



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MÉXICO**



FACULTAD DE INGENIERÍA

**ESTUDIO DE LA PRECIPITACIÓN MEDIANTE ANÁLISIS DINÁMICO
MECÁNICO (ADM) DEL SISTEMA Al-Mg SOMETIDO A PROCESOS
TERMOMECÁNICOS**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:
INGENIERO MECÁNICO**

P R E S E N T A:

JUAN PABLO MARTÍNEZ ZENDEJAS

DIRECTOR: Dr. GABRIEL ÁNGEL LARA RODRÍGUEZ

MÉXICO, D.F. 2010

INDICE

ÍNDICE DE FIGURAS	6
INTRODUCCION	9
ELEMENTOS ALEANTES	11
TRATAMIENTOS TÉRMICOS	14
PROPIEDADES MECÁNICAS	14
AMORTIGUAMIENTO MECÁNICO	16
CAPÍTULO I	20
1.1 BASES TEÓRICAS	20
1.1.2 SISTEMA Al-Mg	20
1.1.3 PRECIPITACIÓN DEL SISTEMA Al-Mg	22
1.1.4 FASES INTERMETÁLICAS	23
1.2 ASPECTOS TERMODINÁMICOS	25
1.2.1 PROCESOS DE RECUPERACIÓN Y RECRISTALIZACIÓN	25
1.3 PRECIPITACIÓN	29
1.4 ENDURECIMIENTO POR PRECIPITACIÓN	30
CAPÍTULO II	33
2.1 FUNDICIÓN	33
2.1.1 FUNDICIÓN DE METALES	33
2.1.2 HORNOS DE INDUCCION	35
2.1.3 ESTRUCTURA BÁSICA DE UN HORNO DE INDUCCION	35
2.1.4 PREPARACIÓN DE MUESTRAS	36
2.2 SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA	37
2.2.1 ASPECTOS TEÓRICOS	37
2.2.3 SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA POR DISCO GIRATORIO (SRDG)	38
2.2.4 ELEMENTOS DE SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA POR DISCO GIRATORIO	39
2.2.5 PARAMETROS A CONSIDERAR EN SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA POR DISCO GIRATORIO	39
2.2.6 PREPARACIÓN DE MUESTRAS	40
2.3 LAMINACIÓN	41
2.3.1 ESENCIA DEL PROCESO DE LAMINACIÓN	41
2.3.2 PREPARACIÓN DE MUESTRAS	42
2.4 MICROSCOPIA ÓPTICA	42
2.4.1 OBSERVACIÓN MICROSCÓPICA	42
2.4.2 MICROSCOPIA ÓPTICA	43
2.4.3 PREPARACIÓN DE MUESTRAS	43
2.5 DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)	44
2.5.1 ASPECTOS TEÓRICOS	44
2.5.2 DIFRACCIÓN Y LEY DE BRAGG	44
2.5.3 PREPARACIÓN DE MUESTRAS	46
2.6 ANÁLISIS DINÁMICO MECÁNICO (ADM)	47
2.6.1 CARACTERÍSTICAS DE ADM	47
2.6.2 PRINCIPIOS DE ADM	48
2.6.3 PREPARACIÓN DE MUESTRAS	54
2.7 DSC	56
2.7.1 ASPECTOS TEÓRICOS	56
2.7.2 PREPARACIÓN DE MUESTRAS	59
CAPÍTULO III	61
3.1 ANÁLISIS DE RESULTADOS POR MICROSCOPIA	61
3.1.1 FUNDICIÓN	61

3.1.2	SOLIDIFICACION RAPIDA	63
3.1.3	LAMINACIÓN	64
3.2	ANÁLISIS DE RESULTADOS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X	66
3.2.1	FUNDICIÓN	66
3.2.2	SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA	67
3.2.3	LAMINACIÓN	69
3.3	DISCUSIÓN	70
3.4	DISCUSIÓN DE LA MICROESTRUCURA	71
3.5	RESULTADOS DEL ANÁLISIS DINÁMICO MECÁNICO	73
3.5.1	FUNDICIÓN	73
3.5.1.1	MÓDULO DE ALMACENAMIENTO (MA)	73
3.5.1.2	AMORTIGUAMEINTO MECÁNICO	74
3.5.2	LAMINACIÓN	75
3.5.2.1	MÓDULO DE ALMACENAMIENTO (MA)	75
3.5.2.2	AMORTIGUAMIENTO MECÁNICO	77
3.5.3	SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA	78
3.5.3.1	MÓDULO DE ALMACENAMIENTO (MA)	78
3.5.3.2	AMORTIGUAMIENTO MECÁNICO	79
3.6	ANÁLISIS DE RESULTADOS DE DSC	81
3.6.1	FUNDICION	81
3.6.1.1	DISCUSIÓN	82
3.6.2	LAMINACIÓN	82
3.6.2.1	DISCUSIÓN	83
3.6.3	SOLDIFICACIÓN RAPIDA	84
3.6.3.1	DISCUSIÓN	85
3.7	COMPARATIVA ENTRE RESULTADOS DE ADM Y DSC	87
3.7.1	LAMINACIÓN	87
3.7.2	SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA	90
3.7.3	DISCUSIÓN	92
CONCLUSIONES		93
BIBLIOGRAFÍA		94

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. 1 a) experimento de oscilaciones libres, b) evolución de la amplitud con el tiempo para un material elástico ideal en el que la amplitud A_0 permanece constante una vez retirada la fuerza de flexión, c) evolución de la amplitud con el tiempo para un material real.	17
Figura 1. 2 Diagrama de equilibrio de fases de Al-Mg	22
Figura 1. 3 Esquema de la recristalización de un material	28
Figura 1. 4 Tratamiento térmico de precipitación	30
Figura 2. 1 (A) Horno de Inducción Leybold-Heraeus 40 KVA. Instituto de Investigaciones en Materiales, UNAM, B) Isométrico de bobina de inducción.	36
Figura 2. 2 Principio de funcionamiento del melt spinning	38
Figura 2. 3 Crisol de cuarzo usado para solidificación rápida	39
Figura 2. 4 A) Equipo de solidificación rápida de disco giratorio IIM-UNAM, B) Esquema de equipo completo	40
Figura 2. 5 Laminadora dual reversible (laboratorio de laminación, IIM)	42
Figura 2. 6 Muestras de fundición, laminación y solidificación rápida en resina epóxica	44
Figura 2. 7 Reflexión de planos cristalinos con espaciamiento d_{hkl} .	45
Figura 2. 8 Respuesta de un material elástico ante un esfuerzo aplicado	50
Figura 2. 9 Respuesta de un material viscoso ante un esfuerzo aplicado	51
Figura 2. 10 Respuesta de un material viscoelástico ante un esfuerzo aplicado	51
Figura 2. 11 Relaciones de DMA	52
Figura 2. 12 Comportamiento esfuerzo- deformación de un material puramente elástico	54
Figura 2. 13 DMA Q800	56
Figura 2. 14 Componentes de un DSC	57
Figura 2. 15 Esquema de funcionamiento de un DSC	58
Figura 2. 16 DSC de flujo intenso de calor. (B) DSC de compensación de energía	58
Figura 3. 1 Muestra de fundición en microscopio óptico (Macroestructura).10x	61
Figura 3. 2 Muestra de fundición vista en microscopio óptico (microestructura). 10x	62
Figura 3. 3 EDS de la muestra en Fundición	62
Figura 3. 4 Muestra de fundición vista en SEM	63
Figura 3. 5 Muestras de enfriamiento rápido (cintas) en microscopio óptic. 10x	63
Figura 3. 6 Muestras de enfriamiento rápido (cintas) en SEM	64
Figura 3. 7 Muestra en laminación vista en microscopio óptico. 10x	65
Figura 3. 8 Muestra en laminación vista en microscopio óptico (B). 10x	65
Figura 3. 9 Ficha JCPDS 003-0932 del aluminio	67
Figura 3. 10 DRX de la muestra de Fundición	67
Figura 3. 11 Difractograma de la muestra de enfriamiento rápido (cintas)	69
Figura 3. 12 Difractograma de la muestra en laminación	70
Figura 3. 13 Módulo de Almacenamiento para una muestra en fundición Al-Mg	73
Figura 3. 14 Amortiguamiento mecánico de la muestra en fundición	74

Figura 3. 15 Módulo de almacenamiento muestra de laminación _____	75
Figura 3. 16 Amortiguamiento mecánico de la muestra de laminación _____	77
Figura 3. 17 Amortiguamiento mecánico de la muestra de laminación (20 μ) _____	77
Figura 3. 18 Módulo de almacenamiento en la muestra de enfriamiento rápido _____	79
Figura 3. 19 Amortiguamiento de la muestra de Enfriamiento rápido _____	80
Figura 3. 20 DSC de la muestra en fundición _____	81
Figura 3. 21 DSC de la muestra en laminación _____	83
Figura 3. 22 DSC de la muestra en enfriamiento rápido _____	85
Figura 3. 23 Comparativa entre resultados de DMA y DSC de la muestra en laminación. A) DSC, B) DMA-modulo de almacenamiento. C) DMA-amortiguamiento _____	89
Figura 3. 24 Comparativa entre los resultados de DMA y DSC de la muestra de enfriamiento rápido. A) DSC, B) DMA-módulo de almacenamiento. C) DMA-amortiguamiento _____	91
Tabla 2. 1 Direcciones de crecimiento dendrítico en varias estructuras cristalinas _____	35
Tabla 2. 2 Características de las muestras para ADM _____	55
Tabla 3. 1 Comparativa de ángulos en la muestra de fundición _____	66
Tabla 3. 2 Comparativa de Ángulos en muestra de enfriamiento rápido (cintas) _____	68
Tabla 3. 3 Comparativa de ángulos en la muestra en laminación _____	70

INTRODUCCION

En este trabajo de tesis se pretende introducir una de una técnica alterna de caracterización de materiales a las ya conocidas tales como Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC), Análisis termogravimétrico (TGA) y Análisis térmico diferencial (DTA).

La técnica de Análisis Dinámico-Mecánico (ADM) es una herramienta que ha sido empleada con mayor frecuencia en el campo de la reología, principalmente en el campo de los polímeros. Sin embargo, debido a la versatilidad de operación que tiene esta herramienta, es posible utilizarla en la caracterización de materiales metálicos.

La técnica de ADM proporciona propiedades dinámicas intrínsecas de un material tales como el módulo de almacenamiento, módulo de pérdida, amortiguamiento mecánico, por mencionar algunas. Esta última (amortiguamiento mecánico) es de gran interés en el área de diseño; debido a que una pieza o estructura que esta sometida a vibraciones mecánicas puede presentar variaciones microestructurales dependiendo de la sollicitaciones de esfuerzo y condiciones ambientales (temperatura, tiempo) lo que ocasionaría un cambio en su comportamiento mecánico. Por ello, es importante tomar en cuenta las propiedades dinámico-mecánicas del material con que se fabricará la pieza en cuestión.

Por otra parte, las aleaciones de la serie 5XXX (Al-Mg) son muy utilizadas en la industria debido a las propiedades mecánicas que presentan (resistencia mecánica, ductilidad, maquinabilidad), por ello es de gran interés hacer un estudio de sus propiedades dinámico-mecánicas con la intención de aportar resultados que sean de utilidad para el sector industrial. Las aleaciones de la serie 5XXX, con una composición Al- 5% wt. Mg, presentan un fenómeno de endurecimiento por precipitación. La secuencia de precipitación de dichas aleaciones se encuentra muy bien identificada en la literatura, de esta manera se facilita la relación de los cambios microestructurales con los datos obtenidos por medio del análisis dinámico-mecánico.

Como ya se mencionó anteriormente, la técnica de ADM es utilizado principalmente en polímeros. La interpretación de los resultados en materiales metálicos es compleja debido a los procesos térmicamente activados (precipitaciones) involucrados en dichos materiales

Este trabajo está estructurado de la siguiente manera:

Capítulo I. Se presenta una revisión bibliográfica de los estudios mas relevantes en los últimos 10 años, acerca de las aleaciones Al-Mg donde se tocan temas como los elementos aleantes que las conforman, tratamientos térmicos, propiedades mecánicas además de un reporte de estudios realizados en este tipo de aleaciones

Capítulo II. Se hace una descripción de las técnicas experimentales utilizadas para la obtención de resultados así como la descripción de los equipos y el proceso de preparación de las muestras.

Capítulo III. En este capítulo se exponen los resultados de microscopia óptica, difracción de rayos X, ADM y DSC, así como, la discusión descriptiva de los resultados y la comparación de ADM vs. DSC.

Conclusiones. En este capítulo se presentan las principales conclusiones obtenidas del análisis de la aleación.

ANTECEDENTES

ELEMENTOS ALEANTES

Las aleaciones comerciales de Aluminio-Magnesio tienen un porcentaje alrededor de 0.5 a 12-13% Mg. Las aleaciones con un bajo contenido de magnesio tienen la mejor formabilidad, las que tienen un alto contenido de este presentan una razonablemente buena colabilidad y alta resistencia. Es común preparar estas aleaciones con aluminio de pureza mayor a 99.7, para obtener una resistencia máxima a la corrosión y una mejor reflectividad. En las aleaciones de Al-Mg la solidificación comienza con el aluminio como cristales primarios y usualmente presentan un crecimiento dendrítico, segregando a los restantes componentes a las fronteras de grano o entre los brazos de las dendritas.

La solubilidad sólida del magnesio en aleaciones comerciales tiene concentraciones de 2% Mg a temperatura ambiente y más de 14 - 15% a 720 °K (≈ 382.22 °C); por lo tanto más magnesio está en solución y en condiciones de no-equilibrio produce Mg_5Al_8 como un eutéctico separado de las fronteras en aleaciones de fundición, como glóbulos en recocidos o materiales endurecidos. En este sistema, es posible agregar un tercer elemento aleante para mejorar las propiedades mecánicas de la aleación, a continuación se mencionan algunos elementos aleantes para este sistema.

HIERRO

El hierro puede formar Fe_2SiAl_8 en aleaciones de bajo magnesio. Aumenta la temperatura de recristalización en el sistema Al-Mg. Este elemento tiene un limitado efecto de reforzamiento en las aleaciones con bajo contenido de magnesio (<2%) y en aleaciones con alto contenido de magnesio generalmente presenta cristales gruesos, los cuales sólo reducen la ductilidad, resistencias a la fatiga y a la fluencia.

MANGANESO

Con la presencia de manganeso se forman los intermetálicos $(\text{FeMn})\text{Al}_6$ ó $(\text{FeCr})_3\text{Si}_2\text{Al}_{15}$. Reduce el efecto de corrosión intragranular y corrosión bajo tensión además de disminuir el efecto de la corrosión del hierro presente como impureza en el sistema Al-Mg. La adición de manganeso tiene un efecto de fortalecimiento con una reducción en la ductilidad en las aleaciones con bajo contenido de magnesio porque pueden disolverse fácilmente en la matriz, pero en una aleación con alto contenido de magnesio su solubilidad disminuye y el tamaño de sus partículas tiende a crecer.

COBRE

Tiende a disminuir el potencial electrofítico y la facilidad de trabajo de la aleación. En la literatura encontró información sobre trabajos realizados en sistemas Al-Mg a los cuales se les agregó cobre. En este caso los intermetálicos antes mencionados presentan mejoras en la dureza y en la “resistencia a la propagación de la fractura por fatiga” tal como lo reporta Liu Yanbin *et. al.* en su trabajo de resistencia a la propagación de la fractura en el cual analizó muestras en forma de discos (2 mm de diámetro) los cuales sometieron un tratamiento térmico de 495 °C/ 1 h y a un envejecimiento natural y artificial (170 °C/ 30 min), posteriormente fueron sometidas a una prueba de tensión variando la temperatura entre 100 - 135 °C. Por medio de MEB observaron que la microestructura no presenta precipitados pero sí concentración de lazos de dislocaciones y dislocaciones de hélice, lo cual ocasiona un aumento en la resistencia a la propagación de fractura por fatiga en las muestras envejecidas naturalmente ya que en ésta, los intermetálicos son difíciles de remover en una deformación cíclica. Otro ejemplo de las mejoras que proporciona el Cu al sistema Al-Mg es la dureza, como lo reporto M.J. Starink *et. al.*, quien midió la dureza (Vickers) en laminas (1 mm) sometidas a un tratamiento térmico en sales a 495 °C y posteriormente a un envejecimiento natural y artificial. Obtuvo para el envejecimiento natural, cambios no significativos en la dureza de la muestra y para el envejecimiento artificial, reportó un incremento en proporción con la evolución de la temperatura ya que esta permite la formación de las agrupaciones de Cu-Mg.

ZINC

Este elemento cuando se agrega arriba de 1.5 - 2% incrementa ligeramente la resistencia del material, con mínimo efecto en la resistencia a la fluencia. A diferencia del cobre, el zinc tiende a incrementar el potencial electrofítico de la aleación. También presenta un efecto de mejora en la resistencia a la corrosión intragranular y corrosión bajo tensión.

SILICIO

El silicio normalmente forma Mg_2Si en su mayoría soluble, especialmente en las aleaciones con más del 3 - 4% de magnesio. El Si es agregado en grandes cantidades para mejorar la colabilidad de la aleación. También mejora la fluidez y reduce un poco la ductilidad y la dureza compensando un aumento en la dureza reduciendo así la facilidad de trabajo tanto en frío como en caliente. Como lo reportó R.Giovachini *et. al.* en su trabajo de envejecimiento natural y comportamiento plástico de una aleación Al-Mg-Si, en el cual analizaron muestras laminadas en caliente y sometidas a un proceso de solubilizado a 530 °C/ 1h posteriormente envejecidas natural y artificialmente para después someterlas a un ensayo de tracción. Obtuvieron que para el envejecimiento natural se produce un aumento en la tensión y un decrecimiento en la deformación a la rotura mientras que para el envejecimiento artificial es a la inversa. La formación de conglomerados $MgSi$ y precipitados β'' durante el envejecimiento permite explicar el comportamiento mecánico antes mencionado.

BERILIO

Para reducir el efecto de oxidación del magnesio a altas temperaturas y especialmente en estado de fundición se añade berilio en el orden de 0.05%. No presenta una mejora en las propiedades mecánicas en la aleación pero sí mejora la resistencia a la corrosión intragranular y corrosión bajo tensión.

TITANIO

Este elemento es usado como un refinador de grano y por consiguiente genera un incremento en la resistencia a la fluencia. También presenta una mejora en la resistencia a la corrosión [1].

TRATAMIENTOS TÉRMICOS

Un tratamiento térmico, en sentido amplio de la palabra, se refiere al calentamiento y enfriamiento de los metales en estado sólido, para modificar sus propiedades mecánicas, su estructura metalográfica o eliminar tensiones residuales cuando se aplica a aleaciones de aluminio. El término tratamiento térmico se refiere usualmente a las operaciones empleadas para incrementar la resistencia y la dureza de las aleaciones de forja o de moldeo endurecibles por precipitación. La solubilización de las segundas fases, capaces de precipitar durante el envejecimiento, no es el único cambio microestructural que tiene lugar en las aleaciones de fundición al ser tratadas térmicamente.

Diferentes trabajos reportados anteriormente (revisión bibliográfica) nos indican los tratamientos térmicos que se pueden llevar a cabo en este tipo de aleaciones, tales como: tratamiento de envejecimiento natural y artificial, tratamiento de precipitación, temple, etc. Solo por mencionar algunos, los cuales son capaces de modificar las propiedades mecánicas del sistema.

PROPIEDADES MECÁNICAS

Debido a sus propiedades mecánicas (las cuales serán mencionadas en la sección 1.1), las aleaciones de la serie 5XXX han sido objetos de múltiples investigaciones poniendo a prueba su comportamiento mecánico. Pruebas de dureza y microdureza se

han realizado en este sistema; como los que A. Gaber *et. al.*, reportaron en sus estudios de microdureza (Vickers) y resistividad eléctrica en un sistema Al-X at% Mg (X= 0.82, 1.84, 3.76, 5.74 y 12.18), en los cuales reportan que hay una relación entre el incremento de la resistividad eléctrica ρ la aleación y la concentración de soluto en ella y el soluto también es factor en el aumento de la microdureza [2].

M. Atodiresei *et. al.*, en un sistema Al- 4% at Mg reportan la manera en que la interacción de dislocaciones está ligada al amortiguamiento mecánico obteniendo así la energía de activación presente en el sistema cuando éste fue sometido a un barrido de temperaturas [6].

Wei Wen *et. al.* Experimentó en aleaciones comerciales de la serie 5XXX (5052, 5182) las cuales se sometieron a un tratamiento térmico antes de aplicar una prueba de tensión y un proceso de laminado. Mediante MEB observaron la orientación preferencial de los granos orientados en la dirección de rolado en frío, concluyendo que la formación de la fase β en las fronteras de grano ocasiona una temprana fractura durante la prueba de tensión, tanto la resistividad eléctrica como el UTS varía con respecto a la concentración de Mg en las aleaciones [3]. Por otro lado, en estudios posteriores para un sistema Al- 4.8 % at Mg, R.H. Jones *et. al.*, [4] realizaron estudios sobre los efectos de la corrosión bajo tensión en especímenes los cuales fueron sometidos a un tratamiento de envejecimiento, después a un rolado en frío, un tratamiento de recristalización y por último a un temple. Reportaron que la precipitación de la fase β en las fronteras de grano es consecuencia del tratamiento de envejecimiento y así mismo, también reportan que la corrosión bajo tensión disminuye en proporción con el aumento en el volumen de la fase β , sin embargo, los resultados que obtuvieron no fueron del todo concluyentes.

Estos ejemplos de pruebas mecánicas llevadas a cabo en las aleaciones de aluminio de la serie 5XXX nos da una idea de los estudios y técnicas utilizadas; en ellas se puede fundamentar la interpretación de los resultados obtenidos en esta tesis.

Teniendo en cuenta las técnicas de caracterización usadas anteriormente, es posible aportar procesos alternos para caracterizar materiales a través de sus propiedades mecánicas, como lo es el DMA y de la cual no se encontraron reportes de su aplicación en metales debido a que DMA es una técnica utilizada principalmente en polímeros.

AMORTIGUAMIENTO MECÁNICO

Los sistemas de peso ligero, en los cuales el aluminio está involucrado, son cada vez mas importantes en la ingeniería mecánica como la robótica, máquinas - herramientas y la industria automotriz. Sin embargo, un problema importante surge de las vibraciones mecánicas las cuales son nocivas en cuanto concierne a máquinas o herramientas de precisión, fatiga de componentes o simplemente contaminación acústica. De lo anterior nace la necesidad de incrementar la capacidad de amortiguamiento de las aleaciones ligeras usadas en ingeniería y las cuales se someten a un entorno dinámico severo.

En los últimos 20 años muchos trabajos de investigación han sido dedicados al estudio de mecanismos de amortiguamiento en aleaciones de aluminio, pero existe poca información acerca del amortiguamiento en aleaciones comerciales de aluminio y como consecuencia de eso, es interesante identificar e interpretar los mecanismos de fricción interna en aleaciones de aluminio industriales a fin de desarrollar nuevos grados con mejoras en la capacidad de amortiguamiento.

El amortiguamiento mecánico está directamente ligado a las fricciones internas de un material, para entender esto se define el concepto de fricciones internas con el siguiente ejemplo:

Considérese un experimento idealizado en el cual una lamina pequeña está fija firmemente de uno de sus extremos, y decimos que es un experimento idealizado porque consideramos que no hay aire y no consideramos el efecto de la unión de la pared con la barra, ni el peso, el cual se vuelve insignificante debido a su tamaño. La

lamina está en posición de equilibrio, si se flexiona la barra con la mano y después se suelta la barra comenzara a oscilar, apegándose en el concepto de elasticidad ideal la barra debería de oscilar eternamente, pero en realidad este movimiento oscilatorio disminuye con el paso del tiempo. Como se han eliminado los factores externos que podrían causar la eliminación del movimiento oscilatorio, no queda sino atribuirlo al interior del material. Si la amplitud del movimiento disminuye es porque debe haber una parte de la energía que se traslada al sistema como trabajo externo, en este caso la entregada por la mano, que se convierte en calor, es decir, pérdidas irreversibles.

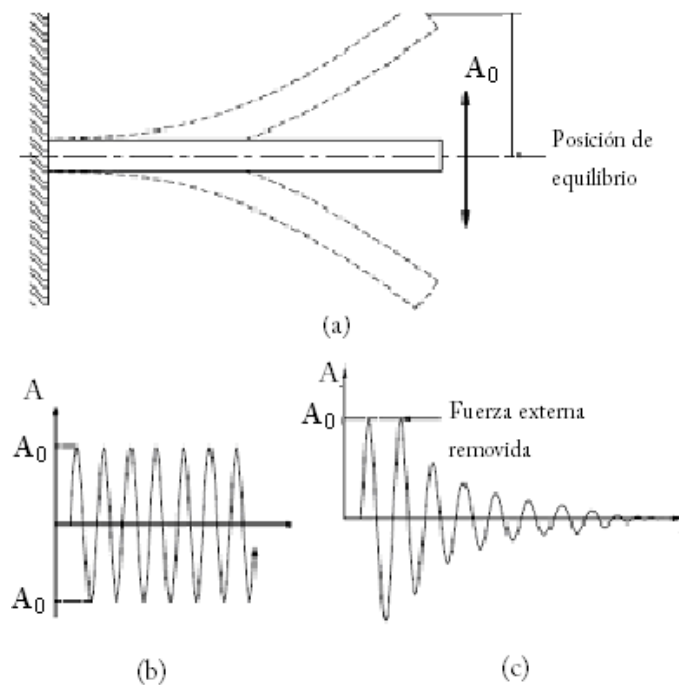


Figura 1. 1 a) experimento de oscilaciones libres, b) evolución de la amplitud con el tiempo para un material elástico ideal en el que la amplitud A_0 permanece constante una vez retirada la fuerza de flexión, c) evolución de la amplitud con el tiempo para un material real.

Efectivamente, en la realidad la causa de esta disminución en la amplitud de oscilación son las pérdidas internas. A estas pérdidas se les conoce como *fricción interna*, es decir son las pérdidas de energía en forma de calor, generadas durante el proceso.

La característica más importante de la fricción interna es que está relacionada directamente con el número y tipo de unidades móviles microestructurales al interior de

un material y con el tipo específico de movimiento generado, y con esto se puede determinar la capacidad de amortiguamiento de un material [5].

Uno de los más importantes mecanismos de amortiguamiento en las aleaciones de aluminio, es el denominado amortiguamiento de dislocaciones.

En la literatura existe poca información acerca de propiedades dinámico-mecánicas de metales por tal motivo se plantean los siguientes objetivos para esta tesis:

OBJETIVO GENERAL

- Caracterizar una aleación Al- %5 wt Mg por medio de análisis dinámico mecánico (ADM) y comparar resultados con los obtenidos por una técnica de caracterización ya conocida como lo es DSC.

OBJETIVOS PARTICULARES

- Fabricar una aleación de la serie 5XXX de composición Al- 5% wt. Mg con el propósito de inducir la secuencia de precipitación del mismo y analizar su efecto en las propiedades dinámico – mecánicas
- Obtener diferentes microestructuras mediante procesos: de fundición, laminación y solidificación rápida (SRDG) y analizar el amortiguamiento mecánico.
- Determinar los parámetros óptimos de amplitud, frecuencia y temperatura para el proceso de análisis dinámico-mecánico en muestras metálicas (Al-Mg)

CAPÍTULO I

1.1 BASES TEÓRICAS

1.1.2 SISTEMA Al-Mg

Las aleaciones Al- Mg conforman el grupo de aleaciones de la serie 5xxx de las aleaciones de aluminio. Estas aleaciones son ampliamente utilizadas en la industria donde combinación de bajo peso y alta resistencia son requeridas [6].

Las aleaciones de magnesio son más ligeras que el aluminio, poseen buenas propiedades de soldabilidad, excelente resistencia a la corrosión en ambientes marinos y se mecanizan con facilidad.

De acuerdo con el diagrama de la *figura 1.2* el sistema aluminio - magnesio forma un eutéctico a 450 °C y una composición de 35%. La solubilidad máxima del magnesio es de 15.35% en el punto eutéctico y disminuye hasta el 2% a 100 °C. Por tanto son sistemas que permiten endurecer por precipitación. La disminución de la solubilidad con la temperatura produce la expulsión del magnesio para formar el intermetálico Mg_2Al_3 , que forma una red compleja cúbica centrada en las caras. El intervalo de temperaturas óptimo para los tratamientos de precipitación del Mg_2Al_3 oscila entre 200 y 300 °C. Dicha precipitación ocurre preferencialmente en los planos cristalográficos $\{1\ 0\ 0\}$ seguidos del $\{1\ 2\ 0\}$.

En concordancia con el diagrama de equilibrio de fases, la fase mayoritaria es la fase α . El Mg_2Si se forma por la presencia de impurezas de silicio. En este sistema también se observa la fase β (Mg_2Al_3) la cual con la ayuda de un proceso de solubilización y un temple en agua puede quedar prácticamente disuelta en la matriz de fase α .

Las impurezas más comunes en estas aleaciones Al-Mg son el silicio y el hierro. El magnesio comercialmente puro puede llevar hasta un 0.5% de silicio, de tal forma que durante la primera adición de magnesio se produce la formación del intermetálico Mg_2Si , que aparece en forma de pequeñas partículas de color gris o azul. Las impurezas de hierro también tienden a formar intermetálicos del tipo $FeAl_3$. Por tanto en las aleaciones Al-Mg es usual encontrar, además de las fases descritas en el diagrama de equilibrio, los intermetálicos mencionados.

Las aleaciones aluminio - magnesio se utilizan preferentemente en piezas ornamentales, en la fabricación de latas, utensilios caseros, postes de alumbrado, en náutica, tanques criogénicos y piezas de automoción [7].

La buena formabilidad combinada con la fuerza promedio que presenta esta aleación y su excelente resistencia a la corrosión, y su alta calidad de capacidad de anodizado y soldabilidad, resulta en muchas aplicaciones para exposición en exteriores: paneles de fachada para construcciones, andamios, y especialmente en aplicaciones marinas (construcción de barcos, plataformas, etc.). También en la industria automotriz, las aleaciones de la serie 5XXX son usadas en partes formadas por prensado y componentes del chasis debido a su buena combinación de resistencia y formabilidad.

No sólo el Mg es muy efectivo para fortalecer una solución sólida en términos de efecto por unidad de peso en solución. Las aleaciones de la serie 5XXX pueden contener alrededor de 0.8 wt % Mg a más de 5 wt%. Hay una tendencia en la mayor variante de Mg para la formación de la fase intermetálica Mg_5Al_8 en las fronteras de grano y en las regiones de tensión localizadas dentro de la estructura. Esto sucede porque el equilibrio de solubilidad sólida de Mg en Al a temperatura ambiente es sólo alrededor de 2% wt (la precipitación es equivalente a la de las aleaciones de endurecimiento por envejecimiento, pero en este caso su naturaleza es tal que es perjudicial para las propiedades de la aleación). La precipitación ocurre lentamente a temperatura ambiente, pero puede acelerarse a temperaturas altas o si la aleación es fuertemente trabajada en frío. Esto hace a la aleación susceptible a ciertos tipos de corrosión

intergranular (corrosión bajo tensión y exfoliación) y/o deteriorización de propiedades mecánicas durante el uso a elevadas temperaturas.

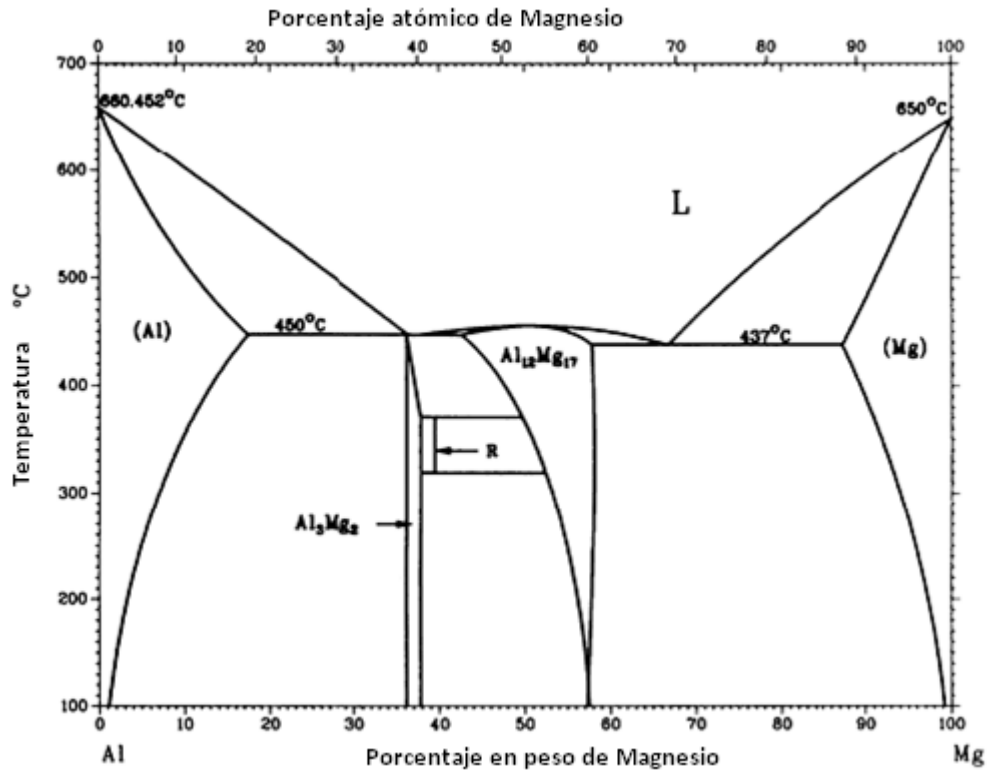


Figura 1. 1 Diagrama de equilibrio de fases de Al-Mg

1.1.3 PRECIPITACIÓN DEL SISTEMA Al-Mg

En la literatura se ha reportado que las aleaciones Al-Mg presentan un mecanismo de precipitación, con el cual se generan fases intermetálicas debido a que en este sistema el Mg presenta solubilidad parcial en el aluminio.

Las fases intermetálicas formadas por la interacción del aluminio con el magnesio serán mencionadas en la *sección 1.1.4* de este trabajo. Dado que en este trabajo de tesis se manejó una composición Al - wt.5% Mg se hará más hincapié en la fase β .

En las aleaciones de aluminio, la precipitación sigue la clásica secuencia $\alpha_{ALSSS} \rightarrow \text{Zonas GP} \rightarrow \beta'', \beta' \rightarrow \beta$, donde α_{ALSSS} (también indicada como δ'') es la solución sólida sobresaturada obtenida por temple, las zonas Guinier–Preston (GP), β'' es una fase coherente $L1_2$ con la subyacente “red” cúbica centrada en las caras (fcc), β' es una fase intermedia semi-coherente hexagonal de composición aproximada Al_3Mg_5 con parámetro de red $a = 1.002 \text{ nm}$ y $c = 1.636 \text{ nm}$ y es el principal precipitado de endurecimiento y β es la fase de equilibrio la cual tiene una composición aproximada a Al_3Mg_2 con una compleja estructura fcc y cuyo parámetro de red es $a = 2.824 \text{ nm}$. [8,9]

Cada estado de precipitación puede brindar una modificación de las propiedades físicas y mecánicas, como lo es el amortiguamiento mecánico de la aleación. A continuación se presenta una breve descripción de las fases intermetálicas que se presentan en el sistema Al-Mg.

1.1.4 FASES INTERMETÁLICAS

Debido a su baja densidad, las aleaciones de Al-Mg son de gran interés en aplicaciones tecnológicas. El sistema Al-Mg contiene algunos compuestos intermetálicos bastantes complejos. El de más alta complejidad es $\beta\text{-Mg}_2\text{Al}_3$ (cF1168).

La primera descripción de la fase $\beta\text{-Mg}_2\text{Al}_3$ fue dada por Samson en 1965. Es referida a menudo como la fase Samson. Debido a su complejidad y el potencial para nuevas aplicaciones técnicas, durante los últimos años, la estructura Samson despertó un interés considerable entre los cristalógrafos. Como ya se mencionó anteriormente, la estructura Samson es una de las estructuras intermetálicas más complejas. Es celda cúbica primaria (Fd-3m, grupo espacial no. 227) la cual es descrita por Samson *et al.*,^[3] es corroborada en años recientes por M. J. Starink *et al.*,^[4]. La constante de red de la estructura de Samson es mayor comparadas con otras estructuras: $a_{\text{cubica}} = 2.8242 \text{ nm}$. A la temperatura de $214 \text{ }^\circ\text{C}$ la estructura sufre una transformación de fase a

romboédrica β' -Mg₂Al₃ (grupo espacial R3m, no. 160, el cual es un subgrupo del grupo Fd-3m) con $a_{\text{romb}} = 1.9968 \text{ nm}$, $c_{\text{romb}} = 4.89114 \text{ nm}$.

ZONAS GUINIER-PRESTON

Las zonas Guinier-Preston (zonas GP) son platos delgados ricos en soluto elongados a lo largo de $[1\ 0\ 0]$, los cuales pueden estar en uno o dos planos atómicos de espesor. Las zonas GP podrían ser observadas en el comienzo del envejecimiento a temperaturas relativamente bajas, por ejemplo temperatura ambiente, en una aleación Al-Mg homogeneizada a una temperatura elevada y subsecuentemente templada.

Con una mejora en el envejecimiento, estas zonas pueden cambiar a partículas esféricas β'' (Al₃Mg) con un diámetro de 8-10 nm, teniendo una estructura L1₂ en la cual los átomos de Al y Mg están alternadamente alineados en periodicidad tridimensional a lo largo de la dirección $[1\ 0\ 0]$.

LA FASE β .

Es una fase estable desde su punto de fusión congruente (451 °C) hasta el punto de baja temperatura. Porque la temperatura de la fusión congruente es cercana a la temperatura eutéctica. El valor elegido para la composición eutéctica (38.2 at.%) es consistente con la fusión congruente de la fase β . El máximo intervalo de composición de β es aproximadamente 38.5 at. % a 40.3 at. % Mg. La fase β sufre una transformación martensítica a aproximadamente 240 °C. La estructura de la segunda fase no ha sido determinada ya que no tiene relaciones de fases de equilibrio.

FASE R

La fase R tiene una composición de 42 at. % Mg, con un intervalo de aproximadamente ± 0.3 at. %. En el sistema de equilibrio, R se forma por la reacción peritectoide de β y γ a 370 ± 5 °C, y tiene una transformación inversa a $\beta + \gamma$ por debajo de aproximadamente 320 °C.

La fase R ha sido distinguida de forma inequívoca de otras fases estables y metaestables en diversas investigaciones, y es relacionada con la estructura αMn .

En un sistema Al-Mg las soluciones sólidas supersaturadas son obtenidas fácilmente, y la descomposición de estas beneficia la formación de las zonas Guinier-Preston (GP). Se han realizado con anterioridad varios estudios acerca de la formación, estructura y disolución de las zonas usando resistividad eléctrica, SEM, rayos X y dispersión de electrones. La estructura cristalina del precipitado metaestable en un principio fue pensada como $L1_0$, pero más tarde fue establecida como $L1_2$. También fue observada la súper estructura $L1_2$ en solución sólida metaestable formada por temple rápido con dominios de antifases de tamaño de entre 10 a 30 [nm].

La descomposición continua de la solución supersaturada se produce por la formación de la fase de no-equilibrio denominada β' la cual, se ha reportado, tiene una estructura hexagonal, y una solución sólida con menor contenido de Mg y después la formación de la fase estable β . Varios autores han monitoreado este proceso de precipitación mediante la medición de los parámetros de red en función del tiempo de envejecimiento a bajas temperaturas [10]

1.2 ASPECTOS TERMODINÁMICOS

1.2.1 PROCESOS DE RECUPERACIÓN Y RECRISTALIZACIÓN

Cuando un metal se trabaja en frío, esto es, se deforma plásticamente a bajas temperaturas, la mayor parte de su energía se emplea en la deformación plástica para cambiar la forma, y en la generación de calor. Sin embargo, dependiendo del material,

queda almacenada en él una parte pequeña de esa energía, hasta ~5%. La energía almacenada se encuentra principalmente en forma de energía elástica en los campos de deformación que rodean las dislocaciones y los defectos puntuales que se generaron durante el proceso de trabajo en frío. Dicha energía se acumula en forma de dislocaciones y de defectos puntuales, por ejemplo: ruptura de enlaces y vacancias. Como el aumento de densidad de dislocación no es pareja, se producen zonas de mayor densidad, lo que lleva a la generación de celdas. La presencia de esos defectos, en concentraciones muy por encima de las que hay en estado de recocido, afecta mucho las propiedades del material.

Cuando se calienta este material ocurren dos procesos que disminuyen la energía interna almacenada:

- Recuperación
- Recristalización

Además de estos procesos, dependiendo del tiempo y de la temperatura a la que se calienta el material, puede presentarse un tercer proceso denominado crecimiento de grano, éste ocurre cuando se continúa el recocido luego de completarse la recristalización.

RECUPERACIÓN

La recuperación es la primera etapa del proceso de recocido. Por una parte, con mayor temperatura se produce el alivio de esfuerzos internos causados por el trabajo en frío, (tensiones residuales), y por otra parte, se producen cambios microestructurales que se detallan más adelante.

La recuperación comprende una serie de fenómenos que ocurren a temperaturas más bien bajas, con respecto a la temperatura de fusión del material, entre los que se pueden destacar:

- Aniquilación de defectos puntuales
- Poligonización
- Caída de la resistividad eléctrica (R)

La aniquilación de defectos puntuales consiste en la difusión, mediante la adición de calor, de las vacancias hacia las dislocaciones y bordes de granos, así se logra disminuir su cantidad hasta el número de equilibrio a la temperatura correspondiente.

La poligonización consiste en la readecuación de un cristal flexionado para lo cual éste se descompone en cierto número de pequeños segmentos cristalinos con leve diferencia de orientación íntimamente ligados, logrando que las dislocaciones se redispongan en una configuración de menor energía, formando subgranos y bordes de grano de ángulo pequeño.

La caída de la resistividad eléctrica (R) se ve afectada por las vacancias, cuyo campo de deformaciones interfiere con el flujo de los electrones; al disminuir el número de vacancias disminuye, también, R.

RECRISTALIZACIÓN

Si un metal previamente deformado en frío, es recocido a una temperatura suficientemente alta, (temperatura de recristalización), aparecen nuevos cristales en la microestructura, los que tienen idéntica composición y estructura reticular que los antiguos granos no deformados. Estos nuevos cristales surgen en zonas con alta densidad de dislocaciones, *figura 1.3*.

La fuerza impulsora de la recristalización proviene de la energía almacenada del trabajo en frío.

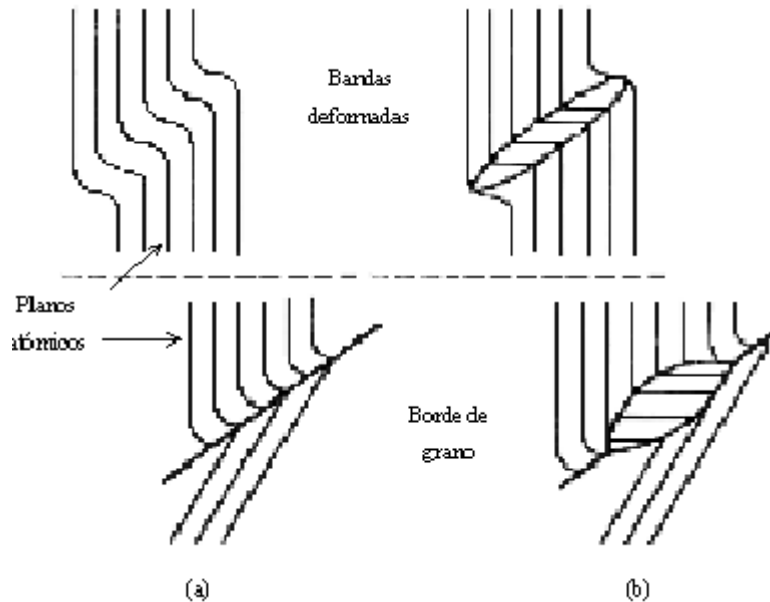


Figura 1. 2 Esquema de la recristalización de un material

TEMPERATURA DE RECRISTALIZACIÓN

La temperatura de recristalización corresponde a la temperatura aproximada a la que un material altamente trabajado en frío se recristaliza por completo en una hora. La recristalización es sensible a cambios en la temperatura a la que se realiza, más que a variaciones de tiempo a temperatura constante.

NUCLEACIÓN DE NUEVOS GRANOS

La recristalización es un proceso que se desarrolla por nucleación y crecimiento, como ya se dijo, los sitios preferenciales de nucleación de los nuevos granos son las regiones más deformadas, como: bordes de grano, planos de deslizamiento, y en zonas de alta energía como precipitados de segunda fase y también, en torno a inclusiones no metálicas.

Si el núcleo se forma rápidamente y crece con lentitud, se formarán muchos cristales antes de que se complete el proceso de recristalización, es decir, el tamaño final del grano será pequeño. En cambio, si la velocidad de nucleación es pequeña comparada con la velocidad de crecimiento el tamaño de grano será grande [11].

1.3 PRECIPITACIÓN

Una solución sólida se vuelve inestable a través de la supersaturación de la misma y descomponiéndose en partes en otra fase cristalina. Cuando la transformación es completada y el equilibrio es alcanzado, la microestructura consiste en una matriz original, usualmente con la composición y parámetros de red que son diferentes de la fase matriz original, más una nueva fase formada mientras la matriz era consumida [12].

Un método importante para alterar las propiedades de un material es precipitar una segunda fase de una solución sólida sobresaturada, es decir, $\alpha \rightarrow \alpha + \beta$, en la *figura 1.4*, se muestra este fenómeno. Si una aleación de composición X_0 se mantiene a una temperatura T_1 , se presenta un proceso llamado homogenización, o tratamiento térmico de solución, o de solubilización, y todo el soluto se disuelve en la fase α . Si la aleación se enfría rápidamente a la temperatura T_2 , el soluto no puede difundirse de inmediato y salir de la fase α y se dice que la aleación está sobresaturada. Sin embargo, al paso del tiempo el soluto se difunde y sale de la fase α inestable, y finalmente forma una microestructura de dos fases $\alpha + \beta$. Las cantidades relativas de esas fases se determinan con el diagrama de fases y la regla de la palanca; no obstante, lo que determina muchas de las propiedades macroscópicas de la aleación es su morfología, como por ejemplo, el tamaño y la distribución de las partículas de la segunda fase. Como la formación de una partícula de segunda fase a partir de una solución sólida sobresaturada es un proceso de nucleación y crecimiento, el tamaño, la cantidad y la distribución de los precipitados en el espacio se controlan por la temperatura y el tiempo.

El proceso de precipitación a partir de una solución sólida sobresaturada se llama envejecimiento. Cuando hay envejecimiento a temperatura ambiente se llama envejecimiento natural. A mayor temperatura que la ambiente se llama envejecimiento artificial. La sucesión de tiempo y temperatura del proceso energético de envejecimiento se ve en la *figura 1.4 b*). Como se dijo antes, el primer paso es un tratamiento térmico de solución seguido por un temple rápido. El paso final es recalentar la aleación manteniéndola muy por debajo del límite de solvus, para acelerar el proceso de envejecimiento aumentando la velocidad de difusión.

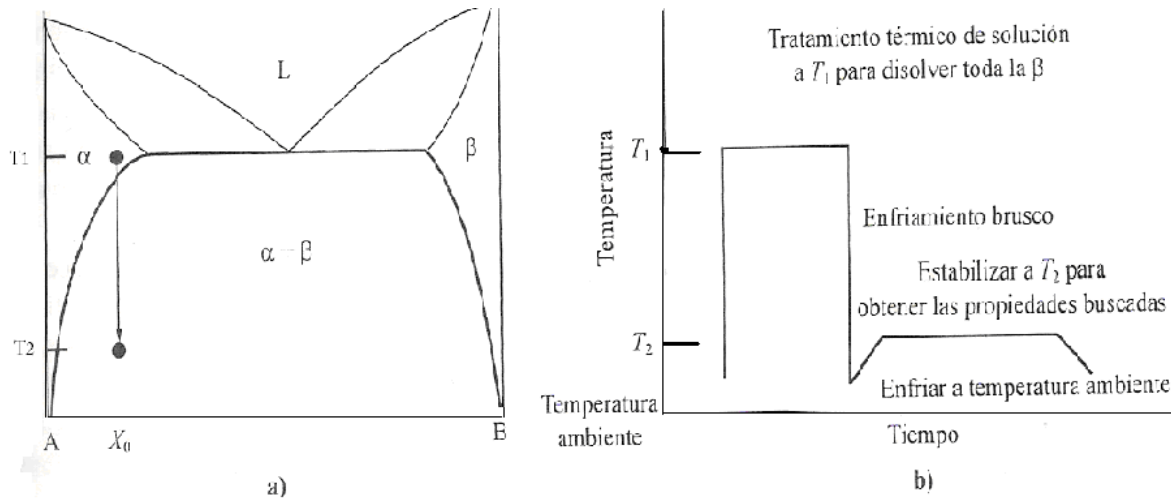


Figura 1.3 *Tratamiento térmico de precipitación*

1.4 ENDURECIMIENTO POR PRECIPITACIÓN

En el endurecimiento por precipitación o envejecimiento se pretende producir la dispersión de una segunda fase fina, dura y coherente (precipitados) en una matriz dúctil. Para que exista endurecimiento por precipitación se requiere que el sistema cumpla las siguientes características:

- La fase secundaria debe ser soluble a elevadas temperaturas, pero debe presentar una disminución en la solubilidad cuando se disminuye la temperatura. Las líneas en el diagrama de fases que cumplen con esta característica son las líneas de solvus. En las líneas de solvus se tiene la máxima solubilidad en solución sólida. Este requerimiento limita el número de aleaciones que pueden ser endurecidas por precipitación.
- La matriz debe ser relativamente suave y dúctil mientras que el precipitado debe ser duro y frágil.
- La aleación debe ser templable.
- Para desarrollar una máxima resistencia y dureza es necesario que el precipitado sea coherente con la matriz.

El tratamiento térmico de endurecimiento por precipitación consta de tres etapas:

1. *Tratamiento de solución.* Este consiste en calentar la aleación por encima de la temperatura de solvus (T_0), de manera que los átomos de soluto se disuelven para formar una solución sólida homogénea.
2. *Templado.* La solución es templada o enfriada rápidamente hasta una temperatura (T_1), los átomos no tienen tiempo de difundir hasta sitios de nucleación. En consecuencia, se inhibe la formación de la fase secundaria y, por lo tanto, se tiene una situación de no equilibrio en la cual aparece una solución sólida sobresaturada.
3. *Tratamiento de precipitación o envejecimiento.* Finalmente la solución sobresaturada es llevada a una temperatura (T_2) dentro de la región bifásica; esta temperatura es llamada *temperatura de envejecimiento*. A la temperatura de envejecimiento, los átomos en exceso son capaces de difundir a distancias cortas y comienzan a formarse partículas finamente dispersas.

CAPÍTULO II

2.1 FUNDICIÓN

La fundición es un proceso de manufactura que data cuando menos de 4000 años a. de C., para producir de forma económica partes grandes o complicadas. Se pueden conformar directamente los componentes casi hasta su forma final y se requiere muy poco acabado y maquinado. Si bien la fundición se usa para formar componentes grandes; Por lo general no son componentes grandes que soporten grandes esfuerzos durante su funcionamiento. En comparación con partes fabricadas por otros procesos de conformación, como por ejemplo la forja, las partes fundidas tienden a contener defectos mayores que dan como resultado menor resistencia y ductilidad.

2.1.1 FUNDICIÓN DE METALES

Los parámetros importantes son los gradientes térmicos, que controlan el flujo de calor del interior de la pared hasta la superficie externa, y la composición química, que afecta el intervalo de temperatura durante el cual sucede la solidificación.

La estructura granular de una fundición de metal puro, consiste en una mezcla de granos columnares en el interior y una cáscara exterior que contiene granos equiaxiales. Los granos equiaxiales finos de la superficie son el resultado de la gran rapidez de nucleación ocasionada por el subenfriamiento apreciable en las paredes del molde relativamente frías. La región de los granos equiaxiales también se llama zona de enfriamiento rápido. Los metales puros se solidifican a una temperatura fija, mientras que el calor latente de fusión se libera. Durante este proceso, la interface de líquido a sólido, o frente de solidificación, se mueve desde la superficie dentro de las paredes del molde hacia el interior. Esto conduce a la formación de granos columnares con sus ejes longitudinales apuntando de la superficie hacia el interior de la pieza colada.

La solidificación de aleaciones de solución sólida también da como resultado una zona de enfriamiento rápido y una estructura de grano columnar. Sin embargo, en contraste con las fundiciones hechas de metales puros, la región central de una pieza fundida con solución sólida está formada de una segunda región de granos equiaxiados. Durante el proceso de solidificación, se forman pequeños cristales en la parte cristalina (fría) del molde y se asientan hasta el fondo, donde funcionan como sitios de nucleación donde hay más crecimiento cristalino. Como esos núcleos se presentan con más o menos uniformidad, la estructura resultante consiste en granos equiaxiales [13].

Otra diferencia importante entre la microestructura de los granos columnares en aleaciones y los metales puros, es la presencia de estructura dendrítica dentro de los granos columnares de las aleaciones.

Cuando la intercara de un líquido-sólido se mueve hacia dentro de un líquido, cuya temperatura cae o disminuye, delante de la intercara, ocurre un tipo muy significativo de crecimiento cristalino. Cuando la temperatura desciende en el líquido delante de la intercara, la última se vuelve inestable y pueden saltar, como disparadas, puntas cristalinas desde la intercara dentro del líquido. La estructura resultante puede volverse también muy complicada, con ramas secundarias formándose sobre las puntas primarias, y posiblemente con ramas terciarias formándose sobre las secundarias. El cristal ramificado resultante tiene, con frecuencia la apariencia de un pino en miniatura y, por tanto, se le conoce como una dendrita.

Las razones para el crecimiento ramificado de un cristal dentro de un líquido, cuya temperatura desciende adelante del sólido, no son difíciles de comprender. Cada que una pequeña sección de la intercara se encuentra delante de la superficie que la rodea, estará en contacto con un metal líquido a temperatura más baja. Su velocidad de crecimiento aumentará en relación a la superficie que la rodea, que está en contacto con un líquido a temperatura más elevada, y solamente debe esperarse la formación de una punta. Asociado con la formación de cada punta está el desprendimiento de una

cantidad de calor (calor latente de fusión). Este calor eleva la temperatura del líquido adyacente a cualquier punta dada y retarda la formación de otra similar sobre la intercara general en su vecinidad inmediata. La dirección en la que crecen estas puntas es cristalográfica y se conocen como *la dirección de crecimiento dendrítico*. Dicha dirección de crecimiento, depende de la estructura cristalina del metal, como puede observarse en la tabla mostrada a continuación [14].

ESTRUCTURA CRISTALINA	DIRECCIÓN DE CRECIMIENTO DENDRITICO
Cubica centrada en las caras	<1 0 0>
Cubica centrada en el cuerpo	<1 0 0>
Hexagonal compacta	<1 0 1 0>
Tetragonal centrada en el cuerpo (estaño)	<1 1 0>

Tabla 2. 1 Direcciones de crecimiento dendrítico en varias estructuras cristalinas

2.1.2 HORNOS DE INDUCCION

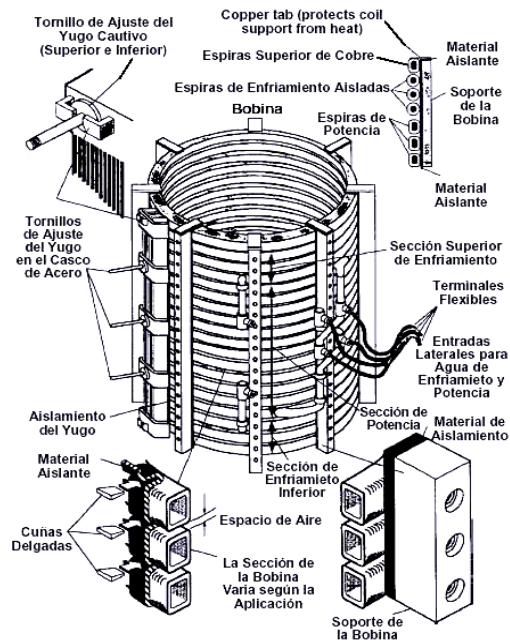
Los hornos de inducción, que utilizan corriente alterna, producen calor a través de la histéresis y la actividad de las corrientes parásitas o de eddy, en un material magnético. El calor se genera por la fricción de las moléculas en el metal, al tratar de alinearse dentro del campo magnético inducido siempre oscilante. Las moléculas tratan de seguir la dirección del campo magnético. Cuando se cambia este campo, una molécula tratara de regresar, chocando con otra y generando calor dentro del metal. Si los campos se invierten con frecuencia y rapidez suficientes, el metal se fundirá [15].

2.1.3 ESTRUCTURA BÁSICA DE UN HORNO DE INDUCCIÓN

En la *figura 2.1* se muestra una fotografía y un esquema un horno de inducción sin núcleo, el cual aumenta la potencia por medio de una fuente de radio frecuencia y modifica la frecuencia de la corriente eléctrica desde 60 a 10,000 Hz., de tal manera que se puede trabajar a bajas, medianas y altas frecuencias. La corriente de alta frecuencia se hace pasar por una bobina de cobre creando un campo magnético el cual induce corrientes sobre el material que se coloque como núcleo, y debido a la resistividad eléctrica del metal se produce el calentamiento muy rápidamente, provocando la fusión de materiales metálicos. La bobina de cobre se protege con una capa de material refractario y es refrigerada con agua circulando a través de ésta.



(A)



(B)

Figura 2. 1 (A) Horno de Inducción Leybold-Heraeus 40 KVA. Instituto de Investigaciones en Materiales, UNAM, (B) Isométrico de bobina de inducción.

2.1.4 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

La fundición se realiza en un horno de inducción marca Leybold-Heraus, potencia de 40 KVA. El cual funciona con una corriente eléctrica a una frecuencia entre 500 y 4000 Hz. El material a fundir fue pesado en una balanza analítica de manera que la relación de pesos nos diera la proporción exacta de la aleación (Al -5% wt Mg). Ya obtenidas las relaciones de peso, el material se colocó en un crisol de grafito.

La oxidación de los materiales se reduce realizando la fundición en una atmósfera controlada a base de gas argón de ultra alta pureza (99.999%). Se llevaron a cabo tres purgas en la campana.

2.2 SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA

2.2.1 ASPECTOS TEÓRICOS

Inicialmente los procesos de solidificación rápida fueron diseñados para la elaboración de materiales amorfos; los cuales se fabrican por una variedad de técnicas las cuales, fundamentalmente, involucran la solidificación rápida desde el estado gaseoso o líquido de los aleantes constituyentes. La solidificación rápida (SR) reduce (o elimina) la microsegregación, refina el tamaño de grano o elimina fases primarias dispersas y las estructuras matriz del grano y pueden resultar en fases extendidas o nuevas. Típicamente, SR involucra diámetros del tamaño de una gota, espesores filamento/película $< 100 \mu\text{m}$ para dar velocidades de enfriamiento entre 10^2 y 10^6 Ks^{-1} durante solidificación.

Los efectos microestructurales de SR incluyen refinamiento de la celda/dendrita o espacios eutécticos y tamaños de la inclusión (y grano de matriz), supresión o dispersión de fases intermetálicas primarias y reducción en la escala y/o amplitud de la microsegregación. Eso facilita un procesamiento termomecánico posterior y puede llevar a un rendimiento mejorado en servicio. En la actualidad, existe una gran variedad

de procesos de solidificación rápida; En los párrafos siguientes se discutirá tanto el funcionamiento como los parámetros de funcionamiento de la técnica de SR utilizada para este trabajo.

2.2.3 SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA POR DISCO GIRATORIO (SRDG)

El melt spinning es el método comúnmente más usado hoy día para producir cintas continuas y largas.

Este proceso involucra la inyección de un chorro líquido en un extractor frío de calor móvil, donde el jet se enfría obteniendo una nueva forma. El chorro al contacto con el disco forma un “charco” líquido, con un espesor aproximadamente igual al jet y con una longitud al doble que el mismo. Cuando comienza la solidificación, la cinta es expulsada de la superficie del disco, como se muestra esquemáticamente en la *figura 2.2*.

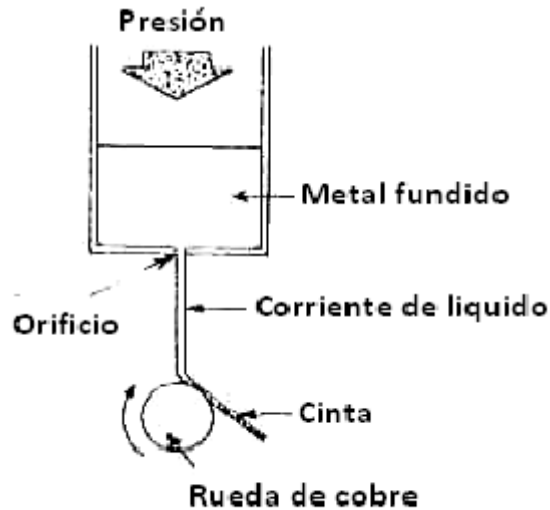


Figura 2. 2 *Principio de funcionamiento del melt spinning*

El método de CBMS (Chill Block Melt Spinning) más común, en el cual el chorro de metal líquido se impregna en la superficie externa de un disco girando, se desarrolló por Bedell. Aquí, la fuerza centrífuga actúa para sacar la cinta del disco a velocidades de casi 50 ms^{-1} y enfriando el disco con agua, el proceso puede ser continuo. Este es el método que fue aplicado en el presente trabajo, a continuación se describe los componentes de este sistema.

2.2.4 ELEMENTOS DE SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA POR DISCO GIRATORIO

En SRDG hay elementos que son importantes para optimizar el proceso de solidificación rápida, tales como crisoles, discos y la atmósfera de la cámara.

La selección del crisol (figura 2.3) se basa en la compatibilidad química con el metal, la resistencia a la temperatura, resistencia al choque térmico, baja conductividad térmica y baja porosidad (permeabilidad del gas). Los crisoles se pueden fabricar de cuarzo y son adecuados para temperaturas menores de $1400 \text{ }^\circ\text{C}$ tal como lo que fueron usados en este trabajo.



Figura 2. 3 *Crisol de cuarzo usado para solidificación rápida*

Los discos para SRDG se han hecho de una variedad de materiales, el objetivo es seleccionar un material que extraerá el calor de la cinta tan pronto como sea posible, que permita al metal líquido mojar el disco y forme la cinta; el cobre es el más popular.

La colada se puede llevar a cabo en vacío, aire, gas inerte o gas reactivo dependiendo de las propiedades químicas y físicas de la carga. Las aleaciones susceptibles a la oxidación se pueden colar en vacío o gas inerte. La atmósfera de la cámara influencia la calidad de la cinta con respecto a la uniformidad de la superficie y definición en las orillas.

2.2.5 PARAMETROS A CONSIDERAR EN SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA POR DISCO GIRATORIO

Como ya se mencionó, además de elementos que tenemos que considerar en un proceso de SRDG, hay parámetros que también se deben de tener en cuenta para la optimización del proceso tales como:

Presión de inyección, La inyección del líquido del crisol es hecho por la presurización de gas. Aunque generalmente se usa un gas inerte, se puede usar cualquier gas compatible con la aleación. Las presiones de inyección de 5 a 70 kPa se han usado dependiendo de la velocidad de inyección deseada. El uso de altas presiones de inyección resulta en una mejora en el contacto térmico entre el metal líquido y el substrato rotatorio.

Velocidad de giro del disco, el espesor de la cintas fabricadas por SRDG es resultado de la velocidad de giro del disco, ésta varía en proporción directa con esta, a altas velocidades, menor es el espesor de las cintas.

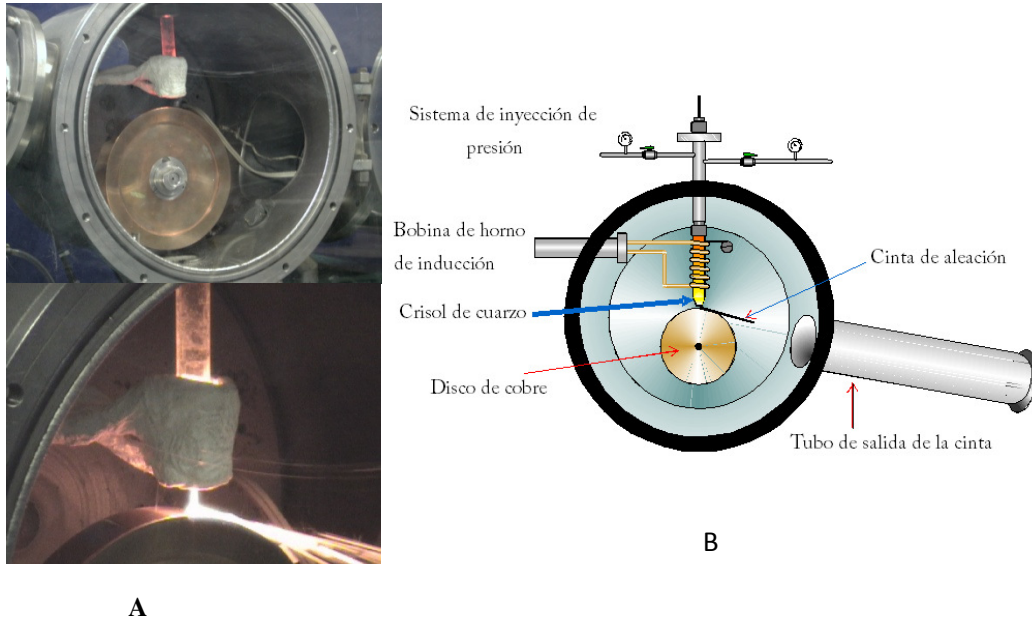


Figura 2.4 A) Equipo de solidificación rápida de disco giratorio IIM-UNAM, B) Esquema de equipo completo

2.2.6 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Para la obtención de cintas por medio del método de enfriamiento rápido se utilizó el equipo de SRDG que se encuentra en el laboratorio de laminación del Instituto de Investigaciones en Materiales.

Se tomo material directamente del lingote obtenido por fundición, el cual fue cortado en pequeños fragmentos. Se utilizó un crisol de cuarzo el cual tenía un orificio de aproximadamente 1 mm en la parte baja. Se realizaron tres purgas en la cámara, las cuales se hicieron a un vacío de 2.4×10^{-2} , después de ellas, se manejo una atmósfera inerte con gas Argón (%99.9999) y con el mismo se realizó la inyección del material fundido sobre la rueda de cobre con una presión de inyección de 5 psi. La velocidad de la rueda fue de 3000 RPM.

2.3 LAMINACIÓN

2.3.1 ESENCIA DEL PROCESO DE LAMINACIÓN

El laminado es un proceso de conformado común para metales. Se usa una laminación para reducir el espesor de la pieza por compresión entre dos rodillos. Cuando se lleva a cabo esta operación a mayor temperatura que la de cristalización del metal, se llama laminado en caliente; si se lleva debajo de esa temperatura, se llama laminado en frío. El laminado en frío aumenta la densidad de dislocaciones y altera la forma, pero no el tamaño promedio de los granos del metal. Este proceso eleva, en general, la resistencia y disminuye la ductilidad del metal.

Como el metal sufre recristalización durante el laminado en caliente, este proceso altera las propiedades microestructurales como: la homogeneidad de la estructura, el tamaño y forma de los granos, y la concentración de defectos puntuales y de línea (dislocaciones). El tamaño de grano del producto laminado en caliente se puede controlar con exactitud seleccionando con cuidado la temperatura de laminación, la cantidad de reducción y la rapidez de laminación. Por consiguiente, el laminado en caliente es un método mucho más poderoso para controlar la microestructura y, en consecuencia, las propiedades de un metal. La variedad de microestructuras que se puede producir con este proceso va desde las muy blandas (es decir, recocidas) hasta las de una gran resistencia (es decir, totalmente endurecidas).

Con el proceso de laminación algunos metales pueden desarrollar microestructuras en la que los granos giran durante la laminación, de tal manera que se alinean ciertas direcciones cristalográficas en la dirección de laminado. Este alineamiento cristalográfico, llamado textura, puede dar como resultado el comportamiento anisotrópico del metal laminado. Esto es, las propiedades como resistencia y la ductibilidad son distintas dependiendo de si se miden en dirección paralela o perpendicular a la de laminación [16].

2.3.2 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

En este trabajo, las muestras para laminación no necesitaron una preparación. Del lingote que se obtuvo de fundición, se tomó una muestra con medidas 100 x 16 x 7 mm y el proceso fue llevado a cabo en una laminadora dual reversible marca *Chicago Gear D.O. James*. En la cual la muestra fue sometida a 24 pasos con una deformación del 10% en cada una, hasta obtener un espesor de 1 mm. Dicha muestra fue usada para llevar a cabo el estudio de análisis dinámico mecánico.



Figura 2.5 Laminadora dual reversible (laboratorio de laminación, IIMV)

2.4 MICROSCOPIA ÓPTICA

2.1.4 OBSERVACIÓN MICROSCÓPICA

La importancia de examinar los elementos estructurales y los defectos (inclusiones y/o porosidad) que modifican las propiedades de los materiales radica, en primer lugar, en asegurar la idónea asociación entre propiedades y estructura (y defectos, como inclusiones y/o porosidades) y, en segundo lugar, en predecir las propiedades de los materiales una vez establecidas estas relaciones.

Algunos granos son de dimensiones macroscópicas y se observan a simple vista. Sin embargo en la mayoría de los materiales, los granos constituyentes son de dimensiones microscópicas, con diámetros del orden de micrómetros ($1\mu\text{m} = 1 \times 10^{-6}$ m.) y sus detalles se deben investigar usando algún tipo de microscopio. Como parte de la microestructura aquí sólo se analizan el tamaño y la forma de los granos.

2.4.2 MICROSCOPIA ÓPTICA

Con el microscopio óptico se utiliza la luz para estudiar la microestructura; sistemas ópticos y de iluminación son los principales elementos. Las distintas regiones de la microestructura originan las diferencias en la reflexión de la luz y estas diferencias producen contrastes en la imagen. Este método suele denominarse metalografía porque los metales fueron los primeros en ser examinados.

Los detalles importantes de la microestructura son revelados después de preparar cuidadosamente las superficies. La superficie a observar debe desbastarse y pulirse hasta que quede como un espejo. Esta condición se consigue utilizando papeles abrasivos (lijas) y polvos (pañó con óxido de aluminio, AlO_3) cada vez más finos. Se revela la microestructura tratando la superficie con un reactivo químico apropiado en un procedimiento denominado “ataque”.

2.4.3 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Para el análisis de microscopía óptica fueron encapsuladas en resina epóxica: muestras del lingote de laminación, cintas de enfriamiento rápido y bloques de enfriamiento rápido de sección transversal y longitudinal.

Posteriormente se siguió con un procedimiento de pulido utilizando lijas del número 280, 400, 600, 1000, 1500 y 2000, posteriormente a esto, se les dio un acabado tipo espejo con alúmina de 3μ y 0.5μ . Y por último se atacó la muestra con reactivo Keller (50 ml H_2O , 15 ml HCl , 25 HNO_3 y 10 ml HF), aplicando el reactivo sobre la superficie de la probeta con intervalos de 10 segundos hasta obtener el revelado de granos.

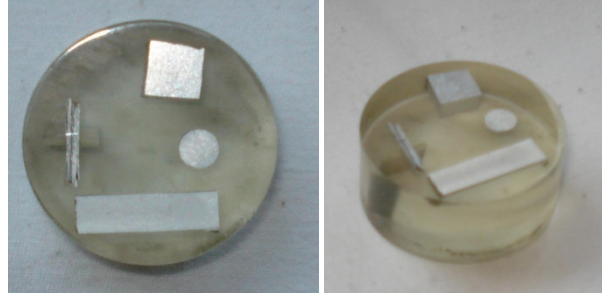


Figura 2. 6 Muestras de fundición, laminación y solidificación rápida en resina epóxica

2.5 DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)

2.5.1 ASPECTOS TEÓRICOS

La difracción de Rayos-X tiene una importante aplicación en el campo de los materiales sólidos, debido a que es posible identificar a los componentes del material así como al sistema cristalino del sólido. De esta manera una gran cantidad de materiales, metálicos o cerámicos pueden ser caracterizados mediante esta técnica, ya que cada compuesto tiene una estructura cristalográfica propia, la cual produce un patrón de difracción propio.

La técnica de caracterización por difracción de Rayos-X provee información para identificar las fases cristalinas presentes y la red cristalina de un material. Además, esta técnica puede proporcionar información relacionada con el grado de cristalización, así como con la orientación de las estructuras cristalinas.

2.5.2 DIFRACCIÓN Y LEY DE BRAGG

La difracción ocurre cuando la radiación interactúa con una estructura regular cuya repetición en distancias es casi la misma que la longitud de onda de la radiación incidente. Esto significa que los Rayos-X pueden ser difractados por materiales sólidos

crystalinos, tienen estructuras atómicas que se repiten regularmente, con una separación atómica del orden de 1 Å.

Cuando ciertas condiciones geométricas son satisfechas, el haz de Rayos-X difractado por un sólido cristalino puede presentar interferencia constructiva y, como consecuencia, se observarán picos máximos en los difractogramas. En 1912, W.L. Bragg estudió la difracción de Rayos-X e identificó los siguientes factores:

1. La distancia similar entre planos en un material cristalino es la distancia interplanar (d), medida en Angstrom (Å).
2. El ángulo de difracción θ es medido en grados. Por razones prácticas, el ángulo del haz difractado no se mide respecto al plano de la muestra, sino con respecto al haz transmitido por lo que el eje x que es en realidad 2θ .
3. La longitud de onda de la radiación-X incidente, representada por λ . En el caso de un blanco de cobre es igual a 1.54 Å.

De acuerdo con Bragg, la difracción de Rayos-X puede ser vista como un proceso similar a la reflexión de planos de átomos en un cristal. Los cristales son iluminados en un ángulo θ y los Rayos -X son desviados con un ángulo también igual a θ , figura 2.7.

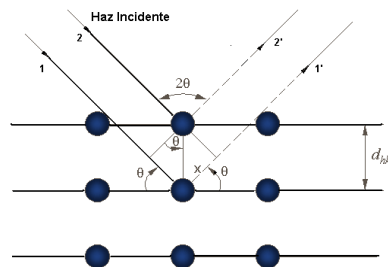


Figura 2. 7 Reflexión de planos cristalinos con espaciamiento d_{hkl} .

Desviación del rayo = 2θ

Diferencia de la trayectoria = $2x = 2d_{hkl} \text{ sen } \theta$

Condición para que ocurra interferencia constructiva:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \text{ sen } \theta \quad (1)$$

Esta ecuación conocida como la ley de Bragg representa la condición para que la difracción tenga lugar en un material.

La derivación de esta expresión es simplificada del todo, pero el resultado es riguroso y puede ser aplicado a cristales de cualquier simetría. Tomando como ejemplo un material con simetría cúbica (como es el caso en el aluminio), tenemos la siguiente relación entre d_{hkl} , a , h , k y l :

$$\frac{1}{d_{hkl}} = \left(\frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \right)^{1/2} \quad (2)$$

Sustituyendo esta expresión en la ecuación de Bragg, resulta

$$\text{sen}^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2) \quad (3)$$

2.5.3 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Las muestras para rayos X no requieren de una forma especial, se tiene que asegurar que la superficie en la cual incide el haz esté completamente plana, la zona irradiada en un principio debe contener un gran número de granos, el no satisfacer este criterio daría origen a una mala estadística de conteo, con lo cual la intensidad de los diferentes picos de difracción sería muy diferente de la reportada por la base JCPDS.

Para este estudio, las muestras de fundición, laminación y enfriamiento rápido fueron cortadas en forma de rectángulo con unas dimensiones aproximadas de 15 x 15 x 2 mm. Las muestras de laminación fueron sometidas a un tratamiento de envejecimiento a 560° y posteriormente sometidas a un tratamiento de precipitación a 250° con

distintos tiempos de permanencia (15, 30, 45, 60, 75, 100 y 115 min.) y posteriormente fueron pulidas. El procedimiento de pulido fue el siguiente: se utilizó lija del número 280, 400, 600, 1000, 1500 y 2000, y por último un acabado con alúmina de 3μ y 0.5μ .

2.6 ANÁLISIS DINÁMICO MECÁNICO (ADM)

Los primeros intentos por aplicar una fuerza oscilatoria para medir la elasticidad de un material lo reporta Poynting en 1909. Fue hasta los años 50's que surgieron los primeros instrumentos comerciales para conocer la estructura molecular y la rigidez del material. En 1955 surgió el Weissenberg Rheogoniometer, aparato que domino la realización de estudios de caracterización de materiales durante cerca de 20 años. Alrededor de 1966, J. Gilham desarrolló el instrumento llamado Péndulo de Torsión (Torsional Braid Analyzer), iniciando la era moderna del Análisis Dinámico Mecánico, seguido de algunos aparatos más que eran complejos en su uso, lentos y con capacidad limitada para analizar los datos. A través de los años, y con el avance en la tecnología y las computadoras, el manejo de los equipos, aunado a la competencia entre las marcas, ha hecho que sea más fácil la interpretación de los resultados, haciendo esta técnica mucho más amigable y completa.

2.6.1 CARACTERÍSTICAS DE ADM

En análisis dinámico mecánico, el espécimen bajo estudio es sujeto a una carga mecánica sinusoidal la cual cambia sobre el tiempo en función de la temperatura. Esto causa en el espécimen una deformación en el mismo periodo. Lo que es medido aquí es la amplitud de la fuerza, la amplitud de la deformación y el desplazamiento de fase $\Delta\delta$ entre la señal de la fuerza y la señal de la deformación.

El resultado obtenido en el análisis dinámico mecánico es el modulo complejo del espécimen. Una condición para esto, es que el espécimen no debe, bajo cualquier circunstancia, ser cargado fuera del rango lineal elástico (rango de hooke).

Se establece una distinción fundamentalmente entre tres diferentes tipos de comportamiento en el espécimen:

1. Especímenes puramente elásticos reaccionan sin algún retraso a la fuerza que se le aplica a este, con un ángulo de fase $\delta = 0$, los especímenes experimentan la pérdida de oscilación libre.
2. Especímenes puramente viscosos alcanzan su máxima deformación cuando la fuerza pasa a través del origen. En este caso el ángulo de fase es por tanto $\delta = \pi/2$ (90°). Convierten la energía de excitación en calor en su totalidad.
3. Materiales viscoelásticos son caracterizados por el hecho de que la deformación de el espécimen sigue la fuerza actuando sobre el espécimen con cierto desfase. Para un cierto ángulo de fase $\Delta\phi$ aplica lo siguiente: $0 < \phi < \pi / 2$. Cuanto mayor es el ángulo de fase, mayor será el amortiguamiento de la oscilación.

DMA puede usarse para determinar:

- Propiedades del material (como el módulo de almacenamiento y el factor de pérdida).
- Temperaturas para caracterizar el comportamiento viscoelástico.
- Amortiguamiento.
- Temperatura de cristalización, en particular- DMA es el método más sensible para esto.
- El comportamiento mecánico dependiente de la frecuencia en los materiales.

2.6.2 PRINCIPIOS DE LA TÉCNICA DE ANÁLISIS DINÁMICO MECÁNICO (ADM)

El principio mediante el cual se realiza el Análisis Dinámico Mecánico se describe a continuación:

Si se toma una muestra de cualquier material y se le aplica una carga sinusoidal, la deformación también será sinusoidal. Esto será reproducible si mantenemos al material en su región elástica. Para cualquier punto de la curva, el esfuerzo aplicado puede determinarse mediante la siguiente expresión:

$$\sigma = \sigma_0 \sin(\omega t)$$

Donde σ es el esfuerzo en el instante de tiempo t , σ_0 es el máximo esfuerzo, ω es la frecuencia de oscilación y t es el tiempo. La curva de deformación dependerá tanto del amortiguamiento viscoso como elástico que presente el material.

La ecuación anterior también se puede escribir en función de la variación de σ con respecto al tiempo:

$$\frac{d\sigma}{dt} = \omega \sigma_0 \cos(\omega t)$$

Un material elástico, lineal e isótropo responderá ante el esfuerzo oscilante que se le aplique de acuerdo con la ley de Hooke, siempre que no se le aplique un esfuerzo mayor que el correspondiente a su límite de fluencia. La deformación en cualquier instante de tiempo será:

$$\varepsilon(t) = E \sigma_0 \sin(\omega t)$$

Donde $\varepsilon(t)$ es la deformación unitaria en cualquier instante de tiempo t , E es el módulo de Young o de elasticidad del material, σ_0 es el máximo esfuerzo en la cresta de la onda sinusoidal y ω es la frecuencia de oscilación. Debido a que el esfuerzo σ y la deformación unitaria ε están relacionadas linealmente por E , también se puede afirmar que:

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t)$$

Donde ε_0 es la deformación correspondiente al máximo esfuerzo. La curva que generan estas deformaciones no está desfasada con respecto a la curva de esfuerzo, y se llama como la porción “en-fase” de la curva.

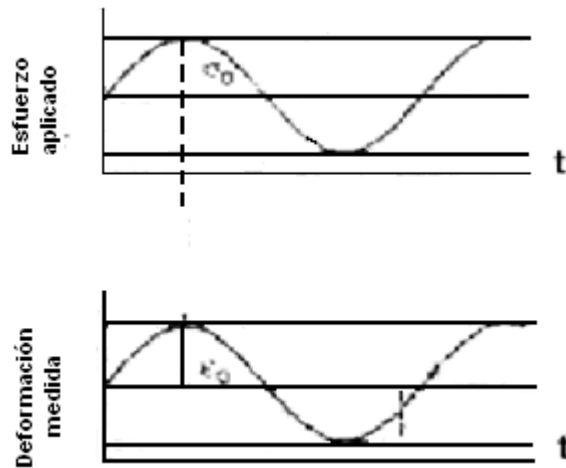


Figura 2. 8 Respuesta de un material elástico ante un esfuerzo aplicado

En los materiales viscosos la respuesta se puede escribir en términos de la deformación:

$$\varepsilon(t) = \eta \frac{d\sigma_0}{dt} = \eta \omega \sigma_0 \cos(\omega t)$$

O

$$\varepsilon(t) = \eta \omega \sigma_0 \sin\left(\omega t + \frac{\pi}{2}\right)$$

Donde η es el coeficiente de viscosidad. Se pueden reemplazar términos, quedando la expresión de la siguiente manera:

$$\varepsilon(t) = \omega \varepsilon_0 \cos(\omega t) = \omega \varepsilon_0 \sin\left(\omega t + \frac{\pi}{2}\right)$$

La curva que genera esta ecuación se muestra en la *figura 2.8*. Un material que no es completamente elástico ni viscoso, es decir viscoelástico, presenta una curva intermedia, como la mostrada en la *figura 2.9*.

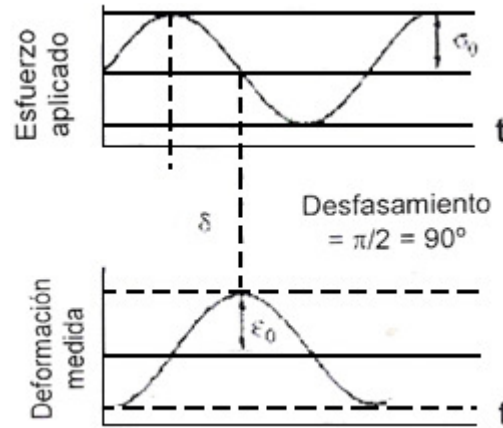


Figura 2.9 Respuesta de un material viscoso ante un esfuerzo aplicado

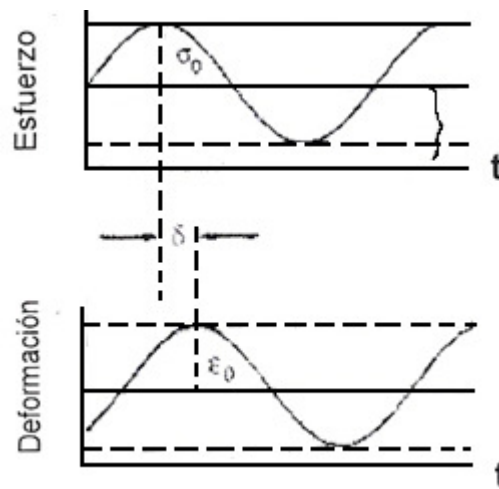


Figura 2.10 Respuesta de un material viscoelástico ante un esfuerzo aplicado

La diferencia entre el esfuerzo aplicado y la deformación resultante es un ángulo δ (ver figura anterior) que puede ser integrado a las ecuaciones anteriores, de tal manera que la respuesta elástica en cualquier instante puede ser ahora escrita como:

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t + \delta)$$

Haciendo uso de conocimientos de trigonometría básica la ecuación anterior puede reescribirse de la siguiente manera:

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0[\sin(\omega t) \cos \delta + \cos(\omega t) \sin \delta]$$

Donde se puede sustituir:

$$\varepsilon' = \varepsilon_0 \sin(\delta)$$

$$\varepsilon'' = \varepsilon_0 \cos(\delta)$$

Sabiendo que el vector suma de estas dos componentes de la deformación total o compleja de la muestra:

$$\varepsilon^* = \varepsilon' + \varepsilon''$$

Esta relación se puede entender matemáticamente mediante el triángulo mostrado en la *figura 2.11*:

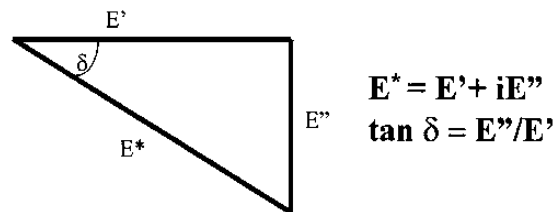


Figura 2. 11 Relaciones de DMA

Físicamente esta aproximación separa un módulo simple (de viscosidad o elasticidad) en dos términos; uno relacionado con el almacenamiento de energía (módulo elástico) y otro relacionado con la pérdida o disipación de energía (módulo viscoso).

Un material que bajo esfuerzo sinusoidal tiene cierta deformación y un ángulo que define la separación entre el máximo esfuerzo y la máxima deformación, puede ser caracterizado mecánicamente mediante un Análisis Dinámico Mecánico. El **módulo de**

almacenamiento (E') es una medida de elasticidad del material e idealmente equivale al módulo de Young y representa la rigidez de un material viscoelástico que es proporcional a la energía almacenada durante un ciclo de carga. Es más o menos igual al módulo elástico de un esfuerzo simple, rápido con poca carga y con deformación reversible. Se calcula mediante la siguiente formula:

$$E' = \left(\frac{\sigma^0}{\varepsilon^0} \right) \cos \delta = \left(\frac{f_0}{bk} \right) \cos \delta$$

Donde δ es el ángulo de fase, b es el factor geométrico de la muestra, f_0 es la fuerza máxima aplicada y k es el máximo desplazamiento que la fuerza genera en la muestra.

La energía que pierde o disipa la muestra durante la prueba es debido a la fricción y movimientos internos en el espécimen, por ejemplo, energía pérdida como calor, y es una medida de la energía vibracional que ha sido vertida durante la vibración y la cual no puede ser recuperada. Esta cantidad se ve reflejada en el **módulo de pérdida**, E'' , también llamado módulo viscoso o imaginario. Este se calcula mediante a la siguiente fórmula:

$$E'' = \left(\frac{\sigma^0}{\varepsilon^0} \right) \sin \delta = \left(\frac{f_0}{bk} \right) \sin \delta$$

Donde δ es el ángulo de fase, b es el factor geométrico de la muestra, f_0 es la fuerza máxima aplicada y k es el máximo desplazamiento que la fuerza genera en la muestra.

La **tangente del ángulo** de fase (δ), también llamada amortiguamiento, es una de las propiedades básicas medidas mediante este análisis. Es un indicador de la eficiencia del material para perder energía mediante el acomodamiento molecular por fricción interna.

Este valor también es un indicador de la relación entre el módulo de pérdida y el almacenamiento, siendo independiente de la geometría utilizada en la probeta. En un material puramente elástico (*figura 2.12*) el esfuerzo y la deformación están en fase ($\delta=0$), esto es, el módulo complejo es la relación de la amplitud del esfuerzo y la amplitud de la deformación y es equivalente al módulo de almacenamiento $E^* = (\delta=0, \text{ por lo tanto } \cos 1 = 0; \text{ sen } 0 = 0, \text{ por lo tanto } E^* = E')$. El acero es un ejemplo de un material casi puramente elástico. En un material puramente viscoso, como un líquido, el ángulo de fase es 90° . En este caso, E^* es igual al módulo de pérdida E'' , la parte viscosa.

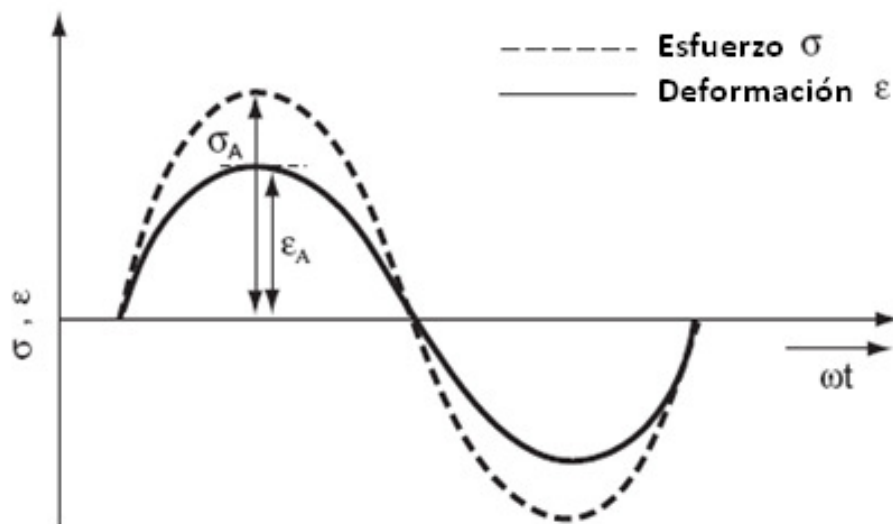


Figura 2. 12 Comportamiento esfuerzo- deformación de un material puramente elástico

Esta propiedad se define como:

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'}$$

El amortiguamiento puede también obtenerse de una curva esfuerzo-deformación en una prueba de carga cíclica. Esta característica se obtiene mediante la normalización

de la energía disipada en un ciclo histerético con respecto a la máxima energía potencial que puede liberar el material.

2.6.3 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Para el presente trabajo se caracterizaron las propiedades dinámicas de la aleación Al-5%wt Mg en un DMA Q800 de la marca “TA instruments”, para el cual se utilizó también el equipo para pruebas en cantiléver triple. Las condiciones de las muestras fueron las siguientes:

MUESTRA	DIMENSIONES	TRATAMIENTO TÉRMICO	CARACTERÍSTICAS
FUNDICIÓN	5 [mm] ancho x 50 [mm] largo	Ninguno	-Tomadas directamente del lingote de fundición y desbastadas hasta obtener el espesor deseado
LAMINACIÓN	5 [mm] ancho x 50 [mm] largo	Envejecimiento (550 °C)	
ENFRIAMIENTO RÁPIDO	5 [mm] ancho x 50 [mm] largo	Ninguno	- 3500 RPM velocidad del disco - Presión de inyección: 16.5 [psi]

Tabla 2. 2 Características de las muestras para ADM

Ya obtenidas las muestras en forma de cintas con las medidas deseadas, se preparo el equipo de ADM con los parámetros siguientes:

- La temperatura de muestra se llevó de T_{ambiente} a 270 °C.
- Se realizó un barrido de temperatura de 5 °C/min.
- Se manejaron 2 amplitudes de deformación, 5 μm y 20 μm .

- Se utilizaron 4 diferentes frecuencias para la aplicación de la deformación, las cuales fueron: 0.5 Hz, 1 Hz, 10 Hz, 50 Hz.

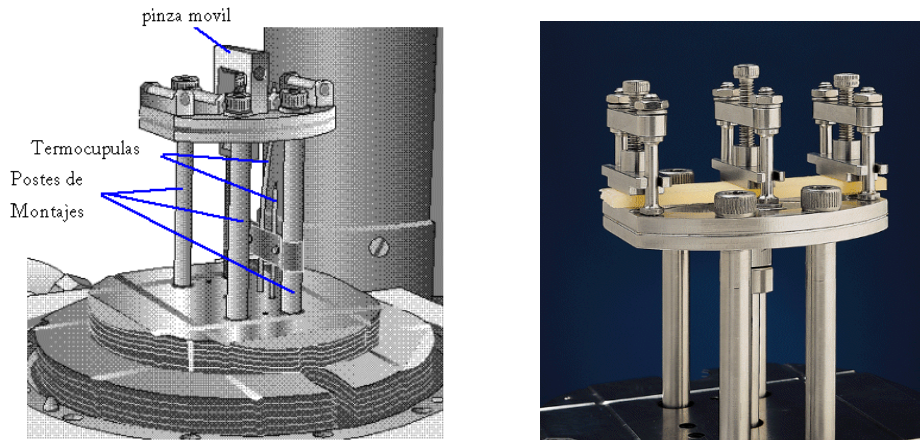


Figura 2. 13 DMA Q800

2.7 DSC

2.7.1 ASPECTOS TEÓRICOS

La calorimetría diferencial de barrido por sus siglas en ingles (DSC) es una técnica utilizada para medir la energía necesaria para establecer una temperatura de referencia entre una substancia y un material inerte, como los dos especímenes están al mismo régimen de temperaturas en un entorno calentado o enfriado a una velocidad controlada [17].

Un DSC monitorea los efectos asociados con la transición de fases y reacciones químicas como funciones de la temperatura. En un DSC la diferencia en el flujo de calor para la muestra y una referencia a la misma temperatura, es registrada como función de la temperatura. La referencia es un material inerte como la alúmina o sólo un recipiente vacío de aluminio. La temperatura de ambas muestras es incrementada a un ritmo constante. El DSC es realizado a presión constante, el flujo de calor es equivalente a los cambios de entalpia:

$$\left(\frac{dq}{dt}\right)_p = \frac{dH}{dt}$$

Y pueden ser positivos o negativos. En un proceso endotérmico como en la mayoría de las fases de transición, el calor es absorbido, y debido a esto el flujo de calor a la muestra es mayor que a la referencia, por lo tanto $\Delta dH/dt$ es positivo. En un proceso exotérmico, como la cristalización, reacciones de oxidación y algunas reacciones de descomposición, es todo lo contrario y $\Delta dH/dt$ es negativo.

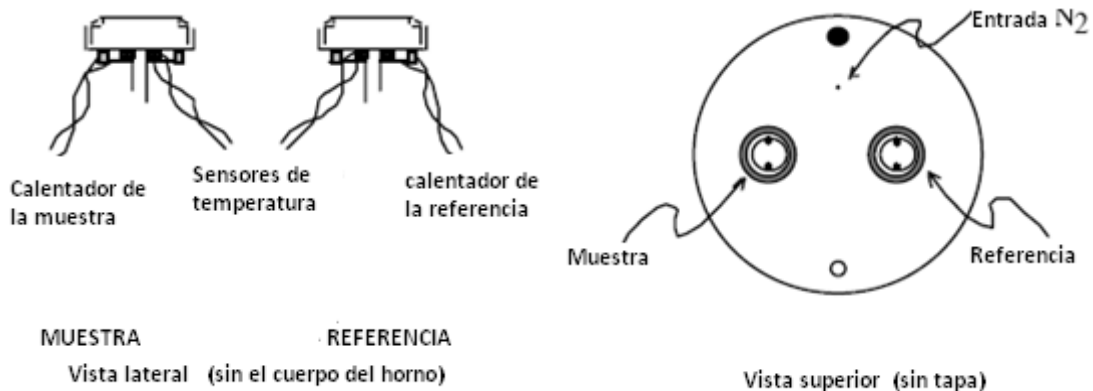


Figura 2. 14 Componentes de un DSC

Un diagrama esquemático de un DSC es presentado a continuación en la *figura 2.15*. Un flujo de gas nitrógeno es mantenido sobre las muestras para crear una atmósfera reproducible y seca. La atmósfera de nitrógeno también elimina la oxidación del aire en las muestras a altas temperaturas. La muestra es cerrada dentro de un pequeño recipiente de aluminio. La referencia usualmente es un recipiente vacío y cubierto. Los recipientes tienen la capacidad de almacenamiento cerca de 10 mg material.

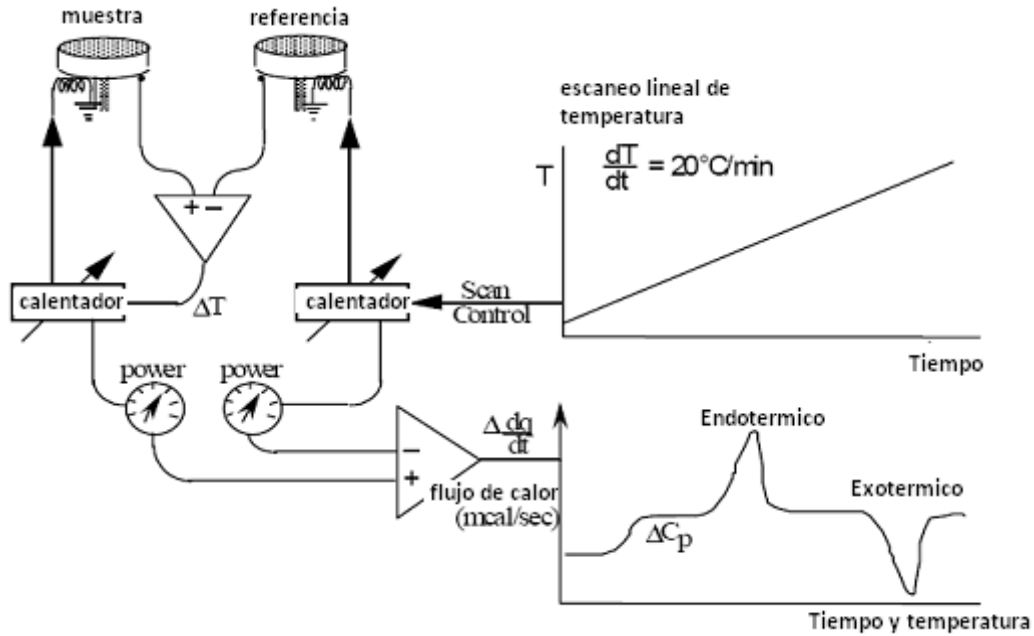


Figura 2. 15 Esquema de funcionamiento de un DSC

TIPOS DE DSC

En la actualidad se manejan dos diferentes tipos de equipos para DSC, que son: los de tipo de compensación de energía y los de flujo de calor intenso. En la figura 2.16 se muestra un esquema de ambos DSC.

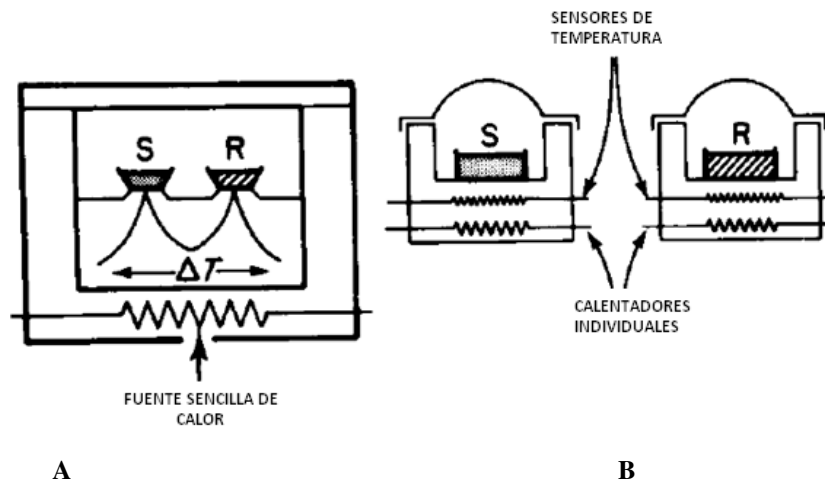


Figura 2. 16 DSC de flujo intenso de calor. (B) DSC de compensación de energía

En este estudio, se utilizó un DSC del tipo de flujo de calor intenso, por lo cual a continuación se describirá brevemente su funcionamiento:

En un DSC de flujo de calor intenso la muestra y la referencia son conectadas por una ruta de baja resistencia al flujo de calor (disco metálico). El montaje es encerrado en un horno simple. La entalpia o capacidad calorífica cambia en la muestra a causa de una diferencia en su temperatura en comparación con la referencia. La diferencia de temperatura es registrada y relacionada al cambio de entalpia en la muestra.

2.7.2 PREPARACIÓN DE MUESTRAS

Para el análisis por DSC se tomaron muestras de fundición, enfriamiento rápido (cintas) y laminación, estas últimas preparadas de la misma forma que se hizo para el análisis dinámico mecánico. Para la obtención de muestras se utilizó un sacabocados, con el cual se obtuvieron discos de aproximadamente 5 mm de radio y 1mm de espesor. Después de utilizó una lija 1500 para darle un acabado uniforme en las caras, esto con el fin de tener una superficie plana para tener un mejor contacto entre la muestra y el recipiente.

Las condiciones para este estudio fueron:

Se hizo un barrido de temperatura de temperatura ambiente hasta 280 °C en cada una de las muestras.

Para la muestra de laminación, también se realizó un proceso isotérmico haciendo mediciones sólo en el intervalo de temperaturas de 40 a 80 °C.

CAPÍTULO III

Los resultados obtenidos de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido de las muestras de fundición, enfriamiento rápido (cintas) y las muestras laminadas son presentados a continuación:

1.1 ANÁLISIS DE RESULTADOS POR MICROSCOPIA

1.1.1 FUNDICIÓN

En la *figura 3.1* se observa la micrografía de las muestras que se obtuvieron en fundición, el ataque realizado (ver la *sección 2.4.3*) reveló tanto la estructura macroscópica debido a la solidificación de la aleación, así como la microestructura de la misma. De las micrografías se puede observar que la estructura macroscópica está conformada de granos de morfología irregular siguiendo el frente de solidificación, el tamaño de estos también es irregular presentando tamaños desde 100 micras hasta 500 micras.

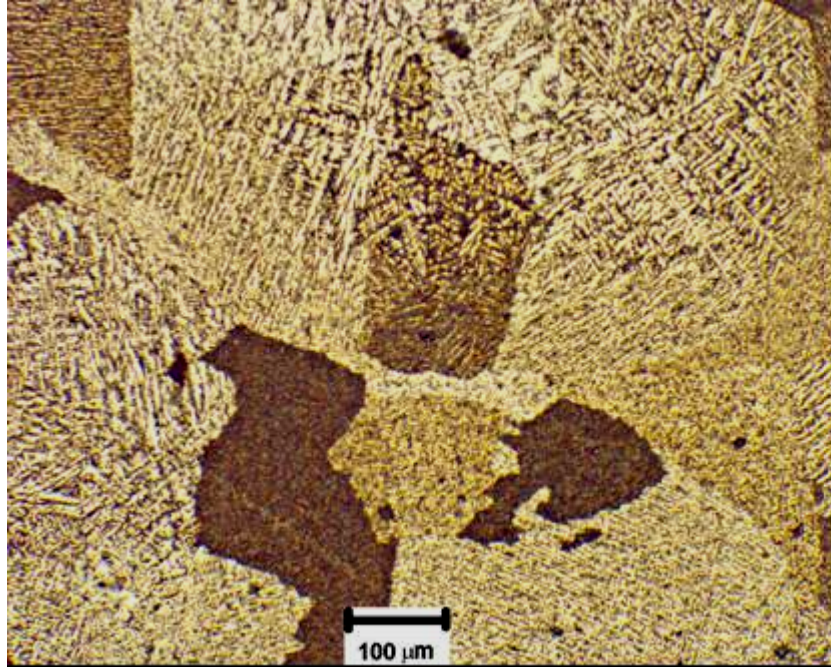


Figura 3. 1 *Muestra de fundición en microscopio óptico (Macroestructura).10x*

En la *figura 3.2* se observa la microestructura de la muestra, la cual presenta una estructura de tipo columnar dendrítica cuyo tamaño de brazos primarios de la misma es de aproximadamente entre 100 y 200 μm y los brazos secundarios tiene un tamaño aproximado de entre 25 μm y 50 μm.

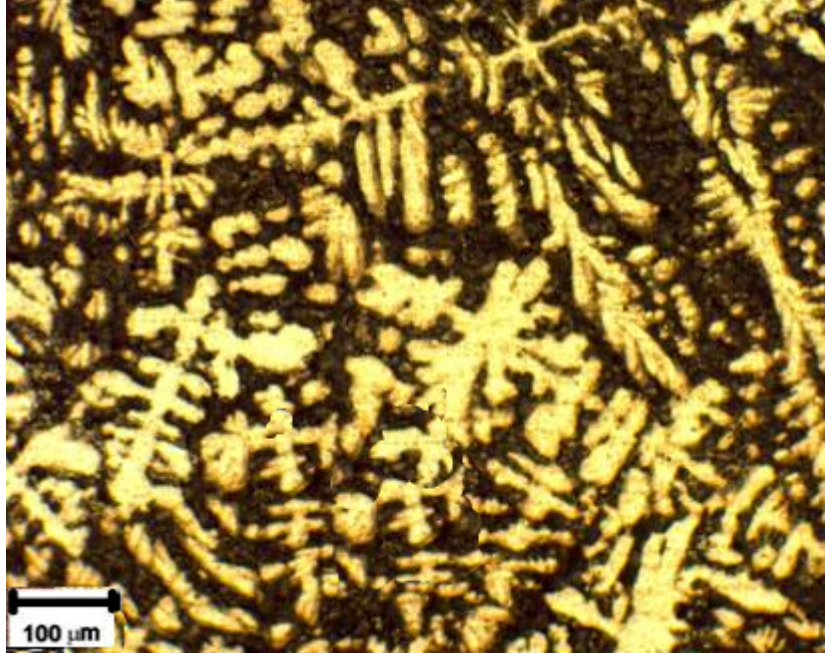


Figura 3. 2 Muestra de fundición vista en microscopio óptico (microestructura). 10x

En la muestra que se obtuvo por MEB (*figura 3.4*) se observa que la muestra tiene una distribución uniforme de los elementos que la componen, lo cual fue corroborado por un análisis de EDS mostrado en la *figura 3.3*, en el cual se puede observar la composición general de la muestra en laminación y los porcentajes en peso de los elementos que la conforman.

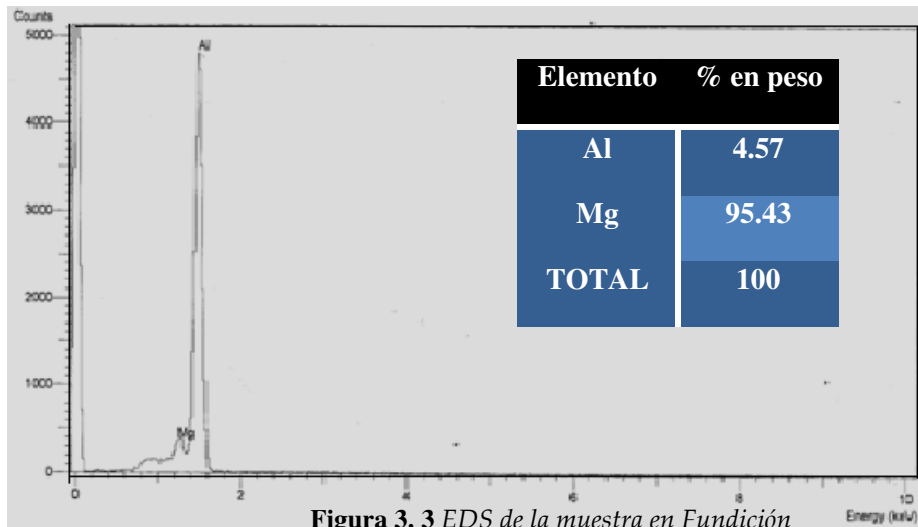


Figura 3. 3 EDS de la muestra en Fundición

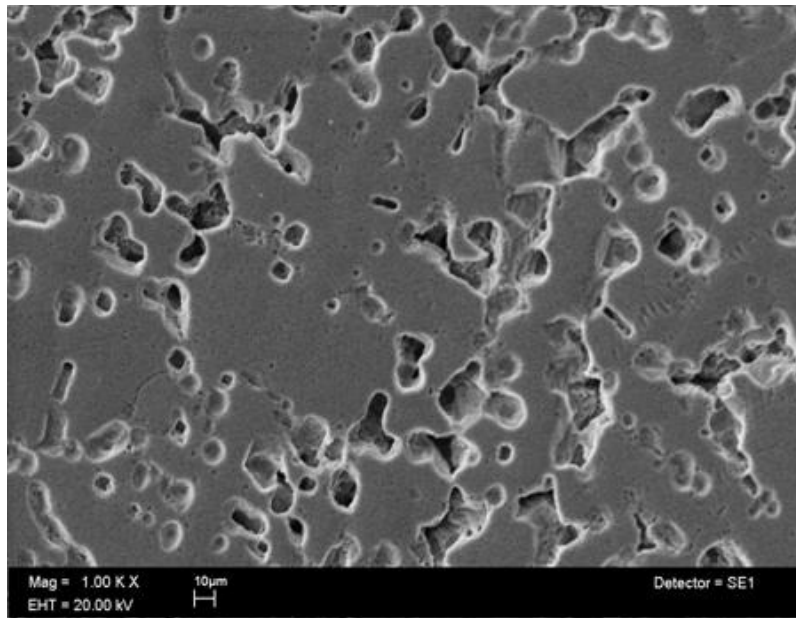


Figura 3. 4 *Muestra de fundición vista en SEM*

1.1.2 SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA

En la *figura 3.5* se muestra la morfología de las cintas obtenidas por el método de enfriamiento rápido. Las cintas fabricadas con una velocidad de 1000RPM presentaron un espesor que oscila entre 50 y 100 micras, mientras que las cintas obtenidas a una velocidad de 3000 RPM presentaron espesores que oscilan entre 50 y 25 micras. Las variaciones de espesor que se obtuvieron son provocadas por la velocidad de giro del disco.

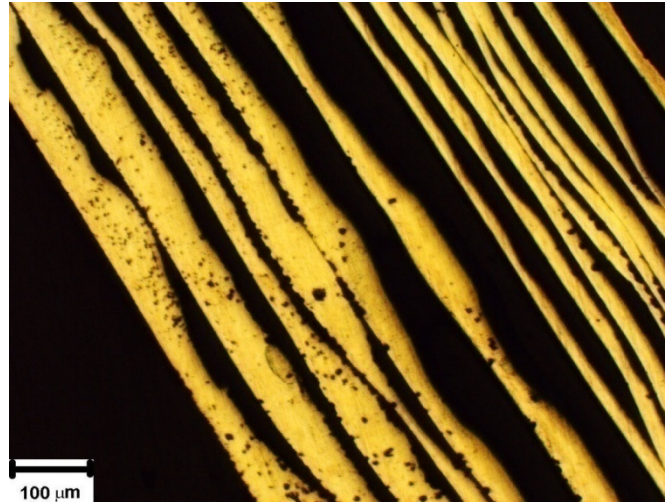


Figura 3. 5 Muestras de enfriamiento rápido (cintas) en microscopio óptic. 10x

La figura 3.6 muestra una cinta vista por la técnica de MEB, en la que se puede observar una estructura de granos columnares en la sección en contacto con la rueda de cobre (ver sección 2.2.2), por otro lado, se observó una estructura refinada en la cara de la cinta que se encuentra en contacto con el aire lo cual nos muestra la dirección de la solidificación que sufrió el material.

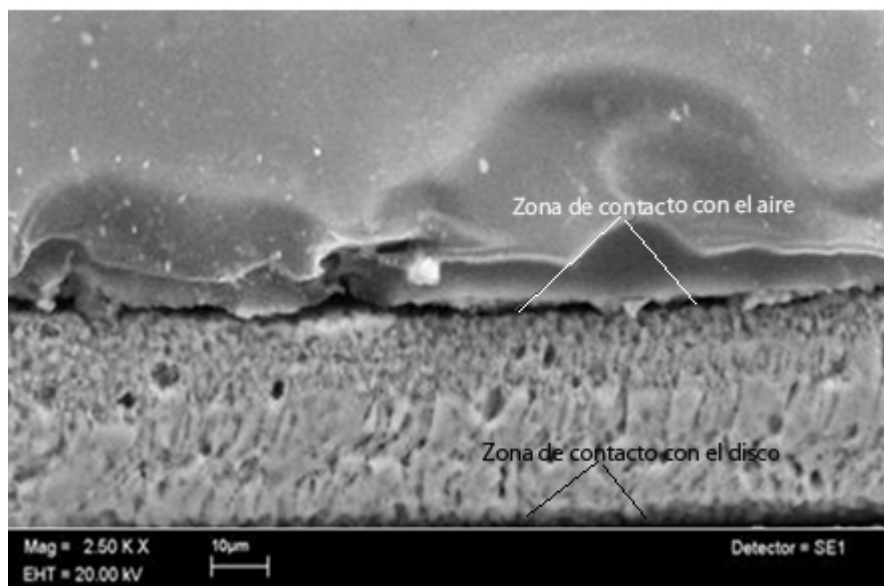


Figura 3. 6 Muestras de enfriamiento rápido (cintas) en SEM

1.1.3 LAMINACIÓN

Las muestras sometidas al proceso de laminación mostradas en la *figura 3.7 y 3.8* presentan una estructura de tipo granos equiaxiados con un tamaño aproximado de 15 μm . Este tipo de estructura se obtuvo posterior al proceso de laminación lo cual rompió la estructura dendrítica de fundición. Cabe mencionar que las muestras laminadas fueron sometidas a un tratamiento de solución sólida (ver *sección 1.6.3*).

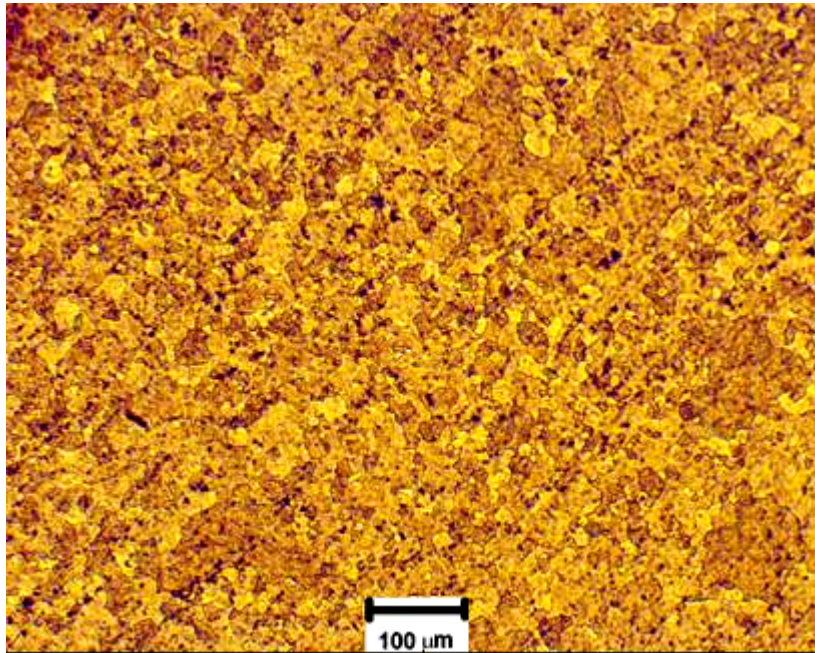


Figura 3. 7 Muestra en laminación vista en microscopio óptico. 10x

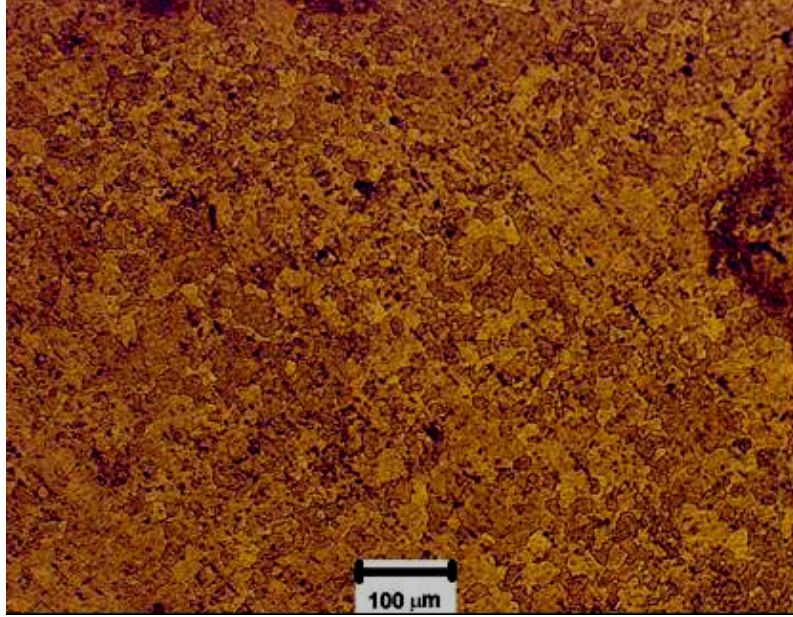


Figura 3. 8 *Muestra en laminación vista en microscopio óptico (B). 10x*

1.2 ANÁLISIS DE RESULTADOS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X

A continuación se presentan los resultados para cada uno de las muestras ensayadas.

1.2.1 FUNDICIÓN

En la *figura 3.10* se muestra el difractograma que se le realizó a la muestra de fundición. Éste se compara con los planos correspondientes al aluminio (JCPDS 003-0932) *figura 3.9*, dichos planos están representados en la *figura 3.10* con la línea punteada para poder apreciar el desplazamiento de los planos. Por otro lado, la *tabla 3.1* presenta los ángulos correspondientes a los valores teóricos y experimentales, en donde se puede apreciar el corrimiento existente entre el difractograma obtenido para la muestra en fundición.

Se puede apreciar el desfase de ángulo el cual para el pico más representativo correspondiente al plano (1 1 1) es de 0.343 grados, con respecto al reportado en la ficha JCPDS003-0932 (38.781 - 2θ) el cual se presenta en la tabla 3.1, en donde podemos observar que el corrimiento mencionado también se presenta en los demás picos, teniendo valores entre 0.3 y 0.4 grados de corrimiento. Cabe mencionar que para el plano (4 0 0), se presentó el valor máximo de corrimiento angular presentado de 0.864 grados y un corrimiento mínimo de 0.015 grados para el plano (2 0 0).

PLANOS	VALOR TEÓRICO 2θ	VALOR EXPERIMENTAL 2θ	DIFERENCIA
1 1 1	38.781	38.438	0.343
2 0 0	44.597	44.582	0.015
2 2 0	65.182	64.864	0.318
3 1 1	78.3	77.903	0.397
2 2 2	82.346	82.052	0.294
4 0 0	99.392	98.528	0.864

Tabla 3. 1 Comparativa de ángulos en la muestra de fundición

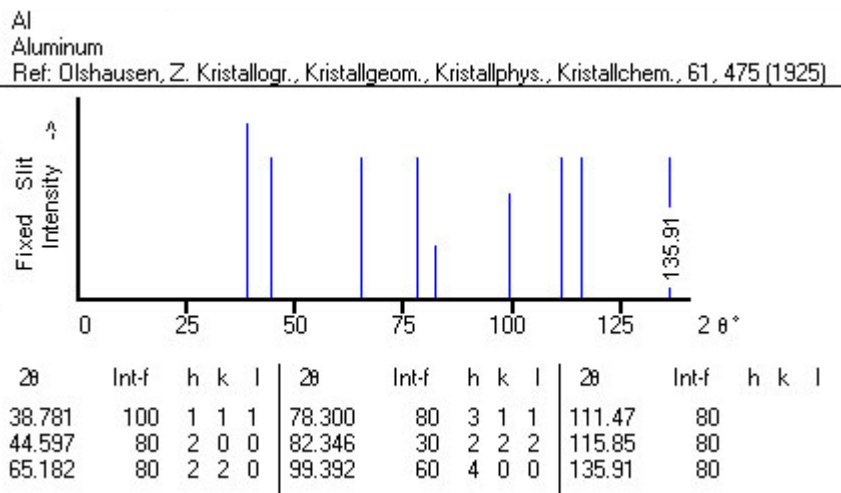


Figura 3. 9 Ficha JCPDS 003-0932 del aluminio

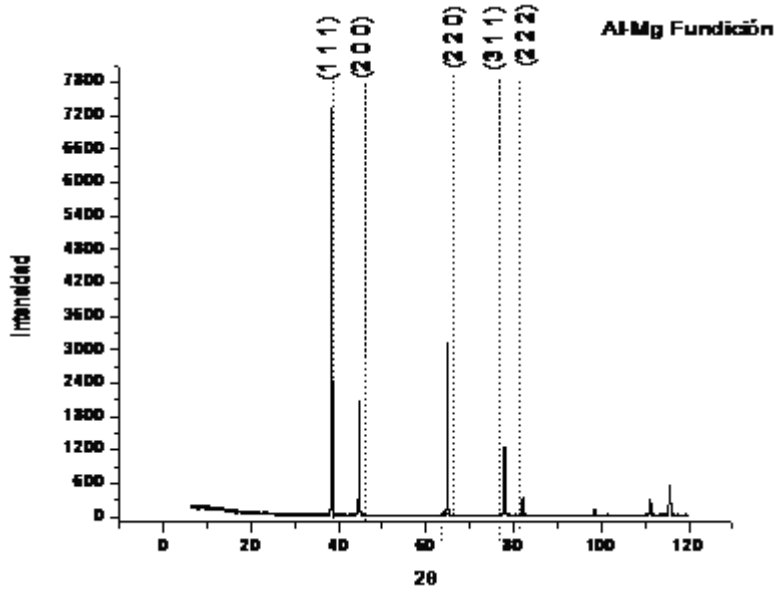


Figura 3. 10 DRX de la muestra de Fundición

1.2.2 SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA

En la *figura 3.11* se puede observar el difractograma de la muestra de enfriamiento rápido, en donde se también se aprecia un desfaseamiento en el ángulo respecto a la *figura 3.9*. La tabla 3.2 presenta el desfaseamiento en ángulo para cada plano, en donde se puede ver que para el plano (1 1 1), el corrimiento es el mismo que para el caso de la muestra de fundición. A diferencia de la *figura 3.10*, en este gráfico se observa que el pico que corresponde al plano (1 1 1), tiene una mayor intensidad (50000), también se puede ver que en los demás picos la intensidad disminuye, esto se le atribuye al proceso de solidificación rápida en el que debido a la velocidad de solidificación, la muestra adquiere una textura [18], la cual se puede observar en la microestructura de las cintas, ver *figura 3.6*, en donde el crecimiento de los granos se observa en la dirección de solidificación.

PLANOS	VALOR TEÓRICO 2θ	VALOR EXPERIMENTAL 2θ	DIFERENCIA
1 1 1	38.781	38.473	0.308
2 0 0	44.597	44.647	0.05
2 2 0	65.182	64.897	0.285
3 1 1	78.3	77.928	0.372
2 2 2	82.346	82.103	0.243

Tabla 3. 2 Comparativa de Ángulos en muestra de enfriamiento rápido (cintas)

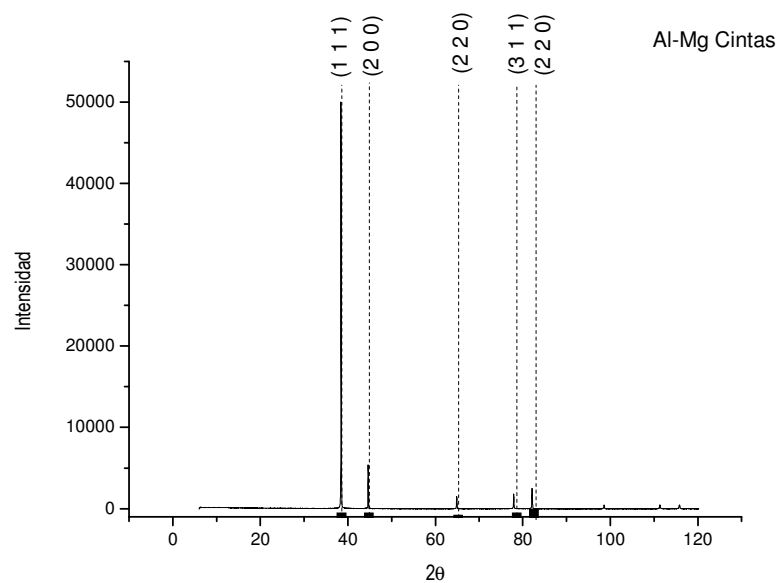


Figura 3. 11 Diffractograma de la muestra de enfriamiento rápido (cintas)

1.2.3 LAMINACIÓN

El difractograma de la muestra en laminación, *figura 3.12*, mostró de igual manera un desfaseamiento en el ángulo comparado con los valores patrones de la ficha JCPDS 003-0932 correspondiente al aluminio, este corrimiento en los picos está cuantificado

en la *tabla 3.3*, en la que se puede observar que el menor corrimiento fue en el plano (2 0 0), el cual presentó una diferencia de 0.015, y el mayor desfase se observó en el plano (2 2 0), con una diferencia entre ángulos de 0.338.

Por otro lado, se puede observar en la *figura 3.12* que el plano de mayor intensidad fue el (2 0 0), a diferencia con el difractograma correspondiente a la muestra de solidificación rápida, en donde el plano de mayor intensidad fue el (1 1 1).

PLANOS	VALOR TEÓRICO 2θ	VALOR EXPERIMENTAL 2θ	DIFERENCIA
1 1 1	38.781	38.497	0.284
2 0 0	44.597	44.725	0.015
2 2 0	65.182	64.957	0.225
3 1 1	78.3	77.962	0.338
2 2 2	82.346	82.058	0.288

Tabla 3. 3 *Comparativa de ángulos en la muestra en laminación*

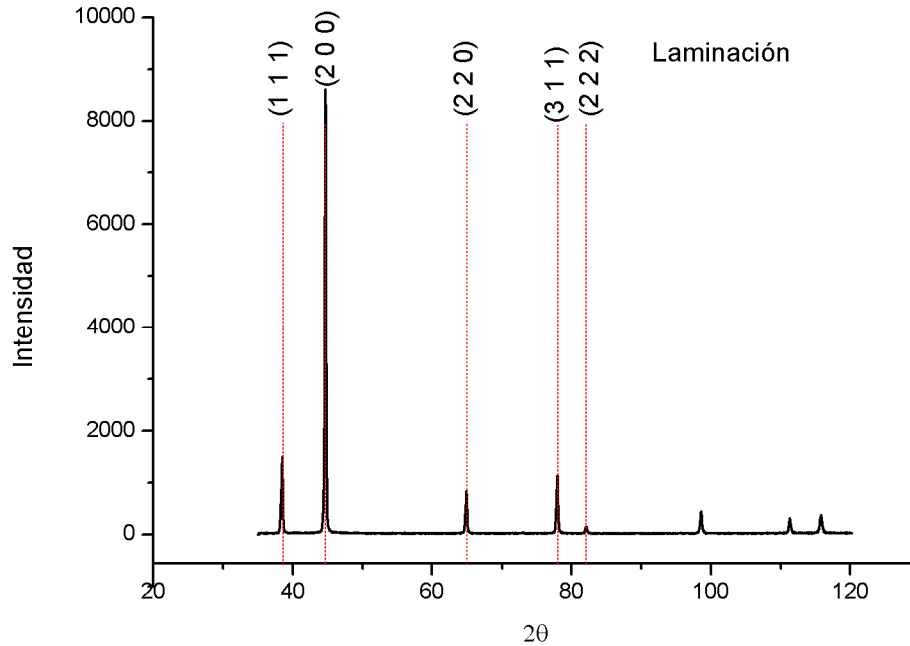


Figura 3. 12 *Difractograma de la muestra en laminación*

1.3 DISCUSIÓN

Con los resultados del análisis de difracción de rayos X al cual fueron sometidas las muestras de este estudio, podemos ver un ángulo de desfaseamiento con respecto al difractograma del aluminio referenciado en la ficha JCPDS 003-0932 (*figura 3.9*). Dicho corrimiento se le adjudica al magnesio, el cual se encuentra inmerso en la red cristalina del aluminio, esto puede comprobarse por el desfaseamiento previamente comentado, lo cual nos indica que la red cristalina del aluminio está siendo distorsionada, lo que es posible corroborar en el difractograma obtenido por DRX en el cual se presentó un corrimiento de los picos hacia la izquierda con lo que se puede decir que la deformación es ocasionada por una expansión en la red.

Por otro lado, en las muestras obtenidas por enfriamiento rápido y laminación presentaron para los planos (1 0 0) y (2 0 0), respectivamente una mayor intensidad que en los demás planos, esto es un indicativo de que con los procesos de

solidificación rápida y laminación, el material adquiere una orientación preferencial. En el caso de la muestra en solidificación rápida esta orientación es debida al frente de solidificación generada por el proceso. Y en la muestra en laminación, dicha orientación preferencial que obtiene el material debido al proceso de laminación al que fue sometido. Ocasionando una orientación preferencial en la dirección (2 0 0), debido al proceso de laminación.

1.4 DISCUSIÓN DE LA MICROESTRUCURA

Con las imágenes que se obtuvieron con microcopia óptica y microscopia electrónica de barrido se observaron tanto la macroestructura como la microestructura que se obtuvieron mediante el proceso de solidificación después del proceso de fundición. La muestra presentó una macroestructura de tipo columnar de mayores a 100 μm , estos granos están constituidos por estructura dendrítica la cual se forma debido a la velocidad de solidificación, la cual permite segregación del soluto (que en este caso es el magnesio), hacia una matriz solvente de aluminio durante el proceso de solidificación.

Las muestras de enfriamiento rápido presentaron una microestructura de tipo columnar a partir de la zona de contacto con el disco de cobre, por encima de esta estructura se observa una estructura de granos equiaxiados de un tamaño aproximado de 1 μm , como se observa en la *figura 3.6*. Esto se puede explicar en función del proceso de solidificación rápida ya que las velocidades de solidificación reportadas en este proceso son aproximadamente 1×10^6 $^{\circ}\text{C}/\text{seg}$, presentándose el frente de solidificación en dirección del alto gradiente de temperaturas, el cual inicia en la zona en contacto con la superficie del disco de cobre siguiendo en dirección de la zona en contacto con el aire.

Por otro lado, no fue posible observar el magnesio debido a la alta miscibilidad del magnesio en el aluminio. Sin embargo, por difracción de rayos X se pudo observar un desfaseamiento en los picos del difractograma en comparación con la ficha JCPDS 003-0932 del aluminio. Este desfaseamiento es ocasionado por el magnesio, el cual se

encuentra inmerso en la red cristalina del aluminio provocando una distorsión en la misma, lo que ocasiona el corrimiento antes mencionado y como se detalla en las *figuras 3.10, 3.11 y 3.12.*

1.5 RESULTADOS DEL ANÁLISIS DINÁMICO MECÁNICO

1.5.1 FUNDICIÓN

1.5.1.1 *MÓDULO DE ALMACENAMIENTO (MA)*

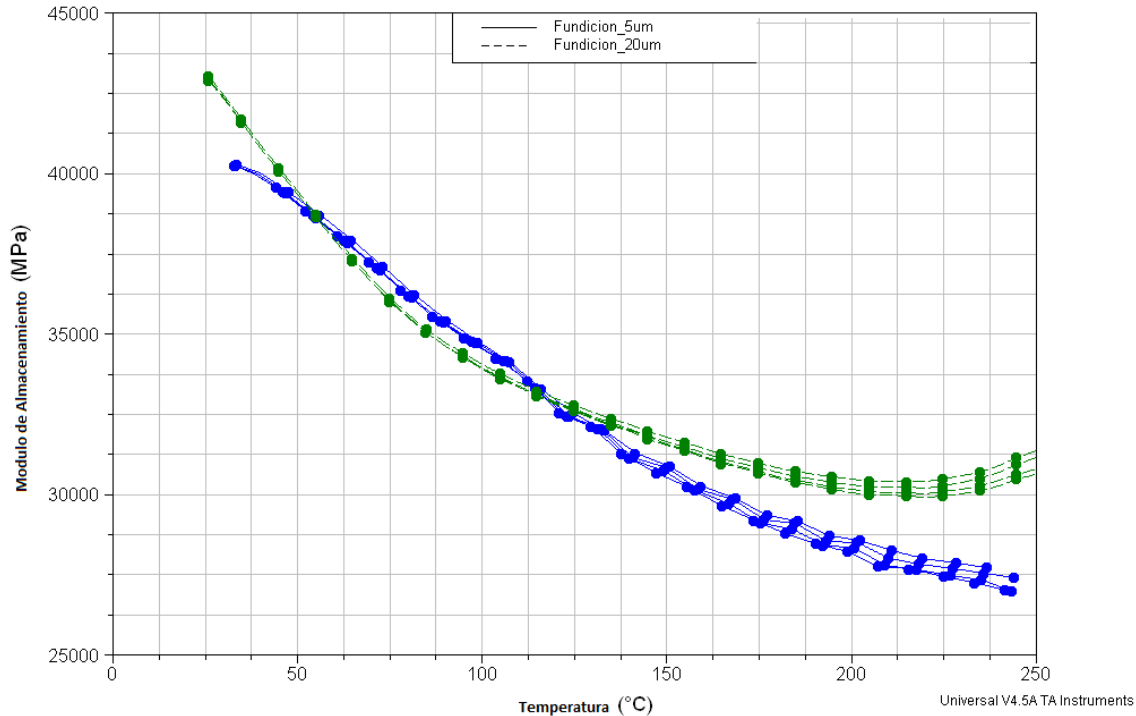


Figura 3. 13 *Módulo de Almacenamiento para una muestra en fundición Al-Mg*

En la *figura 3.13* se puede observar el comportamiento del módulo de almacenamiento de una muestra obtenida directamente de fundición. En el gráfico se puede dar seguimiento al comportamiento en función de las frecuencias (.05, 1, 10 y 50 Hz) y las amplitudes de deformación (5micras y 20 micras). Para el caso de la muestra sometida a 5 micras de amplitud se observa un comportamiento decreciente en el módulo conforme la temperatura aumenta. Por otro lado, para la muestra sometida a 20 micras de deformación se observa un comportamiento decreciente que va de 43500 hasta 32000 [MPa], posterior a este intervalo de temperatura se observó un aumento en el MA de 215 a 250 °C.

La variación en el comportamiento del módulo es únicamente debido a la deformación provocada por las diferentes amplitudes, lo cual nos indica que la deformación es una variable que es función de la respuesta dinámica del material. Sabiendo que tenemos una estructura dendrítica del material obtenido por fundición (ver *figura 3.2*), lo cual será discutido más adelante.

1.5.1.2 AMORTIGUAMIENTO MECÁNICO

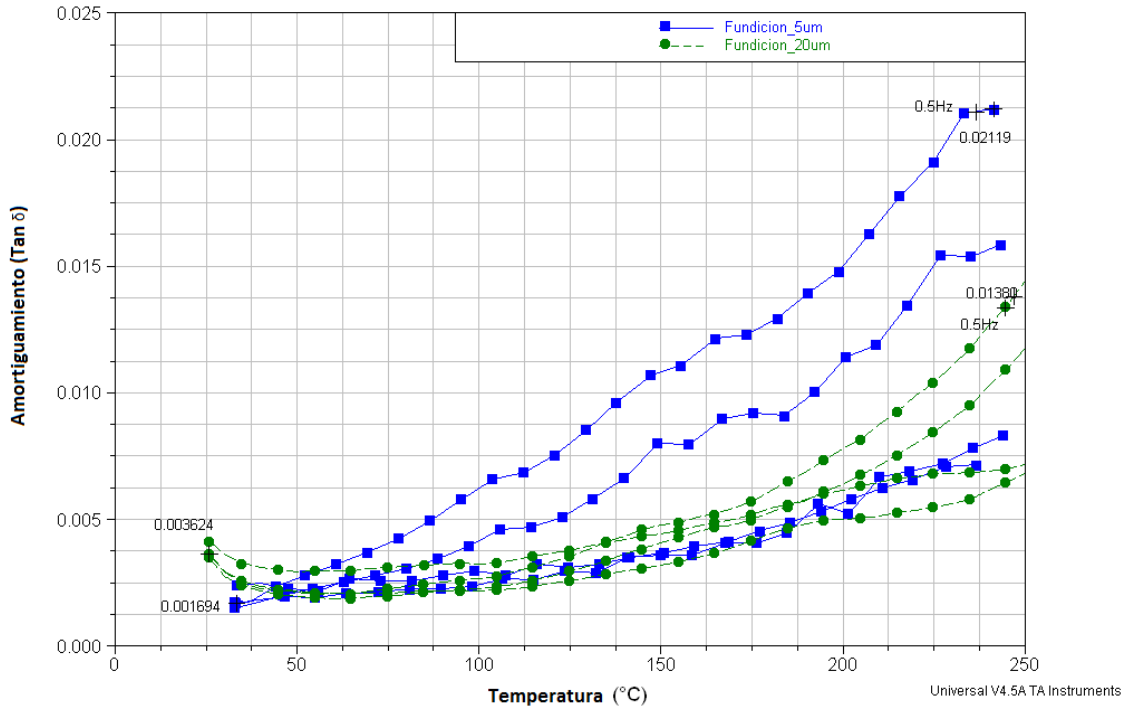


Figura 3. 14 Amortiguamiento mecánico de la muestra en fundición

En la *figura 3.14* se observa el comportamiento del amortiguamiento mecánico ($\tan \delta$) en función de las frecuencias y amplitudes presentadas por el material en fundición. En el gráfico se puede ver la diferencia de valores entre ambas muestras, las cuales presentan una tendencia creciente, sin embargo la que presenta los mayores valores de amortiguamiento (0.02119) corresponde a la muestra sometida a una amplitud de 5μ y la menor frecuencia utilizada (0.5 Hz). La muestra correspondiente a una amplitud de 5μ presenta, al inicio del análisis, un menor valor para $\tan \delta$ (0.001694) con respecto a la muestra sometida a 20μ (0.003624), pero como podemos observar en la *figura 3.14*, conforme la temperatura aumenta, los valores de $\tan \delta$ son mayores, lo cual se traduce como un mayor amortiguamiento para la muestra a la cual se le aplicó una deformación de 5μ . Dicho comportamiento será analizado más adelante.

En este gráfico de manera similar que en el anterior, podemos ver que a bajas frecuencias el valor de $\tan \delta$ aumenta de manera significativa a diferencia de las demás frecuencias. Esto se explica de la siguiente manera: como es sabido, el módulo dinámico de un material está compuesto de una parte real y una imaginaria, la parte real representa el módulo de almacenamiento y la parte imaginaria el módulo de pérdida, estas medidas pueden ser relacionadas directamente con la $\tan \delta$, que es el cociente de dichos módulos, como $\tan \delta$ representa la fricción interna del material, por lo tanto se dice que el material tiene un mayor rango de medición a bajas frecuencias y la fricción interna debida a los mecanismos de relajación provocada por la deformación a la que está sometida el material, es mayor que a frecuencias mayores.

1.5.2 LAMINACIÓN

1.5.2.1 MÓDULO DE ALMACENAMIENTO (MA)

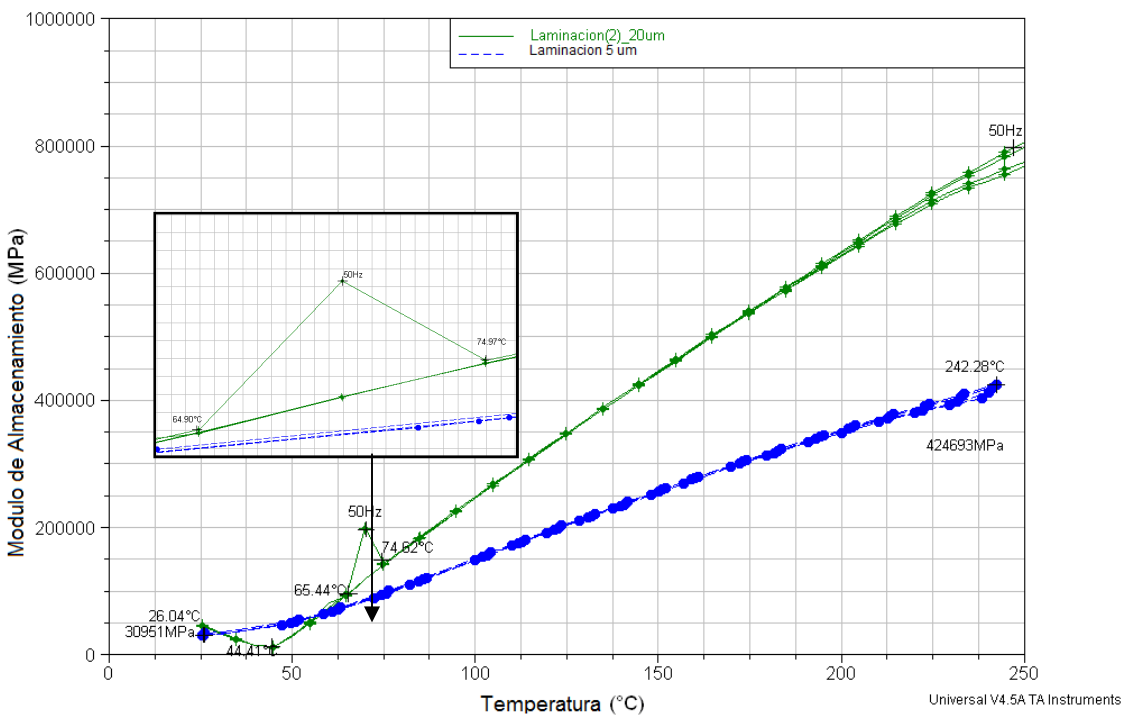


Figura 3. 15 Módulo de almacenamiento muestra de laminación

En la figura 3.15 se presenta el comportamiento del módulo de almacenamiento (MA) en muestras previamente sometidas en un proceso de laminación. En el gráfico se

pueden observar que el MA tiene un comportamiento creciente en ambas muestras; siendo éste mayor en la muestra a la cual se le aplicó una deformación de 20μ . En esta muestra el aumento del MA es claramente significativo comparada con la muestra cuyo valor de deformación es de 5μ , ya que esta última presenta un comportamiento creciente a temperatura ambiente y 30951MPa , y su valor máximo es de 424396MPa a una temperatura de $242.28\text{ }^{\circ}\text{C}$. Por otro lado, la muestra con deformación de 20μ tiene un comportamiento creciente con una pendediente mayor la muestra mencionada anteriormente. Esta muestra presenta al inicio de la curva (26.04°C) un decremento en el valor del MA llegando a un mínimo (12144MPa a una temperatura de $44.41\text{ }^{\circ}\text{C}$) pasando este punto se puede observar un comportamiento creciente alcanzando un valor máximo de 804316MPa a una temperatura de $250\text{ }^{\circ}\text{C}$. También esta muestra presenta un *comportamiento discontinuo*; Para este estudio se repitió en tres ocasiones el análisis de la muestra con amplitud de deformación de 20μ , para corroborar la presencia de la anomalía, la cual fue reproducible en los tres análisis en el intervalo de temperaturas ($65.44 - 74.82\text{ }^{\circ}\text{C}$) y una frecuencia de 50 Hz . La discusión de este comportamiento y sus causas seran comentados en la siguiente seccion.

1.5.2.2 AMORTIGUAMIENTO MECÁNICO

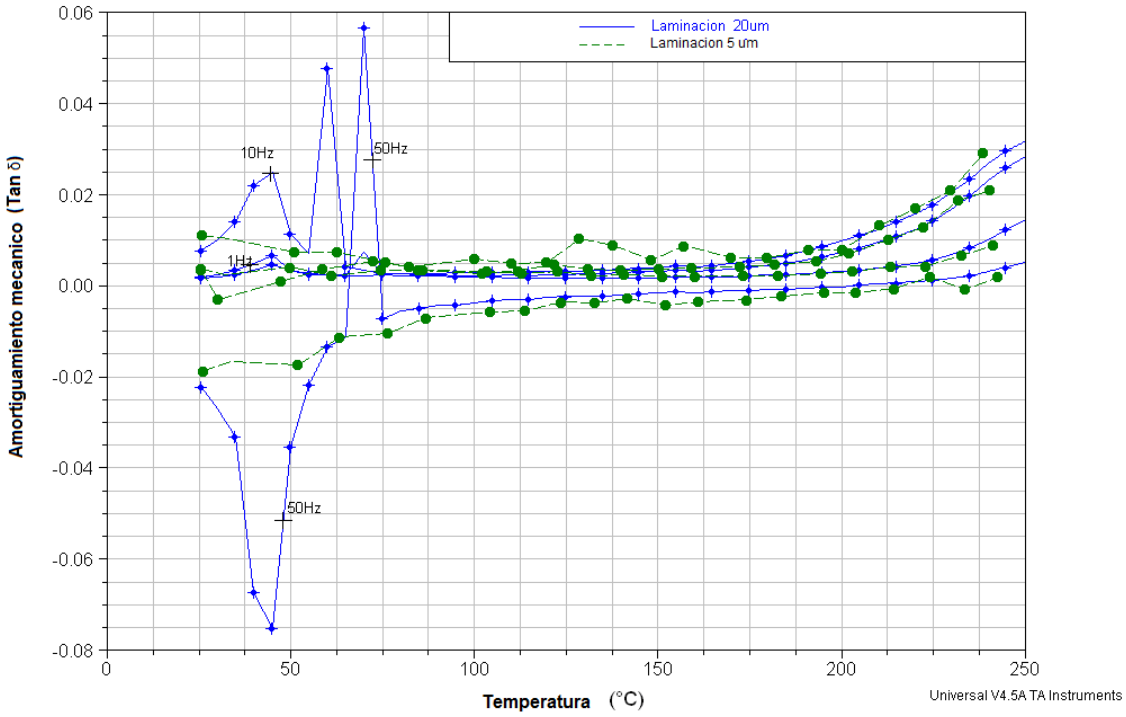


Figura 3. 16 Amortiguamiento mecánico de la muestra de laminación

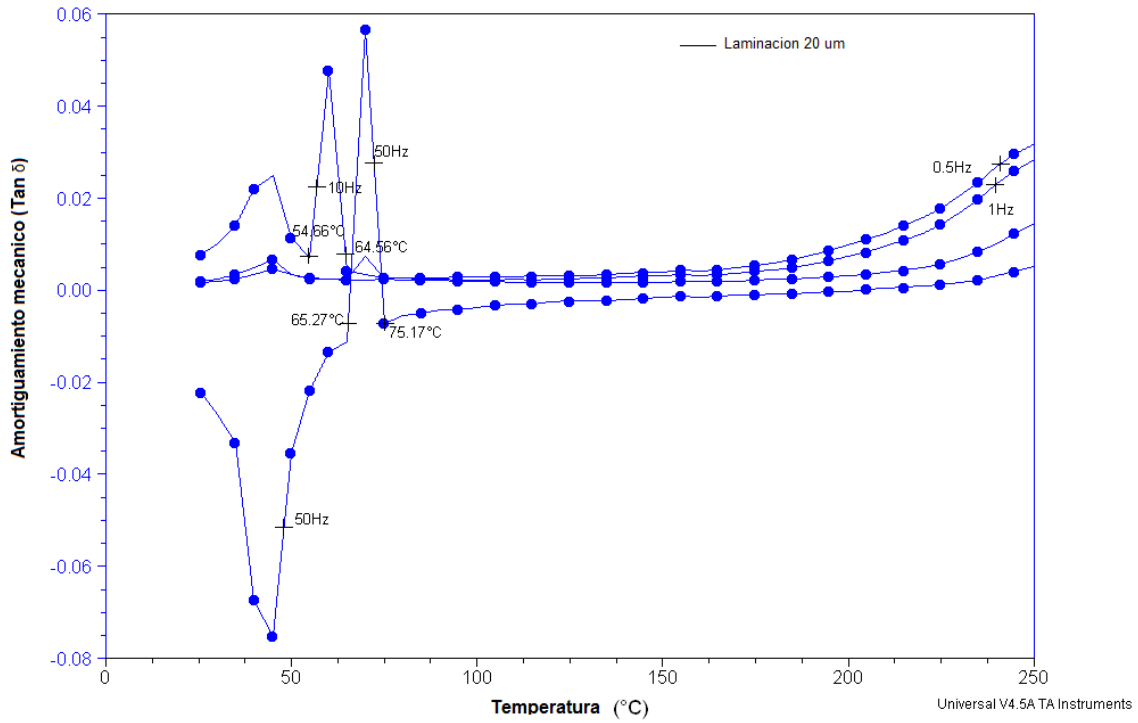


Figura 3. 17 Amortiguamiento mecánico de la muestra de laminación (20 μ)

En la *figura 3.16* puede analizarse el amortiguamiento que presentan las muestras de laminación. De manera general puede decirse que entre las muestras no existe una diferencia significativa en el valor del amortiguamiento, ya que ambas curvas están entre 0 y 0.035. También es visible en el gráfico que pasando los 170°C ambas muestras presentan un comportamiento creciente, el cual es mayor en ambos casos para bajas frecuencias (0.5, 1 Hz) obteniendo un valor mayor de amortiguamiento (0.3139) para una frecuencia de 0.5 Hz en la muestra cuya deformación es de 20 μ .

De la *figura 3.17* se observa por separado sólo el comportamiento de la muestra sometida a una deformación de 20 μ . La gráfica muestra comportamientos discontinuos en el análisis realizado a altas frecuencias (10, 50 Hz) para una frecuencia de 50Hz y un intervalo de temperaturas entre 47.27 °C y 75.17 °C se observó un máximo y un mínimo de -0.075 y 0.05 respectivamente, mientras que para una frecuencia de 10 Hz en un intervalo de 54.66 y 64.56 °C. Estas anomalías fueron reportadas con anterioridad en el gráfico del módulo de almacenamiento. En el siguiente capítulo se discutirá el origen de estos resultados.

1.5.3 SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA

1.5.3.1 MÓDULO DE ALMACENAMIENTO (MA)

La *figura 3.18* corresponde al módulo de almacenamiento de la muestra de enfriamiento rápido obtenido mediante DMA. En esta muestra podemos apreciar, en general, un comportamiento creciente del MA para todas las frecuencias inducidas, haciéndose notar que para la frecuencia de 50 Hz el MA es mayor que en las demás frecuencias; el valor máximo del MA para esta frecuencia es de 120000 MPa y para las frecuencias restantes observamos un valor máximo aproximado de 100000 MPa. Para la frecuencia de 10Hz, pasando los 200 °C se observa un aumento en el MA, el cual puede notarse por la separación gradual del gráfico de esta frecuencia con respecto a

las frecuencias de 0.5 y 1 Hz. También se observa que para la frecuencia de 50 Hz en el intervalo de temperaturas entre 35 °C y 50°C se puede notar una variación en el MA, presentando un máximo de 25784 MPa. Y para una frecuencia de 10 Hz se observó otra variación en el MA, la cual está ubicada entre las temperaturas 34 °C y 45°C, presentando un valor máximo de MA de 32455 MPa.

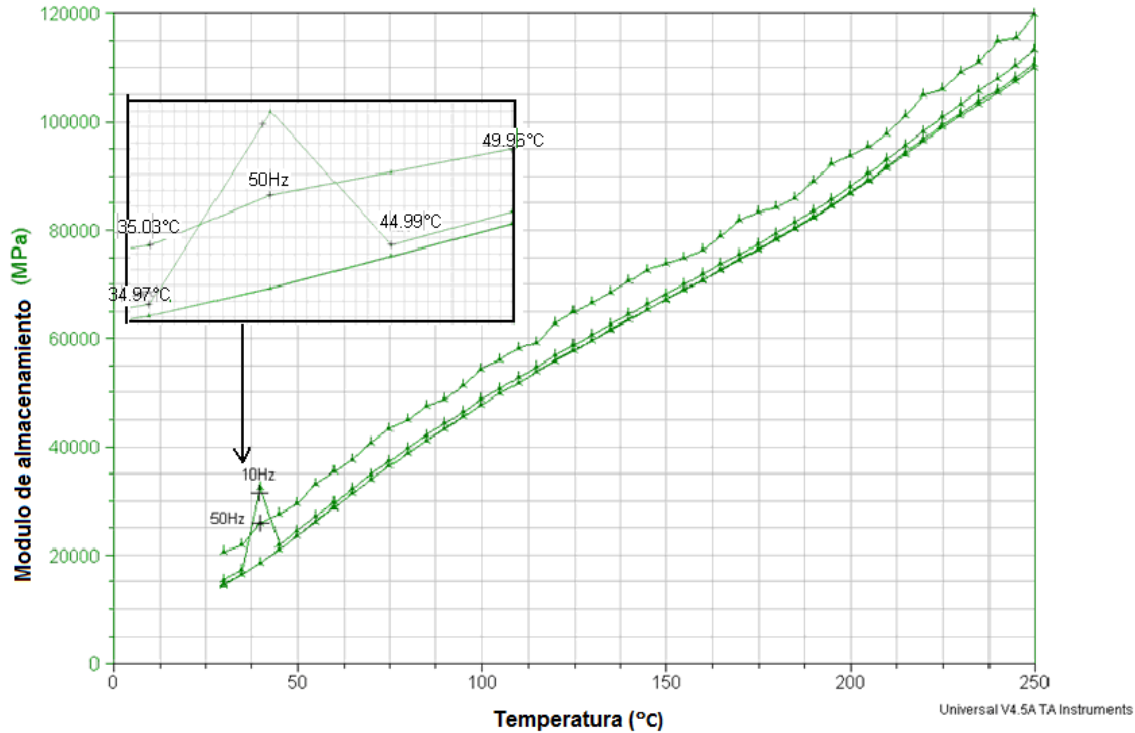


Figura 3. 18 Módulo de almacenamiento en la muestra de enfriamiento rápido

1.5.3.2 AMORTIGUAMIENTO MECÁNICO

La figura 3.19 corresponde a las gráficas de amortiguamiento que presenta la muestra de enfriamiento rápido sometida a un análisis dinámico mecánico.

Podemos ver que para las frecuencias de 0.5 y 1 Hz, prácticamente el amortiguamiento no presenta cambio en sus valores, manteniéndose entre los valores de 0.01 y 0.02 durante todo el proceso.

En las frecuencias mayores (10 y 50 Hz) observamos al inicio una variación en el valor del amortiguamiento. Para la frecuencia de 10 Hz dicha variación se presenta entre las temperaturas 34 °C y 45 °C con un máximo valor de $\tan \delta$ de 0.2863, después, la gráfica presenta un leve comportamiento decreciente cercano a 0 hasta el final del análisis.

En la frecuencia de 50 Hz, en el intervalo de temperaturas de 29 °C a 40 °C, podemos ver un comportamiento creciente en el valor del amortiguamiento, con un valor máximo de 0.1544, a partir de este punto el comportamiento de la gráfica comienza a crecer hasta un valor de 0.02526.

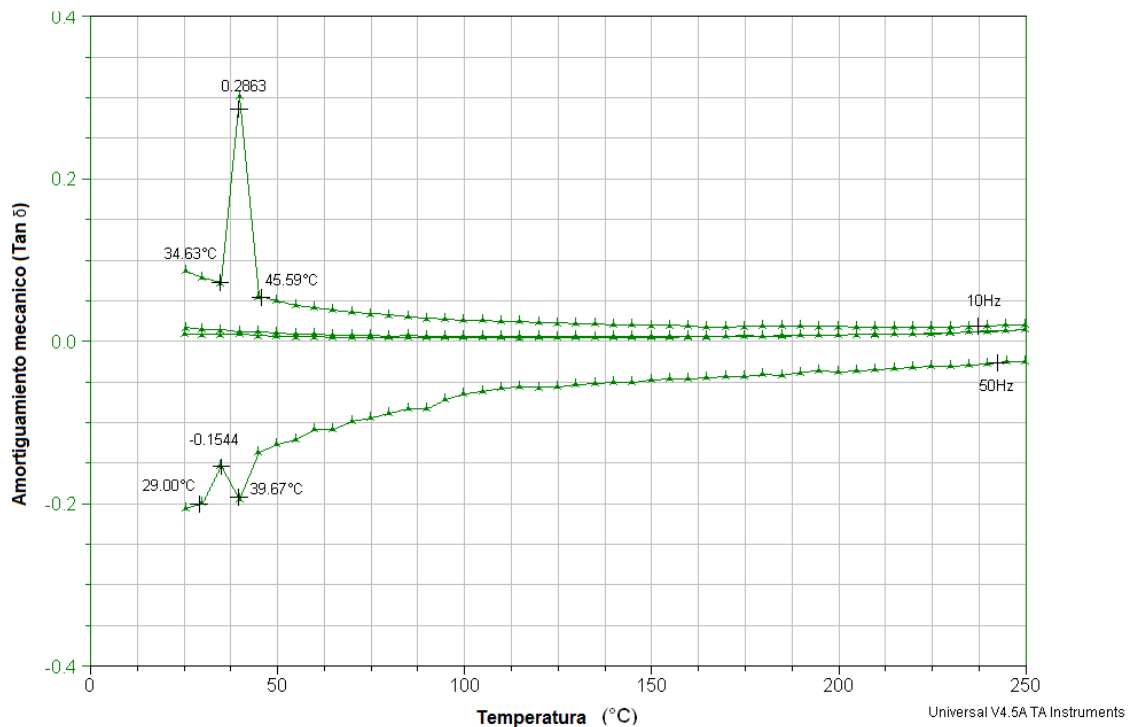


Figura 3. 19 Amortiguamiento de la muestra de Enfriamiento rápido

1.6 ANÁLISIS DE RESULTADOS DE DSC

A continuación se presentan los gráficos de los resultados obtenidos de DSC para las muestras en fundición, laminación y enfriamiento rápido.

1.6.1 FUNDICION

En la *figura 3.20* se presenta el DSC de la muestra en fundición. En el gráfico se aprecia, en general, un comportamiento decreciente de la curva. Dicha curva presenta un cambio endotérmico en el intervalo de temperaturas de 81.72 °C a 94.88 °C, a partir de este último punto el comportamiento de la curva vuelve a tomar un comportamiento decreciente hasta los valores de temperatura 229 °C y 247 °C donde se observa un pico exotérmico.

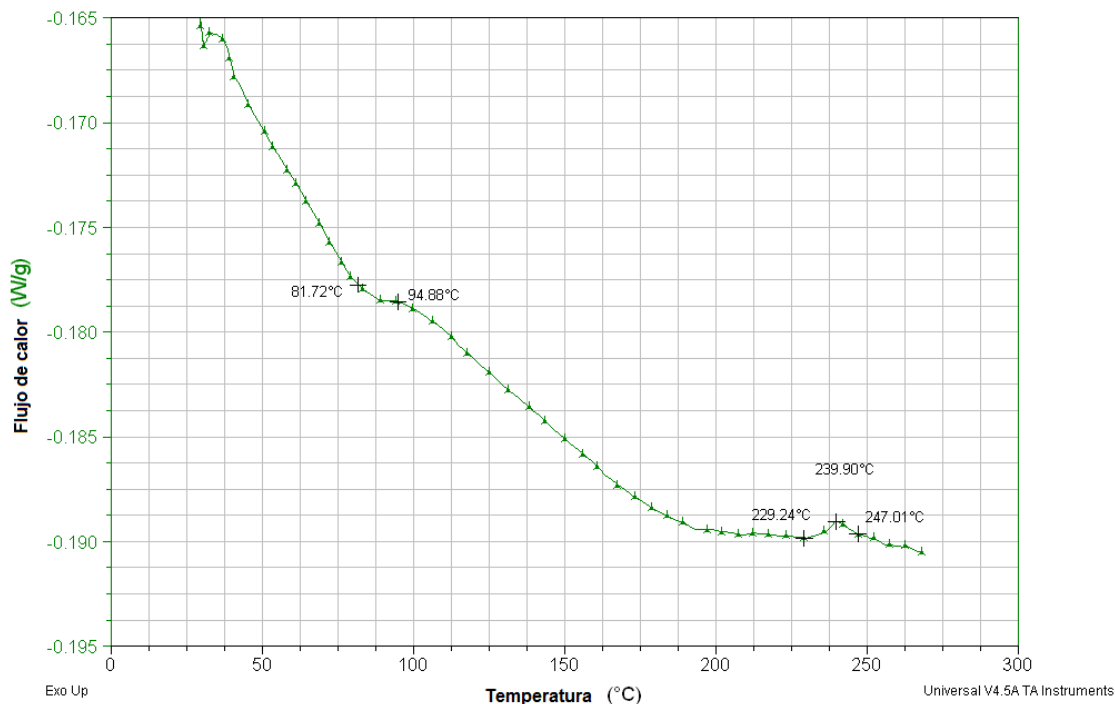


Figura 3. 20 DSC de la muestra en fundición

1.6.1.1 DISCUSIÓN

En la *figura 3.20* podemos observar las transiciones que presentó la muestra después de someterla a DSC. En primera instancia, podemos ver un pico endotérmico entre los valores de temperaturas 82 °C a 95 °C, el cual posiblemente puede ser producto de la disolución de la estructura dendrítica que se obtiene directamente del proceso de fundición.

1.6.2 LAMINACIÓN

La *figura 3.21* corresponde a los resultados obtenidos por DSC de la muestra en laminación. Al inicio de la gráfica presenta un cambio exotérmico en el intervalo de temperaturas de 29°C a 41°C., pasando este cambio, podemos observar un pico exotérmico que inicia a una temperatura de 45°C y termina en 55 °C. A partir de este

ultimo valor, la gráfica tiene un cambio endotérmico en el intervalo de temperatura de 55 °C y 58.9 °C, terminado dicho cambio, la curva muestra un pico exotérmico entre las temperaturas 59 °C y 62 °C. Pasando este pico el comportamiento de la gráfica se vuelve decreciente en el valor del flujo de calor.

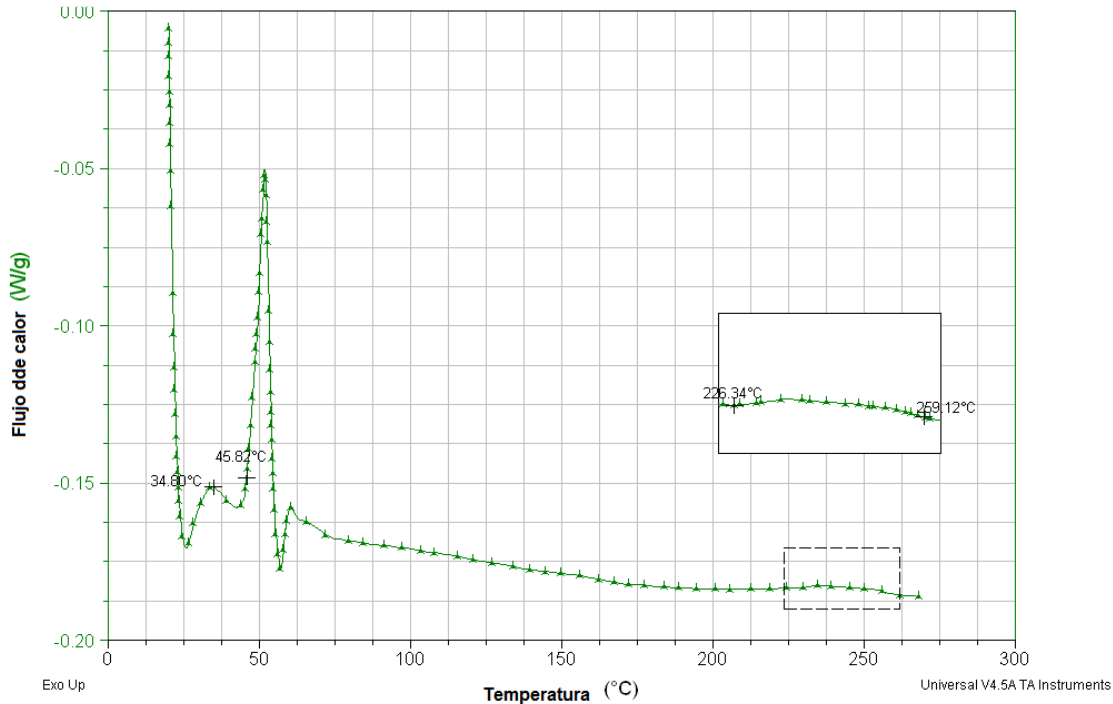


Figura 3. 21 DSC de la muestra en laminación

1.6.2.1 DISCUSIÓN

El resultado obtenido por DSC de la muestra en laminación se observa en la *figura 3.21*. La curva mostrada presenta comportamientos térmicos (exotérmico y endotérmico), los cuales, según estudios hechos en sistemas de composición similar al utilizado en este trabajo, están asociados a la formación y disolución de las zonas GP creadas durante o después del temple. También se ha encontrado en la literatura que con el primer comportamiento exotérmico, se puede marcar el inicio de la formación de la fase metaestable β'' . [18]

Por otro lado, el pico exotérmico que se observó entre las temperaturas 226 °C y 260°C esta reportado en la literatura, y esta asociado al comienzo de la precipitación de la fase estable del sistema Al-Mg, fase β . [1, 20]

Un comportamiento similar al obtenido en este trabajo fue reportado por D. Hamana *et. al.* en investigaciones previas llevadas a cabo en un sistema Al- 8, 10, 12 wt. %Mg, donde reporta la secuencia de precipitación de dichos sistemas en un DSC obteniendo principalmente 3 transiciones de fase. La primera de ellas fue reportada como la disolución de las zonas GP a una temperatura entre 50 °C y 100 °C, la segunda fue marcada como la precipitación de la fase β en un intervalo de temperaturas de 200 °C a 300 °C, la tercera se encontró entre la temperaturas 300°C y 420°C y fue asociada a la disolución de la fase β . Los resultados descritos anteriormente presentan similitud con los obtenidos en este trabajo de investigación.

1.6.3 SOLDIFICACIÓN RÁPIDA

En la *figura 3.22* se presentan los resultados del DSC de la muestra en enfriamiento rápido, del cual se puede observar un pico exotérmico en un intervalo de temperatura de 47°C y 56 °C, seguido de un pico endotérmico entre las temperaturas 58°C y 65°C, posterior a este pico la curva mantiene un comportamiento decreciente en el valor del flujo de calor. En el intervalo de temperatura de 90 °C y 97 °C se observa un comportamiento endotérmico. También se puede observar un pico exotérmico entre las temperaturas 183°C y 210°C. Para el análisis de la figura 3.22, hubo la necesidad de hacer uso de una ampliación de la imagen para poder ver con claridad los comportamientos exotérmicos y endotérmicos de la muestra en enfriamiento rápido, ya que a diferencia con la muestra en laminación, la solución sólida es menor en este caso por el fenómeno y condiciones usadas en el equipo de solidificación rápida descritos en el capítulo II.

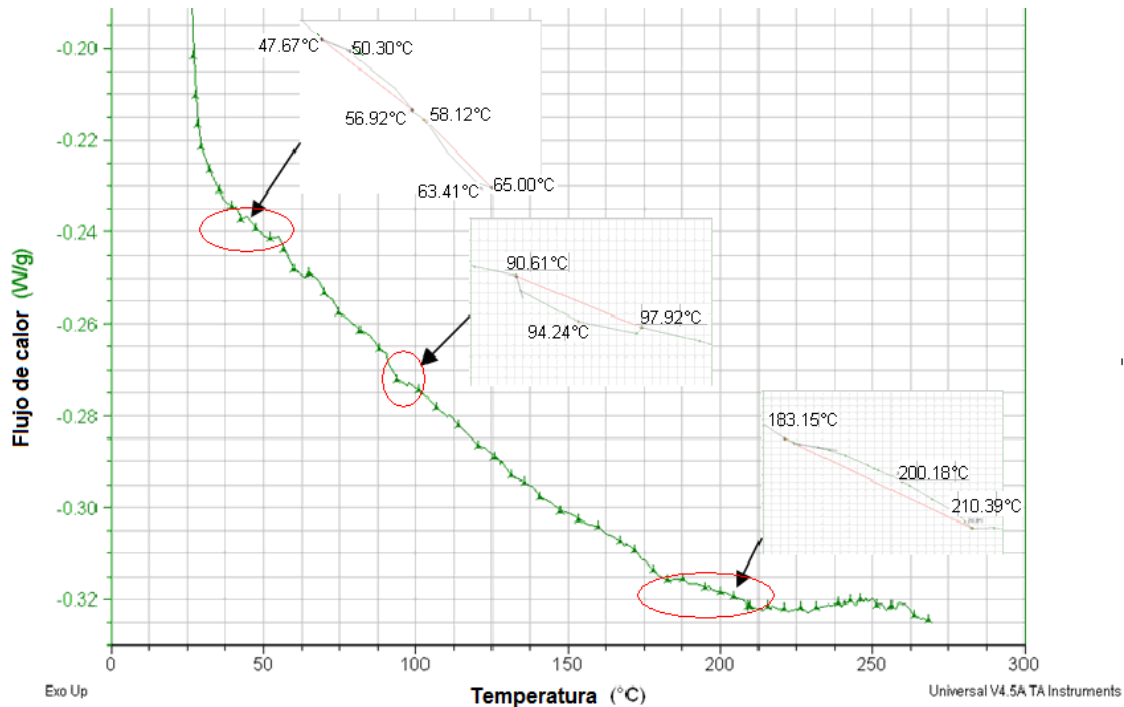
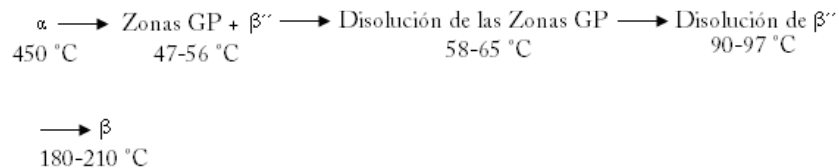


Figura 3. 22 DSC de la muestra en enfriamiento rápido

1.6.3.1 DISCUSIÓN

A partir de los resultados obtenidos mediante DSC, se verifica la siguiente secuencia de precipitación para el sistema utilizado en el presente trabajo basándonos en los cambios de fase que se observó en la curva del DSC:



Dicha secuencia, presenta similitud con la reportada por M. J. Starink *et. al.*,³ en un sistema similar al usado en este trabajo de tesis (Al- Mg 8, 12 wt.%); en donde reportan la formación de las zonas GP a una temperatura de 45 °C y la disolución de las mismas en un intervalo de temperaturas de 45-100 °C, con lo cual podemos comparar los resultados obtenidos en nuestro sistema.

En investigaciones anteriores a este trabajo, autores como M. J. Starink *et. al.*, [3], M. Betancourt *et. al.*, [21] en sus respectivos estudios de investigación, reportan la precipitación de la fase estable del sistema Al-Mg en un intervalo de temperaturas entre 280-330 °C.

Es notable la diferencia entre ambas gráficas (laminación y enfriamiento rápido) en la intensidad de los picos observados, esto posiblemente se deba a la masa de las muestras sometidas al análisis. Por su morfología, las muestras de enfriamiento rápido pudieron haber tenido una variación en su densidad respecto a las de laminación.

Hasta el momento solamente se ha corroborado las diferentes transiciones en sistema Al-5%wt Mg las cuales son congruentes con investigaciones anteriores del mismo sistema. Sin embargo, lo relevante del presente trabajo es la propuesta de caracterizar estos sistemas con una técnica alternativa y posee algunas ventajas con respecto a las técnicas comúnmente utilizadas (DSC; DTA, TGA) en este caso se hace una comparativa de las técnicas de ADM y DSC. A continuación se presentan la comparativa entre estas dos técnicas de caracterización.

1.7 COMPARATIVA ENTRE RESULTADOS DE ADM Y DSC

1.7.1 LAMINACIÓN

Anteriormente se analizaron por separado los resultados obtenidos en DMA y DSC. A partir de la curva de DSC se reportaron cambios de fase a bajas temperaturas (50 °C – 80 °C), los cuales se han descrito como la formación y disolución de las zonas GP; al comparar ambas técnicas de caracterización, podemos notar que en los resultados de DMA hay una variación en el valor del módulo de almacenamiento antes reportado simplemente como un comportamiento discontinuo (*figura. 3.17*). Sin embargo, al comparar estas dos técnicas y basándonos en estudios reportados en la literatura, [22] se dice que ese comportamiento “anómalo” es un cambio de fase ocurrido en la muestra a consecuencia del proceso térmico al que fue sometido. Así mismo, al comparar la curva de amortiguamiento mostrada en la figura 3.23B, se puede observar un comportamiento discontinuo en el módulo de almacenamiento para las frecuencias de 50 Hz y 10 Hz, para esta última en menor proporción, en la frecuencia de 50Hz y en menor proporción para la frecuencia de 10 Hz, este comportamiento se puede atribuir a una transformación de fase en estado sólido, lo cual se pudo corroborar con la técnica de DSC , de igual manera se puede observar con mayor claridad en las curva de amortiguamiento mecánico (*figura 3.23C*) que se presentan cambios de fase más notorios, los cuales son ocasionados por la formación y disolución de las zonas GP y la formación de la fase metaestable β ” debido a estos cambios el amortiguamiento mecánico de la muestra varía y esto se ve claramente en la figura mencionada. Con esta comparación se logró obtener la temperatura de los cambios de fase que presenta el mecanismo de precipitación en el sistema Al-Mg por dos diferentes técnicas de caracterización, además de observar el comportamiento mecánico de la muestra durante el proceso de dicho mecanismo precipitación.

La técnica de DMA es muy sensible a los cambios que se presentan en la materiales sometidos en sus diferentes modalidades (cantilíver simple, cantilíver doble, tensión, compresión,) lo cual se pudo constatar en el presente trabajo al utilizar la técnica con materiales metálicos. Se pudo observar que únicamente para las altas frecuencias, el

equipo fue sensible a los cambios de fase como lo muestra la *figura 3.23B*, cabe hacer notar que los cambios de fase fueron más sensibles para el equipo cuando la muestra fue sometida a frecuencias altas (entre 10 Hz y 50 Hz) como lo podemos ver en la *figura 3.23B*, en donde se registraron cambios en el valor del módulo de almacenamiento sólo para las frecuencias mencionadas. También, en la *figura 3.23C* se observa al inicio de la curva, cambios significativos en el amortiguamiento a frecuencias altas, con ello se dice que la técnica de DMA es sensible a altas frecuencias para materiales que sufren una transformación en estado sólido debido a activación térmica.

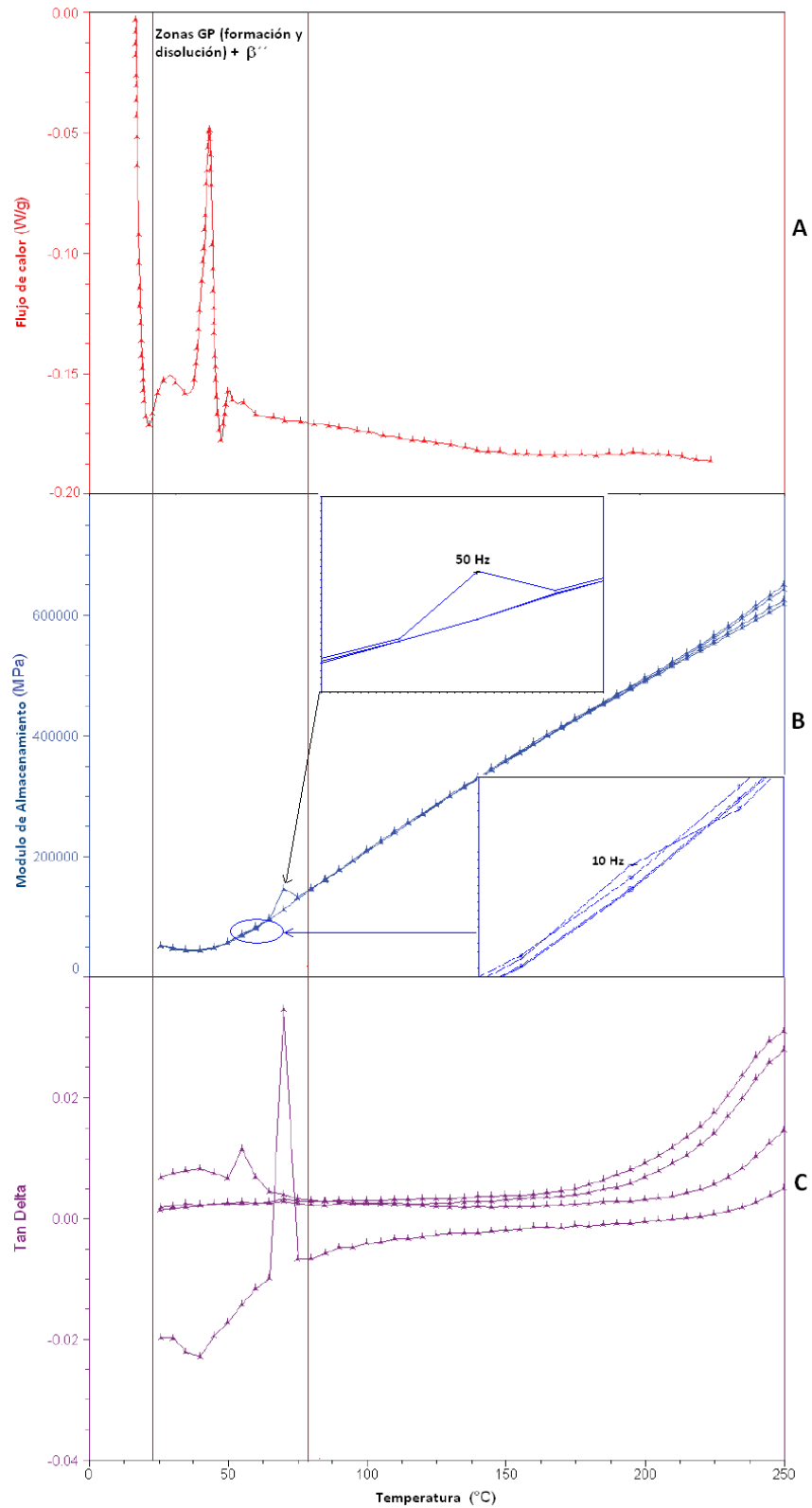


Figura 3. 23 Comparativa entre resultados de DMA y DSC de la muestra en laminación. A) DSC, B) DMA-modulo de almacenamiento. C) DMA-amortiguamiento

1.7.2 SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA

La *figura 3.24* corresponde a la comparativa entre los resultados de DSC y DMA de la muestra de enfriamiento rápido, en la cual, de igual manera que en la muestra en laminación se logro observar la secuencia de precipitación: Zonas GP β'' β' β .

→ → →

En esta comparación de resultados se observa nuevamente que la técnica de DMA fue más sensible a los cambios de fase para las frecuencias de 10 Hz y 50 Hz, como se puede observar en la *figura 3.24B* donde se aprecia la variación en el comportamiento de la curva del módulo de almacenamiento para las frecuencias mencionadas. Por otro lado, este comportamiento también es posible observarlo en la *figura 3.24C*, en la cual, para las frecuencias en cuestión la curva presenta una variación en el amortiguamiento al inicio de ésta, lo cual comparandola a la curva de DSC, es causado por el inicio de la secuencia de precipitación mostrada anteriormente (formación y disolución de las zonas GP).

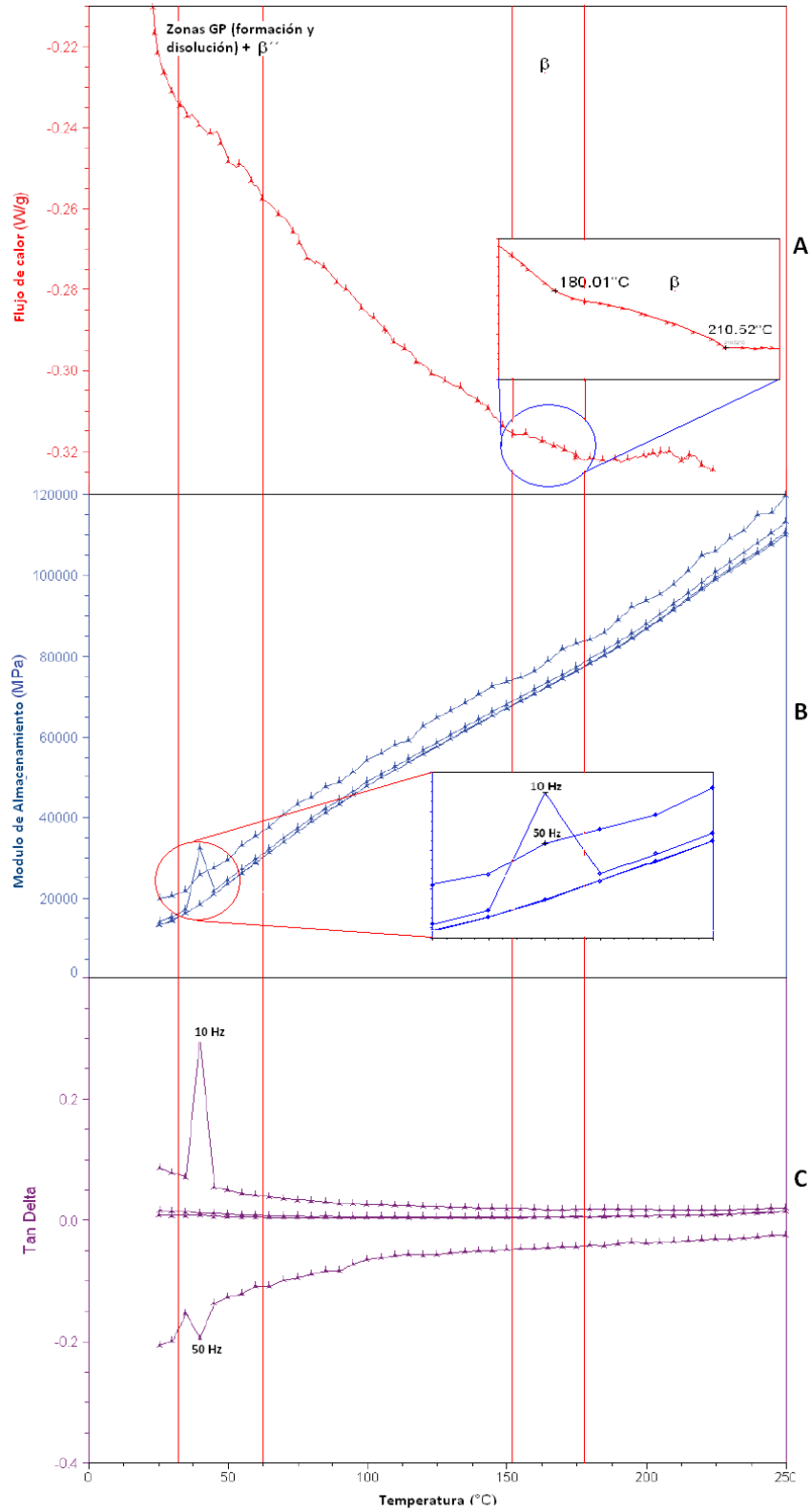


Figura 3. 24 Comparativa entre los resultados de DMA y DSC de la muestra de enfriamiento rápido. A) DSC, B) DMA-módulo de almacenamiento. C) DMA-amortiguamiento

1.7.3 DISCUSIÓN

Se compararon los resultados obtenidos por DSC y DMA con el fin de introducir una técnica alterna de caracterización de materiales a las ya conocidas, DMA. Dicha técnica, a diferencia de las convencionales, tiene la ventaja de poder hacer inferencias sobre el comportamiento del material en diferentes condiciones de trabajo (fuerza, frecuencia, temperatura). Esto es una gran ventaja ya que esto da una amplia gama de cómo se comportará el material en condiciones de trabajo determinadas, ya que en este tipo de análisis es posible controlar diferentes variables al momento de llevar a cabo la toma de valores, y obtener propiedades del material (como módulo amortiguamiento y factor de pérdida) y temperaturas para caracterizar el comportamiento viscoelástico en función de la frecuencia, así como transiciones de fase en estado sólido. Como ya se menciona, en este tipo de análisis se pueden controlar diferentes variables al mismo tiempo, a diferencia de otras técnicas en las cuales sólo se puede controlar una o dos variables en la adquisición de datos.

En los resultados de ambas muestras (laminación y enfriamiento rápido) se observó que a altas frecuencias se presentaban cambios significativos los cuales pudimos determinar que corresponden a la secuencia de precipitación de estos materiales cuando se encuentran en solución sólida. Por otro lado, al no presentarse estos cambios a frecuencias bajas podemos decir que el equipo es más sensible cuando se trabaja en frecuencias altas, esto posiblemente se deba, en este caso, a las velocidades a las que se llevan a cabo las transformaciones de fase. A altas frecuencias el equipo hace una toma de medidas más rápida que a bajas frecuencias, por consiguiente a bajas frecuencias (0.5 Hz y 1 Hz), el equipo no es capaz de registrar los cambios de fase.

CONCLUSIONES

- *Después del proceso de fundición se obtuvo una aleación que corresponde a la serie 5XXX con porcentaje en peso de Al- 5% wt. Mg, la cual está dentro del parámetro de solubilidad de magnesio en aluminio.*
- *El magnesio presenta una completa miscibilidad en el aluminio, ya que por medio de análisis de rayos X no se logro observar el magnesio; sin embargo, se observó un corrimiento de las difracciones en comparación con la ficha JCPD S003-0932 correspondiente al aluminio, lo que nos indicó que la red del aluminio fue distorsionada debido a que el magnesio está dentro de la red cristalina del aluminio.*
- *Para la muestra en fundición se obtuvo una microestructura del tipo dendrítica, la cual es consecuencia de la segregación del soluto (magnesio) en la matriz del solvente (aluminio) durante el proceso de enfriamiento. La muestra en laminación presentó una microestructura del tipo granos equiaxiados, la cual fue resultado de romper la estructura dendrítica que se tenía de la muestra de fundición. En la muestra de enfriamiento rápido se obtuvo una microestructura del tipo granos equiaxiados y granos columnares siguiendo el frente de solidificación que sufrió el material.*
- *Mediante microscopia electrónica no se logró observar precipitados en el sistema debido al tamaño que presentan dichos precipitados; sin embargo, se logró tener un seguimiento de la secuencia de precipitación por medio de DSC y ADM, registrando los cambios de entalpia de formación y amortiguamiento mecánico respectivamente ocasionados por la precipitación del sistema.*
- *ADM es una técnica de caracterización que apoya a las ya conocidas la cual nos permite conocer el módulo complejo de un material. Es sensible a las transiciones de fase del sistema y permite hacer inferencias del comportamiento mecánico del material bajo ciertas condiciones de trabajo (Temperatura, esfuerzos, vibraciones).*
- *El sistema Al- 5% wt. Mg bajo un análisis dinámico mecánico responde mejor a un ciclo de deformaciones a altas frecuencias.*

BIBLIOGRAFIA

- [1] L.F Mandolfo. *Aluminium Alloys: Structure and properties*. The Butter Worth Group, 2001, pp 809-821.
- [2] A. Gabera, N. A_fy, S.M. El-Halawany, and A. Mossad, *Studies on AlMg solid solutions using electrical resistivity and microhardness measurements*.
- [3] Wei Wen*, Yumin Zhao, J.G. Morris, *The effect of Mg precipitation on the mechanical properties of 5xxx aluminum alloys*.
- [4] R.H. Jones, D.R. Baer, M.J. Danielson, and J.S. Vetrano. *Role of Mg in the Stress Corrosion Cracking of an Al-Mg Alloy*.
- [5] Henry A. Colorado, Cesar Chávez Roldan, Juan Maids Velez. *Internal Friccion and anaelastic behavior in solids*. 2005.
- [6] M. Atodiresei *, G. Gremaud, R. Schaller, *Study of solute atom-dislocation interactions in Al-Mg alloys by mechanical spectroscopy*.
- [7] Francisco Javier Gil Mur, Conrado Aparicio Bádenas, José María Manero Planella, Daniel Rodríguez Rius. *Aleaciones ligeras*. 2001.
- [8] M. J. Sstarink, A.-M. Zahra. *β' and β Precipitation in an Al-Mg alloy studied by DSC and TEM*.
- [9] Mattias Slabanja *, Go`ran Wahnstro`m, *Kinetic Monte Carlo study of Al-Mg precipitation*.
- [10] J.L Murray. *Alloy Phase Diagrams*. 1982.
- [11] William D. Callister. *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales, Volumen 1*.
- [12] D. Hamana*, L. Baziz, M. Boucheur. *Kinetics and mechanism of formation and transformation of metastable β' -phase in Al-Mg alloys*.
- [13] James P. Schaffer... [et al.]. *The Science and Design of Engineering Materials*. 1999. Mc Graw-Hill.
- [14] Robert E. Reed-Hill. *Principios de Metalurgia Física*.
- [15] L. Little (R). *La tecnología en el Trabajo de los materiales*. C.E.C.S.A. 1997.
- [16] James P. Schaffer... [et al.]. *The Science and Design of Engineering Materials*. 1999. Mc Graw-Hill.
- [17] H. K. D. H. Bhadeshia, University of Cambridge, *Materials Science & Metallurgy*.
- [18] G.A Lara-Rodríguez, G. González, H, Flores- Zúñiga, J. Cortes-Pérez. *The effect of rapid solidification and grain size on the transformation temperatures of Cu-Al-Be melt spun alloys*. 2005.

[19] D. Hamana*, L. Baziz, M. Boucheur. *Kinetics and mechanism of formation and transformation of metastable β' phase in Al-Mg alloys*. 2003.

[20] M. J. Starink, A.-M. Zahra. *β' and β Precipitation in an Al±Mg Alloy Studied by DSC and TEM*. 2000.

[21] M. Betancourt*, N. Luiggi. *Estudio colorimétrico de la cinética de precipitación No isotérmica en la aleación de Al- 12.6% en peso de Mg*.

[22] M. J. Starink, A.-M. Zahra. *β' and β Precipitation in an Al±Mg Alloy Studied by DSC and TEM*. 2000.