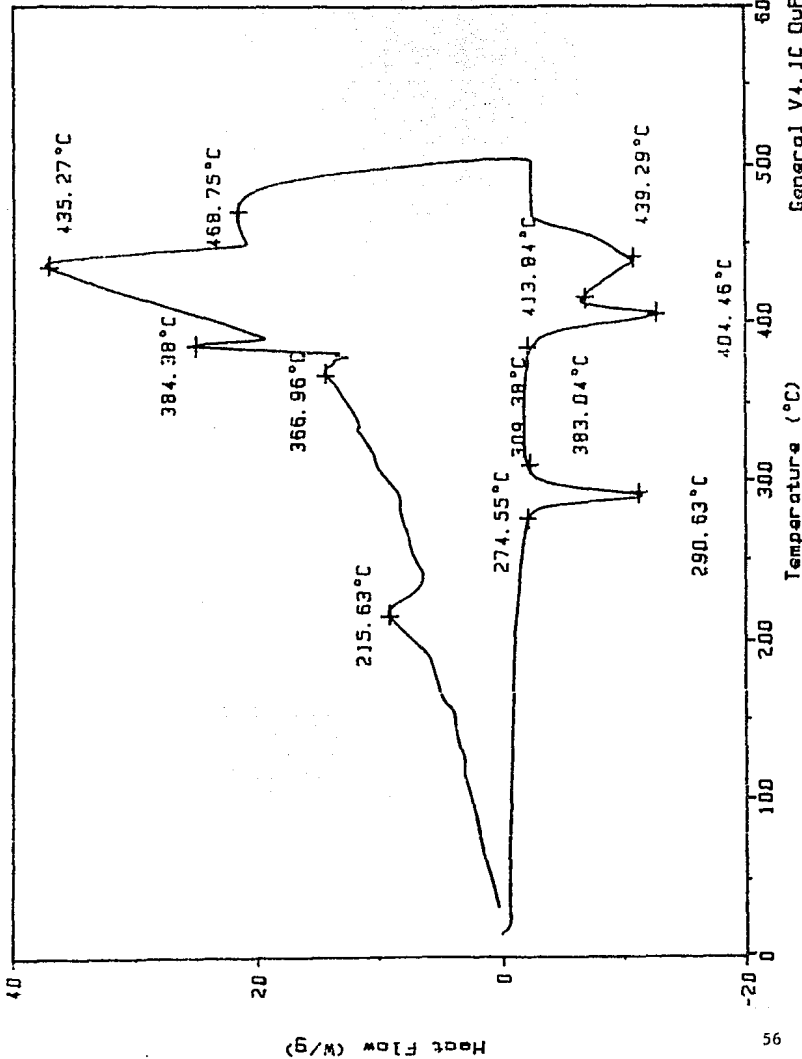
El difractograma de la aleación con tratamiento térmico de enfriamiento lento presenta picos en la misma posición que la muestra templada en agua, sólo que con reflexiones de menor

Sample: ZAL-5-E.L.L. ENF. AL LENTO LAM DSC
Size: 2.2500 mg

Method: ENFRIAMIENTO

Comment: ATM DE N2 VEL DE CAL 20o/MIN A.S.

File: C:\ZAL-5AS.02
Operator: C. VAZQUEZ R.
Run Date: 19-Aug-91 12:29



General V4. JC DuPont 2100

Figura III.3

Sample: ZALC-5-E.A.L. ENF. AL AIRE LAM. DSC
Size: 11.4530 mg
Method: ENFRJAHIENTO
Comment: ATM DE N2 VEL DE CAL 200/MIN A.S.

File: C:\ZALC-5AS.D1
Operator: C. VAZQUEZ R.
Run Date: 19-Aug-91 11:15

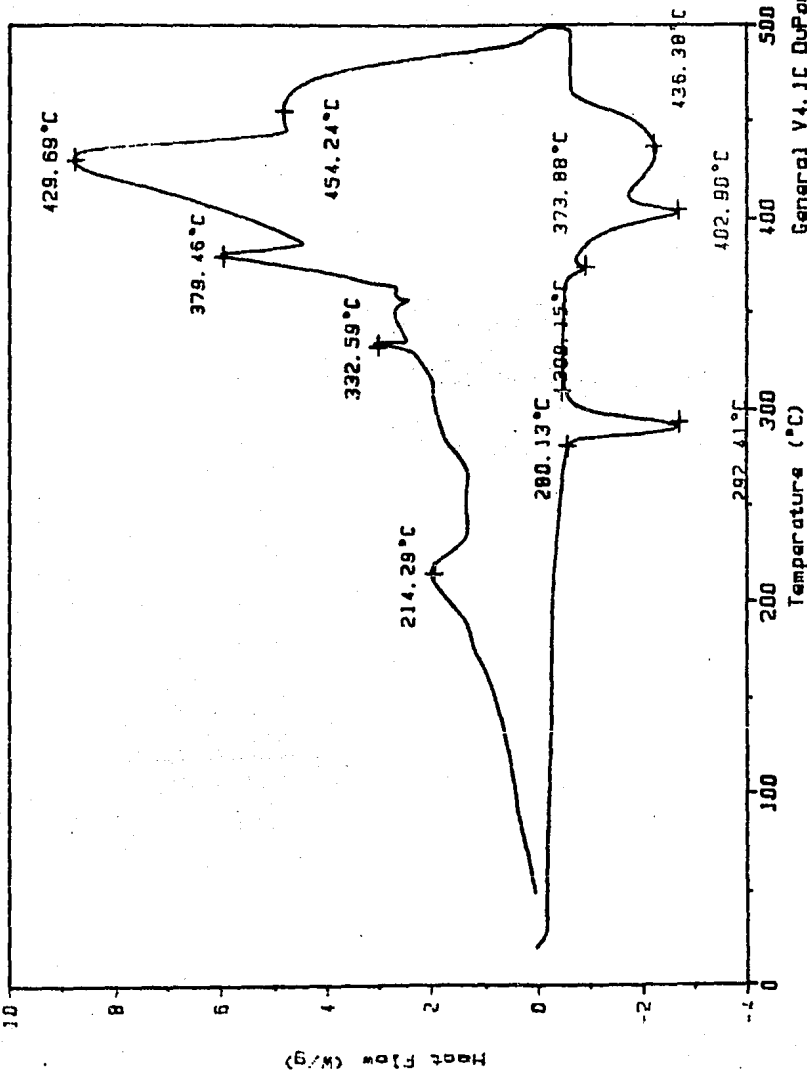


Figura III.A

Sample: ZALC-5-T.L. TEMP. EN AGUA LAM.

Size: 1.0000 mg

Method: ENFRIAMIENTO

Comment: ATM DE N2 VEL DE CAL 200/MIN A.S.

DSC

File: C:\ZALC-SAS.03

Operator: C. VAZQUEZ R.

Run Date: 19-Aug-91 13:34

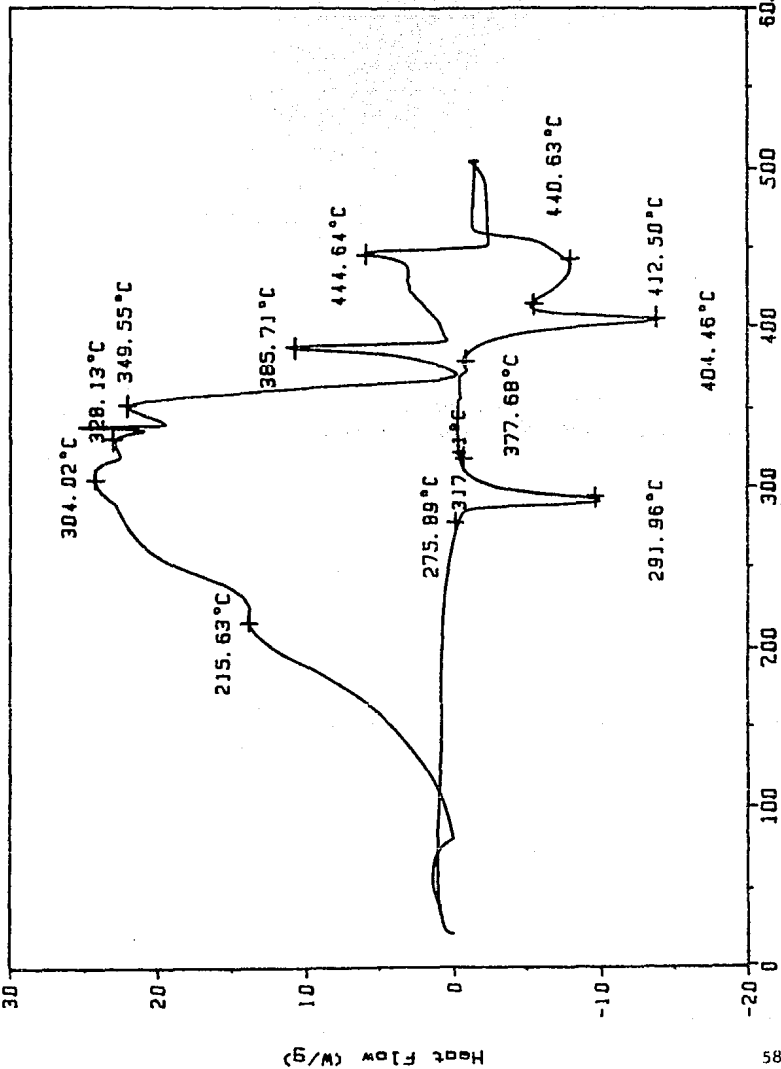


Figura III.5

Sample: ZALC-5-LR96 LAM. RECOCIDA 96 HS. DSC

Size: 2.5600 mg

Method: ENFRJAMIENTO

Comment: ATM DE N2 VEL DE CAL 200/MIN A. S.

File: C:\ZALC-5\LR96.D4
Operator: C. VAZQUEZ R.
Run Date: 19-Aug-91 14:32

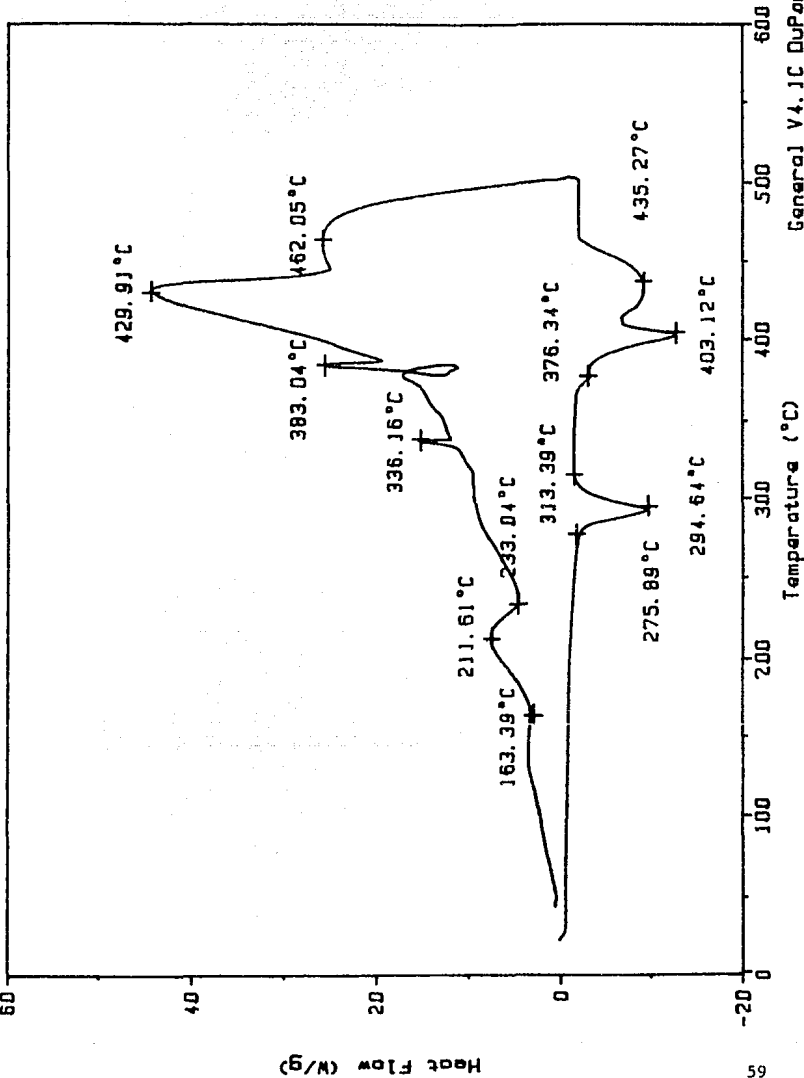


Figura III. 6

intensidad, indicando éstos cambios en la composición y por consiguiente transformaciones de fase. Las fases detectadas en los difractogramas son ricas en aluminio unas, en zinc otras y un compuesto con fórmula CuZn_5 , que correlacionando con las composiciones de los microanálisis corresponden a las fases α , η y ϵ .

- Efectos de la Laminación

Al laminar en caliente, las intensidades de las reflexiones varían según el tratamiento térmico original realizado a cada muestra, pero presentándose en los mismos ángulos 2θ . Esto quiere decir que la concentración del elemento en cuestión varió como resultado de las transformaciones de fase.

En las muestras laminadas se detectaron las mismas fases que en las muestras sin laminar, excepto en la muestra de enfriamiento lento laminada, en la cual se aprecia un incipiente pico aproximadamente a $2\theta = 44^\circ$ correspondiente, probablemente, a la fase τ' .

Se puede decir que los difractogramas corroboran la presencia de las fases encontradas con los microanálisis, (figs. III.7 y 8).

- Efectos del Recocido

Con el recocido las fases de equilibrio se hacen más notorias. Esto se observa en los difractogramas de las muestras recocidas a 250° por períodos de 48,72 y 96 horas, en las cuales las fases de no equilibrio desaparecen para dar paso a las estables a temperatura ambiente, en éste caso la η y la ϵ , (figs. III.9, 10 y 11).

En el difractograma de la muestra recocida 96 horas aparece claramente la fase τ' aproximadamente a $2\theta = 44.20^\circ$.

3.4.- PRUEBAS MECANICAS

- Aleaciones antes de la laminación

En los resultados de las pruebas de tensión dados en la tabla III.2 se observa que la muestra más frágil es la sometida

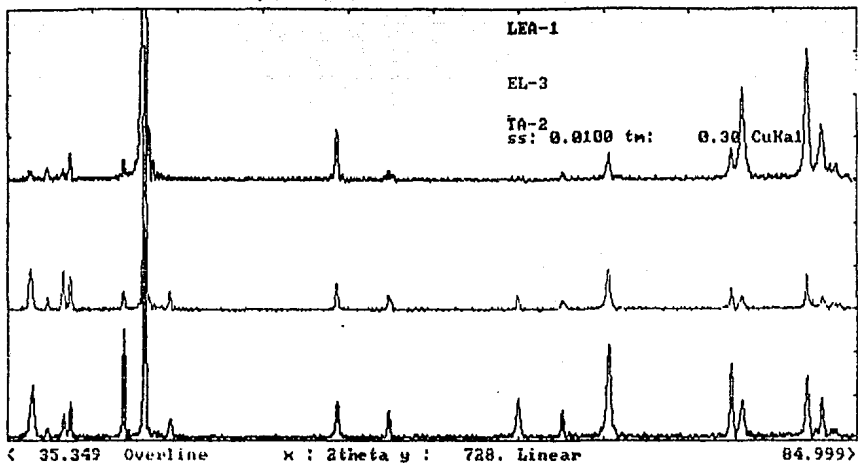


Figura III.7.- Difractogramas de las muestras templada en agua, enfriamiento lento y enfriada al aire laminada.

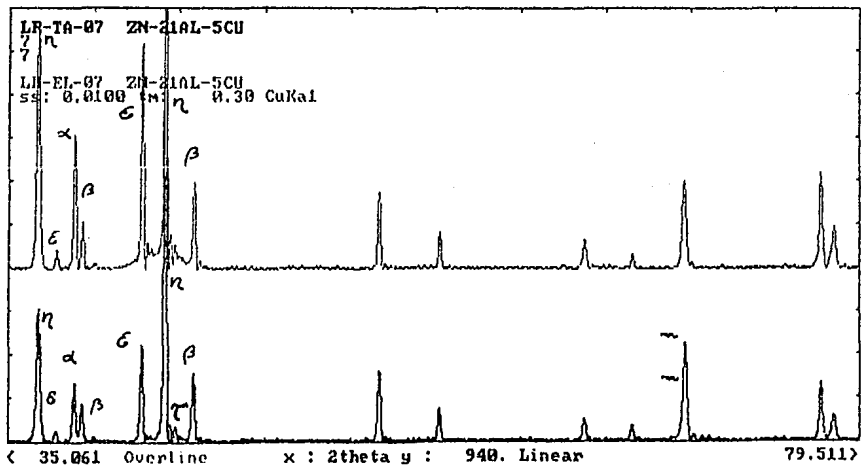


Figura III.8.- Difractogramas de las muestras templada en agua laminada y enfriamiento lento laminada.

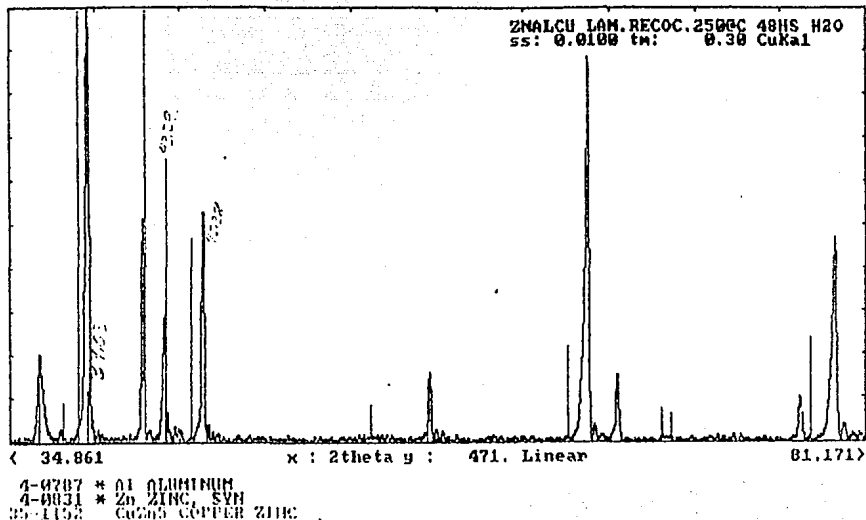


Figura III.9.- Difractograma de la aleación homogeneizada laminada recocida a 250°C por 48 h.

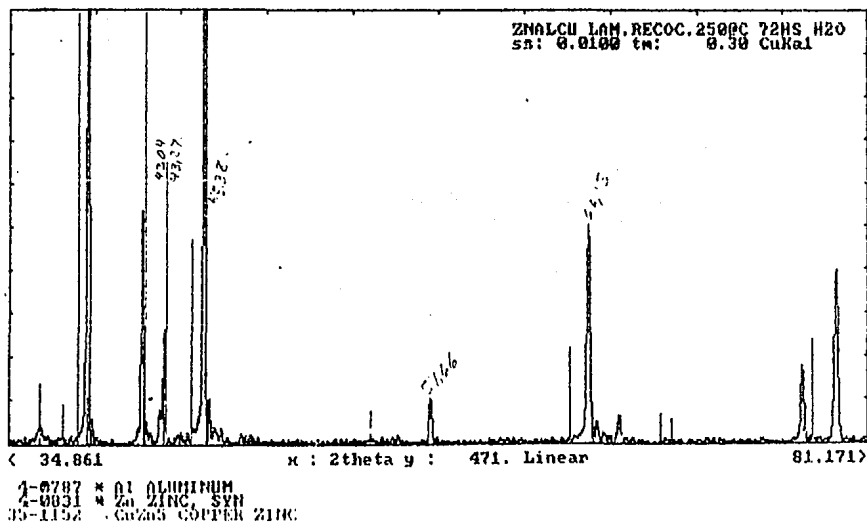


Figura III.10.- Difractograma de la aleación homogeneizada laminada recocida a 250°C por 72 h.

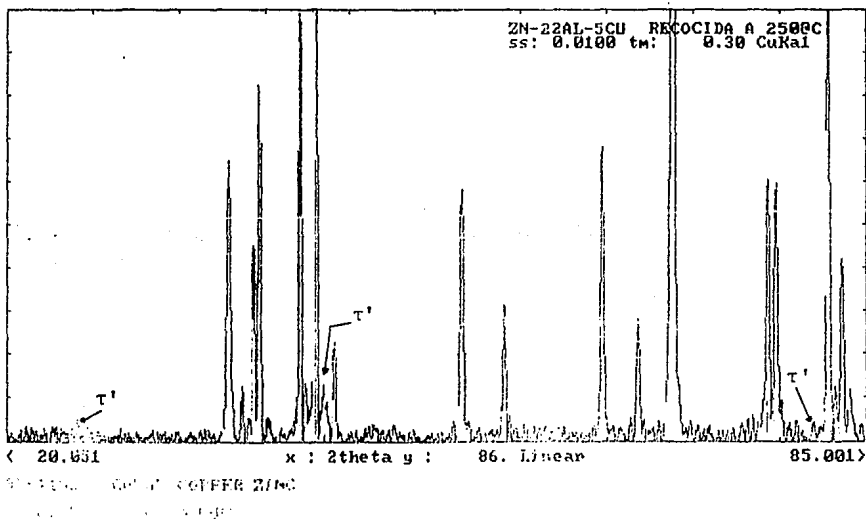
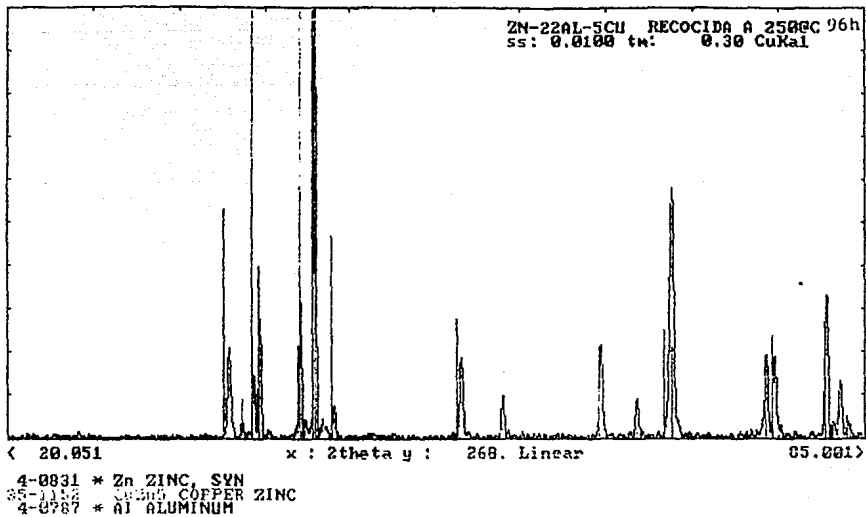


Figura III.11

al tratamiento térmico de temple en agua de 350 a 10 °C, con una deformación máxima de 2.5% y un esfuerzo máximo a la tensión de 108 MPa; la muestra que tiene la deformación más alta es la homogeneizada, ésta es de 6% con un esfuerzo máximo a la tensión de 322 MPa, las muestras enfriadas al aire y de enfriamiento lento presentan valores intermedios. La muestra más frágil, es decir, la templada en agua, registra la dureza más alta y conforme se va aumentando el tiempo de enfriamiento, la dureza disminuye, por lo que las muestras homogeneizadas y enfriadas lentamente tienen las durezas más bajas, (tabla III.3). Esta tendencia también se refleja en las microdurezas, excepto en la muestra de enfriamiento lento, en la cual tanto la matriz como la segunda fase tienen valores fuera de ella, (tabla III.4). Estas diferencias se deben a los tratamientos térmicos, ya que según sea el tratamiento térmico es el tipo de microestructura, fases presentes y cantidad de cada aleante en éstas. La muestra templada en agua presenta una microestructura equiaxial adecuada para altas deformaciones, pero las fases retenidas en el temple ($\beta + \epsilon$) le confieren alta fragilidad; la aleación homogeneizada presenta fases α y η además de la ϵ por lo que es más dúctil. Por ésta razón las durezas presentan la tendencia observada, es decir las fases β y ϵ son más duras que la α a pesar de que su microestructura tipo perlita sea indicio de un material frágil. Una vez sometidas a homogeneización las muestras, la dureza de la fase ϵ muestra poca variación.

De los datos anteriores se puede observar que a mayor dureza menor ductilidad y un esfuerzo máximo a la tensión menor, siendo todo lo anterior función de las fases presentes, es decir, las fases de equilibrio a temperatura ambiente son más dúctiles que las de alta temperatura.

- Efectos de la Laminación

Al laminar en caliente hay cambios en las microestructuras de cada muestra y a su vez cambios de fase, por lo que las propiedades mecánicas también son diferentes. La muestra templada en agua laminada es la que presenta la mayor

deformación y el esfuerzo máximo a la tensión más alto, (tabla III.2), siendo la única muestra en la que aumentó la deformación ya que en las otras disminuyó. La microdureza también registra una disminución general. Se esperaría que debido a la deformación la dureza aumentara, pero como ésta se realizó en caliente, se indujo un recocido y por consiguiente una liberación de esfuerzos, además de las transformaciones de fase de las cuales se obtuvieron fases ricas en aluminio, pero que debido a la microestructura la cual presenta fase ϵ en forma de precipitados continuos, son frágiles.

- Efectos del recocido

Al recocer a diferentes tiempos las aleaciones laminadas homogeneizadas, los valores de deformación disminuyen conforme aumenta el tiempo de recocido. Contrariamente a lo esperado, la dureza aumenta al aumentar el tiempo de recocido en congruencia con la deformación, ya que a mayor dureza, mayor fragilidad de un material. Esto se debe posiblemente a la incipiente aparición de la fase τ' la cual le confiere dureza debido a que es rica en cobre, y por si misma es dura aunque frágil. En las fotomicrografías se observa crecimiento de precipitados rodeando las zonas de fase ϵ , esto quiere decir que el aluminio emigró hacia éstas zonas disminuyendo su concentración en la matriz, lo cual concuerda con los resultados de los microanálisis, aumentando por lo tanto la cantidad de fase β y η las cuales son más duras que la α .

En las fotomicrografías (fotos 12 Y 13) de las aleaciones con distintos tratamientos termomecánicos sometidas a pruebas de tensión, se observa que la matriz de cada una de ellas es más frágil que las zonas de fase ϵ . Las fracturas se presentan rodeando siempre a éstas fases, lo cual indica que es más resistente que las fases que forman la matriz. Como se puede apreciar, las fracturas son frágiles.

Tratamiento Térmico	Deformación Máxima	Esfuerzo Máximo MPa
Homogeneizada	6.0	322
Homogeneizada Laminada	3.8	492
Enfriamiento Lento	4.8	116
Enfriamiento Lento Laminada	4.0	519
Enfriada al Aire	2.8	121
Enfriada al Aire Laminada	1.0	164
Templada en Agua	2.5	108
Templada en Agua Laminada	4.8	631
Homogeneizadas Laminadas		
Recocidas:		
28 horas a 300°C, templada	8.3	584
72 horas a 250°C, templada	3.9	717
96 horas a 250°C, templada	2.2	444

Tabla III.2.- Resultados de las Pruebas
de Tensión

Tratamiento Térmico	Dureza R_B
Homogeneizada	55.7
Enfriamiento Lento	60.8
Enfriamiento al Aire	77.7
Templada en Agua	96.7

Tabla III.3.- Dureza Rockwell B

Tratamiento Térmico	Matríz	2ª Fase
Sin Laminar:		
Homogeneizada	107	177
Enfriamiento lento	173	236
Enfriamiento al Aire	160	234
Templada en Agua	163	239
Laminadas:		
Homogeneizada	147	160
Enfriamiento Lento	128	221
Enfriamiento al Aire	143	172
Templada en Agua	138	189
Laminadas Recocidas:		
A 300°C, 28 hr, templada	111	125
A 250°C, 48 hr, templada	163	173
A 250°C, 72 hr, templada	169	188
A 250°C, 96 hr, templada	172	194

Tabla III.4.- Microdureza Vickers
Carga:100 gr
Tiempo:15 seg

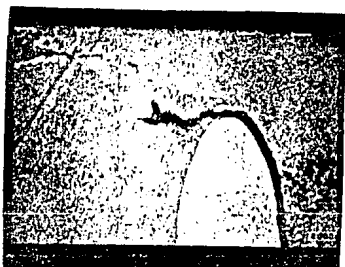


Foto 12.-Templada en agua,2000X, fractura frágil en la matriz.

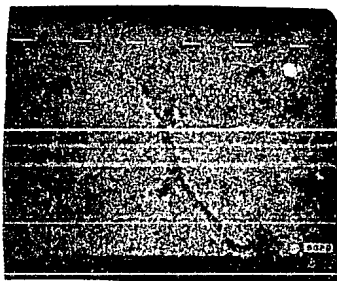


Foto 13.-Enfriada al aire laminada,2000X;fractura en matriz.

3.5.- DENSIDAD

La densidad se determinó con la aleación homogeneizada; para ello se utilizaron varias muestras con diferentes masas. De cada una de las muestras se obtuvieron diez lecturas, el promedio fue el resultado individual. Los resultados individuales se promediaron y éste valor es la densidad de la aleación, e igual a 5.1699 g-cm^{-3} .

3.6.- CORROSION

Para las pruebas de corrosión se usaron varias muestras con los tratamientos térmicos anteriormente mencionados, así como muestras homogeneizadas. Se determinó la velocidad de corrosión en ambiente marino, usando para ello agua de mar a temperatura ambiente. Los valores que se obtuvieron con la prueba de resistencia a la polarización vía las gráficas de Tafel variaron entre 3 y 4 MPY, es decir, milésimas de pulgada por año. Estos valores indican que el material es resistente a la corrosión, además debe considerarse que el medio en que se realizaron es muy agresivo para los metales. El zinalco también fue sometido a la misma prueba, obteniéndose una velocidad de corrosión de 3 MPY. Con los resultados anteriores se puede decir que ambos materiales presentan una resistencia a la corrosión semejante, (figs. III.12 y 13).

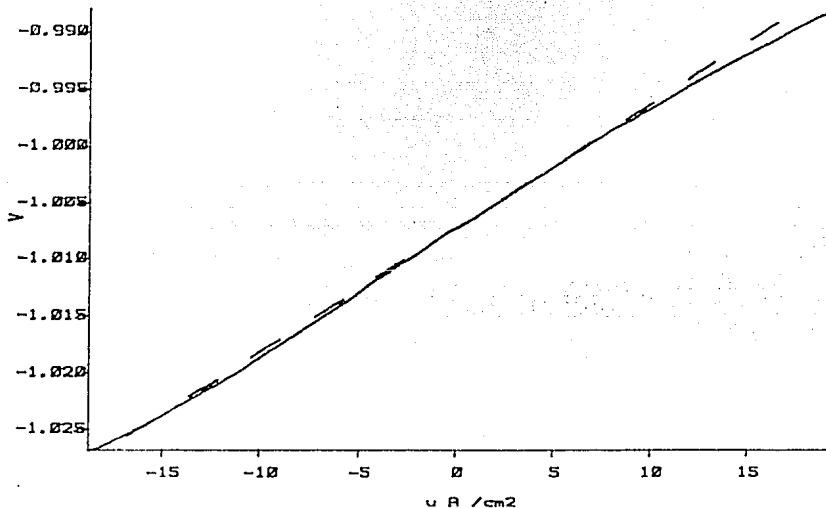
En relación con las muestras de la aleación objeto de éste trabajo, sometida a diferentes tratamientos termomecánicos y por lo tanto con diferente microestructura, se observa que ésta no presenta influencia significativa en la velocidad de corrosión. Los valores de ésta última, como se mencionó anteriormente, no presentan variación de importancia; una diferencia significativa comprende diferencias de 50 MPY.

Las pendientes obtenidas en base a las curvas de Tafel para las distintas muestras de la aleación de trabajo presentan valores del mismo orden de magnitud.

MODEL 351
CORROSION MEASUREMENT SYSTEM

ZNALCU5
20 JUN 1991

COMMENT:
HOMOGENEIZADA. 250 C.



POLARIZATION RESISTANCE

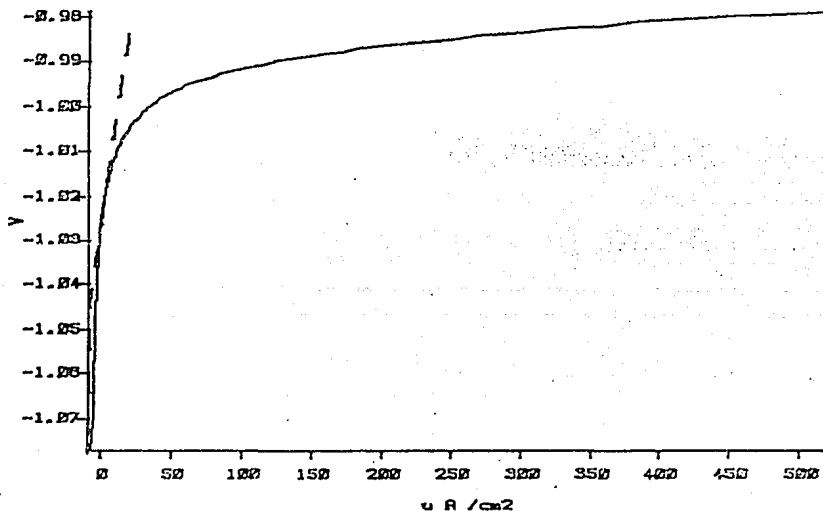
DATE CREATED 20 JUN 1991			RUN DATE 20 JUN 1991		
IR COMP	=	DISABLED	TAFEL BETA a	=	0.022 V/DEC
FINAL E	=	20 mV ~ Ec	TAFEL BETA c	=	0.023 V/DEC
INITIAL E	=	-20 mV ~ Ec	Ecorr	=	-1.007 V
INITIAL DELAY	=	60 SEC	E(I=0)	=	-1.007 V
SCAN RATE	=	1.667 mV/SEC	Icorr	=	18 E18 A/cm2
			CORR RATE	=	11 E24 MPY
EQUIV WEIGHT	=	23.1 g/EQUIV	RP calc.	=	1 E3 Ohms
DENSITY	=	4.8 g/cm3	ANODIC-BETA	=	0.022 V/DEC
AREA	=	0.631 cm2	CATHODIC-BETA	=	0.023 V/DEC
			Icorr calc.	=	4 E-6 A/cm2
			CORR RATE calc.	=	3 E0 MPY
RPPT#	AMPS	VOLTS	TRFPT#	AMPS	VOLTS
0	-19 E-6	-1 E0	0	-19 E-6	-1 E0
77	19 E-6	-988 E-3	77	19 E-6	-988 E-3

Figura III.12

MODEL 351
CORROSION MEASUREMENT SYSTEM

ZINALCO
8 MAY 1992

COMMENT:
PRUEBA EN AMBIENTE MARINO YTEMP. AMBIENTE



TAFEL PLOT

DATE CORRUPTED 8 MAY 1992			RUN DATE 8 MAY 1992		
IR COMP	=	DISABLED	TAFEL BETA a	=	0.018 V/DEC
FINAL E	=	50 mV ~ Ec	TAFEL BETA c	=	0.08 V/DEC
INITIAL E	=	-50 mV ~ Ec	Ecorr	=	-1.028 V
INITIAL DVAJAY	=	5 SEC	E(I=0)	=	-1.023 V
SCAN RATE	=	0.108 mV/SEC	Icorr	=	0 A/cm2
			CORR RATE	=	0 MPY
EQUIV WEIGHT	=	37.6 g/EQUIV	RP calc.	=	2 E3 Ohms
DENSITY	=	5.4 g/cm3	ANODIC-BETA	=	0.018 V/DEC
AREA	=	0.8 cm2	CATHODIC-BETA	=	0.08 V/DEC
			Icorr calc.	=	3 E-6 A/cm2
			CORR RATE calc.	=	3 E0 MPY
RPPTa	AMPS	VOLTS	TAFPTa	AMPS	VOLTS
0	-10 E-6	-1 E0	0	-10 E-6	-1 E0
199	510 E-6	-979 E-3	197	490 E-6	-980 E-3

Figura III.13

C A P I T U L O

I V

A N A L I S I S Y D I S C U S I O N

D E

R E S U L T A D O S

DENSIDAD

Como sería de esperar, la densidad de la aleación debe ser muy próxima a la de otras con proporciones cercanas de los mismos aleantes como es el "Zinalco" con densidad 5.4 g-cm^{-3} , el cual es ligeramente inferior al obtenido en las mediciones realizadas anteriormente mencionadas (5.4016 g-cm^{-3}). Esta pequeña diferencia se debe al aumento en la concentración de cobre, aunque con respecto a la teórica (6.26 g-cm^{-3}) es inferior. Esta diferencia se debe que al agregar el cobre, los parámetros de red de la celda unitaria aumentan su tamaño, por lo que las celdas aumentan su volumen conservando el mismo número de átomos.

PRUEBAS MECANICAS

- Pruebas de Tensión

Al añadir cobre al eutectoide Zn-Al en proporción del 2% peso, se le confiere la característica de la superplasticidad, la cual desaparece al aumentar la cantidad de cobre. Esta pérdida de ductilidad se debe a la aparición de fases distintas a las que se tienen en el eutectoide, ya que en éste la estructura de alta temperatura es principalmente de fases α y β , y en la ternaria con 5% peso cobre aparecen fases θ, ϵ y algunos intermetálicos como α' y probablemente τ' , las cuales tienen cobre en su composición, que es el elemento que le confiere dureza y por lo tanto fragilidad.

- Dureza Rockwell B

El cobre le confiere dureza al eutectoide Zn-Al; el grado de ésta dependerá del tratamiento termomecánico realizado a las muestras. En la tabla III.2 se proporcionan éstos datos y en ellos se observa que entre más rápido fué el enfriamiento, la dureza es mayor. Un temple retiene fases de altas

temperaturas, mientras que en un enfriamiento lento se alcanzan las fases de equilibrio, en éste caso α , β y η .

Al someter una muestra a una temperatura ligeramente superior a la de recuperación, se provoca un cambio de estructuras y se efectúa un intercambio de granos deformados por otros libres de esfuerzos y la dureza disminuye por la disminución del número de dislocaciones. Esto sucede con las muestras sometidas a las temperaturas indicadas en la tabla antes mencionada por períodos hasta de 72 horas.

A tiempos mas largos de envejecimiento ocurre un endurecimiento por precipitación, ya que al envejecerse se forma un precipitado finamente disperso de fase ϵ . En éste tipo de tratamiento la aleación se solubiliza primero, se mantiene a ésta temperatura por un período determinado y luego se enfría rápidamente; la rapidéz del enfriamiento impide la formación de precipitados de equilibrio creando así una solución sobresaturada. Al envejecer a temperatura ambiente ó superiores se forman estructuras de transición muy pequeñas, como las GP-1, GP-2 y θ' que al precipitar en la matriz producen distorsiones localizadas y campos de deformación que impiden el movimiento de las dislocaciones .

El endurecimiento máximo se obtiene con las GP-2. Cuando el material endurecido sufre un ablandamiento es debido a la aparición de la fase θ' . El endurecimiento que se presenta nuevamente en las muestras envejecidas a 250 °C por 96 horas se debe a un sobre-envejecimiento por lo que aparece la fase θ en forma de partículas dispersas.

- Microdureza Vickers

Se explica con lo mencionado anteriormente para la dureza Rockwell B.

MICROSCOPIA ELECTRONICA Y MICROANALISIS

En las fotomicrografías se distinguen dos zonas, la zona de la matriz y una segunda fases esferoidal con precipitados. La diferencia en las geometrías de las microestructuras se debe a la velocidad de enfriamiento, es decir, al tratamiento térmico realizado. Como se observa en las muestras de enfriamiento lento, y es característica de ello, la microestructura se presenta en forma de laminillas alternadas de fases α, β y η ; y en muestras de enfriamiento rápido la microestructura es equiaxial. Las muestras enfriadas al aire presentan una combinación de microestructura tipo perlítico y equiaxial.

- ANALISIS TERMICO

Las diferencias en las muestras sometidas a diferentes tratamientos térmicos se registran en los termogramas del análisis térmicos. Estos se registran en formas de picos con diferentes áreas bajo la curva. Esta depende de la magnitud de la energía necesaria para la transformación de las fases presentes en las muestras; para un cambio rápido la curva será pequeña y para un cambio que requiere mas energía, será más pronunciada. La diferencia en las energías consumidas en las transformaciones se debe a que en unas fases los enlaces necesitan mayor energía para romperse y formar otro tipo de moléculas. Los picos de forma redondeada significan que los cambios no son tan repentinos como los que se tienen con los picos agudos.

R-X

Los espectros de emisión obtenidos confirmaron las fases que indican las composiciones obtenidas con los análisis por medio de los microsondeos.

C O N C L U S I O N E S

La resistencia mecánica y dureza de la aleación Zn-21Al-5Cu depende de la microestructura que se obtiene de los diferentes tratamientos termomecánicos.

Las fases presentes en las diferentes muestras son el resultado de los tratamientos termomecánicos.

La resistencia mecánica de la aleación se mejoró considerablemente. Esto se debe a la aparición de intermetálicos en la solución sólida supersaturada.

Las diferencia de dureza en muestras semejantes sometidas a diferentes tipos de envejecimientos se debe a la aparición de los intermetálicos y formación de zonas de Guinier-Preston.

Eliminando fases intermetálicas indeseables, podrían mejorarse las propiedades mecánicas de la aleación con respecto a ductilidad y aprovechar sus demás propiedades y darle diferentes usos a nivel industrial.

La aleación presenta buena resistencia a la corrosión, independientemente del tratamiento termomecánico seguido y microestructura resultante. Si en ambiente marino la velocidad de corrosión es baja, en medios menos agresivos presentará un mejor comportamiento.

BIBLIOGRAFIA

[1].- Mondolfo, L.F.; "Aluminum Alloys: Structure and Properties"; Butterworths; 1976; pag. 399.

[2].- Nutall, K.; "Effect of Some Ternary Additions on the Mechanical Properties of the Zn-Al"; Journal of the Institute of Metals; vol. 101; pags. 329-332.

[3].- Smith, A.E.W. and Hare, G.A.; "Controlling the Zinc-Aluminum Eutectoid Reaction"; Journal of the Institute of Metals; 1973; vol. 101; pags. 320-328.

[4].- Negrete, S. J.; "Propiedades Mecánicas de Aleaciones Zn-Al en la Región Rica en Zinc"; Tesis Maestría; ESFM, IPN; 1980.

[5].- Torres, V., G.; "Comportamiento Mecánico de Aleaciones Zn-Al, Posibilidades de Sustituir al Al"; El Aluminio en Latinoamérica; 1982; pags. 356-369.

[6].- Murphy, S.; "The Structure of the τ Phase in the System Al-Cu-Zn"; Metal Science; vol. 9; 1975; pags. 163-168.

[7].- Satyanarayana, K.G. and Ken-ichi H.; "Metaestable Solvus Curves and Structural Changes in Al-Zn Alloys"; Trans. JIM; vol. 18; 1977; pags. 403-411.

[8].- Savaskan, T. and Murphy, S.; "Decomposition of Zn-Al Alloys on Quenching-Ageing"; Materials Science and Technology; vol. 6; August 1990; pags. 695-703.

[9].- Zhu, Y.H., Yan, B. and Huang, W.; "Ageing Characteristics of a Chilled As-Cast Zn-Al Alloy (ZA27)";

25Th Annual Conference of the Metallurgists;1986,August
17-20; Torornto,Ont; pags. 1-9.

[10].- Murphy, S.;"Solid-Phase Reactions in the Low-Coper
Part of the Al-Cu-Zn System"; Z. Metallkde;1980; pags.
96-102.

[11].- Willey, L.A.;"Aluminum-Cooper-Zinc"; Metallography
Structures and Phase Diagrams; Metals Handbook, ASM; 8th
edition;1973;pags. 390-391.

[12].- Negrete, j., Valdés, L., Torres,
G.;"Microestructure and Mechanical Properties of Zn-Al
alloys at Room Temperature"; Metallurgical Transactions
A; vol. 14A; September 1983; pags. 1931-34.

[13].- Torres, G., Negrete, J. y Valdés, L.;"Propiedades
y usos del Zinalco"; Revista Mexicana de Física 31, Nº
3;1985;pags. 489-501.

[14].- Torres, G.;"Microestructura y Propiedades
Mecánicas del Zinalco"; Ciencia,Nº 39; 1988; pags. 103-
111.

[15].- Malishev,A.;Nikolaiev,G.;Shuvalov,Y;"Tecnología de
los Metales"; 4a edición;Mir;1975;pags. 54-61.

[16].- Edington,J.W.;"Practical Electron Microscopy in
Materials Science";Mc Millan,Philips Technical;Library
Edinhoven;1976.

[17].- Mackenzie,R.C.;"Differential Thermal
Analysis";London Academic Press;1970.

[18].- J.S. Smaill, B.E.; "Metallurgical Stereographic Projections"; Adam Hilger Ltd. London; 1972; pags. 8-14.

[19].- Thornton, J.; "Ciencia de Materiales para Ingeniería"; Limusa; 1985; pags. 585-89.