

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA**  
**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO**



**CARACTERIZACIÓN DE LA PRECIPITACIÓN EN UN  
MATERIAL COMPUESTO: ALEACIÓN DE ALUMINIO  
7075 REFORZADA CON GRAFITO**

**Por:**

**KARLA ALEJANDRA LEYVA GONZÁLEZ**

**Como requisito parcial para obtener el Grado de:**

**MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA  
MECÁNICA con Especialidad en Materiales**

**Asesor: Dr. Edgar O. García Sánchez**

**Cd. Universitaria a Julio de 2013**

# CONTENIDO

|   |    |
|---|----|
| RESUMEN .....   | 1  |
| JUSTIFICACIÓN .....   | 3  |
| OBJETIVOS .....   | 4  |
| HIPÓTESIS.....  | 5  |
| 1. INTRODUCCIÓN .....   | 6  |
| 2. FUNDAMENTO TEÓRICO.....  | 9  |
| 2.1. Material compuesto de matriz metálica.....   | 9  |
| 2.1.1. Introducción.....  | 9  |
| 2.1.2. Reforzamiento de los materiales compuestos de matriz de aluminio.....            | 10 |
| 2.1.3. Efecto del reforzamiento en los materiales compuestos de matriz de aluminio..... | 11 |
| 2.1.4. Aleación 7075.....   | 13 |
| 2.2. Tratamiento térmico.....   | 17 |
| 2.2.1. Secuencia de precipitación.....  | 20 |
| 2.3. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).....                                     | 21 |
| 2.3.1. Instrumentación y procedimiento experimental.....                                | 21 |
| 2.3.2. Cinética de la reacción.....   | 24 |
| 2.3.3. Reglas generales para la interpretación de DSC.....                              | 25 |

|  |    |
|--|----|
| 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....   | 27 |
| 3.1. Introducción.....   | 27 |
| 3.2. Diagrama de experimentos.....   | 27 |
| 3.3. Materiales y reactivos.....   | 29 |
| 3.4. Fabricación del material compuesto.....                                       | 30 |
| 3.5. Composición de las muestras.....  | 31 |
| 3.6. Caracterización inicial.....  | 32 |
| 3.6.1. Microscopía Óptica (OM) y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).....     | 33 |
| 3.7. Tratamientos térmicos de envejecido natural.....                              | 36 |
| 3.7.1. Microdureza Vickers.....  | 39 |
| 3.7.2. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).....                              | 41 |
| 4. ANÁLISIS DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....   | 45 |
| 4.1. Microscopía Óptica (OM).....  | 45 |
| 4.2. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).....                                 | 49 |
| 4.2.1. Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDX/EDS).....                         | 53 |
| 4.3. Microdureza Vickers.....  | 60 |
| 4.3.1. Efecto del zinc sobre la microdureza del material compuesto.....            | 61 |
| 4.3.2. Efecto del grafito sobre la microdureza del material compuesto.....         | 63 |
| 4.3.3. Efecto del TT sobre la microdureza del material compuesto.....              | 64 |
| 4.4. Calorimetría diferencial de barrido (DSC).....                                | 67 |
| 4.4.1. Efecto de la tasa de calentamiento sobre la secuencia de precipitación..... | 75 |
| 4.4.2. Efecto del tiempo de envejecido sobre la precipitación.....                 | 86 |
| 4.5. Discusión general.....  | 92 |
| 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....   | 96 |
| 5.1. Conclusiones.....   | 96 |
| 5.2. Recomendaciones.....  | 96 |

|                       |     |
|-----------------------|-----|
| REFERENCIAS.....      | 99  |
| LISTA DE FIGURAS..... | 104 |
| LISTA DE TABLAS ..... | 107 |

## RESUMEN

Los materiales compuestos de matriz metálica constituyen uno de los grupos de materiales más utilizados en la actualidad debido a la combinación de propiedades que poseen para aplicaciones especiales principalmente en la industria aeroespacial y la automotriz. Estas propiedades incluyen buena resistencia mecánica, buen desempeño del material a altas temperaturas, resistencia a la corrosión, alta dureza, entre algunas otras.

Gracias a estudios se conoce que es posible mejorar las propiedades de algunas aleaciones mediante tratamientos térmicos; para las aleaciones 7xxx de aluminio se utiliza el envejecido.

El proyecto de estudio muestra los resultados del tratamiento térmico realizado a un material compuesto de matriz de aluminio (7075) reforzado con partículas de grafito. Se muestran los efectos de la precipitación en el material mediante los resultados de las técnicas empleadas en el presente trabajo, las cuales corresponden a calorimetría diferencial de barrido (DSC) y micodureza Vickers, principalmente. También se utilizaron la microscopía óptica y la microscopía electrónica de barrido (SEM) como técnicas complementarias.

Se espera identificar la secuencia de precipitación, las fases que precipitan y las temperaturas de formación de estas fases mediante calorimetría, calcular la energía de activación requerida para la formación o disolución de las fases, así como determinar el efecto que generan, tanto las partículas de grafito como la cantidad de zinc en el envejecido del material.

Los resultados muestran un incremento en las propiedades mecánicas del material, una mejora en la dureza del mismo a un determinado tiempo de envejecido, así como la aceleración de algunas fases presentes en la precipitación y el efecto de las partículas sobre el material compuesto.

## **JUSTIFICACIÓN**

En este proyecto se realiza una caracterización extensiva de la evolución de la microestructura y envejecimiento del material compuesto: aluminio 7075 reforzado con grafito mediante la técnica de DSC. Con este trabajo se pretende determinar la secuencia y características energéticas de la precipitación, la cual es influenciada por la composición del aluminio, el contenido de grafito y el tratamiento térmico aplicado. De este modo será posible conocer el efecto que tiene el envejecido y la composición sobre las propiedades mecánicas del material.

# **OBJETIVOS**

## **Objetivo general.**

Estudiar la evolución de la microestructura en el material compuesto bajo diferentes condiciones de envejecido; así como conocer el efecto de las partículas de reforzamiento y el efecto del contenido de zinc.

## **Objetivos específicos.**

- Identificar las fases que precipitan en el material compuesto, la secuencia y las temperaturas a las cuales se forman estas fases.
- Determinar la energía de activación necesaria para la formación de las fases que precipitan.
- Determinar de qué manera influye el contenido de zinc y grafito en la formación de las fases.
- Evaluar el efecto que tiene el envejecido natural en la precipitación de las fases.

## **HIPÓTESIS**

La adición de partículas de grafito a la aleación 7075 promueve el incremento en la dureza del material y en general las propiedades mecánicas. Además, el contenido de grafito tiene influencia directa en las características energéticas de la precipitación de las fases intermetálicas en la matriz de aluminio, se espera un aumento en la tasa de envejecido.

# 1. INTRODUCCIÓN

El aluminio es el metal más empleado como matriz en los materiales compuestos de matriz metálica. Las aleaciones de aluminio son muy atractivas debido a su baja densidad, su capacidad para ser endurecidas por precipitación, su buena resistencia a la corrosión, alta conductividad térmica y eléctrica, entre otras propiedades.

Los materiales compuestos de matriz de aluminio han sido ampliamente estudiados desde 1920, y actualmente son utilizados en artículos deportivos, empaque de electrónicos, armamento y en la industria automotriz (1). Estos materiales ofrecen una gran variedad de propiedades dependiendo de la composición química de la matriz. Por lo general pueden ser reforzados con  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , SiC, C, entre otros.

La presencia de un determinado volumen del material de refuerzo puede generar efectos importantes en el comportamiento de la matriz; puede afectar la solidificación de la matriz, la difusión, el envejecido de la aleación (2), etc. Esto dependerá también de la composición de la matriz, del tamaño, morfología, volumen y del método de fabricación del material compuesto; todos estos factores afectarán las propiedades mecánicas del material.

La aleación estudiada en este proyecto que es la 7075 corresponde al grupo de las aleaciones de forja de la serie 7xxx y es la más importante de esta serie, es una aleación tratable térmicamente y susceptible de endurecerse por envejecido (3), la cual es reforzada por partículas de grafito (C).

Un tratamiento térmico (TT) es un proceso de calentamiento y enfriamiento controlado al que se somete un metal para variar sus propiedades (4).

El principal TT aplicado a las aleaciones de aluminio es el endurecimiento por precipitación, el cual involucra la formación de partículas (precipitados) que actúan para bloquear el movimiento de las dislocaciones y hacer más resistente el material (5).

El material de estudio fue analizado con este de tratamiento con la finalidad de mejorar sus propiedades. Una vez que el material fue tratado térmicamente se analizó utilizando calorimetría diferencial de barrido para determinar los efectos en la secuencia de precipitación: evaluar el efecto del grafito, el efecto de la tasa de calentamiento y del tiempo de envejecido de la matriz.

También se utilizaron otras técnicas como microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (SEM) para analizar la distribución de las partículas de grafito y de los elementos restantes que conforman la aleación matriz. Se realizaron también pruebas de microdureza Vickers para determinar el cambio en las propiedades posteriores al TT.

El capítulo 2 de este proyecto presenta el fundamento teórico, el cual consiste en una descripción conceptual del material compuesto, tanto de la matriz como del refuerzo. Se hace referencia al tratamiento térmico al cual fue sometido el material, la secuencia de precipitación correspondiente a la aleación 7075 y a los conceptos necesarios de la calorimetría diferencial de barrido, una de las técnicas empleadas para el estudio del material de interés.

En el capítulo 3 de este trabajo se realiza una descripción detallada del procedimiento experimental llevado a cabo, de la caracterización inicial del material compuesto, de las técnicas empleadas: microscopía (óptica y electrónica de transmisión), microdureza Vickers y calorimetría diferencial de barrido (DSC).

Posteriormente, en el capítulo 4 se presenta un análisis y discusión de los resultados obtenidos. Al final de este capítulo se realizó una discusión general de las técnicas para complementar los resultados finales.

Finalmente, en el capítulo 5 se enlistan una serie de conclusiones y recomendaciones basados en el análisis de los resultados obtenidos.

## **2. FUNDAMENTO TEÓRICO.**

### **2.1. Material compuesto de matriz metálica.**

#### **2.1.1. Introducción.**

El término “material compuesto”, en general, hace referencia a un sistema de materiales, el cual es compuesto por un constituyente discreto (poco visible): el reforzamiento, y que se encuentra distribuido en una fase continua (la matriz) (2). Un material compuesto presenta mejores propiedades que los componentes individuales. A diferencia de las aleaciones metálicas cada material que integra el material compuesto mantiene sus propiedades químicas, físicas y mecánicas individuales (6).

Los materiales compuestos son generalmente clasificados de acuerdo a la naturaleza física o química de la matriz. La matriz puede ser un cerámico, un metal o un polímero. Así se obtiene un material compuesto de matriz metálica (CMM), de matriz cerámica (CMC) o de matriz polimérica (CMP) (7).

Hoy en día se busca la mejora de la eficiencia de la producción y la reducción de costos. Debido a ello, la mayoría de CMM tanto en investigación como en desarrollo, son base aluminio y sus aleaciones. Esto se debe a que el aluminio es ligero, además es barato en comparación con otros metales ligeros como el titanio y el magnesio (8).

El interés de este proyecto se orienta hacia los materiales compuestos de matriz de aluminio. En éstos, la matriz es el aluminio o una aleación del mismo. El constituyente de refuerzo es incrustado en la matriz y por lo general es un cerámico.

Entre las ventajas que pueden ofrecer los materiales compuestos de matriz de aluminio comparados con otros materiales sin refuerzo se encuentran: mayor resistencia, mayor rigidez, densidad reducida, mejores propiedades a altas temperaturas, entre otras. Por ejemplo, el módulo elástico del aluminio puro puede incrementar de 70 GPa a 240 GPa al reforzarlo con 60% en volumen de fibra continua de alúmina.

Estos materiales compuestos han sido utilizados en numerosas aplicaciones estructurales, no estructurales y funcionales en diferentes sectores de ingeniería, entre ellos, el sector de transporte. Los beneficios que ofrecen a este sector son menor consumo de combustible, menor ruido y reducir las emisiones de gas.

### **2.1.2. Reforzamiento de los materiales compuestos de matriz de aluminio.**

Los materiales compuestos de matriz de aluminio pueden ser clasificados de acuerdo al tipo de reforzamiento empleado:

- a) Reforzados con partículas
- b) Reforzados con whiskers o fibras cortas.
- c) Reforzados con fibra continua.
- d) Reforzados con monofilamentos.

El presente proyecto se basa en materiales compuestos reforzados con partículas. Este tipo de material compuestos por lo general se refuerzan utilizando óxidos, carburos o boruros ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , SiC,  $\text{TiB}_2$ , etc.) y se utiliza un porcentaje en volumen menor al 30% cuando se utilizan en aplicaciones estructurales y cuando es necesaria una buena resistencia al desgaste.

Estos materiales pueden ser fabricados por procesos en estado sólido (metalurgia de polvos) o líquido (in-situ, fundición e infiltración). El material compuesto de estudio fue fabricado por proceso en estado sólido, descrito en la sección 3.4.

### **2.1.3. Efecto del reforzamiento en los materiales compuestos de matriz de aluminio.**

La presencia de un volumen mayor al 10% de reforzamiento puede generar efectos importantes en el comportamiento de la matriz, además puede afectar significativamente la solidificación de algunas aleaciones de aluminio. El reforzamiento cerámico puede actuar como barrera entre la difusión de calor y el soluto, catalizar la nucleación heterogénea de las fases, y/o provocar inestabilidades morfológicas en la interfase sólido-líquido (2).

La nucleación heterogénea de los cristales en la fase primaria de la superficie de algunos reforzamientos cerámicos puede reducir el tamaño de grano de la matriz. Por ejemplo, en las aleaciones Al-4.5Cu el tamaño de grano de la matriz no es afectado por el SiC o por las fibras de alúmina. Sin embargo, un reforzamiento de TiC si reduce el tamaño de grano.

El envejecido de las aleaciones de aluminio también es modificado por el reforzamiento cerámico, esto depende de la composición de la matriz, del tamaño, morfología y volumen del mismo y del método de fabricación del material compuesto (2).

Algunas de las modificaciones resultantes de ciertos estudios, causadas por el reforzamiento se mencionan a continuación.

- a) Material compuesto de matriz Al-Cu-Mg. El refuerzo más común es el SiC. Estos materiales presentan un envejecimiento acelerado comparado con las aleaciones sin reforzamiento, por lo general se debe a que las partículas de refuerzo conducen a aumentar los sitios de nucleación (9, 10).
- b) Material compuesto de matriz Al-Mg-Si. Los refuerzos comúnmente utilizados pueden incluir nitruros, SiC, B<sub>4</sub>C, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Estos materiales presentan en general mejores propiedades mecánicas como la dureza. Las partículas de refuerzo aceleran la tasa de envejecimiento (9, 11-17). Algunos (11, 15, 16) hacen mención a que la densidad de las dislocaciones aumenta debido a la expansión térmica entre la matriz y las partículas. También explican que estas dislocaciones actúan como sitios de nucleación para fortalecer los precipitados. Hay casos sin embargo, en los cuales los elementos de la matriz pueden reaccionar con el material de refuerzo, lo cual puede generar la inhibición de la precipitación de cierta(s) fase(s) (18).
- c) Material compuesto de matriz Al-Zn-Mg-(Cu). Los materiales de refuerzo más utilizados son el SiC y el Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Pueden presentarse las siguientes modificaciones: según Karthikeyan et. Al. (19) al variar la cantidad de partículas de refuerzo se obtienen diferentes capacidades caloríficas aun realizándose la caracterización bajo las mismas condiciones. Otros (20) mencionan que cuando el volumen de partículas empleado es alto (>20%) las curvas de dureza y de DSC difieren significativamente de las curvas de los materiales sin reforzar. También se menciona que el empleo de estas partículas genera una disminución en el tamaño de grano y que esto aumentará el endurecimiento del material (21, 22) por lo cual se obtendrán mejores propiedades mecánicas.

#### 2.1.4. Aleación 7075

Desde el punto de vista de la estructura cristalina las aleaciones de aluminio son cúbicas centradas en caras (FCC) y no sufren cambios alotrópicos, lo que les confiere una alta plasticidad, aunque las propiedades varían dependiendo de los elementos aleantes y de los tratamientos térmicos y/o mecánicos a los cuales haya sido sometido el aluminio (23).

La aleación 7075 corresponde a las aleaciones de forja de la serie 7xxx y es la más importante de esta serie; contiene: aluminio (87.1-91.4%), cromo (0.18-0.28%), cobre (1.2-2%), hierro (máx. 0.5%), magnesio (2.1-2.9%), manganeso (máx. 0.3%), silicio (máx.0.4%), titanio (máx.0.2%), zinc (5.1-6.1%) entre otros que en total suman 0.15% aprox. (3).

Debido a los elementos aleantes (Zn, Mg y Cu principalmente) se trata de una aleación tratable térmicamente y susceptible de endurecerse por envejecimiento, proceso que será descrito más adelante.

La influencia de los elementos de aleación en el aluminio es la siguiente:

- **Cobre:** aumenta de manera notable la resistencia y la dureza. Las aleaciones que presentan del 4 al 6% de cobre presentan una respuesta más efectiva al tratamiento térmico.
- **Magnesio:** mejora notablemente la resistencia y la dureza.
- **Zinc:** en aleaciones que contienen Cu y/o Mg, mejora la respuesta al endurecimiento por tratamiento térmico.

#### *Aplicaciones de la aleación 7075.*

La excelente resistencia, ductilidad y comportamiento frente a la corrosión de los CMM ya se conoce y puede modificarse para satisfacer los requisitos de muchas aplicaciones distintas.

Las aleaciones de la serie 7xxx: Al-Zn-Mg-Cu serán de especial interés en este proyecto. Las adiciones del Zn y del Mg a la aleación son las que determinan el aumento de la resistencia y la combinación de estos elementos con las impurezas de Cu permite obtener las aleaciones de aluminio con las mayores resistencias mecánicas.

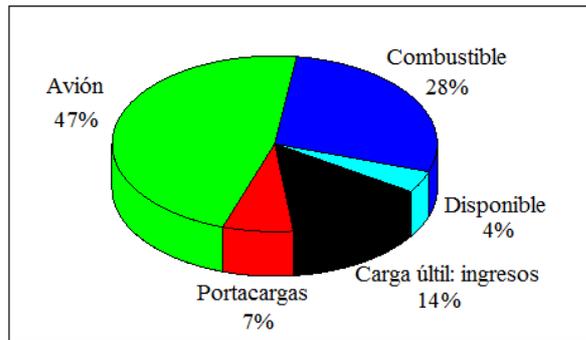
Además, gracias a la densidad del aluminio pueden fabricarse vehículos más ligeros, de esta manera la reducción de peso, reducirá el consumo de combustibles.

Por lo tanto no sorprende que el uso de estas aleaciones haya incrementado en diversas áreas como la industria de transporte, electrónica, térmica y principalmente la industria aeroespacial (24).

Las aplicaciones industriales de este tipo de aleaciones se explican a partir de su microestructura y propiedades físico-mecánicas, por lo que son más usadas en componentes aeronáuticos, donde la resistencia específica es un factor crítico (25).

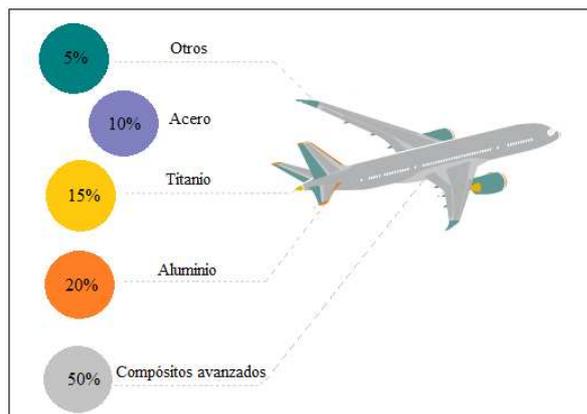
Las notables características de rendimiento de los vehículos aeroespaciales actuales son fruto de los avances en el campo de los materiales de alto rendimiento. Para obtener incrementos continuos de rendimiento se buscan constantemente materiales más ligeros, resistentes y duraderos.

Por ejemplo, en un avión comercial solamente puede utilizarse el 14% para el transporte de pasajeros, que es lo que genera beneficios. Es por esta razón que un ahorro de peso por mínimo que parezca representa una optimización (26). Esto se muestra en la siguiente figura.



**Figura 1.** Distribución del peso de un avión comercial (26)

La manera más eficaz de reducir el peso del fuselaje del avión y mejorar su rendimiento consiste en reducir la densidad y aumentar las propiedades mecánicas (27). Tal es el ejemplo del *Boeing 787*, el cual se muestra a continuación.



**Figura 2.** Composición de materiales de un Boeing 787 (27).

En la Figura 2 puede observarse que estas propiedades son posibles gracias a la aplicación en mayor proporción de materiales compuestos.

Debido a sus propiedades esta aleación también es empleada en engranajes y ejes, piezas de fusibles, partes de misiles, llaves, marcos para bicicletas, entre otras aplicaciones, como se muestran en la Figura 3 (3).



**Figura 3.** Aplicaciones de la serie 7xxx de aluminio: a) Rines para carro. b) Rueda libre de bicicleta hecha con Al7075. c) Marco para bicicleta (28, 29).

La aplicación del aluminio en vehículos ha incrementado en los últimos años debido al interés por mejorar la eficiencia de transportes como automóviles y con ello reducir las enormes cantidades de emisiones.

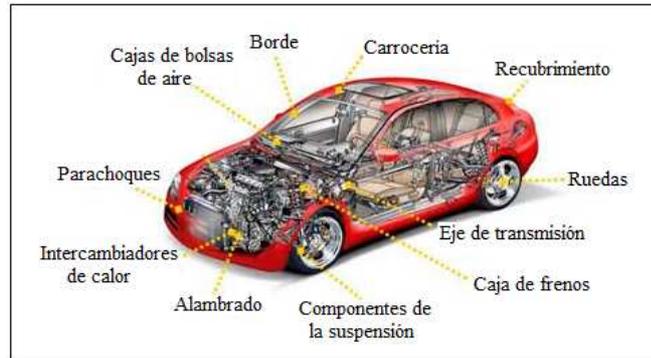
Para la industria del automóvil juega un papel fundamental el equilibrar: un peso menor entre el vehículo, la reducción de emisiones y el ahorro del combustible. Es a partir de aquí que surge el empleo de las aleaciones de aluminio en vehículos como el Audi A8, Honda Acura NSX, GM EV1, entre otros.



**Figura 4.** Vehículos fabricados con aleaciones de aluminio (30, 31).

Algunos modelos de vehículos contienen un mínimo en peso del 10% de aluminio, tales como: Fiat 500, Ford Escape, Honda Civic, entre otros.

A continuación se ilustran los componentes de un vehículo, los cuales pueden ser fabricados actualmente a partir de aleaciones de aluminio:



**Figura 5.** Componentes de un vehículo que pueden ser fabricados a partir de aleaciones de aluminio (32).

Dado que los vehículos más ligeros permiten economizar en combustible y reducir las emisiones, el aluminio es ya el material líder en el motor y es rápido ganando mercado. Un estudio estima que los fabricantes de automóviles aumentarán el uso de aleaciones de aluminio a 550 libras en peso en el año 2025 (32).

## 2.2. Tratamiento térmico

Un tratamiento térmico es, por definición, todo proceso de calentamiento y enfriamiento controlado al que se somete un metal con el propósito de variar alguna o algunas de sus propiedades. Dado que un tratamiento térmico (TT) permite alterar notablemente las propiedades físicas y mecánicas, estos procesos son de gran importancia industrial (4).

Mediante un tratamiento térmico puede conseguirse una estructura que le confiere al material mejores características en comparación con el estado inicial.

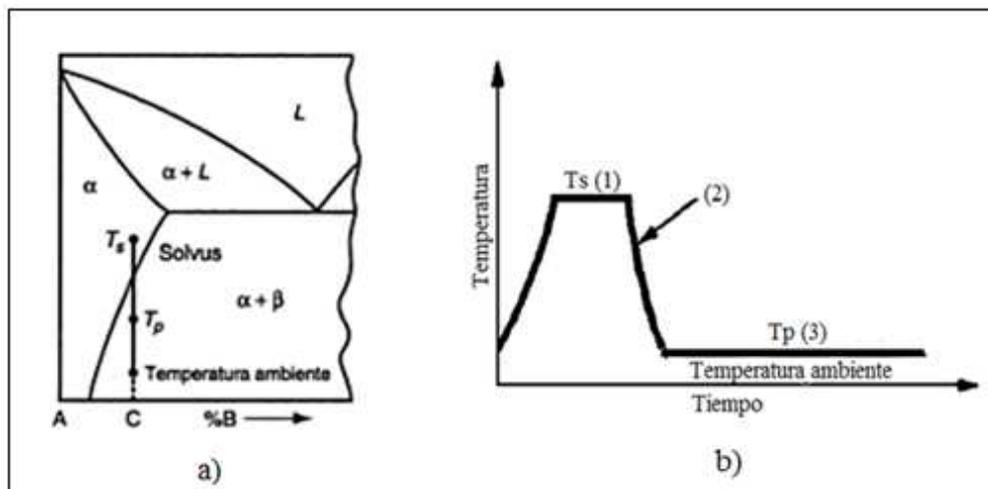
Esta mejora en las propiedades mecánicas se debe a las interacciones entre las dislocaciones y los constituyentes de la matriz del material compuesto.

El principal tratamiento térmico aplicado a las aleaciones de aluminio es el endurecimiento por precipitación.

El endurecimiento por precipitación involucra la formación de partículas finas (precipitados) que actúan para bloquear el movimiento de las dislocaciones y hacer más resistente y duro el metal (5).

La condición necesaria que determina si un sistema de aleación puede ser endurecido por precipitación es la presencia de una línea de solvus como se muestra en la Figura 6(a). En estos sistemas, una composición que se puede endurecer por precipitación es aquella que contiene dos fases a temperatura ambiente, pero que se puede calentar a una temperatura tal que disuelva la segunda fase. La composición C de la Figura 6(a) satisface esta condición.

El proceso de tratamiento térmico consiste en tres pasos, ilustrados en la Figura 6(b).



**Figura 6.** a) Diagrama de fase de una aleación formada por A y B, que pueden endurecerse por precipitación. b) Tratamiento térmico: 1) Tratamiento de solubilizado, 2) templado, 3) envejecimiento por precipitación (5).

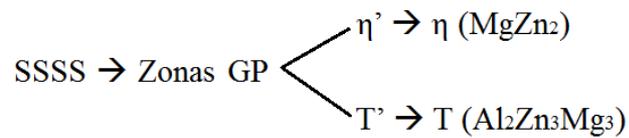
- (1) *Tratamiento de solubilizado*, en el cual se calienta la aleación a la temperatura  $T_s$  arriba de la línea solvus dentro de la región de la fase alfa y se sostiene por un periodo suficiente para disolver la fase beta (5) y así obtener una solución sólida homogénea.
- (2) *Templado*, la solución sólida debe ser enfriada rápidamente a temperatura ambiente para crear una solución sólida sobresaturada (SSSS). Su objetivo es preservar la solución sólida formada en el tratamiento térmico de solubilizado. Se aplica para retener los átomos del soluto en solución y mantener cierto número de sitios vacantes para promover la difusión. El tiempo para que se lleve a cabo el tratamiento de solubilizado es una función de la microestructura antes del tratamiento y de las dimensiones de la pieza.
- (3) *Envejecimiento por precipitación*, consiste en mantener la muestra a cierta temperatura durante un tiempo para que precipiten los elementos de aleación.

Algunas aleaciones envejecen a temperatura ambiente (envejecimiento natural), pero la mayoría requiere elevar la temperatura durante un cierto tiempo (envejecimiento artificial). El tamaño de los precipitados está en función de la temperatura y el tiempo de exposición. La velocidad de crecimiento es controlada por el fenómeno de la difusión. El objetivo del tratamiento es seleccionar el ciclo que produzca un tamaño de precipitado óptimo y de distribución uniforme (33).

La mayoría de los TT se llevan a cabo por medio de la difusión. En un TT de metales o aleaciones la rapidez de los cambios estructurales es controlada usualmente por la velocidad a la cual los átomos cambian de posición en la red.

### 2.2.1. Secuencia de precipitación.

La descomposición de soluciones sólidas en las aleaciones ternarias Al-Zn-Mg y cuaternarias Al-Zn-Mg-Cu ha sido estudiada y de acuerdo a Totten (34) y Mackenzie (35) las siguientes fases pueden ser formadas durante el envejecimiento: zonas Guinier-Preston ó GP (MgZn),  $\eta'$ ,  $\eta$  (MgZn<sub>2</sub>), T' y T (Al<sub>2</sub>Zn<sub>3</sub>Mg<sub>3</sub>). Esta secuencia de precipitación se representa de la siguiente manera:



Dependiendo de la composición de la aleación (y en especial de la relación Mg:Zn), para razones desde 2:5 hasta 1:7, la secuencia de precipitación se dirigirá a través de zonas de precipitados coherentes de la fase  $\eta$ . Pero si la relación de Mg:Zn se encuentra entre 0.5 y 6, la descomposición terminará con la formación de la fase T.

Dos tipos de zonas GP se distinguen en las aleaciones Al-Zn-Mg: las zonas GP1 son formadas durante el envejecido natural y las zonas GP2 (ricas en vacancias) que son originadas durante el temple y son precursoras de la fase  $\eta'$  (34).

La adición de hasta 1% de cobre a la aleación no afecta significativamente el mecanismo de precipitación. Sin embargo altos contenidos de cobre contribuyen al endurecimiento por medio del incremento de la estabilidad de las zonas GP (átomos de cobre entran en las zonas), modificando la composición de la fase  $\eta$  ó por la formación de la fase S' (Al<sub>2</sub>CuMg). Algunos autores (34, 36-38) sugieren la presencia de esta fase: S' (Al<sub>2</sub>CuMg), la cual aparece sólo bajo cierto contenido de cobre.

El envejecido natural de las aleaciones Al-Zn-Mg-Cu ocurre eficientemente y continúa por años. La máxima resistencia es asociada con la precipitación de las zonas coherentes GP y con la fase semicoherente  $\eta'$ . La temperatura de solvus de formación de las zonas GP incrementa con el contenido de zinc y de magnesio, estas zonas son muy pequeñas (2-3.5 nm) y presentan forma esférica, mientras que la fase  $\eta'$  forma partículas redondas o planas (34).

### **2.3. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).**

En los últimos veinte años las técnicas de calorimetría han sido aprobadas para utilizarse (complementariamente) como herramienta para la caracterización de la microestructura de los materiales. Además, esta técnica calorimétrica se ha colocado en el nivel de las herramientas más ampliamente utilizadas en laboratorios metalúrgicos de la industria del aluminio (35).

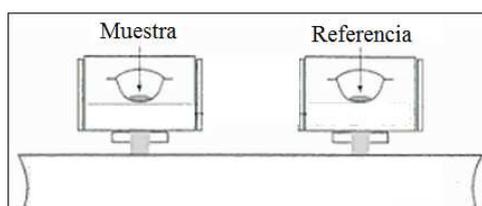
En la Calorimetría Diferencial de Barrido la muestra y la referencia se colocan en el calorímetro. Los calentadores suben la temperatura a una tasa especificada o bien, mantienen la calorimetría a una temperatura determinada. El calorímetro mide la diferencia en el flujo de calor entre la muestra y la referencia (39).

#### **2.3.1. Instrumentación y procedimiento experimental.**

##### **2.3.1.1. Calorímetro Diferencial de Barrido (DSC).**

Hay tres tipos de instrumentos para medir la calorimetría diferencial de barrido: DSC de potencia compensada, DSC de flujo de calor y DSC modulado. Cada uno genera una gráfica de potencia o flujo de calor en función de la temperatura, que se denomina termograma. El DSC utilizado en el presente proyecto corresponde a uno de flujo de calor, así que se hará énfasis en éste.

En los sistemas de DSC de flujo de calor, los soportes de la muestra y la referencia son calorímetros idénticos posicionados simétricamente en el DSC (Ver Figura 7). La señal de flujo de calor diferencial del DSC vacío debe ser cero. Los termopares del área de salida están acoplados directamente a las plataformas y un sensor  $T_{\text{cero}}$ , que se encuentra localizado entre la plataforma de la muestra y la referencia, actúa simultáneamente como un sensor de control para asegurar la precisión de una operación isotérmica del horno.



**Figura 7.** Soportes de la muestra y de la referencia en un DSC (39).

### 2.3.1.2. Calibración de DSC.

Antes de realizar las mediciones cuantitativas los instrumentos deben ser calibrados para fijar la escala de temperatura y el calor específico de manera precisa. Se requiere además una línea base para asegurar la precisión y técnicas de muestreo adecuado para obtener resultados exactos.

#### *Línea base.*

Cuando el DSC es utilizado para mediciones de calor específico, la desviación de la línea base es muy importante. El primer ajuste de la línea base se realiza con los soportes vacíos para tomar en cuenta las diferencias mínimas entre el soporte de la muestra y el de la referencia, los termopares, etc. Una vez que la muestra y la referencia son introducidas en sus respectivos soportes, la línea base tiene que ajustarse nuevamente para neutralizar las diferencias entre las dos, principalmente en calor específico.

### *Calibración de la temperatura*

La calibración de la temperatura es requerida para determinar las temperaturas de transición de los materiales. Esta calibración es realizada mediante el uso de estándares de alta pureza y materiales de referencia con temperatura y energía de transición conocidos.

### *Entalpía*

La calibración del flujo de calor es realizada grabando el pico endotérmico de fusión de un material estándar de alta pureza en función del tiempo. Después se integra este pico para obtener un área que es proporcional a la entalpía de fusión del material estándar.

### *Calor específico*

Para obtener medidas exactas del calor específico se recomienda que el rango de temperatura analizado sea estable, utilizar un gas de purga de alta calidad y flujos constantes para obtener una línea base consistente, calibrar adecuadamente el equipo y utilizar las temperaturas adecuadas (bajas tasas de calentamiento para muestras grandes y altas tasas para muestras pequeñas).

#### **2.3.1.3. Muestras y referencia.**

Es necesario tener un buen contacto entre el soporte (sensor) y la muestra (fondo del panel) para obtener una buena resolución y nitidez en los picos de DSC. El tamaño de la muestra y el de la referencia deben ser similares. El tamaño de la muestra será elegido dependiendo del estudio al cual será sometido. Debe considerarse que mientras las muestras pequeñas incrementan la resolución, las grandes aumentan la sensibilidad (los pequeños cambios son más fáciles de detectar en muestras grandes). Los gradientes térmicos deben ser considerados cuando se cuenta con muestras grandes.

El material de referencia debe tener un calor específico similar al de la muestra. El aluminio puro es el material de referencia más común al realizar mediciones en aleaciones de aluminio. Debe tenerse especial cuidado al preparar las muestras de DSC para evitar introducir deformaciones cuando se trabaja con aleaciones de aluminio. El método común para preparar muestras de DSC consiste en prensar discos desde un material delgado. De manera alternativa, barras cilíndricas pueden ser maquinadas y después cortarse discos como muestras.

Maquinar y cortar pueden introducir la deformación en el material, lo cual generará importantes cambios en las curvas de DSC.

#### **2.3.1.4. Tasas de calentamiento/enfriamiento.**

La señal de DSC es directamente proporcional a la tasa de calentamiento. Un incremento en la tasa de calentamiento/enfriamiento genera (a) desplazamiento de los picos a temperaturas más altas, (b) aumento de la sensibilidad (los picos de reacción son más grandes) permitiendo detectar reacciones débiles, (c) traslape de reacciones, que dificultan la resolución, (d) menor confiabilidad en la línea base. Por el otro lado, una baja tasa de calentamiento promueve: (a) un incremento en la resolución, (b) una reducción en la sensibilidad, reduciendo el tamaño de los picos, (c) mejora en la línea base (35).

#### **2.3.2. Cinética de la reacción.**

Las transformaciones de fase son comúnmente estudiadas bajo condiciones continuas de calentamiento utilizando la calorimetría diferencial de barrido (DSC) para medir la evolución durante el proceso (40).

Utilizando DSC es posible obtener información cinética de las reacciones de precipitación y disolución de las fases de aleaciones, para determinar los requerimientos de energía de las mismas. Para estudiar esta sección de cinética de la reacción se puede utilizar el método de Kissinger, el cual se describe a continuación.

### **2.3.2.1. Método de Kissinger**

El método de Kissinger se basa en la determinación de la variación de la temperatura de los picos en función de la velocidad de calentamiento. Es posible obtener la energía de activación a partir de la siguiente ecuación lineal:

$$\ln\left(\frac{T^2}{\beta}\right) = \frac{E}{RT} + C \quad (1)$$

En donde T, es la temperatura del pico;  $\beta$  es la velocidad de calentamiento; E es la energía de activación; R es la constante universal de los gases ideales (8.314 J/mol-K) y C es una constante.

Mediante esta ecuación se graficará  $\ln(\beta/T^2)$  en función de (1/T), la cual tendrá una pendiente de (E/R).

Los datos utilizados para aplicar el método de Kissinger fueron obtenidos a partir de diferentes barridos de DSC que fueron realizados para distintas velocidades de calentamiento (40).

### **2.3.3. Reglas generales para la interpretación de DSC.**

Cada aleación tiene su propia curva característica de DSC, con picos propios y reacciones endotérmicas y exotérmicas, que podrían ser utilizadas para su identificación.

Cuando una reacción endotérmica comienza, la temperatura de la muestra se va alejando de la temperatura de la referencia debido al calor de reacción, éste es el punto donde la curva comienza a desviarse de la línea base. La temperatura del pico coincide con la temperatura a la cual la tasa de reacción es máxima. Una vez que la reacción ha terminado la difusión térmica, se obliga a la muestra a regresar rápidamente a la temperatura de equilibrio.

El DSC nos puede dar información del tipo y tamaño de partículas que están precipitando o disolviendo (temperatura del pico), la cantidad que precipita (área debajo de la curva) y de la propagación en el tamaño de partícula (ancho del pico).

La siguiente tabla muestra los valores típicos de la entalpía de reacción para los procesos más comunes en las aleaciones de aluminio (35):

**Tabla 1.** Entalpías de reacción típicas  $\Delta H$  (J/g) para varios procesos en aleaciones de aluminio (35).

| Proceso               | Tipo de pico | Forma del pico | Entalpía de reacción (J/g) |
|-----------------------|--------------|----------------|----------------------------|
| Fusión                | Endotérmico  | Agudo          | Cientos (400)              |
| Disolución de fase    | Endotérmico  | Ancho          | Decenas (15)               |
| Solidificación        | Exotérmico   | Agudo          | Cientos (400)              |
| Precipitación de fase | Exotérmico   | Ancho          | Decenas (15)               |
| Recristalización      | Exotérmico   | Ancho          | Décimas (0.8)              |

Muchas técnicas como: conductividad, dureza, microscopía electrónica y óptica y técnicas de microanálisis como EDAX, son utilizadas con el propósito de interpretar la aparición de los picos en las curvas.

### **3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.**

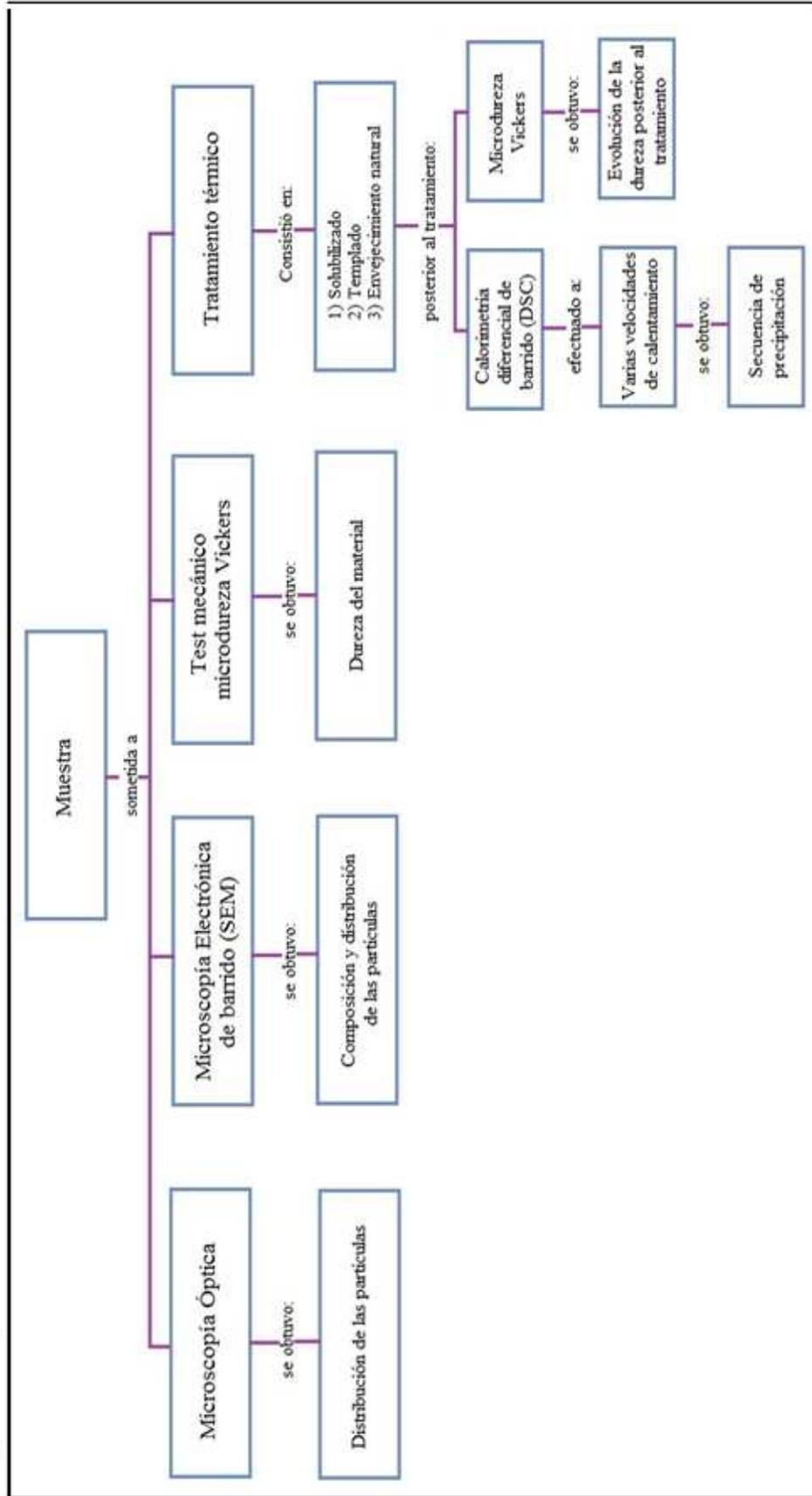
#### **3.1. Introducción**

El presente proyecto está basado en una serie de experimentos para determinar la evolución de la microestructura del material compuesto así como para evaluar el efecto de la composición de la aleación en este proceso. La caracterización de estos materiales compuestos se realizó mediante las técnicas de microscopía óptica (OM), microscopía electrónica de barrido (SEM), ensayos de microdureza Vickers (HV); así como calorimetría diferencial de barrido (DSC), las cuales serán detalladas más adelante.

#### **3.2. Diagrama de experimentos.**

A continuación se presenta un breve esquema de la experimentación realizada.

Diagrama de experimentos



### 3.3. Materiales y reactivos.

En la fabricación del material compuesto se utilizaron los siguientes componentes: zinc (Zn), magnesio (Mg), cobre (Cu), cromo (Cr), hierro (Fe), manganeso (Mn), aluminio (Al), grafito (C), metanol (CH<sub>4</sub>O) y argón (Ar<sub>2</sub>). El equipo utilizado para la elaboración del mismo fue un molino de alta energía (SPEX-8000), molino de alta energía (Simoloyer CM01), balanza analítica, cronómetro y horno de resistencias convencional.

En la experimentación del proyecto se requirieron las siguientes sustancias: alcohol etílico (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O), acetona (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O), resina epóxica, agua destilada, alúmina en polvo (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 0.3 μm, *butylcellosolve* (2-butoxietanol, 97%), ácido perclórico (HClO<sub>4</sub>), baño de hielo (H<sub>2</sub>O) y nitrógeno (N<sub>2</sub>). Los materiales y equipos utilizados durante la experimentación fueron: alambre de níquel, disco de carburo de silicio, horno convencional (Thermolyne mod. F6010), cortadora (Struers Discotom-2), perforadora manual de acero inoxidable, pinzas de acero inoxidable, microdurómetro (Shimadzu), Microscopio Óptico (Nikon Epiphot), Microscopio Electrónico de Barrido (Nova NanoSEM 200 FEI), cinta de grafito, balanza analítica (Ohaus, Explorer), pulidora convencional giratoria (Struers Labopol-1), lijas (Struers no. 500, 800, 1200, 2400, 4000), paños para pulir, fuente de voltaje (Modelo D-612T Filtered D.C. Power Supply), calibrador de termopares (*Fluke 714*), termopar tipo K (Cromel-alumel), Calorímetro diferencial de barrido (DSC 404 F3 Netzsch), termómetro, cronómetro, vaso de precipitados (100mL), pipeta (10mL), propipeta, recipiente de acero inoxidable (empleado como cátodo) y cables eléctricos de conexión con pinzas tipo caimán (para el ensamble de la celda electrolítica).

### **3.4. Fabricación del material compuesto.**

A continuación se describe el procedimiento de fabricación del material compuesto. Se obtuvieron barras de 10 mm de diámetro y 250 mm de longitud aproximadamente. Las cuales fueron utilizadas para este estudio.

El material compuesto de Al7075-C fue fabricado mediante el mezclado simultáneo de polvos de metales puros (tamaño de partícula de -325 mallas) en porcentajes apropiados para obtener la matriz de aleación de aluminio 7075 y contenidos específicos de grafito (C).

La composición química nominal (% peso) de la aleación (Al7075) fue Zn-5.1, Mg-2.5, Cu-1.6, Cr-0.23, Fe-0.3, Mn-0.20, Al (balance). Se emplearon 3 contenidos de Zn, 5.1, 4.1 y 3.1 y 4 contenidos de grafito (C): 0.0, 0.5, 1.0 y 1.5, todos en % peso.

La pureza de las partículas de C fue de 99.9%, el tamaño promedio de partícula fue de 21  $\mu\text{m}$ , donde el 90% de estas partículas tuvo un tamaño menor a 84  $\mu\text{m}$ .

Las partículas de grafito se obtuvieron a partir de polvo de grafito molido mecánicamente en un molino de alta energía (SPEX) durante 8 h bajo una atmosfera de argón.

Las combinaciones de polvos elementales y grafito fueron mezcladas durante 5 minutos sin medio de molienda hasta obtener una mezcla homogénea, posteriormente fueron molidas mecánicamente en un molino de alta energía (Simoloyer) durante 5 y 10 horas bajo una atmosfera de argón. Mediante el empleo de este método fue posible la formación de la aleación Al7075 y la dispersión de las partículas de grafito dentro de la matriz de Al simultáneamente, obteniéndose con ello un material compuesto Al7075-C.

El dispositivo y el medio de molienda usados en los experimentos fueron de acero.

Se empleó una relación bolas-polvo de 14, el peso total de la muestra fue de 70 g por cada corrida.

Como agente de control de proceso (PCA) se empleó metanol en una cantidad de 3 ml.

Después de la molienda los productos fueron consolidados en muestras cilíndricas de 40 mm de diámetro a una presión aproximada de 950 MPa mediante la aplicación de una carga uniaxial. Las muestras consolidadas fueron posteriormente sinterizadas en vacío durante 3 horas a 550°C con una rampa de calentamiento de 50 °C/min.

Finalmente los productos sinterizados fueron extruídos en caliente a una temperatura de 500°C para formar una barra de 10 mm de diámetro mediante extrusión indirecta y una relación de extrusión de 16.

Adicionalmente como material de referencia, se elaboró una muestra en la condición de mezclado (sin molienda) y sin adición de partículas de grafito, preparada por la misma ruta de consolidación.

### 3.5. Composición de las muestras.

A continuación se muestran las distintas composiciones de zinc y de grafito de las 12 barras de material compuesto:

**Tabla 2.** Composiciones de las 12 muestras del material compuesto.

| Muestra | Contenido de zinc (%) | Contenido de grafito (%) |
|---------|-----------------------|--------------------------|
| 1       | 5.1                   | 0.0                      |
| 2       | 5.1                   | 0.5                      |
| 3       | 5.1                   | 1.0                      |
| 4       | 5.1                   | 1.5                      |
| 5       | 4.1                   | 0.0                      |

**Tabla 2.** Composiciones de las 12 muestras del material compuesto (Continúa)

|    |     |     |
|----|-----|-----|
| 6  | 4.1 | 0.5 |
| 7  | 4.1 | 1.0 |
| 8  | 4.1 | 1.5 |
| 9  | 3.1 | 0.0 |
| 10 | 3.1 | 0.5 |
| 11 | 3.1 | 1.0 |
| 12 | 3.1 | 1.5 |

Los contenidos del magnesio y del cobre son idénticos para cada una de las muestras, los cuales corresponden a 2.5% y 1.6% respectivamente.

### 3.6. Caracterización inicial.

Se recibieron 12 muestras en forma de barras cilíndricas del compuesto (Al7075 reforzado con grafito) con un diámetro de 10 mm y una longitud aproximada de 25 cm. Las muestras corresponden a los diferentes contenidos de grafito y de zinc y se muestran a continuación:



**Figura 8.** Las 12 muestras iniciales del material compuesto: aleación 7075 reforzado con grafito.

De las 12 barras se seleccionaron 4, que fueron elegidas como puntos de referencia para realizar las pruebas y corresponden al máximo y mínimo contenido, tanto de zinc como de grafito. Estas 4 muestras se enlistan en la siguiente tabla con sus respectivas composiciones, así como con la identificación con la cual serán representadas a lo largo de este documento:

**Tabla 3.** Las 4 muestras representativas del material compuesto y su identificación.

| Muestra | Contenido de zinc (%) | Contenido de grafito (%) | Identificación |
|---------|-----------------------|--------------------------|----------------|
| 1       | 5.1                   | 0.0                      | 5.1.0.0.       |
| 4       | 5.1                   | 1.5                      | 5.1.1.5.       |
| 9       | 3.1                   | 0.0                      | 3.1.0.0.       |
| 12      | 3.1                   | 1.5                      | 3.1.1.5.       |

A continuación se hace una descripción detallada de la metodología de caracterización de las muestras y de cada una de las técnicas utilizadas.

### **3.6.1. Microscopía Óptica (OM) y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)**

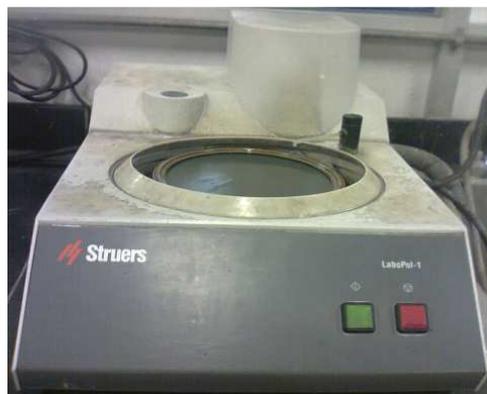
De cada muestra seleccionada se cortaron secciones de una altura de 10mm. y después se realizó un corte longitudinal utilizando un disco de carburo de silicio. En la Figura 9 se muestra la cortadora utilizada.



**Figura 9.** Cortadora utilizada para preparación de muestras.

Las muestras se montaron en frío (en resina epóxica) y evitar con este método el calentamiento de las muestras que pudiera modificar las características microestructurales.

Después del proceso de corte y montaje, las muestras fueron desbastadas y pulidas de manera convencional utilizando lijas de tamaño de grano de 500, 800, 1200, 2400 y 4000. En la Figura 10 se muestra la pulidora utilizada para el desbaste de las muestras.



**Figura 10.** Pulidora utilizada para desbastar las muestras.

Para el acabado final las muestras se pulieron de forma manual con paño hasta alcanzar un acabado de pulido espejo, en esta etapa se utilizó como medio de abrasión alúmina en polvo.

Después del pulido se observaron las muestras en el Microscopio Óptico (OM) y en el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM).

En el Microscopio Óptico las muestras se analizaron para obtener información de la distribución y el tamaño de las partículas en la matriz del material compuesto que son detectables por esta técnica.

En la Figura 11 se muestra el Microscopio Óptico utilizado para realizar el análisis.



**Figura 11.** Microscopio Óptico utilizado para analizar las muestras.



**Figura 12.** SEM utilizado para análisis de muestras.

En el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) (mostrado en la Figura 12) las muestras fueron colocadas en el portamuestras utilizando cinta de grafito dentro de la cámara, se colocó el detector para electrones retrodispersados para efectuar los análisis de cada muestra.

Mediante el SEM fue posible observar la distribución y el tamaño de las partículas en la matriz del material compuesto, así como la composición de las mismas mediante Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDS/EDX).

El análisis de los resultados se muestra en el capítulo 4.

### **3.7. Tratamientos térmicos de envejecido natural**

Se cortaron 9 piezas de cada una de las 4 muestras, cada pieza con un espesor de 5 mm aproximadamente y el diámetro original de 10 mm, para estudiar el material compuesto en 3 tiempos de envejecido y 3 velocidades de calentamiento en DSC.

Todas las piezas se desbastaron en una pulidora utilizando la secuencia convencional de lijas desde 500 hasta 4000 este procedimiento con la finalidad de alcanzar un espesor cercano a 1mm.

Al obtener el espesor deseado cada pieza se cortó con una perforadora para obtener un diámetro de 6mm aproximadamente y poder ser colocadas en los crisoles utilizados para el análisis por DSC. Las muestras presentaron un peso entre los 18-28 mg.

A continuación se presentan 2 tablas en las cuales se identifican las piezas de cada muestra para facilitar la descripción del proyecto. La identificación de cada muestra consta de 5 dígitos; los primeros dos dígitos (de izquierda a derecha) indican la cantidad de zinc del material compuesto (que puede ser 3.1 ó 5.1%), los siguientes 2 dígitos indican el contenido de grafito (puede contener 0.0 ó 1.5%) y el último de éstos, indica el número de pieza

correspondiente a cada muestra. Por ejemplo, la identificación 5.1.1.5.4., indica que es la pieza número 4 de la muestra que contiene 5.1% de Zn y 1.5% de C.

**Tabla 4.** Identificación de las muestras.

| Muestra  | Pieza no. | Identificación |
|----------|-----------|----------------|
| 5.1.0.0. | 1         | 5.1.0.0.1.     |
|          | 2         | 5.1.0.0.2.     |
|          | 3         | 5.1.0.0.3.     |
|          | 4         | 5.1.0.0.4.     |
|          | 5         | 5.1.0.0.5.     |
|          | 6         | 5.1.0.0.6.     |
|          | 7         | 5.1.0.0.7.     |
|          | 8         | 5.1.0.0.8.     |
|          | 9         | 5.1.0.0.9.     |

| Muestra  | Pieza no. | Identificación |
|----------|-----------|----------------|
| 3.1.0.0. | 1         | 3.1.0.0.1.     |
|          | 2         | 3.1.0.0.2.     |
|          | 3         | 3.1.0.0.3.     |
|          | 4         | 3.1.0.0.4.     |
|          | 5         | 3.1.0.0.5.     |
|          | 6         | 3.1.0.0.6.     |
|          | 7         | 3.1.0.0.7.     |
|          | 8         | 3.1.0.0.8.     |
|          | 9         | 3.1.0.0.9.     |

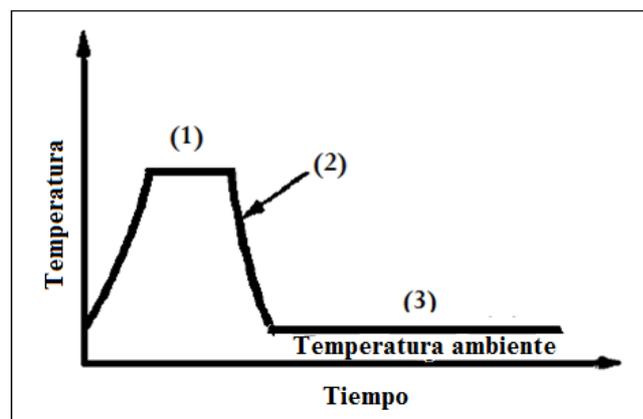
|          |   |            |
|----------|---|------------|
| 5.1.1.5. | 1 | 5.1.1.5.1. |
|          | 2 | 5.1.1.5.2. |
|          | 3 | 5.1.1.5.3. |
|          | 4 | 5.1.1.5.4. |
|          | 5 | 5.1.1.5.5. |
|          | 6 | 5.1.1.5.6. |
|          | 7 | 5.1.1.5.7. |
|          | 8 | 5.1.1.5.8. |
|          | 9 | 5.1.1.5.9. |

|          |   |           |
|----------|---|-----------|
| 3.1.1.5. | 1 | 3.1.1.5.1 |
|          | 2 | 3.1.1.5.2 |
|          | 3 | 3.1.1.5.3 |
|          | 4 | 3.1.1.5.4 |
|          | 5 | 3.1.1.5.5 |
|          | 6 | 3.1.1.5.6 |
|          | 7 | 3.1.1.5.7 |
|          | 8 | 3.1.1.5.8 |
|          | 9 | 3.1.1.5.9 |

Las muestras 5.1.0.0.1., 5.1.0.0.2. y 5.1.0.0.3. se envolvieron con alambre de níquel y también se colocó un termopar tipo K al centro del acomodo de éstas para tener una medición precisa de la temperatura.

El tratamiento térmico (TT) fue realizado con la intención de evaluar la respuesta al envejecido natural de este sistema (Al7075-C).

La Figura 13 presenta un diagrama del tratamiento térmico realizado:



**Figura 13.** Diagrama que muestra las etapas del tratamiento térmico, en donde: (1) Solubilizado por 2h a 550°C; (2) temple rápido en agua a 25°C; (3) Envejecimiento a temperatura ambiente.

El tratamiento se describe en 3 etapas:

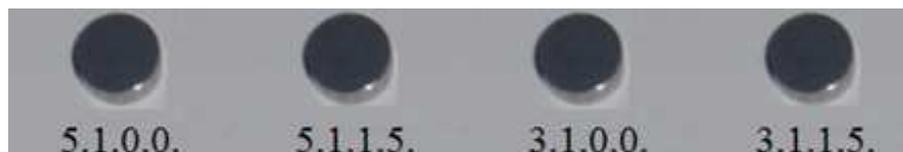
- 1ª. Etapa: se realizó un *solubilizado* a las muestras dentro del horno a una temperatura de 550°C durante 2 horas. Se realizó en estas condiciones porque el material compuesto (Al 7075-C) debe alcanzar durante un determinado tiempo una temperatura por encima de la correspondiente al límite de solubilidad para que los elementos aleantes se disuelvan en la matriz y pueda formarse una solución sólida homogénea.

- 2ª. Etapa: transcurridas las 2 horas del solubilizado, se realizó un *enfriamiento rápido* a las muestras (temple) en agua a 25°C, esto permite retener los átomos de los elementos aleantes (solutos) en solución, formando una solución sólida sobresaturada.
  
- 3ª. Etapa: *envejecido* de las muestras a temperatura ambiente (25°C) para diferentes tiempos. En esta etapa se formaron los precipitados que modificaron las propiedades mecánicas del material compuesto. Los tiempos de envejecido natural fueron de 1 hr, 6 hrs y 5 días, transcurrido cada tiempo las muestras se analizaron mediante DSC.

El tratamiento térmico para el resto de las muestras se efectuó de la misma manera: las muestras se colocaron de 3 en 3 en el horno, para el análisis por DSC, las siguientes muestras fueron 5.1.1.0.4., 5.1.1.0.5. y la 5.1.1.0.6; y así sucesivamente.

### 3.7.1. Microdureza Vickers

Para los ensayos de microdureza se cortaron muestras de las 4 barras seleccionadas con la cortadora, con un espesor de 1cm. aproximadamente. Después estas 4 muestras fueron desbastadas con lijas con un tamaño de grano de 500, hasta 4000 utilizando una pulidora, con la finalidad de obtener una superficie libre de rayaduras y medir adecuadamente las diagonales de las huellas del indentador sobre la muestra. La Figura 14 ilustra las muestras preparadas para estos ensayos.



**Figura 14.** Las 4 muestras preparadas para el test de microdureza.

Posterior al desbaste de las primeras 4 piezas se realizó el ensayo de microdureza.

Éste se realizó utilizando una carga de 0.2 kg<sub>f</sub> durante 15 segundos. Se realizaron 10 indentaciones a cada una de las muestras.

La Figura 15 muestra el microdurómetro utilizado para realizar el ensayo.



**Figura 15.** Microdurómetro utilizado en el ensayo de microdureza.

Después los ensayos de microdureza, se sometieron al tratamiento térmico: se solubilizaron a 550°C por 2 horas, se templaron en agua y se envejecieron naturalmente durante 1 hr, 5 hr., 5 días, 10 días y 15 días.

Transcurridos los tiempos de envejecimiento natural, se evaluó la microdureza nuevamente.

El objetivo de realizar estos ensayos de microdureza fue determinar el cambio en la resistencia del material compuesto, así como evaluar la evolución de la misma después del tratamiento térmico.

Los resultados se muestran en el capítulo 4.

### 3.7.2. Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

Después del TT se realizó el análisis por DSC a las 36 muestras, pero antes, se realizó a cada una de ellas un pulido electrolítico.

En el pulido electrolítico las zonas de las muestras con superficie más rugosa se disuelven a mayor velocidad que el resto de las zonas, obteniendo así una superficie más lisa y nivelada. Este procedimiento también permite eliminar la micro-deformación remanente del proceso de pulido previo.

La solución electrolítica fue preparada como se muestra en la Tabla 5 (41).

**Tabla 5.** Composición del electrolito utilizado para electropulido.

| Solución para electropulido de aleación 7075 con grafito |     |
|--|-----|
| Butylcellosolve (2- butoxietanol, 97%)                   | 2%  |
| Ácido perclórico (HClO <sub>4</sub> )                    | 8%  |
| Alcohol  | 30% |
| Agua destilada   | 60% |

Se preparó un baño de hielo y se colocó el recipiente de acero con la solución dentro del baño. Se conectaron los cables de la fuente de voltaje a la celda, siendo el cátodo el recipiente de acero, y el ánodo, la muestra desbastada.

La reacción se llevó a cabo durante un tiempo de 4-7 minutos con un voltaje de 8 V, con el objetivo de igualar en lo posible los espesores de las muestras y disminuir la microdeformación generada en la superficie por el proceso de desbaste y pulido mecánico. La Figura 16 muestra el sistema de electropulido utilizado.



**Figura 16.** Imagen de la celda creada para realizar el pulido electrolítico a las muestras.

Después del electropulido de las muestras se realizaron los análisis por DSC. Se corrieron las 36 muestras, y se utilizaron 3 velocidades de calentamiento, 5, 10 y 20 K/min.

En la Tabla 6 se muestran los tiempos de envejecido del TT para cada muestra, así como las velocidades de calentamiento a las cuales se realizó el análisis.

**Tabla 6.** Tiempos de envejecido y velocidades de calentamiento para cada muestra.

| Muestra  | Número | Identificación | tiempo de envejecido (TT) | velocidad de calentamiento (K/min) |
|----------|--------|----------------|---------------------------|------------------------------------|
| 5.1.0.0. | 1      | 5.1.0.0.1.     | 1 hr                      | 20                                 |
|          | 2      | 5.1.0.0.2.     | 5.5 hr                    |                                    |
|          | 3      | 5.1.0.0.3.     | 5 días                    |                                    |
|          | 4      | 5.1.0.0.4.     | 1 hr                      | 10                                 |
|          | 5      | 5.1.0.0.5.     | 5.5 hr                    |                                    |
|          | 6      | 5.1.0.0.6.     | 5 días                    |                                    |
|          | 7      | 5.1.0.0.7.     | 1 hr                      | 5                                  |
|          | 8      | 5.1.0.0.8.     | 5.5 hr                    |                                    |
|          | 9      | 5.1.0.0.9.     | 5 días                    |                                    |

**Tabla 6.** Tiempos de envejecido y velocidades de calentamiento para cada muestra (Continúa).

|          |   |            |        |    |
|----------|---|------------|--------|----|
| 5.1.1.5. | 1 | 5.1.1.5.1. | 1 hr   | 20 |
|          | 2 | 5.1.1.5.2. | 5.5 hr |    |
|          | 3 | 5.1.1.5.3. | 5 días |    |
|          | 4 | 5.1.1.5.4. | 1 hr   | 10 |
|          | 5 | 5.1.1.5.5. | 5.5 hr |    |
|          | 6 | 5.1.1.5.6. | 5 días |    |
|          | 7 | 5.1.1.5.7. | 1 hr   | 5  |
|          | 8 | 5.1.1.5.8. | 5.5 hr |    |
|          | 9 | 5.1.1.5.9. | 5 días |    |
| 3.1.0.0. | 1 | 3.1.0.0.1. | 1 hr   | 20 |
|          | 2 | 3.1.0.0.2. | 5.5 hr |    |
|          | 3 | 3.1.0.0.3. | 5 días |    |
|          | 4 | 3.1.0.0.4. | 1 hr   | 10 |
|          | 5 | 3.1.0.0.5. | 5.5 hr |    |
|          | 6 | 3.1.0.0.6. | 5 días |    |
|          | 7 | 3.1.0.0.7. | 1 hr   | 5  |
|          | 8 | 3.1.0.0.8. | 5.5 hr |    |
|          | 9 | 3.1.0.0.9. | 5 días |    |
| 3.1.1.5. | 1 | 3.1.1.5.1  | 1 hr   | 20 |
|          | 2 | 3.1.1.5.2  | 5.5 hr |    |
|          | 3 | 3.1.1.5.3  | 5 días |    |
|          | 4 | 3.1.1.5.4  | 1 hr   | 10 |
|          | 5 | 3.1.1.5.5  | 5.5 hr |    |
|          | 6 | 3.1.1.5.6  | 5 días |    |

**Tabla 6.** Tiempos de envejecido y velocidades de calentamiento para cada muestra (Continúa).

|  |   |           |        |   |
|--|---|-----------|--------|---|
|  | 7 | 3.1.1.5.7 | 1 hr   | 5 |
|  | 8 | 3.1.1.5.8 | 5.5 hr |   |
|  | 9 | 3.1.1.5.9 | 5 días |   |

Se obtuvieron las curvas de flujo calorífico vs. Temperatura, en las cuales se muestran las reacciones exotérmicas y/o endotérmicas que harán posible determinar la secuencia de precipitación del material compuesto: Al7075-C. En la Figura 17 se muestra el calorímetro utilizado para el análisis.



**Figura 17.** DSC utilizado en la experimentación.

Los resultados se muestran en el capítulo 4.

## 4. ANÁLISIS DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

### 4.1. Microscopía Óptica (OM).

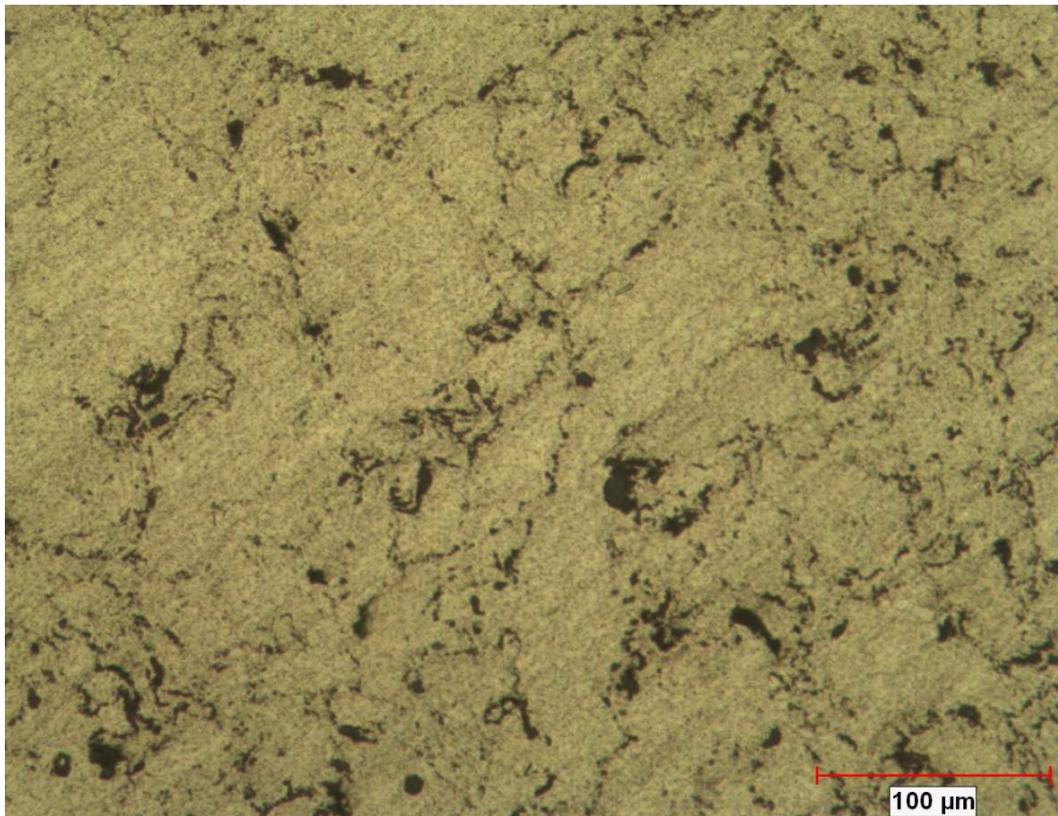
Después de haber realizado el pulido a las muestras: 5.1.0.0., 5.1.1.5., 3.1.0.0. y 3.1.1.5., se analizaron por Microscopía Óptica, y se obtuvieron las siguientes imágenes:



**Figura 18.** Imagen de 5.1.0.0. capturada con Microscopio Óptico a 200X



**Figura 19.** Imagen de 5.1.1.5. capturada con Microscopio Óptico a 200X.



**Figura 20.** Imagen de 3.1.0.0. capturada con Microscopio Óptico a 200X.



**Figura 21.** Imagen de 3.1.1.5. capturada con Microscopio Óptico a 200X.

La Figura 18 y Figura 19 presentan un 5.1% de zinc, y contenidos de grafito de 0 y 1.5%, respectivamente. En estas, es posible apreciar el efecto que tiene el grafito sobre la microestructura cuando se emplea el máximo contenido de zinc (5.1%).

En la Figura 18, se observa el tamaño de los intermetálicos en la matriz, se observa además que las partículas de los elementos aleantes tienden a concentrarse en ciertos lugares, que pueden ser las líneas de flujo del material.

La Figura 19 se observa como una matriz en la cual la diferencia entre el tamaño de los intermetálicos es menor y además están mejor distribuidos.

Puede entonces decirse que cuando se agrega grafito a estas muestras (5.1.0.0. y 5.1.1.5.), la matriz se aprecia más homogénea: el tamaño de las partículas se asemeja más entre sí, y se distribuyen uniformemente en la matriz de la aleación.

En la Figura 20 y Figura 21, se presenta el material compuesto con la mínima cantidad de zinc: 3.1%. La primera imagen presenta una matriz libre de grafito y la segunda una matriz con 1.5% de grafito (C). Aquí también, se aprecia el efecto del grafito en la matriz, cuando se presenta el contenido mínimo de zinc (3.1%).

En la Figura 20 se muestra una matriz con zonas oscuras, que parecen ser intermetálicos de tamaño considerable (valor en micras), que tienden a concentrarse en ciertas regiones. En la Figura 21, se observa una matriz con partículas mejor distribuidas, las cuales presentan un tamaño aparentemente más homogéneo entre ellas.

El resultado de las imágenes del microscopio óptico muestra que en presencia de grafito, las partículas intermetálicas tienden a distribuirse más homogéneamente.

Si se realiza un análisis entre la Figura 18 y la Figura 20, las cuales se encuentran en ausencia de grafito y presentan 5.1% y 3.1% de zinc, respectivamente, es posible apreciar el efecto que tiene el zinc sobre la matriz, se observa que la distribución de las partículas es más homogénea cuando se emplea una mayor cantidad de zinc.

Si se compara entonces la Figura 19 y la Figura 21, las cuales presentan 1.5% de grafito y 3.1% y 5.1% de zinc, respectivamente, se observa el efecto que tiene el zinc sobre las muestras cuando se presenta la máxima concentración de grafito (1.5%), esto es, la distribución de las partículas es mejor, cuando se tiene una menor cantidad de zinc.

Entonces, al analizar el efecto del grafito sobre las muestras, se puede decir que sin importar si la cantidad es mínima o máxima de zinc (3.1% o 5.1%) la distribución y tamaño de las partículas son más homogéneos cuando se tiene la presencia del grafito.

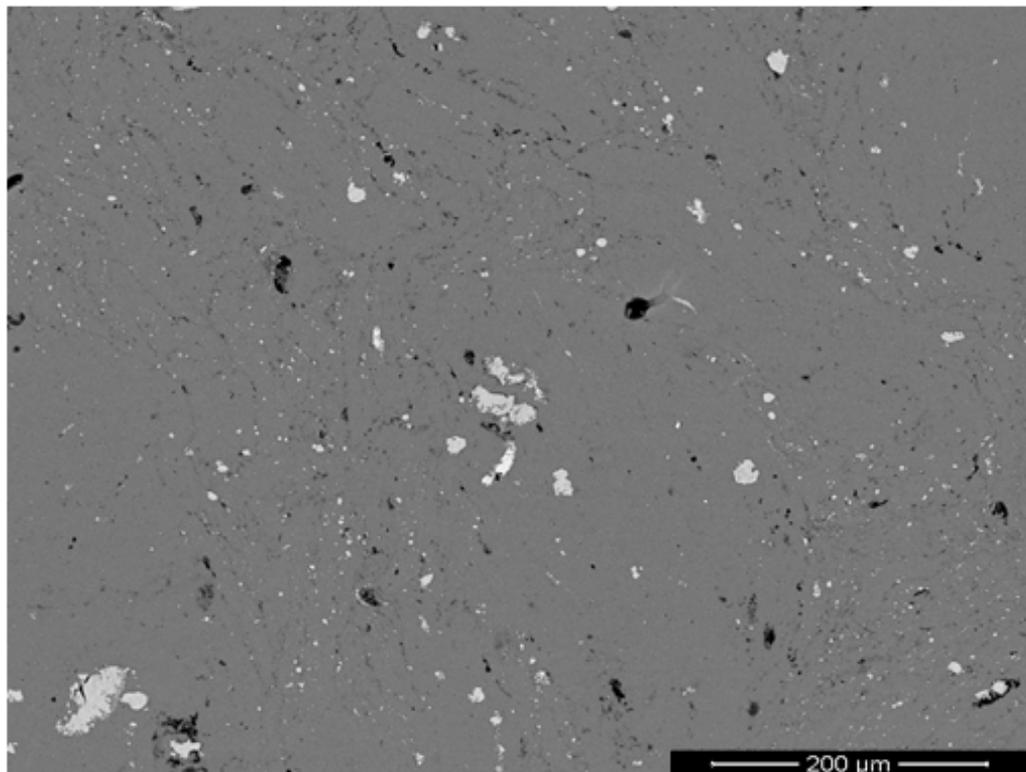
Al evaluar entonces el efecto del zinc en las muestras, se observó que si estas no contienen grafito, la distribución de las partículas es mejor al emplear el contenido máximo de zinc (5.1%).

Si en cambio, las muestras presentan el contenido de 1.5% de grafito, la distribución y tamaño de las partículas serán más homogéneos al emplear la menor cantidad de zinc (3.1%).

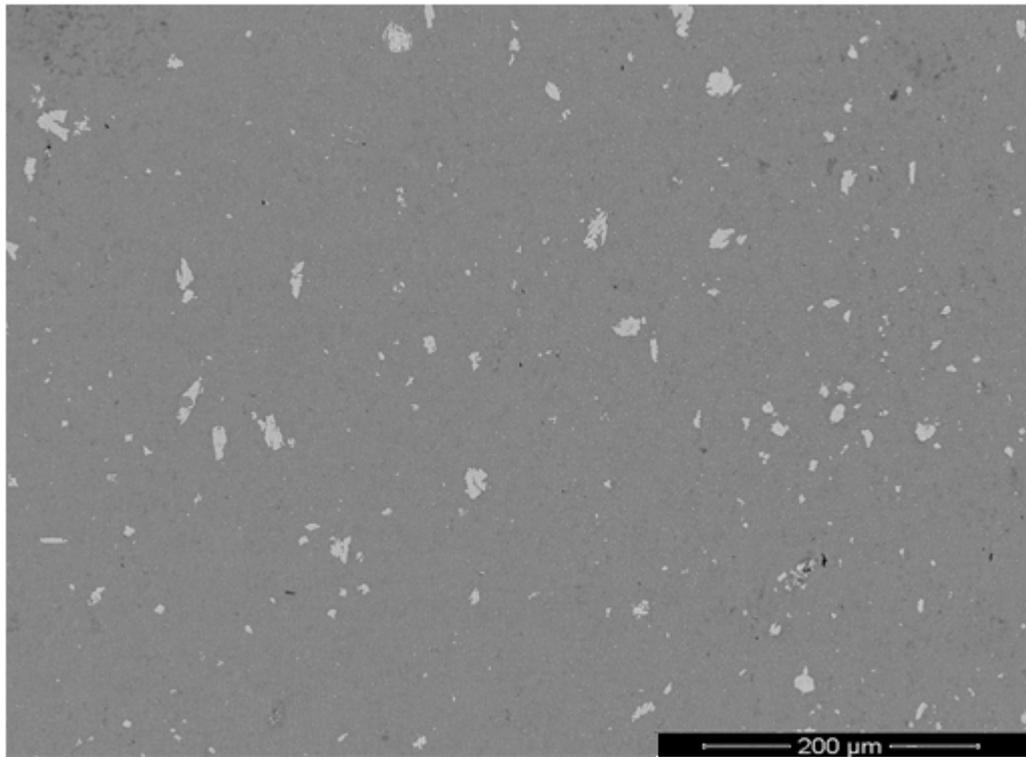
#### **4.2. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).**

Con el objetivo de analizar la distribución de los intermetálicos en la matriz, su tamaño y naturaleza química semi-cuantitativa, además de analizar las muestras mediante microscopía óptica, también se realizaron análisis mediante SEM y EDX (Espectroscopía de Energía Dispersiva) para identificar los elementos presentes en cada una de las muestras del material compuesto, así como las cantidades de los mismos en la matriz.

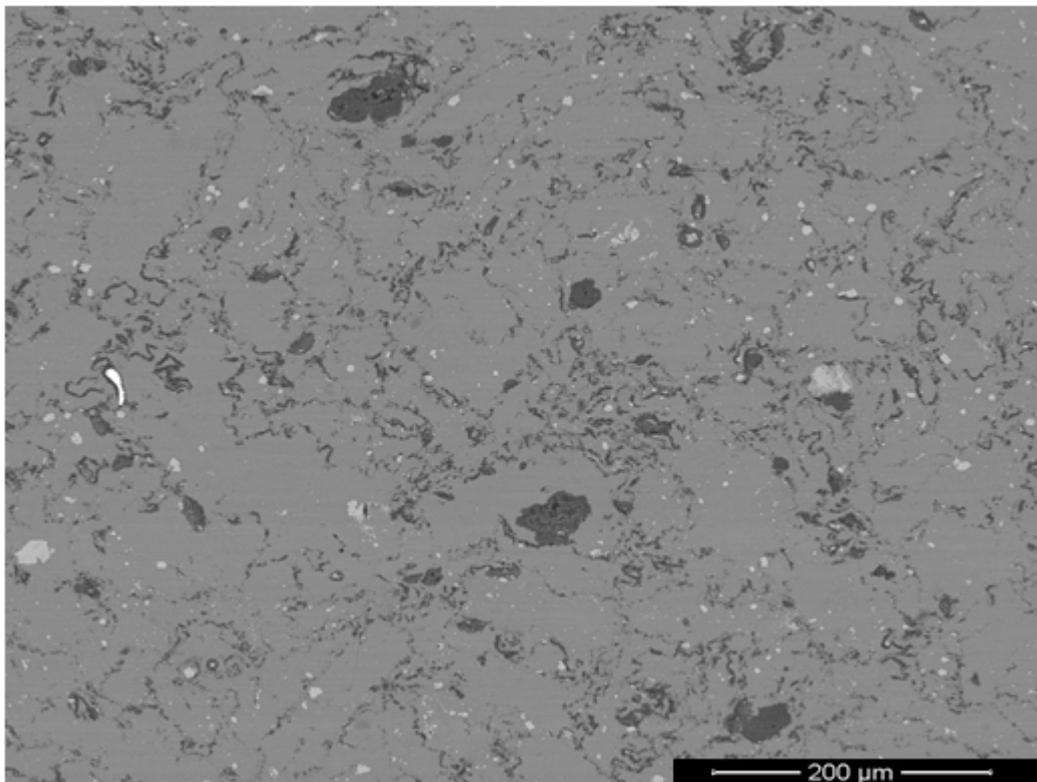
A continuación se muestran los resultados del análisis de SEM, las imágenes se obtuvieron en modo de electrones retrodispersados con el objetivo de tener contraste por composición química:



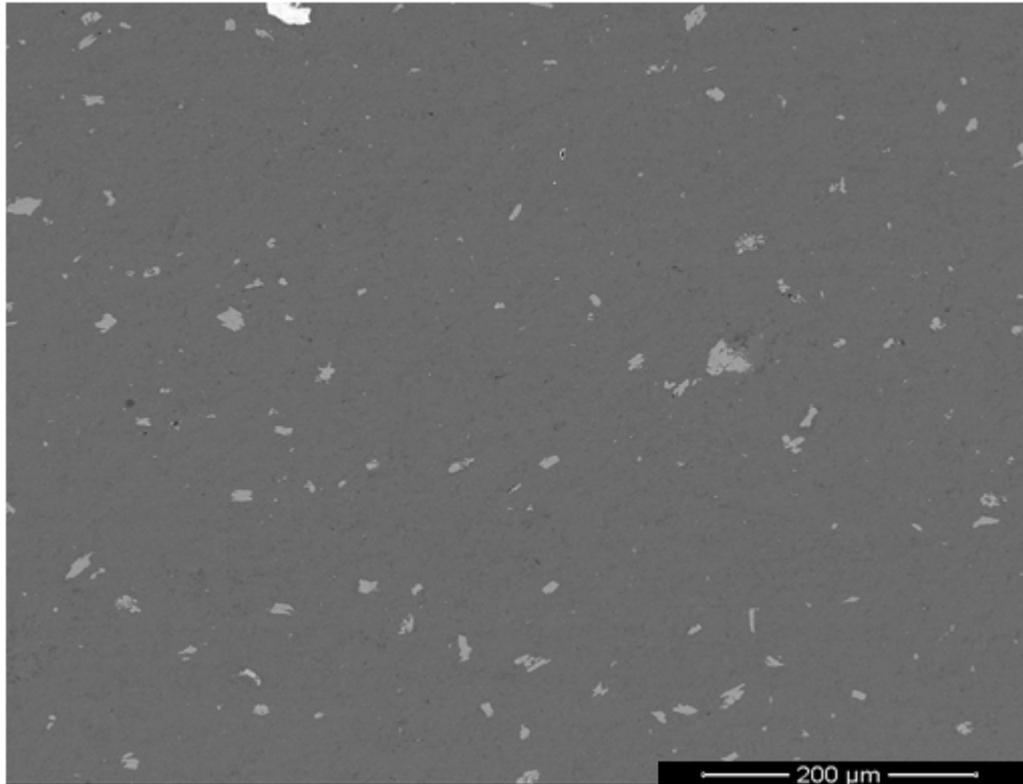
**Figura 22.** Imagen de 5.1.0.0. capturada con SEM a 200X.



**Figura 23.** Imagen de 5.1.1.5. capturada con SEM a 200X.



**Figura 24.** Imagen de 3.1.0.0. capturada con SEM a 200X.



**Figura 25.** Imagen de 3.1.1.5. capturada con SEM a 200X.

La muestra 5.1.0.0. (Figura 22) no contiene grafito, mientras que la muestra 5.1.1.5. (Figura 23) contiene 1.5%, así que es posible observar cómo afecta el contenido de grafito cuando se tiene una concentración de 5.1% de zinc. En la Figura 22 se observan las partículas en distintas tonalidades (claras y oscuras) distribuidas en toda la matriz, en donde puede observarse que las partículas de tono claro son generalmente más grandes que las oscuras; en la Figura 23 se observan en su mayoría partículas de un tono claro.

Podría entonces decirse que cuando se agrega el 1.5% de grafito a la matriz y se cuenta con el máximo de zinc (5.1%), las partículas oscuras tienden a ser más pequeñas y a distribuirse más homogéneamente.

En la Figura 24 y la Figura 25, se aprecian las muestras 3.1.0.0. y 3.1.1.5. Éstas fueron comparadas por su contenido de zinc, ambas presentan un 3.1%.

La muestra 3.1.0.0. (Figura 24) no contiene grafito, mientras que la muestra 3.1.1.5. (Figura 25) contiene 1.5%. En estas se evaluó el efecto del contenido de grafito para la cantidad mínima de zinc (3.1%).

En la Figura 24 se aprecian 2 tonalidades en las partículas, así como la distribución y tamaño, estas se encuentran concentradas sólo en ciertas zonas de la matriz.

En la Figura 25 predominan las partículas de tono claro, y se observa un tamaño más regular, así como una distribución más uniforme.

Después, al evaluar el efecto del contenido de zinc, en ausencia del grafito, se comparó la Figura 22 con la Figura 24, y se observó que la distribución de las partículas es mejor cuando se emplea la cantidad máxima de zinc.

También fue evaluado el efecto del zinc, cuando se tiene una concentración de 1.5% de grafito. Al comparar la Figura 23 y la Figura 25, pudo observarse que las partículas son más regulares con el menor contenido de zinc.

Entonces, de acuerdo a las observaciones con el SEM, la distribución de las partículas y su tamaño es mejor al agregar grafito, sin importar la cantidad de zinc presente en las muestras.

Al evaluar el efecto del zinc, se determinó que si el grafito está presente en la matriz del material compuesto, entonces la matriz se percibe con mayor homogeneidad al emplear el mínimo de zinc (3.1%), si en cambio la matriz está libre de grafito, es mejor emplear la cantidad máxima de zinc. Estos resultados coinciden con los obtenidos mediante microscopía óptica.

Posteriormente se realizó el análisis mediante EDX a cada una de las muestras para determinar la composición.

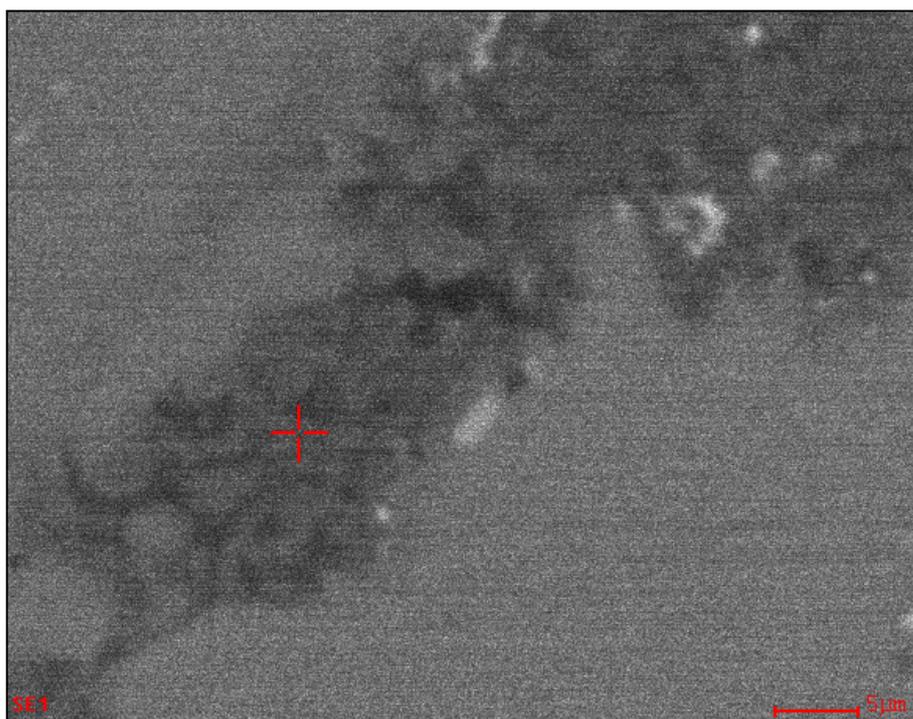
#### 4.2.1. Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDX/EDS)

Se realizaron análisis mediante Espectroscopía de Energía Dispersiva (EDX/EDS) para determinar los elementos aleantes presentes en el material y en general, la composición de las partículas presentes.

A cada muestra se le realizaron análisis en diferentes zonas de la matriz. Los resultados se muestran a continuación.

##### 4.2.1.1. Muestra 5.1.0.0.

Se analizaron los tipos de partículas que predominaban en esta muestra; al analizar las partículas oscuras (Figura 22), se demostró que contenían magnesio en mayor proporción. (Figura 26).



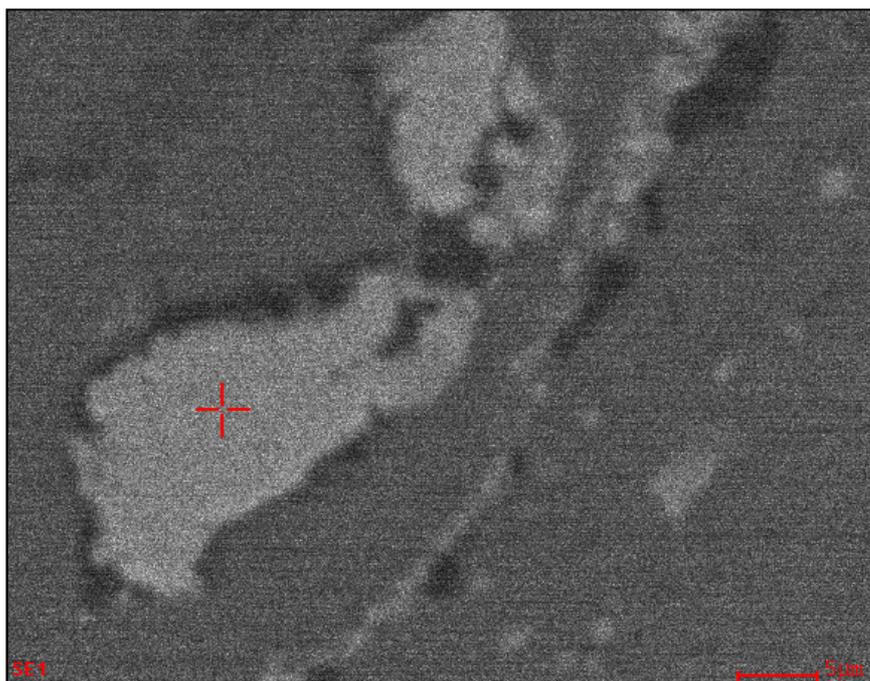
**Figura 26.** Imagen de partículas oscuras de la muestra 5.1.0.0.

El análisis reportó un contenido del 55.92% en peso de magnesio (Mg) y 36.92% de oxígeno (O) (Tabla 7).

**Tabla 7.** Porcentaje en peso de los elementos de la muestra 5.1.0.0.

| <i>Elemento</i> | <i>% Peso</i> |
|-----------------|---------------|
| O               | 36.92         |
| Mg              | 55.92         |
| Al              | 7.16          |

Además, se efectuó el análisis en las partículas claras de la muestra 5.1.0.0. (Figura 27), y los resultados se muestran a continuación:



**Figura 27.** Imagen de partícula clara de la muestra 5.1.0.0.

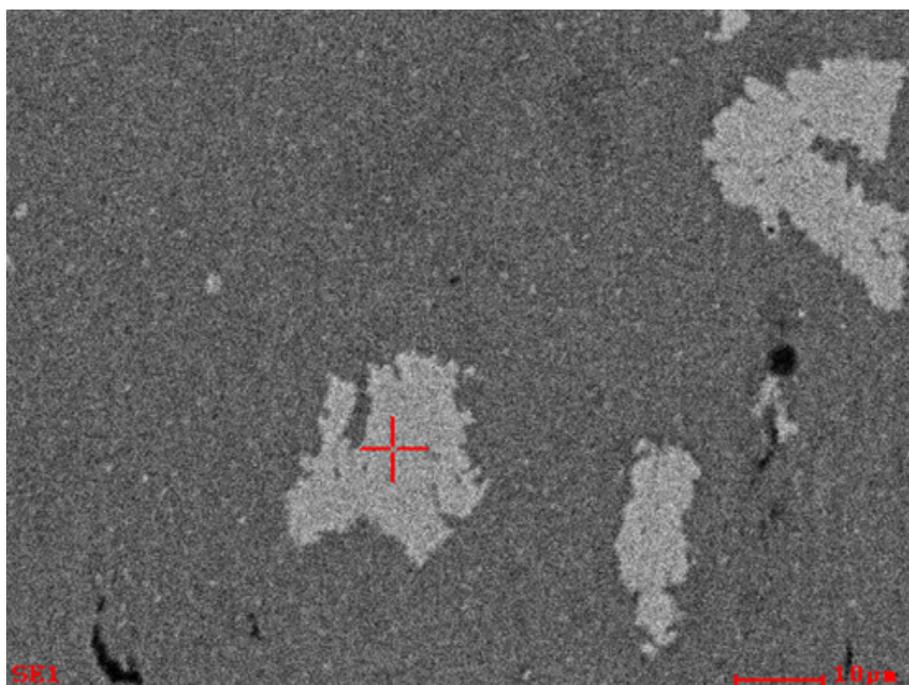
Se reportó que estas partículas estaban conformadas principalmente por 66.75% de aluminio y 30.56% de hierro (Tabla 8).

**Tabla 8.** Composición de partícula clara de la muestra 5.1.0.0.

| <i>Elemento</i> | <i>% Peso</i> |
|-----------------|---------------|
| Mg              | 0.79          |
| Al              | 66.75         |
| Fe              | 30.56         |
| Cu              | 1.90          |

4.2.1.2. *Muestra 5.1.1.5.*

Al analizar las partículas claras de la Figura 23, que se encuentran en mayor proporción en la matriz (5.1.1.5.) mediante EDX, se obtuvo el siguiente resultado:



**Figura 28.** Imagen de partícula clara de 5.1.1.5.

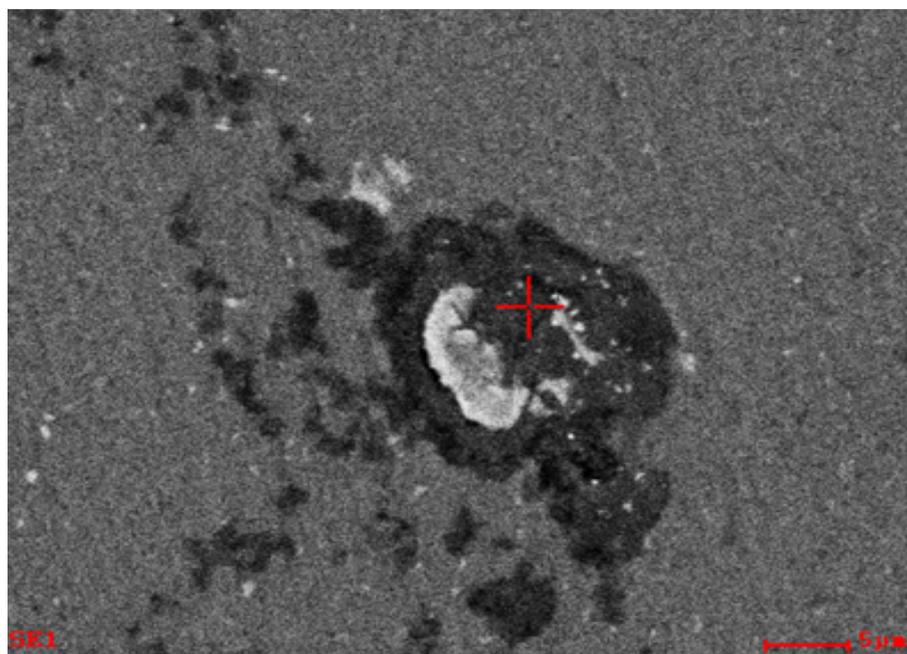
En la Tabla 9 se reporta el porcentaje en peso de estos elementos en la muestra.

**Tabla 9.** Composición de la muestra 5.1.1.5.

| <i>Elemento</i> | <i>% Peso</i> |
|-----------------|---------------|
| Al              | 80.75         |
| Fe              | 11.63         |
| Cu              | 7.62          |

4.2.1.3. *Muestra 3.1.0.0.*

En la Figura 18 se aprecian 2 tonalidades en las partículas de los elementos. Al realizar el análisis para partículas oscuras de la muestra 3.1.0.0. (mostrado en la Figura 29) se encontró una composición del 47.28% de aluminio y 42.32% de oxígeno (Tabla 10)

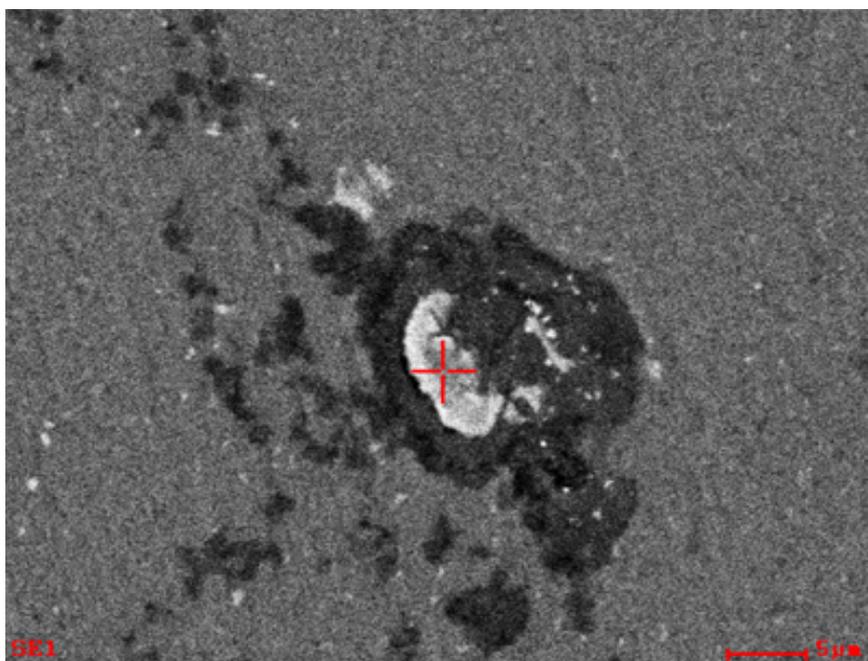


**Figura 29.** Imagen de partícula oscura de 3.1.0.0.

**Tabla 10.** Composición de partícula oscura de 3.1.0.0.

| <i>Elemento</i> | <i>% Peso</i> |
|-----------------|---------------|
| Mg              | 5.25          |
| Al              | 47.28         |
| Zn              | 5.15          |
| O               | 42.32         |

Al realizar el análisis por EDX a las partículas claras de esta muestra (Figura 30), se identificó oxígeno, zinc, magnesio, aluminio, hierro y manganeso.



**Figura 30.** Imagen de partícula clara de 3.1.0.0.

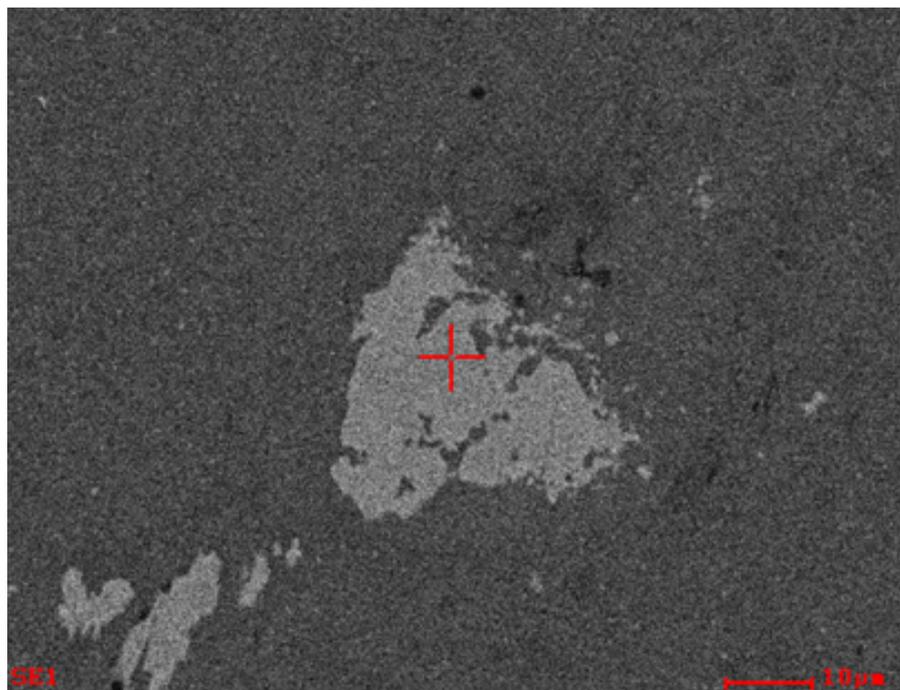
Estas partículas claras resultaron estar compuestas principalmente por 41.34% de oxígeno y 28.45% de aluminio (Tabla 11).

**Tabla 11.** Composición de partícula clara de la muestra 3.1.0.0.

| <i>Elemento</i> | <i>% Peso</i> |
|-----------------|---------------|
| Mg              | 1.45          |
| Al              | 28.45         |
| Zn              | 5.41          |
| O               | 41.34         |
| Mn              | 14.01         |

4.2.1.4. *Muestra 3.1.1.5.*

Es apreciable que la matriz de la muestra 3.1.1.5. (Figura 25) está formada mayormente por partículas de un tono claro, al realizar el correspondiente análisis por EDX (Figura 31), encontró que estas partículas estaban formadas principalmente por los elementos de la Tabla 12:



**Figura 31.** Imagen de partícula clara de 3.1.1.5.

**Tabla 12.** Composición de 3.1.1.5.

| <i>Elemento</i> | <i>% Peso</i> |
|-----------------|---------------|
| Mg              | 0.71          |
| Al              | 80.37         |
| Zn              | 4.27          |
| O               | 3.73          |
| Cr              | 10.91         |

A continuación se muestra una tabla en la cual se reportan las composiciones como resultado por EDX de las zonas analizadas de las 4 muestras:

**Tabla 13.** Composiciones de las 4 muestras analizadas.

| Muestra                  | 5.1.0.0. |       | 5.1.1.5. | 3.1.0.0. |       | 3.1.1.5. |
|--------------------------|----------|-------|----------|----------|-------|----------|
| Tipo partícula analizada | Oscura   | Clara | Clara    | Oscura   | Clara | Clara    |
| % peso O                 | 36.92    | -     | -        | 42.32    | 41.34 | 3.73     |
| % Mg                     | 55.92    | 0.79  | -        | 5.25     | 1.45  | 0.71     |
| % Al                     | 7.16     | 66.75 | 80.75    | 47.28    | 28.45 | 80.37    |
| % Fe                     | -        | 30.56 | 11.63    | -        | -     | -        |
| % Cu                     | -        | 1.9   | 7.62     | -        | -     | -        |
| % Zn                     | -        | -     | -        | 5.15     | 5.41  | 4.27     |
| % Mn                     | -        | -     | -        | -        | 14.01 | -        |
| % Cr                     | -        | -     | -        | -        | -     | 10.91    |

Puede notarse que los elementos que conforman las partículas oscuras analizadas en la muestra 5.1.0.0. (magnesio y oxígeno principalmente), se distribuyen más uniformemente en la matriz cuando se tiene 1.5% de grafito. De igual manera los elementos que componen las partículas claras analizadas en las muestras 5.1.0.0. y 5.1.1.5. (aluminio y hierro principalmente), también se distribuyen homogéneamente.

Al obtener los resultados de la muestra 3.1.0.0., se observó que la distribución de las partículas oscuras analizadas conformadas principalmente por oxígeno y aluminio, era más homogénea con 1.5% de grafito.

Se estudió el efecto del zinc sobre las muestras cuando el contenido de grafito es 1.5%, al comparar 5.1.0.0. y 3.1.0.0., se obtiene una matriz más homogénea con el 3.1% de zinc, que corresponde a la muestra con partículas claras principalmente compuestas por oxígeno y aluminio.

De la misma forma se estudió el efecto del zinc cuando el contenido de grafito era nulo, en este caso las partículas oscuras conformadas por oxígeno y magnesio tienden a distribuirse mejor con el 5.1% de zinc.

### **4.3. Microdureza Vickers.**

Se realizaron ensayos de microdureza Vickers previos al tratamiento térmico a las muestras para evaluar las propiedades mecánicas, y determinar así, la composición que favorece estas propiedades. Los resultados se muestran en las secciones 4.3.1 y 4.3.2.

También se realizaron ensayos posteriores al TT (descrito en la sección de experimentación), para determinar su efecto sobre las propiedades mecánicas, los resultados se mostrarán en la sección 4.3.3.

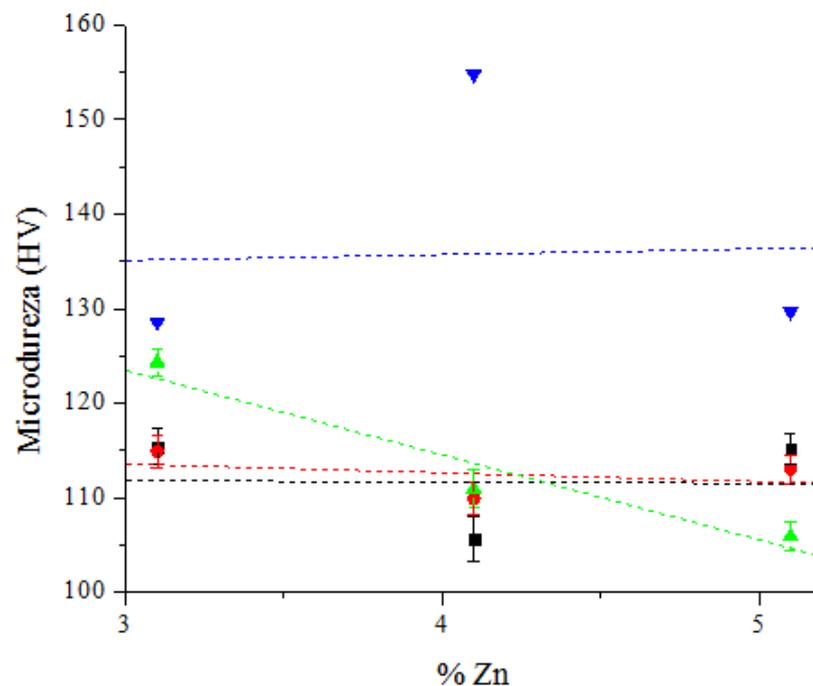
Los resultados de esta técnica de microdureza en este trabajo son considerados como complementarios al estudio realizado mediante las otras técnicas como DSC, MO y SEM.

Y de cualquier manera permiten establecer una relación entre las condiciones microestructurales y el comportamiento mecánico.

Los resultados de este estudio se muestran a continuación.

#### 4.3.1. Efecto del zinc sobre la microdureza del material compuesto.

En este análisis previo al TT se evaluó el efecto del zinc sobre la microdureza del material compuesto, para los diferentes contenidos de grafito (0%, 0.5%, 1% y 1.5%) los resultados de las microdurezas se muestran en la Figura 32.



**Figura 32.** Gráfica del efecto del zinc sobre la microdureza para diferentes contenidos de grafito.

Se graficó la microdureza vs. el contenido de zinc, para las composiciones de grafito, en donde los colores que representan a cada contenido de C se muestran aquí:

- 0.0% C
- 0.5% C
- ▲ 1.0% C
- ▼ 1.5% C

Los valores de microdureza obtenidos se encuentran representados por puntos en la gráfica.

Para expresar la precisión de las muestras de datos se utilizaron límites e intervalos de confianza; se espera que la microdureza promedio se encuentre entre estos límites con un 95% de probabilidad.

Se calculó la desviación estándar para los datos obtenidos de las microdurezas, posteriormente se calcularon los límites para intervalos de confianza del 95% (42).

Por último se calcularon los intervalos para cada muestra. Estos intervalos fueron indicados mediante barras de error en las gráficas. Después se trazaron líneas de tendencia (líneas punteadas) para estimar un comportamiento del conjunto de datos.

Para las muestras sin grafito, de acuerdo a la línea de tendencia que se trazó en la Figura 32, el contenido de zinc no generó efectos de consideración en la microdureza, ya que los valores promedios esperan encontrarse entre 103.2 y 117.3 HV.

Para el contenido de grafito del 0.5%, se espera que la microdureza oscile entre 108.2 y 116.6 HV, lo cual se consideró un rango de variación aceptable para la microdureza.

Después, cuando se observa la curva correspondiente al 1% del contenido de grafito en la gráfica, se observa una tendencia de disminución de la microdureza conforme aumenta el contenido de zinc. De acuerdo al margen de error, los valores mínimo y máximo de microdureza podrían estar variando entre 104.4 y 125.6 HV. Para esta composición de grafito, el zinc parece afectar un poco más las propiedades mecánicas, lo cual se muestra reflejado en un rango más amplio de microdurezas.

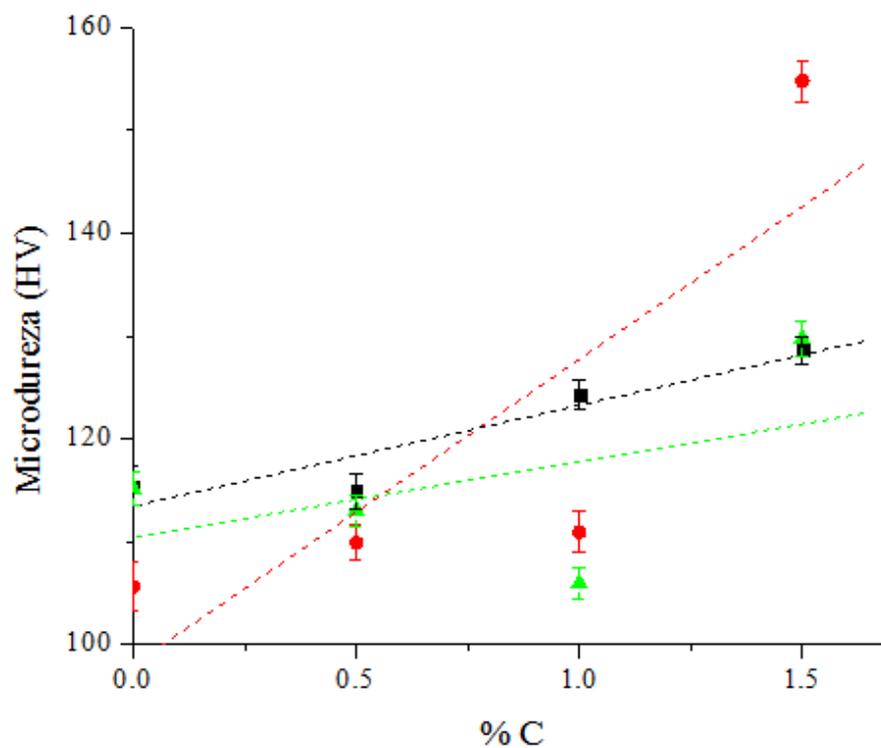
Por último, la línea de tendencia trazada en la Figura 32 para contenidos de grafito correspondientes al 1.5% se presenta menos precisa que el resto. En este caso se espera que la microdureza varíe entre 127.2 y 156.8 HV, lo cual representa un efecto considerable del contenido de zinc sobre esta composición de grafito.

Resumiendo este primer análisis, para contenidos mayores o iguales al 1% de grafito, el zinc afecta considerablemente la microdureza del material compuesto.

#### 4.3.2. Efecto del grafito sobre la microdureza del material compuesto.

Posteriormente se evaluó el efecto que el grafito tenía sobre la microdureza del material compuesto dependiendo del contenido de zinc.

Se obtuvieron los siguientes resultados en donde se graficó la microdureza vs. el contenido de grafito, para los tres contenidos de zinc:



**Figura 33.** Gráfica del efecto del grafito sobre la microdureza para distintos contenidos de zinc.

En dónde los colores que representan a cada contenido de zinc se muestran a continuación:

|   |         |
|---|---------|
| ■ | 3.1% Zn |
| ● | 4.1% Zn |
| ▲ | 5.1% Zn |

Para este análisis también se utilizaron límites e intervalos de confianza para un 95% de probabilidad, los intervalos de confianza se indican en la Figura 33 mediante barras de error. También se trazaron líneas de tendencia con respecto a estos datos.

Al analizar la línea de tendencia trazada para la composición de zinc de 3.1%, se observa que los valores mínimo y máximo de microdureza corresponden a 113.17 y 129.9 HV. Se consideró un rango de oscilación aceptable.

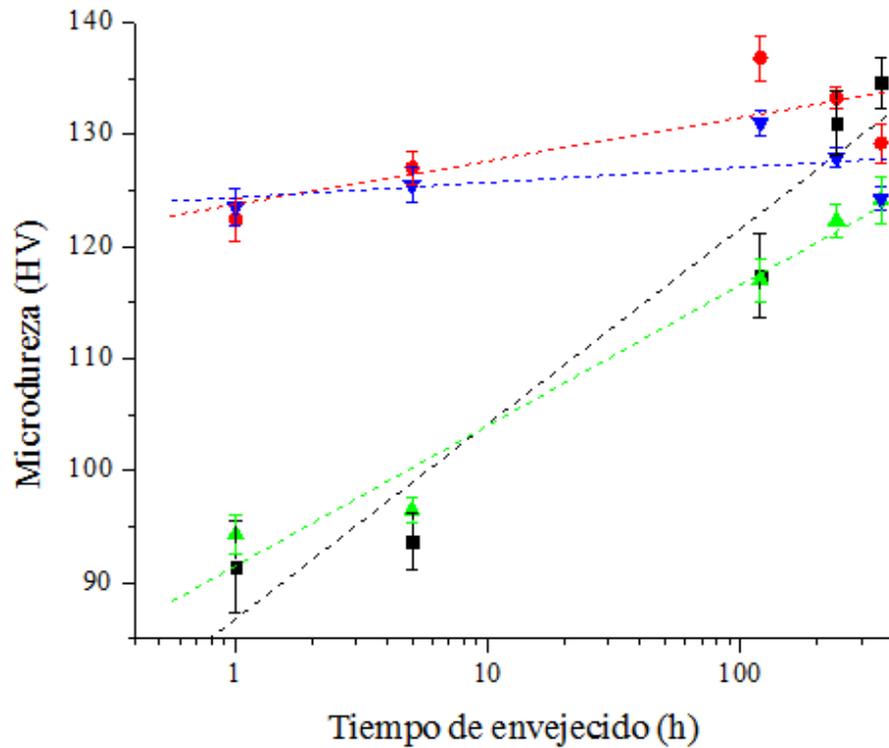
Para la línea de tendencia correspondiente al 4.1% de zinc, se observa un cambio importante en la microdureza con respecto a la variación del contenido de grafito, se tienen los valores extremos de 103.2 y 156.8 HV. Al aumentar el contenido de grafito, aumentan considerablemente las propiedades mecánicas del material compuesto.

Al estudiar la línea de tendencia del mayor contenido de zinc, se observa un cambio notable en la microdureza. Considerando los intervalos de confianza, la microdureza podría estar oscilando entre 104.4 y 131.4 HV. En este caso también puede considerarse un aumento en la microdureza conforme se incrementa el contenido de grafito.

En la Figura 33 puede observarse también que si las muestras no contienen grafito, se obtendrá la mayor microdureza con el menor contenido de zinc. Es en esta parte donde puede apreciarse el efecto del zinc sobre la microdureza de la aleación sin reforzar.

#### **4.3.3. Efecto del TT sobre la microdureza del material compuesto.**

Según los ensayos realizados a diferentes tiempos de envejecido del tratamiento térmico (1 h, 5h, 5 días, 10 días y 15 días), se obtuvieron los siguientes resultados de microdureza HV.



**Figura 34.** Gráfica de la evolución de la microdureza a diferentes tiempos de envejecido.

En dónde los colores de puntos de la Figura 34, representan a cada una de las muestras:

- 5.1.0.0.
- 5.1.1.5.
- ▲ 3.1.0.0.
- ▼ 3.1.1.5.

Para estas mediciones de la microdureza obtenidas se calcularon los intervalos de confianza para una probabilidad del 95%, y éstos fueron representados mediante barras de error en la Figura 34. Después se trazó una línea de tendencia a las 4 muestras para estudiar la evolución de la microdureza a través del tiempo, la cual se indica mediante una línea punteada para cada una de ellas.

Al analizar la línea de tendencia correspondiente a la muestra 5.1.0.0. puede notarse que después del tratamiento térmico, la microdureza de esta muestra aumenta con el tiempo. La microdureza promedio está entre 87.3 y 136.96 HV. Lo cual representa un rango amplio.

En la muestra 5.1.1.5. se observa una evolución más estable de la microdureza en función del tiempo. La pendiente de esta línea es poco significativa, los valores extremos, considerando los intervalos de confianza, corresponden a 120.4 y 138.78 HV.

Se continúa entonces con la observación de 3.1.0.0. representada en la misma gráfica. Puede notarse que la variación de la microdureza con respecto al tiempo es significativa. Encontramos que la microdureza puede estar oscilando entre 91.85 y 126 HV, para un intervalo de confianza del 95%.

Finalmente, las microdurezas de la muestra 3.1.1.5. mostraron un ligero aumento con respecto al tiempo. En este caso la microdureza podría variar entre 121.8 y 132.28 HV.

A continuación se resumen dos tablas comparativas.

La Tabla 14 muestra las microdurezas máximas obtenidas experimentalmente para las cuatro muestras y la Tabla 15 muestra las microdurezas máximas reportadas para aleaciones de aluminio similares a la utilizada y que también fueron tratadas térmicamente.

**Tabla 14.** Microdurezas obtenidas experimentalmente para las muestras 5.1.0.0., 5.1.1.5., 3.1.0.0. y 3.1.1.5.

| Muestra  | HV máx. experimental |
|----------|----------------------|
| 5.1.0.0. | ~ 136.96             |
| 5.1.1.5. | ~ 138.78             |
| 3.1.0.0. | ~ 126.02             |
| 3.1.1.5. | ~ 132.28             |

**Tabla 15.** Microdurezas reportadas para algunas aleaciones de aluminio tratadas térmicamente.

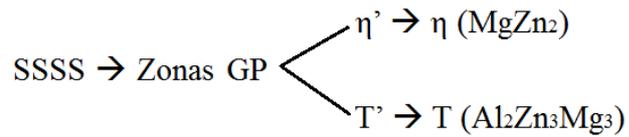
| Aleación | Refuerzo                               | HV máx. reportada | Referencia |
|----------|--|-------------------|------------|
| 6061     | 5% de partículas de TiN                | ~ 124             | (11)       |
| 6061     | -                                      | ~ 120             | (12)       |
| 6061     | 2.5% de partículas de B <sub>4</sub> C | ~ 120             | (14)       |
| 7150     | -                                      | ~ 135             | (36)       |
| Al-Mg-Si | -                                      | ~ 130             | (43)       |

Al realizar una comparación entre ambas tablas puede notarse una similitud entre los valores de las microdurezas que se obtuvieron experimentalmente y las reportadas en ciertas fuentes. Entonces, debido a la relación con las microdurezas reportadas en otras investigaciones se tiene una mayor certeza acerca de la validez de los resultados obtenidos.

Como conclusión parcial de este análisis puede mencionarse que cuando se agrega grafito, se presenta un ligero aumento de la microdureza del material compuesto con respecto al tiempo de envejecido, pero este comportamiento tiende a ser proporcional, ya que el rango en el cual oscila la microdureza es poco significativo. En cambio, para las muestras libres de grafito, el aumento en la microdureza es mucho mayor conforme va aumentando el tiempo, aunque se espera que para ambas composiciones la microdureza alcance un valor máximo en un tiempo determinado y después comience a disminuir de manera gradual.

#### **4.4. Calorimetría diferencial de barrido (DSC).**

De acuerdo a Totten (34) y Mackenzie (35) la secuencia de precipitación para series de aluminio 7xxx es la siguiente:



Dentro de esta secuencia, y de acuerdo a lo explicado en el capítulo 3, es posible que también se presente la fase carburo de aluminio ( $\text{Al}_4\text{C}_3$ ).

Mediante la calorimetría diferencial de barrido se ha estudiado la formación y evolución de los precipitados durante el tratamiento de envejecido.

Por medio de este análisis fue posible obtener termogramas formados por picos de flujo calorífico (Q) vs. temperatura de calentamiento que representan la formación o disolución de los precipitados para este sistema Al7075-C.

El análisis de los termogramas se basó en la secuencia anterior. Las 4 muestras seleccionadas: 5.1.0.0., 5.1.1.5., 3.1.0.0. y 3.1.1.5., fueron analizadas por calorimetría diferencial de barrido utilizando diferentes velocidades de calentamiento y tiempo de envejecido.

Se realizó un análisis de los termogramas para cada condición, se determinaron las temperaturas a las cuales precipitan y disuelven las fases, y se realizó un estudio comparativo entre los picos de los termogramas.

En los termogramas que se obtuvieron a distintas velocidades de calentamiento se genera un desplazamiento en los picos que, al determinar las temperaturas a las cuales precipitan y disuelven las fases, permite calcular la energía de activación para las diferentes transformaciones.

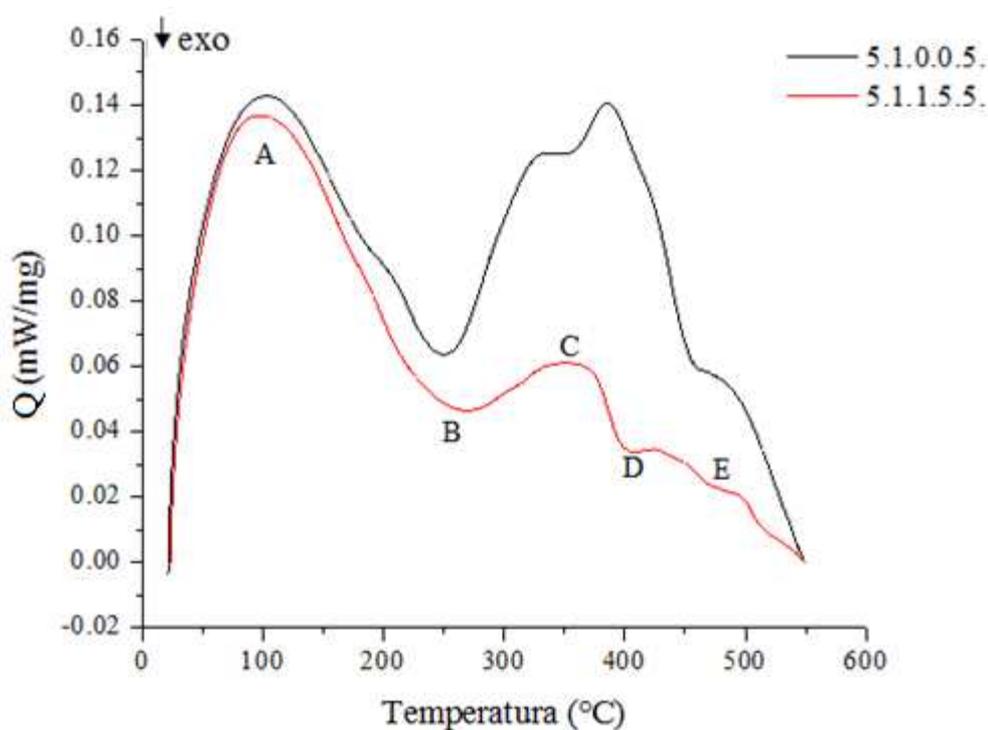
A continuación se muestran los termogramas de las diferentes condiciones de análisis.

### Efecto del contenido de grafito sobre la precipitación.

Para la primera condición estudiada, se eligieron las muestras 5.1.0.0.5., 5.1.1.5.5., 3.1.0.0.5. y 3.1.1.5.5., las cuales fueron analizadas después de 5.5 horas de envejecimiento y con una tasa de calentamiento de 10°C/min.

Los resultados obtenidos para esta condición de estudio se muestran a continuación.

En la Figura 35 se muestra el efecto del grafito para las muestras 5.1.0.0.5. (sin grafito) y 5.1.1.5.5. (1.5% de grafito), las cuales contienen 5.1% de zinc:



**Figura 35.** Termograma de las muestras: 5.1.0.0.5. y 5.1.1.5.5. después de 5.5 horas de envejecimiento a 10°C/min.

En el termograma de la Figura 35, puede observarse que los picos A, C y E son endotérmicos y que los picos B y D son exotérmicos.

En la Tabla 16 se muestran las temperaturas de formación de los picos del termograma de la Figura 35 los cuales corresponden a disolución (d) o precipitación (p) de cada fase.

**Tabla 16.** Temperaturas de formación de fases para las muestras 5.1.0.0. y 5.1.1.5.

| Muestra    | Temperatura (°C) |            |            |         |            |            |
|------------|------------------|------------|------------|---------|------------|------------|
|            | Pico A (d)       | Pico B (p) | Pico C (d) |         | Pico D (p) | Pico E (d) |
|            |                  |            | Pico I     | Pico II |            |            |
| 5.1.0.0.5. | 103.3            | 249.8      | 317        | 385.7   | -          | -          |
| 5.1.1.5.5. | 96.7             | 269.6      | 351.4      | -       | ~408       | ~480       |

Ahora se realizará una identificación de las fases de acuerdo a las temperaturas en las cuales se presentaron los picos del termograma.

De acuerdo a la ubicación del pico endotérmico A y a lo reportado por otros autores para aleaciones de aluminio (12, 17, 18, 20, 34, 36, 44-55), esta zona es la correspondiente a la disolución de zonas Guinier-Preston (GP).

Al realizar un análisis para el pico exotérmico B, y de acuerdo a lo reportado por otros autores (20, 36-38, 44, 46, 48, 50, 52, 56), éste pico puede corresponder a la precipitación de  $\eta'$ , T' o ambas. Es posible predecir la fase con la cual culminará la secuencia de precipitación para este tipo de aleación (Al-Zn-Mg-Cu) si la relación Mg:Zn se encuentra entre 2:5 y 1:7, entonces la fase final será  $\eta$ , si la relación Mg:Zn se encuentra entre 0.5-6, entonces culminará con la fase T. Sin embargo, debe tomarse en cuenta que el resto de los elementos también influyen en la precipitación.

Por ejemplo, altos contenidos de cobre contribuyen al endurecimiento del material, ya que los átomos de cobre entran en las zonas GP y modifican la composición de la fase  $\eta$  ó forman la fase S' (Al<sub>2</sub>CuMg) (34).

Así que no se considera conveniente basarse únicamente en esta relación para determinar la fase final. Además, estas fases suelen presentarse dentro de un rango similar de temperaturas.

Entonces, se analizaron los resultados de investigaciones similares basadas en técnicas más precisas como TEM (Microscopía Electrónica de Transmisión), para identificar este pico. La mayor parte de los autores (37, 46, 50, 52, 57-61) concuerdan con que la fase final corresponde a la fase  $\eta$ ; por lo tanto la fase intermedia es  $\eta'$ . Y debido a la precisión de esta técnica, asegurar la correspondencia de la formación de la fase  $\eta'$  con el pico B en el termograma obtenido es factible.

En la muestra 5.1.1.5.5. el pico endotérmico C, corresponde a la disolución de  $\eta'$  (36, 37, 44, 46, 48, 50, 52). La muestra 5.1.0.0.5. presenta un doble pico en esta zona, el cual puede ser explicado como el traslape de la disolución de  $\eta'$  (36, 37, 44, 46, 48, 50, 52) y la formación de precipitados de la fase  $\eta$ .

El pico exotérmico D, corresponde a la precipitación de  $\eta$  (34, 36-38, 48, 52).

El pico E, se asocia a la disolución de  $\eta$  (38, 44, 48, 50, 52, 62).

La fase S no se identifica en los termogramas obtenidos; es posible que se encuentre traslapada con el pico de otra fase. De cualquier modo, en este caso es complicado determinar la presencia de esta fase solo mediante DSC.

En este material compuesto también puede formarse carburo de aluminio ( $Al_4C_3$ ) pero este compuesto suele presentarse a temperaturas por encima de los  $550^\circ C$ . La técnica de DSC que se aplicó en este proyecto presenta su límite de estudio en esta temperatura ( $550^\circ C$ ), así que en caso de que se presente tal fase, no alcanza a ser perceptible en ninguno de los termogramas obtenidos.

Además de acuerdo al diagrama de equilibrio de Al-C, para formar  $Al_4C_3$  se requiere de un mínimo de 3-4% de C (aprox.) y la composición máxima de C utilizada en el material compuesto es de 1.5%. También se sabe que el  $Al_4C_3$  tiene una elevada temperatura de disolución de acuerdo al diagrama de equilibrio Al-C (63, 64).

De acuerdo a las temperaturas de formación de las fases, el efecto del grafito es poco significativo en la disolución de las zonas GP (pico A). Para las dos muestras analizadas (5.1.0.0.5. y 5.1.1.5.5.) este pico se presenta a temperaturas muy parecidas. Aunque el calor necesario para disolver esta fase es similar en magnitud para ambas muestras, puede observarse que la muestra con grafito es un poco menos endotérmica en esta zona para que se efectúe el cambio de fase. Esto puede interpretarse como que el grafito facilita un poco la disolución de zonas GP cuando se tiene el 5.1% de zinc.

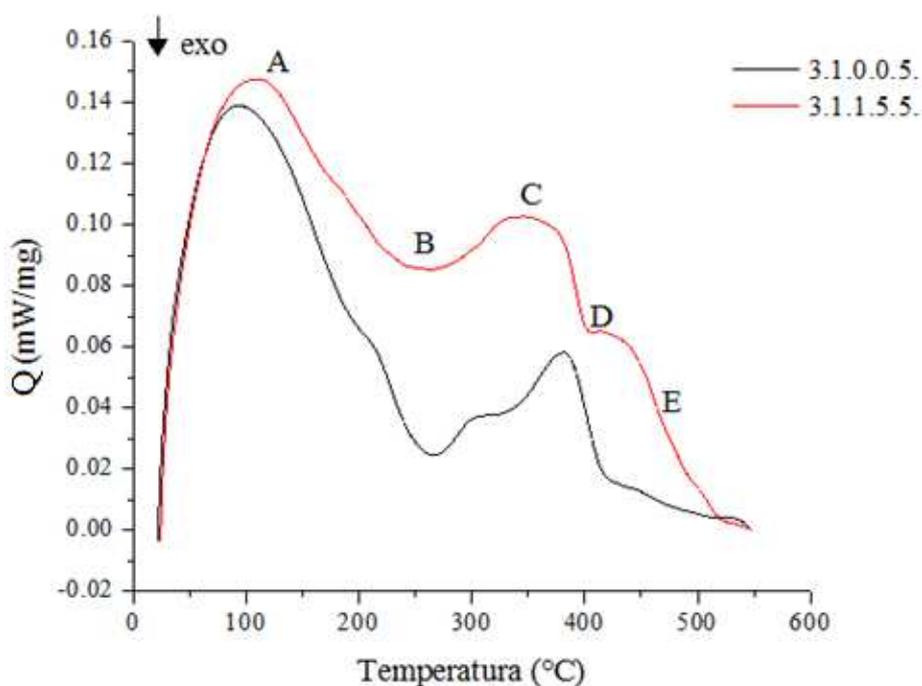
El pico exotérmico B de la muestra 5.1.1.5.5. (correspondiente a la precipitación de  $\eta'$ ) es menos intenso que el pico de la muestra que no presenta grafito, esto quiere decir que el rango de temperaturas en las cuales se presenta la precipitación de esta fase para la muestra con grafito es más amplio.

Al observar la zona en el termograma correspondiente a la disolución de  $\eta'$  (pico C), es notable que cuando el material compuesto no presenta grafito, la reacción requiere una mayor cantidad de energía para disolver la fase, por lo tanto puede decirse que el grafito contribuye a la disolución de esta fase. Además, se presenta un doble pico en la muestra que no contiene grafito, lo cual podría ser explicado como el traslape de la disolución de  $\eta'$  y la formación de  $\eta$ .

El pico D para la muestra sin grafito (5.1.0.0.5.) es casi imperceptible en este termograma bajo las condiciones establecidas, mientras que para la muestra 5.1.1.5.5. el mismo pico se presenta a temperaturas aproximadas a los 408°C (aunque no muy agudo).

Esto indica que el grafito hace posible, aparentemente, que la disolución de esta fase sea más intensa.

En el análisis de las muestras que contenían el 3.1% de zinc se obtuvo el siguiente termograma:



**Figura 36.** Termograma de las muestras: 3.1.0.0.5. y 3.1.1.5.5. después de 5.5 horas de envejecimiento a 10°C/min.

En este termograma se presentan 3 picos endotérmicos: A, C y E y dos exotérmicos: B y D.

Las temperaturas a las cuales se forman las fases se muestran a continuación:

**Tabla 17.** Temperaturas de formación de fases para las muestras 3.1.0.0. y 3.1.1.5.

| Muestra    | Temperatura (°C) |            |            |         |            |
|------------|------------------|------------|------------|---------|------------|
|            | Pico A (d)       | Pico B (p) | Pico C (d) |         | Pico D (p) |
|            |                  |            | Pico I     | Pico II |            |
| 3.1.0.0.5. | 93.5             | 265.6      | 300        | 380.7   | -          |
| 3.1.1.5.5. | 109.3            | 263.6      | 346.4      | -       | ~410       |

De acuerdo a las temperaturas de formación, el primer pico A corresponde a la disolución de zonas Guinier-Preston (GP) (12, 34, 36, 44-55), el pico exotérmico B a la precipitación de  $\eta'$  (36, 44, 46, 48, 50, 52), el pico C a la disolución de  $\eta'$  (36, 44, 46, 48, 50, 52). El doblete que se presenta en la muestra 3.1.0.0.5. en esta zona, se debe al traslape de la disolución de  $\eta'$  y a la formación de precipitados de  $\eta$ .

El pico D corresponde a la precipitación de  $\eta$  (34, 36-38, 48, 52). Por último el pico E, se asocia con la disolución de  $\eta$  (34, 36-38, 48, 52).

En la región de la disolución de zonas GP de la muestra 3.1.1.5.5. el pico es menos intenso en comparación con la otra muestra, lo cual indica que esta disolución se efectúa en un rango más amplio de temperatura para la muestra con grafito. Se requiere además una mayor absorción de energía para disolver esta fase cuando la muestra presenta grafito.

Durante la precipitación de  $\eta'$  en la muestra 3.1.0.0.5. se desprende una mayor cantidad de energía en comparación con la muestra 3.1.1.5.5., es decir, este proceso es más exotérmico, así que podría precipitar más fácilmente la muestra con grafito. La temperatura del pico B es muy similar para ambas muestras.

Puede visualizarse un doblete en el pico C para la muestra 3.1.0.0.5. lo cual podría estar reflejando el traslape de la disolución de  $\eta'$  y la precipitación de  $\eta$ . En este pico se absorbe una mayor cantidad de energía para la muestra con grafito para llevar a cabo la disolución de estas fases.

Por último, el pico D, parece estar ausente en la muestra sin grafito. Para la muestra 3.1.1.5.5. esta fase se presenta alrededor de los 410°C. El grafito permite que esta fase sea visible en el termograma.

A partir de estos resultados de la Figura 35 y la Figura 36 es posible decir que cuando las muestras presentan el 5.1% de zinc las fases disuelven más fácilmente cuando presentan grafito, y que en caso contrario, la precipitación se efectúa más fácilmente cuando la muestra no contiene grafito, porque de esta manera se desprende una cantidad menor de energía.

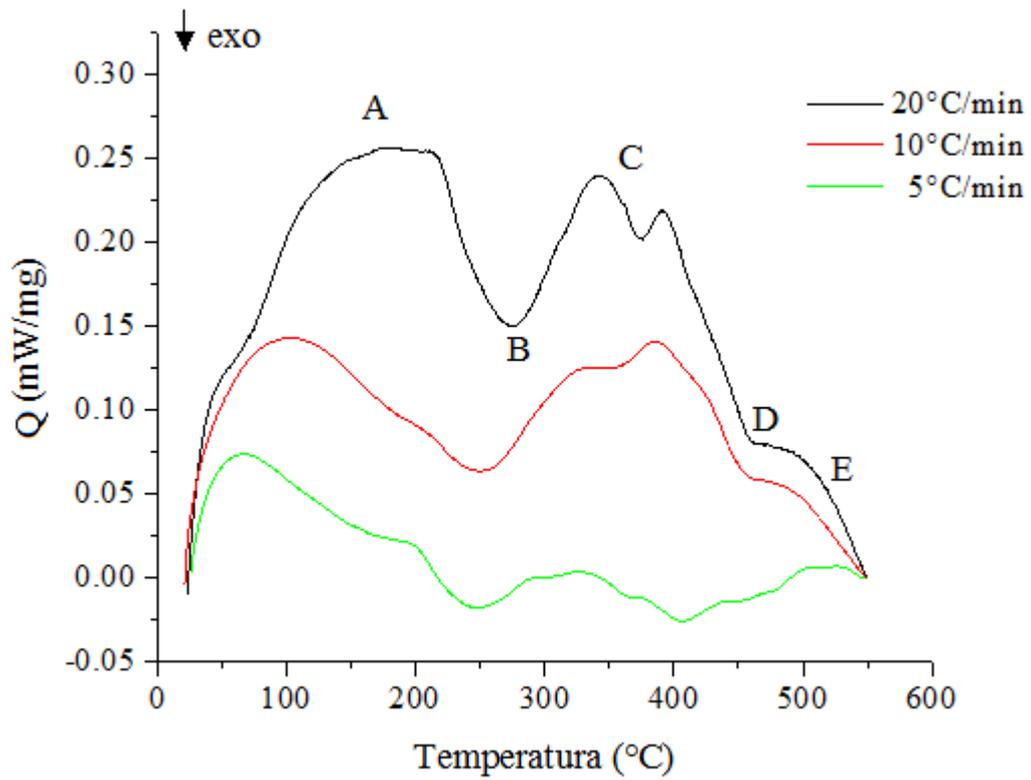
Cuando las muestras presentan el 3.1% de zinc las fases disuelven bajo una menor cantidad de energía cuando las muestras no contienen grafito. En el caso de la formación de precipitados, el grafito contribuye a esto, requiriéndose una menor cantidad de energía.

#### **4.4.1. Efecto de la tasa de calentamiento sobre la secuencia de precipitación.**

En esta condición se estudió el efecto que presentan tres velocidades de calentamiento de DSC: 5°C/min, 10°C/min y 20°C/min, sobre el envejecimiento de las muestras para el máximo contenido de zinc con 0 y 1.5% de C (5.1.0.0.2, 5.1.0.0.5., 5.1.0.0.8., 5.1.1.5.2, 5.1.1.5.5. y 5.1.1.5.8.) y para el mínimo de zinc con 0 y 1.5% de grafito (3.1.0.0.2., 3.1.0.0.5., 3.1.0.0.8., 3.1.1.5.2., 3.1.1.5.5. y 3.1.1.5.8.). Las muestras fueron envejecidas 5.5 horas.

Con estos resultados fue calculada la energía de activación requerida para que se efectúen los cambios de fase mediante el método de Kissinger (40), el cual depende del calor liberado o absorbido por las fases a causa de variaciones en la tasa de calentamiento.

El primer efecto mostrado es el termograma de la muestra 5.1.0.0.



**Figura 37.** Termograma de la muestra 5.1.0.0. después de 5.5 horas de envejecimiento para 3 velocidades de calentamiento.

Las temperaturas de formación de fases se muestran a continuación.

**Tabla 18.** Temperaturas de precipitación (p) o disolución (d) de fases para la muestra 5.1.0.0. para diferentes tasas de calentamiento.

| Tasa de calentamiento<br>(K/min) | Temperatura (°C) |            |            |         |            |
|----------------------------------|------------------|------------|------------|---------|------------|
|                                  | Pico A (d)       | Pico B (p) | Pico C (d) |         | Pico D (p) |
|                                  |                  |            | Pico I     | Pico II |            |
| 20 K/min                         | 183.7            | 274.6      | 342.8      | 391.2   | -          |
| 10 K/min                         | 103.3            | 249.8      | 317        | 385.7   | -          |
| 5 K/min                          | 66.5             | 248        | 285        | -       | 406.5      |

La identificación de los picos corresponde a: pico A, disolución de zonas Guinier-Preston (12, 34, 36, 44-55), pico exotérmico B a la precipitación de  $\eta'$  (36, 44, 46, 48, 50, 52), el doblete presente en el pico endotérmico C representa el traslape de la disolución de  $\eta'$  (36, 37, 44, 46, 48, 50, 52) y la precipitación de  $\eta$ . Por último el pico D, corresponde a la precipitación de  $\eta$  (34, 36-38, 48, 52). El pico E se asocia a la disolución de  $\eta$  (38, 44, 48, 50, 52, 62).

La energía de activación fue deducida de la ecuación de Kissinger (40):

$$\ln\left(\frac{T^2}{\beta}\right) = \frac{E}{RT} + C \quad (2)$$

En donde T representa la temperatura del pico,  $\beta$  es la tasa de calentamiento, E representa la energía de activación, R es la constante universal utilizada para gases ideales (8.314 J/mol-K) y C es una constante.

La ecuación de Kissinger tiene la forma de una ecuación de Arrhenius (40), de esta manera será posible determinar la energía de activación (E) mediante una ecuación lineal al graficar  $\ln(T^2/\beta)$  vs.  $1/T$ . En donde la pendiente de la recta obtenida tendrá un valor de E/R, donde será posible despejar el valor de E.

Se realizó un análisis dimensional para las unidades de medición. Y se obtuvieron las siguientes energías de activación.

**Tabla 19.** Valores de temperatura y energías de activación para los picos A, B y I-C de la muestra 5.1.0.0.

| $\beta$ (K/seg) | Pico A (d) |            | Pico B (p) |             | Pico I-C (d) |             |
|-----------------|------------|------------|------------|-------------|--------------|-------------|
|                 | T (K)      | E (KJ/mol) | T (K)      | E (KJ/mol)  | T (K)        | E (KJ/mol)  |
| 0.083           | 339.65     | <b>8.4</b> | 521.15     | <b>90.4</b> | 558.15       | <b>99.8</b> |
| 0.166           | 376.45     |            | 522.95     |             | 590.15       |             |
| 0.333           | 456.85     |            | 547.75     |             | 615.95       |             |

Esta es la energía mínima requerida para que se lleve a cabo la disolución o precipitación de cada fase.

La energía de activación para los picos restantes no fue calculada debido a que éstos sólo se presentaron a una o dos velocidades de calentamiento, requiriendo como mínimo un número de 3 tasas para deducir la E.

Al comparar el pico A para las 3 tasas de calentamiento puede observarse que se requiere una mayor cantidad de energía para disolver las zonas GP cuando se realiza el análisis a 20 °C/min, lo cual representa una desventaja para el TT. Además se lleva a cabo la disolución a temperaturas más elevadas que en las otras velocidades.

En cuanto al pico B, es mucho más intenso a 20°C/min, lo cual indica que para velocidades más bajas de calentamiento, la precipitación se efectúa en rangos mayores de temperaturas. En general puede observarse que al aumentar la tasa de calentamiento la energía liberada en esta fase aumenta.

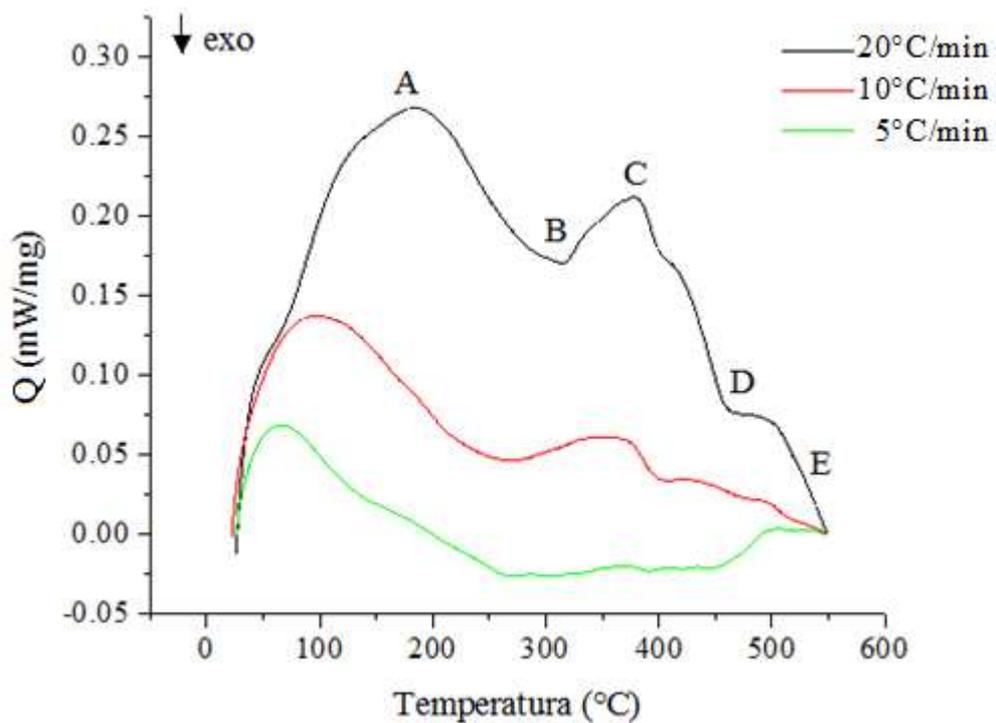
Se absorbe una mayor cantidad de energía para disolver  $\eta'$  a la velocidad de 20°C/min por lo tanto, es más fácil disolver la fase correspondiente al pico C a velocidades más lentas.

El pico D que representa la precipitación de  $\eta$ , es poco apreciable bajo las velocidades de 10 y 20°C/min, se presenta a temperaturas más bajas cuando se analiza la muestra a la velocidad de calentamiento de 5K/min.

Es posible visualizar en la Figura 37 que el pico E es endotérmico, aunque sólo se percibe a velocidades lentas.

La velocidad de 5 K/min permite que las fases de disolución absorban una menor cantidad de energía y que la formación de precipitados desprenda menor energía. Además para estas condiciones de envejecimiento y composición, la disolución de  $\eta$  es visible sólo a velocidades lentas.

Después se obtuvo el termograma para la muestra 5.1.1.5. también analizado bajo 3 velocidades de calentamiento:



**Figura 38.** Termograma de la muestra 5.1.1.5. después de 5.5 horas de envejecimiento.

Las temperaturas a las cuales se forman los precipitados (p) o disuelven (d) las fases se muestran a continuación:

**Tabla 20.** Temperaturas de precipitación (p) y disolución (d) de fases de la muestra 5.1.1.5. para diferentes tasas de calentamiento.

| Tasa de calentamiento<br>(K/min) | Temperatura (°C) |            |            |         |            |
|----------------------------------|------------------|------------|------------|---------|------------|
|                                  | Pico A (d)       | Pico B (p) | Pico C (d) |         | Pico D (p) |
|                                  |                  |            | Pico I     | Pico II |            |
| 20 K/min                         | 184.8            | 314.2      | 377.8      | -       | -          |
| 10 K/min                         | 96.7             | 269.6      | 351.4      | -       | ~408       |
| 5 K/min                          | 65.7             | 290        | 370.5      | -       | -          |

Se calcularon las energías de activación para los picos de la muestra 5.1.1.5.:

**Tabla 21.** Valores de temperatura y energías de activación para los picos A, B y I-C de la muestra 5.1.1.5.

| $\beta$ (K/seg) | Pico A (d) |            | Pico B (p) |            | Pico I-C (d) |            |
|-----------------|------------|------------|------------|------------|--------------|------------|
|                 | T (K)      | E (KJ/mol) | T (K)      | E (KJ/mol) | T (K)        | E (KJ/mol) |
| 0.083           | 338.85     | 7.83       | 563.15     | 33.66      | 643.65       | 33.85      |
| 0.166           | 369.85     |            | 542.75     |            | 624.55       |            |
| 0.333           | 457.95     |            | 587.35     |            | 650.95       |            |

Los picos de disolución y precipitación de fases corresponden con las fases identificadas en las figuras anteriores.

La zona de GP requiere de una menor cantidad de energía para disolverse cuando la velocidad de calentamiento es la más lenta.

El pico B correspondiente a la precipitación de la fase  $\eta'$  es más exotérmico conforme se va reduciendo la tasa de calentamiento y también se observa menos pronunciado en la tasa más lenta.

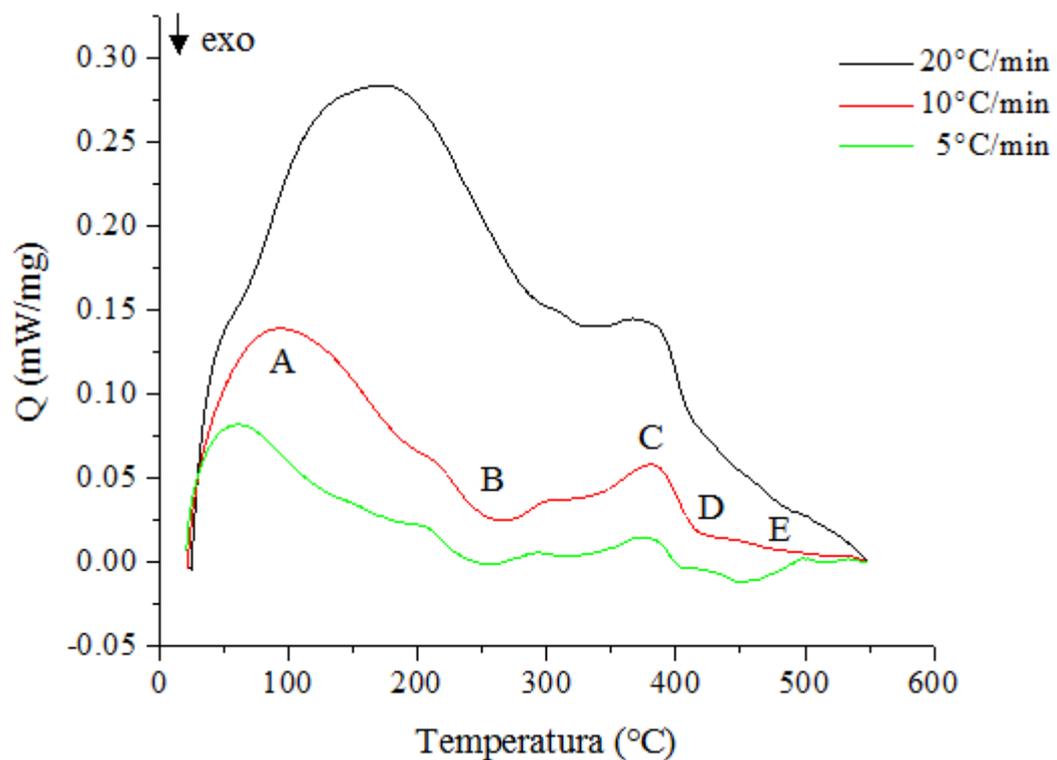
El pico C se va intensificando al aumentar la velocidad de calentamiento. Lo que implica una mayor cantidad de energía para disolver esta fase. A velocidades lentas no es posible apreciar esta disolución.

El pico D, asociado a la precipitación de  $\eta$  también disminuye con la reducción de la velocidad, por lo tanto cada vez es menos notable, además se presenta a temperaturas más elevadas cuando la velocidad de calentamiento se incrementa.

Por último, el pico E, correspondiente a la disolución de estas 2 fases, es más fácil de detectar a bajas tasas de calentamiento.

Ahora se analizarán las muestras con menor contenido de zinc (3.1%) y el efecto que genera el grafito sobre la precipitación de las mismas.

Primero se analizó la muestra 3.1.0.0.:



**Figura 39.** Termograma de la muestra 3.1.0.0. después de 5.5 horas de envejecimiento.

Se mostrarán las temperaturas de formación de fases:

**Tabla 22.** Temperaturas de precipitación (p) y disolución (d) de fases de la muestra 3.1.0.0. para diferentes tasas de calentamiento.

| Tasa de calentamiento<br>(K/min) | Temperatura (°C) |            |            |         |            |
|----------------------------------|------------------|------------|------------|---------|------------|
|                                  | Pico A (d)       | Pico B (p) | Pico C (d) |         | Pico D (p) |
|                                  |                  |            | Pico I     | Pico II |            |
| 20 K/min                         | 172              | 330        | -          | -       | -          |
| 10 K/min                         | 93.5             | 265.6      | 300        | -       | -          |
| 5 K/min                          | 60.6             | 256.5      | 290        | -       | ~450       |

Al calcular las energías de activación mediante el método de Kissinger se registraron los siguientes datos:

**Tabla 23.** Valores de temperatura y energías de activación para los picos A, B y I-C de la muestra 3.1.0.0.

| $\beta$ (K/seg) | Pico A (d) |            | Pico B (p) |            |
|-----------------|------------|------------|------------|------------|
|                 | T (K)      | E (KJ/mol) | T (K)      | E (KJ/mol) |
| 0.083           | 333.75     | 8.55       | 529.65     | 33.24      |
| 0.166           | 366.65     |            | 538.75     |            |
| 0.333           | 445.15     |            | 603.15     |            |

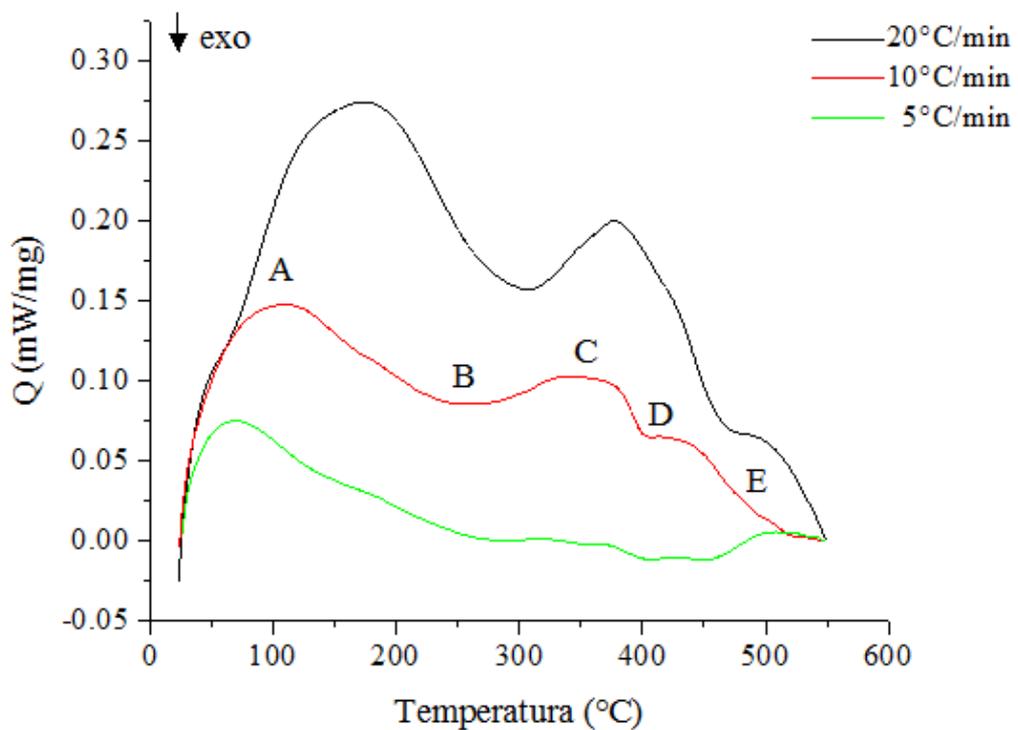
Puede notarse que el pico A absorbe más energía cuando se analiza la muestra a altas tasa de calentamiento para que disuelvan las zonas de GP.

Los picos B, C y D a bajas tasas de calentamiento, requieren de menor energía para disolver o precipitar las fases.

De acuerdo al termograma obtenido para esta composición de 3.1% de zinc y 0% de grafito, conforme se disminuya la velocidad de calentamiento las fases se aprecian más fácilmente.

Para las velocidades de 5 y 10°C/min la disolución y precipitación de fases se realizan bajo rangos más amplios de temperatura que la velocidad de 20°C/min.

Por último, para esta condición se analizó la muestra 3.1.1.5., correspondiente al menor contenido de zinc con el máximo contenido de grafito:



**Figura 40.** Termograma de la muestra 3.1.1.5. después de 5.5 horas de envejecimiento.

A continuación se enlistan las temperaturas de los picos de esta muestra.

**Tabla 24.** Temperaturas de precipitación (p) y disolución (d) de las fases de la muestra 3.1.1.5. para diferentes tasas de calentamiento.

| Tasa de calentamiento<br>(K/min) | Temperatura (°C) |            |            |         |            |
|----------------------------------|------------------|------------|------------|---------|------------|
|                                  | Pico A (d)       | Pico B (p) | Pico C (d) |         | Pico D (p) |
|                                  |                  |            | Pico I     | Pico II |            |
| 20 K/min                         | 173.8            | 306        | 377.5      | -       | ~470       |
| 10 K/min                         | 109.3            | 263.6      | 346.4      | -       | ~415       |
| 5 K/min                          | 69.3             | 290.3      | ~345       | -       | ~410       |

De igual manera que para las otras muestras, se obtuvieron las energías de activación y se registró lo siguiente:

**Tabla 25.** Valores de temperatura y energías de activación para los picos A, B, I-C y D de la muestra 5.1.1.5.

| $\beta$ (K/seg) | Pico A (d) |            | Pico B (p) |            | Pico I-C (d) |            | Pico D (p) |            |
|-----------------|------------|------------|------------|------------|--------------|------------|------------|------------|
|                 | T (K)      | E (KJ/mol) | T (K)      | E (KJ/mol) | T (K)        | E (KJ/mol) | T (K)      | E (KJ/mol) |
| 0.083           | 342.45     | 10.32      | 563.45     | 19.72      | 618.15       | 101.25     | 683.15     | 67.8       |
| 0.166           | 382.45     |            | 536.75     |            | 619.55       |            | 688.15     |            |
| 0.333           | 446.95     |            | 579.15     |            | 650.65       |            | 743.15     |            |

El pico de la disolución de zonas GP es más intenso para altas tasas de calentamiento, lo que genera que para bajas velocidades el rango de temperatura en el cual se presenta esta fase sea más amplio.

Los picos restantes: B, C y D son menos significativos a bajas tasas de calentamiento. El pico endotérmico E, es más notable a la tasa de calentamiento más baja. Por lo tanto puede decirse que si la velocidad de calentamiento disminuye, la cantidad de energía liberada o absorbida para los picos B, C y D va en decremento. Lo cual representa una ventaja para el TT.

En la Tabla 26 se presenta una comparación de las energías de activación calculadas para las cuatro muestras y las energías estimadas por otros autores de acuerdo a literatura.

**Tabla 26.** Comparación de energías de activación de las muestras de estudio y otras aleaciones.

| Aleación de estudio / literatura |          | Energía de activación (KJ/mol) |                                   |                                |                                  | Referencia |
|----------------------------------|----------|--------------------------------|-----------------------------------|--------------------------------|----------------------------------|------------|
|                                  |          | Disolución de GP (Pico A)      | Precipitación de $\eta'$ (Pico B) | Disolución de $\eta'$ (Pico C) | Precipitación de $\eta$ (Pico D) |            |
| 7075                             | Muestra  |                                |                                   |                                |                                  | Estudio    |
|                                  | 5.1.0.0. | 8.4                            | 90.4                              | 99.8                           | -                                |            |
|                                  | 5.1.1.5. | 7.8                            | 33.66                             | 33.85                          | -                                |            |
|                                  | 3.1.0.0. | 8.54                           | 33.24                             | -                              | -                                |            |
|                                  | 3.1.1.5. | 10.32                          | 19.71                             | 101.25                         | 67.8                             |            |
| 7017                             |          | 71.8 +/- 10.7                  | 62.1 +/- 8.9                      | -                              | -                                | (48)       |
| Al-Zn-Mg-Cu-Li                   |          | 100 +/- 6.4                    | -                                 | -                              | -                                | (48)       |
| 7075-T651                        |          | 107.4 +/- 6.7                  | 66.5 +/- 4.2                      | -                              | -                                | (48)       |
| 7075-T7351                       |          | 86.1 +/- 7.2                   | 63.1 +/- 5.4                      | -                              | -                                | (48)       |
| 7449-T6                          |          | -                              | 70 +/- 7                          | -                              | -                                | (48)       |
| 7150                             |          | 33 +/- 1.88                    | -                                 | 96.42 +/- 8.98                 | -                                | (36)       |

Al comparar las energías de activación puede observarse que los valores son bajos con respecto a otras aleaciones, esto se atribuye principalmente a la composición del material compuesto; es posible que las partículas de grafito actúen como catalizador y que debido a ello la energía requerida para disolver estas zonas sea menor que la esperada. En el caso de la disolución de  $\eta'$  (para las muestras 5.1.0.0. y 3.1.1.5.), la energía de activación es similar a la de referencias, esto podría significar que la disolución de esta fase no se ve influenciada de manera significativa por la composición.

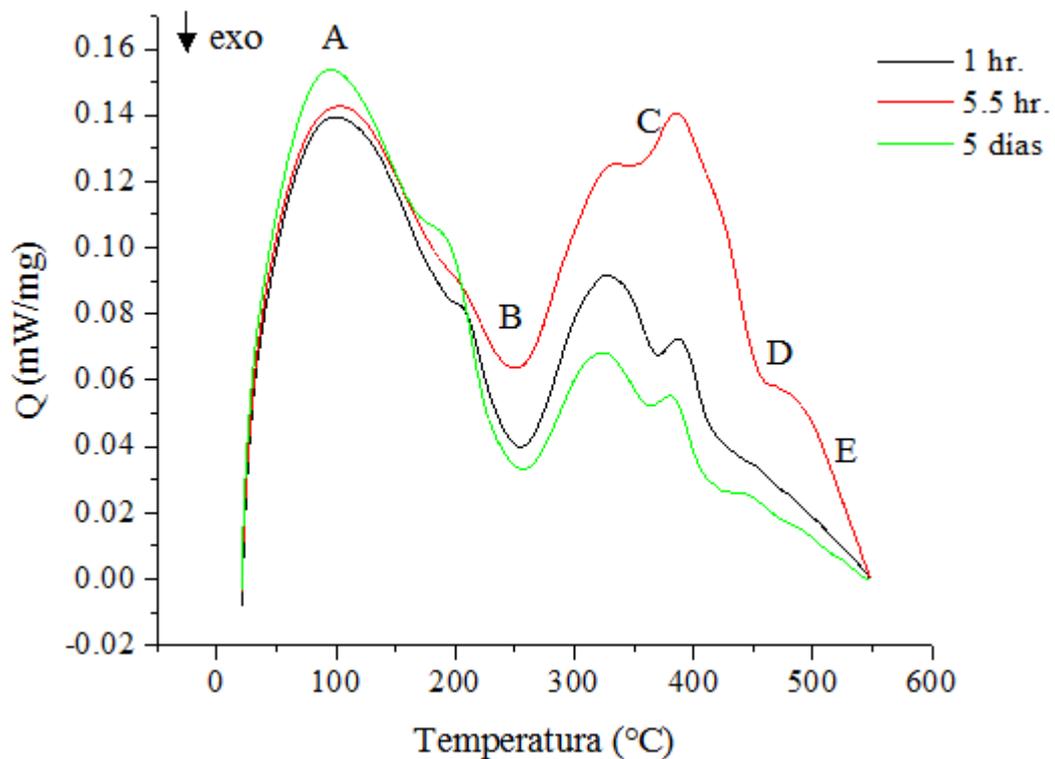
#### 4.4.2. Efecto del tiempo de envejecido sobre la precipitación.

Ahora se analizarán los resultados obtenidos para la última condición de estudio describiendo de qué manera afecta el tiempo de envejecimiento al material compuesto.

Para esta condición fueron analizadas las muestras con mayor contenido de zinc y contenido nulo de grafito: 5.1.0.0.4., 5.1.0.0.5., 5.1.0.0.6., mayor contenido de zinc y mayor contenido de grafito: 5.1.1.5.4., 5.1.1.5.5., 5.1.1.5.6, menor contenido de zinc y nulo de C: 3.1.0.0.4., 3.1.0.0.5. y 3.1.0.0.6.; así como menor contenido de zinc y mayor contenido de grafito: 3.1.1.5.4., 3.1.1.5.5. y 3.1.1.5.6.

Todas estas muestras fueron analizadas bajo una velocidad de calentamiento de 10°C/min, y los resultados se muestran a continuación.

Para las muestras con 5.1% de zinc y nulo porcentaje de grafito se obtuvo el siguiente termograma:



**Figura 41.** Termograma obtenido para la muestra 5.1.0.0. analizada a una tasa de calentamiento de 10°C/min.

En la siguiente tabla se enlistan las temperaturas de los picos.

**Tabla 27.** Temperaturas de precipitación (p) y disolución (d) de las fases de la muestra 5.1.0.0. para diferentes tiempos de envejecido.

| Tiempo de envejecimiento | Temperatura (°C) |            |            |         |            |
|--------------------------|------------------|------------|------------|---------|------------|
|                          | Pico A (d)       | Pico B (p) | Pico C (d) |         | Pico D (p) |
|                          |                  |            | Pico I     | Pico II |            |
| 1 hr                     | 99.4             | 254.9      | 327.6      | 386.4   | -          |
| 5.5 hr                   | 103.3            | 249.8      | 317        | 385.7   | -          |
| 5 días                   | 95.7             | 257.3      | 323.6      | 380.1   | ~425       |

En la Figura 41 puede observarse que la variación en el tiempo de envejecido es poco significativa sobre la disolución de zonas GP.

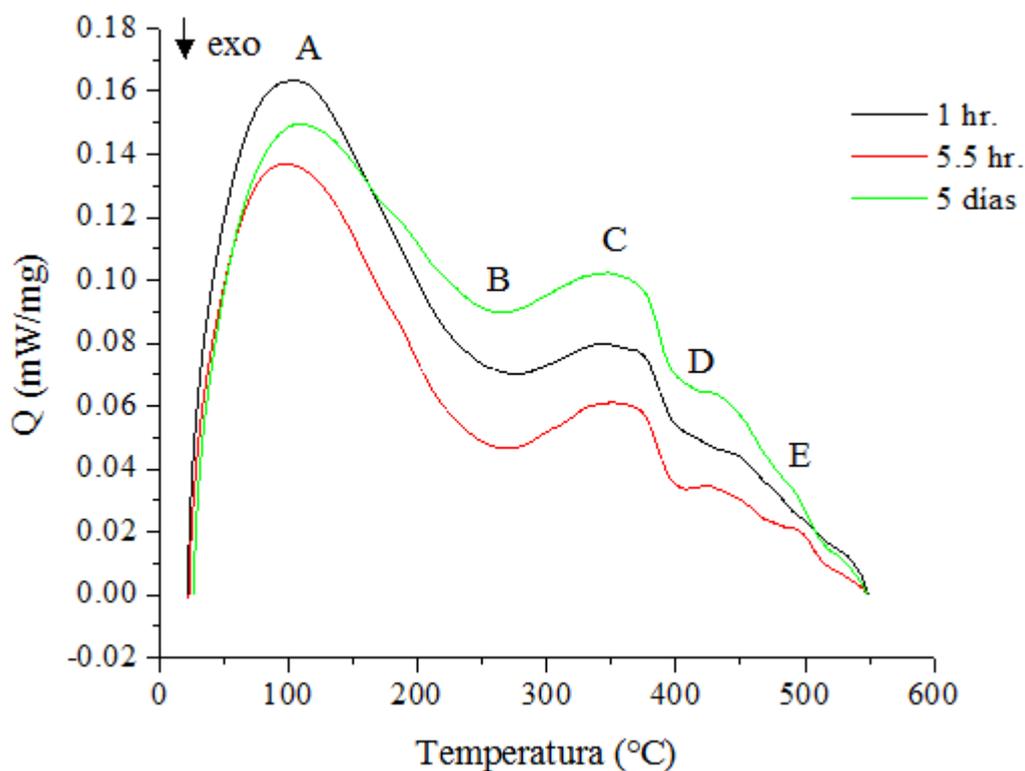
También puede notarse que se libera una mayor cantidad de energía para que precipite la fase  $\eta'$  cuando se incrementa el tiempo de envejecimiento a 5 días.

El pico C alcanza su mayor absorción de energía para efectuar la disolución de fase, cuando se ha envejecido la muestra por un tiempo de 5.5 horas. El doblete en esta zona se asocia con la disolución de  $\eta'$  y la precipitación de  $\eta$ . La menor absorción de energía es utilizada cuando el análisis se realiza con 5 días de envejecimiento.

La precipitación del pico D se efectúa con menor energía cuando el tiempo de envejecimiento es de 5 días.

En general, el tiempo ideal para que la muestra con esta composición (5.1.0.0.) absorba y emita menor cantidad de calor coincide con los 5 días de envejecimiento.

El termograma de la muestra 5.1.1.5. es el siguiente:



**Figura 42.** Termograma de la muestra 5.1.1.5. analizado a una velocidad de calentamiento de 10°C/min.

A continuación se mostrarán las temperaturas de los picos del termograma.

**Tabla 28.** Temperaturas de precipitación (p) y disolución (d) de fases de la muestra 5.1.1.5. para diferentes tiempos de envejecimiento.

| Tiempo de envejecimiento | Temperatura (°C) |            |            |         |            |
|--------------------------|------------------|------------|------------|---------|------------|
|                          | Pico A (d)       | Pico B (p) | Pico C (d) |         | Pico D (p) |
|                          |                  |            | Pico I     | Pico II |            |
| 1 hr                     | 103.5            | 274.1      | 344.8      | -       | -          |
| 5.5 hr                   | 96.7             | 269.6      | 351.4      | -       | ~410       |
| 5 días                   | 108.8            | 266.5      | 347.4      | -       | ~420       |

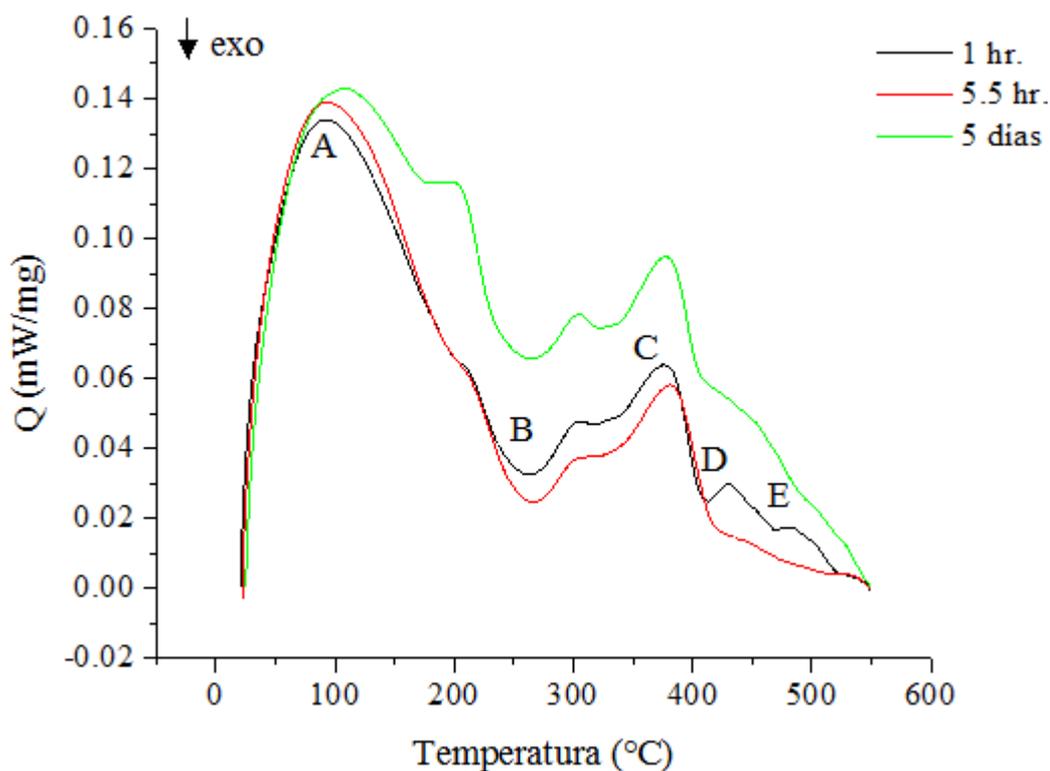
Para las zonas de GP, se absorbe una mayor cantidad de energía para disolver esta fase cuando el tiempo es de una hora de envejecimiento. Para las fases de precipitación se desprende más energía cuando se envejecen las muestras durante 5 días.

Para las fases de disolución de este termograma se requerirá una mayor cantidad de energía para las muestras que sean envejecidas durante un tiempo de 5 días.

Todas las fases para esta condición son presentadas a temperaturas similares, así que asumimos que este efecto no influye significativamente en la temperatura de los picos.

El tiempo más conveniente para llevar a cabo el análisis considerando la cantidad de energía requerida para que se efectúe la secuencia, corresponde a las 5.5 horas.

Finalmente, se realizará el análisis para las muestras con menor contenido de zinc, comenzando con la muestra 3.1.0.0.:



**Figura 43.** Termograma de la muestra 3.1.0.0. efectuado a una velocidad de  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

A continuación se muestran las temperaturas de los picos de las fases de la muestra.

**Tabla 29.** Temperaturas de precipitación (p) y disolución (d) de las fases de la muestra 3.1.0.0. para diferentes tiempos de envejecimiento.

| Tiempo de envejecimiento | Temperatura (°C) |         |            |            |         |           |
|--------------------------|------------------|---------|------------|------------|---------|-----------|
|                          | Pico A (d)       |         | Pico B (p) | Pico C (d) |         | Pico D(p) |
|                          | Pico I           | Pico II |            | Pico I     | Pico II |           |
| 1 hr                     | 92.5             | -       | 262.6      | ~320       | 376.6   | ~410      |
| 5.5 hr                   | 93.5             | -       | 265.6      | ~310       | 380.7   | -         |
| 5 días                   | 108.3            | 195.3   | 264.2      | 304.7      | 377     | -         |

Al observar el pico correspondiente a la disolución de zonas GP, puede notarse que cuando la muestra es envejecida por un tiempo de 5 días, puede llegar a presentarse un doblete en el pico, lo cual podría ser causado por el traslape de la disolución de las zonas GP y/o por la precipitación de la fase  $\eta'$ .

Para el pico C, también se presenta un doblete, que podría ser generado por el traslape de la disolución de la fase  $\eta'$  y la precipitación de  $\eta$ .

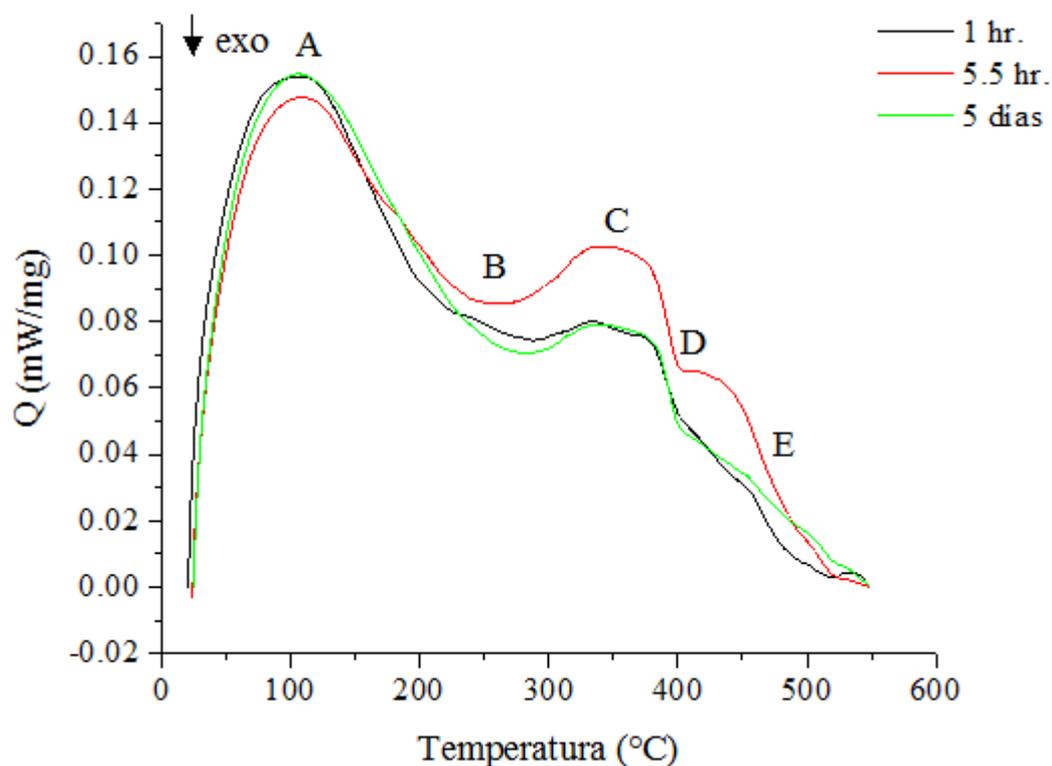
El pico E se distingue más fácilmente cuando se envejece la muestra a tiempos menores, como el de una hora, mostrado en el termograma.

En general la diferencia entre la cantidad de energía requerida para efectuar los cambios de fase es despreciable para las muestras que fueron envejecidas entre 1 y 5.5 horas.

El cambio significativo radica en que al envejecer las muestras por un tiempo de 5 días, la cantidad de energía liberada y/o absorbida por el material compuesto siempre será mayor. Esto está relacionado con la mayor cantidad de precipitados que pueden formarse por el tiempo de envejecido.

No se presentan cambios significativos en los desplazamientos de los picos del termograma por el efecto del envejecimiento.

A continuación el análisis de la muestra 3.1.1.5.:



**Figura 44.** Termograma de la muestra 3.1.1.5. envejecida a una velocidad de calentamiento de 10°C/min.

A continuación, las temperaturas de formación de las fases de este termograma.

**Tabla 30.** Temperaturas de precipitación (p) y disolución (d) de las fases de la muestra 3.1.1.5. para diferentes tiempos de envejecimiento.

| Tiempo de envejecimiento | Temperatura (°C) |            |            |         |            |
|--------------------------|------------------|------------|------------|---------|------------|
|                          | Pico A (d)       | Pico B (p) | Pico C (d) |         | Pico D (p) |
|                          |                  |            | Pico I     | Pico II |            |
| 1 hr                     | 106.7            | 288.4      | 333.5      | -       | -          |
| 5.5 hr                   | 109.3            | 263.6      | 346.4      | -       | -          |
| 5 días                   | 105.9            | 283.8      | 338.8      | -       | -          |

Para la composición de esta muestra, el tiempo de envejecimiento no afecta significativamente la disolución de zonas GP.

La precipitación de  $\eta'$  desprende menor energía cuando la muestra se ha envejecido durante 5 días.

La mayor absorción de energía para efectuar la disolución de  $\eta'$ , se requiere cuando se envejece la muestra 5.5 horas con esta composición. Así como para la precipitación de la fase  $\eta$ .

De acuerdo al termograma, el tiempo de envejecimiento no afecta de manera importante las temperaturas de formación de las fases.

El tiempo más conveniente para llevar a cabo el análisis bajo estas condiciones corresponde a 1 hora de envejecimiento.

#### **4.5. Discusión general.**

El material compuesto (aleación 7075 reforzada con grafito) fue estudiado mediante distintas técnicas para analizar el efecto del envejecido sobre las propiedades del mismo.

Primeramente se realizó un estudio de microscopía óptica, seguido de microscopía electrónica de barrido. La finalidad de estas técnicas fue observar la distribución y la composición de las partículas en la matriz del material.

Mediante la microscopía óptica fue posible analizar el efecto del grafito y del zinc sobre la distribución. De aquí fue posible concluir que independientemente del contenido de zinc que presente la muestra, la distribución de las partículas y su tamaño en la matriz serán más homogéneos siempre y cuando las muestras de estudio contengan grafito.

Si en caso contrario, las muestras no contienen grafito, la mejor distribución se obtendrá con un contenido de 5.1% de zinc. Este resultado coincide con el análisis realizado en microscopía electrónica de barrido y EDX, lo cual concede una mayor certeza de los análisis.

En los estudios de microdureza realizados fue posible observar que para muestras con un contenido nulo de grafito, el zinc no genera efectos significativos en la microdureza. Para contenidos del 1% de grafito o superiores se esperan efectos considerables en la microdureza los cuales pueden consistir en disminución o incremento de las propiedades dependiendo de la cantidad de grafito presente en la muestra.

Para muestras con contenidos iguales o superiores al 4.1% de zinc se observó un cambio importante en la microdureza con respecto a la variación del contenido de grafito: al incrementar la cantidad de grafito también se incrementan las propiedades mecánicas del material. En cambio si las muestras no contienen grafito, la mayor microdureza es obtenida con el menor contenido de zinc.

Los efectos del TT sobre la microdureza del material fueron más significativos para las muestras que presentaron un contenido nulo de grafito, aunque se espera que para todas las composiciones la microdureza alcance un valor máximo después de cierto tiempo de envejecido y después disminuya gradualmente.

En los análisis de DSC realizados se estudiaron los efectos de la composición, de la velocidad de calentamiento y del tiempo de envejecido sobre el material compuesto.

La secuencia de precipitación del material fue establecida, inicialmente basada en otras fuentes y después confirmada por los resultados obtenidos en los termogramas de DSC; consistió de las siguientes fases: disolución de zonas Guinier-Preston (GP), precipitación de  $\eta'$ , disolución de  $\eta'$ , precipitación de  $\eta$  y finalmente, la disolución de  $\eta$ .

En los termogramas obtenidos bajo la condición de estudio del efecto del grafito se determinó que la composición de las muestras con respecto al grafito no altera el orden de la secuencia de precipitación.

Sin embargo, fue posible observar que para las muestras que no contenían grafito se presentó un doble pico en cierta zona del termograma, el cual fue explicado como un traslape entre las fases de disolución de  $\eta'$  y la formación de precipitados de  $\eta$ , generado por la presencia de C. También se observó que el grafito no afecta de manera significativa en la disolución de zonas GP pero sí al resto de las fases consistiendo en que cuando las muestras presentan el 5.1% de zinc las fases disuelven más fácilmente cuando presentan grafito. Para las muestras con 3.1% de zinc, las fases precipitan más fácilmente cuando presentan grafito. Esta facilidad de la precipitación puede justificarse relacionando que las partículas de grafito pudieran estar actuando como sitios de nucleación en el material lo cual acelera la formación de la fase.

En el estudio realizado bajo el efecto de la tasa de calentamiento se fijaron tres velocidades de análisis: 5°C/min, 10°C/min y 20°C/min. La finalidad de este análisis consistió en determinar el grado en que se afectaba la precipitación debido a variaciones en esta condición.

Fue posible determinar las energías de activación requeridas para disolver o para formar una fase, de este cálculo se obtuvo que cuando se realizó el análisis a altas tasas de calentamiento (20°C/min) se requería una mayor energía para disolver las zonas GP en comparación con las otras velocidades para las cuatro muestras.

Del mismo modo se requieren mayores energías para la formación de precipitados a altas velocidades de calentamiento, lo cual representa una desventaja para el TT. Por el contrario, para los análisis realizados a bajas tasas de calentamiento, los picos de algunas fases no se apreciaban adecuadamente o se mostraron menos significativos

Al comparar las energías de activación obtenidas para las cuatro muestras pudo observarse que los valores calculados son bajos comparados con otras aleaciones lo cual fue explicado a causa de la composición del material compuesto.

Las partículas de grafito pudieran estar funcionando como catalizador y de esta manera se requiere una menor energía para disolver las fases. La excepción a este efecto es la disolución de la fase  $\eta'$  ya que el cambio de esta fase no se ve afectado significativamente.

El tiempo de envejecido no afecta significativamente la disolución de las zonas GP para ninguna de las cuatro muestras, pero si el resto de las fases. La manera en que actuó el tiempo sobre la absorción o requerimiento de energía dependió principalmente de la composición de cada muestra. Para algunas muestras un mayor tiempo de envejecido se interpretó como un mayor requerimiento de energía para la precipitación de las fases. Para otras en cambio, bastó un corto tiempo de envejecido para causar el mismo efecto en el material.

## 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.

### 5.1. Conclusiones

De acuerdo a los resultados obtenidos en este proyecto, se comprueba que la adición de partículas de grafito a la aleación genera un incremento en la dureza del material compuesto.

En las muestras con grafito (5.1.1.5. y 3.1.1.5.) la máxima microdureza se obtuvo a los 5 días de envejecido, y correspondió a 136.8 y 131.1 HV, respectivamente. En comparación con las muestras sin grafito (5.1.0.0. y 3.1.0.0.) en donde la máxima microdureza se obtuvo a los 15 días de envejecido y correspondió a 134.7 y 124 HV, respectivamente. Se concluye que las partículas de refuerzo incrementan la resistencia y disminuyen de este modo la movilidad de las dislocaciones en la matriz actuando como sitios de anclaje.

Al igual que en otras aleaciones, después de ser envejecido este material, la microdureza alcanza un valor máximo en un tiempo determinado y posteriormente tiende a disminuir.

Se determinó que para cualquier composición de zinc en el rango estudiado, la distribución y el tamaño de las partículas serán más homogéneas en muestras que contienen grafito. Esto se concluyó en base a las observaciones por microscopía óptica y SEM.

Por último, al realizar los análisis de DSC fue posible determinar la secuencia de precipitación del material, la cual consistió de las siguientes fases: disolución de zonas GP, precipitación de  $\eta'$ , disolución de  $\eta'$ , precipitación de  $\eta$  y disolución de  $\eta$ .

Se determinó que para cualquier composición de grafito (analizada) la secuencia de precipitación no es afectada por el mismo. También se observó que cuando las muestras presentan 5.1% de zinc, las fases disuelven más fácilmente cuando contienen grafito.

Para las muestras con 3.1% de zinc, el grafito contribuye a la formación de precipitados. En este caso, las partículas de C actúan como sitios de nucleación y debido a ello, precipitan más fácilmente. En esta parte del análisis se comprobó que el grafito generó un aumento en la tasa de envejecido; pero sólo para esta composición.

Se analizaron las energías de activación calculadas a partir del método de Kissinger y se determinó que las partículas de grafito pueden actuar como catalizador, es por ello que se requiere una menor cantidad de energía para disolver las fases en comparación con otras aleaciones, lo cual representa una ventaja para el TT.

Finalmente, se obtuvo que la manera en que afecta el tiempo sobre la absorción o requerimiento de energía depende principalmente de la composición de cada muestra.

## 5.2. Recomendaciones

- Se sugiere envejecer las muestras que contengan grafito durante un tiempo de 5 días, en este lapso se alcanzará la máxima microdureza; después de este tiempo tenderá a disminuir gradualmente.
- Se recomienda evaluar la microdureza para las muestras que no contienen grafito durante tiempos más largos, esto con el propósito de determinar en qué momento alcanzarán la máxima microdureza.
- Los análisis de DSC que se realizaron a bajas tasas de calentamiento no mostraron algunos picos o fases, por lo cual es recomendable utilizar velocidades de calentamiento más altas.
- Se sugiere utilizar microscopía electrónica de transmisión en las muestras envejecidas para identificar de manera precisa los precipitados correspondientes a las fases formadas durante el tratamiento térmico, y de esta manera corroborar los resultados de DSC.

## REFERENCIAS

1. Cayron C. TEM study of interfacial reactions and precipitation mechanisms in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> short fiber or high volume fraction SiC particle reinforced Al-4Cu-1Mg-0.5Ag squeeze-cast composites. Laussane, Switzerland: École Polytechnique Fédérale de Lausanne; 2000.
2. Surappa MK. Aluminium matrix composites: Challenges and opportunities. Sadhana. 2003;28(1-2):319-34.
3. ASM. ASM Handbook 1990.
4. DeGarmo EP, Black JT, Kohser RA. Materiales y procesos de fabricación. España 1994.
5. Groover MP. Fundamentos de Manufactura Moderna: Materiales, Procesos y Sistemas. México 1996.
6. Campbell FC. Structural Composite Materials. USA 2010.
7. Akovali G. Handbook of Composite Fabrication: Rapra Technology Limited; 2001.
8. Edil da Costa C, Velasco López F, Torralba Castelló JM. Materiales compuestos de matriz metálica. I parte. Tipos, propiedades, aplicaciones. Revista de Metalurgia. 2000;36(3):179-92.
9. Song MIN, Li XIA, Chen K. Modeling the Age-Hardening Behavior of SiC/Al Metal Matrix Composites. Metall and Mat Trans A. 2007;38(3):638-48.
10. Wong C, Gupta M, Lu L. Effect of variation in physical properties of the metallic matrix on the microstructural characteristics and the ageing behaviour of Al-Cu/SiC metal matrix composites. J Mater Sci. 1999;34(7):1681-9.
11. Ortiz JL, Amigó V, Olvera O, Manzano A, Vorobiev YV. A physical model for the aging of an aluminum-base alloy reinforced with nitride particles. Inorg Mater. 2006;42(10):1065-71.
12. Min Z, Gaohui W, Longtao J. Aging behavior and precipitation kinetics of SiCp/6061Al composites. J Mater Sci. 2004;39(5):1759-63.
13. Ortiz JL, Amigó V, Manzano A, Pérez MA. Mechanical Properties of Composites Made of an Aluminum Alloy Matrix Reinforced with Titanium Nitride Particles, Consolidated by Powder Extrusion. Metall and Materi Trans B. 2007;38(1):1-4.

14. Gómez Rodríguez L, Amigó Borrás V, Salvador Moya MD, Busquets Mataix D, Martínez Mateos N. Características mecánicas y microestructurales de materiales compuestos de matriz aluminio reforzados con partículas cerámicas de B<sub>4</sub>C, desarrollados por vía pulvimetalúrgica. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*. 2003;23:50-8.
15. Sharma SC, Ramesh A. Effect of heat treatment on mechanical properties of particulate reinforced Al6061 composites. *J of Materi Eng and Perform*. 2000;9(5):557-61.
16. Park BG, Crosky AG, Hellier AK. Material characterisation and mechanical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al metal matrix composites. *J Mater Sci*. 2001;36(10):2417-26.
17. Chen SP, Mussert KM, van der Zwaag S. Precipitation kinetics in Al6061 and in an Al6061-alumina particle composite. *J Mater Sci*. 1998;33(18):4477-83.
18. Gómez De Salazar JM, Barrena MI. The influence of Si and Mg rich phases on the mechanical properties of 6061 Al-matrix composites reinforced with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *J Mater Sci*. 2002;37(8):1497-502.
19. Karthikeyan B, Ramanathan S, Ramakrishnan V. A calorimetric study of 7075 Al/SiCp composites. *Materials & Design*. 2010;31, Supplement 1(0):S92-S5.
20. Sheu C-Y, Lin S-J. Ageing behaviour of SiCp-reinforced AA 7075 composites. *J Mater Sci*. 1997;32(7):1741-7.
21. Lee K, Kwon H. Strength of Al-Zn-Mg-Cu matrix composite reinforced with SiC particles. *Metall and Mat Trans A*. 2002;33(2):455-65.
22. Kiran KS, Srinivasan K. Precipitation hardening in Al-Zn-Mg-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(p) composite. *Bull Mater Sci*. 1999;22(1):33-5.
23. Ramírez Medina LJ. Fatiga de aleaciones de aluminio aeronáutico con nuevos tipos de anodizado de bajo impacto ambiental y varios espesores de recubrimiento. [Doctoral]. Coruña: Universidade da Coruña; 2010.
24. Chawla N, Chawla KK. *Metal Matrix Composites*. USA: Springer US; 2006.
25. Smith WF. *Ciencia e Ingeniería de Materiales*. España 2004.
26. Urizar Arechaga R. Materiales de alto rendimiento para el sector más exigente. *Revista digital Metalmecánica*; 2012.
27. Hale J. Boeing 787 from the ground up.: *Aeromagazine*.
28. Blancarte J. Como debes cuidar los rines de aluminio. *Autocosmos.com*; 2011; Available from: <http://especiales.espanol.autocosmos.com/tipsyconsejos/noticias/2011/01/04/como-debes-cuidar-tus-rines-de-aluminio>.

29. ; Available from: <http://www.bicycleparts.com.cn/search/product?SearchText=x-tasy+7075>.
30. Purdy S. A genteel luxury cruiser. Autochannel; 2005; Available from: <http://www.theautochannel.com/news/2005/09/28/144266.html>.
31. Honda. 2013; Available from: <http://www.acura.com/future/NSX#1>.
32. Association A. Aluminum transportation. Accelerating Passenger Vehicle Aluminum Use: Good for Consumers and the Planet. USA2012.
33. Cavazos García JL. Tratamiento térmico de una aleación de aluminio 6063. Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica: Universidad Autónoma de Nuevo León; 1998.
34. Totten GE, MacKenzie DS. Handbook of Aluminum: Physical Metallurgy and Processes: Marcel Dekker; 2003.
35. MacKenzie DS, Totten GE. Analytical Characterization Of Aluminum, Steel, And Superalloys: Taylor & Francis; 2006.
36. Ghosh KS, Gao N. Determination of kinetic parameters from calorimetric study of solid state reactions in 7150 Al-Zn-Mg alloy. Transactions of Nonferrous Metals Society of China. 2011;21(6):1199-209.
37. Li XM, Starink MJ. DSC Study on Phase Transitions and Their Correlation with Properties of Overaged Al-Zn-Mg-Cu Alloys. J of Materi Eng and Perform. 2012;21(6):977-84.
38. Li XM, Starink M. Effect of compositional variations on characteristics of coarse intermetallic particles in overaged 7000 aluminium alloys. Materials science and technology. 2001;17(11):1324-8.
39. Skoog DA, Crouch SR, Holler FJ. Principios de análisis instrumental. México2008.
40. Ovono Ovono D, Guillot I, Massinon D. Determination of the activation energy in a cast aluminium alloy by TEM and DSC. Journal of Alloys and Compounds. 2007;432(1-2):241-6.
41. Poorganji B, Sephehrband P, Jin H, Esmaili S. Effect of cold work and non-isothermal annealing on the recrystallization behavior and texture evolution of a precipitation-hardenable aluminum alloy. Scripta Materialia. 2010;63(12):1157-60.
42. de la Fuente Dávila M, Elizondo Martínez P, al. e. Manual de laboratorio de química analítica I2008 Enero, 2008. 107 p.
43. Eivani AR, Taheri AK. Modeling age hardening kinetics of an Al-Mg-Si-Cu aluminum alloy. Journal of Materials Processing Technology. 2008;205(1-3):388-93.

44. Papazian J. Calorimetric Studies of Precipitation and Dissolution Kinetics in Aluminum Alloys 2219 and 7075. *MTA*. 1982;13(5):761-9.
45. Wang X, Esmaeili S, Lloyd D. The sequence of precipitation in the Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111. *Metall and Mat Trans A*. 2006;37(9):2691-9.
46. Jiang XJ, Tafto J, Noble B, Holme B, Waterloo G. Differential scanning calorimetry and electron diffraction investigation on low-temperature aging in Al-Zn-Mg alloys. *Metall and Mat Trans A*. 2000;31(2):339-48.
47. Woo KD, Lee JS, Kim SW. Calorimetric investigation of precipitation kinetics in Al-Mg-Si-X(Cr,Be) alloys. *Metals and Materials*. 1999;5(4):363-8.
48. Ghosh KS, Kumar AK, Mohan MK. Calorimetric studies and kinetic parameters of solid state reactions in 7017 Al-Zn-Mg alloy. *Trans Indian Inst Met*. 2008;61(6):487-96.
49. Miao WF, Laughlin DE. Effects of Cu content and preaging on precipitation characteristics in aluminum alloy 6022. *Metall and Mat Trans A*. 2000;31(2):361-71.
50. Adler P, DeIasi R. Calorimetric studies of 7000 series aluminum alloys: II. Comparison of 7075, 7050 and RX720 alloys. *MTA*. 1977;8(7):1185-90.
51. Afify N, Gaber A, Mostafa MS, Abbady G. Influence of Si concentration on the precipitation in Al-1% Mg alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2008;462(1-2):80-7.
52. Jiang XJ, Noble B, Hansen V, Tafto J. Influence of zirconium and copper on the early stages of aging in Al-Zn-Mg alloys. *Metall and Mat Trans A*. 2001;32(5):1063-73.
53. Miao WF, Laughlin DE. Precipitation hardening in aluminum alloy 6022. *Scripta Materialia*. 1999;40(7):873-8.
54. Aouabdia Y, Boubertakh A, Hamamda S. Precipitation kinetics of the hardening phase in two 6061 aluminium alloys. *Materials Letters*. 2010;64(3):353-6.
55. Sato T, Hirose S, Hirose K, Maeguchi T. Roles of microalloying elements on the cluster formation in the initial stage of phase decomposition of Al-based alloys. *Metall and Mat Trans A*. 2003;34(12):2745-55.
56. Wenchuan M, Jialin GU, Yong Z, Mingmei W. Effect of SiC particles on ageing behaviour of SiCp/7075 composites. *Journal of Materials Science Letters*. 1997;16(22):1867-9.
57. Fang X, Song M, Li K, Du Y, Zhao D, Jiang C, et al. Effects of Cu and Al on the crystal structure and composition of  $\eta$  (MgZn<sub>2</sub>) phase in over-aged Al-Zn-Mg-Cu alloys. *J Mater Sci*. 2012;47(14):5419-27.

58. Yu J, Li X. Modelling of the Precipitated Phases and Properties of Al-Zn-Mg-Cu Alloys. *J Phase Equilib Diffus.* 2011;32(4):350-60.
59. Li X, Xiong B, Zhang Y, Hua C, Wang F, Zhu B, et al. Effect of one-step aging on microstructure and properties of a novel Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy. *Sci China Ser E-Technol Sci.* 2009;52(1):67-71.
60. Mukhopadhyay AK. Microstructure and properties of high strength aluminium alloys for structural applications. *Trans Indian Inst Met.* 2009;62(2):113-22.
61. Zou L, Pan Q-L, He Y-B, Liang W-J, Wang C-Z. Microstructures and tensile properties of Al-Zn-Cu-Mg-Zr alloys modified with scandium. *Mater Sci.* 2008;44(1):120-5.
62. Sha W. Evaluation of aging precipitation kinetics and potential in aluminum alloys using indiscriminately integrated peak areas in calorimetry curves. *Metall and Mat Trans A.* 2004;35(9):3012-5.
63. Wang Z, Liu X, Zhang J, Bian X. Study of the reaction mechanism in the Al-C binary system through DSC and XRD. *J Mater Sci.* 2004;39(6):2179-81.
64. Schuster JC. A reinvestigation of the thermal decomposition of aluminum carbide and the constitution of the Al-C system. *JPE.* 1991;12(5):546-9.

## LISTA DE FIGURAS

|   |    |
|---|----|
| Figura 1. Distribución del peso de un avión comercial.....  | 15 |
| Figura 2. Composición de materiales de un Boeing 787 .....  | 15 |
| Figura 3. Aplicaciones de la serie 7xxx de aluminio: a) Rines para carro. b) Rueda libre de bicicleta hecha con Al7075. c) Marco para bicicleta. ....   | 16 |
| Figura 4. Vehículos fabricados con aleaciones de aluminio. ....   | 16 |
| Figura 5. Componentes de un vehículo que pueden ser fabricados a partir de aleaciones de aluminio.....  | 17 |
| Figura 6. a) Diagrama de fase de una aleación formada por A y B, que pueden endurecerse por precipitación. b) Tratamiento térmico: 1) Tratamiento de solubilizado, 2) templado, 3) envejecimiento por precipitación ..... | 18 |
| Figura 7. Soportes de la muestra y de la referencia en un DSC .....   | 22 |
| Figura 8. Las 12 muestras iniciales del material compuesto: aleación 7075 reforzado con grafito.....  | 32 |
| Figura 9. Cortadora utilizada para preparación de muestras.....   | 34 |
| Figura 10. Pulidora utilizada para desbastar las muestras.....  | 34 |
| Figura 11. Microscopio Óptico utilizado para analizar las muestras.....   | 35 |
| Figura 12. SEM utilizado para análisis de muestras. ....  | 35 |
| Figura 13. Diagrama que muestra las etapas del tratamiento térmico, en donde: (1) Solubilizado por 2h a 550°C; (2) temple rápido en agua a 25°C; (3) Envejecimiento a temperatura ambiente.....                           | 38 |

|  |    |
|--|----|
| Figura 14. Las 4 muestras preparadas para el test de microdureza. ....   | 39 |
| Figura 15. Microdurómetro utilizado en el ensayo de microdureza. ....  | 40 |
| Figura 16. Imagen de la celda creada para realizar el pulido electrolítico a las muestras. ..                          | 42 |
| Figura 17. DSC utilizado en la experimentación. ....   | 44 |
| Figura 18. Imagen de 5.1.0.0. capturada con Microscopio Óptico a 200X.....   | 45 |
| Figura 19. Imagen de 5.1.1.5. capturada con Microscopio Óptico a 200X.....   | 46 |
| Figura 20. Imagen de 3.1.0.0. capturada con Microscopio Óptico a 200X.....   | 46 |
| Figura 21. Imagen de 3.1.1.5. capturada con Microscopio Óptico a 200X.....   | 47 |
| Figura 22. Imagen de 5.1.0.0. capturada con SEM a 200X. ....   | 49 |
| Figura 23. Imagen de 5.1.1.5. capturada con SEM a 200X. ....   | 50 |
| Figura 24. Imagen de 3.1.0.0. capturada con SEM a 200X. ....   | 50 |
| Figura 25. Imagen de 3.1.1.5. capturada con SEM a 200X. ....   | 51 |
| Figura 26. Imagen de partículas oscuras de la muestra 5.1.0.0.....   | 53 |
| Figura 27. Imagen de partícula clara de la muestra 5.1.0.0. ....   | 54 |
| Figura 28. Imagen de partícula clara de 5.1.1.5.....   | 55 |
| Figura 29. Imagen de partícula oscura de 3.1.0.0. ....   | 56 |
| Figura 30. Imagen de partícula clara de 3.1.0.0.....   | 57 |
| Figura 31. Imagen de partícula clara de 3.1.1.5.....   | 58 |
| Figura 32. Gráfica del efecto del zinc sobre la microdureza para diferentes contenidos de grafito. ....                | 61 |
| Figura 33. Gráfica del efecto del grafito sobre la microdureza para distintos contenidos de zinc.....                  | 63 |
| Figura 34. Gráfica de la evolución de la microdureza a diferentes tiempos de envejecido. 65                            |    |
| Figura 35. Termograma de las muestras: 5.1.0.0.5. y 5.1.1.5.5. después de 5.5 horas de envejecimiento a 10°C/min. .... | 69 |

|   |    |
|---|----|
| Figura 36. Termograma de las muestras: 3.1.0.0.5. y 3.1.1.5.5. después de 5.5 horas de envejecimiento a 10°C/min. ....        | 73 |
| Figura 37. Termograma de la muestra 5.1.0.0. después de 5.5 horas de envejecimiento para 3 velocidades de calentamiento. .... | 76 |
| Figura 38. Termograma de la muestra 5.1.1.5. después de 5.5 horas de envejecimiento. ...                                      | 79 |
| Figura 39. Termograma de la muestra 3.1.0.0. después de 5.5 horas de envejecimiento. ...                                      | 81 |
| Figura 40. Termograma de la muestra 3.1.1.5. después de 5.5 horas de envejecimiento. ....                                     | 83 |
| Figura 41. Termograma obtenido para la muestra 5.1.0.0. analizada a una tasa de calentamiento de 10°C/min. ....               | 86 |
| Figura 42. Termograma de la muestra 5.1.1.5. analizado a una velocidad de calentamiento de 10°C/min. ....                     | 88 |
| Figura 43. Termograma de la muestra 3.1.0.0. efectuado a una velocidad de 10°C/min. ...                                       | 89 |
| Figura 44. Termograma de la muestra 3.1.1.5. envejecida a una velocidad de calentamiento de 10°C/min. ....                    | 91 |

## LISTA DE TABLAS

|   |    |
|---|----|
| Tabla 1. Entalpías de reacción típicas $\Delta H$ (J/g) para varios procesos en aleaciones de aluminio .....      | 26 |
| Tabla 2. Composiciones de las 12 muestras del material compuesto. ....  | 31 |
| Tabla 3. Las 4 muestras representativas del material compuesto y su identificación. ....                          | 33 |
| Tabla 4. Identificación de las muestras. ....   | 37 |
| Tabla 5. Composición del electrolito utilizado para electropulido. ....   | 41 |
| Tabla 6. Tiempos de envejecido y velocidades de calentamiento para cada muestra. ....                             | 42 |
| Tabla 7. Porcentaje en peso de los elementos de la muestra 5.1.0.0. ....  | 54 |
| Tabla 8. Composición de partícula clara de la muestra 5.1.0.0. ....   | 55 |
| Tabla 9. Composición de la muestra 5.1.1.5. ....  | 56 |
| Tabla 10. Composición de partícula oscura de 3.1.0.0. ....  | 57 |
| Tabla 11. Composición de partícula clara de la muestra 3.1.0.0. ....  | 58 |
| Tabla 12. Composición de 3.1.1.5. ....  | 59 |
| Tabla 13. Composiciones de las 4 muestras analizadas. ....  | 59 |
| Tabla 14. Microdurezas obtenidas experimentalmente para las muestras 5.1.0.0., 5.1.1.5., 3.1.0.0. y 3.1.1.5. .... | 66 |
| Tabla 15. Microdurezas reportadas para algunas aleaciones de aluminio tratadas térmicamente. ....                 | 67 |
| Tabla 16. Temperaturas de formación de fases para las muestras 5.1.0.0. y 5.1.1.5. ....                           | 70 |
| Tabla 17. Temperaturas de formación de fases para las muestras 3.1.0.0. y 3.1.1.5. ....                           | 73 |

|  |    |
|--|----|
| Tabla 18. Temperaturas de precipitación (p) o disolución (d) de fases para la muestra 5.1.0.0. para diferentes tasas de calentamiento. ....      | 76 |
| Tabla 19. Valores de temperatura y energías de activación para los picos A, B y I-C de la muestra 5.1.0.0. ....                                  | 77 |
| Tabla 20. Temperaturas de precipitación (p) y disolución (d) de fases de la muestra 5.1.1.5. para diferentes tasas de calentamiento. ....        | 80 |
| Tabla 21. Valores de temperatura y energías de activación para los picos A, B y I-C de la muestra 5.1.1.5. ....                                  | 80 |
| Tabla 22. Temperaturas de precipitación (p) y disolución (d) de fases de la muestra 3.1.0.0. para diferentes tasas de calentamiento. ....        | 82 |
| Tabla 23. Valores de temperatura y energías de activación para los picos A, B y I-C de la muestra 3.1.0.0. ....                                  | 82 |
| Tabla 24. Temperaturas de precipitación (p) y disolución (d) de las fases de la muestra 3.1.1.5. para diferentes tasas de calentamiento. ....    | 84 |
| Tabla 25. Valores de temperatura y energías de activación para los picos A, B, I-C y D de la muestra 5.1.1.5. ....                               | 84 |
| Tabla 26. Comparación de energías de activación de las muestras de estudio y otras aleaciones. ....  | 85 |
| Tabla 27. Temperaturas de precipitación (p) y disolución (d) de las fases de la muestra 5.1.0.0. para diferentes tiempos de envejecido. ....     | 87 |
| Tabla 28. Temperaturas de precipitación (p) y disolución (d) de fases de la muestra 5.1.1.5. para diferentes tiempos de envejecimiento. ....     | 88 |
| Tabla 29. Temperaturas de precipitación (p) y disolución (d) de las fases de la muestra 3.1.0.0. para diferentes tiempos de envejecimiento. .... | 90 |
| Tabla 30. Temperaturas de precipitación (p) y disolución (d) de las fases de la muestra 3.1.1.5. para diferentes tiempos de envejecimiento. .... | 91 |