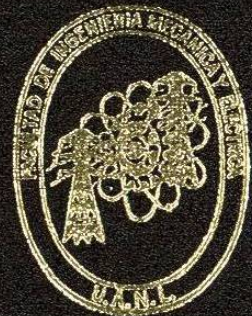


UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA  
Y ELECTRICA

DIVISION DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



CARACTERIZACION DE PRECIPITADOS EN LA  
ALEACION DE ALUMINIO 6061 POR MEDIO DE  
MICROSCOPIA DE FUERZA ATOMICA

POR

MARIBEL DE LA GARZA GARZA

T E S I S

EN OPCION AL GRADO DE MAESTRO EN  
CIENCIAS DE LA INGENIERIA CON ESPECIALIDAD  
EN MATERIALES

CD. UNIVERSITARIA

DICIEMBRE DE 1999

TM  
Z5853  
.M2  
FIME  
1999  
G379

19  
CARACTERIZACION DE PRECIPITADOS EN LA ALEACION DE ALUMINIO 6061  
POR MEDIO DE MICROSCOPIA DE FUERZA ATOMICA.  
MARIABEL DE LA GARZA

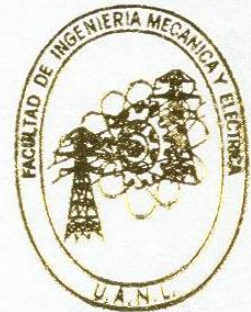
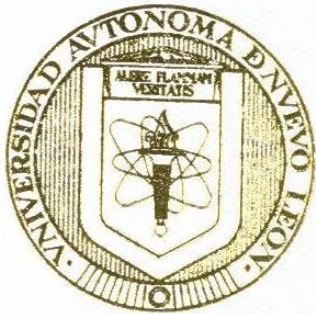


1020129248

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA  
Y ELECTRICA

DIVISION DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



CARACTERIZACION DE PRECIPITADOS EN LA  
ALEACION DE ALUMINIO 6061 POR MEDIO DE  
MICROSCOPIA DE FUERZA ATOMICA

POR

MARIBEL DE LA GARZA GARZA

T E S I S

EN OPCION AL GRADO DE MAESTRO EN  
CIENCIAS DE LA INGENIERIA CON ESPECIALIDAD  
EN MATERIALES

CD. UNIVERSITARIA

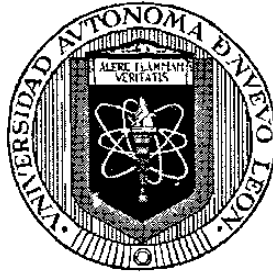
DICIEMBRE DE 1999

TM  
Z5853  
.M2  
FIME  
1999  
7379



FONDO  
TESIS

**UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON  
FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA Y ELECTRICA  
DIVISION DE ESTUDIOS DE POST-GRADO**



**CARACTERIZACION DE PRECIPITADOS EN LA ALEACION  
DE ALUMINIO 6061 POR MEDIO DE MICROSCOPIA DE  
FUERZA ATOMICA**

**POR**

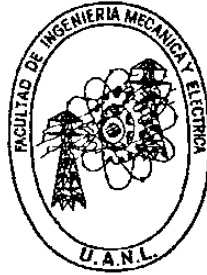
**MARIBEL DE LA GARZA GARZA**

**TESIS**

**EN OPCION AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA  
INGENIERIA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES**

**SAN NICOLAS DE LOS GARZA N. L. DICIEMBRE DE 1999**

**UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON  
FACULTAD DE INGENIERIA MECANICA Y ELECTRICA  
DIVISION DE ESTUDIOS DE POST-GRADO**



**CARACTERIZACION DE PRECIPITADOS EN LA ALEACION  
DE ALUMINIO 6061 POR MEDIO DE MICROSCOPIA DE  
FUERZA ATOMICA**

**POR**

**MARIBEL DE LA GARZA GARZA**

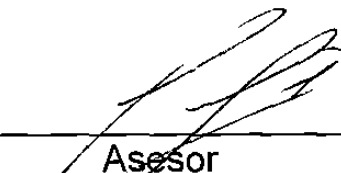
**TESIS**

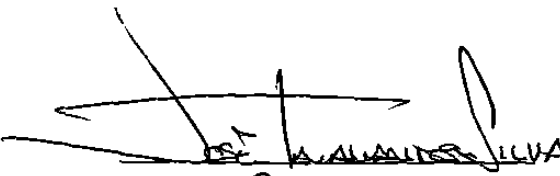
**EN OPCION AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA  
INGENIERIA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES**

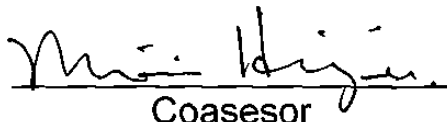
**SAN NICOLAS DE LOS GARZA N. L. DICIEMBRE DE 1999**


Los miembros del comité de tesis recomendamos que la tesis **Caracterización de precipitados en la aleación de aluminio 6061 por medio de microscopía de fuerza atómica**, realizada por la Ing. Maribel de la Garza Garza, sea aceptada par su defensa como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería con especialidad en Materiales.

El Comité de Tesis

  
Asesor  
Dr. Rafael Colás Ortiz

  
Coasesor  
Dr. José Talamantes Silva

  
Coasesor  
Dr. Moisés Hinojosa Rivera

  
Vo. Bo.  
M. C. Roberto Villarreal Garza  
División de Estudios de Postgrado



# DEDICATORIA

A mi esposo,

***Victor***

Por ser mi mejor motivación

A mis padres,

***Enrique y Ernestina***

Por darme la vida y apoyarme en todo momento

A mis Hermanos,

***Enrique, Valeria, Ernesto y Eduardo***

Por todos los momentos tan gratos que hemos compartido

***A Gaby, Abigail, y Jocelyn***

# AGRADECIMIENTOS

A la **Universidad Autónoma de Nuevo León** por darme la oportunidad de llegar hasta esta etapa de mis estudios.

A la **Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica** por haberme dado la formación de Ingeniero Mecánico Administrador y apoyarme en este proyecto.

Al **Ing. José Antonio González**, al **M.C. Castulo E. Vela Villarreal** y al **M.C. Jesús Moreno López** que me apoyaron para realizar parte de este proyecto en Bélgica.

Al **CONACYT** por el apoyo económico.

A mi Asesor, el **Dr. Rafael Colás Ortiz**, a quien admiro y le agradezco todo sus consejos.

A mis coasesores el **Dr. Moises Hinojosa Rivera** y el **Dr. José Talamantes Silva** por sus consejos.

Al **Dr. Alberto Pérez Unzueta**, por todo el apoyo y consejos que me ha dado, además de su amistad.

A la **Dra. Martha Patricia Guerrero Mata** y a la **Dra. Patricia Rodríguez López** por su amistad y consejos.

Al **Prof. Yvan Houbaert** y a **M.C. Tanya Ross** por permitirme realizar parte de este proyecto en la Universidad de Gante, Bélgica.

A la empresa **Alumax** por aportar el material para este proyecto.

A **todos mis maestros del DIMAT**, que me brindaron sus conocimientos, además que me dieron una manera objetiva de ver las cosas.

A mis compañeros de generación, **Adriana, Roberto, Fernando(t) y Andrés**, con quienes forme una gran amistad que considero invaluable.

A **todos mis amigos y compañeros del DIMAT**.

A la **Sra. María Esther, Gloria, Sonia, Conchis, Roberto, Toño, Lili, Junior, Flor, Guadalupe, Raúl** y **toda la familia de Victor** que me han brindado su cariño y apoyo incondicional.

A **toda mi familia**.

# INDICE

|   |    |
|---|----|
| <b>Resumen.</b>   | 1  |
| <b>Capítulo 1. Introducción.</b>                                    | 2  |
| <b>Capítulo 2. El aluminio y sus aleaciones.</b>                    | 4  |
| 2.1 Introducción.   | 4  |
| 2.2 Clasificación de las aleaciones de aluminio.                    | 6  |
| 2.2.1 Clasificación de aleaciones de aluminio trabajadas.           | 6  |
| 2.2.2 Clasificación de aleaciones de aluminio vaciadas.             | 6  |
| 2.3 Aplicaciones.   | 7  |
| <b>Capítulo 3. Tratamientos térmicos en aleaciones de aluminio.</b> | 9  |
| 3.1 Introducción.   | 9  |
| 3.2 Difusión en aleaciones.   | 10 |
| 3.2.1 Ley de Fick de difusión.                                      | 10 |
| 3.3 Clasificación de los tratamientos en aluminio y aleaciones.     | 11 |
| 3.4. Aleaciones comerciables tratables térmicamente.                | 12 |
| 3.5. Incremento en la resistencia por tratamiento térmico.          | 12 |
| 3.5.1 Tratamiento de solubilización.                                | 13 |
| 3.5.2 Enfriamiento rápido.  | 14 |
| 3.5.3 Endurecimiento por envejecimiento.                            | 14 |
| 3.6 Secuencia de precipitación en aleaciones de Al-Mg-Si.           | 15 |

|   |    |
|---|----|
| <b>Capítulo 4. Microscopía de fuerza atómica.</b>                           | 18 |
| 4.1 Introducción.   | 18 |
| 4.1.1 Técnicas de los SPM.  | 19 |
| 4.2 Microscopio de fuerza atómica (AFM).                                    | 21 |
| 4.2.1 Modo de contacto.   | 23 |
| 4.2.2 Modo no contacto (NC-AFM).  | 26 |
| 4.2.3 Principios de trabajo en modo no contacto.                            | 27 |
| 4.3 Otras técnicas disponibles en AFM.                                      | 29 |
| 4.3.1 Microscopía de contacto intermitente (IC-AFM).                        | 30 |
| 4.3.2 Microscopía de fuerza magnética (MFM).                                | 30 |
| 4.3.3 Microscopía de fuerza lateral (LFM).                                  | 31 |
| 4.3.4 Microscopía de fuerza modulada (FMM).                                 | 32 |
| 4.4 El dispositivo piezoeléctrico.  | 33 |
| 4.5 Histéresi.  | 33 |
| 4.6 Arrastre.   | 34 |
| 4.7 Deflexión vertical.   | 35 |
| <br>  |    |
| <b>Capítulo 5. Procedimiento experimental.</b>                              | 37 |
| 5.1 Introducción.   | 37 |
| 5.2 Aleación de aluminio.   | 37 |
| 5.3 Tratamiento térmico.  | 38 |
| 5.4 Preparación de muestras.  | 40 |
| 5.5 Microscopía electrónica de barrido.                                     | 41 |
| 5.6 Microscopía de fuerza atómica.  | 41 |
| 5.7 Ensayos de microdureza Vickers.   | 44 |
| <br>  |    |
| <b>Capítulo 6. Resultados y discusión.</b>                                  | 46 |
| 6.1 Análisis de los tratamientos térmicos.                                  | 46 |
| 6.2 Análisis en las muestras solubilizadas y tratadas a 350°C por 24 horas. | 47 |

|   |           |
|---|-----------|
| 6.3 Análisis en las muestras solubilizadas y tratadas a 175°C por 24 horas. | 48        |
| 6.4 Análisis en las muestras solubilizadas y tratadas a 175°C por 8 horas.  | 49        |
| 6.5 Relación entre dureza y tratamiento de precipitación.                   | 49        |
| <b>Capítulo 7. Conclusiones y recomendaciones.</b>                          | <b>68</b> |
| 7.1 Conclusiones.   | 68        |
| 7.2 Recomendaciones.  | 69        |
| <b>Referencias.</b>   | <b>70</b> |
| <b>Lista de Figuras.</b>  | <b>73</b> |
| <b>Lista de Tablas.</b>   | <b>75</b> |
| <b>Resumen Autobiográfico.</b>  | <b>76</b> |

# RESUMEN

Este trabajo consistió en el desarrollo de una técnica para la caracterización de los precipitados en una aleación de aluminio por medio de microscopía de fuerza atómica. La aleación utilizada fue la 6061 que contiene como principales elementos al magnesio y al silicio.

Para cumplir con este objetivo se trataron térmicamente las diferentes muestras a analizar, primero se realizó el solubilizado por 2 horas a 350°C, que fue el mismo para todas las muestras, posteriormente se envejecieron por 8 y 24 horas a 175°C, además de un tratamiento de recocido por 24 horas a 350°C. Se aplicaron estos tratamientos para analizar el comportamiento de precipitación a diferentes procesos térmicos. Una vez que se dio el tratamiento térmico a las muestras, se realizó la caracterización por microscopía electrónica de barrido (SEM), que consiste en identificar los precipitados por medio de análisis de imágenes y análisis químico. De esta forma se identificaron las partículas por su morfología para después ser analizadas por microscopía de fuerza atómica (AFM).

Se escogió el AFM para dicha caracterización por las ventajas que éste presenta en la obtención de imágenes. Una de estas ventajas es la resolución, se puede obtener en el orden de unos pocos Å, lo que permite ver partículas extremadamente pequeñas. La preparación de muestras es bastante sencilla, también se encuentra que hay técnicas en AFM como lo es la microscopía de fuerza lateral (LFM), que permite distinguir diferentes propiedades en el material, lo que es de gran utilidad ya que permite identificar cuando existe un cambio en el coeficiente de fricción que es causado por la falta de homogeneidad en el material.

Se considera que la caracterización es exitosa, puesto que se logro caracterizar la morfología de los precipitados  $\beta'$  y  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Si presentes en la aleación 6061, encontrándose así una aplicación bastante útil para está técnica.

# CAPITULO 1

## Introducción.

Los aleaciones de la serie 6xxx (Mg-Si) no están entre las aleaciones de aluminio más resistentes, pero éstas representan una gran parte de los productos de aluminio en el mundo (~20%). En 1989, cerca del 90% del tonelaje extruido en el este de Europa fueron aleaciones de Mg-Si [18]. Estas aleaciones presentan un dramático incremento en la resistencia que es causado por precipitados formados por tan solo 1% de peso de Mg y Si que se adiciona al aluminio.

Este mejoramiento en las propiedades se da a través de un tratamiento térmico llamado endurecimiento por envejecimiento, el cual puede ser en forma natural o artificial, el tratamiento de envejecido de forma natural es el que permite que los elementos precipiten dejando la aleación a temperatura ambiente y en condiciones estables, mientras que el envejecido artificial es aquel en el cual se calienta el material a una temperatura superior a la ambiente para acelerar el proceso de formación y de distribución de precipitados, este tratamiento térmico se hace después de un solubilizado para que el proceso de envejecido se de en una forma homogénea.

Una técnica utilizada en la caracterización de estos precipitados es la microscopía electrónica de transmisión (TEM), que tiene la ventaja de que se pueden ver patrones de difracción , además podemos observar partículas que miden nanómetros , la desventaja que se observa es que la muestra tiene que ser bastante pequeña por lo que hace que este método de caracterización sea algo complicado por el hecho de que el análisis de una sola muestra, tal vez no sea lo suficientemente representativo por lo que puede ser necesario hacer varios análisis, sobre todo en la caracterización de precipitados que miden nanómetros.

La microscopía de fuerza atómica (AFM) es una técnica de análisis que tiene una resolución que nos permite ver partículas por el orden de los Å y cuenta con un modo de operación bastante sencillo, además se puede decir que la preparación de muestras para el caso en particular de la caracterización de precipitados no es más que un pulido a acabado espejo. Esta técnica permite ver imágenes en tres dimensiones por lo que se puede tener una idea más real de la geometría de los elementos analizados, cosa que no se obtiene por medio del TEM. Se encuentra que la AFM es una técnica muy interesante que puede ser aplicada en la caracterización de precipitados. Al utilizar el microscopio electrónico de barrido (SEM) en complemento con el AFM se obtiene información bastante útil de los precipitados, como lo es su morfología, dimensiones y distribución, además de los elementos que los componen.



# **CAPITULO 2**

## **El aluminio y sus aleaciones.**

### **2.1 Introducción.**

La cantidad de aluminio que se produce en el mundo ocupa el segundo lugar después del acero y se podría decir que las reservas de materias primas no bauxíticas en la corteza terrestre son inmensas. El aluminio constituye el 7.5% de la corteza terrestre (capa superficial formada principalmente por silicio y aluminio, denominada sial). Cada 1/12 de trozo de tierra es alúmina. La bauxita se encuentra principalmente en áreas tropicales o sub-tropicales como Africa, el este de India, Sudamérica y Australia. Existen también depósitos en Europa.

El aluminio fue descubierto por Hans Christian Oersted en Dinamarca en 1825 (1,2) pero la producción de aluminio empezó en 1854 y desde entonces ha habido un gran aumento en la producción de este metal, a tal grado que el incremento de aluminio por año es tres veces mayor que el del acero. En 1886 Martin Hall desarrolló el proceso de reducción de óxido de aluminio para la obtención del aluminio por electrólisis, el desarrollo de este proceso es importante debido a que es difícil la extracción del aluminio de la alúmina,  $Al_2O_3$ , porque se encuentran fuertemente enlazados.

El aluminio es un material suave de peso ligero. Combinado con pequeñas cantidades de otros materiales como hierro, silicio, zinc, cobre, magnesio, estaño, titanio, litio, cromo, tungsteno, magnesio, níquel, circonio y boro es posible producir un arreglo de aleaciones con propiedades específicas para muy diferentes propósitos.

El aluminio puede ser muy fuerte, ligero, dúctil y maleable. Es un excelente conductor de calor y la electricidad. El aluminio pulido tiene la más alta reflectividad de

cualquier material, inclusive que la de un espejo de vidrio. Este puede ser fundido, laminado o extruído en una variedad infinita de formas. Tiene propiedades únicas de barrera como material de empaque, resiste la corrosión y puede ser reciclado una y otra vez sin pérdidas en la calidad o en propiedades.

Las tendencias presentes en la industria del aluminio en el mundo consisten en aplicar este metal en transporte, industria de la construcción, empaques, transporte de energía eléctrica, entre otros, y esta tendencia se incrementa en mayor grado que otros metales.

Estas son algunas de las principales propiedades del aluminio:

|   |                       |
|---|-----------------------|
| Número atómico                              | 13                    |
| Masa atómica relativa                       | 26.98                 |
| Estructura cristalina                       | FCC                   |
| Punto de fusión                             | 660°C                 |
| Punto de ebullición                         | 2520°C                |
| Densidad                                    | 2.7 g/cm <sup>3</sup> |
| Módulo de elasticidad                       | 70 GPa.               |
| Conductividad térmica (20-100°C)            | 238 W/mK              |
| Coefficiente de expansión térmica (0-100°C) | 10 <sup>-6</sup> 1/K  |
| Resistividad eléctrica a 20°C               | 2.67 μohm/cm          |

El aluminio es uno de los metales menos nobles debido a su gran afinidad por el oxígeno por lo cual algunas veces se usa como agente reductor. También por tener esa gran afinidad, se forma fácilmente su óxido, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, que es muy estable. El aluminio se oxida más fácilmente que los demás metales, pero la delgada capa que se forma sobre su superficie es muy compacta y lo protege. Este fenómeno se conoce como pasivación del aluminio. Lo cual hace que este material tenga gran aplicación en la industria por su cualidad de no corroerse tan fácilmente.

## **2.2 Clasificación de las aleaciones de aluminio**

Existen dos grupos en que se clasifican los productos obtenidos de aluminio, estos son: los trabajados, que son más del 85%, y los directamente vaciados a piezas o en lingotes. Ambos grupos están registrados por la Aluminum Association dentro del estándar de aluminio y su tratamiento en Estados Unidos.

### **2.2.1 Clasificación de aleaciones de aluminio trabajadas.**

La ANSI asigna cada aleación trabajada en un número de cuatro dígitos. El primero de ellos se refiere al principal elemento de aleación. Basados en esto existen los siguientes grupos de aleaciones: serie 1xxx aluminio sin alear (con un 99% mínimo de pureza), serie 2xxx con cobre como elemento principal de aleación, serie 3xxx con magnesio, serie 4xxx con silicio, serie 5xxx con magnesio, serie 6xxx con magnesio y silicio, serie 7xxx con zinc y en algunos casos magnesio, serie 8xxx para otros elementos y serie 9xxx para aleaciones inusuales.

El tercer y cuarto dígito son significativos en la serie 1xxx, pero no en otras aleaciones. En las aleaciones 1xxx, la pureza mínima del aluminio se muestra por esos dígitos, por ejemplo la 1150 significa una pureza del aluminio del 99.50%. En las series del 2xxx al 8xxx, el tercer y cuarto representan el número consecutivo de la aleación, por ejemplo las aleaciones 6060 y 6061 son diferentes entre si. El segundo dígito en la designación indica la modificación en la aleación, si es cero significa que es una aleación original, si es entre el 1 y el 9 indica modificaciones menores a la primera.

### **2.2.2 Clasificación de aleaciones de aluminio vaciadas.**

La ANSI emplea cuatro números para las aleaciones vaciadas, pero incorpora un punto decimal antes del último para marcar la diferencia del vaciado ya sea directo o en lingote. El primer dígito indica el grupo de la aleación. Para las series del 2xx.x al 9xx.x, el grupo de aleación es determinado por el elemento de aleación presente en mayor

porcentaje. El grupo 1xx.x pertenece al aluminio sin alear, en la serie 2xx.x el cobre es el elemento de mayor aleación, en la serie 3xx.x es el silicio con cobre o magnesio, en la 4xx.x es el silicio, en la 5xx.x es el magnesio, la 6xx.x no se usa, en la serie 7xx.x es el zinc, en la 8xx.x el titanio y la 9xx.x otros elementos. El segundo y tercer dígito indica en la serie 1xx.x el porcentaje mínimo de pureza que excede al 99%, en las series de la 2xx.x a la 9xx.x no tienen especial significado sirviendo únicamente para identificar diferentes aleaciones en el grupo. El último dígito que está a la derecha del punto decimal se refiere a la forma del producto, xxx.0 indica que fue directamente vaciada en el molde y la xxx.1 que lo fue en lingote. Si la aleación fue modificada o tiene ciertas impurezas se indica con un serial de letras procediendo a la designación de la aleación. La designación de las letras se hace en secuencia alfabética omitiendo las letras I, O, Q y X. La letra X se reserva para aleaciones experimentales.

## 2.3 Aplicaciones.

Las aplicaciones del aluminio son muy extensas, se encuentra procesado de diferentes formas ya sea laminado, extruído, vaciado y forjado y se obtienen una gran variedad de productos.

**Aluminio laminado.** Se encuentran típicamente aleaciones de aluminio-hierro-silicio. También se utilizan las de manganeso y magnesio. El aluminio de alta pureza (99.99 %) se utiliza en partes especiales de automóvil y en productos eléctricos. En general se encuentran productos laminados en componentes eléctricos y de ingeniería, intercambiadores de calor, microcomponentes, recipientes para almacenamiento de químicos, en manejo y empaque de alimentos, incluyendo latas.

**Aluminio extruído.** La aleación más típicamente usada es aluminio-magnesio-silicio para propósitos generales y algunas otras aleaciones para alta resistencia. Se utiliza en partes ligeras de uso aeroespacial, trenes, carros, barcos edificios, iglesias y señales de tráfico.

**Aluminio vaciado.** En general las aleaciones más utilizadas son de aluminio-cobre-silicio. Se producen componentes ligeros para autos, aviones, barcos y naves espaciales, componentes de ingeniería donde se requiere de peso ligero y resistencia a la corrosión.

## **CAPITULO 3**

# **Tratamientos térmicos en aleaciones de aluminio.**

### **3.1 Introducción.**

Los principios que gobiernan los tratamientos térmicos para metales y aleaciones son aplicables para ferrosos y no ferrosos. De cualquier forma en la práctica hay suficientes diferencias que hacen conveniente enfatizar como casos por separado las particularidades de cada aleación para la respuesta del tratamiento térmico.

Un tratamiento térmico en su mejor sentido, se refiere a cualquier operación de calentamiento o enfriamiento, los cuales se han impartido ante la necesidad de cambiar las propiedades mecánicas, microestructura o esfuerzos residuales de un producto metálico. Cuando el término es aplicado a aleaciones de aluminio su uso frecuentemente es restringido a operaciones específicas empleadas para incrementar la resistencia y la dureza de aleaciones trabajadas y fundidas endurecibles por precipitación. Estas usualmente son referidas como aleaciones tratables térmicamente para distinguir aquellas aleaciones que se les puede dar un significativo incremento en la resistencia por calentamiento o enfriamiento.

Examinando los tratamientos térmicos usados en aleaciones no ferrosas se encuentra una amplia variedad de procesos utilizados. Por ejemplo el recocido después del trabajo en frío, es un tratamiento térmico muy importante para aleaciones no ferrosas ya que ayuda al proceso de precipitación. También es importante el proceso de difusión ya que es el mecanismo por el cual se acelera el movimiento de las vacancias al incrementarse la temperatura.

## 3.2 Difusión en aleaciones.

Cuando dos metales o aleaciones se ponen en contacto, las vacancias comienzan a emigrar a través del contacto con la interfase y se da el fenómeno de difusión. Tiene que haber cierta solubilidad entre un metal y otro, de tal modo que, cuando la cantidad de un metal difundido en el otro sobrepasa el límite máximo de solubilidad comienza a darse la precipitación de una segunda fase.

### 3.2.1 Ley de Fick de difusión.

La relación matemática que conecta la concentración de la difusión de especies con la distancia es la ley de Fick, una ecuación fenomenológica la cual enlaza los datos de difusión. La primera ley de Fick establece que el flujo de difusión,  $J$  (difusión en una dimensión) está dado por

$$J = -D(dC/dX) \quad (3.1)$$

donde  $C$  es concentración y  $X$  es distancia.  $D$  es una constante a una temperatura dada, pero puede depender de la concentración; y es llamado coeficiente de difusión o difusividad.

Al introducir la variable temperatura como dependiente de la velocidad de difusión se encuentra un comportamiento de forma exponencial, el cual está dado por:

$$D = D_0 e^{-B/T} \quad (3.2)$$

donde  $D_0$  y  $B$  son constantes y  $T$  es la temperatura absoluta. Tratamientos teóricos muestran que la expresión (3.2) debe escribirse de la siguiente forma:

$$D = D_0 e^{-Q/RT} \quad (3.3)$$

donde  $R$  es la constante de los gases ideales y  $Q$  la energía de activación para el proceso de difusión.  $Q$  refleja la energía requerida para mover una vacancia sobre una barrera de un sitio de la red a otro; la barrera está asociada de tal forma que los átomos deben vibrar con suficiente amplitud para romper la barrera vecina más cercana con el objetivo de moverse a las nuevas posiciones atómicas.

### **3.3 Clasificación de los tratamientos en aluminio y aleaciones.**

La designación para un tratamiento básico consiste en una letra individual mayúscula. La subdivisión de los tratamientos básicos se indica con uno o más dígitos siguiendo a la letra, esos dígitos designan una secuencia específica de tratamientos que producen una combinación de propiedades en el producto.

La designación para los tratamientos más comunes y su secuencia de operación usada para producir esos tratamientos se muestra a continuación.

|    |  |
|----|--|
| O  | Recocido.  |
| F  | Como se fabricó.   |
| W  | Tratamiento de solubilidad.  |
| H  | Endurecimiento por deformación.  |
| H1 | Solamente endurecido por deformación.  |
| H2 | Endurecido por deformación y recocido parcialmente.                                      |
| H3 | Endurecido por deformación y estabilizado.   |
| T  | Tratamiento de solubilización.   |
| T1 | Enfriado directamente de un proceso de formado de alta temperatura y envejecido natural. |
| T2 | Enfriado directamente de un proceso de formado a alta temperatura.                       |
| T3 | Tratamiento de solubilización, trabajado en frío y envejecido naturalmente.              |
| T4 | Tratamiento de solubilización y enfriamiento rápido.                                     |
| T5 | Enfriado directamente de un proceso de formado y envejecido artificial.                  |



- T6 Tratamiento de solubilización y envejecido artificial.
- T7 Tratamiento de solubilización sobreenvejecido o estabilizado.
- T8 Tratamiento de solubilización, trabajado en frío y envejecido artificial.
- T9 Tratamiento de solubilizado, envejecido artificial y trabajado en frío.
- T10 Enfriado directamente de un proceso de formado a altas temperaturas, trabajado en frío y envejecido artificial.

### **3.4. Aleaciones comerciales tratables térmicamente.**

Las aleaciones comerciales tratables térmicamente son, con poca excepción, sistemas binarios o cuaternarios con respecto a los solutos involucrados en la mejora de la resistencias por precipitación. Las aleaciones comerciales cuya resistencia y dureza pueden ser significativamente incrementados por tratamiento térmico incluyen las series trabajadas 2xxx, 6xxx y 7xxx y aleaciones vaciadas 2xx.0 3xx.0 y 7xx.0. Algunas de éstas contienen solamente cobre o cobre y silicio, como los principales aleantes.

Muchas de las aleaciones tratables térmicamente tienen adiciones de magnesio con uno o más de los elementos cobre, silicio y zinc. Las aleaciones de la serie 6xxx contienen silicio y magnesio aproximadamente en las proporciones requeridas para formar silisuro de magnesio ( $Mg_2Si$ ). Sin embargo no son tan fuertes como muchas aleaciones de la serie 2xxx y 7xxx, las series 6xxx tienen buena formabilidad, soldabilidad, maquinabilidad y resistencia a la corrosión a una resistencia media.

### **3.5. Incremento de la resistencia por tratamiento térmico.**

El tratamiento térmico para incrementar la resistencia en aleaciones de aluminio consiste en tres pasos:

1. Tratamiento de solubilización: Disolución de los elementos solubles.
2. Enfriamiento rápido: Obtención de una solución sólida sobresaturada.

3. Endurecimiento por envejecimiento: Precipitación de fases metaestables a partir de la solución sobresaturada a temperatura ambiente (envejecido natural) o a temperaturas superiores a la ambiente (envejecimiento artificial o tratamiento de precipitación).

### **3.5.1 Tratamiento de solubilización.**

Para tomar ventaja de una reacción de endurecimiento por precipitación es necesario producir una solución sólida. El proceso por el cual esto se lleva a cabo se llama tratamiento de solubilizado y su objetivo es llevar a solución las cantidades máximas disponibles de los elementos aleantes que permitan incrementar la dureza en la aleación. El proceso consiste en calentar la aleación a una temperatura lo suficientemente alta y por un tiempo determinado para darle una homogeneidad a la solución sólida.

La temperatura comercial nominal de un tratamiento de solubilizado, está determinada por los límites de composición de la aleación y una permitida variación de temperatura no intencional. Aunque los intervalos normalmente listados permiten variaciones de  $\pm 6^{\circ}\text{C}$  de la temperatura nominal, algunas aleaciones altamente aleadas, de dureza controlada o alta resistencia, requieren que la temperatura sea controlada dentro de límites más estrictos.

El tiempo requerido a la temperatura del tratamiento de solubilizado para un satisfactorio grado de solución de los elementos no disueltos, o de los constituyentes de la fase precipitada para lograr una buena homogeneidad es función de la microestructura previa al tratamiento térmico. Este tiempo puede variar desde menos de un minuto para hojas delgadas hasta como mucho 20 horas para fundiciones en grandes moldes de arena o yeso.

### **3.5.2 Enfriamiento rápido.**

El enfriamiento rápido es en muchas ocasiones el paso de operación más crítico. El objetivo del enfriamiento es preservar la solución sólida formada a la temperatura del tratamiento de solubilizado a través de una rápida caída de temperatura, usualmente cerca de la ambiente. Esto no sólo aplica a átomos del soluto retenidos, sino también a cierto número mínimo de sitios vacantes en la red que ayudan a promover la difusión a baja temperatura requerida para la formación de zonas y precipitados. Los átomos que precipitan en cualquier borde de grano, dispersos u otras partículas que migran tal como las vacancias con extrema rapidez a regiones desordenadas, son irrecuperablemente perdidos para propósitos prácticos y fracasan en el reforzamiento de la aleación.

En muchos casos para evitar aquellos tipos de precipitados que son perjudiciales para las propiedades mecánicas o la resistencia a la corrosión, la solución sólida formada durante el tratamiento de solubilizado debe ser enfriada muy rápidamente (sin interrupción) para producir una solución sólida sobresaturada a temperatura ambiente, que es la óptima condición para el endurecimiento por precipitación.

### **3.5.3 Endurecimiento por envejecimiento.**

Después de un tratamiento de solubilizado y de un enfriamiento rápido el endurecimiento se hace a temperatura ambiente (envejecido natural) o con un tratamiento térmico de precipitación (envejecido artificial) el cual tiene un intervalo usualmente de 100 a 200°C. Las temperaturas y tiempos de envejecimiento son generalmente menos críticos que en la operación de solubilizado y dependen de cada aleación en particular.

En algunas aleaciones se presenta suficiente precipitación en unos pocos días a temperatura ambiente para permitir productos estables con propiedades que son adecuadas para muchas aplicaciones. Estas aleaciones a veces son tratadas

térmicamente por precipitación para proveer un incremento en la resistencia y dureza en productos trabajados y fundidos. Otras aleaciones con baja reacción de precipitación a temperatura ambiente se les da siempre un tratamiento térmico de precipitación antes de usarse.

En algunas aleaciones el trabajo en frío de materiales solubilizados y enfriados rápidamente hasta la temperatura ambiente incrementa grandemente su respuesta a tratamientos térmicos de precipitación posteriores. Se ha tomado ventaja de este fenómeno laminando o extruyendo para producir mejores propiedades mecánicas. De cualquier forma, si las elevadas propiedades son adecuadas para el diseño, el tratamiento de recocido puede ser evitado.

### **3.6 Secuencia de precipitación en aleaciones de Al-Mg-Si.**

Las aleaciones de Al-Mg-Si son un importante grupo de aleaciones, ampliamente usadas tanto en fundición como trabajadas. Las aleaciones son envejecidas y tratadas térmicamente rutinariamente en la condición T6 para obtener una resistencia adecuada.

La respuesta al tratamiento de envejecido de las aleaciones es muy significativa, por lo tanto, el control de la precipitación durante un tratamiento térmico es crítico para lograr un óptimo resultado en la aleación.

En recientes estudios [4] se propuso que la secuencia de precipitación es:

Aglomeraciones de átomos de Si → zona GP-I → zona GP-II/ $\beta''$  →  $\beta'$  →  $\beta$ Mg<sub>2</sub>Si

La aglomeración de átomos disueltos de Si es propuesta para explicar las observaciones indirectas de una reacción de precipitación que ocurre inicialmente en la secuencia de envejecimiento. La reacción libera calor que puede ser detectado con técnicas de análisis térmico produciendo picos exotérmicos en temperaturas del orden de ~20°C y 120°C en análisis térmico. Esto también cambia la resistencia eléctrica de

las aleaciones y, por lo tanto, puede detectarse usando medidores de resistividad. Se observa un incremento en la resistencia en un intervalo de temperatura similar a la del pico exotérmico.

Dutta y Allen [6] propusieron que los efectos observados son el resultado de la aglomeración de átomos de Si. De cualquier forma, esto varía con respecto a las observaciones para aleaciones de Al-Si, en las cuales ni el pico exotérmico ni el incremento en resistividad se observó. Es más aceptable que átomos de Mg se muevan a aglomeraciones de átomos de Si que se forman inmediatamente después del enfriamiento, produciendo los efectos térmicos y de resistencia observados. En aleaciones de Al-Si se piensa que los átomos de Si van acompañados de vacancias y son condensados durante e inmediatamente después del enfriamiento y es probable que el proceso también ocurra en aleaciones Al-Mg-Si. Gupta y Lloyd [7] encuentran que el pico exotérmico puede consistir de dos picos sobrepuestos, indicando la posible presencia de una segunda reacción de precipitación.

Existen también dudas con respecto a los precipitados que se forman en la siguiente etapa de precipitación. Smith [8] y Cordier y Gruhl [9] reportaron que los precipitados son de forma esférica, de cualquier forma Dutta y Allen [6] designaron las zonas GP-I de precipitación, sin embargo no se ha obtenido evidencia concerniente a la estructura cristalina de estos precipitados. La composición de estas aglomeraciones iniciales y precipitados es desconocida.

Los precipitados  $\beta''$  han sido tema de mucho interés. Los precipitados que tienen forma de aguja y se alinean a lo largo de  $\langle 100 \rangle_{\text{Al}}$ , primero fueron descubiertos por análisis de rayos X y subsecuentemente observados por TEM [8-14]. Varían entre 200 y 1000 Å de largo y son de ~60 Å de diámetro [10]. Forman líneas paralelas a la dirección  $\langle 100 \rangle_{\text{Al}}$  en patrones de difracción obtenidos con el haz paralelo a  $\langle 001 \rangle_{\text{Al}}$  [10]. Este precipitado es predominante en aleaciones endurecidas al máximo [12-14].

Varias estructuras cristalinas han sido propuestas para el precipitado  $\beta''$ ; monoclnica con  $a=c=6.16 \text{ \AA}$ ,  $b=7.1 \text{ \AA}$  y  $\beta=82^\circ$  [15]; monoclnica con  $a=3.0 \text{ \AA}$ ,  $b=3.3 \text{ \AA}$  y  $c=4.05 \text{ \AA}$  [9]. No se ha intentado determinar la composici3n de esos precipitados.

Los precipitados  $\beta'$  se forman despu3s de los precipitados  $\beta''$  en la secuencia de envejecimiento. Tienen la forma de barras y se alinean a lo largo de  $\langle 100 \rangle_{Al}$  [16, 21-25]. La estructura determinada por Jacobs [11] es hexagonal con  $a=7.05 \text{ \AA}$  y  $c=4.05 \text{ \AA}$ . Esto se comprob3 subsecuentemente por HRTEM y microdifracci3n de rayos X [3, 27]. Se ha intentado obtener la composici3n de esta fase tambi3n, los resultados no son concluyentes. Lynch y coautores [16], usando EDS, determinaron que la proporci3n at3mica de Mg:Si era mucho menos que 2:1 y posiblemente tan bajo como 0.44. Matsuda et al. [17] uso EDS para obtener la proporci3n de Mg:Si de 1.68.

La fase  $Mg_2Si$  se forma como plaquetas, permaneciendo en lo planos  $\{100\}_{Al}$  [11]. La estructura ha sido bien caracterizada como la estructura anti-fluorita c.c.c con  $a=6.39 \text{ \AA}$ .

En la tabla 3.1, se muestra la secuencia de transformaci3n de precipitaci3n [3].

Tabla 3.1. Evoluci3n de fases en la aleaci3n cuasibinaria Mg-Si.

| Secuencia de transformaci3n de precipitaci3n    | Tipo de estructura cristalina | Tama3o (nm)    | Composici3n    |
|---|-------------------------------|----------------|----------------|
| Aglomeraciones de Si y un poco de Mg            | desconocida                   | desconocido    | Si(Mg)         |
| Aglomeraciones conteniendo Si y Mg              | desconocida                   | desconocido    | Mg/Si<1        |
| Zonas GP-I esf3ricas coherentes                 | desconocida                   | ~1-3           | Mg/Si~1        |
| Zonas GP-II semi-coherentes ( $\beta''$ agujas) | monoclnica                    | ~4 x 4 x 50    | Mg/Si $\geq$ 1 |
| Barras $\beta'$ (y barras B')                   | hexagonal                     | ~20 x 20 x 500 | Mg/Si~1.7      |
| Placas $\beta$ - $Mg_2Si$                       | C3bica                        | micrones       | Mg/Si=2        |

La fase B' es observada en aleaciones con exceso de Si en relaci3n a Al- $Mg_2Si$ . Este contiene m3s Si que la fase  $\beta'$

# **CAPITULO 4**

## **Microscopía de fuerza atómica.**

### **4.1 Introducción.**

En los primeros años de la década de los 80 los microscopios englobados bajo la denominación de scanning probe microscopes (SPM) deslumbraban al mundo con la primera imagen real en el espacio de una superficie de silicio. Actualmente los SPM son usados en una amplia variedad de disciplinas, incluyendo fundamentalmente los análisis de la topografía de las superficies, análisis rutinarios de rugosidad y en espectaculares imágenes en tres dimensiones (desde átomos de silicio hasta micrométricas protuberancias en la superficie de células biológicas con vida).

Los SPM basan su operación en la interacción entre una punta y la superficie de una muestra que se encuentran separadas entre sí unos pocos nanómetros. El principio de operación descansa sobre la dependencia de la interacción entre punta y muestra con la distancia entre ambos, esta interacción se debe mantener constante conforme la primera se desplaza sobre la segunda, mediante un sistema electrónico de retroalimentación. Finalmente, gracias a un sistema piezoeléctrico que, conjuntamente con la punta, realiza el mapeo de la topografía superficial de la muestra sin tocarla o dañarla.

Los SPM son herramientas con un amplio y dinámico universo para obtener imágenes con una resolución sin precedentes en tres dimensiones. En algunos casos los SPM pueden medir propiedades físicas, tales como conductividad en las superficies, distribución de carga estática, cambios en fricción en diferentes regiones de una superficie, dominios magnéticos y módulo elástico. Como resultado las aplicaciones de los SPM son muy diversas.

Las mayores aplicaciones de los SPM se concentran hoy en día en el campo de la biología y en el estudio de los semiconductores, así como de recubrimientos. Los SPM cuentan con numerosas técnicas que, en el estudio de los metales, se encuentran muy poco aplicadas y en el estudio de la metalografía se encuentran pocas referencias en la literatura [23]. Sin embargo estos microscopios poseen innumerables posibilidades que pueden ser explotadas en el estudio metalográfico de toda la gama de metales, teniendo en cuenta las características con las que se puede obtener valiosa información, que con otros métodos convencionales no es posible o se hace más difícil de obtener.

Los problemas más comunes en el uso de estas técnicas es como distinguir características genuinas de artefactos experimentales en las imágenes observadas, como mejorar la resolución de la imagen, como recolectar una información experimental comprensiva y como interpretar las imágenes observadas.

Estas técnicas han experimentado, a partir de los logros alcanzados por el microscopio de efecto túnel (STM), un gran desarrollo, permitiendo el estudio de una gran variedad de sistemas que, como se verá, sobrepasan los límites de una microscopía limitada a la mera caracterización morfológica. El desarrollo de la instrumentación, su disponibilidad y su moderado precio han acelerado su uso y demostrado su gran potencial en la caracterización de superficies.

#### **4.1.1 Técnicas de los SPM**

Los SPM son microscopios que pertenecen a la familia de los instrumentos usados para estudiar las propiedades de las superficies en materiales desde el nivel atómico hasta el nivel micrométrico. Todos los SPM cuentan con los componentes ilustrados en la figura 4.1



1. Un sistema que controla la posición vertical de la aguja.
2. Medidor de la posición vertical de la aguja.
3. Una aguja.
4. Un sistema simple de posicionamiento para mantener la aguja cerca de la muestra.
5. Un dispositivo piezoeléctrico que mueve la muestra bajo la aguja durante el barrido.
6. Un sistema computarizado que guía al dispositivo piezoeléctrico, colecta los datos y convierte los datos en una imagen.

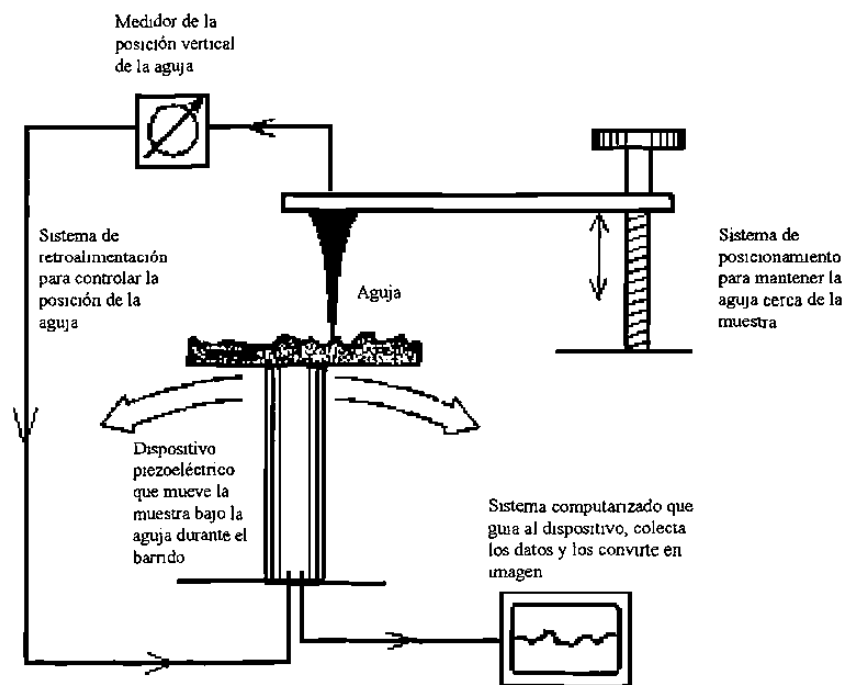


Figura 4.1 Esquema generalizado de un SPM

Los SPM derivan en una gran familia de microscopios, entre ellos los más importantes son:

- Microscopios de fuerza atómica (AFM, Atomic Force Microscope)
- Microscopios de efecto túnel (STM, Scanning Tunneling Microscope)

Para este trabajo sólo se explicará el modo de operación del AFM ya que es el que se utilizó en los experimentos.

## 4.2 Microscopio de fuerza atómica (AFM).

El microscopio de fuerza atómica, AFM es una invención muy reciente desarrollada por Gerd Binnig y su grupo en 1986 [20] y vence una de las limitaciones más restrictivas del STM, la imposibilidad de visualizar la superficie de materiales no conductores. Además de las mismas ventajas que ofrece en STM, ofrece la posibilidad de obtener imágenes topográficas mucho más parecidas a las de un perfilómetro.

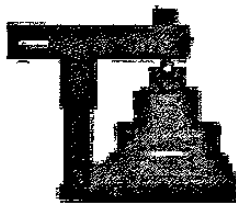


Figura 4.2

La estructura del AFM consiste en un bloque óptico y un cabezal. El bloque óptico consta de un lente objetivo de 10X ó 50X, éste sirve para enfocar el área donde se quiere posicionar el cantilever sobre la muestra, además de una base que con un par de tornillos que permiten mover el cabezal en dos direcciones (X, Y).

En el cabezal se encuentra el motor que mueve el mecanismo en la dirección Z, los tornillos de alineamiento, un láser, espejos, un fotodetector posicional de dos o cuatro cuadrantes y el dispositivo piezoeléctrico que realiza el barrido, sobre el cual se monta la muestra y es presentado en la figura 4.3

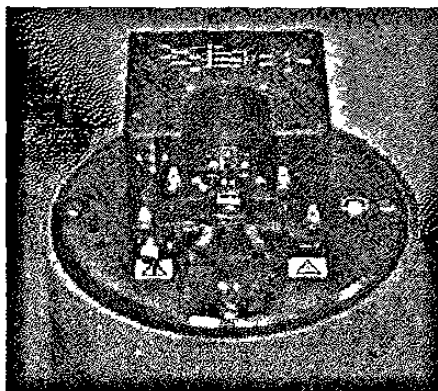


Figura 4.3 Cabezal

El AFM realiza un barrido en la superficie de una muestra con una pequeña y fina aguja, la cual, por lo general, tiene un par de micrómetros de largo y menos de 100 Å de diámetro. La aguja está localizada en el extremo libre del cantilever el cual posee de 100 a 200  $\mu\text{m}$  de longitud, figura 4.4.

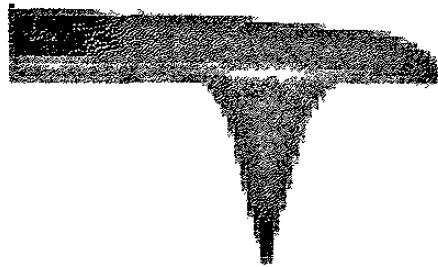


Figura 4.4 Imagen de una aguja bajo el cantilever

Las fuerzas entre la aguja y la superficie de la muestra causan que el cantilever se flexione. Un fotodetector mide la flexión del cantilever cuando la aguja está realizando el barrido sobre la superficie y estos datos son enviados a la computadora con el fin de generar un mapa de la topografía de la superficie.

Una serie de fuerzas contribuyen a la flexión del cantilever. Las fuerzas que comúnmente se asocian con mayor importancia con la microscopía de fuerza atómica corresponden a las fuerzas interatómicas conocidas como de Van der Waals. La dependencia entre éstas y la distancia de separación entre la aguja y la superficie se muestran en la figura 4.5.

En el régimen de contacto el cantilever está separado de la superficie de la muestra sólo unos pocos Å y la fuerza de interacción entre la muestra y el cantilever es repulsiva.

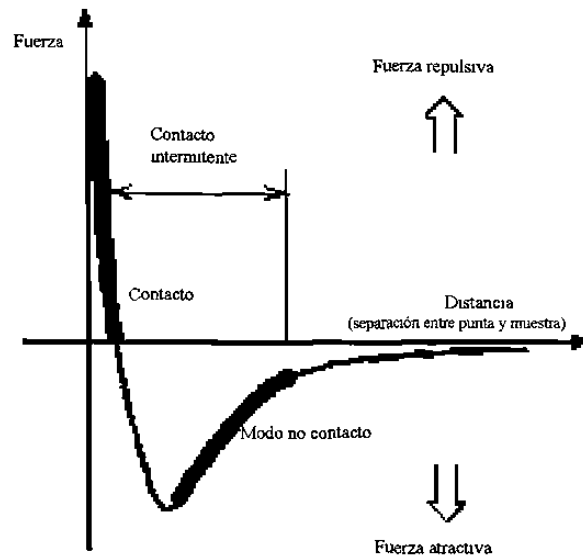


Fig. 4.5 Curva interatómica de fuerza contra distancia

En el modo de no contacto el cantilever se encuentra a una cierta distancia de la superficie de la muestra, en el orden de 10 a 100 Å y la fuerza interatómica entre la muestra y la aguja es atractiva.

#### 4.2.1 Modo de contacto

En el modo de contacto, también conocido como modo repulsivo, la aguja hace un suave contacto físico con la muestra. El dispositivo piezoeléctrico se mueve en las direcciones X o Y haciendo que la aguja haga un barrido sobre la superficie, las fuerzas de contacto causan que el cantilever se doble acomodándose a los cambios en topografía.

Para examinar el escenario anteriormente descrito es mucho mejor referirse a la curva de la figura 4.5. En el lado derecho de la curva los átomos se encuentran separados a una larga distancia.

A medida que los átomos gradualmente se van acercando la primera reacción es atraerse unos a otros. Dicha atracción se incrementa hasta que los átomos se encuentran muy próximos entre sí y sus electrones comienzan a repelerse unos a otros electrostáticamente. La repulsión electrostática supera las fuerzas atractivas conforme la separación continua decreciendo. Las fuerzas tienden a cero cuando la distancia entre los átomos es de un par de Å. Cuando las fuerzas de Van der Waals son positivas entonces los átomos estarán en contacto.

La pendiente de la curva de Van der Waals es muy pronunciada en el modo de contacto, como resultado el balance de las fuerzas se opone a cualquier fuerza que tienda a empujar la aguja hacia la muestra, el cantilever se doblará de acuerdo a la fuerza que se genere entre los átomos de la aguja y los que se encuentren en la superficie de la muestra. Por ejemplo si se diseña un cantilever que ejerza grandes fuerzas sobre la muestra, la separación entre la aguja y la muestra no decrecerá mucho, sin embargo la superficie de la muestra será deformada. Este principio es utilizado para la nanolitografía.

En adición a las fuerzas repulsivas de Van der Waals, que se describieron anteriormente, existen otras dos fuerzas que se encuentran generalmente presentes durante la operación en modo no contacto:

- Fuerzas capilares, presentes a través de una fina capa de agua frecuentemente presente en atmósferas no protegidas.
- Fuerzas provocadas por el mismo cantilever.

Las fuerzas capilares actúan cuando una pequeña capa de agua se encuentra alrededor de la aguja, en ese caso se experimentan fuertes fuerzas atractivas que provocan el contacto de la aguja con la superficie de la muestra. La magnitud de las fuerzas capilares deben mantenerse constantes porque la distancia entre muestra y aguja es virtualmente incompresible, también se supone que la capa de agua es razonablemente homogénea.

La fuerza total que la aguja ejerce sobre la muestra es la suma de las fuerzas capilares mas el balance de las fuerzas de van der Waals presentes.

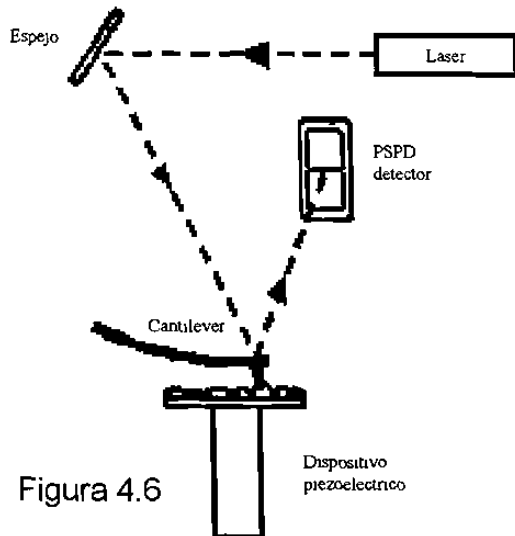


Figura 4.6

En el modo de contacto el banco de datos sobre topografía se obtiene a través de la detección de la deflexión del cantilever por el fotodetector de posición, el cual puede detectar desplazamientos de menos de  $10 \text{ \AA}$ , Figura 4.6

Se puede operar en dos modos posibles:

- Altura constante.
- Fuerza constante.

En el modo de altura constante la variación espacial de la deflexión del cantilever es usada directamente para generar el banco de datos sobre topografía porque la altura del dispositivo piezoeléctrico cambia según se realiza el barrido de la muestra.

En el modo de fuerza constante la deflexión del cantilever es usada como entrada en el circuito de retroalimentación que mueve al dispositivo hacia arriba y abajo en la dirección z, respondiendo a la topografía de la muestra para mantener dicha deflexión constante. En este caso la imagen es generada a través del movimiento del dispositivo. Con la amplitud de deflexión del cantilever constante las fuerzas totales aplicadas a la muestra son también constantes.

#### 4.2.2 Modo no contacto (NC-AFM).

El modo de no contacto es una de las varias técnicas con que cuenta el AFM donde el cantilever se encuentra vibrando cerca de la superficie de la muestra. El espacio entre la muestra y la aguja NC-AFM se encuentra en el orden de 10 a 100 Å. Este espacio es indicado sobre la curva de Van der Waals en la figura 4.5 como régimen no contacto.

NC-AFM es una técnica bastante utilizada porque es posible obtener la topografía de la muestra con muy poco o ningún contacto entre la aguja y la muestra. Como ocurre en el modo de contacto, en el modo de no contacto es posible medir la topografía en materiales aislantes y semiconductores al igual que en materiales conductores.

La fuerza total entre la aguja y la muestra es muy baja, sobre  $10^{-12}$  N. Esta fuerza de baja magnitud es muy útil para el estudio de muestras de baja dureza y bajo módulo elástico, tales como polímeros y materiales biológicos que fácilmente puedan ser dañados por la punta de la aguja. Tampoco existirá contaminación a través de la aguja y la aguja no será dañada por la muestra.

Para trabajar en modo no contacto la aguja se encuentra separada entre 50 y 100 Å sobre la superficie de la muestra durante el barrido. El cantilever se encuentra vibrando con una frecuencia constante cerca de la frecuencia mecánica de resonancia (típicamente entre 100 y 400 KHz), con una amplitud de unos pocos Å. Producto del barrido que realiza la aguja sobre la superficie, la amplitud de vibración del cantilever cambia en respuesta al gradiente de fuerzas que varía de acuerdo al espacio entre la muestra y la aguja. Una imagen de la topografía de la superficie es obtenida por el monitoreo de estos cambios en la amplitud de la vibración del cantilever.

### 4.2.3 Principios de trabajo en modo no contacto.

Cada cantilever tiene su propia frecuencia de resonancia característica, la cual depende de las dimensiones y del material utilizado en su fabricación. Un cantilever vibra a la frecuencia natural de resonancia. Las vibraciones térmicas o un simple golpe en la mesa puede iniciar estas oscilaciones. En el modo de no contacto se utiliza la detección de la frecuencia de resonancia del cantilever como una medida indirecta de la topografía de la muestra. En este punto se describe a grandes rasgos la correlación entre la resonancia del cantilever y la topografía de la muestra y como las imágenes son obtenidas.

Si se observa nuevamente la figura 4.5 en la curva fuerza vs. distancia, el gradiente de fuerza (derivada de la curva) varía según el espacio entre la muestra y la aguja. Por esta razón, cambios en el gradiente de fuerza reflejan cambios en la separación muestra - aguja, o lo que es lo mismo, en la topografía de la muestra. La vibración del cantilever responde a los cambios en el gradiente de fuerzas, el cual es amplio en modo de no contacto y la respuesta se incrementa si el cantilever se encuentra vibrando a la frecuencia de resonancia.

La frecuencia de resonancia de un cantilever es la raíz cuadrada de la constante elástica,  $k$ , dividido por su masa,  $m$ :

$$\omega = \sqrt{\frac{k_{\text{eff}}}{m}} \quad (4.1)$$

En ésta fórmula la constante elástica es escrita como  $k_{\text{eff}}$ , constante elástica efectiva, porque la constante elástica del cantilever cambia cuando este se acerca a la superficie y, por tanto, las fuerzas interatómicas que surgen afectan dicho comportamiento. Específicamente, la constante elástica cambia cuando las fuerzas entre la muestra y la aguja tienen un gradiente especial, como ocurre en el régimen de



no contacto. Para un gradiente de fuerzas,  $f$ , la constante elástica efectiva es dada según la siguiente expresión:

$$k_{\text{eff}} = k - f \quad (4.2)$$

En esta ecuación  $k$  es el valor de la constante elástica del cantilever en un espacio libre y es el valor cuando el cantilever se encuentra lejos de la superficie de la muestra.

Las ecuaciones anteriores muestran que si el cantilever se mueve dentro del espacio muestra–aguja donde el gradiente de fuerzas es positivo y se incrementa, entonces la constante elástica efectiva del cantilever y, por lo tanto, frecuencia de resonancia disminuirán. Como se puede observar en la figura 4.5 en el modo de no contacto el gradiente de fuerzas originado por la distancia entre aguja y muestra es positivo y aumenta cuando el espacio disminuye.

Si la frecuencia de resonancia del cantilever oscila, entonces la amplitud de la vibración del cantilever a una frecuencia dada cambia. Cerca de la frecuencia de resonancia del cantilever, este cambio es apreciable. La figura 4.7 muestra la curva de respuesta (amplitud de vibración vs. frecuencia). Si la curva se desplaza hacia la izquierda, por ejemplo, entonces habrá un cambio (en este caso un decremento) en la amplitud de la vibración del cantilever a una frecuencia dada ( $f^*$ ).

Estos desplazamientos en la amplitud asociados con el cambio en la frecuencia de resonancia son la base para medir la modulación de la amplitud, la cual es usada en el AFM para detectar cambios en la frecuencia de resonancia del cantilever.

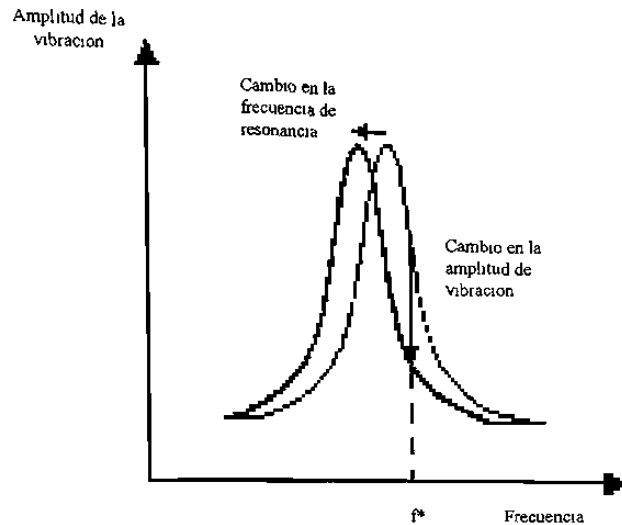


Figura 4.7 Curvas de respuesta para un cantilever

En modo no contacto el sistema monitorea la frecuencia de resonancia o la amplitud de la vibración del cantilever manteniéndolas constantes a través del sistema de circuito de retroalimentación que mueve el dispositivo hacia arriba o hacia abajo. Para mantener la frecuencia de resonancia constante o la amplitud constante el sistema también mantiene constante la distancia promedio entre la aguja y la muestra.

Cuando se condensan gotas de agua sobre la superficie de las muestras las imágenes pueden cambiar en el modo de no contacto con respecto al modo de contacto. En el modo de contacto el agua penetrará el líquido obteniéndose una imagen real de la superficie, mientras que en el modo de no contacto se obtendrá la imagen de la superficie mas la capa del líquido.

### 4.3 Otras técnicas disponibles en AFM

Con el AFM no sólo es posible realizar medidas de topografía y obtener imágenes a través de los modos contacto y no contacto, sino que cuenta además con otras técnicas de gran interés. Con estas técnicas que también basan su operación en los modos de contacto y no contacto se puede obtener información de las propiedades

de las superficies, así como realizar barridos más apropiados de acuerdo a las muestras con que se cuente.

Algunas de estas técnicas de microscopía son las siguientes:

- Contacto intermitente
- Fuerza magnética
- Fuerza lateral
- Modulación de fuerza

#### **4.3.1 Microscopía de contacto intermitente (IC-AFM)**

Este modo es similar al modo no contacto excepto en que el cantilever se encuentra vibrando muy cerca de la superficie de la muestra y al final de esta trayectoria toca su superficie. Como en el modo no contacto la amplitud de oscilación del cantilever cambia de acuerdo a la separación entre la aguja y la muestra. La imagen que representa la topografía de la superficie se obtiene a través del monitoreo de estos cambios. Es mejor examinar algunas muestras utilizando este método, IC-AFM daña mucho menos la superficies de las muestras pues elimina las fuerzas laterales sobre el cantilever. En general se ha demostrado que IC-AFM es más efectivo que el modo de no contacto para examinar áreas grandes durante el barrido, pues esta operación puede incluir grandes variaciones en la topografía de la muestra.

#### **4.3.2 Microscopía de fuerza magnética (MFM)**

Las imágenes tomadas en MFM representan la vibración espacial de las fuerzas magnéticas en la superficie de la muestra. Para trabajar en MFM la aguja se recubre con una delgada capa ferromagnética. El sistema opera en modo no contacto detectando cambios en la frecuencia de resonancia del cantilever introducidos por la dependencia de los campos magnéticos de la separación entre la aguja y la muestra.

Una imagen tomada con una aguja magnética contiene información sobre la topografía de la superficie y sobre las propiedades magnéticas de la misma. Los efectos dominantes dependen de la distancia existente entre la muestra y la aguja pues las fuerzas magnéticas persisten a grandes separaciones entre aguja y muestra.

Una imagen tomada con una aguja magnética contiene información sobre la topografía de la superficie y sobre las propiedades magnéticas de la misma. Los efectos dominantes dependen de la distancia existente entre ambos pues las fuerzas magnéticas persisten a mayores separaciones que las de Van der Waals. Si la aguja está muy cerca de la superficie, en la región donde normalmente se opera en modo no contacto, la imagen será predominantemente topográfica. Conforme se incrementa dicha separación los efectos magnéticos dominarán la imagen. Para separar los efectos magnéticos de los topográficos es necesario coleccionar imágenes generadas con diferentes tipos de agujas.

#### **4.3.3 Microscopía de Fuerza Lateral (LFM).**

La obtención de imágenes en fuerza lateral se realiza en el modo contacto. Un cambio en topografía genera dos cambios en la posición del cantilever, uno vertical y otro horizontal. La componente lateral no es tomada en cuenta en el modo contacto donde sólo se registran los cambios en la posición vertical del cantilever. En LFM se mide la flexión lateral del cantilever o la torsión del mismo, provocadas por las fuerzas paralelas al plano de la superficie de la muestra. Estudios con LFM son útiles para obtener imágenes de las variaciones en la superficie de fricción que se originan debido a la falta de homogeneidad en la superficie del material.

Como se puede ver en la figura 4.8 la flexión lateral del cantilever usualmente es causada por dos factores:

1. Cambios en la fricción de la superficie.
2. Cambios en pendientes.

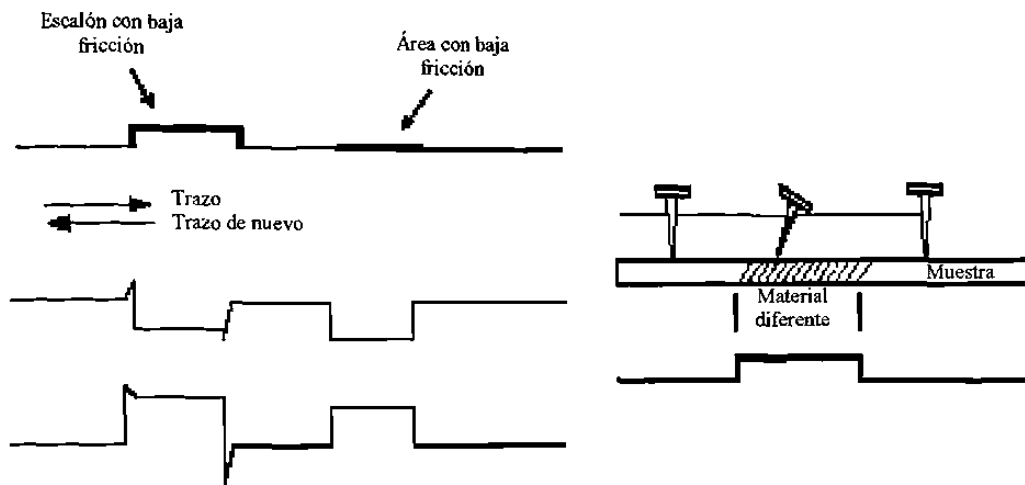


Figura 4.8. Torsión lateral del cantilever debido a cambios en topografía o fricción.

#### 4.3.4 Microscopía de fuerza modulada (FMM)

Como LFM y MFM, FMM coloca simultáneamente los datos de topografía y de propiedades del material. La aguja realiza el barrido de la superficie en contacto con la muestra y el sistema de retroalimentación mantiene constante la deflexión del cantilever en Z. En adición a esto, una señal periódica es aplicada lo mismo a la muestra que a la aguja. La amplitud de la modulación del cantilever, que resulta de la aplicación de esta señal, varía de acuerdo a las propiedades elásticas de la muestra.

El sistema genera una imagen que es un mapa de las propiedades elásticas del material a través de los cambios de la amplitud de modulación del cantilever. La frecuencia a la cual es aplicada esta señal se encuentra en el orden de 100 kHz, la cual es más rápida que la del sistema de circuito de retroalimentación en Z. Por lo anteriormente dicho, la información topográfica se encuentra separada de las variaciones locales de propiedades elásticas en la muestra y ambas imágenes pueden ser tomadas simultáneamente.

#### **4.4 El dispositivo piezoeléctrico.**

El dispositivo piezoeléctrico tiene la función durante el barrido de mover la muestra bajo la aguja, o bien la aguja sobre la muestra. Este dispositivo se mueve sobre una línea inicial de barrido y retorna muy rápidamente al origen para continuar por una segunda línea moviéndose de esta forma hasta llegar al final y retornar. De esta manera se realiza el barrido de un área determinada en la muestra.

Mientras este dispositivo se mueve a través de una línea de barrido se acumulan los datos digitalmente a intervalos iguales, estos datos no son más que la altura del cantilever cuando se trabaja en modo de contacto, manteniendo la fuerza constante. El espacio entre los puntos es determinado por la longitud del barrido y el número de puntos por línea que se desea. En AFM la longitud de barrido puede variar desde 10 Å hasta 10  $\mu\text{m}$  (o 100 $\mu\text{m}$  en algunos casos, dependiendo del dispositivo piezoeléctrico) y desde 64 hasta 512 puntos por línea.

El dispositivo está fabricado de materiales piezoeléctricos que no son más que cerámicos que cambian de forma cuando se aplica un voltaje, en respuesta los mismos generan un potencial eléctrico ante una presión mecánica. Los mismos han sido diseñados para moverse en las direcciones X, Y, y Z, ya sea expandiéndose o contrayéndose.

#### **4.5 Histéresis.**

En los dispositivos piezoeléctricos, es posible identificar la presencia de histéresis. Suponga que se comienza a aplicar un voltaje desde cero y se va incrementando gradualmente hasta un valor finito, al llegar a ese valor el voltaje decrece hasta cero nuevamente. Si se representa en un gráfico la extensión del material cerámico como función del voltaje aplicado, se puede observar que la curva de descenso no coincide con la curva de ascenso, siguiendo diferentes caminos, figura 4.9.

La histéresis del dispositivo piezoeléctrico corresponde a la diferencia máxima de las dos curvas por la máxima extensión que el voltaje pueda crear en éste. Por lo tanto usualmente los datos son tomados en una sola dirección para de esta manera minimizar el error en el registro de datos causados por histéresis.

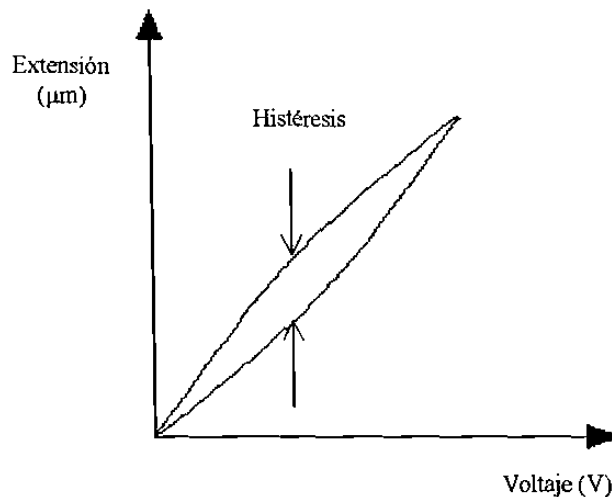


Figura 4.9 Histéresis en dispositivos piezoeléctricos

#### 4.6 Arrastre.

Cuando se aplica un abrupto cambio de voltaje, el material piezoeléctrico no cambia de dimensiones instantáneamente. El cambio dimensional ocurre en dos pasos: el primer paso tiene lugar en menos de un milisegundo, el segundo paso tiene lugar en un espacio de tiempo mayor. Este segundo paso,  $\Delta X_c$ , es conocido como arrastre y se muestra en la figura 5.8. Este fenómeno causa que la imagen se distorsione a través de la línea de puntos que forma la imagen, si el barrido se realiza en el otro sentido se encontrarían las mismas incidencias pero en diferentes sitios.

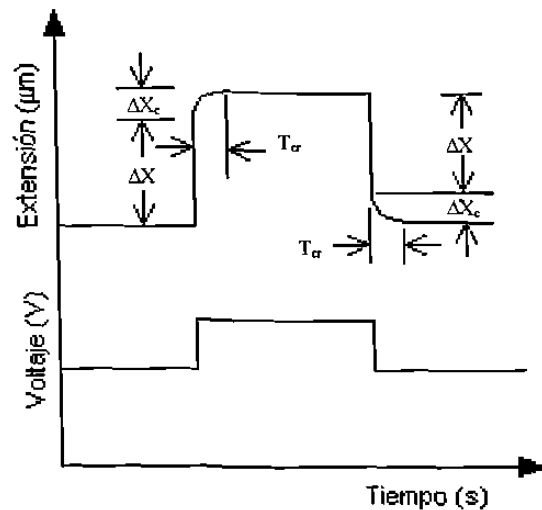


Figura 4.10 Arrastre sobre el dispositivo piezoeléctrico

#### 4.7 Deflexión vertical

Este término está referido a la tendencia del eje X o Y a curvarse en la dirección superior del eje Z. Los campos eléctricos no son uniformes a través del dispositivo piezoeléctrico, esto se debe a que son generalmente construidos como un tubo segmentado.

El movimiento X-Y del dispositivo piezoeléctrico es producido cuando una parte del tubo se contrae y el otro lado se expande. Como resultado se tiene un tubo piezoeléctrico que realiza el barrido como un arco y no recto, figura 4.11

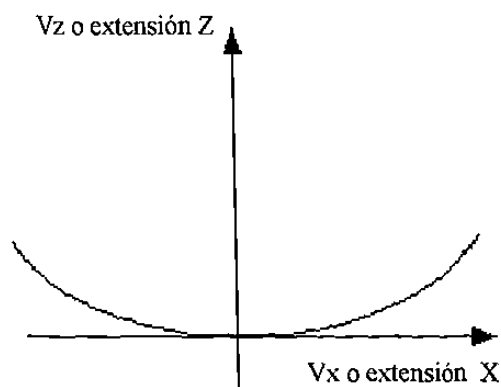


Figura 4.11 El voltaje aplicado para mover el tubo piezoeléctrico sobre X o Y (paralelo a la superficie de la muestra) necesita que un lado del tubo se extienda o se contraiga sobre el eje Z (perpendicular a la superficie de la muestra) para mantener la aguja en contacto con la muestra.



La figura 4.12 muestra, a través de la línea oscura, la imagen real que se genera durante el barrido de un escalón en una por causa de la deflexión vertical. Por lo general los defectos generados en las imágenes y anteriormente descritos se presentan varios a la vez es muy raro que se presenten aislados.

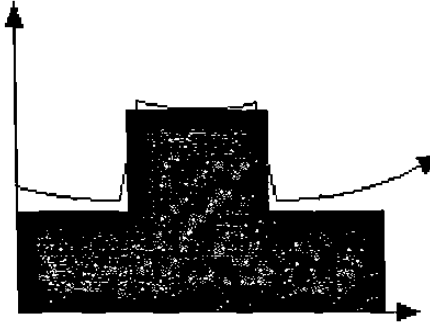


Figura 4.12 Efecto de la deflexión vertical.

# CAPITULO 5

## Procedimiento experimental.

### 5.1 Introducción.

En forma general el proceso para llevar a cabo la caracterización de precipitados en la aleación de aluminio 6061 por medio de microscopía de fuerza atómica consiste en dar un tratamiento térmico al material con el fin de formar precipitados distribuidos de una manera uniforme en la matriz de aluminio, de tal manera que imparten al material buenas propiedades mecánicas, los precipitados que se buscan son  $Mg_2Si$ . Estos se caracterizan por medio de microscopía electrónica de barrido (SEM) y posteriormente por microscopía de fuerza atómica (AFM).

### 5.2 Aleación de aluminio.

El material utilizado en este trabajo fue extruído en forma de barra cilíndrica y fue proporcionado por la empresa Alumex. Tiene una microdureza de 52.9  $HV_{50}$ . La microestructura del material en su condición de extruído se muestra en la figura 5.1. El ataque empleado fue ácido fluorhídrico diluido al 5% en agua.

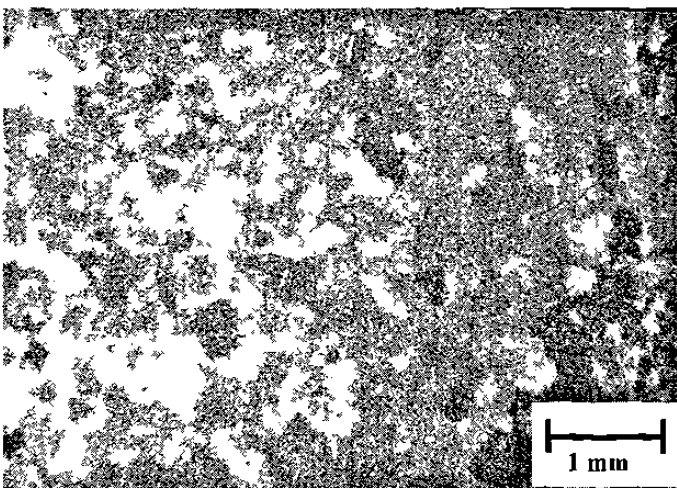


Figura 5.1 Microestructura de la aleación 6061.

La aleación de aluminio 6061 tiene como principales elementos aleantes el Mg y Si. Estudios que se han realizado indican que la relación estequiométrica Mg:Si debe ser igual 2 esto para obtener los precipitados  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>Si (Ver Tabla 3.1) [3]. La composición química se muestra en Tabla 5.1.

Tabla 5.1 Composición de la aleación de aluminio 6061

| Si    | Cu    | Fe    | Mn    | Mg    | Zn    | Ti    | Cr    | Ni    | Pb    | Na     | P       | B      | Ca     | Al      |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|---------|--------|--------|---------|
| 0.475 | 0.150 | 0.373 | 0.031 | 0.887 | 0.035 | 0.029 | 0.081 | 0.006 | 0.002 | 0.0124 | 0.00098 | 0.0004 | 0.0083 | balance |

### 5.3 Tratamiento térmico.

Se le dio un tratamiento térmico de endurecimiento por envejecimiento, T6, a la aleación, éste proceso se describe en el Capítulo 3 y consiste en tres pasos, el solubilizado, el enfriamiento rápido y el endurecido por envejecimiento. Las temperaturas fueron registradas en un equipo que consta de un horno y una computadora que esta conectada a unos termopares, se muestran en la figura 5.2.

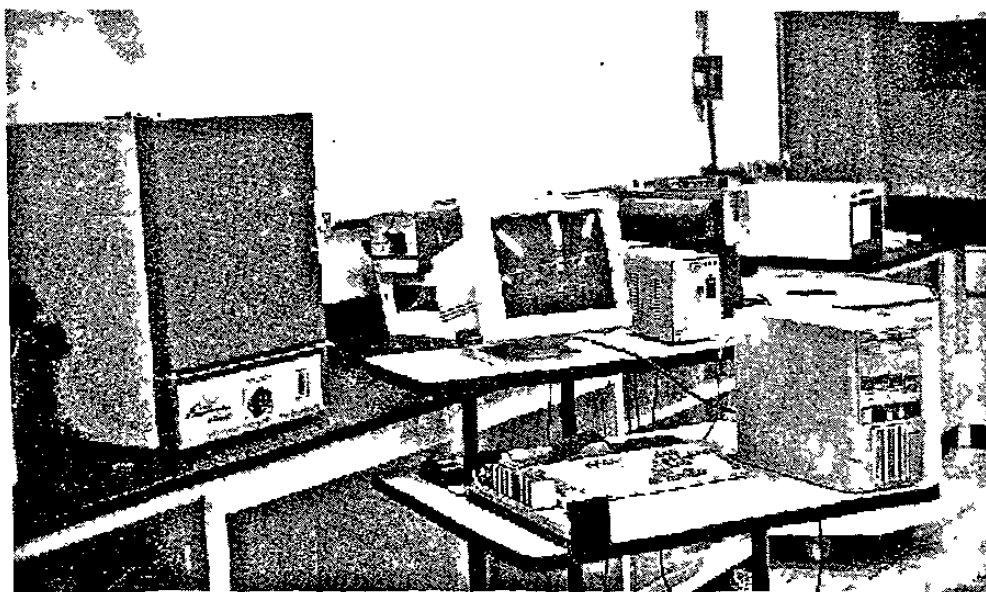


Figura 5.2. Equipo para tratamiento térmico.

La barra de la aleación de aluminio tiene un diámetro de ~1 cm. Las muestras se cortaron a 1 cm de alto, esto se hizo con el objetivo de que todas tengan el mismo tamaño y al calentarlas no existan variaciones de temperatura por geometría.

El proceso consistió en solubilizar las muestras por un tiempo de 2 horas a 530°C, temperatura a la cual se presenta la solución sólida en la aleación como se observa en el diagrama de fases, figura 5.3. Se calculó la cantidad del elemento  $Mg_2Si$  según la relación Mg:Si igual a 1.73, obteniéndose una cantidad de 1.2% en peso. También se expresa la cantidad obtenida para la aleación 6063 que es de 0.8% en peso, ya que se menciona como referencia para comparar resultados.

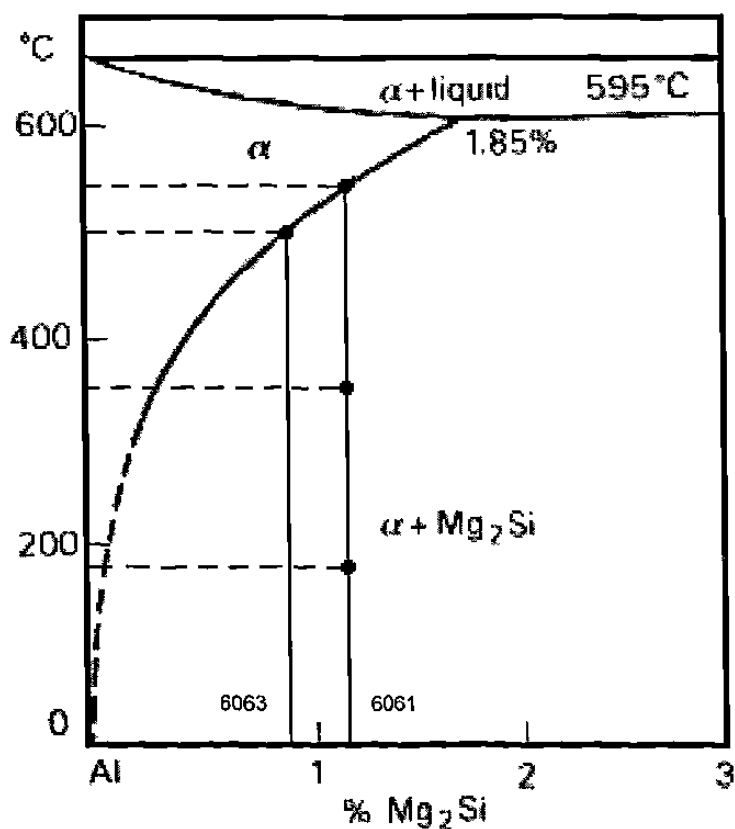


Figura 5.3. Diagrama de fases para Al-Mg<sub>2</sub>Si, se indican las líneas para las aleaciones 6061 y 6063.

El segundo paso es el enfriamiento rápido, se realizó inmediatamente después del proceso de solubilizado y fue en agua a temperatura ambiente. Esto con el objetivo de obtener una solución sólida sobresaturada.

El último paso fue el tratamiento de endurecimiento por envejecimiento y se realizó de la siguiente forma:

5 Muestras se envejecieron por 8 horas a 175°

5 Muestras se envejecieron por 24 horas a 175°

5 Muestras se recocieron por 24 horas a 350°

Para los tratamientos de envejecido se escogieron estas temperaturas y tiempos ya que es lo que se recomienda en la literatura [5], el tratamiento de recocido se dio para comparar el comportamiento de la aleación en condiciones de máxima precipitación.

Las cinco muestras restantes se pusieron en el refrigerador después del templado.

#### **5.4 Preparación de muestras.**

Las muestras fueron cortadas a un tamaño aproximado de 0.5 cm de alto dejándose el diámetro que ya tenían de ~1 cm, es importante que las muestras tengan un tamaño aproximado de entre 1 y 2 cm de ancho ya que el peso de la muestra se debe distribuir de una forma adecuada para que no afecte en el barrido al adquirir imágenes en el microscopio de fuerza atómica, (debido a que la muestra se monta sobre un material piezoeléctrico que es muy sensible y cuando es muy pesada provoca que tenga una menor respuesta). También es importante la altura para poder enfocar con el lente objetivo el área donde se va a colocar el cantilever para realizar el barrido.

La muestra se debe pulir a acabado espejo, es importante dejar la superficie lo más plana que sea posible, ya que cualquier inclinación es registrada en las imágenes en AFM. Para darle el acabado óptimo para AFM a la muestra se dio un pulido con lijas de la 320 hasta la 4000 y posteriormente se uso paño con pasta de diamante de 1  $\mu\text{m}$ , en el acabado final se utilizo alúmina de 0.05  $\mu\text{m}$ .

A las muestras a analizar se les marcó con huellas de microdureza Vickers, esto con el objetivo de identificar en AFM el área observada en el SEM y poder comparar ambas imágenes.

### **5.5 Microscopía electrónica de barrido.**

Se tomaron las muestras tratadas térmicamente y en el microscopio electrónico de barrido se buscó el área marcada por las huellas de microdureza Vickers, una vez que se localizaron los precipitados se les efectuó análisis químico para identificar los elementos presentes, se observó su morfología y se caracterizaron para después ser observados por AFM. Las imágenes se obtuvieron con el detector de electrones secundarios y el de electrones retrodispersados.

### **5.6 Microscopía de fuerza atómica .**

El procedimiento para obtener una imagen en AFM en el modo de contacto consiste en colocar la muestra sobre el dispositivo piezoeléctrico y acercar la punta hacia la muestra, se manda una señal para que el dispositivo piezoeléctrico genere movimientos en dos direcciones (X,Y), generando un barrido de acuerdo a la distancia que se quiere observar. Esta puede ser como máximo de 10  $\mu\text{m}$ , (ó 100  $\mu\text{m}$  en algunos casos, dependiendo de la capacidad del dispositivo) y como mínimo por el orden de varios Å.

Las imágenes obtenidas se tomaron a 512 puntos por línea y a diferentes distancias de barrido, la máxima fue de 20  $\mu\text{m}$ , la fuerza utilizada fue de 13.2 nN y se utilizó una punta microlever (piramidal).

En este trabajo solo se utilizó el modo de contacto, en los modos de topografía y fuerza lateral. Los parámetros fueron los mismos para ambas imágenes la diferencia para obtener imágenes de topografía y de LFM, es que en LFM es necesario activar el fotodetector de cuatro cuadrantes mientras que en topografía solo se requiere el de dos cuadrantes. Figura 4.5 Microscopio de fuerza atómica.

Se utilizó LFM, debido a que tiene la característica de que se pueden detectar diferentes fases en las imágenes que son tomadas en este modo y es algo de gran aplicación para éste proyecto ya que se consideran los precipitados una fase presente en el aluminio.

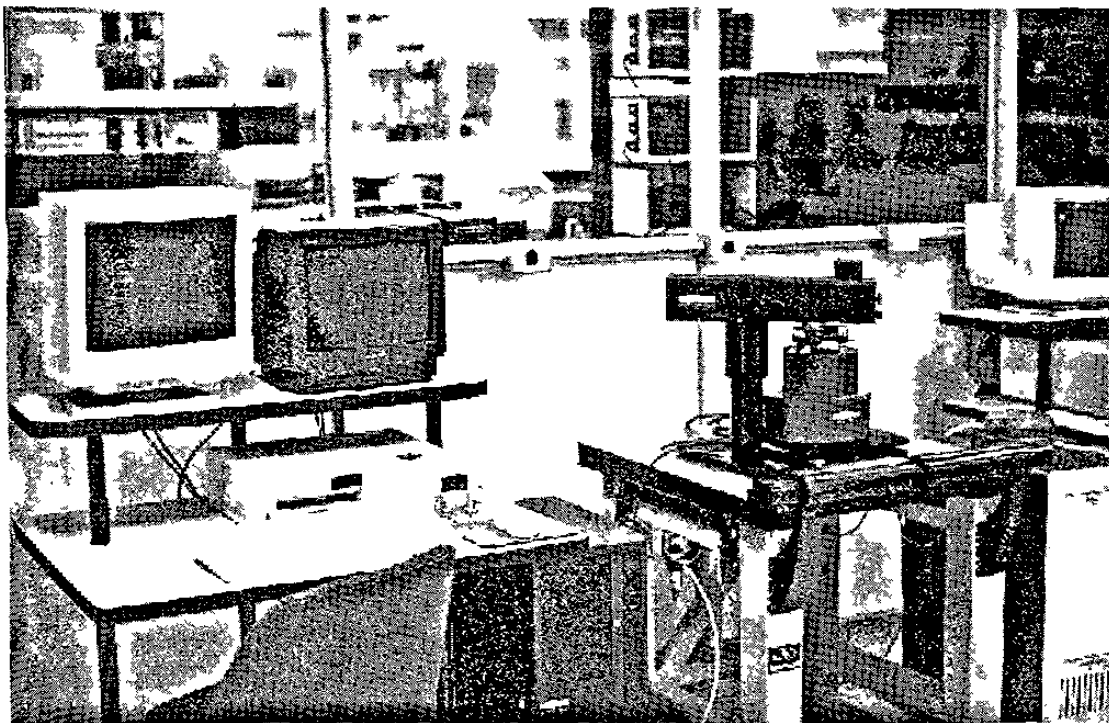


Figura 5.4. Microscopio de Fuerza Atómica.

El AFM esta compuesto por un cabezal que está conectado a una estación de trabajo y que controla los parámetros necesarios para realizar el barrido. El cabezal también recibe la señal del fotodetector que registra las deflecciones del cantilever. El AFM cuenta con una parte óptica que tiene un lente objetivo de 10X con el que se enfoca la parte específica de la muestra donde se quiere realizar el barrido y además está conectado a un monitor que despliega la imagen.

La figura 5.5 muestra esquemáticamente los componentes principales del sistema para AFM.

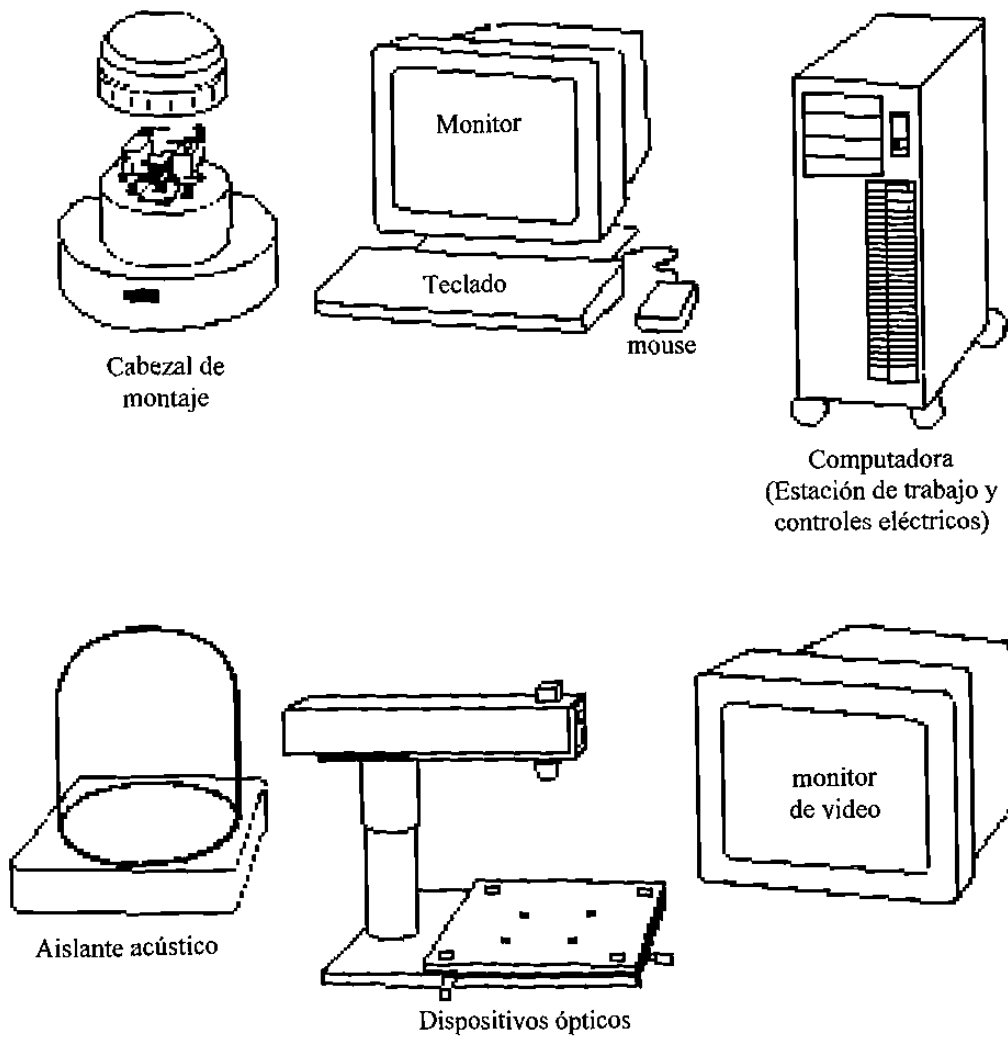


Figura 5.5. Componentes del sistema en AFM.



La imagen se obtiene al hacer incidir un láser sobre el cantilever el cual tiene en la parte inferior una aguja que entra en contacto con la muestra. El láser a su vez es reflejado hacia un fotodetector de dos o cuatro cuadrantes y esta señal es convertida en una imagen. El fotodetector de dos cuadrantes sólo registra los cambios en la posición vertical del cantilever, sin embargo el de cuatro cuadrantes puede leer los cambios de posición tanto en el eje horizontal como en el vertical. En la figura 5.6 se muestran los principios de operación del AFM.

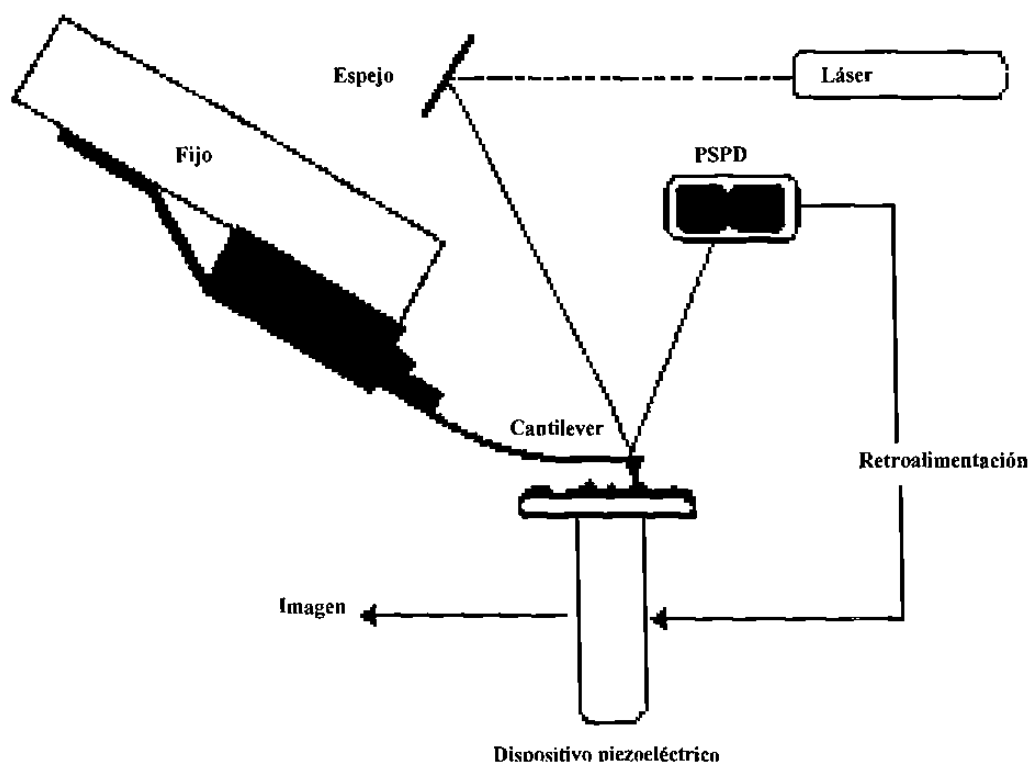


Figura 5.6. Principios de operación del AFM

## 5.7 Ensayos de microdureza Vickers.

Se utilizó un equipo de microdureza Vickers para realizar los ensayos en las diferentes muestras, se aplicó una carga de 50 g durante 15 segundos y las huellas fueron medidas en un analizador de imágenes.

Con los datos de carga y las medidas registradas de las diferentes muestras se calculó la dureza Vickers mediante la siguiente fórmula.

$$HV=1854.4 P/d^2 \quad (5.1)$$

donde P es la fuerza aplicada (50g) y d la longitud de la diagonal en la indentación.

# CAPITULO 6

## Resultados y Discusión.

### 6.1 Análisis de los tratamientos térmicos.

En la Tabla 6.1 se presentan los resultados de microdureza Vickers (50g) de las diferentes muestras tratadas térmicamente, se observa claramente como la dureza del material se incrementa desde su condición de extruído (52.9 HV<sub>50</sub>). El tratamiento térmico en la aleación permite la precipitación de partículas coherentes o semi-coherentes de Mg<sub>2</sub>Si [3,4]. Así, se aprecia como la dureza del material cambia de 67 HV<sub>50</sub>, en la condición de solubilizado, a 80.2 HV<sub>50</sub> cuando se envejece a 175°C por 8 horas, a 88.3 HV<sub>50</sub> es cuando se obtiene la máxima dureza, como es recomendado en la literatura (24 horas a 175°C) [5]. El valor mínimo de dureza se encuentra en las muestras recocidas por 24 horas a 350°C (33.4 HV<sub>50</sub>).

Estos resultados se pueden explicar al comparar las temperaturas de los tratamientos con el diagrama pseudobinario de la figura 5.3. El solubilizado se realizó a 530°C, temperatura lo suficientemente alta como para poner en solución las partículas de Mg<sub>2</sub>Si que se hubieran formado durante el procesamiento y fabricación de la barra. Al llevar a cabo el tratamiento térmico de 350°C, la temperatura es lo suficientemente alta como para que el material se recueza, da como resultado la mínima dureza.

Tabla 6.1 Microdureza Vickers

| Condición                      | Dureza |
|--------------------------------|--------|
| Extruído                       | 52.9   |
| Solubilizado 530°C por 2 horas | 67.0   |
| Recocido 350°C por 24 horas*   | 33.4   |
| Envejecido 175°C por 8 horas*  | 80.2   |
| Envejecido 175°C por 24 horas* | 88.3   |

Solubilizado previamente 530°C por 2 horas

## **6.2 Análisis en las muestras solubilizadas y tratadas a 350°C por 24 horas.**

La figura 6.1.1 muestra una imagen obtenida en SEM de precipitados de silisuro de magnesio ( $Mg_2Si$ ), A1 y A2, se hizo análisis químico sobre cada uno de estos para identificarlos y se observaron sus elementos presentes, que son el magnesio y el silicio, además del aluminio que proviene de la matriz que los contiene y se muestra en la figura 6.1.2, ver las figuras 6.1.3 y 6.1.4.

En la figura 6.1.5 se observan estos mismos precipitados A1 y A2 pero ahora por medio de AFM, se encuentra que hay una mejor resolución y es debida que contamos con una imagen en tres dimensiones, lo que nos permite tener una representación real de la superficie, y es algo que no podemos tener mediante la técnica de SEM. Las figuras 6.1.6 y 6.1.7 muestran en detalle cada uno de estos precipitados, de esta manera, se puede observar claramente su morfología. En estas imágenes se aprecia la presencia de precipitados de menores tamaños que se encuentran cerca de los de mayor tamaño. Las dimensiones de los precipitados de menor tamaño se midieron tal y como se muestra en la figura 6.1.8 y, por su dimensiones, se deduce que son precipitados del tipo  $\beta'$  que es el anterior al  $\beta$ - $Mg_2Si$  y corresponde a los valores reportados para este precipitado, que es de aproximadamente  $0.5 \mu m$  [3]. Ver Tabla 6.2.

Las figuras 6.1.9 y 6.1.10 muestran algunos precipitados  $\beta$ - $Mg_2Si$  observados por SEM. Se aprecia que son de un tamaño aproximado entre  $2$  y  $3 \mu m$  y se encuentran unos muy cerca de otros lo cual indica que tienden a aglomerarse formando precipitados más grandes. Esto no es recomendable debido a que esta tendencia no ayuda a la formación de un precipitado fino y disperso que es lo que mejora las propiedades de resistencia del material, dando como resultado los valores de dureza registrados en la Tabla 6.1.

Tabla 6.2 Tamaño promedio de precipitados  $\beta'$  y su desviación estándar, en la muestra a 350°C por 24 horas.

|                             |        |
|-----------------------------|--------|
| $\bar{X}$ ( $\mu\text{m}$ ) | 0.4661 |
| $\sigma$ ( $\mu\text{m}$ )  | 0.0978 |

### 6.3 Análisis en las muestras solubilizadas y tratadas a 175°C por 24 horas.

La figura 6.2.1 muestra una imagen tomada en SEM de precipitados  $\text{Mg}_2\text{Si}$  identificados como B1 y B2, se hizo análisis químico para identificar sus elementos presentes que resultan ser magnesio y silicio, además del aluminio de la matriz que los contiene y se muestra en la figura 6.2.2, ver las figuras 6.2.3 y 6.2.4.

Las figuras 6.2.5 y 6.2.6 son imágenes en tres dimensiones tomadas en AFM del precipitado B1, los barridos fueron de 20 x 20 y de 5 x 5  $\mu\text{m}$  respectivamente, ambas imágenes permiten identificar claramente otras partículas cercanas al precipitado mayor y que difícilmente se pueden identificar por SEM, esto es debido a que las imágenes tomadas en AFM tienen una resolución que permite hacer mediciones por el orden de lo Å. La figura 6.2.7 es la imagen en tres dimensiones del precipitado B2.

También se obtuvieron imágenes en fuerza lateral y éstas se comparan con las de topografía, de tal modo que se pueden complementar, Fig. 6.2.8 y 6.2.9. La imagen de LFM es indicativa de las propiedades del material, ya que al realizar el barrido se registran los movimientos laterales del cantilever provocados por un cambio en el coeficiente de fricción por lo que se pueden identificar distintos elementos presentes en la muestra. Las figuras 6.2.8 y 6.2.9 representan a los precipitados B1 y B2 respectivamente. En estas imágenes se puede deducir el cambio en las propiedades del material tal y como se ve en las imágenes de LFM, por lo tanto, se puede identificar la presencia de elementos diferentes. Esta técnica es bastante útil para este tipo de

análisis porque se puede verificar que realmente lo que se analiza es otro elemento y no solamente un cambio en topografía.

En las figuras 6.2.10 y 6.2.11 se indican las dimensiones de los precipitados de menor tamaño adyacentes a los mayores (al igual que lo que se hizo con los de la figura 6.1.8). Su tamaño aproximado es de  $0.2 \mu\text{m}$ , lo que permite explicar el incremento en la dureza del material en comparación con el de la muestra tratada a  $350^\circ\text{C}$ . Ver Tabla 6.3.

Tabla 6.3 Tamaño promedio de precipitados  $\beta'$  y desviación estándar en la muestra a  $175^\circ\text{C}$  por 24 horas.

|                         |        |
|-------------------------|--------|
| $\bar{X} (\mu\text{m})$ | 0.2174 |
| $\sigma (\mu\text{m})$  | 0.0386 |

#### 6.4 Análisis en las muestras solubilizadas y tratadas a $175^\circ\text{C}$ por 8 horas.

Para estas muestras sólo se hicieron análisis en SEM de algunos precipitados. La figura 6.3.1 representa la imagen en SEM de un precipitado de alrededor de  $\sim 2 \mu\text{m}$ , también se muestran en las figuras 6.3.3 y 6.3.5 precipitados analizados por SEM y que tienen un tamaño de entre 2 y  $2.5 \mu\text{m}$ , el análisis químico de éstos se muestra en las figuras 6.3.2, 6.3.4 y 6.3.6, el cual indica la presencia del  $\text{Mg}_2\text{Si}$ .

#### 6.5 Relación entre dureza y tratamiento de precipitación.

$$\begin{aligned} \text{HV}_{50} = 33.4 &\rightarrow \bar{d} \approx 0.5 \mu\text{m} \\ \text{HV}_{50} = 88.3 &\rightarrow \bar{d} \approx 0.2 \mu\text{m} \end{aligned}$$

En un trabajo realizado con anterioridad [22] se encontró que la máxima dureza en una aleación 6063 es de alrededor de 90 HV cuando los precipitados  $\beta'$  con alrededor de  $0.2 \mu\text{m}$ , lo que corrobora los resultados encontrados en esta investigación.

La presencia de partículas de tamaño superior a los  $2 \mu\text{m}$  puede ser debida a que las muestras fueron solubilizadas por sólo dos horas a  $530^\circ\text{C}$  lo que no sería suficiente para disolver a aquellos precipitados que se hubieran formado durante la solidificación o después de la extrusión.

Tratamiento 350°C por 24 horas

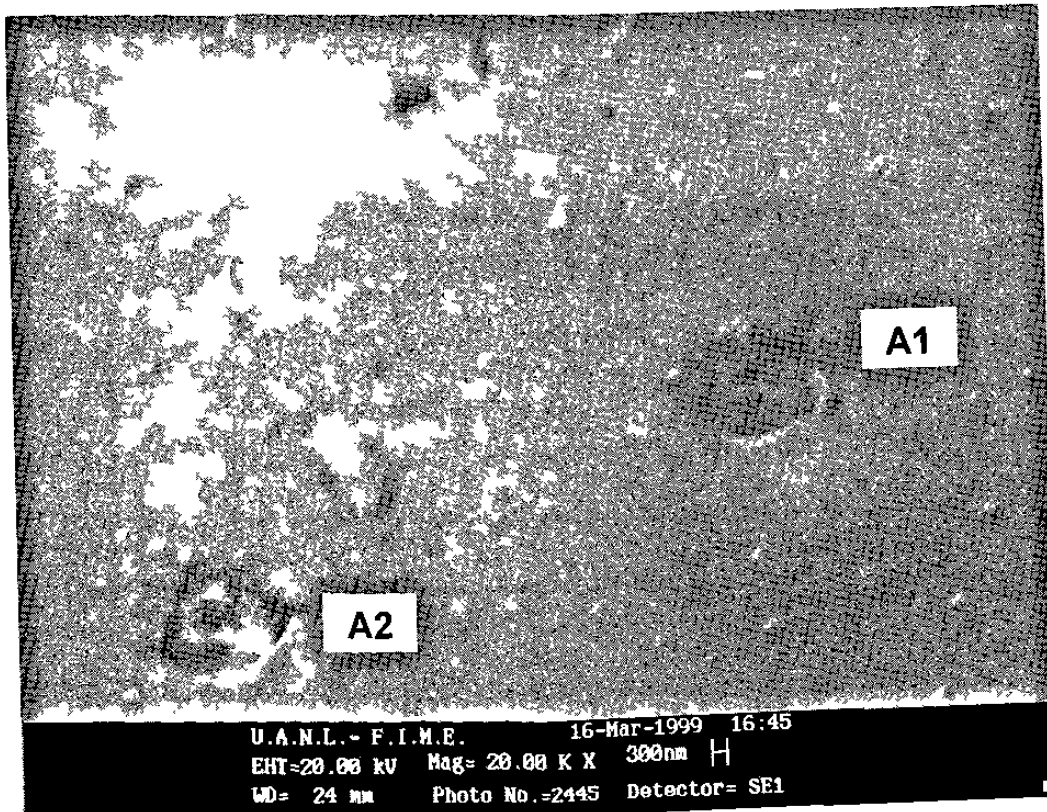


Figura 6.1.1 Imagen en SEM de precipitados  $Mg_2Si$ .

1020129248



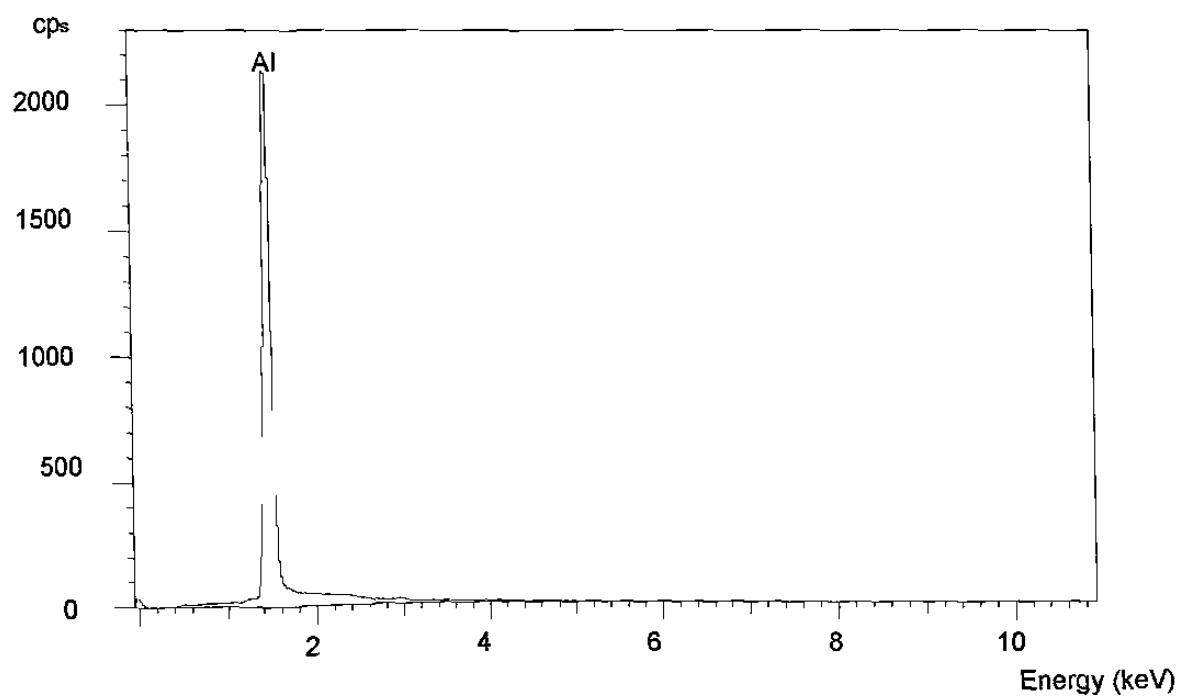


Figura 6.1.2 Análisis químico de la matriz de aluminio.

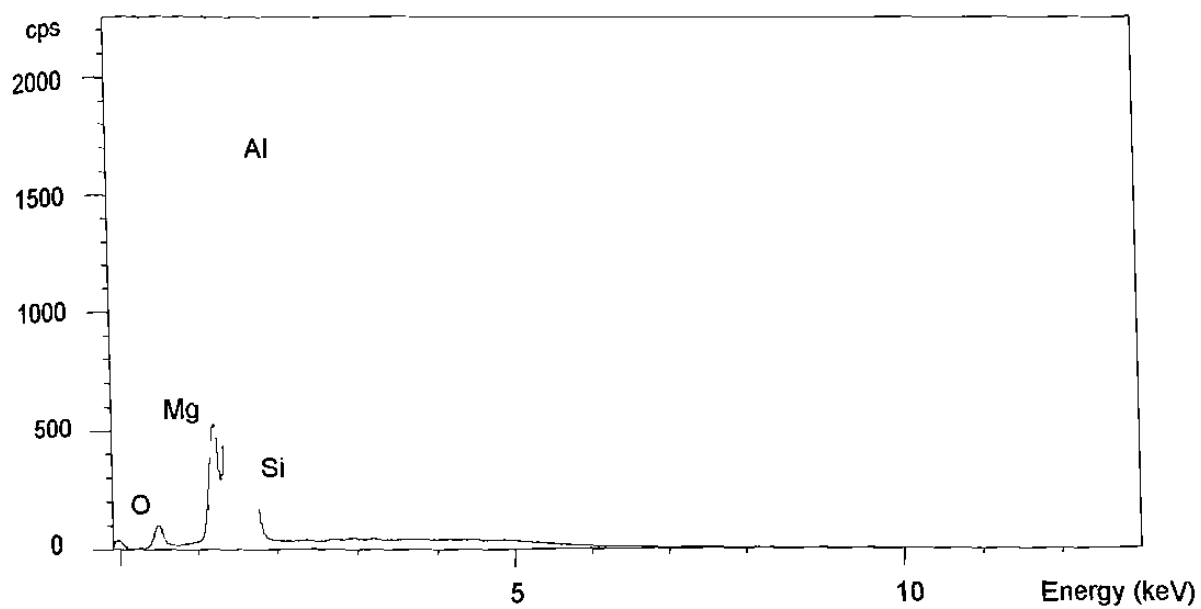


Figura 6.1.3 Análisis químico del precipitado A1 (parte derecha) mostrado en la figura 6.1.1.

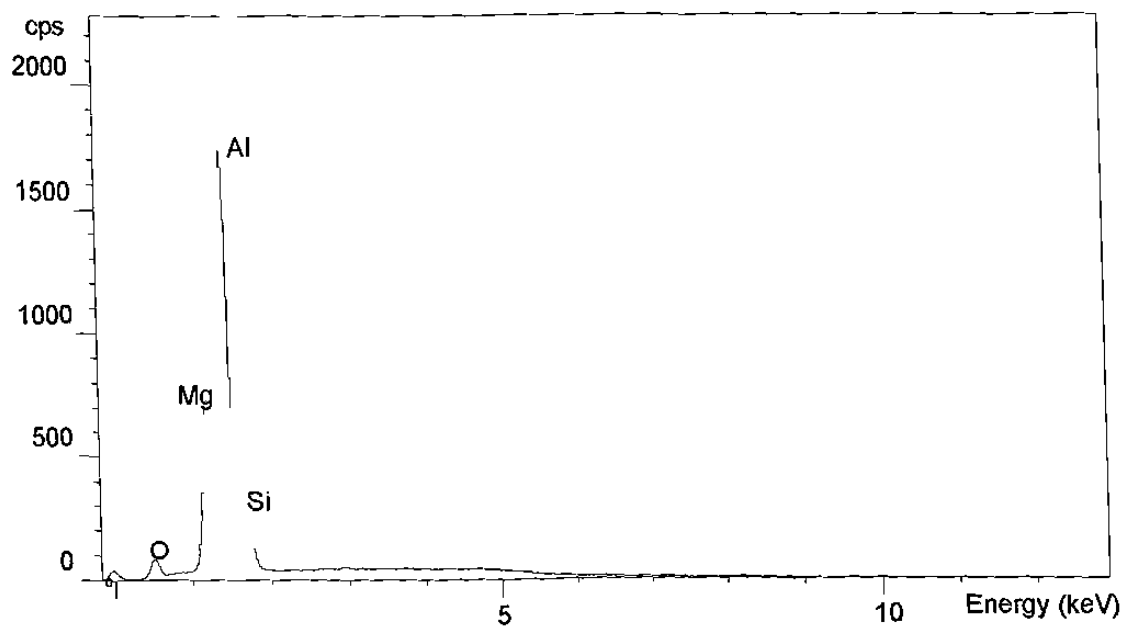


Figura 6.1.4 Análisis químico del precipitado A2 (parte izquierda) mostrado en la figura 6.1.1.

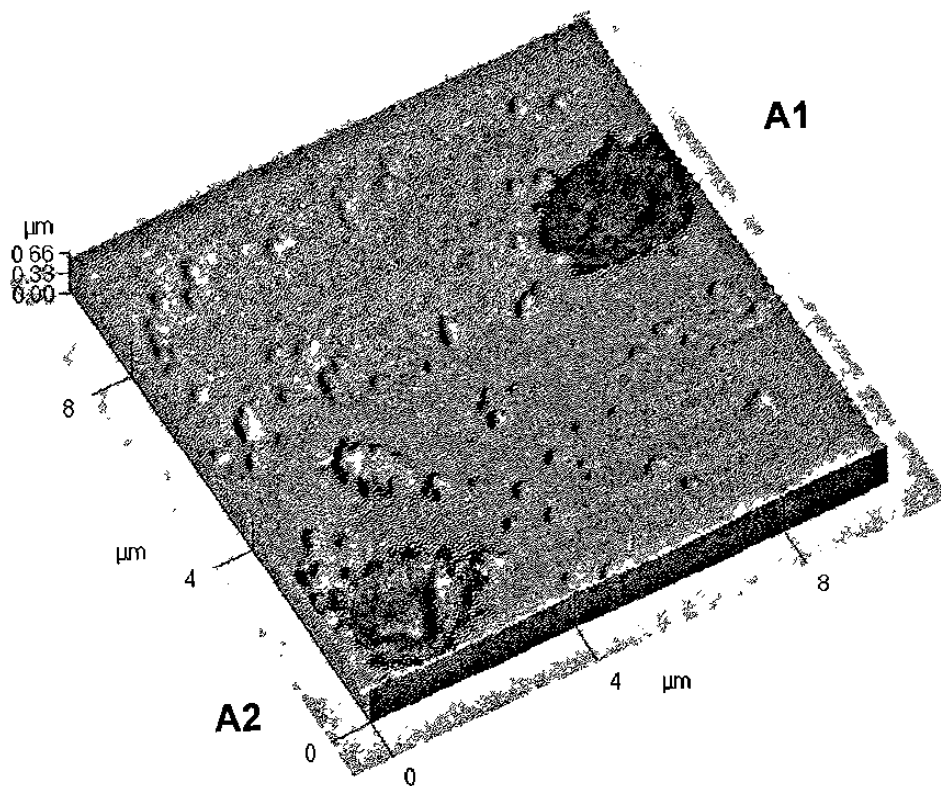


Figura 6.1.5 Imagen de AFM en tres dimensiones de precipitados A1 y A2.

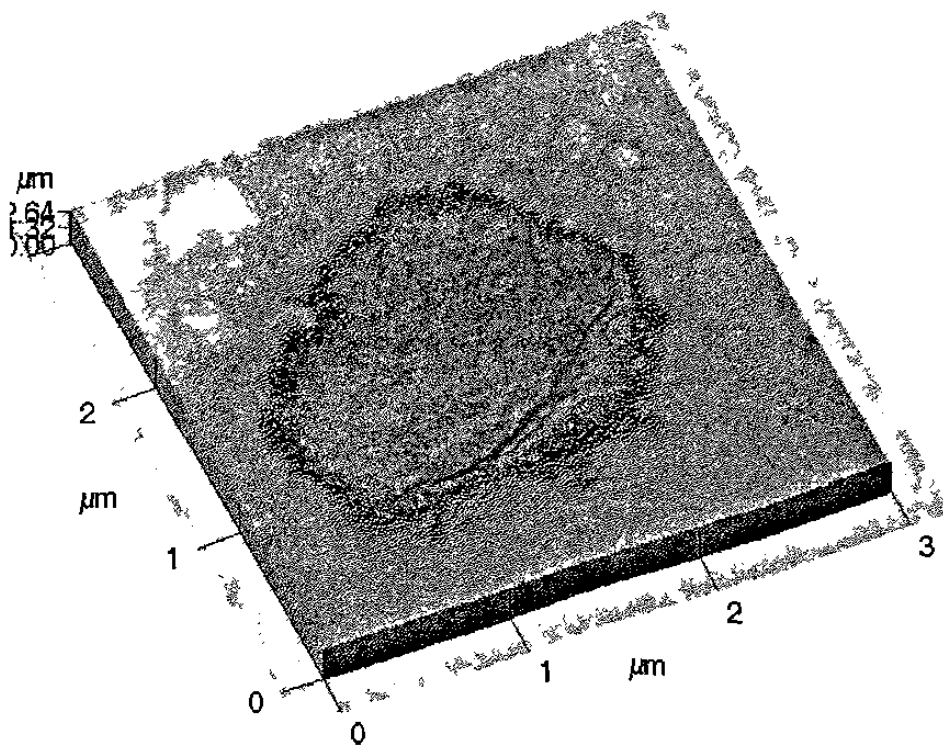


Figura 6.1.6 Detalle del precipitado A1.

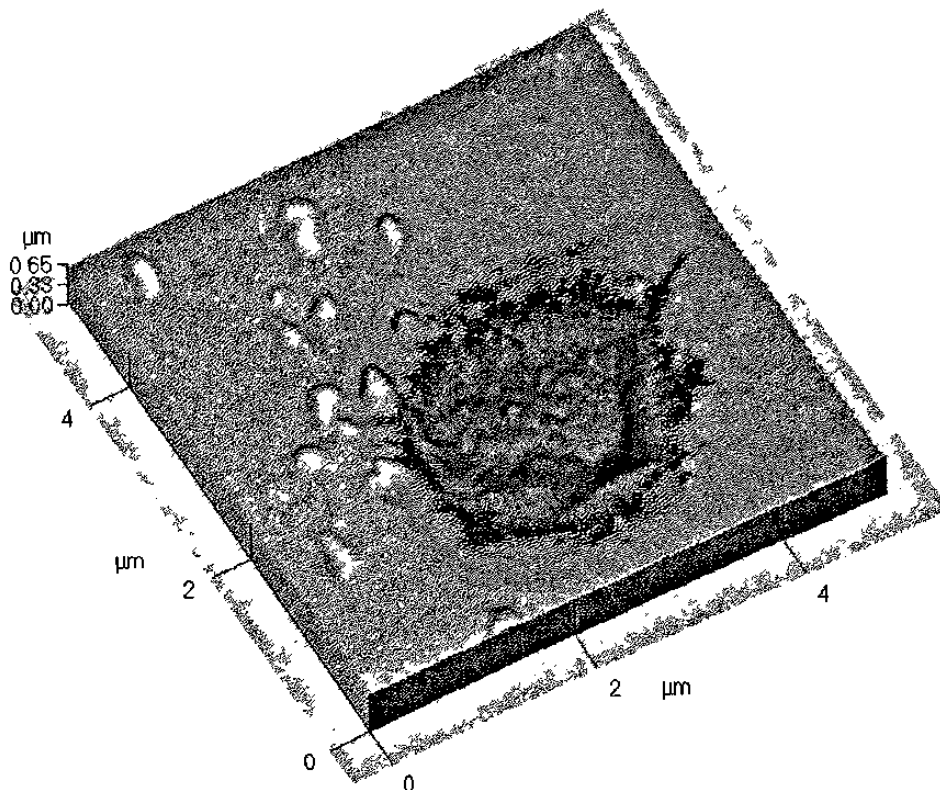


Figura 6.1.7 Detalle del precipitado A2

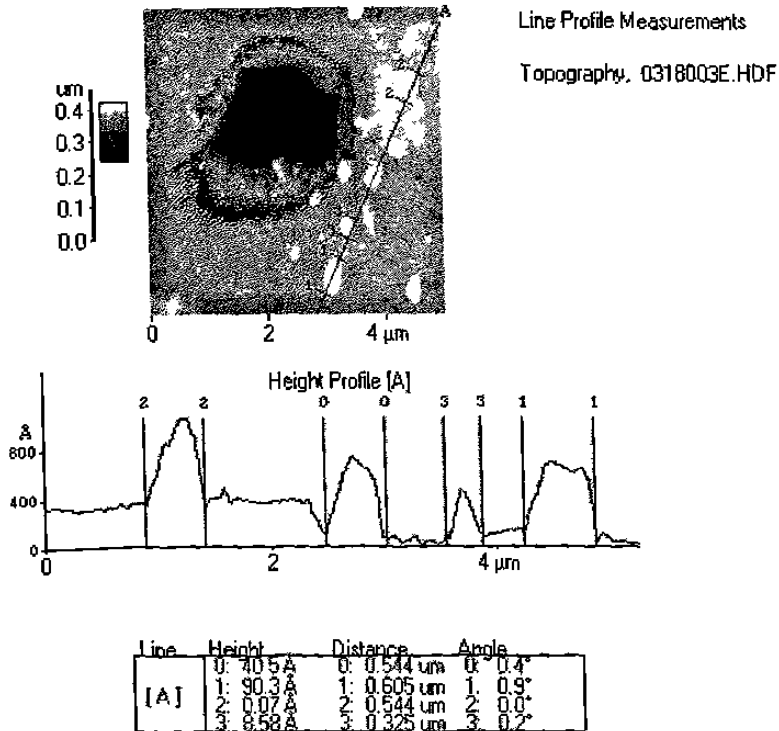


Figura 6.1.8 Caracterización de precipitados finos.

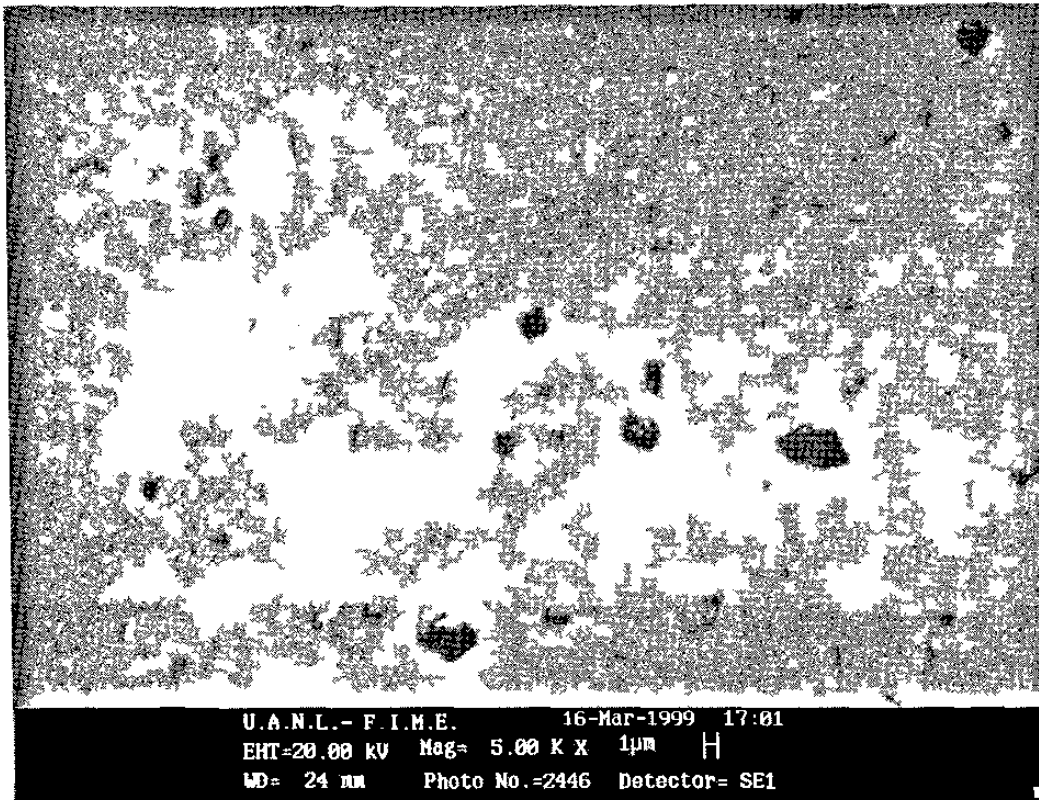


Figura 6.1.9 Precipitados caracterizados por SEM.

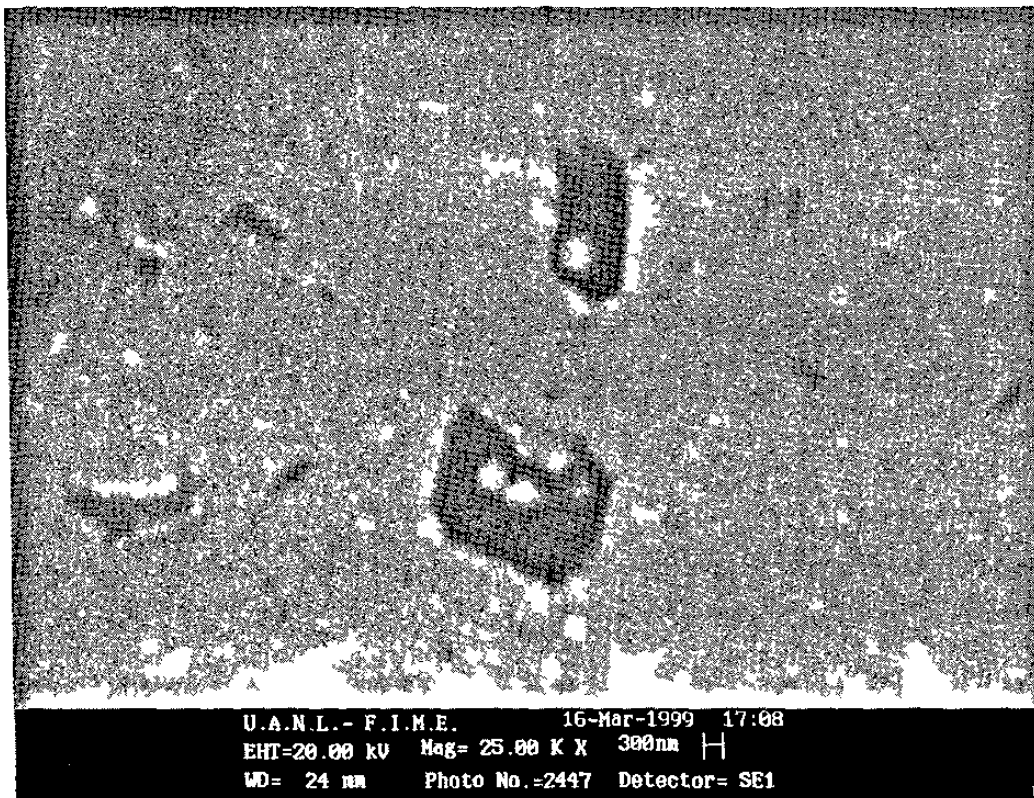


Figura 6.1.10 Detalle precipitados que se muestran en la figura 6.1.9.

Tratamiento 175°C por 24 horas

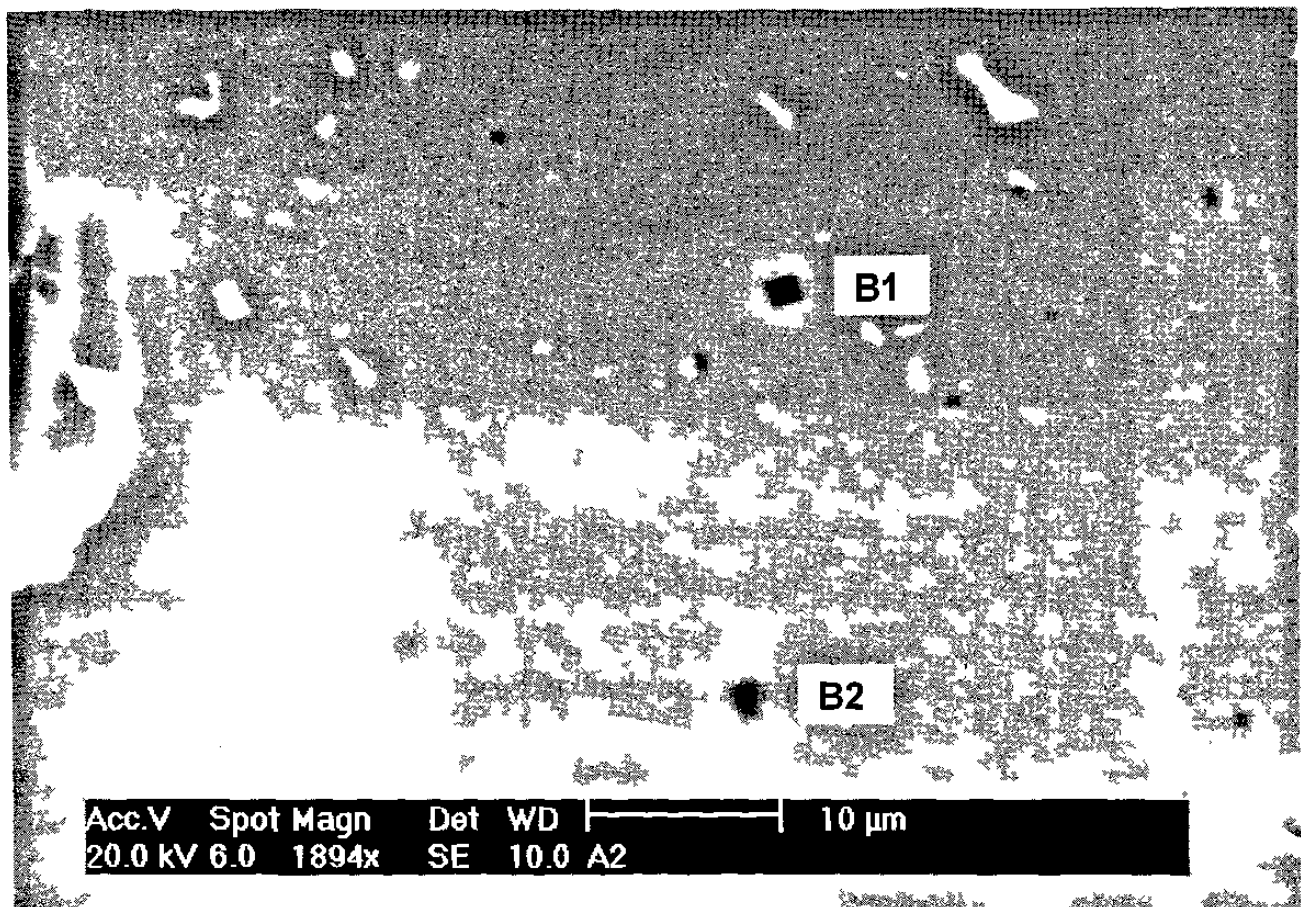


Figura 6.2.1. Imagen tomada en SEM de precipitados B1 y B2,  $Mg_2Si$  (color oscuro).

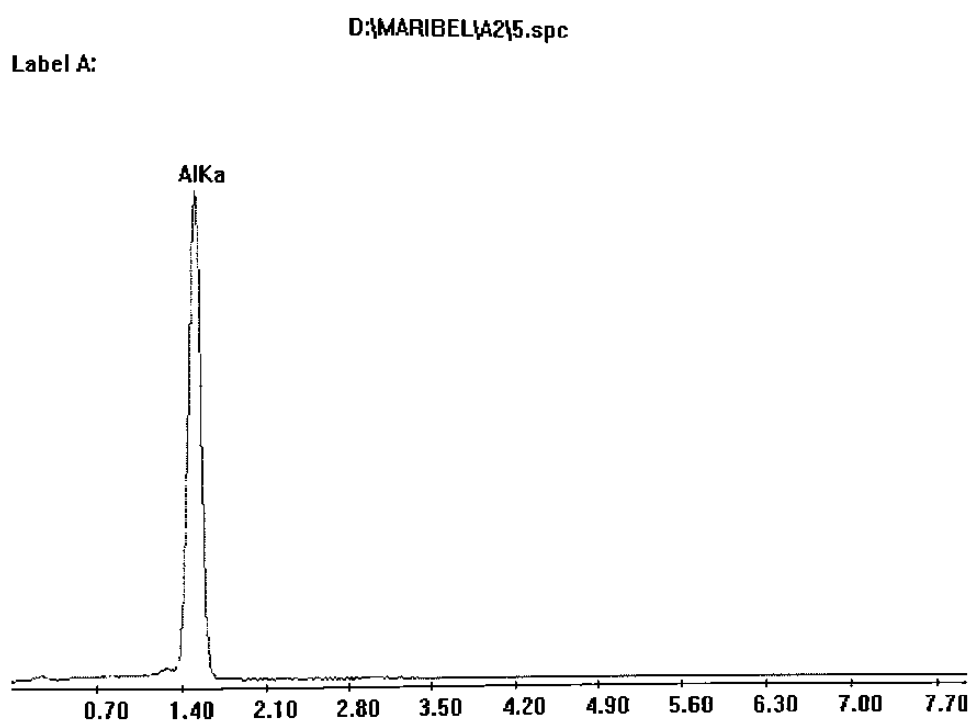


Figura 6.2.2 Análisis químico de la matriz de aluminio.

Label A:

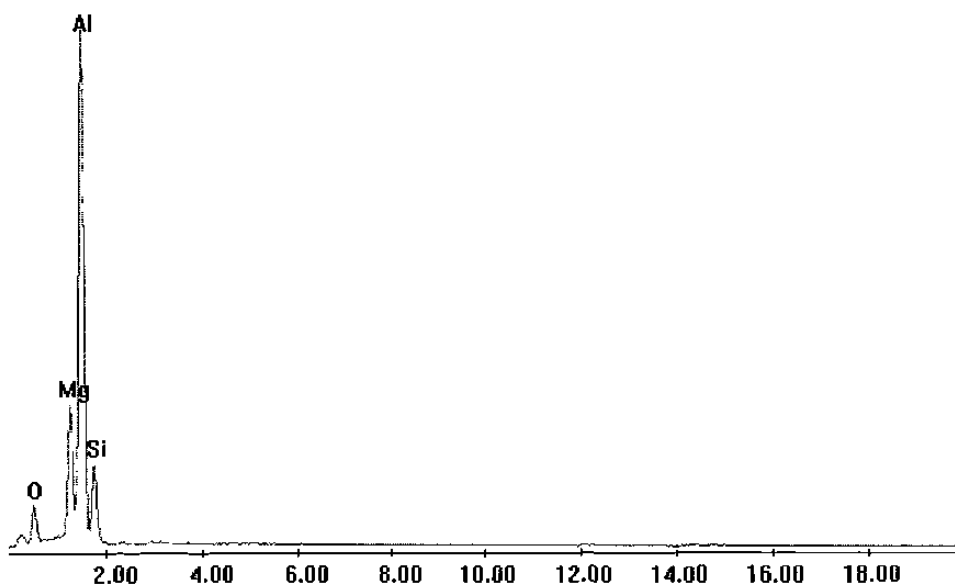


Figura 6.2.3 Elementos del precipitado B1 mostrado en la parte superior, figura 6.2.1.

Label A:

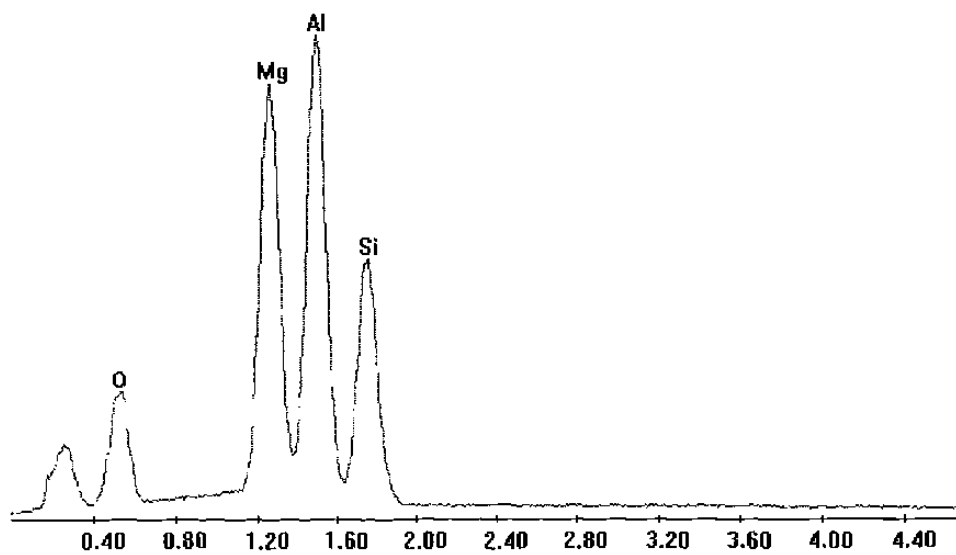


Figura 6.2.4 Elementos del precipitado B2 mostrado en la parte inferior, figura 6.2.1.



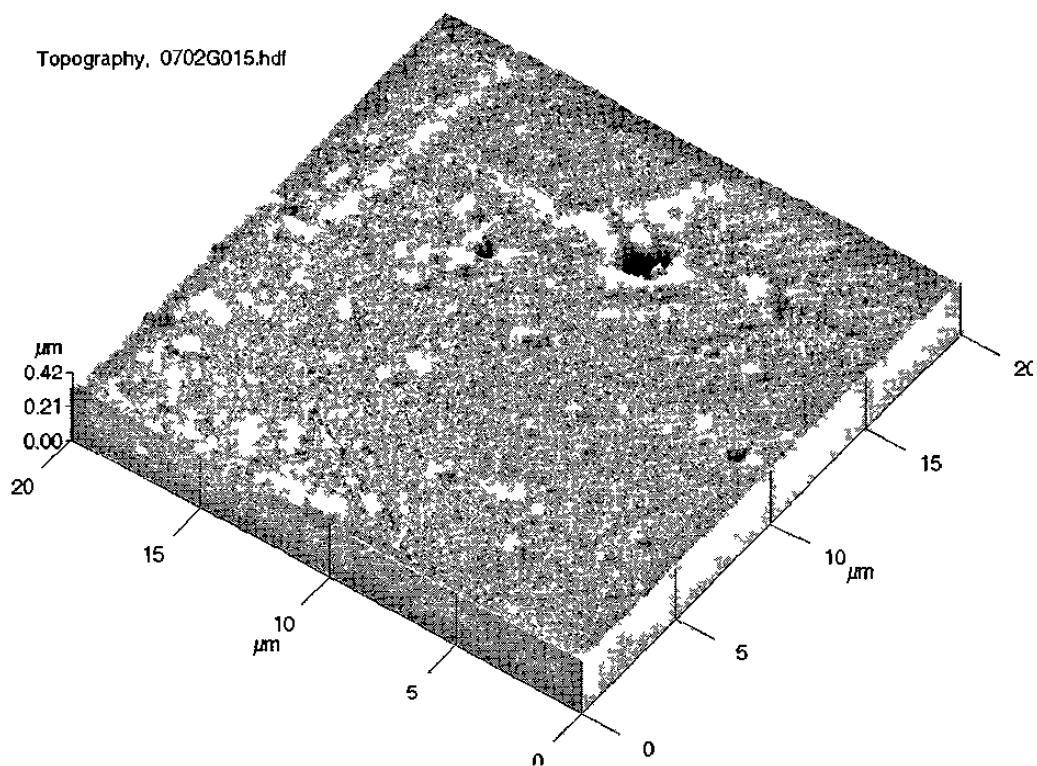


Figura 6.2.5 Imagen de AFM del precipitado B1 (Barrido 20 x 20 μm).

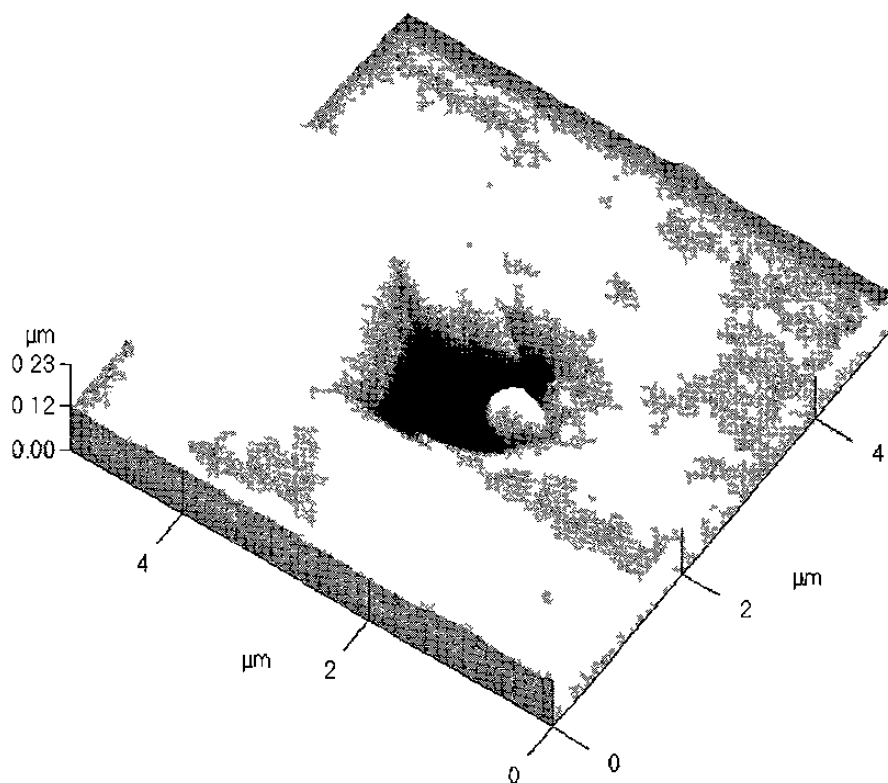


Figura 6.2.6 Imagen de AFM del precipitado B1 (Barrido 5 x 5 μm).

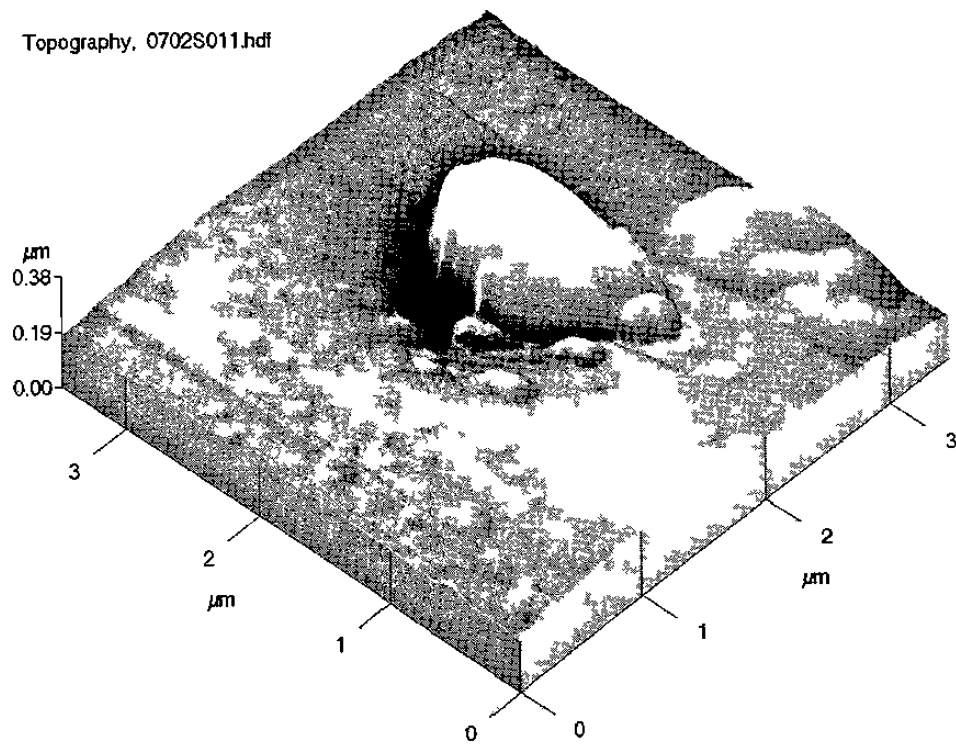


Figura 6.2.7 Imagen de AFM del precipitado B2.

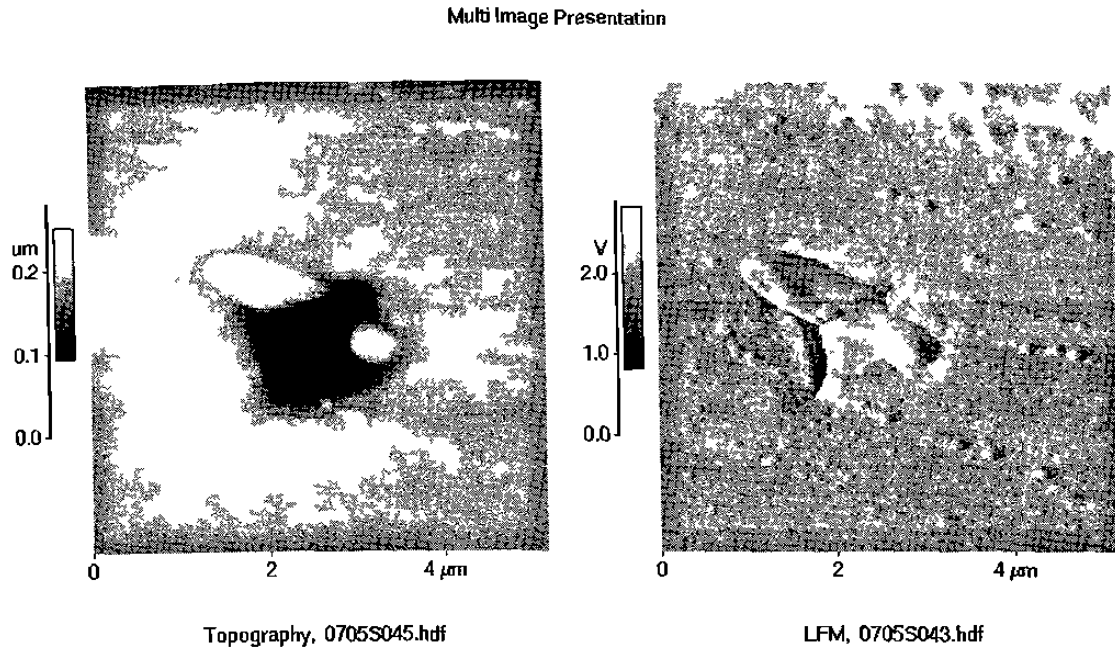


Figura 6.2.8 Imagen comparativa de Topografía y Fuerza Lateral tomada en AFM, B1.

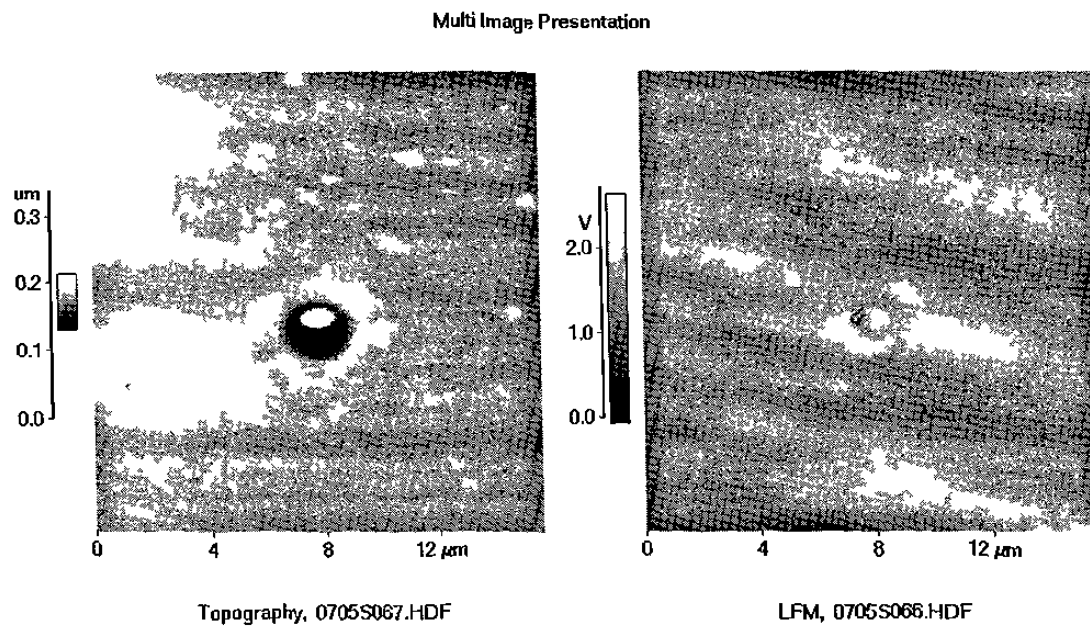


Figura 6.2.9 Imagen comparativa de Topografía y Fuerza Lateral tomada en AFM, B2.

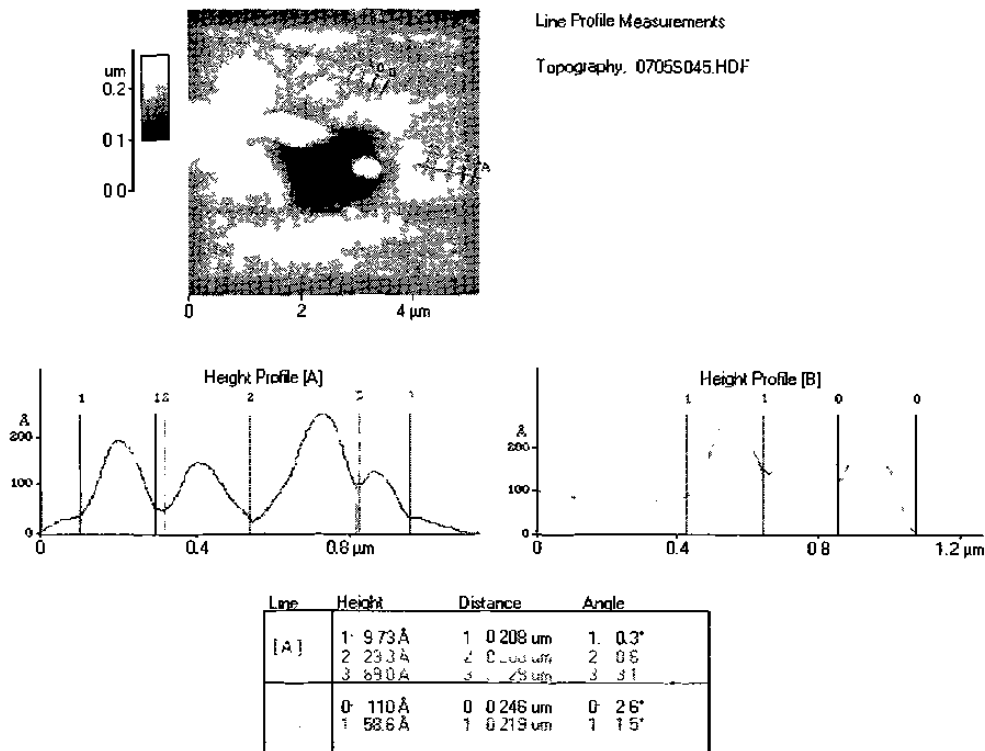


Figura 6.2.10 Caracterización de precipitados finos cercanos al precipitado B1.

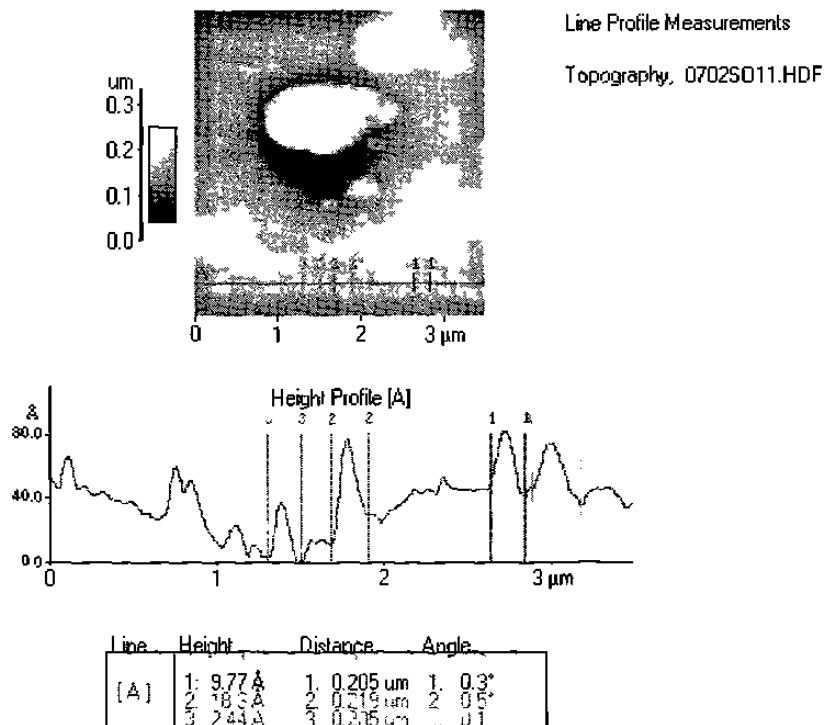


Figura 6.2.11 Caracterización de precipitados finos cercanos al precipitado B2.

Tratamiento térmico 175°C por 8 horas

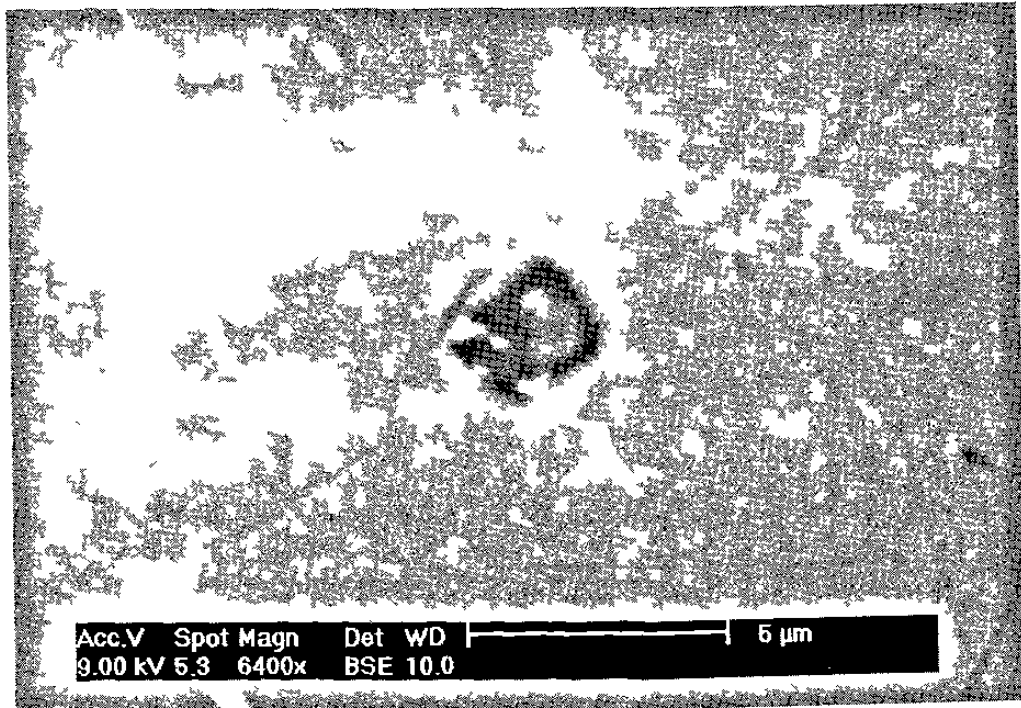


Figura 6.3.1 Imagen tomada en SEM de precipitado C1,  $Mg_2Si$ .

Label A:

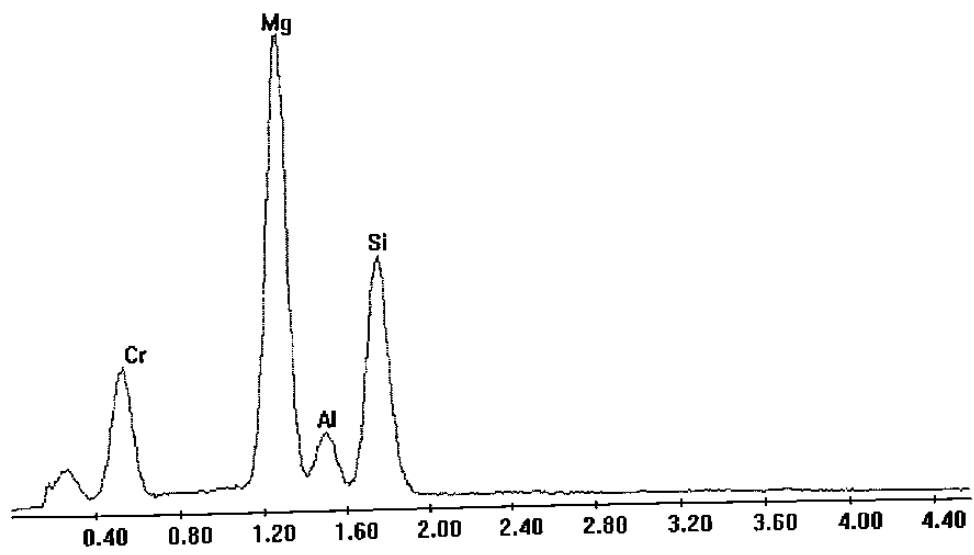


Figura 6.3.2. Elementos del precipitado C1.

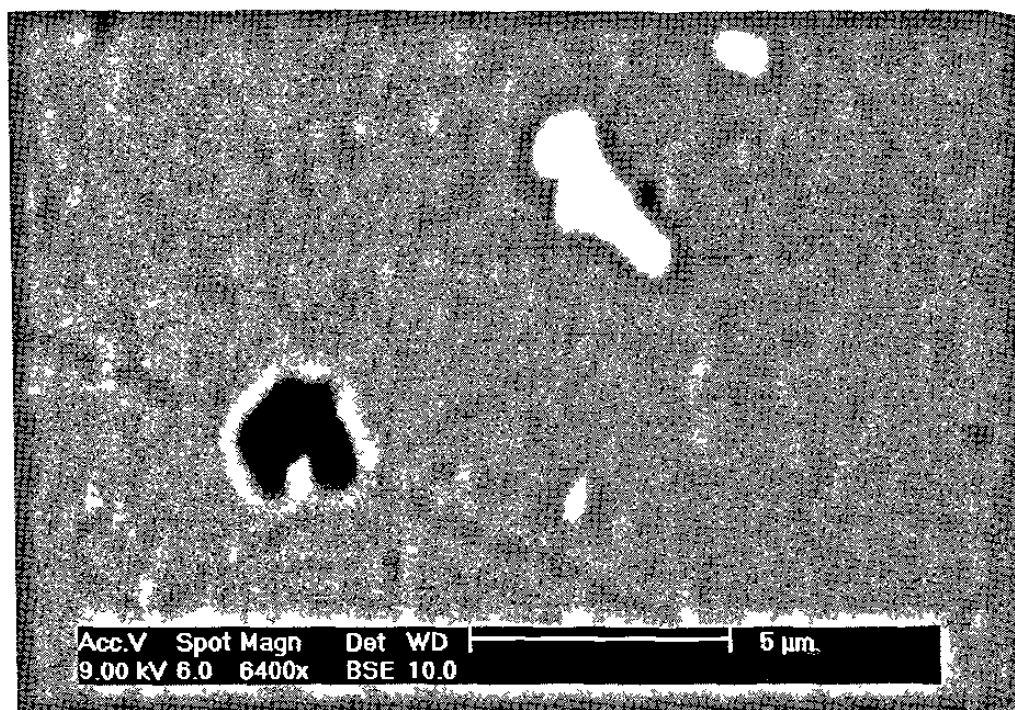


Figura 6.3.3 Imagen tomada en SEM de precipitado C3,  $Mg_2Si$  (Obscuro).

Label A:

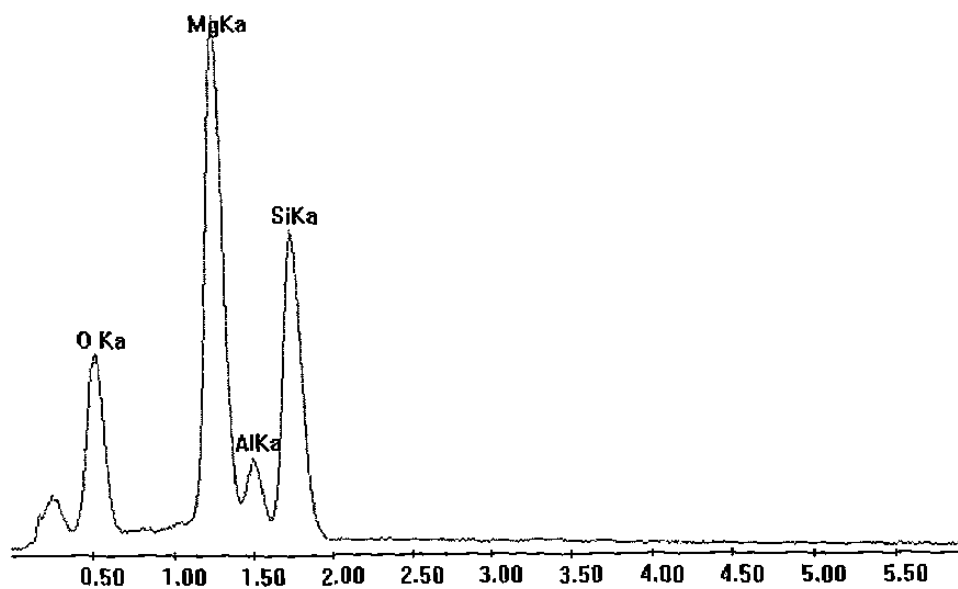


Figura 6.3.4. Elementos del precipitado C3.



Figura 6.3.5. Imagen tomada en SEM de precipitado C4, Mg<sub>2</sub>Si (Obscuro).

Label A:

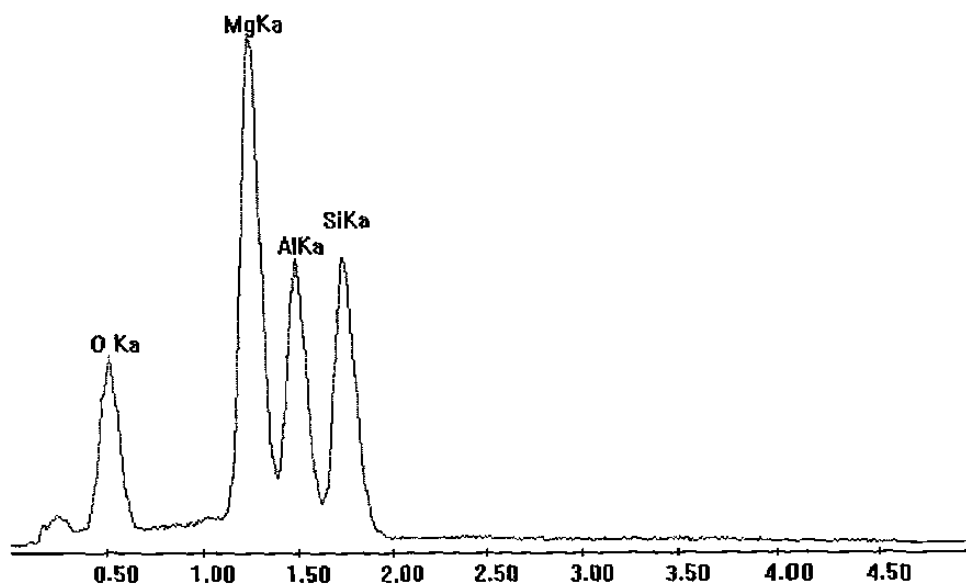


Figura 6.3.6. Elementos del precipitado C3.



# CAPITULO 7

## Conclusiones y Recomendaciones.

### 7.1 Conclusiones.

La máxima dureza encontrada en la aleación 6061 fue de 88 HV<sub>50</sub> para un tratamiento de envejecido de 24 horas a 175°C, valor que concuerda con el que se encontró en una aleación similar. En el tratamiento a 350°C por 24 horas se encontró el valor mínimo de dureza, 33.4 HV<sub>50</sub>, esto se debe al sobre-envejecimiento que provoca la caída en la dureza en la aleación.

La técnica de AFM para la caracterización de precipitados es bastante útil, se obtuvieron imágenes que muestran con mucho detalle la morfología de los precipitados Mg<sub>2</sub>Si, logrando observarlos desde un tamaño de aproximadamente 3 μm (siendo estos los más grandes) hasta partículas más pequeñas de alrededor de 0.2 μm, estos precipitados son los más interesantes ya que es el que permite el incremento en las propiedades mecánicas del material.

Al utilizar el AFM en complemento con LFM se pueden identificar cambios en propiedades del material provocados por la falta de homogeneidad del material, siendo éste el caso en la formación de precipitados en la aleación de aluminio, por lo tanto se concluye que la técnica de LFM puede aplicarse de una forma práctica en la caracterización de estos precipitados.

También se encontró que a diferencia del TEM, AFM es una técnica más práctica desde el punto de vista de que la obtención de imágenes es más fácil y sobretodo que éstas puedan ser tridimensionales lo cual permite verificar de una mejor forma la morfología de las partículas.

## 7.2 Recomendaciones.

Se recomienda utilizar diferentes velocidades de enfriamiento en el tratamiento de solubilización, con el objetivo de encontrar la máxima dureza en la aleación 6061, también realizar tratamientos de envejecimiento a diferentes temperaturas y tiempos de tal forma que se encuentren las mejores propiedades en el material.

En la técnica de AFM sería muy útil realizar barridos con un dispositivo piezoeléctrico de 100  $\mu\text{m}$  con el fin de poder ver en AFM la distribución de precipitados de una forma general para después caracterizarlos de la forma en que se hizo en este trabajo. También es recomendable este dispositivo de 100  $\mu\text{m}$  ya que la búsqueda de los precipitados se hace de una forma mas rápida y tal vez no sea necesario realizar marcas en el material para poder localizar un área determinada.

También sería interesante comparar la morfología de los precipitados caracterizados por SEM y AFM con imágenes en TEM, además de obtener patrones de difracción y su orientación.

## REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. D.R. Lide, (ed.) in Chemical Rubber Company handbook of chemistry and physics, CRC Press, Boca Raton, Florida, USA, 75th edition, 1994.
2. M.E. Weeks and H.M. Leicester in Discovery of the elements, J. Chem. Ed, Easton, Penn, USA, 1968.
3. S. J. Andersen, H. W. Zandbergen, J. Jansen, C. Traeholt, U. Tundal and O. Reiso, *The Crystal structure of the  $\beta^p$  phase in Al-Mg-Si alloys, Acta mater.* Vol. 46 No. 9 pp. 3283,1998
4. F. Delie and D. Boubard, *The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys, Acta mater.* Vol. 46 No. 11 pp. 3893-3894, 1998
5. Heat Treatment of Non Ferrous Alloys, ASM Handbook, Vol. 4., 1991.
6. Dutta, I. and Allen, S. M., J. Mater. Sci. Lett., 1991, **10**, 323.
7. Gupta, A. K. and Lloyd, D. J., in *Aluminium Alloys: Their Physical and Mechanical Properties*, Vol. 2, ed. L. Arnberg *et al.*. Norwegian Institute of Technology and SINTEF Metallurgy, Trondheim, 1992, p21.
8. Smith, W. F., *Metall. Trans.*, 1973, **4**, 2435.
9. Cordier, H. and Gruhl, W., *Z. Metall.*, 1965, **56**, 699.
10. Thomas, G., *Inst. Metals*, 1961-62, **90**, 57.
11. Jacobs, M. H., *Phil. Mag.*, 1972, **26**, 1.
12. Skalicky, P. and Oppolzer, H., *Z. Metall.*,1972, **63**.
13. Pashley, D. W., Jacobs, M. H. and Vietz, J. T., *Phil. Mag.*, 1967, **51**.
14. Pashley, D. W., Rhodes, J. W. and Sendorek, A., *J. Inst. Metals*, 1966, **94**,41.
15. Schegoleva, T. V., *Phys. Metals Metall.*, 1968, **25** , 56.
16. Lynch, J. P., Brown, L. M. and Jacobs, M. H., *Acta metall.*, 1982, **30**, 1389.
17. Matsuda, K., Tada, S. and Ikeno, S., *Proc. 4<sup>th</sup> Int. Conf. on Aluminium Alloys*, ed. T. H. Sanders and E. A. Starke. Georgia Institute of Technology, Atlanta , GA, 1994, p. 605.
18. The Aluminium Association, Inc.

## LISTA DE FIGURAS

| <b>Figura</b> |  | <b>Página</b> |
|---------------|--|---------------|
| 4.1           | Esquema generalizado de un SPM.  | 20            |
| 4.2           | Estructura del AFM.  | 21            |
| 4.3           | Cabezal.   | 21            |
| 4.4           | Imagen de una aguja bajo el cantilever.  | 22            |
| 4.5           | Curva interatómica de fuerza contra distancia.   | 23            |
| 4.6           | Principios de operación de AFM.  | 25            |
| 4.7           | Curvas de respuesta para un cantilever.  | 29            |
| 4.8           | Torsión lateral del cantilever debida a cambios en topografía o fricción.                            | 32            |
| 4.9           | Histéresis en dispositivos piezoeléctricos.  | 34            |
| 4.10          | Arrastre sobre el dispositivo piezoeléctrico.  | 35            |
| 4.11          | Gráfica representando deflexión vertical.  | 35            |
| 4.12          | Efecto de la deflexión vertical.   | 36            |
| 5.1           | Microestructura de la aleación 6061.   | 37            |
| 5.2           | Equipo para tratamiento térmico.   | 38            |
| 5.3           | Diagrama de fases para Al-Mg <sub>2</sub> Si, se indican las líneas para las aleaciones 6061 y 6063. | 39            |
| 5.4           | Microscopio de fuerza atómica.   | 42            |
| 5.5           | Componentes del sistema en AFM.  | 43            |
| 5.6           | Principios de operación del AFM.   | 44            |
| 6.1.1         | Imagen en SEM de precipitados de Mg <sub>2</sub> Si.   | 51            |
| 6.1.2         | Análisis químico de la matriz se aluminio  | 52            |
| 6.1.3         | Análisis químico del precipitado A1 (parte derecha) mostrado en la figura 6.1.1.                     | 53            |
| 6.1.4         | Análisis químico del precipitado A2 (parte izquierda) mostrado en la figura 6.1.1.                   | 53            |

|        |  |    |
|--------|--|----|
| 6.1.5  | Imagen de AFM en tres dimensiones de precipitados A1 y A2.                       | 54 |
| 6.1.6  | Detalle del precipitado A1.  | 54 |
| 6.1.7  | Detalle del precipitado A2.  | 55 |
| 6.1.8  | Caracterización de precipitados finos.   | 55 |
| 6.1.9  | Precipitados caracterizados por SEM.   | 56 |
| 6.1.10 | Detalle precipitados que se muestran en la figura 6.1.9.                         | 56 |
| 6.2.1  | Imagen tomada en SEM de precipitados B1 y B2, Mg <sub>2</sub> Si (color oscuro). | 57 |
| 6.2.2  | Análisis químico de la matriz de aluminio  | 58 |
| 6.2.3  | Elementos del precipitado B1 mostrado en la parte superior, figura 6.2.1.        | 59 |
| 6.2.4  | Elementos del precipitado B2 mostrado en la parte inferior, figura 6.2.1.        | 59 |
| 6.2.5  | Imagen de AFM del precipitado B1 (Barrido 20 x 20 μm).                           | 60 |
| 6.2.6  | Imagen de AFM del precipitado B1 (Barrido 5 x 5 μm).                             | 60 |
| 6.2.7  | Imagen de AFM del precipitado B2.  | 61 |
| 6.2.8  | Imagen comparativa de Topografía y Fuerza Lateral tomada en AFM, B1.             | 62 |
| 6.2.9  | Imagen comparativa de Topografía y Fuerza Lateral tomada en AFM, B2.             | 62 |
| 6.2.10 | Caracterización de precipitados finos cercanos al precipitado B1.                | 63 |
| 6.2.11 | Caracterización de precipitados finos cercanos al precipitado B2.                | 63 |
| 6.3.1  | Imagen tomada en SEM de precipitado C1, Mg <sub>2</sub> Si.                      | 64 |
| 6.3.2  | Elementos del precipitado C1.  | 65 |
| 6.3.3  | Imagen tomada en SEM de precipitado C3, Mg <sub>2</sub> Si (Oscuro).             | 66 |
| 6.3.4  | Elementos del precipitado C3.  | 66 |
| 6.3.5  | Imagen tomada en SEM de precipitado C4, Mg <sub>2</sub> Si (Oscuro).             | 67 |
| 6.3.6  | Elementos del precipitado C3.  | 67 |

## LISTA DE TABLAS

|     |   |    |
|-----|---|----|
| 3.1 | Evaluación de fases cercanas a la aleación cuasibinaria Mg-Si.  | 17 |
| 5.1 | Composición de la aleación 6061.  | 38 |
| 6.1 | Microdureza Vickers.  | 46 |
| 6.2 | Tamaño promedio de precipitados $\beta'$ y desviación estándar, después de ser tratados a 350°C por 24 horas. | 48 |
| 6.3 | Tamaño promedio de precipitados $\beta'$ y desviación estándar, después de ser tratados a 175°C por 24 horas. | 49 |

# RESUMEN AUTOBIOGRAFICO

## Maribel de la Garza Garza

**Candidata para el Grado de  
Maestra en Ciencias de la Ingeniería con Especialidad en Materiales**

**Tesis: Caracterización de precipitados en la aleación de aluminio 6061 por medio de microscopía de fuerza atómica.**

Nacida el 24 de diciembre de 1974 en Garza García, Nuevo León, México. Hija del Sr. Enrique de la Garza Martínez y la Sra. Ernestina Garza Flores, esposa del Sr. Victor Páramo López.

Curso sus estudios profesionales en la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León, obteniendo el título de Ingeniero Mecánico Administrador en Junio de 1997. En Febrero de 1998 inicia la Maestría en Ciencias de la Ingeniería con Especialidad en Materiales en la misma Facultad con beca del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología CONACYT.

En Mayo de 1998 obtuvo una beca por un mes por parte de la Universidad Autónoma de Nuevo León con apoyo de la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica para realizar una estancia de investigación en la Universidad de Gante en Bélgica, trabajando con el microscopio de fuerza atómica.

