



11/61 sij.

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO**

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLAN**

"ENDURECIMIENTO POR TRANSFORMACION DE
FASE DE LA ALEACION $Zn-22Al-2Cu$ SOLIDIFICADA
POR COLADA CONTINUA, EXTRUIDA Y TREFILADA"

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:

MAESTRO EN INGENIERIA (METAL-MECANICA)

P R E S E N T A

FELIPE DIAZ DEL CASTILLO RODRIGUEZ

ASESOR: DR. JAIME HINOJOSA TORRES

CUAUTITLAN IZCALLI, EDO. DE MEX.

1997

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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.



UNIVERSIDAD NACIONAL
AVENIDA DE
MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES-CUAUTITLAN
COORDINACION GENERAL DE ESTUDIOS DE POSGRADO

CARTA DE VOTOS-APROBATORIOS

Coordinación General de Estudios de Posgrado
FES - Cuautitlán
P r e s e n t e .

Por medio de la presente nos permitimos comunicar a usted que revisamos la tesis titulada " ENDURECIMIENTO POR TRANSFORMACION DE FASE DE LA ALEACION Zn-22Al-2Cu SOLIDIFICADA POR COLADA CONTINUA, EXTRUIDA Y TREFILADA ".

que presenta el (la) alumno (a) FELIPE DIAZ DEL CASTILLO RODRIGUEZ

con Núm. de cuenta 8059744-7 N° Exp. 100931022
para obtener el grado de MAESTRIA EN INGENIERIA (METAL-MECANICA)

Considerando que dicha tesis reúne los requisitos necesarios para ser discutida en el Examen de Grado correspondiente, otorgamos el voto aprobatorio.

Atentamente
"POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"

Cuautitlán Izcalli, _____ a _____ de agosto _____ de 1997

NOMBRE DE LOS SINODALES

PRESIDENTE: DR. JAIME HINOJOSA TORRES

VOCAL. DR. ANDRES HERRERA VAZQUEZ

SECRETARIO DR. YAO HUA ZHU ZUN

1er. SUPL. M. I. ANA MARIA PANIAGUA MERCADO

2do. SUPL. M. C. TOMAS RANGEL ORTIZ

Con todo mi amor dedico éste trabajo a:

Al Creador

Mis Papás

MI Esposa

Mis Hijas

Mis Hermanos

Aquel trío.....

Quiero agradecer a:

Dr. Jaime Hinojosa Torres todo su tiempo y apoyo para darle buen término a éste trabajo.

Los integrantes del Jurado por su ayuda, sugerencias y comentarios

Ing. Luis Enrique Herrera Aranda por la ayuda proporcionada

INDICE

INTRODUCCION	1
---------------------------	----------

CAPITULO I

ANTECEDENTES

1.1.- Propiedades del Zinalco	3
1.2.- Metalurgia del Zinalco	4

CAPITULO II

PROCESOS DE MANUFACTURA

2.1.- Proceso de colada continua del Zinalco	6
2.2.- Trabajo mecánico	7
2.3.- Extrusión	9
2.4.- Trefilado	10

CAPITULO III
EXPERIMENTACION

3.1.- Obtención de los alambres	11
3.2.- Corte de las muestras	11
3.3.- Tratamiento térmico	12
3.4.- Análisis metalográfico mediante microscopía óptica	12
3.5.- Análisis metalográfico mediante microscopía por barrido electrónico	14
3.6.- Medidas de dureza	14
3.7.- Análisis por difracción de Rayos X	15

CAPITULO IV
RESULTADOS

4.1.- Microscopía óptica	17
4.2.- Microscopía electrónica de barrido	19
4.3.- Dureza	24
4.4.- Rayos X	25

CAPITULO V

DISCUSION

.....29

CAPITULO VI

CONCLUSIONES

.....33

REFERENCIAS34

APENDICE A37

APENDICE B38

APENDICE C39

APENDICE D40

APENDICE E54

INTRODUCCIÓN

En las últimas décadas se han desarrollado nuevas aleaciones de Al-Zn. Recientemente en la Universidad Nacional Autónoma de México se desarrolló la aleación Zn-22Al-2Cu (% peso). Dicha aleación es prácticamente la aleación eutectoide del sistema Al-Zn modificada con cobre, está aleación esta siendo objeto de amplios estudios encaminados a un conocimiento profundo de la misma para su aplicación. Tomando en cuenta que en México se encuentran grandes yacimientos del mineral con alto contenido de zinc, es menester hacer uso racional de dicho recurso natural mediante la explotación y aleación con otros metales con su consecuente desarrollo de tecnología para cada aplicación específica.

La aleación Zn-22Al-2Cu (% peso) solidificada por los métodos convencionales posee buena resistencia mecánica y gran ductilidad en piezas directamente obtenidas de fundición. Además, los tratamientos mecánicos y térmicos en dichas piezas amplían la gama de características mecánicas según los estudios realizados. Admitiendo que dichas cualidades dependen de la distribución de los aleantes y del tamaño y forma de los granos es de esperar que mediante el empleo de técnicas de solidificación rápida la composición química sea más homogénea y el tamaño del grano se reduzca en varios órdenes, lo que conllevaría a la superación de los parámetros que de otra forma son alcanzados mediante las técnicas convencionales de solidificación. Mediante la técnica de colada continua puede alcanzarse una rapidez de solidificación de 10^3 K/s. Luego, empleando dicha técnica para esta aleación se mejoraron substancialmente las propiedades mecánicas, obteniéndose valores como: $E = 197.5$ GPa; $\sigma_{0.2} = 395$ MPa; $\sigma_{max} = 497$ MPa; $\epsilon = 24 \pm 4\%$. Adicionalmente, también los sólidos de esta aleación

obtenidos mediante colada continua son susceptibles de ser sometidos a tratamientos térmicos, ampliando aún más el rango de posibilidades y por ende el de aplicaciones.

La solidificación de la aleación Zn-22Al-2Cu (% peso) se realizó en un sistema de colada semicontinua industrial. Dicho sistema fue diseñado para obtener diez barras circulares a la vez de 18 centímetros de diámetro y 5 metros de longitud. Posteriormente, las barras fueron cortadas en tramos de un metro para alimentar con cada tramo a la cámara de extrusión. Como resultado, se obtuvieron barras circulares de 0.9 centímetros de diámetro. Finalmente, las barras obtenidas por extrusión fueron trefiladas obteniéndose el alambre materia del presente estudio.

Luego, el objetivo de este trabajo es el de presentar un estudio del alambre de Zn-22Al-2Cu (% peso) el cual fue tratado térmicamente enfocándose en las transformaciones de fase en estado sólido. Las técnicas que se utilizaron para el estudio fueron: microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido, medidas de dureza y difracción de rayos X.

CAPITULO I

ANTECEDENTES

1.1.- Propiedades del Zinalco

El Zinalco es básicamente la aleación eutectoide del sistema Al-Zn modificada con cobre. Sus propiedades principales se muestran en la Tabla I [1].

Tabla I

Propiedades del Zinalco obtenido mediante colada semicontinua

PROPIEDAD	
Temperatura de fusión	421-481 °C
Densidad	4.04-5.4 g/cm ³
Módulo elástico	166.5-197.5 GPa
Conductividad térmica	37% del cobre
Dureza	63-71 R _B
Coefficiente de expansión térmica *	24.1x10 ⁻⁶ / K
Color	Blanco grisáceo

*.- Colado en molde de arena [2]

Se puede notar que la densidad de la aleación tiene una posición intermedia entre la del aluminio y la del acero. Comparativamente es 18 % más ligera que el Zamak que se utiliza en fundición a presión, 30 % más ligera que el hierro de fundición, 40 % más ligera que el latón y pesa el doble que el aluminio. Su coeficiente de expansión térmica, el cual reviste importancia en situaciones como ajustes de ventanas o fundiciones de precisión, es muy similar al que presenta el aluminio ($25 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$). Por último, su color es muy agradable pero tiende a oscurecerse con el tiempo.

1.2.- Metalurgia del Zinalco

La composición del Zinalco es aproximadamente Zn-22Al-2Cu (% peso) por lo que el zinc es el solvente y el aluminio y el cobre son los solutos. Tanto el zinc como el aluminio y el cobre tienen radios covalentes semejantes (0.125 nm, 0.118 nm, 0.117 nm respectivamente) por lo que al entrar en aleación propician la formación de soluciones sólidas sustitucionales.

Recurriendo al diagrama de equilibrio termodinámico que se encuentra en el Apéndice B [3], se pueden determinar las reacciones que se presentan en la solidificación de aleaciones de Al-Zn y que están resumidas en la Tabla II.

Tabla II
Reacciones que aparecen en el diagrama de fases del sistema Al-Zn

REACCIÓN	COMPOSICIÓN (% peso Zn)			TEMP. (° C)	TIPO DE REACCIÓN
$L \rightarrow \eta + \beta$	94	83.1	98.5	381	Eutéctica
$\beta \rightarrow \alpha + \eta$	77.7	32	99.3	277	Eutectoide
$\alpha \rightarrow \alpha + \alpha'$		62		351.5	Crítica
$L \rightarrow \alpha$		0		660.4	Congruente
$L \rightarrow \eta$		100		419.58	Congruente

Las diferentes estructuras cristalinas que pueden adoptar las aleaciones de Al-Zn según su composición y temperatura son:

Fase α .- Es una solución sólida de zinc en aluminio con estructura cúbica centrada en las caras (CF) que tiene una solubilidad mínima de 1.5 % peso Zn a temperatura ambiente y una solubilidad máxima de 83.1 % peso Zn a 381 °C.

- Fase α' . Fase ordenada rica en Al con estructura cristalina cúbica centrada en las caras (CF), aunque no se ha comprobado del todo su existencia como fase única.
- Fase β . Fase de estructura cristalina cúbica centrada en las caras (CF) rica en zinc, altamente deformable e inestable a temperatura ambiente.
- Fase η . Es una solución sólida de aluminio en zinc con estructura cristalina hexagonal compacta (HC) que puede disolver hasta 1.5 % peso Al a una temperatura de 381 °C, siendo despreciable su solubilidad a temperatura ambiente.

El cobre agregado a la aleación tiene los siguientes efectos [4]. En pequeñas cantidades (del 1 al 2 % peso) el cobre se encuentra en solución sólida en las fases α y η aumentando su resistencia y plasticidad formando algunas veces zonas G.P. (Guinier & Preston). También el cobre parece influir de manera determinante en las propiedades superplásticas del Zinalco.

CAPITULO II

PROCESOS DE MANUFACTURA

2.1 Colada semicontinua

El proceso de colada semicontinua involucra un rápido enfriamiento del metal vaciado (10^3 K/s). En la Figura 2.1 se muestra de manera simplificada el dispositivo para obtener barras de sección circular mediante este proceso.

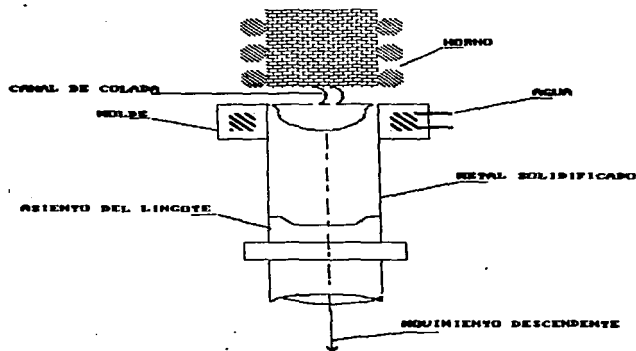


Figura 2.1. Esquema del proceso de colada semicontinua.

Al iniciar el vaciado, el metal fundido se vierte a velocidad constante dentro del molde (que da forma al perfil obtenido). Al ponerse en contacto con la base y el faldón del molde enfriado por agua, se forma una concavidad poco profunda que solidifica en forma de casco. En el momento en que el nivel del metal se acerca a la parte más alta del molde se pone en marcha el mecanismo descendente que soporta a la base a una velocidad determinada, ajustándose a su vez la velocidad de vaciado para mantener un nivel constante de metal dentro del molde.

El casco solidificado se somete a un enfriamiento brusco mediante chorros de agua que se dirigen contra el lingote que emerge. Así, se continúa vaciando metal hasta que el lingote tenga la longitud deseada.

2.2 Trabajo mecánico

Los metales que han sido sometidos a operaciones que involucran deformaciones plásticas generalmente muestran propiedades superiores a aquellos que han sido colados o vaciados. Cuando se efectúa dicha deformación plástica por debajo de la temperatura de recristalización se conoce como endurecimiento por deformación, lo cual mejora las propiedades mecánicas de los metales y contribuye al desarrollo de una microestructura más tenaz que la obtenida mediante fundición. La deformación plástica de los metales puede realizarse mediante procesos tales como la forja, el laminado, la extrusión, el trefilado, el estampado, etc.

A nivel de la estructura atómica la deformación plástica es consecuencia del deslizamiento de los planos atómicos (a través del movimiento de dislocaciones) y del deslizamiento entre granos. Ya que los metales CF tienen una alta simetría y 12 sistemas de deslizamiento, existen amplias posibilidades de deslizamiento y por lo

tanto después de que actúa un sistema no pasará mucho tiempo antes de que el esfuerzo cortante crítico resuelto alcance un máximo en otro sistema de la familia $\{111\}\langle 110\rangle$, por lo que esta estructura cristalina es altamente deformable (ver Figura 2.2).

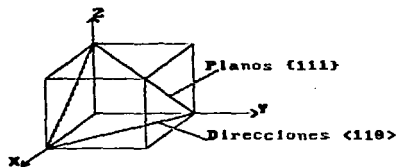


Figura 2. 2. Esquema que muestra los sistemas de deslizamiento en la celda CF

Por su parte, la estructura HC sólo posee tres sistemas de deslizamiento del tipo $\{0001\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ como se muestra en la Figura 2.3; sin embargo, en algunos casos cobra importancia otro mecanismo de deformación en esta estructura conocido como macla que actúa en los sistemas $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$.

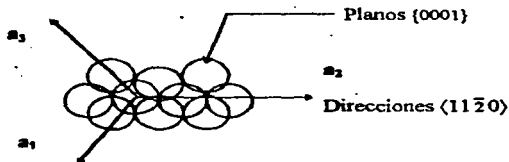


Figura 2.3. Esquema que muestra los sistemas de deslizamiento en la celda HC

2.3 Extrusión

El proceso de extrusión consiste en forzar un pistón sobre un bloque de metal a través de un orificio o dado. Durante la extrusión se desarrollan tanto fuerzas de compresión como de corte (no se presentan fuerzas de tensión), por lo que es posible deformar el material tanto en frío como en caliente sin que se presente fractura. Bajo el efecto de la fuerza aplicada, el metal es deformado de manera continua empujándolo a través de un dado obteniéndose una barra o perfil de longitud variable con la sección transversal requerida. Son dos los principales procesos de extrusión; a saber:

- a) Extrusión directa
- b) Extrusión indirecta

En el proceso de extrusión directa el pistón se hace avanzar hacia adelante con respecto a la boquilla. En el proceso de extrusión indirecta el pistón y la boquilla son uno mismo y se hacen avanzar hacia adelante con respecto a la matriz como se muestra en la Figura 2.4.

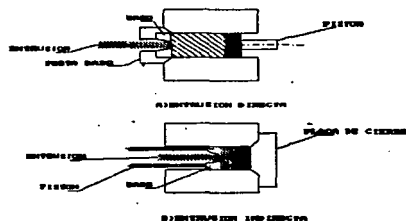


Figura 2.4. Esquema del proceso de extrusión

2.4 Trefilado

El proceso de trefilado ó estirado consiste en forzar al metal a través de un dado por medio de una fuerza de tracción que se aplica al producto que emerge (alambre, barra, tubo, etc.) a la salida del dado (ver Figura 2.5). La mayor parte de la deformación plástica es producida por un esfuerzo de compresión, el cual es el resultado de la interacción que existe entre el metal y el dado. Usualmente, el producto obtenido mediante éste proceso tiene una sección circular, pero se puede obtener cualquier otro perfil.

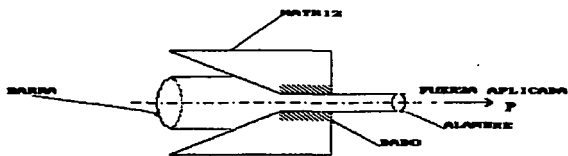


Figura 2.5.- Esquema del proceso de trefilado

CAPITULO III

EXPERIMENTACIÓN

3.1 Obtención de los alambres

Inicialmente barras de la aleación Zn-22Al-2Cu (% peso) de 18 centímetros de diámetro y 5 metros de longitud fueron preparadas por colada semicontinua. Posteriormente, tramos de un metro de tales barras (previamente recocidas) fueron sometidas a extrusión en caliente obteniéndose alambón de 9 milímetros de diámetro. Antes de continuar con el proceso de conformado, el alambón fue sometido a tratamiento térmico con objeto de eliminar parcialmente los esfuerzos internos (formación de vacancias y átomos fuera de su posición de equilibrio, formación de dislocaciones y anclaje de las mismas, deslizamiento de fronteras de grano, refinamiento de grano en amplias regiones o en toda la pieza con su consecuente aumento de la energía libre superficial) originados por el proceso de extrusión. Enseguida, el alambón recocido fue tréfilado en frío obteniéndose alambre de 3.1 milímetros de diámetro.

3.2 Corte de las muestras

Del alambre obtenido se cortaron tramos de 15 milímetros aproximadamente (ver Figura 3.1), ya que dicho tamaño fue el adecuado para el posterior montaje y preparación de las muestras. También fue el apropiado para el análisis por difracción de rayos X.

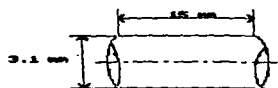


Figura 3.1 Esquema que muestra las dimensiones de los alambres preparados para tratamiento térmico

3.3 Tratamiento Térmico

Para el tratamiento térmico se utilizó un horno eléctrico marca Thermolyne modelo EC2025P, con un espacio útil de 2800 cm³ que disipa una potencia de 2240 Watts. Cabe destacar que previamente con la ayuda de un termopar externo se verificó la precisión del horno, encontrándose ésta dentro de una tolerancia de ± 5 K. A continuación, los trozos de alambre fueron introducidos dentro del horno previamente calentado a la temperatura preestablecida (523 K) colocándolos lo más cercano posible al termopar. Luego, se extrajeron del horno dichos trozos cada media hora dejándolos enfriar en aire quieto; ésta operación se realizó durante un periodo de 6 horas.

3.4 Análisis metalográfico mediante microscopía óptica

Las muestras de alambre tratadas térmicamente y aquellas sin tratar fueron encapsuladas en resina para una mejor manipulación como se muestra en la Figura 3.2. Cabe aclarar que no todas las muestras se encapsularon, ya que algunas se destinaron para análisis por rayos X.

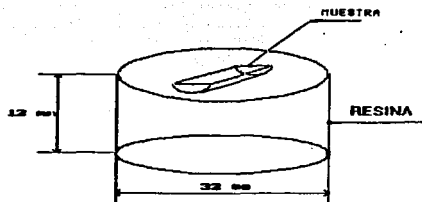


Figura 3.2.- Esquema que muestra el montaje de los trozos de alambra en resina

A continuación, las probetas montadas se desbastaron de manera sucesiva con papeles abrasivos con la aspereza en orden decreciente y usando agua como lubricante. Se pulieron mecánicamente utilizando paño de lana y alúmina con tamaño de partícula de 5 y 0.05 micras. Las probetas pulidas se lavaron con alcohol metílico y se secaron con aire a presión. Por último, se procedió al ataque químico, para lo cual se utilizó una solución con la siguiente composición: 40 g de CrO_3 + 3 g de Na_2SO_4 + 200 ml de agua. El ataque se realizó por un lapso de 30 segundos; se enjuagaron con una solución de 40 g de CrO_3 + 200 ml de agua; se lavaron con metanol y se secaron con chorro de aire. La observación de la estructura granular a 100 y 400 aumentos se realizó con la ayuda de un microscopio óptico marca Olympus modelo MG. Una buena nitidez y contraste de la imagen fueron alcanzados mediante una adecuada combinación de la intensidad de la luz y polarización de ésta en el microscopio. La impresión de la imagen se realizó en una cámara fotográfica integrada al microscopio mediante el

empleo de película de color con formato de 24 x 36 milímetros y una sensibilidad de 200 ASA.

3.5 Análisis metalográfico mediante microscopía por barrido electrónico

Las probetas usadas en la sección anterior fueron pulidas nuevamente utilizando un paño de lana y alúmina con tamaño de partícula de 5 y 0.5 micras. Las probetas ya pulidas se lavaron con metanol y se secaron con aire. A continuación se procedió con a desmontarlas mucho cuidado para no rayarlas, utilizándose guantes de plástico para evitar la contaminación de las probetas, ya que se sabe que la grasa humana es difícil de evaporar presentando dificultades para obtener el vacío adecuado en la cámara portamuestras del microscopio. La observación de la microestructura a 1500 y 2000 aumentos se realizó en un microscopio electrónico de barrido marca "Leica-Cambridge" modelo Steroscan 440. La impresión de la imagen se realizó en un cámara fotográfica integrada al microscopio, mediante el empleo de película en blanco y negro con formato de 47 x 62 milímetros especial para microscopio electrónico.

3.6 Medidas de dureza

Las medidas de dureza se realizaron en las muestras preparadas como se mencionó en la sección anterior, ya que como consecuencia misma del desbaste y el pulido se contaba con una superficie suficientemente plana para la medición de la misma. Tomando en cuenta el diámetro del alambre, se decidió practicar la medida de dureza Vickers utilizando un durómetro marca Wolpert con penetrador de pirámide. Se realizaron diez medidas a cada probeta empleando una carga de 10 Kg.

3.7 Análisis por difracción de Rayos X

A los trozos de alambre tratados térmicamente y que no se montaron en resina se les maquinó un plano (Figura 3.3) cuidando de no calentarlos para no alterar la microestructura. Las muestras obtenidas se colocaron sobre el portamuestras del difractómetro con el plano maquinado en la parte superior y paralelo a la superficie del portamuestras. Para el ángulo 2θ se seleccionó el intervalo de 35° a 85° . El difractómetro utilizado fue de la marca Siemens modelo D5000, el cual tiene acoplado una computadora PC con un programa que permite controlar al difractómetro y capturar la información proporcionada por éste.

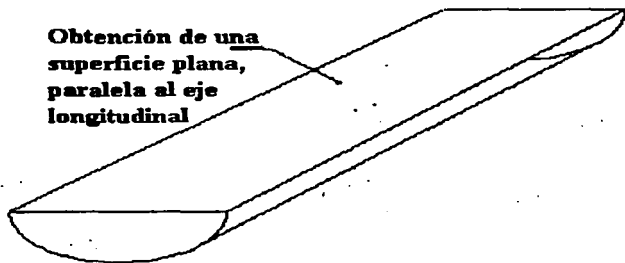


Figura 3.3.- Esquema de la muestra utilizada para el análisis por rayos X

Para la determinación de los planos de difracción hubo de recurrirse primeramente a la Ley de Bragg [5,6] cuya ecuación establece que:

$$d = (\lambda) / (2 \text{ sen } \theta) \quad (1)$$

donde: λ = longitud de onda de los rayos X empleados; d = distancia entre planos; θ = ángulo de difracción. Por otra parte, de la geometría de la celda cúbica se tiene que

$$d = a / (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} \quad (2)$$

mientras que de la geometría de la celda hexagonal compacta [6] se tiene que

$$d = a / (1.333 (h^2 + hk + k^2) + l^2 (a^2/c^2))^{1/2} \quad (3)$$

donde: a , c son los parámetros de red y (hkl) los índices de Miller de los planos donde ocurre la difracción. Luego, combinando las ecuaciones (2) y (3) con la ecuación (1) los planos difractantes pueden ser determinados conociendo previamente los parámetros de red correspondientes a cada fase.

CAPITULO IV

RESULTADOS

4.1 Microscopía óptica

Las micrografías que se muestran en la Figura 4.1 (página siguiente) dejan ver que la estructura de los alambres tratados térmicamente y aquellos sin tratar consiste fundamentalmente de zonas alargadas en la dirección de trefilado así como de granos equiaxiados, variando el tamaño de estos últimos en función del tiempo de tratamiento. El tamaño de los granos equiaxiados en el alambre tal como sale del trefilado fue de aproximadamente $0.6 \mu\text{m}$ y se mantuvo invariable durante 0.5 hora. A una hora de recocido el tamaño de los granos se incrementó a $1 \mu\text{m}$ (conllevando un aumento de la energía libre superficial y volumétrica [7]), manteniéndose así hasta las 4 horas. Finalmente, con 5 horas de recocido el tamaño de los granos nuevamente se incrementó hasta $1.2 \mu\text{m}$ permaneciendo de esta talla por el resto del tratamiento (Figura 4.2).

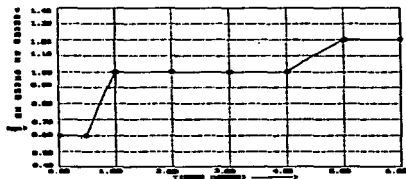


Figura 4.2.-Tamaño promedio de los granos equiaxiados en función del tiempo de tratamiento.

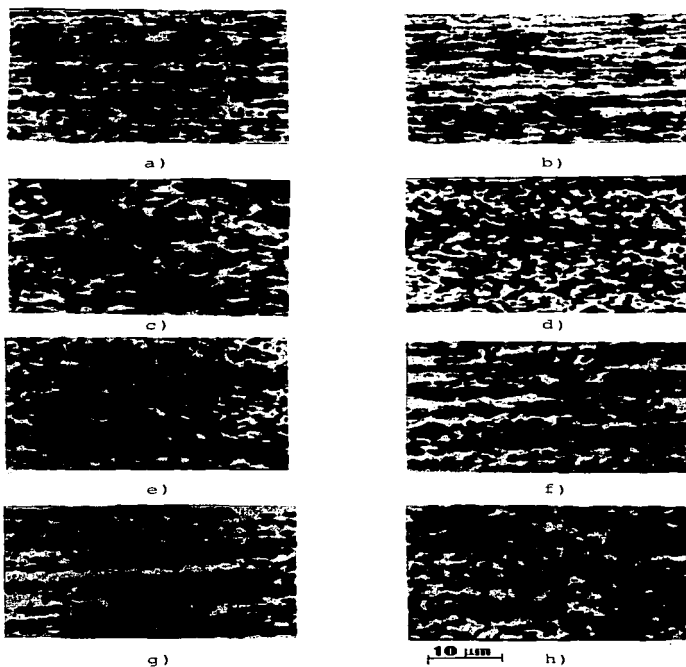


Figura 4.1.- Micrografías obtenidas con microscopio óptico que muestran la estructura del alambre de Zn-22Al-2Cu (% peso) recocido a 523 K por diferentes períodos: a) sin tratamiento; b) 0.5 hora; c) 1 hora; d) 2 horas; e) 3 horas; f) 4 horas; g) 5 horas; h) 6 horas

4.2 Microscopía electrónica de barrido

La estructura de los alambres sin recocer y la de los alambres recocidos a 523 K durante 0.5 hora, 3 horas y 5.5 horas fue observada por medio de un microscopio electrónico de barrido. Luego, a consecuencia del trefilado y previa extrusión los granos tanto de zinc como de aluminio coalescen, dando la apariencia de "bandas" orientadas en la dirección de trefilado en las imágenes observadas.

La imagen en la Figura 4.3 muestra granos de la fase η' (zona clara) y granos de la fase α (zona oscura). En esta Figura también se puede observar que algunas bandas finas ricas en aluminio están seccionadas total o parcialmente a consecuencia del esfuerzo de tensión aplicado. Además, dentro de los granos ricos en zinc se observan manchas grises; dichas manchas son atribuibles al precipitado τ' (Al_4Cu_3Zn).

En la Figura 4.4, se tiene una estructura compuesta por bandas de aluminio de entre 3 y 4 μm y una mezcla de granos de zinc y aluminio orientados uniaxialmente en la dirección de trefilado. Los granos de aluminio en realidad son segmentos de bandas finas que resultan a consecuencia de la recristalización. También en esta Figura pueden notarse pequeñas manchas grises atribuibles al precipitado τ' .

La micrografía de la Figura 4.5 muestra aspectos similares a la micrografía de la Figura 2, aunque las ampliaciones son distintas. Cabe resaltar que la imagen mostrada en la Figura 3 corresponde a la estructura del alambre recocido a 523 K durante 3 horas.

Finalmente, la imagen mostrada en la Figura 4.6 corresponde a la estructura del alambre recocido a 523 K durante 5.5 horas. Esta micrografía muestra

claramente los granos ricos en zinc (zonas claras) conteniendo en su interior los precipitados τ' (pequeñas manchas grises).

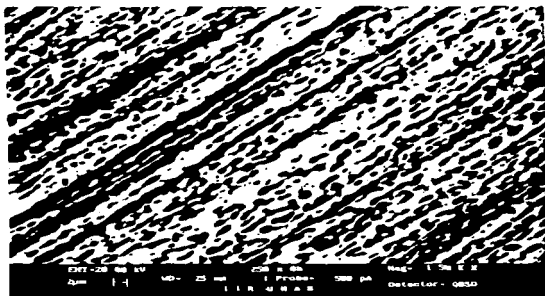


Figura 4.3 Micrografía obtenida con microscopio electrónico de barrido del alambre de Zn-22Al-2Cu (% peso) recién trefilado. La imagen muestra granos extremadamente deformados en la dirección de trefilado a manera de "bandas". Las bandas claras son ricas en zinc y las bandas oscuras son ricas en aluminio. Nótese que las bandas delgadas de aluminio están segmentadas como consecuencia de la tensión aplicada. Además, las manchas grises al interior de los granos de zinc se atribuyen al precipitado τ' (Al_3Cu_2Zn).

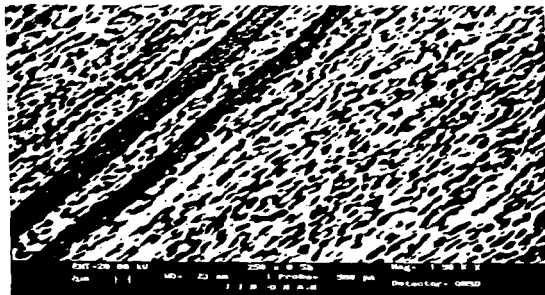


Figura 4.4.- Micrografía obtenida con microscopio electrónico de barrido del alambre de Zn-22Al-2Cu (% peso) recocido a 523 K durante 0.5 hora. La imagen muestra similitud con la estructura del alambre recién trofilado; sin embargo, algunas bandas oscuras ricas en aluminio son más anchas mientras que otras están completamente segmentadas debido al proceso de recristalización.



Figura 4.5.- Micrografía obtenida con microscopio electrónico de barrido del alambre de Zn-22Al-2Cu (% peso) recocido a 523 K durante 3 horas. La imagen muestra granos alargados en la dirección de trellado ricos en zinc (zonas claras), algunas bandas ricas en aluminio de entre 2 y 6 µm de ancho (zonas oscuras), y segmentación de bandas en el resto del campo observado como consecuencia de la recristalización.



Figura 4.6.- Micrografía obtenida con microscopio electrónico de barrido del alambre de Zn-22Al-2Cu (% peso) recocido a 523 K durante 5.5 horas. La imagen muestra granos alargados en la dirección del esfuerzo aplicado ricos en zinc (zonas claras) y ricos en aluminio (zonas oscuras). Algunos granos de aluminio tienden a esferoidizarse y las manchas grises al interior de los granos de zinc atribuibles a la fase τ' (Al_2Cu_3Zn) son muy claras.

4.3 Dureza

Las medidas de dureza realizadas en los alambres se muestran en la Tabla III. Con los valores promedio de las medidas de dureza se obtuvo la gráfica que aparece en la Figura 4.7. Como se puede ver, la dureza disminuyó durante la primera media hora de recocido debido a la recuperación del material [7,8].

Tabla III
Lecturas de dureza en el alambre de Zn-22Al-2Cu (% peso) tratado a 523 K por diferentes periodos.

TIEMPO (horas)	DUREZA VICKERS										PROM
0.0	77.2	77.2	77.2	78.8	78.8	80.5	80.5	78.8	80.5	75.7	78.5
0.5	72.7	68.6	66.0	68.6	68.6	71.3	75.7	74.2	77.2	74.2	71.7
1.0	77.2	80.5	80.5	77.2	80.5	77.2	80.5	82.2	74.1	78.8	78.9
2.0	83.9	83.9	83.9	83.9	83.9	85.8	83.9	83.9	83.9	87.6	84.5
3.0	83.9	83.9	85.8	83.9	85.8	85.8	83.9	83.9	83.9	83.9	84.5
4.0	83.9	87.6	85.8	85.8	85.8	85.8	85.8	87.6	87.6	89.5	86.5
5.0	93.6	93.6	91.6	91.6	89.6	91.6	87.6	89.6	93.6	91.5	91.4
6.0	93.6	93.6	100.3	100.3	100.3	102.7	100.3	100.3	100.3	100.3	99.6

Posteriormente, a 1 hora de tratamiento térmico la dureza comenzó a incrementarse; esto es, la recuperación del material y consecuente pérdida de dureza se vio alterada por algún otro factor como puede ser la formación de una nueva fase [9-11]. Finalmente, la dureza se incrementó casi exponencialmente, atribuyendo éste hecho a que continuó el proceso de formación de la nueva fase con un consecuente apilamiento de dislocaciones.

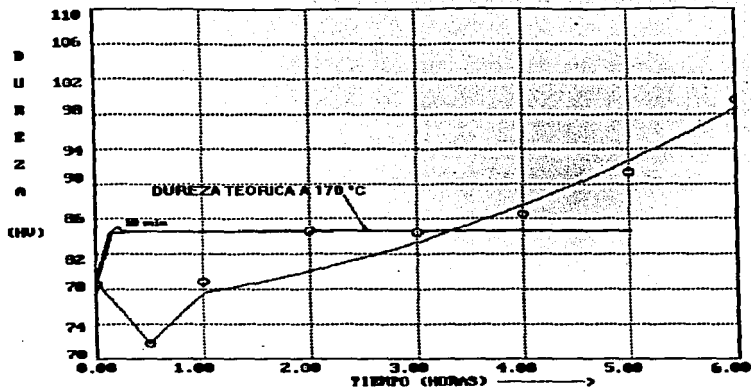


Figura 4.7.- Dureza en función del tiempo de recocido del alambre de Zn-22Al-2Cu (% peso).

4.4 Rayos X

Los difractogramas obtenidos (Apéndice D) muestran que efectivamente las fases α , η y η' constituyen de manera fundamental la estructura atómica del alambre. Además, aparece la fase τ' del sistema ternario Al-Zn-Cu. En el intervalo de 35 a 85° considerado para el ángulo 2θ , los planos (111), (200), (220) y (311) confirmaron la presencia de la fase α ; mientras que, los planos (0002), (10 $\bar{1}$ 0),

(10 $\bar{1}$ 1), (10 $\bar{1}$ 2), (11 $\bar{2}$ 0), (10 $\bar{1}$ 3), (11 $\bar{2}$ 2), (20 $\bar{2}$ 0) y (20 $\bar{2}$ 1) confirmaron la presencia de las fases η , η'_T . Los planos mencionados y el ángulo 2θ donde ocurren se muestran en la Tabla IV.

La fase α se identificó como una fase rica en aluminio con una estructura cúbica centrada en las caras con un parámetro de red $a = 4.032 \text{ \AA}$. La fase η se identificó como la fase estable rica en zinc con estructura hexagonal compacta con parámetros $a = 2.66 \text{ \AA}$ y $c = 4.92 \text{ \AA}$; mientras que, la fase η'_T se identificó como una fase metaestable también rica en zinc con estructura hexagonal compacta y parámetros $a = 2.667 \text{ \AA}$ y $c = 4.87 \text{ \AA}$. La fase η'_T se observó estar presente en el alambre recién trefilado y en todos los demás; mientras que, la fase η se observó en el difractograma del alambre recocido durante 1 hora y posteriormente en todos los correspondientes a alambres recocidos por periodos mayores.

Finalmente, un pico de baja intensidad localizado a un ángulo de 44.2° se identificó como el correspondiente a la difracción producida por el plano compacto (110) de la fase ordenada τ' de estructura cúbica centrada en el interior con parámetro de red calculado $a = 2.893 \text{ \AA}$. Esta fase τ' apareció en todos los difractogramas.

Tabla IV
Planos de difracción determinados en el análisis de los difractogramas

PICO	ÁNGULO 2θ (grados)	DISTANCIA d (Å)	FASE	ESTRUCTURA	PLANO
1	36.5	2.461	η	HC	(0002)
2	36.9	2.435	η' T	HC	(0002)
3	38.7	2.326	α	CF	(111)
4	39.1	2.305	η, η' T	HC	(1010)
5	43.4	2.086	η, η' T	HC	(1011)
6	44.2	2.047	T'	CI	(110)
7	44.9	2.015	α	CF	(200)
8	54.73	1.682	η	HC	(1012)
9	54.8	1.676	η' T	HC	(1012)
10	65.4	1.426	α	CF	(202)
11	70.6	1.338	η	HC	(1120)
12	70.8	1.329	η' T	HC	(1120)
13	78.5	1.217	α	CF	(311)
14	82.2	1.171	η	HC	(1122)
15	82.5	1.169	η' T	HC	(1122)
16	83.8	1.156	η, η' T	HC	(2020)
17	86.5	1.125	η	HC	(0221)
18	86.7	1.123	η' T	HC	(0221)

Con objeto de dar mayor sustento a los resultados anteriores, alambres de Zn-22Al-2Cu (% en peso) fueron recocidos a 443 K (170 °C) por periodos de: 10 min, 0.5 hora, 1 hora y 2 horas. Los difractogramas correspondientes a los dichos alambres se muestran en el Apéndice E y con la información proporcionada por éstos se construyó la Tabla V.

TABLA V

Angulo de difracción 2θ y distancia interplanar $d_{(0002)}$ para los alambres tratados a 170 °C.

TIEMPO DE	η		η^*_{T}	
RECOCIDO	2θ (grados)	$d_{(0002)}$ Å	2θ (grados)	$d_{(0002)}$ Å
0 horas	-	-	36.6	2.453
10 min	36.4	2.465	-	-
30 min	36.42	2.464	-	-
1 hora	36.42	2.465	-	-
2 horas	36.4	2.466	-	-

Se puede apreciar que efectivamente en el alambre sin tratar aparece la fase η^*_{T} la cual produce un pico de difracción a un ángulo $2\theta = 36.6^\circ$ con una distancia interplanar 2.453 Å. A los 10 minutos de tratamiento, la fase metaestable η^*_{T} se transforma en la fase η , la cual posee una distancia interplanar igual a 2.465 Å produciendo un pico de difracción a un ángulo $2\theta = 36.4^\circ$, esto es, se produce un alargamiento en el parámetro c de la celda unitaria. Para tiempos mayores de tratamiento, la distancia interplanar y el ángulo 2θ permanecen prácticamente sin cambio lo que confirma la estabilidad de la fase η .

CAPITULO V

DISCUSIÓN

Las imágenes en las micrografías, obtenidas con ayuda del microscopio óptico, muestran que la estructura del alambre es una mezcla de granos equiaxiados y de granos alargados en la dirección de trefilado como puede ser observado en las Figuras 4.1a y 4.1b; dichas imágenes corresponden al alambre sin recocido y al alambre recocido a 523 K durante media hora indicando que las huellas del proceso de conformado están aún presentes durante dicho período aunque la dureza disminuyó en un 8.6 %. Por lo anterior, dado que la estructura a simple vista no reflejó cambio alguno se puede establecer a priori que el ablandamiento observado fué a consecuencia de la liberación de esfuerzos internos principalmente. Posteriormente, para períodos de recocidos mayores, los granos alargados (zonas claras) exhiben crecimiento por coalescencia y una fuerte tendencia a globulizarse (contornos curvos por el desplazamiento de fronteras de grano) a causa de la difusión atómica entre fases para alcanzar el equilibrio químico mediante segregación y aumento de la energía libre superficial (Figuras de la 4.1c a la 4.1h).

Por otra parte, las imágenes proporcionadas por el microscopio electrónico de barrido muestran que en el alambre recién trefilado (Figura 4.3), la fase α rica en aluminio (zona oscura) se encuentra en forma de "bandas" finas seccionadas parcial ó totalmente a causa de la tensión mecánica aplicada durante el trefilado. Posteriormente, como consecuencia del recocido, la estructura observada en las imágenes de las Figuras 4.4, 4.5 y 4.6 muestra una segmentación total de las "bandas" ricas en aluminio en amplias regiones; siendo clara la tendencia a la

esferoidización de tales segmentos en la estructura del alambre recocido a 523 K durante 5.5 horas (Figura 4.6). Finalmente, comparando las imágenes de las Figuras 4.3 y 4.6 en cuanto a la forma de los granos ricos en zinc (zonas claras) la tendencia a la globulización de éstos con el tiempo de recocido es clara. Concluyendo que mediante el aumento de energía libre superficial a través de la globulización y esferoización de los granos se disminuye la energía libre total de la estructura y hay una franca tendencia hacia estados más estables de la misma.

El análisis por difracción de rayos x reveló resultados interesantes y concluyentes. En el alambre recién trefilado se determinó la presencia de las fases η'_T , α y τ' . En alambres recocidos a 443 K (170°C) y 523 K (250 °C) el análisis por rayos x mostró la transformación de la fase metaestable η'_T en la fase estable η . Dicha transformación de fase fué total para los alambres recocidos a 443 K y parcial para los alambres recocidos a 523 K. La aparición de la fase η para los alambres recocidos a 443 K se observó a los 10 minutos de tratamiento; mientras que, para los alambres recocidos a 523 K, la fase η apareció después de una hora. Del análisis de intensidad de los picos de difracción en los intervalos mencionados la reacción celular $\eta'_T \rightarrow \eta + \alpha + \tau'$ pudo determinarse como responsable de dicha transformación. Finalmente, el hecho de que la transformación de fase en los alambres recocidos a 523 K se llevó a cabo parcialmente, puede ser consecuencia de la alta difusión atómica que se tiene a tal temperatura; pues siendo tan alta la energía térmica y estando próxima a la temperatura de transformación eutectoide es difícil y, desde luego, más tardado que el material alcance las estructuras atómica y granular más estables.

En lo que se refiere a la dureza del material recocido a 523 K, pudo determinarse que a la media hora de recocido la dureza disminuyó; atribuyendo lo anterior a que durante dicho período actúa la recuperación del material primordialmente. Enseguida, en el intervalo de 0.5 a 6 horas, el alambre presentó endurecimiento en dos etapas; la primera en el intervalo de 0.5 a 3 horas y la segunda en el intervalo de 3 a 6 horas. Puesto que el endurecimiento fué a consecuencia del tratamiento térmico, se asume que ocurrieron dos mecanismos durante el proceso que podrían ser los responsables; a saber, transformación de fase y recristalización. La recristalización por su parte sabemos que produce granos bastos libres de defectos y va acompañada de un efecto de ablandamiento, por lo que se descarta la recristalización como mecanismo de endurecimiento del alambre recocido; luego, queda la transformación de fase como la única responsable de la dureza adquirida por el alambre tratado térmicamente. Esta hipótesis se fundamenta en el análisis por difracción de rayos x, el cual mostró la presencia de la fase metaestable η'_T en el alambre recién trefilado y la aparición de la fase estable η después de una hora de recocido. Cabe destacar que la fase τ' estuvo presente durante todo el tratamiento térmico según lo reveló el estudio por difracción de rayos x; sin embargo, puesto que el contenido de cobre en la aleación es tan bajo, el efecto de dicha fase se estima fué mínimo en la propiedad mecánica observada. Por lo tanto se concluye que el endurecimiento del alambre en la primer etapa es debido a la presencia de las fases η y η'_T en los granos de zinc, pues el movimiento de las dislocaciones a través de la interface entre éstas debe ser difícil. Además, admitiendo que tanto η como η'_T son soluciones de zinc con el aluminio y el cobre como solutos y considerando los radios covalentes, es probable que la introducción de cobre en la red produzca una reducción del parámetro de celda c ; hecho que explicaría la notoria reducción de la

distancia interplanar de los planos (0002) en la fase η'_T observada en los patrones de difracción. Luego, si lo anterior fuese válido la fase η'_T tendría mayor cantidad de solutos y, recurriendo a la literatura, se sabe que cuando se introducen átomos de soluto en la red de un metal solvente y se forma una solución sólida de manera invariable la aleación resultante será más dura que el metal puro [18]. Entonces, el movimiento de las dislocaciones podría ser más difícil a través de la fase η'_T que a través de la fase η . Para la segunda etapa, se consideró que además de lo anterior, el aumento de dureza del alambre se debió al apilamiento de dislocaciones causado por la presencia constante de las fases η'_T y η en los granos de zinc.

Es importante recalcar la importancia del análisis por difracción de rayos x realizado a 443 K (170 °C); ya que, a partir de los resultados obtenidos, la transformación de la fase η'_T en la fase η es una prueba clara de la tendencia de los átomos a alcanzar estados termodinámicos más estables en la red con el tratamiento térmico. La relativamente rápida transformación (10 minutos) da idea de cuanta es la energía requerida para reducir la energía libre total en el alambre recién trefilado.

Finalmente, los resultados obtenidos con el recocido a 523 K (250 °C) reviste una particular importancia tecnológica; pues a través de un recocido a ésta temperatura, pueden incrementarse las propiedades mecánicas de ésta aleación así conformada haciéndola más tenaz.

CAPITULO VI

CONCLUSIONES

A partir de los resultados obtenidos del análisis metalográfico, medidas de dureza y análisis de rayos X, se llega a las siguientes conclusiones:

1.- La estructura del alambre sin tratamiento térmico está constituida por las fases α , τ' y η'_T , tratándose está última de una fase metaestable.

2.- En el material con tratamiento mecánico previo (trefilado) la aparición de la fase η es propiciada con un tratamiento térmico a 523 K (250 °C).

3.- La presencia de la fase η dentro del sólido tratado térmicamente a 523 K se observó a partir de 1 hora de tratamiento térmico y hasta las 6 horas que duró el mismo.

4.- En el alambre tratado térmicamente a 443 K (170 °C) la presencia de la fase η se observó a partir de los 10 minutos de tratamiento y hasta las 2 horas que duró el mismo

5.- El mecanismo de formación de la fase η es posible se deba a la descomposición de la fase η'_T ; esto es, $\eta'_T \rightarrow \eta + \alpha + \tau'$

6.- La presencia simultánea de las fases η y η'_T endureció al material a partir de 1 hora de tratamiento térmico.

REFERENCIAS

- 1.- Jaime Hinojosa T. "Microestructura y propiedades mecánicas de la aleación Zn-22%peso Al-2%peso Cu obtenida por colada semicontinua" , Revista Mexicana de Física Vol.37, No.1,1991, pags. 105-107.
- 2.- Gabriel Torres V. "Microestructura y propiedades mecánicas del Zinalco ", Ciencia (1988) 39, pags 103-111.
- 3.- A.A. Presnyakov, Y.A. Gotban and V.C. Cherpyakova, Russian Journal of Physical Chemistry. Vol 35, no.6, 1961, pp. 623
- 4.- Luis Valdez H. , Irma Estrada P, Jesús Negrete, Gabriel Torres V. " Efectos del Cu en la estructura y propiedades de la aleación superplástica Zn-22%p Al ", VII Congreso de la Academia Nacional de Ingeniería, Oaxaca, México 1981, pags. 259-261.
- 5.- William Smith F. " Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales" . Segunda Edición 1993, pags. 110-114 y 549-552. .
- 6.- James F. Shackelford " Ciencia de materiales para ingenieros" Tercera Edición, Prentice Hall, pags. 115-119.

- 7.- John.D. Verhoeven "Fundamentos de la metalurgia física". Primera edición, Limusa, pags. 48-56, 347-356 y 400-404.
- 8.- Paul G. Shewmon "Transformations in metals". J. Williams Book Company 1983, pags.286-298.
- 9.- Yao H. Zhu "Creep induced phase transformations in cast Al-Zn Alloys" Journal of Materials Science Letters 15 (1996) 1358-1360
- 10.- Yao H. Zhu, J.Juárez Islas "Tensile stress induced phase transformations in Zn-Al-Alloy" Journal of Materials Science and Technology. Vol 13. 1997
- 11.- Yao H. Zhu . "Tensile stress induced microstructural change and transformations in extruded Zn-Al alloy" Journal of Materials Science letters 15 (1996) 1888-1890
- 12.- William G. Moffat, G. W. Pearsall, John Wulff " Ciencia I de los materiales" LIMUSA , México 1986 . Pags.24-30
- 13.- J.C. Anderson, K.D. Leaver, J.M.Alexander, R.D. Rawlings " Ciencia de los materiales". LIMUSA, México 1986 .Pags. 95-100 y 161-163
- 14.- Metals Handbook, ASM International, Vol.3, 1992, pag.2.56
- 15.- Yao H. Zhu , Gabriel Torres V, Carlos Piña , " Complex microstructural changes in as cast eutectoid Zn-Al alloy " Journal of Materials Science (1994) pags. 1549-1550

16.- Yao H. Zhu, "Phase transformations of eutectoid Zn-Al alloys", *Advances in Sciences, Technology and Applications*, México 1994, pags. 77-80

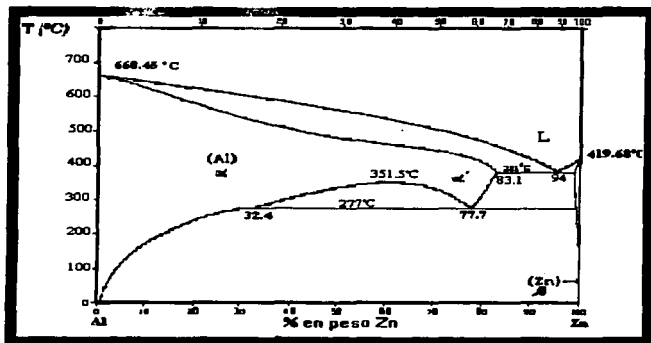
17.- Frank King , "El aluminio y sus aleaciones" Limusa 1992, México, pags. 121-124

18.- George E. Dieter "Mechanical metallurgy", Second Edition Mc.Graw Hill-Kogakusha ,1976, Cap.7.

19.- Jaime Hinojosa Torres, T. Rangel Ortiz y G. Torres Villaseñor. "Patente de invención número 1723554" Dirección General de Desarrollo Tecnológico, Secretaría de Comercio y Fomento Industrial, México (1993)

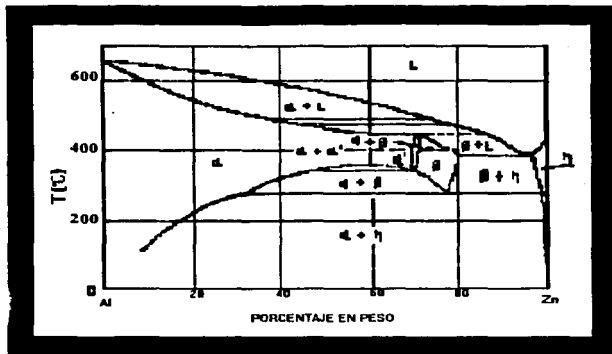
APENDICE A

Diagrama de equilibrio Al-Zn



APENDICE B

Diagrama de equilibrio Al-Zn (según Presnyakov et.al)

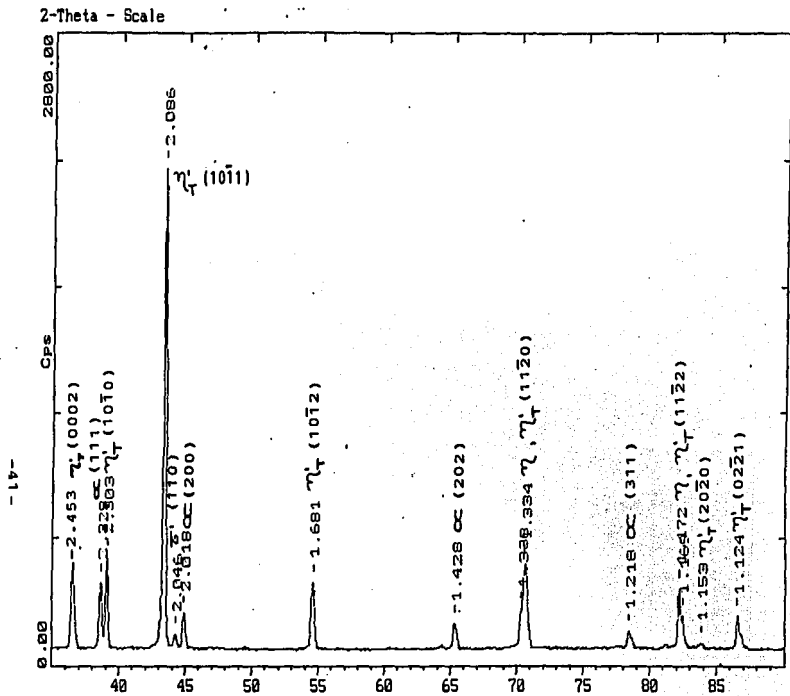


APENDICE C

Indices de los planos de difracción para las estructuras cúbica y hexagonal.

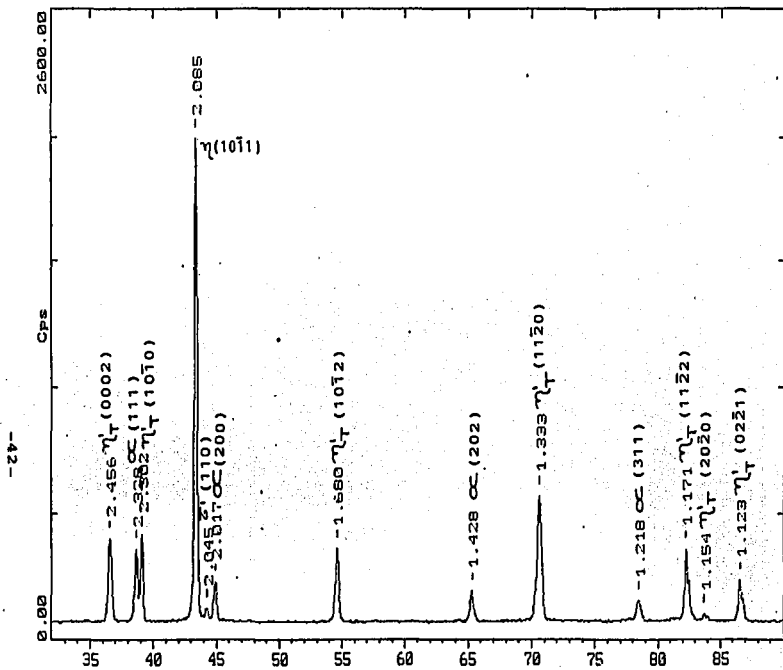
ESTRUCTURA CI	ESTRUCTURA CF	ESTRUCTURA HC
(110)	(111)	(0002)
(220)	(200)	(1010)
(211)	(220)	(1011)
(220)	(311)	(1012)
(310)	(222)	(1120)
(222)	(400)	(1122)
(321)	(331)	(2020)
(400)	(420)	(0221)
(330)		
(411)		
(420)		
(332)		

APENDICE D

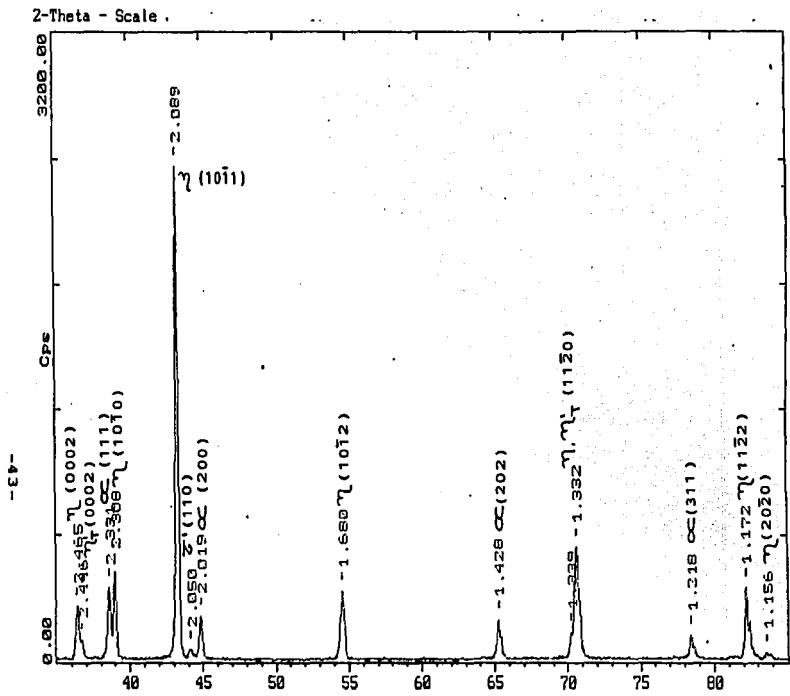


Difractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (% en peso) de 3.1 mm de diámetro sin tratamiento térmico.

Z-Theta - Scale

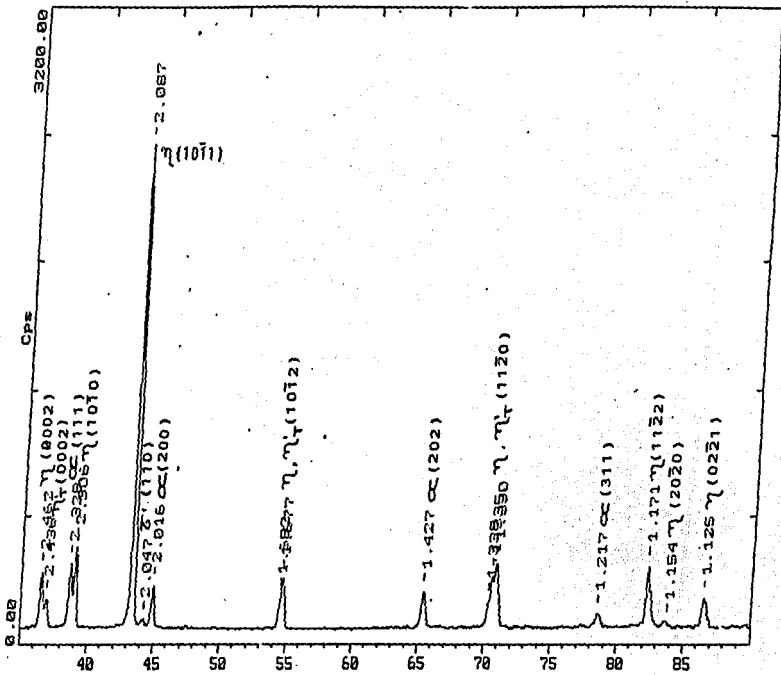


Difractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (% en peso) de 3.1 mm de diámetro recocido durante 0.5 hora a 523 K.



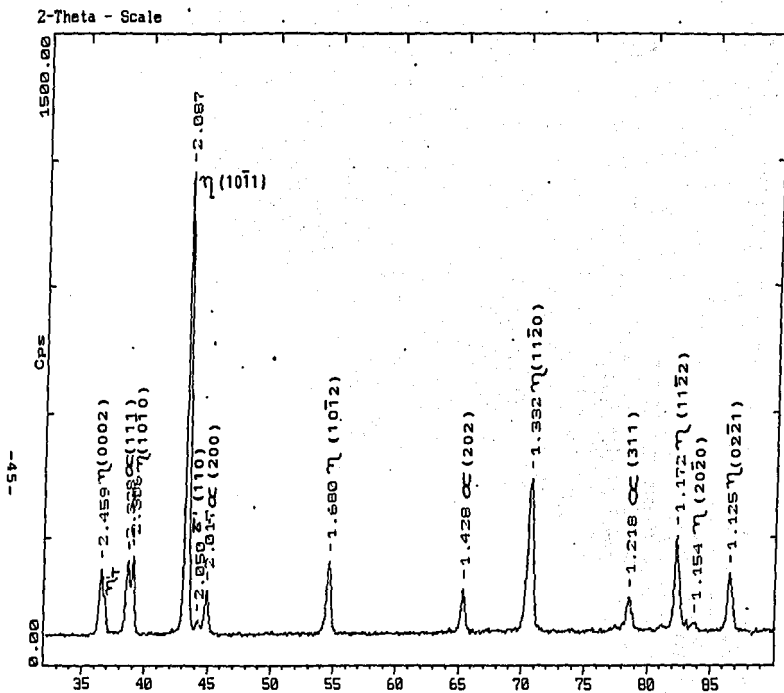
Difractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (% en peso) de 3.1 mm de diámetro recocido durante 1 hora a 523 K.

2-Theta - Scale



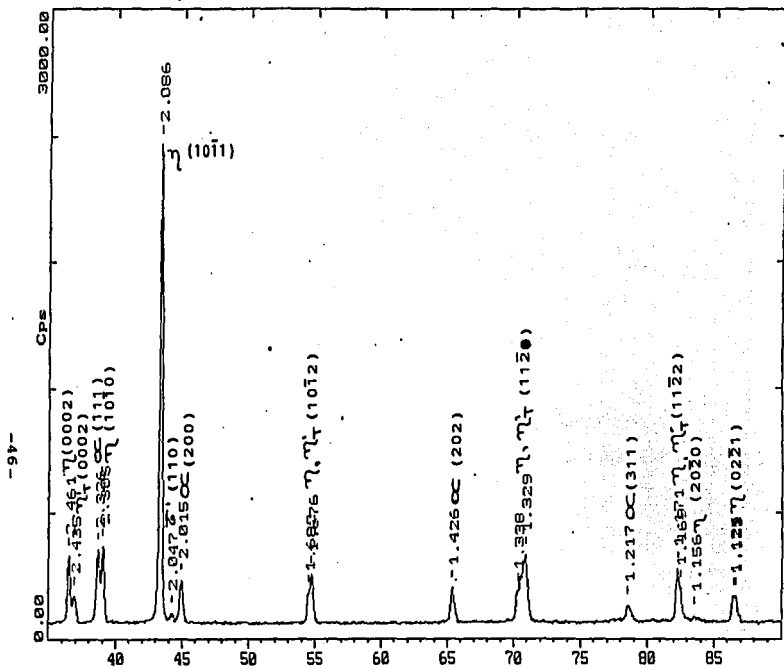
-44-

Difractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (% en peso) de 3.1 mm de diámetro recocido durante 1,5 horas a 523 K.

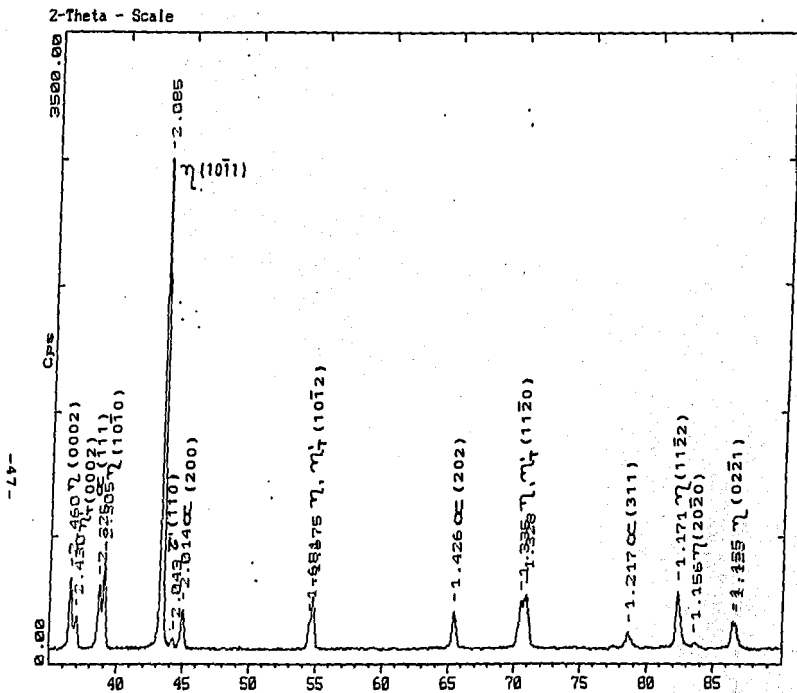


Difractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (% en peso) de 3,1 mm de diámetro recocido durante 2 horas a 523 K.

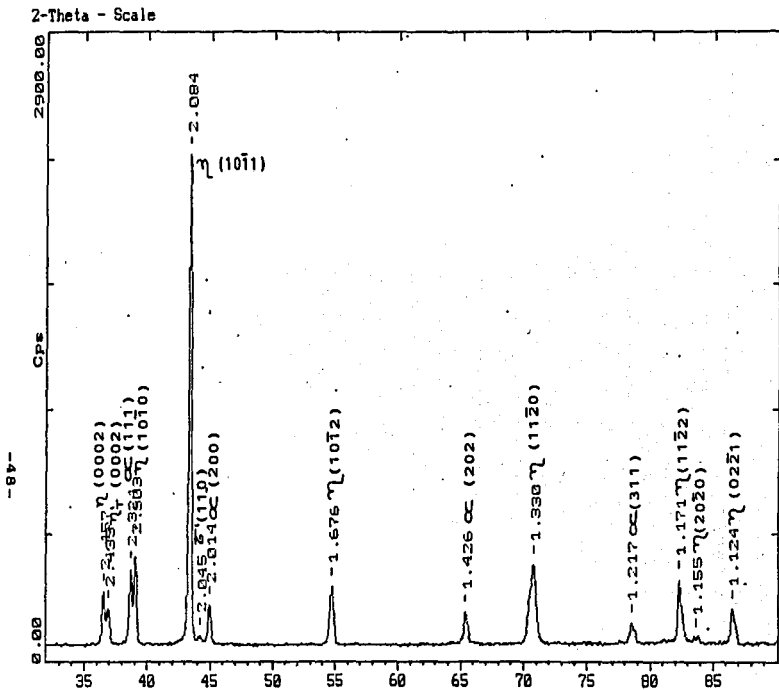
2-Theta - Scale



Difractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (% en peso) de 3.1 mm de diámetro recocido durante 2.5 horas a 523 K.

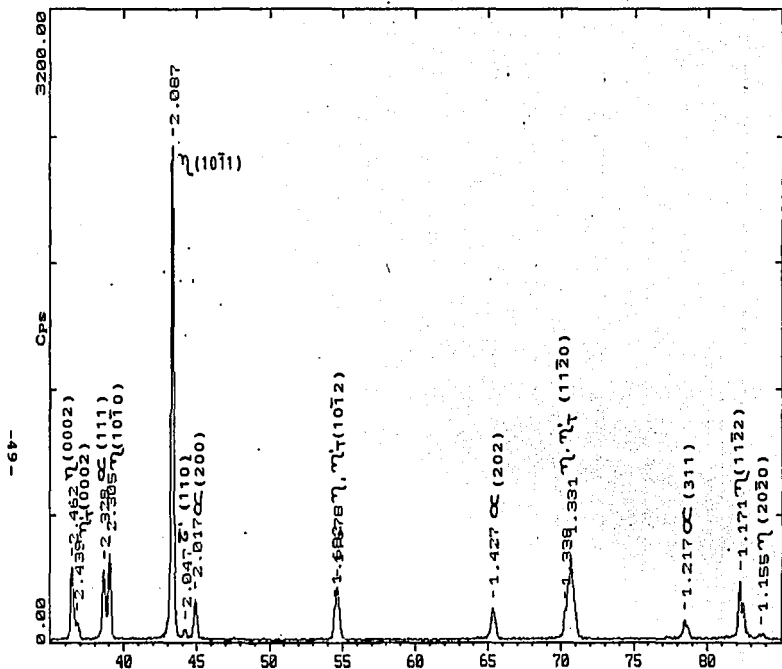


Difractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (% en peso) de 3.1 mm de diámetro recocido durante 3 horas a 523 K.



Difractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (% en peso) de 3.1 mm de diámetro recocido durante 3.5 horas a 523 K.

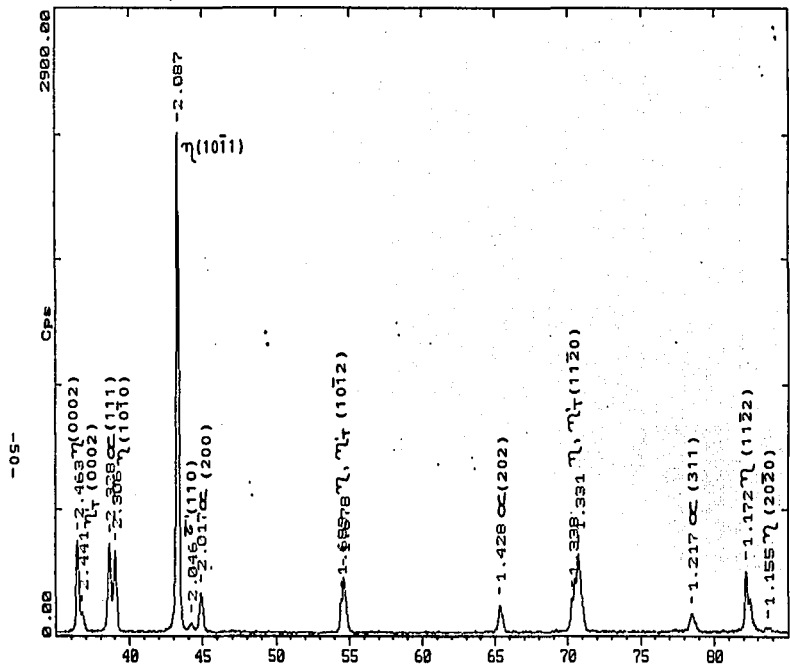
2-Theta - Scale



-49-

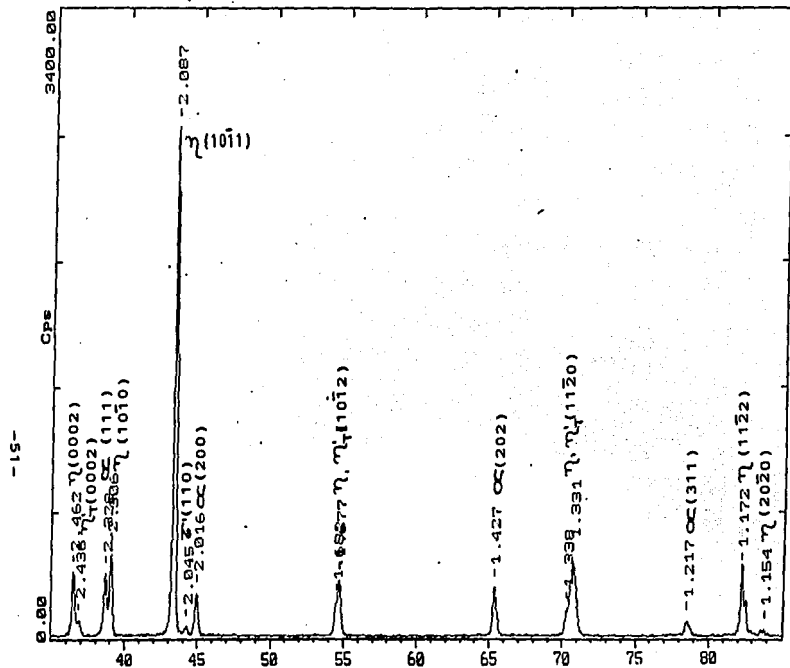
Difractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (% en peso) de 3.1 mm de diámetro recocido durante 4 horas a 523 K.

2-Theta - Scale ;

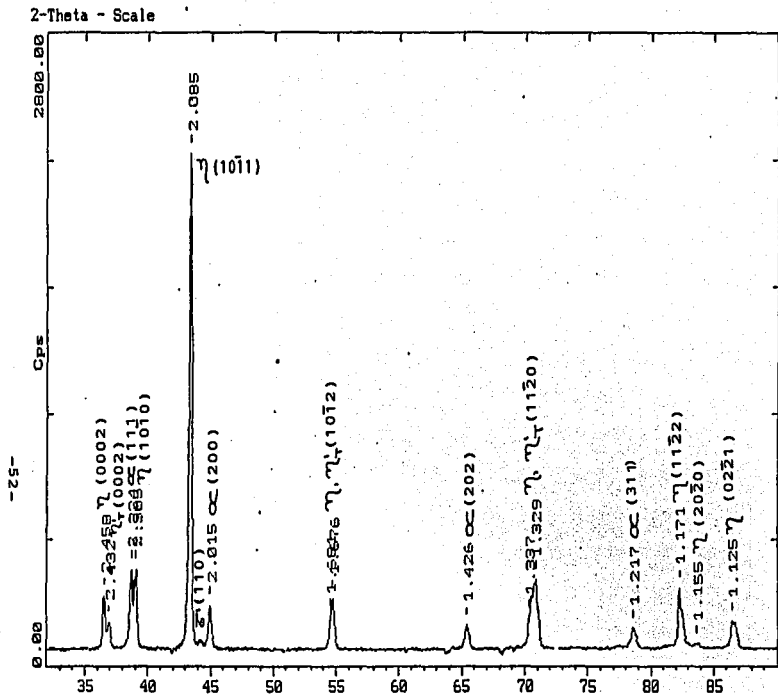


Difractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (% en peso) de 3.1 mm de diámetro recocido durante 4.5 horas a 523 K.

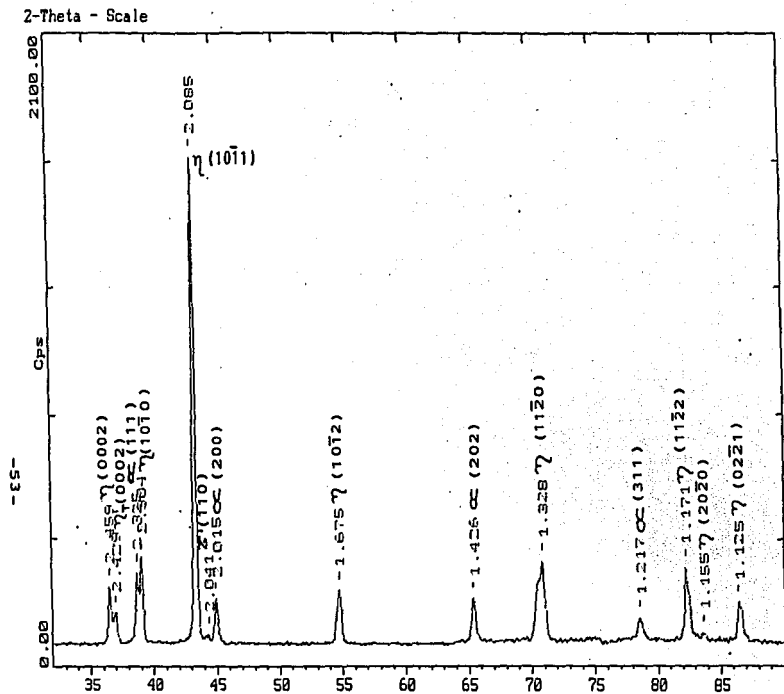
2-Theta - Scale



Diffractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (% en peso) de 3.1 mm de diámetro recocido durante 5 horas a 523 K.

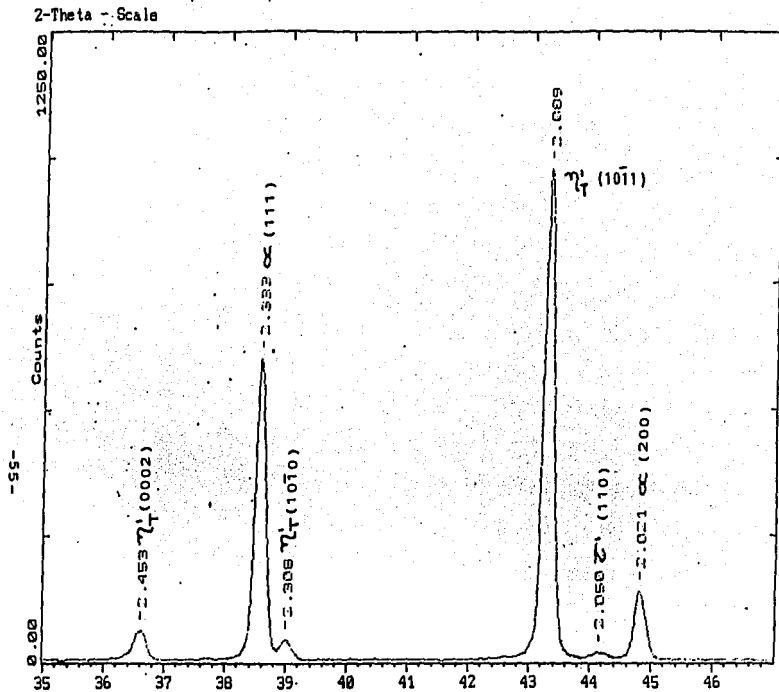


Diffractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (% en peso) de 3.1 mm de diámetro recocido durante 5.5 horas a 523 K.

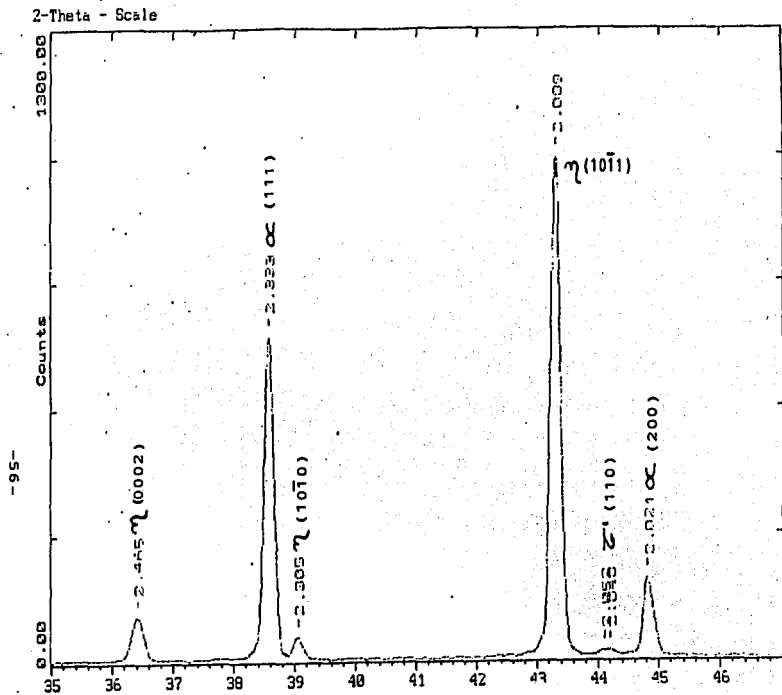


Difractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (% en peso) de 3.1 mm de diámetro recocido durante 6 horas a 523 K.

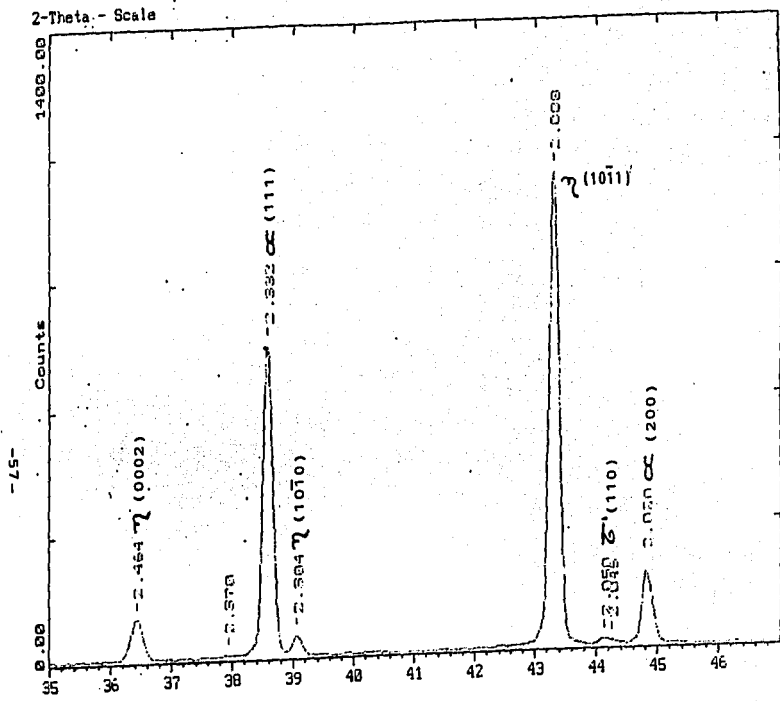
APENDICE E



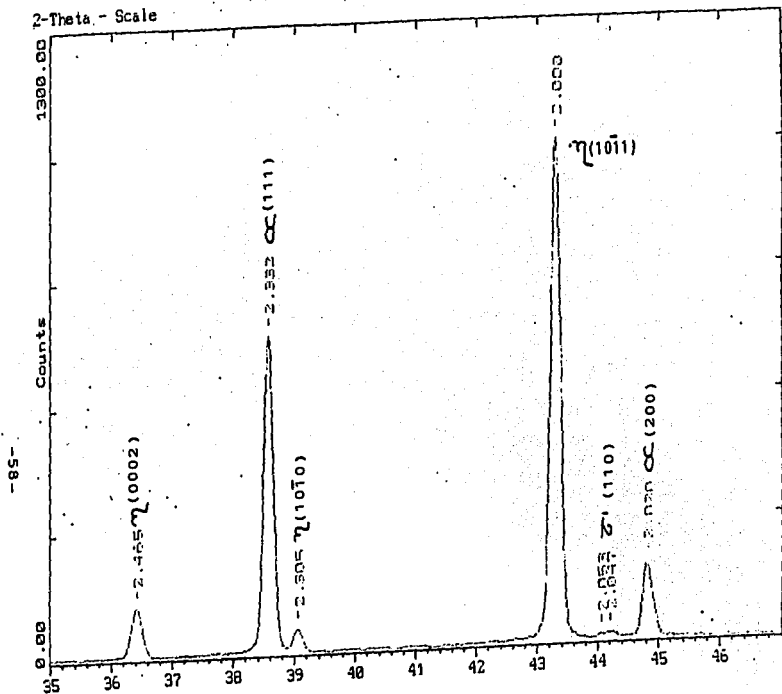
Difractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (% en peso) de 3.1 mm de diámetro sin tratamiento térmico



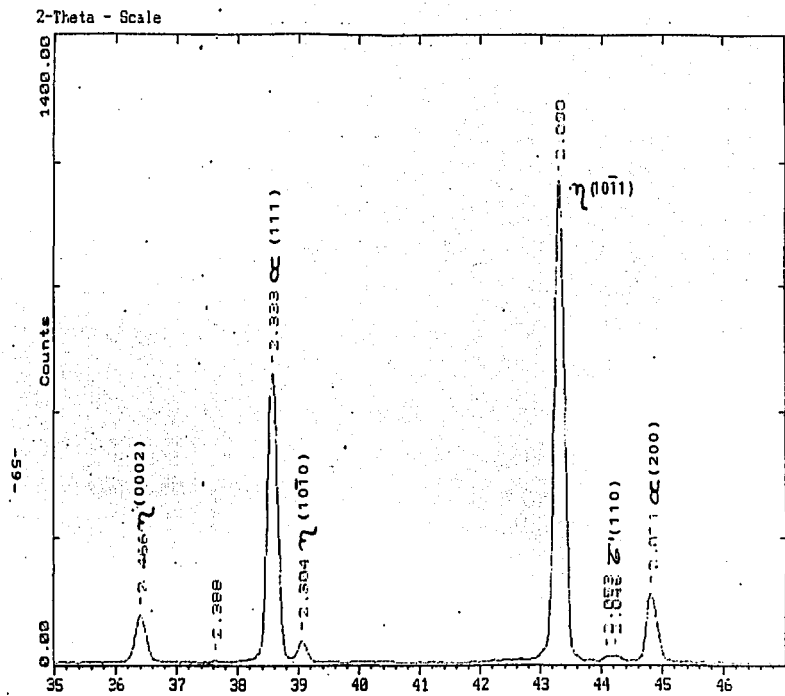
Difractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (% en peso) de 3.1 mm de diámetro recocido durante 10 minutos a 443 K.



Diffractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (8 en peso) de 3.1 mm de diámetro recocido durante 0.5 hora a 443 K.



Difractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (% en peso) de 3.1 mm de diámetro recocido durante 1 hora a 443 K.



Difractograma de alambre de Zn-22Al-2Cu (% en peso) de 3.1 mm de diámetro recocido durante 2 horas a 443 K.

ESTA TESIS NO DEBE
SAIR DE LA BIBLIOTECA