



# Generación y evolución de las zonas de Guinier-Preston en una aleación de Aluminio 7075 aplicando el proceso de envejecimiento

## Generation and evolution of Guinier-Preston zones in a 7075 Aluminum alloy applying the aging process

W.A. BETANCO<sup>1</sup>, G.J. RUMMEL<sup>2</sup>, D. AGUILAR<sup>3</sup>

Recibido: 29 de enero de 2023 / Aceptado: 12 de mayo de 2023

<sup>1</sup>Departamento de Materia Condensada, Escuela de Física. Universidad Nacional Autónoma de Honduras. [wilmer.betanco@unah.edu.hn](mailto:wilmer.betanco@unah.edu.hn)

<sup>2</sup>Departamento de Materia Condensada, Escuela de Física. Universidad Nacional Autónoma de Honduras. [gerhard.josef@unah.edu.hn](mailto:gerhard.josef@unah.edu.hn)

<sup>3</sup>Departamento de Materia Condensada, Escuela de Física. Universidad Nacional Autónoma de Honduras. [david.aguilar@unah.edu.hn](mailto:david.aguilar@unah.edu.hn)

### RESUMEN

Se realizó un proceso de endurecimiento por precipitación en una aleación de aluminio de la serie 7xxx, lo que resultó en cambios en sus propiedades mecánicas. Se observaron las zonas de Guinier-Preston mediante microscopio electrónico de barrido (MEB) y se recopiló datos importantes a través de pruebas metalográficas y ensayos de dureza. Estos resultados demuestran que es posible mejorar las propiedades de aleaciones complejas de aluminio utilizando métodos de tratamiento térmico y pruebas mecánicas disponibles en la UNAH.

### ABSTRACT

A precipitation hardening process was carried out on a 7xxx series aluminum alloy, resulting in changes in its mechanical properties. Guinier-Preston zones were observed using scanning electron microscopy (SEM), and valuable data was collected through metallographic tests and hardness tests. These results demonstrate that it is possible to improve the properties of complex aluminum alloys using thermal treatment methods and mechanical testing available at UNAH.

### PALABRAS CLAVES

Endurecimiento por precipitación, envejecimiento, aleación de aluminio-zinc, zonas de Guinier-Preston, propiedades mecánicas, pruebas metalográficas, ensayos de dureza, tratamiento térmico, microscopio electrónico de barrido (MEB).

### KEYWORDS

Precipitation hardening, aging, Aluminum-zinc alloy, Guinier-Preston zones, mechanical properties, metallographic tests, hardness tests, thermal treatment, Scanning Electron Microscopy (SEM).

\* Esta obra está bajo una licencia Creative Commons Reconocimiento - NoComercial 4.0 Internacional

\* This work is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License.

## I | INTRODUCCIÓN

El proceso de envejecimiento térmico permite aumentar la dureza y la resistencia de las aleaciones, se produce por una secuencia de transformaciones de fase que lleva a una dispersión uniforme de precipitados coherentes a nanoescala en una matriz más dúctil y blanda. (Askeland, Fulay, y Wright, 2017)

Las escalas de longitud típicas en este proceso son muy finas, por lo que es necesario hacer uso de equipo especializado para su potencial observación, pudiéndose realizar ensayos mecánicos para su comprobación con respecto a la modificación de las propiedades.

Un caso interesante de este proceso en aleaciones de materiales no ferrosos, sobre todo por el hecho de que después de cierto tiempo la sobresaturación de las fases metaestables siguen cambiando hasta llegar a una fase estable (Luiggi y Del Valera, 2017), este fenómeno lo podemos identificar a través de microscopios electrónicos de transmisión o barrido.

En la actualidad se conocen una enorme gama de materiales y aleaciones que forman un pilar fundamental del progreso y desarrollo científico, tenemos gran cantidad de aleaciones que usamos en todo nuestro entorno, y el hecho de conocer de como estas aleaciones son capaces de poseer diferentes cualidades nos lleva a querer conocer como se establecen las bases físicas para dichas propiedades presentes en las mismas. Tal es el caso de las aleaciones de aluminio que poseen una gran cantidad de aplicaciones. En nuestro medio no es común realizar pruebas a estas aleaciones. incluso el proporcionar cambios favorables a estas estructuras es algo que poco se conoce en Honduras, ya sea a través de algún tratamiento físico o químico.

Lo que nos lleva a pensar si es posible realizar estas pruebas de cambios en nuestros laboratorios y generar en estas aleaciones los procesos de evolución que se nos muestran en trabajos ya efectuados (Martínez, Giovanni, Rodríguez, Fernando, y cols., 2015), y así poder ver el fenómeno de precipitación que se desarrolla.

Así surge la interrogante **¿Se pueden generar y ver la evolución de las zonas de Guinier-Preston en una aleación de aluminio de la serie 7xxx con nuestros recursos?**

También el hecho de pensar que se pueden cambiar las propiedades mecánicas de dicho material, todo esto en el establecimiento de las posibles teorías y modelos matemáticos que sirven para modelar el sistema.

## II | OBJETIVOS

### 1 | Objetivo General

Determinar las zonas de Guinier-Preston mediante el envejecimiento de la aleación 7075 para aplicaciones científicas e industriales.

## 2 | Objetivos específicos

- Realizar el tratamiento térmico correspondiente para producir el endurecimiento por envejecimiento de la aleación.
- Proporcionar los datos correspondientes a la generación de las zonas de Guinier-Preston (GP).
- Efectuar pruebas de dureza y ensayos metalográficos.
- Mostrar a través de imágenes la ubicación de algunos precipitados de la aleación (zonas de GP).

## III | BASES TEÓRICAS

Las zonas de Guinier-Preston fueron descubiertas a través del envejecimiento de la aleación aluminio-cobre en 1938, uno de sus descubridores fue el francés A. Guinier, el otro fue el británico G.D Preston. Ellos realizaron un trabajo de precipitación a etapa temprana.

Una zona de Guinier-Preston, es un fenómeno metalúrgico a escala fina, que implica la precipitación a etapa temprana. Típicamente, las zonas Guinier-Preston tienen una escala nanométrica (del orden de 3 a 10 nm de longitud) de regiones de soluto enriquecido del material, que ofrecen obstrucciones físicas para el movimiento de las dislocaciones, por encima de la solución sólida, fortaleciendo los componentes de soluto. (Guinier, 1935)

Basados en este importante fenómeno para poder determinar la precipitación del soluto en una matriz, en este caso, Aluminio, es importante revisar ciertas teorías realizadas en diversos trabajos sobre una serie de aleaciones de aluminio como lo son la AA6061, 7012 y la misma 7075.

El estudio realizado en la región de las zonas de Guinier-Preston en la aleación de aluminio AA6061, muestra la influencia que tienen las primeras etapas de descomposición microestructural sobre la resistividad eléctrica de esta aleación en estado de solución sólida sobre saturada o bajo tratamiento térmico T6<sup>1</sup>, entre la temperatura ambiente y aproximadamente 200°C; estas etapas de pre-precipitación con nucleación y crecimiento corresponden a la formación y transformación de las zonas de **Guinier-Preston**.(J. L. Ochoa, Arias, y Morales, 2013)

De manera similar se han realizado otros estudios importantes alrededor de las zonas de Guinier-Preston, tal es el caso de la aleación 7012 (Al-Zn-Mg-Cu), que es más próxima a la que utilizaremos en nuestro estudio el cuál será la aleación 7075.

Para el estudio de Ferragut de la aleación 7012, se utilizó microscopía electrónica de transmisión y espectrometría temporal de aniquilación de positrones, durante los primeros estadios del envejecimiento artificial isotérmico, donde la microestructura está caracterizada por la formación de zonas de **Guinier-Preston** y de precipitados semicoherentes, cuyos tamaños típicos oscilan entre 1 nm y 10 nm.(Ferragut, Somoza, y Tolley, 1997)

Ferragut realizó un nuevo estudio sobre la misma aleación 7012, la cuál comprende la formación de las zonas de **Guinier-Preston** mediante el uso de SAXS y resistometría eléctrica. Mediante el uso de la dispersión de rayos X a bajo ángulo (SAXS) y resistometría eléctrica en la formación de las zonas

---

<sup>1</sup> Tratamiento de solución, temple y maduración artificial.(Obando y Sánchez, 2014)

**GP**, inducidas durante el preenvejecimiento a temperaturas moderadas en una aleación 7012. En esta se observa que el incremento en la resistividad eléctrica depende de la evolución de la fracción en volumen de las zonas de **GP** formadas. (Ferragut, Somoza, y Torriani, 2000)

Es importante hacer notar que se puede hacer uso de una ley del tipo Johnson-Mehl-Avrami para describir la cinética durante estos procesos, que puede estar dada por la siguiente relación

$$f = 1 - e^{-ct^n}$$

Donde  $f$  es la fracción transformada,  $c$  y  $n$  son constantes para una temperatura en particular y  $t$  es el tiempo relacionado con  $f$ , esta ecuación puede describir casi todas las transformaciones de fase de estado sólido. (Askeland y cols., 2017)

La teoría de Johnson-Mehl-Avrami describe cómo los materiales se transforman desde una fase (estado de agregación de la materia) a otra, a temperatura constante.

En su concepción, fue ideada para describir la cinética de los procesos de cristalización, partiendo de una fase líquida hasta una fase sólida cristalina. Sin embargo, el modelo teórico descrito por la teoría es aplicable a otros cambios de fase en materiales, a reacciones químicas e incluso en análisis de sistemas biológicos (KJMA, 2021).

Es de gran importancia conocer de como el envejecimiento en un metal influyen en las distintas propiedades mecánicas del mismo, esto con el fin de ser muy cuidadosos durante el proceso de la formación de las zonas de **Guinier-Preston**.

Un importante aporte es la influencia del tratamiento térmico de homogenización y reenvjecimiento (RAA) en las propiedades de tensión, dureza, impacto en el aluminio 7075-T651 <sup>2</sup>, con el cuál se desea trabajar durante nuestra experimentación.

Las aleaciones de la serie 7xxx, pueden ser tratadas térmicamente con las técnicas de homogenización y envejecimiento (RAA), para esta investigación se seleccionó la aleación aluminio 7075 (Ya establecido en la justificación del problema); empleando la secuencia de tratamientos térmicos de homogenización a 500°C por 2 horas y otra a 210°C durante una hora, ambas enfriadas en agua, luego se aplicó un envejecimiento a 150°C y 180°C con un intervalo de tiempo de 2,4,8,12,18 horas respectivamente, se realizaron diferentes pruebas de dureza, tensión e impacto. (Hernández y Amortegui, 2012)

Esté estudio nos permite determinar como las propiedades mecánicas son influidas durante la generación de las zonas de **Guinier-Preston**.

(J. Ochoa, Ochoa, y González, 2008) estudiaron a través de medidas de resistividad eléctrica la influencia que ejerce la velocidad de calentamiento en la cinética de precipitación y en la formación y posterior transformación de las zonas de Guinier-Preston, en las fases metaestables beta'' y beta' hasta la fase de equilibrio beta, y otros precipitados presentes en el aluminio AA6061.

Es importante hacer notar que estos experimentos de los que hemos hablando, se llevaron a cabo a velocidades de calentamiento, constantes y variables, en el rango desde la temperatura ambiente hasta

<sup>2</sup>T6 hace referencia al tratamiento por solución, templado y envejecimiento, la disposición 51, hace referencia a una condición mecánica conocida como acritud

600°C.

Para velocidades de calentamiento bajas ( $\leq 20^\circ\text{C}/\text{min}$ ), las regiones de formación y transformación de las zonas de **GP**, las fases  $\beta''$  y  $\beta'$ , y el intermetálico  $\beta$  se aprecia con más detalle a través de este procedimiento de resistividad eléctrica.

Es importante hacer notar que cada uno de los trabajos expuestos anteriormente nos permitirán seguir una base sobre la generación y evolución de las zonas de **Guinier-Preston** que es nuestro principal objetivo, de hecho cada trabajo realizado nos enfoca a diferentes técnicas que se pueden usar para nuestros fines.

Cabe mencionar que ninguno de ellos menciona el uso del Microscopio Electrónico de Barrido (SEM o MEB), el cuál será nuestra principal herramienta.

Como nuestro trabajo se centra en la aleación de aluminio 7075, es necesario analizar la resistencia a fatiga de la misma, en función del tipo de ensayo y espesor del recubrimiento.

En este trabajo se analizaron los principales tipos de ensayos de fatiga existentes en la bibliografía científica para determinar las curvas S-N<sup>3</sup> (Askeland y cols., 2017).

En el trabajo de Toledano, Galan y Borjas se ha desarrollado su trabajo con la aleación de aluminio 7075-T6 y se han valorado las diferencias entre los métodos de ensayo de fatiga en flexión rotativa, los resultados obtenidos con distintos espesores han puesto de manifiesto que el aumento de espesor de la capa de recubrimiento anódico no afecta negativamente a la respuesta a fatiga de la aleación. (Toledano, Arenas, Galan, y Borja, 2016)

Finalmente, en el trabajo de Toledano se presentan y analizan las diferencias fractográficas obtenidas para los recubrimientos más representativos y como influye en ellos los distintos niveles de carga.

La manera en que ocurre el proceso de envejecimiento a través de la precipitación que se da al momento de la difusión en estado sólido es muy importante al momento de analizar las zonas de **Guinier-Preston**.

El Dr. Roberto Rioja (1981,p.107) presenta: "un resumen de la secuencia de precipitación a partir de soluciones sólidas sobresaturadas" y propone la secuencia siguiente:



Donde  $\alpha_{II}$  y  $\alpha_I$  representan regiones enriquecidas en cobre y aluminio, respectivamente.

Nos muestran evidencias sobre la relación cristalográfica entre las fases precipitadas y la fase matriz. Y se discuten los mecanismos de nucleación y se presentan resultados de la cinética de crecimiento de precipitados  $\theta''$ , consistentes con el modelo de crecimiento controlado por la interfaz, este trabajo de Rioja es de interés para nosotros, ya que nos muestra como se va presentando la secuencia del precipitado en el tiempo, y nombra las regiones con la nomenclatura mostrada anteriormente.

<sup>3</sup>También conocidas como curvas de Wöhler y nos relacionan el esfuerzo (S) en función del número de ciclos (N).

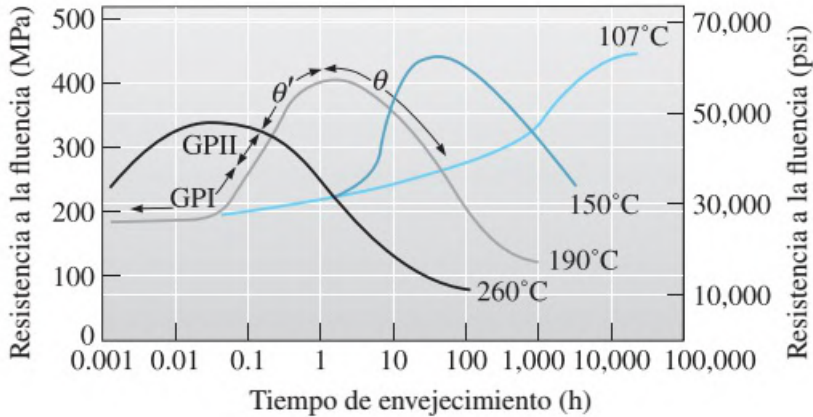


Figura 1: Efecto de la temperatura y tiempo de envejecimiento de una aleación Al-4% Cu, (Askeland y cols., 2017)

Generalmente se acepta que la secuencia de precipitación a partir de soluciones sólidas supersaturadas, envejecidas a 130°C (403 K) y temperaturas superiores. (Rioja y Laughlin, 1981)

Las zonas de **Guinier-Preston** en el sistema Al-Cu dan lugar a la formación de líneas de intensidad en espacio recíproco en la dirección perpendicular al espesor de las zonas, empleando la técnica del haz débil, cumpliendo la reflexión de Bragg.

Las zonas de **Guinier-Preston** pueden tener su origen en la nucleación homogénea o heterogénea, dependiendo de diferentes parámetros metalúrgicos como son la densidad de defectos, el tamaño de grano, el sobre-enfriamiento, la supersaturación, etc.

Durante el envejecimiento de aleaciones aluminio-cobre, se forma una serie continua de otras fases de precipitados precursores antes de la formación de la fase  $\theta$  de equilibrio. Al principio del envejecimiento, los átomos de cobre se concentran en planos (100) en la matriz de aluminio que se representa como  $\alpha$  y producen precipitados muy delgados llamados **zonas de Guinier-Preston (GP)**. A medida que continúa el envejecimiento, más átomos de cobre se difunden en el precipitado y las zonas de GP-I se engruesan formando discos delgados, aumentando a zonas de GP-II. Al seguir la difusión continua, los precipitados desarrollan un grado superior de orden (largo alcance o rango) y se denomina  $\theta'$ , al final, se producen el precipitado estable  $\theta$ <sup>4</sup>. (Askeland y cols., 2017)

La resistencia a la fluencia de la aleación aumenta con el tiempo de envejecimiento cuando estas fases coherentes crecen de tamaño durante las etapas iniciales del tratamiento térmico. Cuando están presente estos precipitados coherentes<sup>5</sup>, la aleación está en condición envejecida. El desarrollo en la evolución de la microestructura de aleaciones endurecidas por precipitación es la razón por la cual el tiempo para el tratamiento térmico durante el envejecimiento es muy importante.

Cuando la fase  $\theta$  estable no coherente se precipita<sup>6</sup>, la resistencia de la aleación empieza a disminuir.

<sup>4</sup> Las fases  $\theta'$  y  $\theta$  muestran las regiones de concentraciones de precipitados, los cuales van cambiando en el tiempo

<sup>5</sup> Son precipitados cuyas estructuras cristalinas y arreglo atómico, tienen una relación continua con la matriz con la cual fueron formados.

<sup>6</sup> Una fase estable es una región homogénea desde el punto de vista químico y estructural que puede ser un monocristal o un policristal, al no ser coherente hace referencia

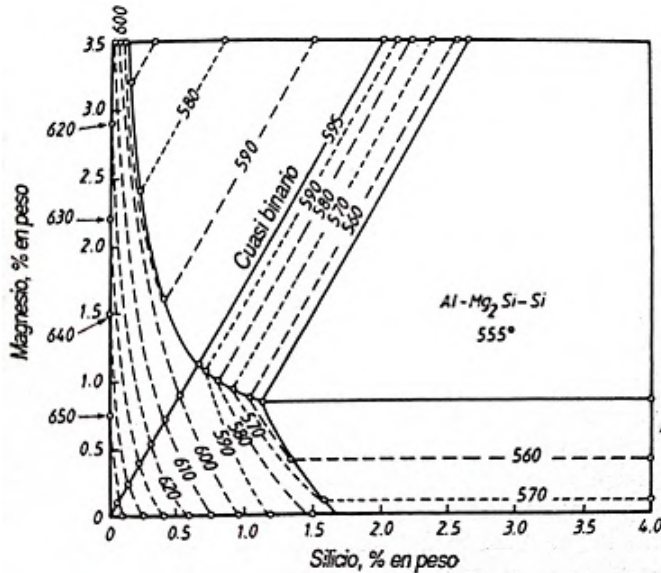


Figura 2: Diagrama de límites de solubilidad de una aleación de la serie 6xxx, aluminio-magnesio-silicio, (King, 1992)

Ahora la aleación está en condición de envejecida en exceso, la fase  $\theta$  todavía proporciona algún endurecimiento por dispersión, pero, con el tiempo, esta fase crece más y hasta el simple efecto de endurecimiento por dispersión disminuye.

Las propiedades de una aleación que puede endurecerse por envejecimiento dependen de la temperatura de envejecimiento y del tiempo de envejecimiento. (Askeland y cols., 2017), Ver la Figura 1.

### 1 | Aleación 7075 (Aluminio-Zinc)

En nuestro estudio se tomaron como referencias a las aleaciones de aluminio de la serie 6xxx, las cuales son de aluminio-magnesio-zinc, este aluminio y el constituyente binario  $Mg_2Si$  forman un sistema cuasibinario que divide el sistema ternario en dos partes. (King, 1992)

Las aleaciones de la serie 6xxx (Ver la Figura 2) y 7xxx, presentan similitudes en la aceptación de ciertos tratamientos térmicos como el  $T_6^7$ , el cual es importante para el proceso de nuestro trabajo.

Como nos referimos a las aleaciones de aluminio de la serie 7xxx, es importante identificar las propiedades de las mismas.

habla de una discontinuidad con la matriz, que aún esta presente en la microestructura.

<sup>7</sup> Tratamiento por solución, temple y maduración artificial

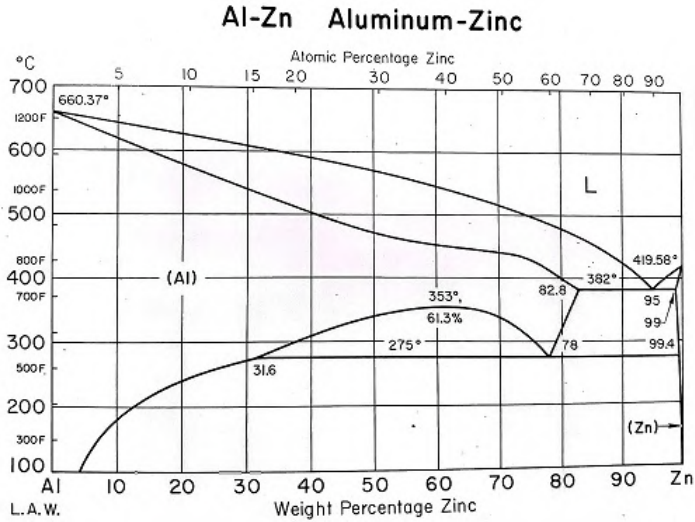


Figura 3: Diagrama de fases de aleaciones aluminio-zinc, (ASM, 1973)

Serie 7xxx. A este grupo pertenecen las aleaciones de aluminio con zinc, en cantidades promedio del 1 % al 8 % y cuando se combina con un porcentaje menor de magnesio, puede tratarse térmicamente para lograr un alto nivel de resistencia. Por lo regular a este tipo de aleación se les añade, también zirconio y titanio en cantidades que no sobrepasan el 0,25 para aumentar la templabilidad. (Castro, 2014)

Las aleaciones 7xxx tienen una reducida resistencia a la corrosión y a menudo se utilizan ligeramente sobre-envejecidas para proporcionar mejores combinaciones de resistencia mecánica, resistencia a la corrosión y a la fractura.

La característica más importante de este grupo es la capacidad que tiene de auto-templarse sin necesidad de solubilización, seguido de una maduración natural (diversas semanas) o artificial (diversas horas), lo cual facilita la fabricación de piezas grandes con buenas características mecánicas: Tenacidad, maquinabilidad, estabilidad y resistencia a la corrosión.

La aleación que es objeto pertenece al grupo base de Aluminio-Zinc, según el diagrama de fase (Ver la Figura 3), todas las aleaciones ricas en aluminio de este sistema solidifican como soluciones sólidas y ninguna otra fase puede existir en esta etapa, aunque dicha solución sólida se descompone a temperaturas más bajas, las aleaciones de aluminio-zinc no tienen una aplicación general como productos forjados, sin embargo aleaciones de aluminio-zinc-magnesio, son de alta resistencia y se utilizan en la construcción de aeronaves, el diagrama de la figura 3, nos muestra el comportamiento de la aleación aluminio-zinc, cuyos valores de los elementos aleantes en nuestra aleación de estudio 7075 con un porcentaje de no más de 6.10 % de zinc y menos del 2.90 % de magnesio, entran en esta categoría. (King, 1992).

En el sentido más amplio de la palabra, un tratamiento térmico se refiere a la modificación de las propiedades mecánicas y la estructura metalográfica de un metal, a partir de aumentos y descensos



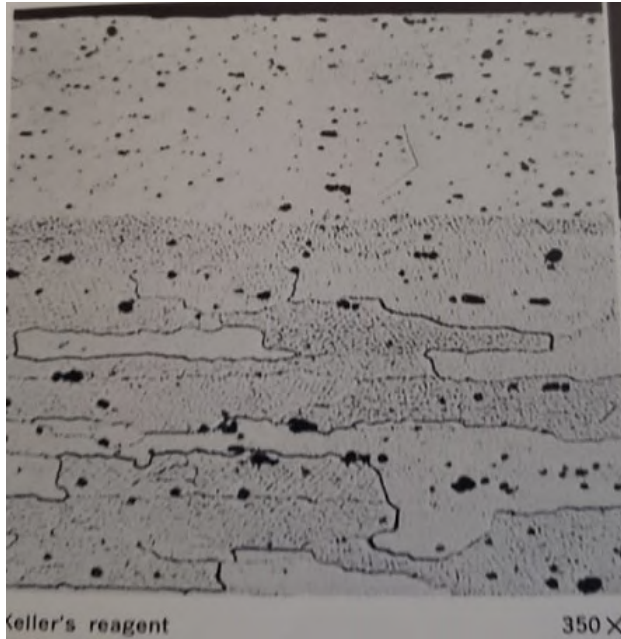


Figura 4: Micrografía de aleación 7075-T6, (ASM, 1972)

controlados de temperatura. En el caso de los aceros, dichos procesos son el pan diario de la industria (Obando y Sánchez, 2014). En el caso del aluminio la historia es diferente, ya que, si bien es el segundo material más usado en la industria metalmecánica y la construcción, aun persiste un gran desconocimiento de este metal y sus características. Es importante mencionar el tipo de tratamiento que se realizará para la aleación de la serie 7xxx en particular la 7075.

Esta corresponde al tratamiento **T6**. Conocido como tratamiento de solución, temple y maduración artificial. Requiere de un proceso de disolución, temple y maduración artificial usada para la aleación 7075-T6. (Obando y Sánchez, 2014)

Para la revelación de la microestructura de las aleaciones de aluminio es muy usual utilizar **Keller**<sup>8</sup>, sin embargo, muchos ácidos son capaces de servir para el proceso del pulido y revelación de la microestructura del material, así, como algunas soluciones básicas. En la figura 4 tomada de la colección de volúmenes de **Metals Handbook**, podemos observar como se muestran las fronteras de grano y las zonas de precipitación.

<sup>8</sup> Este es un reactivo que se puede referir a cualquiera de dos mezclas de ácidos, en el caso de aluminio se suele combinar: ácido nítrico, ácido clorhídrico, ácido fluorhídrico y ácido fosfórico entre otros.



*Figura 5: Barra de aleación 7075 (ZICRAL)*

#### IV | METODOLOGÍA DEL PROCESO

El presente trabajo requirió de una metodología propiamente experimental, que se efectuó a lo largo de todo el proceso, esto permitió establecer las bases correctas para el desarrollo apropiado del mismo. Basado en la literatura existente, decidimos responder a la pregunta de si **¿Se pueden generar y ver la evolución de las zonas de Guinier-Preston en una aleación de aluminio de la serie 7xxx con nuestros recursos?**.

Nuestra hipótesis del problema dice que si es posible que podamos generar y observar la evolución de las zonas Guinier-Preston, por lo cual debemos realizar los procedimientos correspondientes y comprobar o desmentir la hipótesis planteada.

#### V | PLAN EXPERIMENTAL

A continuación detallaremos el proceso que se siguió para poder llevar a cabo nuestra investigación, el cual esta basado en el desarrollo de nuestra experimentación de manera cronológica<sup>9</sup>.

##### 1 | Materiales, equipos de laboratorio y primeros pasos del proceso

Se tiene la muestra que consiste en una barra de la aleación 7075 (ver figura 5) de un diámetro de 1.5 pulgadas, la cual comercialmente se le puede dar varios nombres, el más común de ellos es **ZICRAL**<sup>10</sup>

<sup>9</sup> Aquí establecemos el proceso de nuestro experimento desde la fase inicial que es la adquisición de materiales y equipo, hasta el procedimiento general que se llevo a cabo.

<sup>10</sup> Conocida también como Ergal y Fortal constructal, se utiliza en la industria del transporte como aviación, automovilismo, náutica, herramientas de molde, incluso en la fabricación de algunas armas como es fusil M16, entre otras aplicaciones.



*Figura 6: Muestras de la aleación 7075*

De esta aleación se cortaron 20 muestras de aproximadamente 1.5 cm de espesor, esto se hizo con una cortadora eléctrica y para evitar cualquier cambio estructural durante el corte, se iba enfriando con agua durante el proceso, los cortes para fines de poder aplicar la dureza se pueden hacer en probetas cuadradas o en este caso de forma triangular como se muestra en la figura 6. Estas fueron separadas en tres grupos de diferentes temperaturas y tiempos iguales que deberán permanecer dentro de nuestros hornos.

Se prepararon los hornos que se utilizaron para los procedimientos térmicos (ver figura 7), como el **Tratamiento por Solución** y el posterior **templado**<sup>11</sup> de las muestras, para finalizar con el proceso de envejecimiento de la aleación 7075, es importante recalcar que estos hornos son relativamente nuevos y pueden mantener la temperatura que se requiere del experimento de manera estable por tiempos prolongados.

Se siguió con el trabajo en las lijadores de mesa para las primeras etapas del proceso de pulido de las muestras, pasando por lijas finas para el procedimiento, siendo estas del número 1500 y 2000 de grano relativamente fino, luego se llevaron a un equipo especial para realizar pulido electrolítico, que consiste en una fuente de voltaje y un sistema del agitador magnético con regulador de temperatura, esta consiste en sumergir las muestras en una solución de ácido fosfórico por un tiempo de 3 minutos aproximadamente, en donde a través de un potencial de voltaje de más o menos 10V y una temperatura de 75°C, se logra un buen pulido de las muestras, de igual manera el termómetro de infrarrojos y los ácidos utilizados para el proceso de pulido y revelación de la estructura metalográfica como se muestra en la figura 8.

El durómetro es calibrado con una probeta estándar y colocando el dial de la aguja de medición en cero, luego la muestra a ensayar es colocada en el portamuestras del equipo, luego se procedió con la toma de valores de dureza, para esta etapa las muestras deben estar con sus caras planas y pulidas, el durómetro utilizado proporciona valores que deben ser referenciados a una tabla que se encuentra en la sección de metalurgia y esto nos permite a través de métodos de interpolación y extrapolación, el poder

<sup>11</sup> Consiste básicamente en el enfriamiento rápido de la muestra, ya sea en agua, aceite, salmuera entre otras sustancias utilizadas para el proceso.



*Figura 7: Hornos eléctricos para el proceso de investigación*

determinar el valor de dureza de cada muestra en escala **Brinell** (HB)<sup>12</sup> y también escala **Rockwell** (HR). Para este material se utilizó un indentador de bola de 1/16" y la escala 30T usada para aluminio y sus aleaciones.

Se efectuaron observaciones con los microscopios tanto metalográficos como el microscopio electrónico de barrido (SEM) (ver figura 10), los cuales nos permitieron obtener imágenes de las distintas muestras a diferentes ampliaciones, de esta manera se logró tener el equipo, materiales e insumos necesarios para poder realizar nuestro experimento dentro de las limitantes que se tenían.

## **2 | Procedimiento para la recolección de los datos del experimento**

Se realizó la toma de datos de dureza de las muestras, los tiempos y temperaturas, las cuales fueron tabuladas en tablas, se recomienda hacerlo con hojas de cálculo como excel y spss para generar las gráficas y efectuar los ajustes correspondientes a la curva, en este caso se hicieron las tablas en formato de texto plano, básicamente el uso de un bloc de notas, ya que el programa usado para la generación de las gráficas puede tomar los mismos y a través de una serie de comandos se pueden verificar el comportamiento del mismo, en este caso el programa GNUPLOT, es importante siempre realizar diversas mediciones para tener mejores resultados del experimento. Incluso se pueden usar programas como Mathematica, octave, entre otros.

Se realizó la toma de micrografías con el MEB, en estas se observan ciertas zonas de precipitación que fueron analizadas de manera cualitativa, ya que para obtener el número aproximado de precipitados por región dentro de la microestructura se necesitan algunos equipos que permitan poder determinar esta cantidad de manera cuantitativa, dejando abierta la opción de seguir ampliando más este trabajo.

<sup>12</sup> Ensayo de dureza, que consiste en aplicar y comprimir progresivamente sobre una superficie plana y lisa del material a ensayar una bola de acero muy duro.



Figura 8: Equipo y ácidos para el electropulido y ataque de muestras

## VI | DESARROLLO EXPERIMENTAL

Una vez que las muestras fueron cortadas y preparadas correctamente, se siguieron una serie de procesos que detallaremos a continuación con la finalidad de poder generar las zonas de precipitación en la aleación de aluminio 7075, se realizaron tres tratamientos térmicos al grupo previamente seleccionado, estos tratamientos se basan en la referencia bibliográfica revisada, ya que al ser una aleación de la serie 7xxx, permiten templabilidad y el envejecimiento artificial aplicado.

Primero se normalizaron nuestras muestras a través de una temperatura de entre  $200^{\circ}\text{C}$  y  $250^{\circ}\text{C}$ , durante un intervalo de tiempo de 45 a 60 minutos aproximadamente dentro del horno y luego enfriadas al ambiente, fuera del horno a aire calmo (sin viento u otro medio).

El segundo fue el **tratamiento por solución**<sup>13</sup> a una temperatura aproximada de  $450^{\circ} \pm 5^{\circ}\text{C}$  y posterior enfriamiento rápido conocido como templado, el cual consistió en sacar las muestras del horno y enfriarlas rápidamente en agua a temperatura ambiente, durante este tratamiento las muestras se mantuvieron dentro del horno durante aproximadamente 90 minutos.

Finalmente se procedió con el tercer tratamiento conocido como **envejecimiento**<sup>14</sup>, las muestras se separaron en tres grupos de seis, colocando cada grupo dentro de los hornos a las temperaturas de  $150^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ,  $200^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  y  $260^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  respectivamente, estas temperaturas están por debajo de la temperatura eutectica<sup>15</sup> de la aleación. Los tiempos fueron determinados en base al número de muestras dentro del horno más uno ( $n + 1$ ) y se calcularon tomando en cuenta que la muestra que mayor tiempo estaría de manera ininterrumpida dentro del horno era de aproximadamente 10000 minutos (168 horas o 7 días), con esto podemos trabajar un ajuste logarítmico en base a 10 para determinar los demás

<sup>13</sup> Consiste en calentar la aleación por encima de la temperatura de solvus y se mantiene así hasta que se produce una solución  $\alpha$  sólida homogénea.

<sup>14</sup> Consiste en calentar la  $\alpha$  sobresaturada a una temperatura por debajo de solvus

<sup>15</sup> Reacción invariante de tres fases en la que una fase líquida se solidifica para producir dos fases sólidas (Askeland y cols., 2017)

<i>C</i>	<i>A</i>	<i>B</i>	<i>F</i>	<i>G</i>	<i>E</i>	<i>H</i>	<i>K</i>	<i>15-T</i>	<i>30-T</i>	<i>45-T</i>	<i>Hv</i>	<i>HB</i> (100/500)
23.7	62.4	100	113.3	82.6	113.0	120.3	104.3	90.6	80.8	70.7	235	202
22.5	61.7	99	112.7	81.0	112.5	119.8	103.4	90.3	80.1	69.8	229	195
21.4	61.1	98	112.1	79.4	111.9	119.5	102.6	90.0	79.5	68.8	224	189
20.2	60.5	97	111.6	77.8	111.3	119.2	101.7	89.7	78.9	67.8	218	184
19.1	59.9	96	111.0	76.2	110.8	118.9	100.9	89.4	78.2	66.8	214	179
18.0	59.4	95	110.5	74.6	110.2	118.5	100.0	89.1	77.6	65.9	209	175
16.8	58.7	94	109.9	73.1	109.6	118.2	99.1	88.8	76.9	64.9	205	171
15.6	58.1	93	109.3	71.5	109.1	117.9	98.3	88.5	76.3	63.9	200	167
14.5	57.6	92	108.8	69.9	108.5	117.6	97.4	88.1	75.7	62.9	196	163
13.3	57.0	91	108.2	68.3	107.9	117.2	96.6	87.8	75.0	62.0	192	160
12.1	56.4	90	107.7	66.7	107.4	116.9	95.7	87.5	74.4	61.0	188	157
11.0	55.8	89	107.1	65.2	106.8	116.6	94.9	87.2	73.7	60.0	184	154
9.8	55.2	88	106.6	63.6	106.2	116.2	94.0	86.9	73.1	59.0	180	151
8.7	54.6	87	106.0	62.0	105.7	115.9	93.1	86.6	72.4	58.1	176	148
7.6	54.0	86	105.4	60.4	105.1	115.6	92.3	86.3	71.8	57.1	173	145
6.4	53.4	85	104.9	58.8	104.5	115.3	91.4	86.0	71.2	56.1	170	142
5.3	52.8	84	104.3	57.2	104.0	114.9	90.6	85.6	70.5	55.1	166	140
4.1	52.2	83	103.8	55.7	103.4	114.6	89.7	85.4	69.9	54.2	163	137
3.0	51.7	82	103.2	54.1	102.9	114.3	88.9	85.0	69.2	53.2	160	135
1.8	51.1	81	102.6	52.5	102.3	114.0	88.0	84.7	68.6	52.2	156	133
0.7	50.5	80	102.1	50.9	101.7	113.6	87.2	84.4	68.0	51.2	154	130
-0.4	49.9	79	101.5	49.3	101.2	113.3	86.3	84.1	67.3	50.3	150	128
-1.6	49.3	78	101.0	47.8	100.6	113.0	85.4	83.7	66.7	49.3	147	126
-2.7	48.7	77	100.4	46.2	100.0	112.6	84.6	83.5	66.0	48.3	145	124
-3.9	48.1	76	99.9	44.6	99.5	112.3	83.7	83.2	65.4	47.3	142	122

Figura 9: Tabla para determinación de dureza-sección de metalurgia-UNAH, las columnas de las letras *C*, *A*, *B*, *F*, *G*, *E*, *H* y *K* nos permiten determinar la dureza Rockwell y las columnas de las referencias *15-T*, *30-T* y *45-T* son para determinar la dureza Rockwell superficial, *Hv*: Dureza Vickers y *HB*: dureza Brinell, cuyas unidades estándar son  $\text{kgf}/\text{mm}^2$  (ASM, 1961).

tiempos de la siguiente manera.

$$\log 10^4 = 4$$

Esto nos permitió determinar una relación<sup>16</sup> para determinar los tiempos correspondientes de las muestras, siendo este ajuste logarítmico para los tiempos y de esta manera brindarnos un conjunto de valores más precisos y adecuados para la toma de datos que se realizó, el valor obtenido de 4, es el valor de este ajuste y en base a la relación de las seis muestras, esto será.

$$\frac{4}{n+1} = \frac{4}{6+1} = \frac{4}{7}$$

Y de la relación de  $10^{(n*4/7)}$ , donde *n* indica la muestra subsiguiente, se obtienen los tiempos mostrados en la tabla 1.

Los tiempos a utilizar en horas ( $t_{au}$ ) de las muestras en los hornos se realizaron de manera sincrónica en cada uno de los tres hornos que fueron utilizados durante el proceso, el cálculo del tiempo para la

<sup>16</sup>Esta relación se obtuvo con la ayuda del asesor en base a una escala logarítmica



*Figura 10: Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)*

primera muestra fue desechado, ya que como se puede observar el tiempo estimado fue de 4 minutos, siendo este muy pequeño como para ser considerado en el proceso, debido a que el resultado es similar al de la muestra que fue solamente templada, es importante recordar que solo 18 muestras pasaron a los hornos para el proceso de envejecimiento, las otras dos, tanto la estándar, como la que solo fue tratada por solución y posterior templado se mantuvieron aisladas para un proceso de comparación entre las diversas probetas tomadas.

Una vez que se efectuó el último envejecimiento de muestras (enfriadas a temperatura ambiente fuera del horno), se procedió a realizar un ensayo de dureza a cada una de las probetas del experimento, una vez que se realizaron los ensayos de dureza, se procedió a llevar las muestras a observación en los microscopios tanto metalográficos como el de barrido (MEB), sin embargo, para poder ver la microestructura es necesario realizar el proceso de electropulido, que consiste en que las muestras de la aleación tengan una superficie lo más lisa posible para revelar la microestructura, para esto se utilizó el equipo de agitación con regulador de temperatura la cual debe ser de  $75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  durante el electropulido de cada una de las muestras, esta temperatura se concluye en base a la propia experimentación realizada en la sección de metalurgia.

Estas muestras fueron sumergidas en ácido fosfórico ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ), el cual nos permitió que las probetas tuvieran una superficie plana y lisa, sin llegar a revelar por completo la estructura, esto se realizó con una combinación básica que se menciona en esta misma sección, este ácido tiene un grado de pureza de entre 85.0% y 87.0%, de fábrica, y un tiempo aproximado de 3 minutos por muestra dentro del ácido, por experimentación in situ, para posteriormente ser observadas dentro del MEB (ver figura 11), con la finalidad de visualizar las zonas de precipitación y los cambios de las mismas (zonas de GP y demás zonas presentes ya antes descritas) en relación con las temperaturas y tiempos de envejecimiento.

Se realizó la observación de un grupo de las muestras en el microscopio metalográfico, con el fin de

$10^{(n*4/7)}$	$t_{det}$ (min)	$t_{aap}$ (min)	$t_{au}$ (horas)
$10^{(1*4/7)}$	3.73	4.00	0.067
$10^{(2*4/7)}$	13.90	15.00	0.25
$10^{(3*4/7)}$	51.80	60.00	1.00
$10^{(4*4/7)}$	193.10	180.00	3.00
$10^{(5*4/7)}$	719.70	720.00	12.00
$10^{(6*4/7)}$	2682.70	2700.00	45.00
$10^{(7*4/7)}$	10000.00	10000.00	168.00

Tabla 1: Tiempos de permanencia dentro de los hornos,  $t_{det}$ : tiempo determinado en minutos,  $t_{aap}$ : tiempos aproximado a utilizar en minutos,  $t_{au}$ : tiempo a utilizar en horas.

hacer una comparación de las micrográficas entre microscopios, solo para tener un panorama de la resolución de ambos equipos, para esto fue necesario revelar por completo de la microestructura, por lo cual se necesitó una variante del reactivo **Keller**, siendo esta una solución básica de 2g de Hidróxido de Sodio (NaOH), 5g de Fluoruro de Sodio (NaF) y 93 ml de agua, de 2 a 3 minutos de inmersión de cada muestra dentro de la solución (ASM, 1973) (ver figura 12).

## VII | DATOS DEL EXPERIMENTO

### 1 | Tablas de resultados obtenidas

Se muestran las tablas de dureza de las diversas muestras a las temperaturas indicadas y los tiempos establecidos en secciones previas.

Utilizando la escala **30T**, se realizó a cada probeta cinco (5) ensayos y así determinar un promedio para luego hacer el cálculo de dureza correspondiente, el número de ensayos no afecta las propiedades del material ya que este procedimiento se hace a lo largo de toda el área y la penetración no se realiza sobre el mismo punto, por eso se busca siempre un promedio, a continuación se muestran los resultados obtenidos (ver tablas 1,2,3,4,5).

Las tablas muestran el valor promedio de la dureza obtenida en el durómetro, así como el valor de la Dureza Brinell, que se utilizó para la comparación gráfica de las temperaturas y los tiempos de las muestras del horno, también se proporciona el valor de Dureza Rockwell C, con el fin de tener un dato adicional para comparaciones futuras entre durezas, esto nos permitirá establecer las bases de nuestro análisis correspondientes.

### 2 | Gráficas de Tiempo vs Dureza (HB)

Se muestran las gráficas respectivas en base a la temperatura de trabajo de cada grupo de seis muestras, se realizó un análisis del comportamiento de las mismas que se mostrara en la sección de análisis y discusión de resultados.

La gráfica de la figura 13, nos muestra el primer grupo de probetas que se comprende desde la # 1 hasta



<b>Temperatura de <math>150^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}</math></b>				
<b><math>N^{\circ}</math> de muestra</b>	<b><math>t_{au}</math>(horas)</b>	<b><math>P_{vdpd}</math> (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Dureza Brinell (HB)</b>	<b>Dureza Rockwell (HRC)</b>
1	0.25	74.92	160	13.3
2	1	78.90	184	20.2
3	3	82.00	214	25.8
4	12	81.50	209	24.9
5	48	80.40	198	23.0
6	168	78.40	180	19.4

Tabla 2: Tiempos y durezas para la temperatura de  $150^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ,  $t_{au}$ : tiempo a utilizar en horas,  $P_{vdpd}$ : Promedio del valor determinado de la profundidad en el durómetro

<b>Temperatura de <math>200^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}</math></b>				
<b><math>N^{\circ}</math> de muestra</b>	<b><math>t_{pdh}</math>(horas)</b>	<b><math>P_{vdpd}</math> (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Dureza Brinell (HB)</b>	<b>Dureza Rockwell (HRC)</b>
7	0.25	77.50	175	18.0
8	1	80.30	197	22.8
9	3	79.70	191	21.8
10	12	70.94	141	5.93
11	48	63.90	117	-6.82
12	168	60.40	107	-13.0

Tabla 3: Tiempos y durezas para la temperatura de  $200^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ,  $t_{au}$ : tiempo a utilizar en horas,  $P_{vdpd}$ : Promedio del valor determinado de la profundidad en el durómetro

<b>Temperatura de <math>260^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}</math></b>				
<b><math>N^{\circ}</math> de muestra</b>	<b><math>t_{pdh}</math>(horas)</b>	<b><math>P_{vdpd}</math> (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Dureza Brinell (HB)</b>	<b>Dureza Rockwell (HRC)</b>
13	0.25	77.60	175	18.0
14	1	77.70	175	18.0
15	3	67.60	129	0.071
16	12	55.26	95	-22.2
17	48	52.20	89	—
18	168	49.60	84	—

Tabla 4: Tiempos y durezas para la temperatura de  $260^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ,  $t_{au}$ : tiempo a utilizar en horas,  $P_{vdpd}$ : Promedio del valor determinado de la profundidad en el durómetro



Figura 11: MEB en uso durante la observación de muestras

<b>Muestra Estándar (E) y Templada (T)</b>			
<b>Muestra</b>	$P_{vdpd}$ ( $\mu m$ )	<b>Dureza Brinell (HB)</b>	<b>Dureza Rockwell (HRC)</b>
Estándar (E)	76	167	15.6
Templada (T)	72	148	8.70

Tabla 5: Durezas para las muestras Estándar y Templada,  $P_{vdpd}$ : Promedio del valor determinado de la profundidad en el durómetro

la # 6, donde la aleación estuvo a la temperatura de envejecimiento de  $150^{\circ}C$ , durante las primeras horas dentro del horno ( $t_{au}$ ) se da un incremento en su dureza, pero seguidamente a medida que las horas pasan, la misma comienza a descender, algo que podríamos decir que es común en este tipo de aleaciones y al comportamiento de las fases metaestables de la aleación y el precipitado que se va presentando, donde se originan las zonas de GP (Askeland y cols., 2017).

En la gráfica de la figura 14, podemos observar el comportamiento de las muestras que van desde la # 7 hasta la # 12, donde la aleación estuvo a la temperatura de envejecimiento de  $200^{\circ}C$ , durante las primeras horas dentro del horno ( $t_{au}$ ) al igual que la gráfica anterior se dio un incremento en la dureza, sin embargo, el descenso en la misma fue mucho mayor.

La gráfica de la figura 15, corresponde a las probetas que van desde la # 13 hasta la # 18, se puede observar que a la temperatura de envejecimiento de  $260^{\circ}C$ , la aleación presenta una dureza uniforme durante las primeras horas dentro del horno ( $t_{au}$ ), pero, de igual manera que las anteriores se da un decaimiento en la misma, sin embargo, se presenta de una manera considerablemente baja con respecto a las dos anteriores, tomando como referencia el valor final del tiempo de 168 horas, la muestra de  $260^{\circ}C$  bajo su dureza en un 21.5 % con respecto a la de  $200^{\circ}C$  y un 53.3 % con respecto a la temperatura

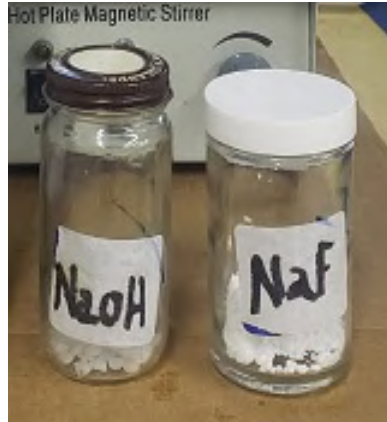


Figura 12: Hidróxido de Sodio y Fluoruro de Sodio

de  $150^{\circ}\text{C}$ .

## VIII | ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

### 1 | Gráfica de temperaturas y zonas de interés

Se tomaron las gráficas de las diferentes temperaturas y se representaron en una sola para realizar un análisis del efecto de la dureza y los tiempos de prolongación en las mismas.

En la gráfica de la figura 16, se puede observar que el comportamiento a las tres diferentes temperaturas de envejecimiento que presentan diferentes comportamientos durante las primeras horas del tratamiento térmico, luego todas presentan una disminución en la dureza, a mayor temperatura se nota un notable decremento en el valor de dureza obtenido a medida que pasa el tiempo ( $t_{au}$ ), el cual se va haciendo constante.

Nótese que durante los tiempos ( $t_{au}$ ) iniciales de las temperaturas de  $150^{\circ}\text{C}$  y  $200^{\circ}\text{C}$  hay un aumento en el valor de la dureza, esto se debe a que al inicio los precipitados del proceso son considerablemente muy enriquecidos, donde las zonas de Guinier-Preston (GP) a pesar de ser metaestables y que son coherentes con la matriz, no presentan un endurecimiento óptimo, el cual se va estabilizando a medida que los tiempos de permanencia dentro de los hornos se incrementa, los átomos se van precipitando de manera notable y esto se ve reflejado en esta propiedad mecánica de dureza, esto es comparable con los estudios hechos por el Dr. Rioja y la teoría en el libro de texto de Askeland, (Rioja y Laughlin, 1981), (Askeland y cols., 2017).

Las fases  $\theta'$  y  $\theta$  se van presentando de manera que se puede ver la evidencia en la prueba de dureza, en la gráfica solo se representan sobre la temperatura de  $150^{\circ}\text{C}$ , pero, el comportamiento en la gráfica de  $200^{\circ}\text{C}$  es similar, no así a mayor temperatura como se observa en la gráfica de  $260^{\circ}\text{C}$ . a continuación presentaremos y analizaremos las micrográficas obtenidas tanto de los microscopios metalográficos, así como, la del Microscopio Electrónico de Barrido (MEB), para determinar los efectos de la temperatura y tiempo de envejecimiento en la presencia o ausencia de las zonas GP.

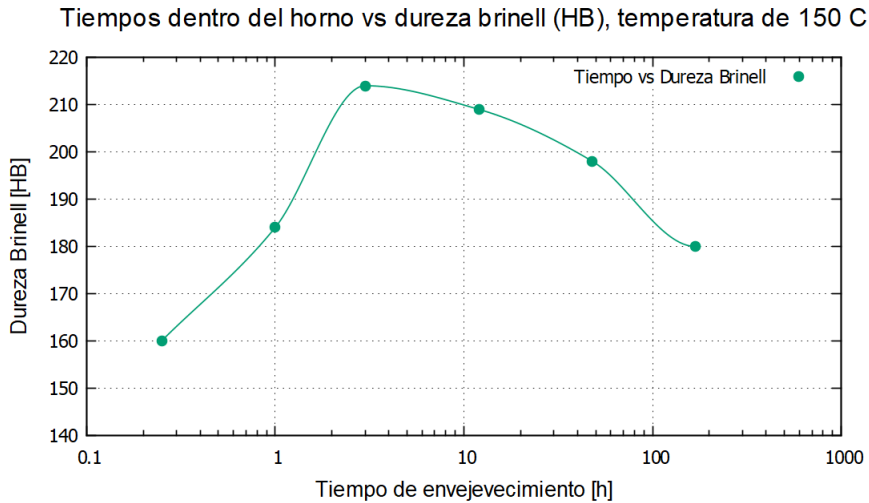


Figura 13: Gráfica para la temperatura de envejecimiento de 150°C, dentro del horno para los diferentes tiempos de permanencia de las muestras de estudio.

## 2 | Análisis con el Microscopio Electrónico de Barrido (MEB):

Se presentan las diferentes imágenes de las muestras tomadas en el MEB, donde se realizó un análisis comparativo entre las mismas y observar el comportamiento de los precipitados. Como ya se mencionó, este análisis de los precipitados es estrictamente cualitativo y no se presenta una relación entre la dureza y el número de precipitados de las muestras.

Se muestran las micrografías de las probetas # 1 a la # 6, que corresponden a la temperatura de 150°C, con el fin de poder observar de como varia la resolución, contraste y nitidez entre muestras, se realizan dos ampliaciones sobre la misma muestra (ver figuras de la 17 a la 29)

La muestra # 1, fue envejecida por 15 minutos dentro del horno, las regiones marcadas en el ovalo de color verde, nos muestran zonas de precipitaciones, que se pueden distinguir de la matriz por ser más claras (Martinez y cols., 2015), las cuales pueden ser enriquecidas generalmente con zinc, silicio y cobre, estos precipitados son los responsables de la formación de las zonas de Guinier Preston (GP) y como se observó en las gráficas de la figura # 13 a la # 15, estas pasan de fase metaestable a estable a través de los tiempos de la maduración o envejecimiento.

Se debe ser muy cuidadoso al momento de establecer estas regiones de precipitados, ya que se puede tender a confundir con zonas que no lo son, en la ampliación de 10k llegamos a observar más de cerca estas regiones, sin embargo, no se logra observar los grupos de átomos que se forman debido a las zonas GP, para ello se necesitaría el uso de microscopios con mayor resolución y nivel de penetración, tal es el caso de los de transmisión (TEM o MET), las cuales serían técnicas complementarias.

Se presenta la muestra # 2, cuyo tiempo de envejecimiento fue de aproximadamente una hora, aquí podemos observar que los precipitados han aumentado su número y se empiezan a notar una especie de difusión en la estructura, pero aun, su comportamiento con respecto a la dureza sigue siendo a aumentar de manera en las primeras horas del envejecimiento y la distribución de las zonas es menos densa.

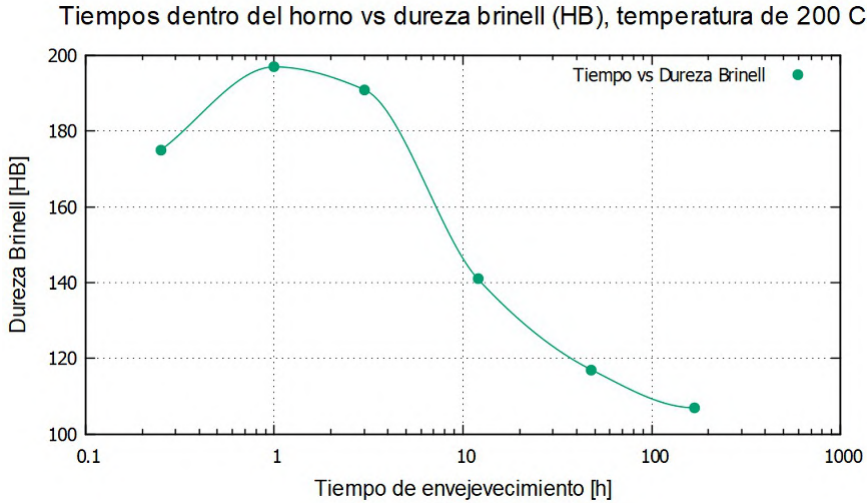


Figura 14: Gráfica para la temperatura de envejecimiento de 200°C, dentro del horno para los diferentes tiempos de permanencia de las muestras de estudio.

El precipitado va tomando formas más delgadas y alargadas, como se puede ver en la micrografía de 5k, veremos qué sucede con las muestras que pasaron 3, 12, 48 y 168 horas respectivamente. Luego estableceremos una idea general con respecto a las durezas obtenidas.

En las muestras # 3, # 4, # 5 y # 6, para los tiempos de envejecimiento ( $t_{au}$ ) 3, 12, 48 y 168 horas respectivamente, se puede observar como los precipitados son más numerosos en estas micrografías, pero en proporciones más pequeñas, lo que hace que las zonas de Guinier Preston se vayan estabilizando, y las propiedades tanto físicas como mecánicas de la aleación siguen sufriendo cambios en el tiempo, pero ya de una manera mucho más constante.

En la última imagen se muestra la micrografía realizada a la probeta que fue templada, sin proceso de envejecimiento, aquí se puede ver que los precipitados no son tan numerosos, ya que la concentración de átomos de los mismos están en menores regiones, que a medida que se presenta el envejecimiento se ve el progreso de los precipitados de la aleación.

Describiremos las micrografías de las muestras # 7 a la # 12, que corresponden a la temperatura de 200°C (ver figuras desde la 30 a la 41).

La muestra # 7 al igual que la muestra # 1, tienen el mismo tiempo de permanencia de 15 minutos dentro de los hornos, lo que varía es la temperatura de envejecimiento a la que fue sometida cada muestra, en este caso, se puede observar que los precipitados presentes que están encerrados en los círculos, corresponden a una ampliación de 10k, el comportamiento de estas primeras etapas de los precipitados suele ser muy similar entre las muestras ya antes mencionadas.

La dureza en esta muestra también tiende a elevarse durante las primeras horas del envejecimiento

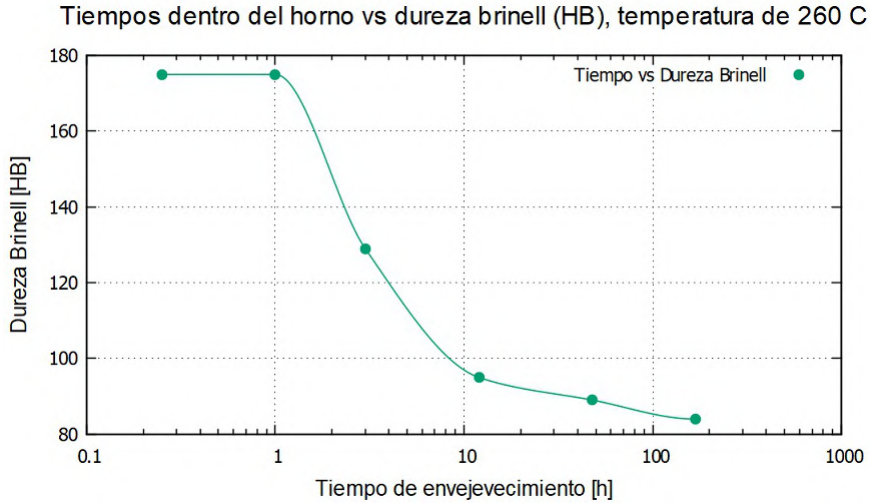


Figura 15: Gráfica para la temperatura de envejecimiento de 260°C, dentro del horno para los diferentes tiempos de permanencia de las muestras de estudio.

(recordemos que se mantuvieron las muestras a diferentes tiempos del proceso y fueron sacadas de los hornos), sin embargo, no llega a valores tan considerables como las de la muestra tratada a 150°C, y decae más rápidamente, como se muestra en la figura 4.7 que corresponde a la comparación de las curvas del procesos.

A continuación se mostrará el comportamiento de los precipitados en las muestras de la # 8 hasta la # 12 y observaremos en las micrografías el proceso que se fue efectuando a través del tiempo.

En las muestras # 8, # 9, # 10, # 11 y # 12, se puede ver como los precipitados siguen siendo numerosos, y el comportamiento del proceso con respecto a las muestras anteriores es similar, sin embargo, la difusión es mas rápida, haciendo que los valores de dureza sean menores.

En la última imagen se muestra la micrografía realizada a la probeta Estándar.

Describiremos las micrografías de las probetas # 13 a la # 18, que corresponden a la temperatura de 260°C (ver figuras desde la 42 a la 54).

La muestra # 13 al igual que la muestras # 1 y # 7, permanecieron 15 minutos dentro de los hornos, en este último caso la temperatura de 260°C, se observa mayor cantidad de precipitados presentes en la micrografía.

El comportamiento de estas primeras etapas de los precipitados varia un poco de las otras dos temperaturas, ya que el valor de dureza no necesariamente incrementa, más bien parte de una zona especifica y empieza a bajar como se puede ver en la gráfica correspondiente.

A continuación se mostrara el comportamiento de los precipitados en las probetas de la # 14 hasta la

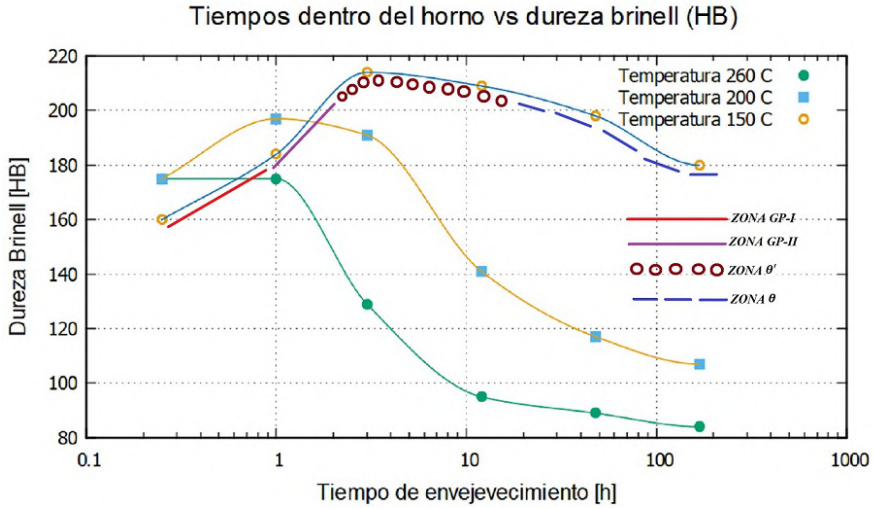


Figura 16: Efecto de la temperaturas de envejecimiento y la dureza en la aleación de aluminio 7075

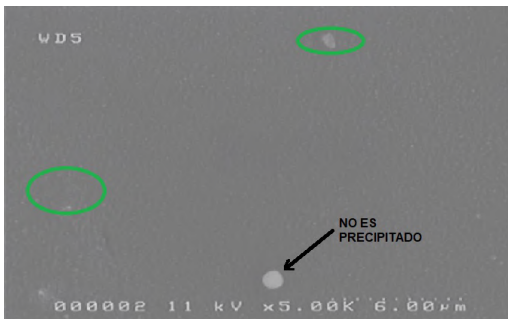


Figura 17: Muestra # 1, MEB a 5k de ampliación



Figura 18: Muestra # 1, MEB a 10k de ampliación

# 18 y realizaremos un análisis comparativo con el comportamiento de las demás probetas, es muy importante establecer una serie de conclusiones, las cuales realizamos al final del trabajo experimental efectuado.

En las últimas probetas desde la # 14, # 15, # 16, # 17 y # 18, podemos observar que durante los primera horas, el precipitado presente es muy enriquecido con respecto a la densidad mostrada, gracias a la difusión por el tiempo dentro del horno durante el envejecimiento, pero la concentración se va dispersando de manera considerable, provocando que los mismos se estabilicen mucho más rápido que en los procesos a las temperaturas de 150°C y 200°C, de hecho, los valores en la dureza son muy bajos a medida que transcurre el tiempo (nuevamente recordemos que las muestras fueron retiradas del horno en diferentes tiempos, durante el proceso de envejecimiento).

Se fue observando como los diversos precipitados en las muestras, fueron variando en su cantidad dentro de la matriz y de como la temperatura del proceso de envejecimiento juega un papel muy



Figura 19: Muestra # 2, MEB a 1k de ampliación

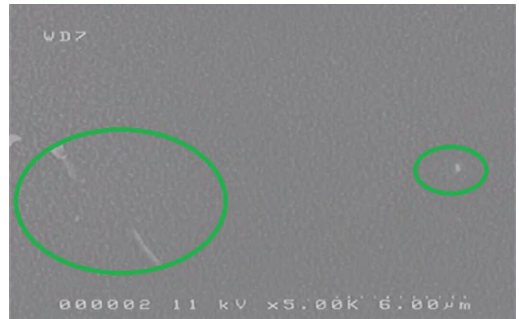


Figura 20: Muestra # 2, MEB a 5k de ampliación



Figura 21: Muestra # 3, MEB a 1k de ampliación

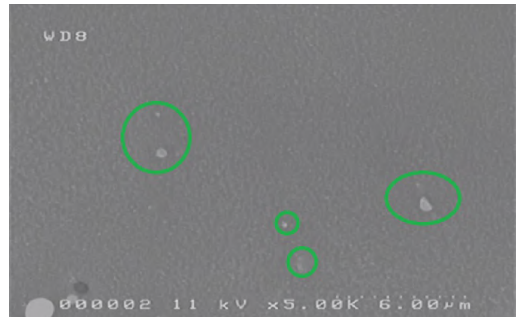


Figura 22: Muestra # 3, MEB a 5k de ampliación



Figura 23: Muestra # 4, MEB a 1k de ampliación



Figura 24: Muestra # 4, MEB a 5k de ampliación





Figura 25: Muestra # 5, MEB a 1k de ampliación

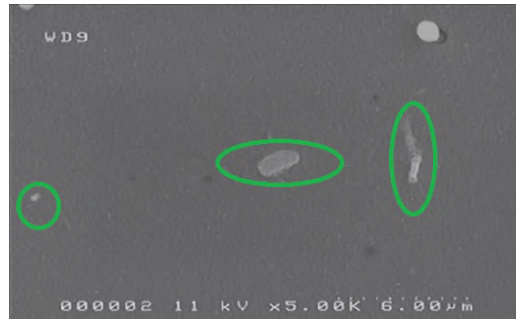


Figura 26: Muestra # 5, MEB a 5k de ampliación

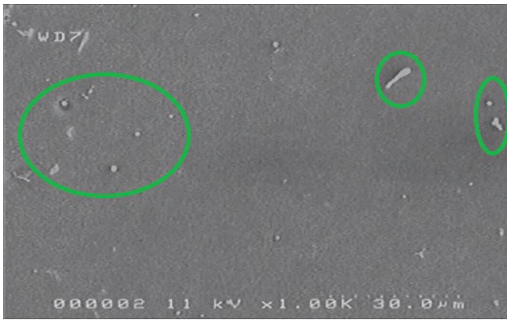


Figura 27: Muestra # 6, MEB a 1k de ampliación

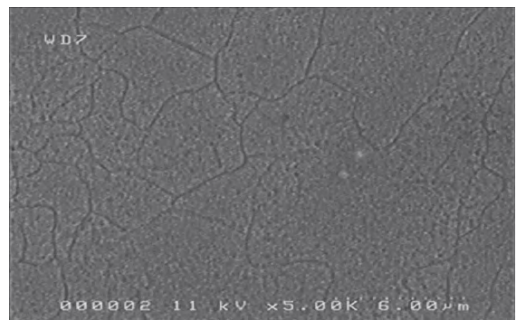


Figura 28: Muestra # 6, MEB a 5k de ampliación

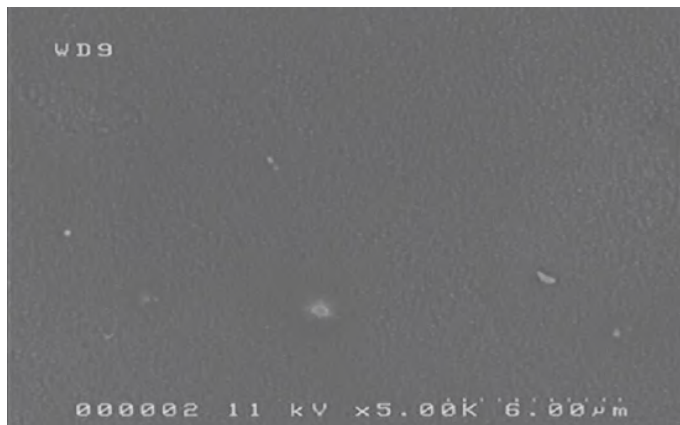


Figura 29: Muestra Templada, MEB a 5k ampliación



Figura 30: Muestra # 7, MEB a 10k de ampliación

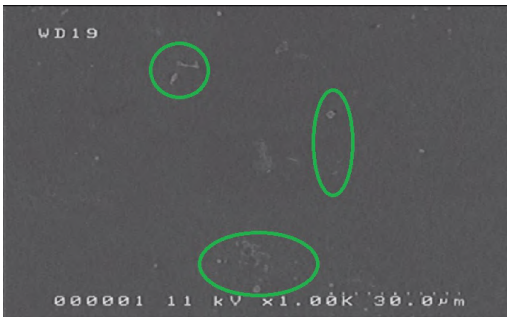


Figura 31: Muestra # 8, MEB a 1k de ampliación

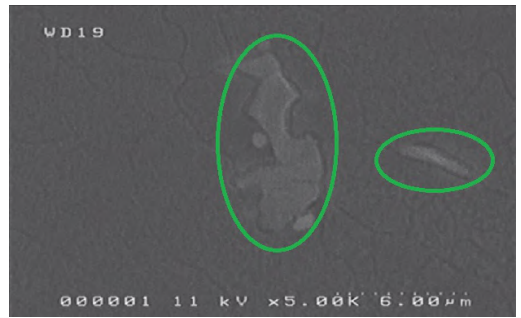


Figura 32: Muestra # 8, MEB a 5k de ampliación

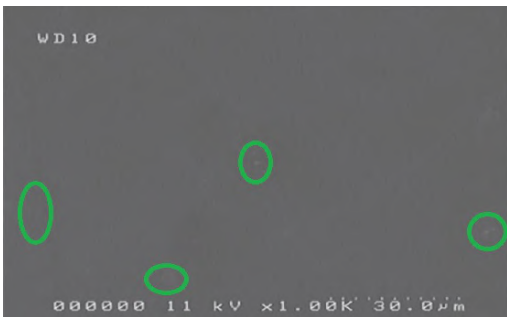


Figura 33: Muestra # 9, MEB a 1k de ampliación

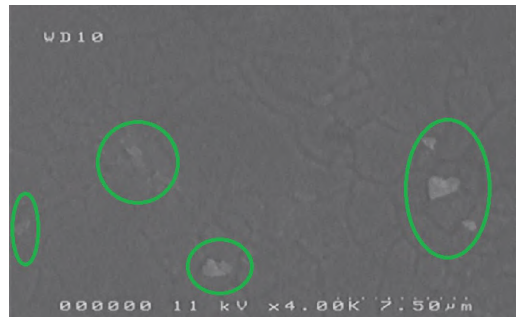


Figura 34: Muestra # 9, MEB a 4k de ampliación

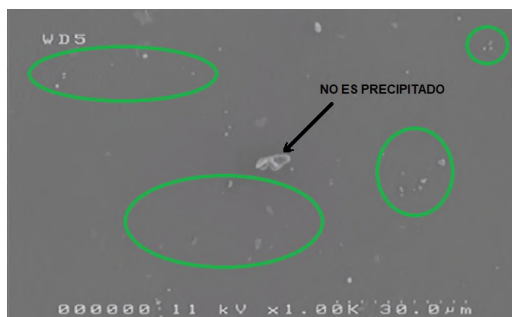


Figura 35: Muestra # 10, MEB a 1k de ampliación

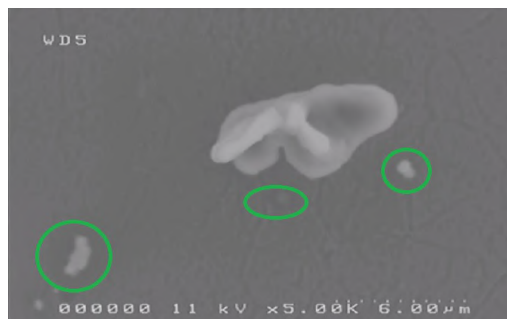


Figura 36: Muestra # 10, MEB a 5k de ampliación



Figura 37: Muestra # 11, MEB a 1k de ampliación

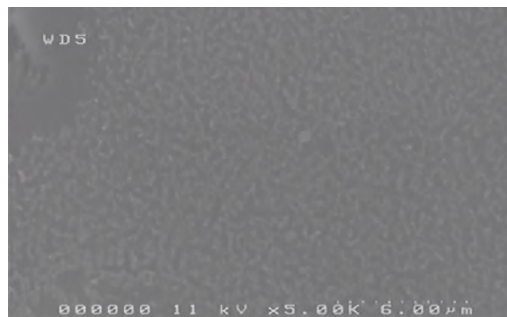


Figura 38: Muestra # 11, MEB a 5k de ampliación



Figura 39: Muestra # 12, MEB a 1k de ampliación

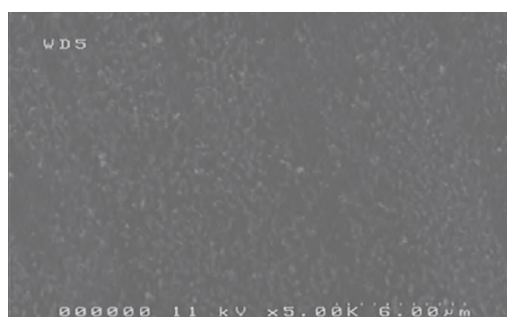


Figura 40: Muestra # 12, MEB a 5k de ampliación



Figura 41: Muestra Estándar, MEB a 5k ampliación

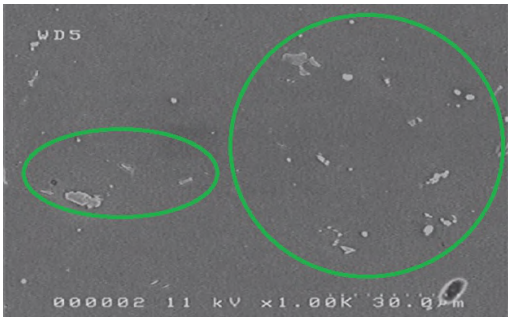


Figura 42: Muestra # 13, MEB a 1k de ampliación

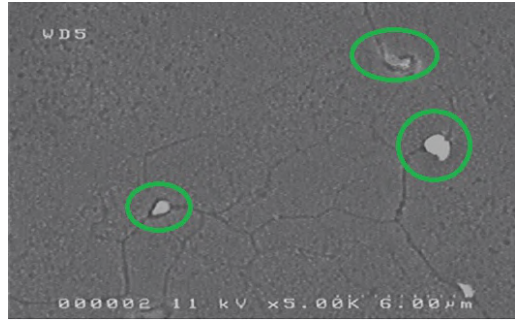


Figura 43: Muestra # 13, MEB a 5k de ampliación

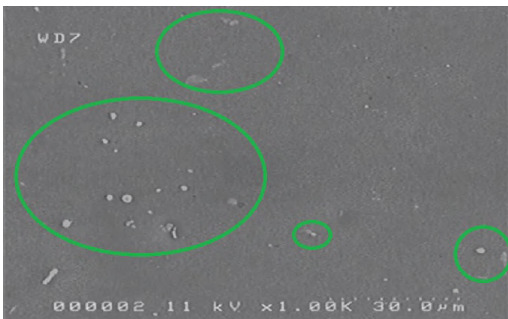


Figura 44: Muestra # 14, MEB a 1k de ampliación

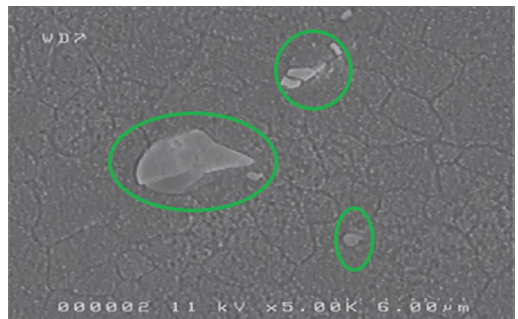


Figura 45: Muestra # 14, MEB a 5k de ampliación

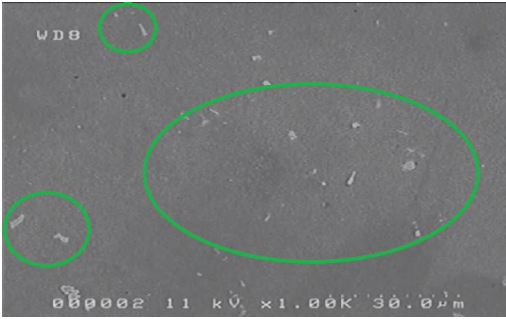


Figura 46: Muestra # 15, MEB a 1k de ampliación

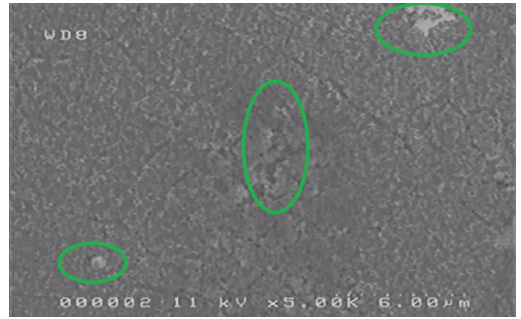


Figura 47: Muestra # 15, MEB a 5k de ampliación

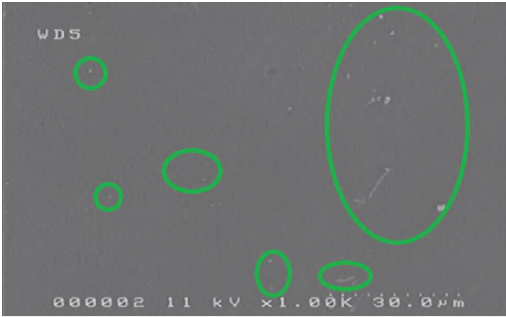


Figura 48: Muestra # 16, MEB a 1k de ampliación

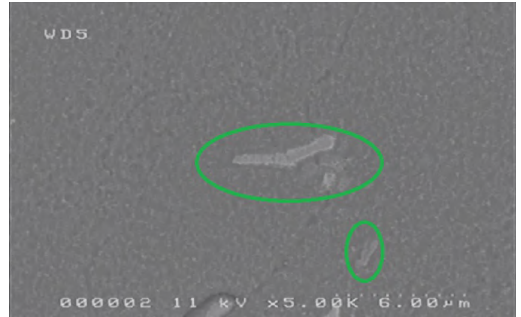


Figura 49: Muestra # 16, MEB a 5k de ampliación

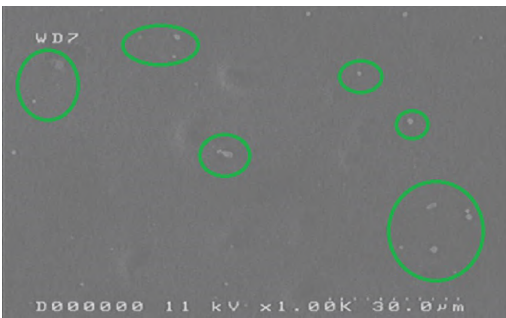


Figura 50: Muestra # 17, MEB a 1k de ampliación

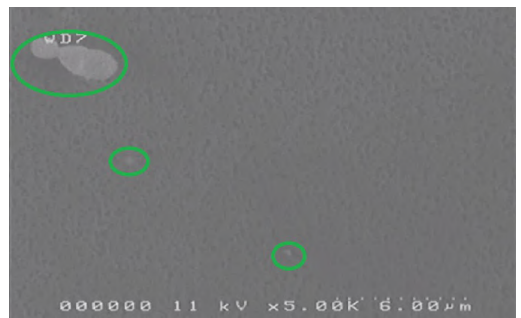


Figura 51: Muestra # 17, MEB a 5k de ampliación



Figura 52: Muestra # 18, MEB a 1k de ampliación



Figura 53: Muestra # 18, MEB a 5k de ampliación

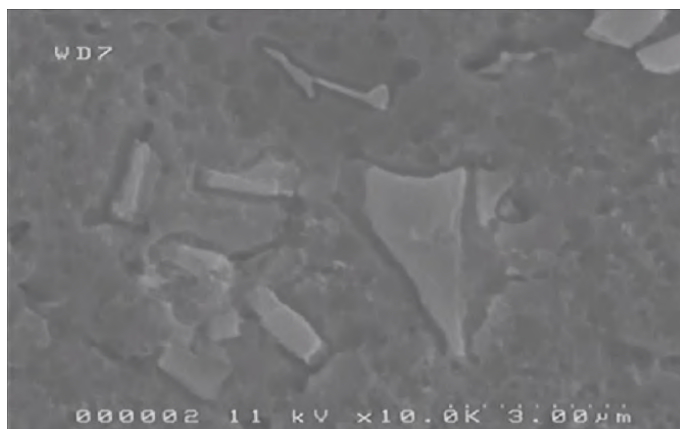


Figura 54: Muestra # 18, MEB a 10k ampliación

importante en el desarrollo de las zonas de Guinier Preston, de como estas van volviéndose más estables con el paso del tiempo, sin embargo, es necesario mencionar que en estos tipos de aleaciones el proceso de difusión se sigue presentando en el tiempo, sin importar que el material este expuesto a cambios de temperaturas significativos, en este caso hablamos de un proceso de envejecimiento natural en vez del artificial que aplicamos. Sin embargo, esto nos permite obtener buenas aplicaciones de este tipo de aleaciones de aluminio dentro de la industria tecnológica, estructuras y diseño de piezas especializadas entre otras.

## IX | CONCLUSIONES

- De los resultados obtenidos en las gráficas, podemos concluir que la dureza en este tipo de aleación aumenta en las primeras horas del proceso de envejecimiento, donde los precipitados se analizaron de manera cualitativa, observándose la tendencia a aumentar en las primeras 3 a 4 horas del proceso en las diversas temperaturas, a medida que el tiempo dentro de los hornos fue pasando, la dureza se volvió más estable. Debido a que esto fue cualitativo, queda abierta la opción a realizar un estudio cuantitativo de la cantidad de precipitados presentes en la muestra y poder así determinar una correlación entre la dureza y el número de precipitados presentes.
- Los tiempos para los procesos de envejecimiento y las temperaturas son de vital importancia para que los precipitados presentes puedan generar las zonas de Guinier Preston. Además, podemos afirmar que las aleaciones de la serie 7xxx, permiten la formación de estas zonas GP, la aleación seleccionada de nuestro estudio la 7075, permitió ver los precipitados que se observan en las micrografías obtenidas en el MEB.
- Las zonas de **Guinier Preston**, se determinan en la concentración de los precipitados mostrados en las imágenes obtenidas con el Microscopio Electrónico de Barrido como en las primeras horas de los procesos mostrados en la gráfica 4.7, donde los valores de la dureza aumentan debido a que durante esta parte se pueden observar los precipitados presentes en zonas donde la saturación es mayor, pasando de estas primeras horas de una fase metaestable a fases más estables.
- Podemos concluir que es posible la generación y observación de los precipitados en donde se manifiestan las zonas de Guinier Preston y su evolución en esta aleación de aluminio 7075, y aunque podemos observar los precipitados que se forman en la microestructura los cuales son los responsables de este proceso, también, podemos concluir que es imposible con nuestro equipo el poder ver los átomos que se dan dentro de los precipitados, para lo cual se ocupa un equipo más avanzado y que por ahora no contamos en nuestra sección de metalurgia. (Rioja y Laughlin, 1981)
- Con los resultados obtenidos de otros trabajos, aleaciones, y sobre todo con equipos especializados, podemos determinar que estos son muy buenos y que se puede trabajar con nuestro equipo de una manera muy eficiente, además de incorporar este procedimiento a laboratorios tanto de la sección de Metalurgia como a la Escuela de Física en la orientación de física de metales entre otros proyectos de investigación.

## I | REFERENCIAS

- Askeland, D. R., Fulay, P. P., y Wright, W. J. (2017). *Ciencia e ingeniería de materiales*. Cengage learning.
- ASM, H. C. (1961). *Metals handbook, properties and selection of metals*. American Society for Metals.
- ASM, H. C. (1972). *Metals handbook, atlas of microstructures of industrial alloys*. American Society for Metals.

- ASM, H. C. (1973). *Metals handbook, metallography, structures and phase diagrams*. American Society for Metals.
- Castro, F. (2014). Aleaciones de aluminio. *Metal Actual*, 31, 12-20. (Seminare Maurey-Schwartz (1975-1976))
- Ferragut, R., Somoza, A., y Tolley, A. (1997). Análisis de la evolución microestructural de la aleación 7012 en los primeros estadios del envejecimiento artificial. *ANALES AFA*, 9, 230-234. (Seminare Maurey-Schwartz (1975-1976))
- Ferragut, R., Somoza, A., y Torriani, I. (2000). Estudio de la formación de zonas de Guinier-Preston mediante saxs y resistometría eléctrica. *Jornadas SAM-200*, 136, 309-316. (Seminare Maurey-Schwartz (1975-1976))
- Guinier, A. (1935). Personal reminiscense. *Jonadas SAM-200*, 136, 574-578. (Seminare Maurey-Schwartz (1975-1976))
- Hernández, C., y Amortegui, Y. (2012, junio). Influencia del tratamiento térmico de homogenización y reenviejamiento (RAA) en las propiedades de tensión, dureza, impacto en el aluminio 7075 T651. *The Journal of Chemical Physics*, 19, 201-212. doi:
- King, F. (1992). *El aluminio y sus aleaciones*. Lumisa, S.A. de C.V.
- KJMA, L. E. L.-T. D. (2021). Teoría de kolmogorov-johnson-mehl-avrami.
- Luigi, N., y Del Valera, M. (2017, mayo). Estudio cinético de la precipitación de fases en una aleación AA7075 sometida a los tratamientos térmicos T6 y T7. *La revista latinoamericana de Metalurgia y Materiales, RLMM*, 37, 160-178.
- Martinez, C., Giovanni, V., Rodríguez, G., Fernando, D., y cols. (2015). Estudio de la formación de precipitados en la microestructura de un aluminio 6063-T5 envejecido a una temperatura de 170°C durante tiempos de 12, 18, 24, 48, 72 y 96 horas usando microscopía óptica y electrónica de barrido.
- Obando, J., y Sánchez, E. (2014). Tratamientos térmicos para aluminios. *Metal Actual*, 31, 36-42. (Seminare Maurey-Schwartz (1975-1976))
- Ochoa, J., Ochoa, L., y González, G. (2008, mayo). Influencia de la velocidad de calentamiento en la cinética de precipitación en el aluminio aa-6061 a través de medidas de resistividad eléctrica. *Facultad de ingeniería U.C.V.*, 23, 17-26.
- Ochoa, J. L., Arias, A. R., y Morales, J. M. (2013). Estudio en la región de las zonas de guinier-preston en el aluminio aa6061, seguido por resistividad eléctrica y microscopía. *Acta Microscopica*, 22, 126-135. (Seminare Maurey-Schwartz (1975-1976))
- Rioja, R., y Laughlin, D. (1981, noviembre). La secuencia de precipitación en aleaciones de aluminio y cobre. *Ciencia*, 32, 107-116.
- Toledano, M., Arenas, M., Galan, J., y Borja, S. (2016). Resistencia a fatiga de la aleación de aluminio 7075-T6 en función del tipo de ensayo y espesor del recubrimiento. *Ciencia*, 138, 3098-3100.