



**CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DE
ESTUDIOS AVANZADOS DEL INSTITUTO
POLITÉCNICO NACIONAL**

UNIDAD SALTILLO.

**Análisis del efecto del tratamiento de retrogresión y re-
envejecido (RRA) sobre la deformación por laminación de
la aleación Al-Zn-Mn.**

Tesis que presenta:

Ing. Salvador Eduardo Valenzuela Flores.

Para obtener el Grado de

Maestro en Ciencias

En la Especialidad de

Ingeniería Metalúrgica

Director de Tesis: Dr. Alfredo Flores Valdés.

Codirector: Dr. Jesús Torres Torres.

Ramos Arizpe, Coahuila

Octubre 2023

"... To see the world, things dangerous to come to, to see behind walls, to draw closer, to find each other and to feel. That is the purpose of life."

Agradecimientos

Al Consejo Nacional de Humanidades, Ciencia y Tecnologías (**CONAHCyT**) por la beca otorgada durante la realización de este proyecto y los estudios de maestría.

Al Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional, CINVESTAV Unidad Saltillo, por el uso de sus instalaciones, talleres y laboratorios, por las clases y por brindarme una educación de posgrado de calidad. Al personal del taller de metalurgia, de metalografía, de mantenimiento, de microscopía, de cómputo, de análisis químico, de pruebas mecánicas, de limpieza. A cada uno de los doctores que brindaron cátedra, apoyo y asesoramiento durante toda la maestría, en especial al Dr. Manuel de Jesús Castro Román que me motivó a ingresar al programa de maestría y al Dr. Francisco Alfredo García Pastor que, durante su gestión como coordinador del programa y posterior dirección de la unidad, estuvo siempre a disposición.

A todos mis compañeros de generación y que ahora puedo llamar mis “AMIGOS”: Juan Carlos, Erick, Ramsés, Lennyn, Marco, Yessica, Antonio, Alan y Susana; por las mil y una noches de estudio y escritura, los momentos de “recreación” y las pláticas profundas, el apoyo en la experimentación y por absolutamente TODO, a Jorge por los largos trayectos a casa y a Ricardo, Isaí, Adolfo y la Dra. Antonia por las invaluable asesorías durante este proyecto.

A mis padres, a mi hermano, Pacorro y a TODA mi familia que nunca entendió que estaba haciendo pero ahí estuvieron conmigo y me aguantaron, incluido el negrito, a mis amigos que igual estuvieron siempre sin importar qué ni qué tan insoportable soy (a veces): Dani, Gordo, Priri, los güeros Susy y Viesca, la Franca, Dariush, Yeverino, Tambor, Edgar Hernández, Teto, Paco y Laura, Sonia y Karla, también a José Madero V. y su música que me salvó más veces de las que me gustaría admitir, familia Montes Álvarez, familia García López y familia Paz Amaya; sepan que son mi familia también; a TODOS gracias por tanto y perdón por tan poco o perdón por tanto también, es cuestión de perspectivas. A ellos y a cada

persona que me preguntó sobre mí y mi maestría: Gracias. Gracias a ustedes soy lo que soy hoy en día; los quiero mucho, nunca se les olvide, este trabajo también es de ustedes y está hecho con el corazón. **NUNCA NADIE NOS PODRÁ PARAR.**

A Larissa Aylin Paz Amaya por todo el AMOR y cariño, la paciencia y la motivación para sacar esto adelante, la confianza en mí y por cada momento que estuvimos juntos en todo esto y por los que me decía y decía “la tesis, Salvador”, bueno, pues aquí está, Bb.

A mis revisores el Dr. José Escobedo Bocardo y la Dra. Rocío Ochoa, por su tiempo y apoyo al momento de revisar este trabajo, por dedicarle, aunque sea un poco de su vasta experiencia y darle más y mejor sentido al mismo.

Por último y para nada menos importantes, a mis asesores: el Dr. Alfredo Flores Valdés y Dr. Jesús Torres Torres por la confianza para hacerme su estudiante y compartirme su proyecto, los momentos difíciles durante el encierro en pandemia, el apoyo durante mi enfermedad de SARS-COVID-19, por el asesoramiento, la paciencia, los consejos, por todo el apoyo brindado, todo su tiempo y por no quitar el dedo del renglón en el tiempo hasta que se entregó este trabajo.

A todos desde lo más profundo de mi ser, una vez más: **GRACIAS.**

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE GENERAL.....	4
ÍNDICE DE FIGURAS.....	7
ÍNDICE DE TABLAS.....	9
RESUMEN.....	10
ABSTRACT	11
INTRODUCCIÓN	12
OBJETIVO	14
Objetivos Específicos	14
2. ANTECEDENTES.....	15
2.1 Reciclaje de aluminio.....	16
2.2 Reciclaje de latas de aluminio.	16
2.3 Baterías Alcalinas.....	17
2.4. Reciclado de baterías alcalinas descargadas.....	17
2.5 Clasificación de las aleaciones de aluminio.....	18
2.6 Aleaciones de forja	19
2.7 Aleaciones para fundición	20
2.8 Efecto de los elementos aleantes.....	21
2.9 Aleaciones de aluminio de la serie 7000	22
2.10 Reducción metalotérmica de óxidos	23
2.11 Tratamientos térmicos de las aleaciones de aluminio	24

2.12 Tratamiento térmico de Retrogresión y Re-envejecido (RRA) en las aleaciones de aluminio	26
2.13 LAMINACIÓN	29
2.13.2 Carga de Laminación	31
2.13.3 Laminación en frío.	32
3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	33
3.1 Material y equipo.	33
3.2 Diseño experimental.....	33
3.3 Metodología experimental.	34
3.3.1 Fusión de aluminio reciclado.....	34
3.3.2 Obtención de la aleación Al-Zn-Mn por reducción aluminotérmica.....	35
3.3.3 Tratamiento térmico de retrogresión y re-envejecimiento (RRA)	36
3.3.4 Laminación.	37
3.4 Técnicas experimentales	38
3.4.1 Espectrofotometría de emisión por chispa.	38
3.4.2 Microscopía óptica.....	38
3.4.3 Microscopio electrónico de barrido.....	38
3.4.4 Ensayo de dureza Brinell	39
3.4.5 Ensayo de tensión	39
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	40
4.1 Morfología y microestructura de la aleación Al-Zn-Mn en estado de colada, homogenizado, envejecido y RRA.	40
4.1.2 Microscopía electrónica de barrido.....	42
4.2 Laminación.....	44

4.2.1 Carga de Laminación.....	45
4.2.2 Ensayo de dureza	46
4.3 Morfología y microestructura de la aleación Al-Zn-Mn laminada a temperatura ambiente.....	48
4.3.1 Reducción del 10%.....	49
4.3.2 Reducción del 20%.....	50
4.3.3 Reducción al 30%.....	51
4.3.4 Reducción al 40%.....	52
4.3.5 Reducción al 50%.....	53
4.4 Ensayo de tensión.....	54
5. CONCLUSIONES.....	60
6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	62

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Esquema del posible mecanismo de la reacción aluminotérmica de polvos de masa negra (ZnO - Mn ₂ O ₃).....	24
Figura 2. Esquema de las fuerzas presentes durante el proceso de laminación.	31
Figura 3. Diagrama general del proceso de laminación en frío [34].	32
Figura 4. Esquema de la muestra de la aleación Al-Zn-Mg-Mn fabricada por reducción aluminotérmica.	36
Figura 5. Ciclo de tratamiento térmico de RRA.	37
Figura 6. Esquema probeta de tensión acorde a norma ASTM E8-04	39
Figura 7. Micrografías tomadas a 100X que muestran la evolución microestructural de la aleación Al-Zn-Mn en estado de colada (a), tratamiento térmico de homogenizado (b), tratamiento térmico de envejecido (c) y tratamiento térmico de retrogresión y re-envejecido (d). Muestras atacadas con reactivo Keller durante 30 segundos.	41
Figura 8. Micrografía de la aleación Al-Zn-Mn observada a 500X con morfología del tipo escritura china α -Al(FeMn)Si, intermetálicos aciculares y en forma de poliedro, así como pequeñas partículas correspondientes al precipitado Al ₆ Mn. Muestra atacada con reactivo Keller por 30 segundos.....	42
Figura 9. Micrografías que muestra la morfología de los precipitados en la aleación Al-Zn-Mn en estado de RRA. Imagen a 300X mediante MEB.....	43
Figura 10. Espectros EDXS de las composiciones de las morfologías presentes en la aleación después del tratamiento térmico de RRA. a) Matriz, b) Morfología en forma de agujas y formas aciculares, c) morfología tipo escritura china.....	44
Figura 11. Micrografías a 500X de la aleación Al-Zn-Mn reducidas al 10% de su espesor inicial. A) 12 rpm a temp. ambiente, B) 10 rpm a temp. ambiente, C) 8 rpm a temp. ambiente, D) 6 rpm a temp. ambiente y E) 8 rpm pre calentada a 150°C.....	49

Figura 12. Micrografías a 500X de la aleación Al-Zn-Mn reducidas al 20% de su espesor inicial. A) 12 rpm a temp. ambiente, B) 10 rpm a temp. ambiente, C) 8 rpm a temp. ambiente, D) 6 rpm a temp. ambiente y E) 8 rpm pre calentada a 150°C..... 50

Figura 13. Micrografías a 500X de la aleación Al-Zn-Mn reducidas al 30% de su ancho inicial. A) 12 rpm a temp. ambiente, B) 10 rpm a temp. ambiente, C) 8 rpm a temp. ambiente, D) 6 rpm a temp. ambiente y E) 8 rpm pre calentada a 150°C..... 51

Figura 14. Micrografías a 500X de la aleación Al-Zn-Mn reducidas al 40% de su ancho inicial. A) 12 rpm a temp. ambiente, B) 10 rpm a temp. ambiente, C) 8 rpm a temp. ambiente, D) 6 rpm a temp. ambiente y E) 8 rpm pre calentada a 150°C..... 52

Figura 15. Micrografías a 500X de la aleación Al-Zn-Mn reducidas al 50% de su ancho inicial. A) 12 rpm a temp. ambiente, B) 10 rpm a temp. ambiente, C) 8 rpm a temp. ambiente, D) 6 rpm a temp. ambiente y E) 8 rpm pre calentada a 150°C..... 53

Figura 16. Grupo de curvas esfuerzo-deformación para muestras laminadas a velocidad de 12 rpm y temperatura ambiente. 56

Figura 17. Grupo de curvas esfuerzo-deformación para muestras laminadas a velocidad de 10 rpm y temperatura ambiente. 57

Figura 18. Grupo de curvas esfuerzo-deformación para muestras laminadas a velocidad de 8 rpm y temperatura ambiente..... 57

Figura 19. Grupo de curvas esfuerzo-deformación para muestras laminadas a velocidad de 6 rpm y temperatura ambiente..... 58

Figura 20. Grupo de curvas esfuerzo-deformación para muestras laminadas a velocidad de 8 rpm y temperatura de 150°C con permanencia de 30 minutos..... 58

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Principales propiedades del aluminio puro	15
Tabla 2. Denominaciones para aleaciones de aluminio forjadas.....	19
Tabla 3. Denominación de aleaciones de aluminio vaciadas	20
Tabla 4. Designaciones de tratamiento para aleaciones de aluminio tratables térmicamente	26
Tabla 5. Diseño experimental	34
Tabla 6. Composición química de la aleación de aluminio reciclado	35
Tabla 7. Composición química de la aleación obtenida por reducción aluminotérmica.	36
Tabla 8. Carga de laminación de muestras laminadas a temperatura ambiente	45
Tabla 9. Carga de laminación de muestras laminadas con calentamiento a 150°C x 30 minutos.	46
Tabla 10. Valores del ensayo de dureza Brinell de las muestras de la aleación Al-Zn-Mn laminadas a temperatura ambiente.....	47
Tabla 11. Valores del ensayo de dureza Brinell de las muestras de la aleación Al-Zn-Mn laminadas a 8 rpm y calentamiento de 150°C con 30 minutos de permanencia.	48
Tabla 12. Resultados del ensayo de tensión.....	55

RESUMEN

Dado que la producción de aluminio primario representa considerables gastos energéticos y una importante generación de contaminantes al medio ambiente, aunado a la susceptibilidad de las aleaciones de aluminio de la serie 7xxx ante la corrosión bajo esfuerzo SCC; se ha propuesto, a partir del reciclaje de latas de aluminio y baterías alcalinas descargadas, la creación de una aleación Al-Zn-Mn y un tratamiento térmico llamado de Retrogresión y Re-Envejecido (RRA) que mejore dicha condición.

El presente trabajo toma como punto de partida la fabricación de una aleación Al-Zn-Mn la cual ha sido sometida a laminación una vez concluida las etapas del tratamiento térmico de RRA. Se estudiaron las variables de velocidad de rodillo de laminación (6, 8 10 y 12 rpm) y porcentaje de reducción (10, 20, 30, 40 y 50%) de muestras de la aleación obtenida y a su vez se estudiaron las propiedades mecánicas de resistencia a la tensión y dureza. Se laminaron 25 muestras de las cuales 5 de ellas fueron precalentadas durante 30 minutos a 150°C para determinar si el aumento de temperatura tenía efecto significativo en las propiedades mecánicas estudiadas. Se laminaron las muestras sometidas al tratamiento térmico de RRA sin presentarse grietas en el material hasta un máximo de 97% de reducción del espesor inicial. Tal reducción fue posible tanto para el laminado a temperatura ambiente como para el proceso que involucró precalentamiento. Se llevaron a cabo ensayos de tensión y dureza a las muestras después de ser sometidas al trabajo de laminación y se obtuvieron valores máximos de resistencia a la tensión de 197.5 MPa; mientras que el valor máximo de dureza alcanzó un valor de 56.31 HBW. Se ha determinado que tal aumento de temperatura antes del trabajo de laminación no le confiere mejores propiedades a la aleación una vez llevado a cabo el tratamiento térmico de RRA.

ABSTRACT

The production of primary aluminum represents considerable energy costs and a significant generation of pollutants to the environment, coupled with the susceptibility of the 7xxx series aluminum alloys to corrosion under SCC stress. Hence, it has been proposed, from the recycling of aluminum cans and discharged alkaline batteries, the creation of an Al-Zn-Mn alloy and a heat treatment called Retrogression and Re-Aging RRA that improves said condition.

The present work began with the creation of an Al-Zn-Mn alloy which has been subjected to lamination after RRA heat treatment stages have been completed. The lamination variables were roller speed (6, 8, 10 and 12 rpm) and reduction percentage (10, 20, 30, 40 and 50%) for samples obtained and, in turn, the mechanical properties of the alloy such as tensile strength and hardness, were studied. Twenty-five samples were laminated, of which 5 of them were preheated for 30 minutes at 150°C to determine if the increase in temperature has a significant effect on the mechanical properties studied. It was possible to laminate the samples after the RRA heat treatment without cracks appearing in the material up to a maximum of 97% reduction in the initial thickness. Such a reduction was possible both for rolling at room temperature and for the process that involved preheating. Tension and hardness tests were carried out on the samples after the lamination work and maximum tensile strength values of 197.5 MPa were obtained, while the maximum hardness value reached a value of 56.31 HBW. It has been determined that such a temperature increase before the rolling work does not confer better properties to the alloy after the RRA heat treatment.

INTRODUCCIÓN

Las aleaciones Al-Zn-Mg son ampliamente utilizadas gracias su excelente resistencia mecánica y moderada resistencia a la corrosión, lo cual deriva en que su principal aplicación sea en la industria aeronáutica. Sin embargo, una limitación de su uso es la baja resistencia a la corrosión estructural (fractura por corrosión bajo esfuerzo SCC). Se mejora dicha susceptibilidad a la corrosión a niveles aceptables a expensas de una pérdida de 15 a 20% del esfuerzo de cedencia con los tratamientos térmicos T76 o T7651. Esta disminución incide directamente sobre la carga de laminación provocando que se requieran menores esfuerzos para lograr la disminución de espesor durante la deformación. Este requerimiento se vuelve cada vez más exigente a medida que aumenta el contenido de elementos de aleación para mejorar aún más las propiedades mecánicas. Se ha propuesto sustituir los tratamientos térmicos convencionales de 2 etapas por un tratamiento denominado Retrogresión y Re-Envejecido (RRA) en el cual se obtienen valores de resistencia a la corrosión comparables con los que se obtienen por el tratamiento T76 mientras que, se obtienen valores de resistencia mecánica (esfuerzo de cedencia, UTS) comparables con el tratamiento T6. El tratamiento térmico de RRA incluye una primera etapa de solubilizado a 570°C seguido de temple en agua para posteriormente someter el material a un primer envejecido a 120°C durante 16 horas con enfriamiento en aire, obteniéndose así un estado microestructural similar al que se logra con el tratamiento T6. El material se somete a una tercera etapa (llamada retrogresión o reversión) de corta duración (30 a 150 minutos) a temperaturas en el rango de 170-230°C logrando con ello la disolución de los precipitados formados inicialmente. Finalmente, en la cuarta etapa del tratamiento (re-envejecido) a baja temperatura (120°C) por 24 horas, se logra la microestructura final.

Para este caso de estudio, el material de reciclaje que se utilizó fue chatarra proveniente de latas de aluminio, misma que servirá de base para la fabricación de la aleación Al-Zn-Mg-Mn. En este proceso se requiere el ajuste de composición química, la cual se puede lograr con ayuda de otro proceso sustentable: el reciclaje de pilas alcalinas descargadas. Gracias a los componentes de estas baterías, se pueden incorporar zinc y manganeso metálico al

baño líquido (obtenido de la fusión de las latas recicladas) a partir de los electrodos de las baterías que son ricas en ZnO y Mn₂O₃ mediante el proceso de reducción aluminotérmica de óxidos. Aplicando la combinación de ambos procesos se logra el mayor ahorro posible tanto en costos de producción, como disminución de contaminación, esto debido a que actualmente el proceso de reciclaje de baterías alcalinas descargadas es poco usual y su uso ocasionaría un mayor impacto en la sociedad y menor deterioro del medio ambiente. Por lo tanto, es necesario llevar a cabo investigación con el fin de que este tipo de aleaciones presenten buenas propiedades tanto mecánicas como de resistencia a la corrosión (a estudiar en proyectos posteriores) comparables con las que se obtienen con las aleaciones comerciales. Por lo anterior, el presente trabajo propone analizar el efecto del tratamiento térmico de RRA sobre la deformación por laminación de la aleación Al-Zn-Mg-Mn obtenida por reciclaje de aluminio y reducción aluminotérmica de polvos de baterías alcalinas, para así comparar valores en las propiedades contra las de aleaciones comerciales de la serie 7XXX.

OBJETIVO

Analizar el efecto del tratamiento térmico de Retrogresión y Re-envejecido (RRA) sobre la deformación por laminación de la aleación Al-Zn-Mn obtenida a partir de aluminio reciclado y reducción aluminotérmica de polvos de baterías.

Objetivos Específicos

- Obtener la aleación Al-Zn-Mg-Mn a partir del proceso de fusión y reducción aluminotérmica mediante el reciclaje de botes de aluminio y masa negra (ánodos y cátodos de baterías alcalinas).
- Analizar el tratamiento térmico de Retrogresión y Re-envejecido (RRA) a la aleación obtenida.
- Evaluar la aleación deformada por laminación a temperatura ambiente analizando el efecto de las variables porcentaje de reducción y velocidad de rodillos.
- Llevar a cabo la caracterización microestructural de las muestras obtenidas y deformadas por el proceso de laminación y determinar su microestructura final.
- Evaluar los ensayos mecánicos de dureza y resistencia a la tensión de las muestras deformadas.
- Analizar el efecto del tratamiento térmico de RRA sobre el comportamiento de la aleación Al-Zn-Mg-Mn obtenida después de ser deformada por el proceso de laminación.

2. ANTECEDENTES

El aluminio, metal no ferroso, se extrae a partir del mineral de bauxita que representa aproximadamente el 8% de la corteza terrestre. Este metal tiene propiedades mecánicas tales como alta resistencia a la corrosión y baja densidad que lo hacen aplicable tanto en el ámbito industrial como en la vida diaria. Las principales características y propiedades de este metal se muestran en la **Tabla 1**. A su vez, este metal posee una combinación de otras propiedades que, mediante combinaciones adecuadas con otros elementos de aleación y algunos tratamientos térmicos, resultan de gran utilidad. La reserva de este metal en el mundo es limitada y aunado a que la producción de extracción del aluminio requiere gran cantidad de energía y genera desechos contaminantes. Una opción para resolver este problema es el reciclaje. Este proceso consiste en volver a procesar y fundir los componentes fabricados de aluminio y sus aleaciones una vez que hayan cumplido su función y sean convertidos en chatarra.

Tabla 1. Principales propiedades del aluminio puro.

Número atómico	13
Peso atómico	26.99 g/mol
Densidad (20 °C)	2.68 g/cm ³
Resistividad eléctrica	2.69 Ω/cm
Temperatura de fusión	660.2 °C
Módulo de elasticidad	68.3 GPa
Estructura cristalina	Cúbica centrada en las caras (FCC)

Por otro lado, este elemento se caracteriza por tener una gran afinidad por el oxígeno, razón por la cual, en su superficie se forma muy fácilmente el óxido de aluminio o alúmina (Al₂O₃). Sin embargo, lejos de ser un inconveniente, esta capa de óxido beneficia al aluminio y le confiere la característica de no ceder ante la corrosión

tan fácilmente. Aparte de esta afinidad con el oxígeno, el aluminio tiene la facilidad de aceptar otros elementos de la tabla periódica en su estructura atómica ya sea formando una solución sólida o fases intermetálicas que dependerán de los elementos presentes, la temperatura, la cinética de nucleación, entre otros factores. Un requerimiento importante que debe cumplir una aleación es la de mejorar la resistencia mecánica y la dureza del aluminio ya que, en su estado puro, es un metal blando y muy dúctil por lo que sus aplicaciones pueden verse muy limitadas [1].

2.1 Reciclaje de aluminio.

El aluminio posee un gran potencial de reciclaje en casi todas sus aplicaciones de uso final. El reciclaje de aluminio implica la recolección de la chatarra y la separación de materiales como plásticos y otros metales presentes para posteriormente ser fundida y vaciada de modo que pueda servir como insumo en procesos subsecuentes. Las fuentes de chatarra de aluminio son obtenidas principalmente de dos sectores inmersos en el reciclaje del aluminio: la chatarra generada por las plantas industriales (fundiciones, conformado mecánico, maquinado, etc.) y la chatarra reciclada de procesos de recolección como lo son las latas para bebidas [2].

2.2 Reciclaje de latas de aluminio.

En años recientes, las latas de aluminio han incrementado su tendencia de uso en México debido a sus diferentes cualidades y características en materia de seguridad como lo son: la durabilidad y protección de los productos y por la elevada conciencia ambiental que conlleva a los usuarios hacia una adopción más rápida y preferencia por estos envases. Las latas de aluminio son consideradas como los envases ecológicos por excelencia gracias a que es un material 100% reciclable indefinidamente sin perder sus propiedades. Las latas de aluminio se reciben de los centros de recolección en grandes cantidades, se trituran para garantizar que ningún líquido atrapado o material extraño llegue a la fundición y cause daños graves. Cuando llegan de la industria recicladora y las latas se encuentran trituradas, se funden, se vacían y se someten a procesos de conformado mecánico para obtener una

nueva lámina con la que se hacen nuevas latas. Más del 95% de las latas de aluminio recicladas vuelven a este proceso, formando un producto de material reciclado de circuito cerrado [3].

2.3 Baterías Alcalinas.

Las baterías alcalinas son dispositivos que convierten energía química en energía eléctrica mediante un proceso químico transitorio. Para llevar a cabo este proceso, se produce una corriente eléctrica a partir de una reacción química, en donde participan un oxidante y un reductor. Esta reacción química es la resultante de 2 reacciones parciales en las cuales un elemento químico es elevado a un estado de oxidación superior mientras que otro elemento es reducido a un estado de oxidación inferior, resultando compuestos como se ejemplifica en la **ecuación 1**. A su vez, las baterías alcalinas están formadas por tres componentes principales que son: Ánodo o electrodo negativo: Zn(s), cátodo o el electrodo positivo: MnO_{2(s)} y electrolito básico que contiene KOH [4].



2.4. Reciclado de baterías alcalinas descargadas.

El proceso de reciclaje de baterías alcalinas descargadas comienza en un molino de martillos en donde se trituran, el material triturado se transfiere a un horno rotativo evaporando la humedad presente. Una vez seco, el material se coloca sobre una criba vibratoria (malla 30) para separar la fracción fina de la fracción gruesa. La fracción fina consiste en polvo del ánodo (ZnO), polvo de cátodo (Mn₂O₃) y KOH. Es posible separar estos polvos, en base a su densidad utilizando un separador. La fracción gruesa, por su parte, consiste en envolturas de acero, papel, plástico, latón y una pequeña cantidad de polvos de fracción fina aglomerada. La fracción gruesa se envía mediante una cinta transportadora, la cual pasa por debajo de un separador magnético, que separa el acero de los materiales no ferrosos [5]. Entre los principales procesos de reciclaje existentes se destacan los siguientes:

- Plantas de separación y clasificación: La separación de los metales es realizada de forma manual en su mayoría, para después ser clasificados y posteriormente enviados para ser reutilizados.
- Hidrometalurgia: los metales son recuperados por métodos químicos en solución acuosa. Las pilas descargadas tratadas por esta tecnología son: Al/Mn, Zn-C, ZnO, Li, Li-Mn y ion-Li.
- Piro metalurgia: se usan hornos a altas temperaturas para recuperar los metales. Pilas descargadas tratadas por esta tecnología son: Al/Mn, Zn-C, ZnO [6].

2.5 Clasificación de las aleaciones de aluminio.

Las aleaciones de aluminio se dividen principalmente en dos categorías: productos forjados y productos de fundición. Entre las instituciones más importantes y que establecieron los procedimientos para poder clasificarlas se pueden mencionar: la *American National Standards Institute (ANSI)* y la *International Alloy Designation System (IADS)* para productos forjados; estas dos basadas en la *Aluminum Association of the United States*. Además, existen otros organismos como la *International Organization for standarization (ISO)* y la *Unified Numbering System (USN)*. El Sistema de designación del aluminio y sus aleaciones incorpora el tipo de producto (forjado, vaciado a piezas, o vaciado en lingotes) y sus respectivos tratamientos, registrados por la *Aluminum Association* dentro del estándar ANSI H35.1, con respecto a la designación y composición de las aleaciones de aluminio y su tratamiento, registradas en los Estados Unidos [7].

Las aleaciones forjadas tienen propiedades más uniformes y mejor ductilidad a diferencia de las fundidas que tienen una mayor variación en sus propiedades y son menos dúctiles [8]. A su vez, la clasificación de aleaciones de aluminio para forja se divide en dos grupos:

1. Aleaciones que se pueden endurecer mediante trabajo en frío y que no se pueden tratar térmicamente.
2. Aleaciones que se pueden endurecer mediante tratamiento térmico

2.6 Aleaciones de forja

Las aleaciones de aluminio para forja se dividen en dos grandes grupos, las que reciben tratamiento térmico y las que no reciben tratamiento térmico. Las primeras son fundamentales y sus propiedades mecánicas se pueden mejorar mediante la solubilidad de la fase sólida, endurecimiento por acritud y las que pueden endurecerse estructuralmente; a continuación, se identifican mediante cuatro dígitos la severidad de temple que muestra la condición de la aleación de aluminio. El primer dígito identifica el principal elemento de aleación como indica la **Tabla 2**.

Tabla 2. Denominaciones para aleaciones de aluminio forjadas. [8]

Clave	Propiedades de la aleación
1xxx - Aluminio puro	Propensa a endurecimiento por deformación y a soldaduras.
2xxx – Cobre	Excelente resistencia a la corrosión, alta conductividad eléctrica y térmica, alta maleabilidad y no tratable térmicamente.
3xxx – Manganeso	Baja resistencia a la corrosión, tratable térmicamente, alta relación resistencia-peso, alta resistencia a temperatura elevada. Resistencia moderada, por lo general no tratable térmicamente.
4xxx – Silicio	No tratable térmicamente, punto de fusión más bajo.
5xxx – Magnesio	No tratable térmicamente, buena resistencia a la soldabilidad y corrosión, resistencia de moderada a elevada.
6xxx – Magnesio y silicio	Maquinabilidad, soldabilidad y resistencia a la corrosión, facilidad para soldarse y buena resistencia a la tensión, resistencia media, buena formabilidad y tratable térmicamente.
7xxx - Zinc	Resistencia de moderada a muy elevada, tratable térmicamente.

El primer dígito de la designación identifica el tipo de aleación, que se refiere al principal elemento de aleación, el segundo dígito en el número de la aleación indica los límites de impureza, si el dígito es cero no contiene impurezas, si el valor es de uno a nueve indica un

control especial de una o más impurezas, por ejemplo, las aleaciones 5053 y 5453 varían muy poco en su composición, así como también las aleaciones 7073 y 7473.

En la serie 1xxx los últimos dos dígitos son significativos, pero no en otras aleaciones. En las aleaciones 1xxx, la pureza mínima del aluminio se muestra por esos dígitos, por ejemplo, la aleación 1150, significa una pureza del aluminio del 99.50%. En las series del dos hasta el siete, los últimos dos dígitos no tienen ningún significado en especial, sólo sirven para identificar las diferentes aleaciones en el grupo, por ejemplo 3003, 3004, 3005, son completamente diferentes, así mismo las aleaciones 6061, 6063, son diferentes [7].

2.7 Aleaciones para fundición

Al igual que las aleaciones para forja, las aleaciones para fundición constan de cuatro dígitos mostrados. El primer dígito indica el grupo y el elemento aleante principal como indica la

Tabla 3.

Tabla 3. Denominación de aleaciones de aluminio vaciadas. [8]

Clave	Elementos aleantes
1xx.x	Aluminio (99.00% mínimo)
2xx.x	Aluminio-cobre
3xx.x	Aluminio-silicio (con cobre y/o magnesio)
4xx.x	Aluminio- silicio
5xx.x	Aluminio-magnesio
6xx.x	Aluminio-silicio-magnesio
7xx.x	Aluminio-zinc
8xx.x	Aluminio-estaño

En la serie 1xx.x, el segundo y tercer dígitos indican el contenido mínimo de aluminio, al igual que el tercero y cuarto dígitos en el aluminio forjable. Para las otras series, el segundo y tercer dígito no tienen importancia numérica. El cuarto dígito (a la derecha del punto decimal) indica la forma del producto [8]; por ejemplo, un 0 indica que la aleación fue vaciada directamente en molde, un 1 indica que fue vaciada en lingote con límites de composición química, y un 2 indica los lingotes cuya composición química difiere de los

límites establecidos para las xxx.1 pero que está comprendida entre los límites nominales para lingotes. Si la aleación fue modificada o tiene ciertas impurezas, se indica con un serial de letras delante de la designación de la aleación. La designación de las letras se hace en secuencia alfabética omitiendo las letras I, O, Q y X. La letra X se reserva para aleaciones experimentales [7].

2.8 Efecto de los elementos aleantes

Cobre. El cobre mejora sustancialmente la resistencia y la dureza en las condiciones de tratamiento térmico. Las aleaciones que contienen 4 a 5,5% de Cu responden con mayor fuerza al tratamiento térmico y muestran propiedades de colada relativamente mejoradas. El cobre generalmente reduce la resistencia a la corrosión. Por el contrario, bajas concentraciones de cobre en las aleaciones de aluminio y zinc inhiben la corrosión por estrés. El cobre reduce la resistencia a la fragilidad en caliente y aumenta el potencial de contracción interdendrítica.

Hierro. Este elemento mejora la resistencia a la fragilidad en caliente y disminuye la tendencia a la adhesión o troquelado en la fundición a presión. Los aumentos en el contenido de hierro están acompañados por una ductilidad sustancialmente disminuida. El hierro reacciona para formar una serie de fases intermetálicas, las más comunes son FeAl, FeMnAl y AlFeSi. Estas fases esencialmente insolubles son responsables de las mejoras en la resistencia, especialmente a temperatura elevada, pero también de la fragilidad de la microestructura.

Magnesio. El magnesio es la base para el desarrollo de la dureza y la resistencia en aleaciones de aluminio y silicio tratadas térmicamente y se utiliza comúnmente en aleaciones de aluminio silicio más complejas que contienen cobre, níquel, con el mismo propósito. El Mg_2Si de la fase de endurecimiento muestra un límite de solubilidad útil correspondiente a aproximadamente 0.70% de Mg, más allá del cual no se produce un fortalecimiento adicional o se produce un ablandamiento de la matriz. Las aleaciones binarias de aluminio y magnesio son ampliamente utilizadas en aplicaciones que requieren

un acabado superficial brillante, excelente respuesta al acabado químico, resistencia a la corrosión y atractivas combinaciones de resistencia y ductilidad. La composición común varía de 4 a 10% de Mg, las aleaciones que contienen más de 7% de Mg son tratables térmicamente. La inestabilidad y el envejecimiento a temperatura ambiente a largo plazo a concentraciones más altas de magnesio pueden evitarse mediante tratamiento térmico.

Manganeso. El manganeso es un elemento importante en las aleaciones forjadas endurecidas por deformación por lo pueden contener niveles más altos de este elemento. El manganeso también se puede emplear para alterar la respuesta en el acabado químico y anodizado. El hierro y el manganeso pueden considerarse isomorfos, y la química de las aleaciones puede reflejar las estequiometrías que favorecen las fases de Al-Fe-Mn insolubles menos perjudiciales.

Zinc. El zinc acompañado de la adición de cobre y/o magnesio, resulta en aleaciones tratables térmicamente o que envejecen naturalmente. Varias de estas composiciones son de uso común. La adición de cobre al sistema de aluminio-zinc-magnesio, junto con pequeñas pero importantes cantidades de cromo y manganeso, produce aleaciones aluminio-base de mayor resistencia disponibles comercialmente.

La adición de elementos de aleación se hace para mejorar las propiedades mecánicas, como la resistencia a la tensión, dureza, rigidez, maleabilidad y algunas veces para mejorar la fluidez y otras propiedades de las aleaciones [9].

2.9 Aleaciones de aluminio de la serie 7000

Las aleaciones Al-Zn son materiales de alta resistencia mecánica con valores que están en el rango de 220 a 607 MPa, son tratables térmicamente y sus principales aplicaciones son en la industria aeroespacial y automotriz. Aleaciones como la 7039, 7007 y 707.0 son las principales aleaciones aluminio-zinc-magnesio generalmente con bajos contenidos de cobre (menor a 0.2%), se fabrican para aplicaciones en productos deportivos, puentes militares y parachoques de automóviles. Sin embargo, la mayoría de las aleaciones de estas series también tienen contenidos más altos de cobre y son usadas principalmente en partes

de aeronaves. Las aleaciones como 7005 y 7004 son aleaciones de extrusión, usadas en estructuras tubulares para bicicletas o los rieles para automóviles y armaduras militares [10].

En aleaciones de la serie 7xxx y 7xx.x, el zinc, es el principal elemento de aleación en cantidades de 1 a 8%, estas aleaciones tienen baja densidad, alta resistencia específica, resistencia al agrietamiento por corrosión bajo tensión, resistencia a la fractura y a la corrosión por exfoliación [11]. También se ha agregado manganeso, generalmente junto con Cr, para formar dispersoides en aleaciones 7xxx. Forma $AlMn_6$ en aleaciones sin Cu y $Al_{20}Cu_2Mn_3$ en aleaciones Al-Zn-Mg-Cu [12].

Estas aleaciones se usan generalmente para la protección contra la corrosión y por su alta resistencia a la tensión y al calor, se aplican en la industria aeronáutica y automotriz, en armamento, construcción de maquinaria, moldes para inyección de plástico, embutido y extrusión, en soportes de todo tipo de moldes y tornillería. La aleación más importante de este grupo es la 7075 (Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu) que tiene numerosas aplicaciones en la industria aeronáutica, artículos domésticos, armamento y deporte. Las aleaciones de aluminio de la serie 7XXX son ampliamente utilizadas como materiales estructurales en la industria aeronáutica debido a sus propiedades, tales como baja densidad, alta resistencia, ductilidad, tenacidad y resistencia a la fatiga [13].

Además, estas aleaciones cuentan con alta capacidad de endurecimiento por precipitación y elevada resistencia; es por eso que son utilizadas frecuentemente en aplicaciones estructurales donde conviene aprovechar su alta relación esfuerzo-peso [14].

2.10 Reducción metalotérmica de óxidos

El proceso metalotérmico se refiere a la obtención de metales y aleaciones por reducción de sus óxidos o haluros con metales. Generalmente, estas reacciones pueden ser expresadas por la **ecuación 2**, [15].



Donde X es oxígeno, cloro o flúor, mientras que A y B representan los dos metales [16].

La principal característica de este proceso es que el metal que se está reduciendo es convertido a un producto sólido o líquido y no a un gas como en otros procesos de reducción, es decir, donde el carbón y el hidrógeno producen (CO , CO_2) y (H_2O), respectivamente. El proceso metalotérmico es utilizado cuando la reducción con carbón, hidrógeno o por electrólisis de una solución acuosa no es posible. Entre los metales principalmente utilizados como reductores se encuentra: el Al, Ca y Mg.

En la **Figura 1** se muestra una representación esquemática del mecanismo de reducción aluminotérmica, en el cual, el óxido metálico es reducido por el aluminio en la interfase por lo que puede establecerse que los óxidos de zinc y de manganeso pueden ser reducidos de igual forma por el aluminio fundido.

Jurado y colaboradores [17], determinaron las condiciones de operación para llevar a cabo la reducción aluminotérmica de la mezcla de polvos de electrodos de baterías alcalinas descargadas (masa negra), con las cuales obtuvieron la aleación Al-Zn-Mg-Mn [17].



Figura 1. Esquema del posible mecanismo de la reacción aluminotérmica de polvos de masa negra ($\text{ZnO} - \text{Mn}_2\text{O}_3$) [18].

2.11 Tratamientos térmicos de las aleaciones de aluminio

En su sentido más amplio, el tratamiento térmico se refiere a cualquiera de las operaciones de calentamiento y enfriamiento que se realizan con el propósito de modificar propiedades mecánicas, estructura metalúrgica o el estado de tensión residual de un producto metálico. Sin embargo, cuando el término se aplica a aleaciones de aluminio, su uso se restringe a las

operaciones específicas empleadas para aumentar la resistencia y dureza de las aleaciones forjadas y fundidas. Por lo general, estas aleaciones se denominan aleaciones "tratables térmicamente" para distinguirlas de aquellas aleaciones en las que no se puede lograr una mejora significativa en sus propiedades mediante el calentamiento y enfriamiento [19]. Las aleaciones de aluminio tratables térmicamente actualmente han experimentado un aumento significativo de la demanda debido a la creciente aplicación en el área aeroespacial y automotriz. Las consideraciones de rendimiento combinadas con la necesidad de calidad requieren que el tratamiento térmico sea muy preciso [12].

Los tratamientos térmicos aplicados a las aleaciones de aluminio incluyen:

- Homogenización
- Tratamiento térmico por solución
- Temple
- Envejecimiento natural
- Endurecimiento por precipitación (envejecimiento)

En la **Tabla 4** se muestra la designación para los tratamientos más comunes de las aleaciones de aluminio. Las propiedades mecánicas o grado de endurecimiento de las aleaciones de aluminio que pueden mejorarse mediante tratamiento térmico se hacen con un tratamiento de envejecimiento que consta de tres etapas:

1. Tratamiento de solubilización de elementos de aleación, por calentamiento del material durante cierto tiempo a temperatura adecuada (disolución de materiales solubles).
2. Temple o enfriamiento rápido para producir una solución sobresaturada a temperatura ambiente.
3. Envejecimiento, consiste en la precipitación de fases metaestables a partir de la solución sobresaturada mediante pequeñas partículas del material de aleación, ya sea a temperatura ambiente envejecimiento natural o a temperatura controlada (envejecimiento artificial, ejemplo de un tratamiento T6) [19].

Tabla 4. Designaciones de tratamiento para aleaciones de aluminio tratables térmicamente [20].

Designación	Condición
O	Recocido (en el estado más blando posible).
F	Tal como se fabricó (en caliente, forja, fundición).
W	Tratada por solución.
T	Endurecida por envejecimiento
T1	Enfriada desde temperatura de fabricación y envejecida naturalmente.
T2	Enfriada desde la temperatura de fabricación, trabajada en frío y envejecida naturalmente.
T3	Tratada por solución, trabajada en frío y envejecida naturalmente.
T4	Tratada por solución y envejecida naturalmente.
T5	Enfriada desde la temperatura de fabricación y envejecida artificialmente
T6	Tratada por solución y envejecida artificialmente.
T7	Tratada por solución, estabilizada por sobre envejecimiento
T8	Tratada por solución, trabajada en frío y envejecida artificialmente
	Tratada por solución, envejecida artificialmente y trabajada en frío.
	Enfriada desde la temperatura de fabricación, trabajada en frío y artificialmente envejecida.

2.12 Tratamiento térmico de Retrogresión y Re-envejecido (RRA) en las aleaciones de aluminio

El tratamiento térmico de retrogresión y re-envejecido (RRA) provee buenas propiedades de resistencia al esfuerzo y a la corrosión teniendo valores comparables a los que se obtienen con los tratamientos comunes T6 y T73, respectivamente. De manera general, los pasos para llevar a cabo este tratamiento de RRA son:

- I. Tratamiento térmico de homogenizado,
- II. Tratamiento térmico de envejecimiento similar al T6,
- III. Tratamiento térmico de regresión de corta duración y
- IV. Tratamiento térmico de re-envejecido.

Una vez cubierto el tratamiento térmico de homogenizado, el cual tiene por objeto provocar una modificación de la estructura de colada, se procede a someter la aleación a

un subsecuente tratamiento de retrogresión y re-envejecido que puede definirse a su vez, en una secuencia de tres pasos [21]. El tratamiento RRA consta de:

1. Tratamiento térmico de envejecimiento: la aleación se trata en un estado de bajo envejecimiento que para las aleaciones de la serie 7000, la temperatura de trabajo se sitúa en valores de 120°C con tiempo de mantenimiento de 16 horas.
2. Tratamiento térmico de retrogresión: la aleación se trabaja a temperaturas superiores a las de envejecido por períodos cortos de tiempo dando lugar a que parte de los precipitados formados durante el envejecimiento vuelvan a disolverse. Para las aleaciones de la serie 7000, las temperaturas varían en rangos de 170 a 230°C con tiempos de mantenimiento de 30 a 150 minutos.
3. Tratamiento térmico de re-envejecimiento: la aleación es tratada durante un período de tiempo más largo, pero a una temperatura más baja, valores que rondan los 120°C por tiempos de 24 horas [22].

Por su parte, la secuencia de envejecimiento de las aleaciones de la serie 7000 se puede generalizar de la siguiente manera [23] :

Solución sólida sobresaturada α_{SSS} → zonas coherentes de Guinier-Preston (GP) → fase intermedia semi-coherente η^1 (MgZn₂) → fase incoherente estable η (MgZn₂)

Las características microestructurales de esta serie de aleaciones juegan un papel importante en la susceptibilidad a la SCC. Las principales características microestructurales se centran en la zona libre de precipitados (PFZ), los precipitados en la matriz y los precipitados en el límite de grano (GBP). La adición de cobre puede estabilizar las zonas GP, promover el desarrollo de η^1 a partir de zonas GP y mejorar la respuesta al endurecimiento por envejecimiento [22]. Por su parte, Adler y Poulouze [24] [25] afirmaron que la resistencia al SCC podría mejorarse aumentando el tamaño y el espaciado de la GBP y ampliando la PFZ, también indicaron que los elementos Zn y Mg pueden acumularse en el PFZ lo que resulta en un aumento en la susceptibilidad de SCC.

Sin embargo, otros investigadores consideraron que la influencia del PFZ en SCC no era notable. En dicha investigación [26], encontraron que una velocidad de enfriamiento lenta podría mejorar la resistencia al SCC, pero la resistencia se sacrifica considerablemente debido a la severa sensibilidad de enfriamiento.

Dado que el refinamiento de grano se usa a menudo para fortalecer materiales, la mayoría de las aleaciones de aluminio de alta resistencia contienen elementos de transición como Cr, Mn y Zr, para formar compuestos intermetálicos, llamados dispersoides, que precipitan durante la homogenización del lingote. Los dispersoides sirven para retardar la recristalización y el crecimiento del grano durante el procesamiento y el tratamiento térmico. Se considera que el tipo y la distribución de los dispersoides afectan significativamente la microestructura y el comportamiento de la precipitación. Se cree que en aleaciones con una alta fracción de volumen de dispersoides con tamaño pequeño, se obtiene una microestructura de grano fino después de su fabricación y el posterior tratamiento térmico. [27]

El objetivo del primer paso es la homogenización de la matriz de aluminio junto con los elementos de aleación (elementos agregados en altas concentraciones), es necesario el calentamiento de la aleación a la temperatura de solución sólida para que los elementos de la aleación puedan disolverse en la matriz, posterior a esto, al realizar el temple, se permite la inmovilización de los átomos formando así una SSSS (solución sólida sobresaturada). En el TT de envejecimiento inicial se alcanza el pico de envejecimiento, es decir, donde se obtiene la más alta resistencia mecánica, sin embargo, se presenta una notable disminución de la resistencia a la corrosión localizada, específicamente la corrosión bajo tensión (SCC), corrosión por exfoliación (EFC) y corrosión intergranular (IGC). En este paso comienza la precipitación de los elementos aleantes en toda la matriz de aluminio, estos precipitan en forma de clústeres (un número grande de precipitados η') ya sea por efecto de los solutos (SRC) o por las vacancias (VRC) distribuyéndose así en zonas GP (Guinere-Preston); GPI o GPII, respectivamente [28].

En resumen, el tratamiento RRA consiste en un ciclo térmico de tres pasos aplicado a la aleación en estado de tratamiento T6. En la primera etapa, los precipitados menos estables (las zonas GP y las partículas finas de η' dentro de los granos) se disuelven mientras que el GBP crece y se espacia bien. El posterior envejecimiento promueve la nueva precipitación de η' mientras que sus partículas preexistentes están creciendo y el GBP continúa engrosándose en lo que resulta en un mayor espaciamiento entre precipitados. Finalmente, en el interior de los granos se revela una microestructura similar a la de T6, pero de naturaleza más estable, produciendo cedencia y resistencia al mismo nivel como el de T6. Además, el mayor tamaño y separación de la GBP en RRA es similar a la del tratamiento T73, lo que resulta en una mayor resistencia SCC. Se puede establecer que el RRA combina las ventajas de T6 y T73 al mismo tiempo: alta resistencia y buena resistencia al SCC.

2.13 LAMINACIÓN

Para lograr tomar las formas adecuadas en el proceso de fabricación, se utilizan métodos de manufactura para transformar los materiales a formas en donde sea más fácil trabajarlas, en este caso el proceso es la laminación. En su forma más elemental, un material laminado se logra mediante la acción de dos o más cilindros que giran en sentidos contrarios entre sí y reducen el tamaño de sección de un lingote o placa al ir aplastando y alargando el metal. Una vez laminada, la pieza toma la estructura según el sentido de la laminación. Este proceso es una ruta comúnmente usada en la industria metálica debido su alta eficiencia, alta producción y porque es posible tener un estricto control del producto final.

Incluso, se dice que aproximadamente el 80% de los productos metálicos fueron laminados en alguna etapa de su producción [29]. Productos como partes de avión, latas, utensilios de cocina, etc., provienen de aleaciones que han sido sometidas al laminado. El producto a laminar puede tener la forma inicial de hoja, alambre circular, o placa (como es en el caso de la presente tesis). Cuando el producto final es una hoja delgada de espesor menor a 3 mm se le denomina "cinta" [30]. El equipo básico para el proceso de laminado consiste en: rodillos, un motor

que aplique potencia a los rodillos y regule su velocidad y, por último, una estructura que soporte a los rodillos y al motor; este conjunto de partes forma el molino. El término para la laminación “en frío” se relaciona más que nada con la temperatura de recristalización del material que se va a laminar y no al valor de la temperatura a la que se lleva a cabo el proceso. Esto quiere decir que el proceso de laminado se hace a una temperatura menor a la temperatura de recristalización del material y que no existe un valor definido de temperatura que marque la frontera entre frío o caliente [31].

En la **Figura 2** se muestra un esquema de las fuerzas que actúan en el proceso de laminación de una placa de sección rectangular [32]. Donde b es el ancho de la cinta; H_0 , H y H_1 representan la altura de la cinta en la entrada, en la zona de deformación y en la salida, respectivamente, V_1 velocidad de salida, V_0 velocidad de entrada, V_R velocidad del rodillo, N como plano neutro y (τ) fuerza de fricción. El ángulo formado entre el plano de entrada y la línea central de los rodillos (α) se conoce como ángulo de contacto. Como se mencionó anteriormente, ocurre un ensanchamiento lateral y éste se debe a la respuesta a la resistencia a fluir de cada material. Existen factores que influyen en la resistencia a fluir de un material:

- Coeficiente de fricción entre el material y los rodillos
- Propiedades mecánicas del material
- Acabado de los rodillos
- Recubrimiento de los rodillos
- Diámetro de los rodillos
- Tensión de entrada y salida del material

Un alto coeficiente de fricción, rodillos de gran diámetro y materiales con una alta resistencia a la tensión son factores que darán como resultado una mayor carga de laminación [11].

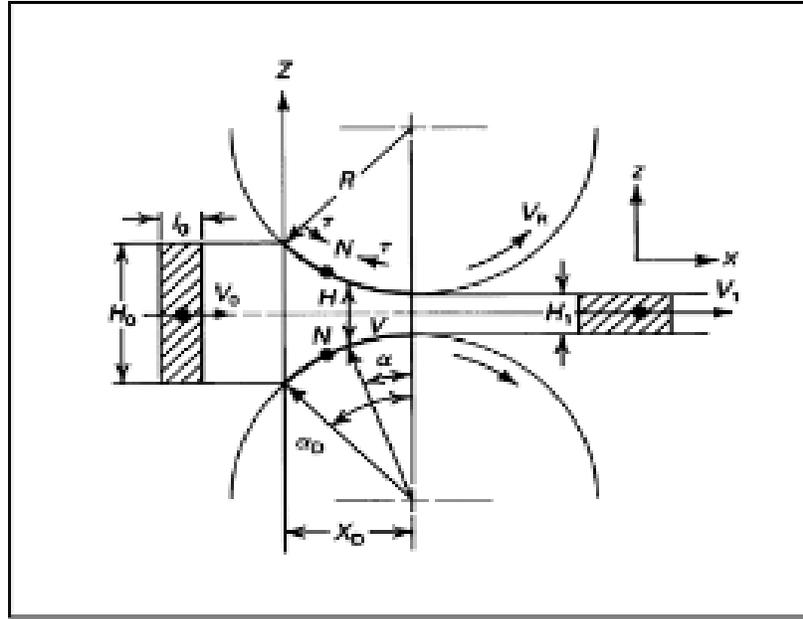


Figura 2. Esquema de las fuerzas presentes durante el proceso de laminación.

2.13.2 Carga de Laminación

EL cálculo de carga de laminación (**ecuación (3)**) determina la carga en Lbf que ejercen los rodillos del molino de laminación. Este valor está dado en función del radio del rodillo, el grosor de la placa, la longitud de contacto entre el rodillo y la lámina, el esfuerzo de fluencia de la aleación y los espesores iniciales y finales de las muestras (**ecuación 4**).

$$\text{Carga de laminación} = \sigma_0 * L \quad (3)$$

Donde:

σ_0 = Esfuerzo de fluencia de la lámina en el espacio de laminación (se utiliza para este caso el valor de 74 MPa) [17].

L = Longitud de contacto entre rodillo y muestra

$$L = \sqrt{R(H_0 - H_F)} \quad (4)$$

Donde:

R = radio del rodillo

H_0 = espesor inicial

H_F = espesor final

2.13.3 Laminación en frío.

El aluminio laminado en frío tiene una resistencia que presenta características mejoradas en comparación con las laminadas en caliente debido a una mayor tasa de endurecimiento por deformación durante la producción. Las láminas de aluminio laminadas en frío son adecuadas para aplicaciones como componentes industriales y soportes estructurales donde se necesita resistencia adicional sin sacrificar la calidad de la superficie. El trabajo en frío permite obtener productos más delgados que el trabajo en caliente, pero requiere de fuerzas mayores debido a que un material sometido a laminación en frío sufre un endurecimiento por deformación considerable en donde la densidad de dislocaciones y el esfuerzo de cedencia se incrementan, aumentando así el esfuerzo necesario para iniciar y mantener la deformación plástica. Como consecuencia, el laminado en frío produce una microestructura deformada, no recristalizada y con estructura granular elongada en la dirección del flujo del metal; los granos se distorsionan, las fronteras de grano se alinean y se desarrolla un patrón granular fibroso como se muestra en la **Figura 3**. El trabajo en frío normalmente se lleva a cabo a temperatura ambiente [33] [34].

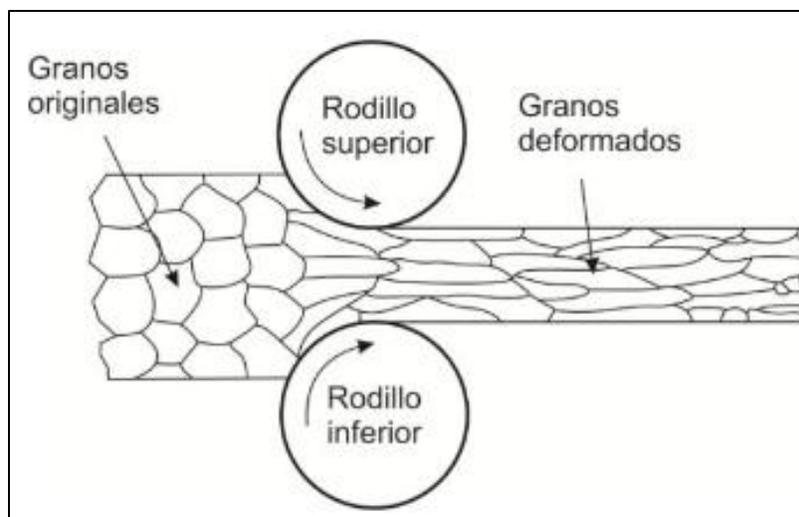


Figura 3. Diagrama general del proceso de laminación en frío [34].

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

En esta sección se describe el diseño de experimentos utilizado para llevar a cabo el análisis del efecto del tratamiento térmico de Retrogresión y Re-envejecido, sobre la deformación por laminación de la aleación Al-Zn-Mn., así como el material y equipo utilizados y las técnicas de caracterización utilizadas.

3.1 Material y equipo.

Para la obtención de la aleación Al-Zn-Mn se requirió lo siguiente:

- Horno de inducción marca INDUCTOTHERM con crisol de carburo de silicio, capacidad de 12kg.
- Masa negra (mezcla de polvos de ZnO-Mn₂O₃ de baterías alcalinas descargadas)
- Aluminio reciclado (latas para bebidas).
- Lanza de grafito usada para la desgasificación del metal.
- Argón ultra alta pureza (UAP).
- Molde metálico.
- Fundente.

Equipo para la caracterización de las probetas:

- Análisis químico (espectroscopia de emisión por chispa).
- Microscopio óptico.
- Microscopio electrónico de barrido (MEB).
- Máquina universal electromecánica marca MTS (pruebas de tensión).
- Durómetro.
- Molino de laminación

3.2 Diseño experimental.

Para estudiar el efecto del tratamiento térmico RRA sobre el comportamiento durante la laminación de la aleación Al-Zn-Mn se analizaron las variables de porcentaje de reducción y velocidad de rodillo. El diseño del experimento es de tipo factorial con el propósito de

reducir errores experimentales, los factores A y B representan las variables independientes como se muestra en la **Tabla 5**.

Tabla 5. Diseño experimental.

Factores \ Niveles	1	2	3	4	5
Porcentaje de reducción (%)	10	20	30	40	50
Velocidad de rodillos (rpm)	6	8	10	12	

Haciendo referencia a la tabla anterior, el número de experimentos a realizar esta dada por la ecuación 5:

$$N = a * b * n \quad (5)$$

Donde:

A = % de reducción.

B = Velocidad del rodillo

a = 5 (nivel del factor A).

b = 4 (nivel de factor B)

n = 1 (número de réplicas).

N = 20 (número de experimentos).

3.3 Metodología experimental.

3.3.1 Fusión de aluminio reciclado.

La obtención de lingotes de aluminio reciclado consistió en la fusión de latas de aluminio en un horno de gas con capacidad de 60 kg, se fundieron en total 150 kilos. Las latas de

aluminio fueron cargadas en el crisol y una vez que fueron fundidas (a alrededor de 750 °C) se agregó fundente y fue retirada la escoria para finalmente vaciar el metal líquido en lingoteras de 12kg de capacidad. El producto de esta fusión fue utilizado como materia prima para la posterior obtención de la aleación Al-Zn-Mn. **La Tabla 6** muestra los resultados de análisis químico de la aleación de latas de aluminio.

Tabla 6. Composición química de la aleación de aluminio reciclado.

Composición (% en peso)									
Al	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Si
Bal.	0.6	0.2	0.7	0.9	0.022	0.01	0.065	0.02	0.28

3.3.2 Obtención de la aleación Al-Zn-Mn por reducción aluminotérmica.

Con una carga de 26% (respecto al peso de la carga metálica) de masa negra, se llevó a cabo el proceso de reducción aluminotérmica a una temperatura de 800°C durante 90 minutos con una agitación del baño metálico de 200 rpm con 9.8 kilogramos de la aleación obtenida de la fusión de aluminio reciclado [17]. Para la obtención de la preforma se utilizó un horno de inducción con capacidad de 12 kg y se desgasificó el baño metálico inyectando gas argón (UAP) con una lanza de grafito durante 10 minutos. Posteriormente se usó un molde metálico el cual fue precalentado a alrededor de 400 °C para vaciar el metal líquido y obtener las preformas iniciales. La incorporación de la masa negra se efectuó con adiciones de empaques de papel aluminio con el polvo en su interior, mismos que fueron introducidos en el baño cada 5 minutos. Con condiciones ya establecidas de acuerdo con estudios previos [35] se agregaron 141.55 g de masa negra para cumplir con el 26% respecto al peso de la carga inicial. Se analizó una muestra de la aleación mediante espectrometría de emisión por chispa y se obtuvieron los resultados que aparecen en la **Tabla 7**.

Tabla 7. Composición química de la aleación obtenida por reducción aluminotérmica.

Composición (% peso)									
Al	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Si
Bal.	0.6	0.2	0.85	0.053	0.013	0.007	1.7	0.01	0.29

En total se obtuvieron 5 preformas vaciadas las cuales que fueron cortadas en secciones de 15 x 5 x 1.3 cm para sus posteriores tratamientos térmicos y ensayos mecánicos. **En la Figura 4** se observa un esquema representativo de las muestras obtenidas (30 muestras en total).

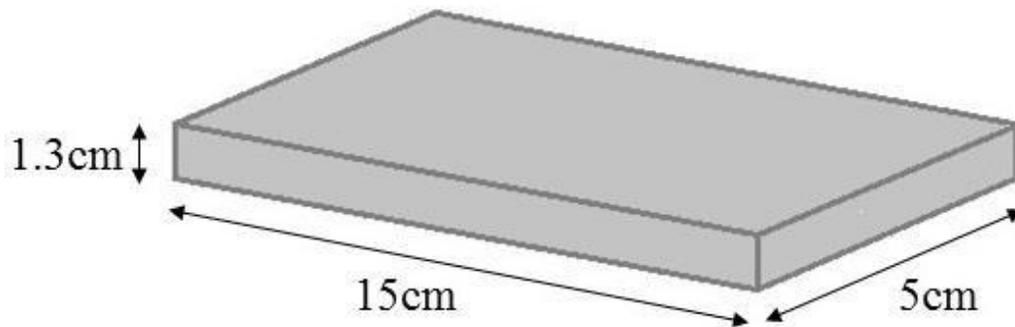


Figura 4. Esquema de la muestra de la aleación Al-Zn-Mg-Mn fabricada por reducción aluminotérmica.

3.3.3 Tratamiento térmico de retrogresión y re-envejecimiento (RRA)

Partiendo de las condiciones establecidas en trabajos previos [35], el ciclo de tratamiento térmico se inició con un tratamiento de solución a 570 °C durante 8 horas, posteriormente, utilizando agua a temperatura ambiente como medio templante, se enfriaron las muestras para a continuación aplicar un primer tratamiento de envejecido, este a 120°C durante 16 horas para después pasar al tratamiento de retrogresión. La etapa de retrogresión fue realizada a 230 °C durante un lapso de 2 horas. Finalmente, el tratamiento de re-envejecido fue llevado a cabo durante 24 horas a una temperatura de 120 °C. Un esquema del ciclo de tratamiento térmico realizado se ilustra en la **Figura 5**.

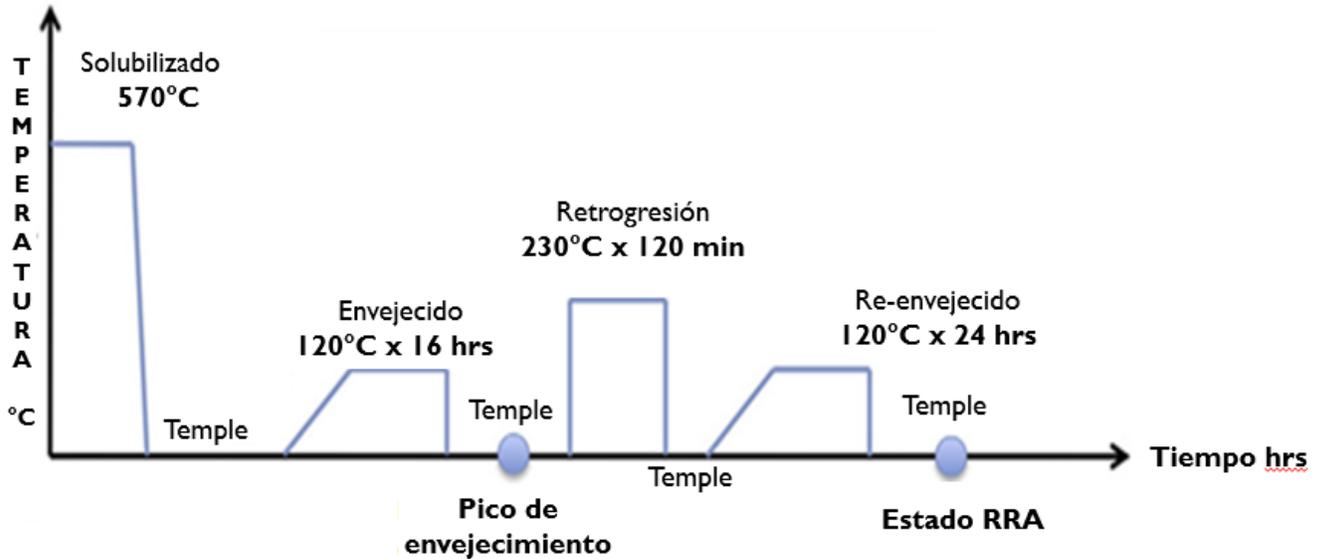


Figura 5. Ciclo de tratamiento térmico de RRA.

3.3.4 Laminación.

Las preformas sometidas al tratamiento térmico de RRA fueron laminadas de acuerdo con las condiciones señaladas en la **Tabla 4**. Es importante mencionar que el trabajo de laminación se llevó a cabo a temperatura ambiente salvo las excepciones que se mencionan más adelante debido a que la deformación a temperatura ambiente no altera las propiedades obtenidas en el tratamiento de Re- envejecido y su microestructura.

Como pruebas adicionales, se realizaron cinco ensayos de laminación a 150°C con una permanencia de 30 minutos a velocidad de rodillos de 8 rpm para observar si existía alguna diferencia microestructural y de propiedades mecánicas significativa al utilizar esta temperatura de calentamiento. Como resultado, se obtuvieron un total de 25 experimentos los cuales son el resultado de combinar cada uno de los factores con los respectivos. Otra prueba adicional que se realizó en esta investigación consistió en reducir tanto como fuera posible dos muestras: una laminada a temperatura ambiente y otra a la 150°C con tiempo de calentamiento de 30 minutos.

Posterior al proceso de laminación, se caracterizaron muestras de cada condición realizada, así como también, se realizaron ensayos de dureza Brinell y ensayos de resistencia a la tensión

3.4 Técnicas experimentales

3.4.1 Espectrofotometría de emisión por chispa.

Este tipo de análisis o estudio determinó la composición química de la muestra obtenida. Esta técnica consiste en detectar las longitudes de onda característica de cada uno de los elementos presentes cuando los electrones son excitados mediante una chispa. Este análisis se realizó para determinar el porcentaje en peso de cada elemento de esta aleación de estudio.

3.4.2 Microscopía óptica.

Esta técnica de caracterización permite hacer visible la estructura final de los objetos a una escala que no es apreciable a simple vista. El microscopio óptico contiene unos o varios lentes montados sobre una base tubular que permite obtener una imagen aumentada del objeto, este tipo de instrumento funciona mediante refracción. Por medio de esta técnica experimental se observó la microestructura de colada, así como también, la microestructura con tratamientos térmicos de homogenizado, envejecido y en condición de retrogresión y re-envejecido y para diferentes porcentajes de reducción para la aleación Al-Zn-Mn obtenida.

3.4.3 Microscopio electrónico de barrido.

Se utilizó un equipo YEOL, este tipo de instrumento, a diferencia del óptico, cuenta con la posibilidad de observar la microestructura a más de 2000 aumentos y límites aproximados de más de 1,000,000. Cuenta con un haz de electrones en lugar de uno de luz blanca. Una de las ventajas de este instrumento es que tiene una gran profundidad de campo, lo que permite un enfoque de gran calidad. Otra de las ventajas de este instrumento es que cuenta con un espectrómetro de dispersión de energía (EDS) de rayos x, el cual permitió cuantificar

la distribución cualitativa de los elementos químicos presentes en la aleación, mostrando imágenes y espectros relacionadas con la distribución de estos elementos.

3.4.4 Ensayo de dureza Brinell

El ensayo de dureza Brinell es una técnica en la que se aplica una indentación en el material para estudiar la oposición de este a ser penetrado. Los ensayos de dureza Brinell proporcionan información útil acerca de los metales, la cual se puede correlacionar con la resistencia a la tensión. Para la determinación de dureza de las muestras trabajadas y acorde a la norma ASTM E-10, se realizó el ensayo utilizando un probador de dureza Brinell marca Wilson con indentador de bola de acero de 10 mm con 500 kgf (29.42 kN) de carga y realizando 7 indentaciones en cada una de las muestras obteniendo un promedio para el valor final de dureza de cada una.

3.4.5 Ensayo de tensión

La finalidad del ensayo es obtener información de parámetros tales como resistencia a la fractura, límite elástico y porcentaje de alargamiento. El ensayo de tensión se llevó a cabo mediante la aplicación de una carga axial hasta la fractura en una máquina de ensayos universal, según la norma ASTM E8-04. El tamaño de las probetas se realizó acorde a un tamaño subsize que se esquematiza en la **Figura 6**.

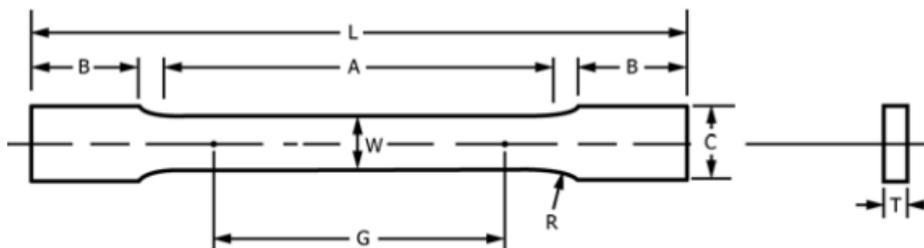


Figura 6. Esquema probeta de tensión acorde a norma ASTM E8-04 [36].

Donde:

$L = 100\text{ mm}$ $A = 32\text{ mm}$ $B = 30\text{ mm}$

$W = 6\text{ mm}$ $C = 10\text{ mm}$ $R = 6\text{ mm}$

$G = 25\text{ mm}$ $T = \text{máx. } 6\text{ mm}$

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En esta sección se presentan y discuten los resultados que se obtuvieron en la fase experimental planteada en el capítulo anterior, se presentan y analizan las imágenes que revelan las microestructuras obtenidas mediante microscopía óptica y electrónica, así como los resultados de los ensayos de dureza y tensión.

4.1 Morfología y microestructura de la aleación Al-Zn-Mn en estado de colada, homogenizado, envejecido y RRA.

En la **Figura 7** se muestran las fotomicrografías tomadas por microscopía óptica a 100X de la aleación Al-Zn-Mn obtenida por reducción aluminotérmica. Se hace una comparación del estado de colada (a) con respecto a los tratamientos térmicos de homogenizado (b), envejecido (c) y retrogresión y re-envejecido (d). Se puede apreciar, en los casos de estructura de colada y homogenizado, una morfología de poliedros, formas aciculares y agujas alargadas correspondiente al intermetálico β -Al₆FeMn típico de este tipo de aleación. A medida que se aplican las diferentes etapas de los tratamientos térmicos de envejecido y retrogresión y re-envejecido, esta morfología va cambiando para dar lugar a una morfología de tipo “escritura china” cuya composición corresponde al intermetálico α -Al(FeMn)Si el cual predomina al término de la etapa de re-envejecido. También se observan pequeños intermetálicos distribuidos homogéneamente en forma de puntos dentro de la matriz, mismos que posteriormente fueron analizados mediante microscopía electrónica de transmisión y que corresponden al precipitado Al₆Mn resultado del tratamiento térmico de RRA. Una imagen más clara de esta estructura de tipo escritura china y los pequeños precipitados incoherentes de Al₆Mn se muestra en la **Figura 8**. Todas las muestras fueron atacadas con reactivo KELLER (2ml de HF, 3 ml de HCl, 5ml de HNO₃ en 190 ml de agua destilada).

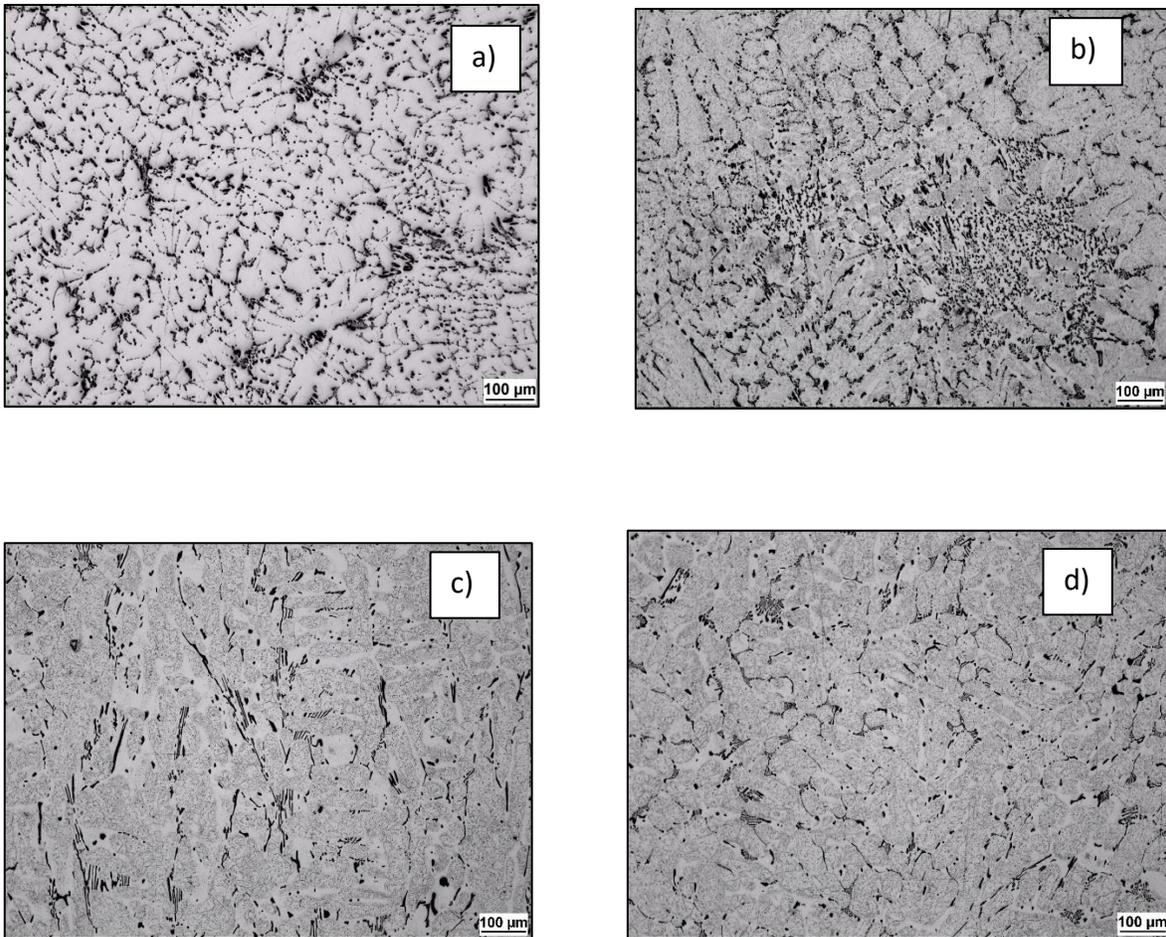


Figura 7. Micrografías tomadas a 100X que muestran la evolución microestructural de la aleación Al-Zn-Mn en estado de colada (a), tratamiento térmico de homogenizado (b), tratamiento térmico de envejecido (c) y tratamiento térmico de retroresión y re-envejecido (d). Muestras atacadas con reactivo Keller durante 30 segundos.

La **Figura 8**, por su parte, muestra un campo magnificado a 500X mostrando más a detalle la microestructura presente después del tratamiento térmico de RRA. Se observa la morfología tipo escritura china con composición α -Al(FeMn)Si y la presencia en gran cantidad del intermetálico Al_6Mn como pequeñas partículas finamente dispersas en el grano. La aparición del intermetálico β - Al_6FeMn se ve disminuida apareciendo con una morfología rómbica.

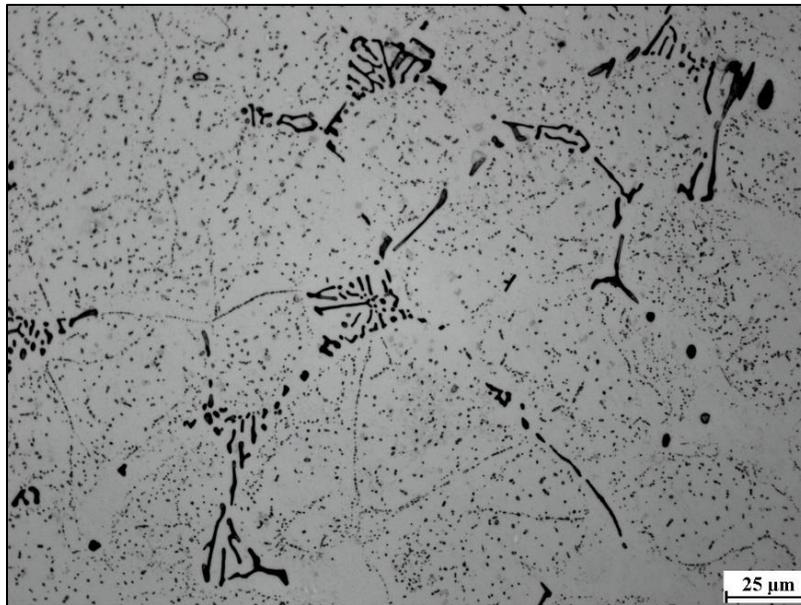


Figura 8. Micrografía de la aleación Al-Zn-Mn observada a 500X con morfología del tipo escritura china α -Al(FeMn)Si, intermetálicos aciculares y en forma de poliedro, así como pequeñas partículas correspondientes al precipitado Al_6Mn . Muestra atacada con reactivo Keller por 30 segundos.

4.1.2 Microscopía electrónica de barrido.

Para determinar la morfología y composición de los precipitados, se analizó una muestra en estado de RRA mediante técnica de espectroscopia de rayos X de energía dispersiva EDS por microscopía electrónica de barrido MEB. En la **Figura 9** se observa una muestra con tratamiento térmico de RRA sin laminación. En la imagen aparecen las morfologías correspondientes al intermetálico proveniente del estado de colada β - Al_6FeMn , así como el intermetálico con morfología tipo escritura china y cuya composición es α -Al(FeMn)Si. Del mismo modo, se analizó la matriz Al-Zn-Mn donde se observan pequeños precipitados que corresponderían al intermetálico Al_6Mn , los cuales se encuentran en forma de puntos finamente distribuidos dentro de los granos formados.

Por otro lado, en la **Figura 10** se muestra el espectro del análisis EDX que demuestran la existencia de tales elementos y que mediante un cálculo estequiométrico, se trata de los intermetálicos presentes ya mencionados.

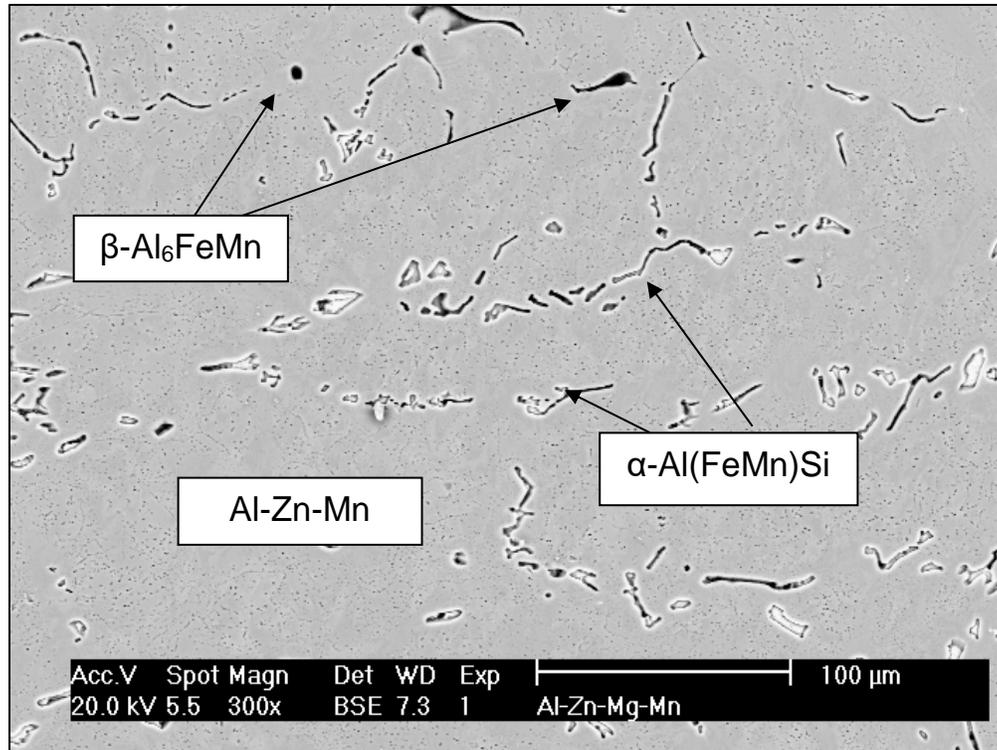


Figura 9. Micrografías que muestra la morfología de los precipitados en la aleación AL-Zn-Mn en estado de RRA. Imagen a 300X mediante MEB.

A medida que la aleación es sometida a los tratamientos térmicos desde el homogenizado hasta el de RRA, las partículas de β -Al₆FeMn que permanecen desde la estructura de colada debido a una transformación incompleta se van disolviendo dando como resultado la aparición de un compuesto más estable como lo es la fase α -Al(FeMn)Si. Para la precipitación de la fase α , el silicio juega un papel importante, además de la temperatura y el tiempo de homogenizado; ya que permite que los precipitados presenten morfologías alargadas y delgadas del tipo escritura china, que influyen directamente en las propiedades mecánicas permitiendo un comportamiento más dúctil del producto obtenido. En cambio, morfologías de tipo poligonales, actuarán como zonas de concentración de esfuerzos mismas que derivarán en sitios preferenciales para la aparición y proliferación de grietas durante el procesamiento de la aleación o durante su servicio.

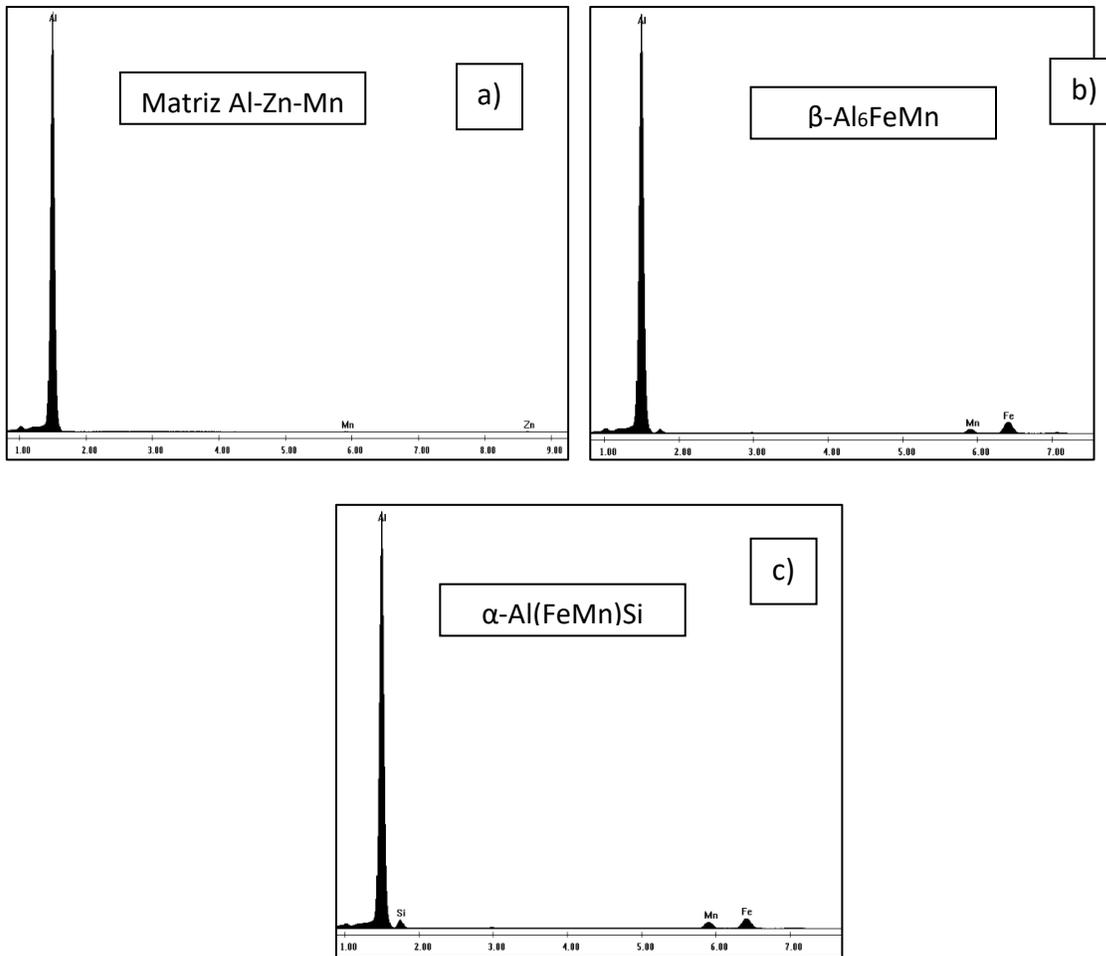


Figura 10. Espectros EDXS de las composiciones de las morfologías presentes en la aleación después del tratamiento térmico de RRA. a) Matriz, b) Morfología en forma de agujas y formas aciculares, c) morfología tipo escritura china.

4.2 Laminación

De acuerdo con el diseño de experimentos, las condiciones de laminado de cada muestra laminada son presentadas en la **Tabla 8**. Se muestran las características de porcentaje de deformación, los espesores inicial y final y la subsecuente carga de laminación calculada para cada muestra laminada.

4.2.1 Carga de Laminación

Para el cálculo de carga de laminación se utilizó la **Ecuación 4**, en la **Tabla 8** se muestran los resultados. Se observa que existe una relación entre el porcentaje de reducción que a medida que este aumenta, aumenta la carga de laminación calculada. Esto se debe al hecho de que, en el material laminado se presenta el endurecimiento por deformación por lo que se requieren más pasos de laminación y mayor carga para deformar el material. En la **Tabla 9** se muestran los resultados de la carga de laminación aplicada a las muestras que se sometieron a calentamiento de 150 °C durante 30 minutos antes de ser laminadas.

Tabla 8. Carga de laminación de muestras laminadas a temperatura ambiente.

Vel, rodillo rpm	% reducción	Espesor inicial (in)	Espesor final (in)	Carga Laminación
12	10	0.502	0.456	37.83
12	20	0.502	0.409	99.58
12	30	0.504	0.355	134.99
12	40	0.505	0.303	174.38
12	50	0.505	0.253	203.93
10	10	0.505	0.454	69.30
10	20	0.511	0.405	105.99
10	30	0.51	0.355	140.34
10	40	0.507	0.304	171.86
10	50	0.505	0.245	211.71
8	10	0.509	0.453	77.25
8	20	0.509	0.405	112.35
8	30	0.508	0.353	141.86
8	40	0.508	0.304	153.71
8	50	0.508	0.256	212.24
6	10	0.511	0.461	68.94
6	20	0.5	0.401	108.32
6	30	0.502	0.353	136.04
6	40	0.505	0.306	165.00
6	50	0.506	0.24	214.46

Tabla 9. Carga de laminación de muestras laminadas con calentamiento a 150°C x 30 minutos.

Vel. Rodillo (rpm)	% reducción	Espesor inicial (in)	Espesor final (in)	Carga Laminación
8	10	0.507	0.452	68.33
8	20	0.505	0.402	108.71
8	30	0.507	0.352	138.03
8	40	0.505	0.302	168.10
8	50	0.507	0.249	215.36

4.2.2 Ensayo de dureza

La **Tabla 10** presenta los resultados del ensayo de dureza Brinell de las 20 muestras laminadas a temperatura ambiente. Por otro lado, las muestras laminadas con calentamiento a 150° C con permanencia de 30 minutos se desglosan en la **Tabla 11**. Se observan valores similares en todas las muestras variando apenas un poco su valor entre estas. Este valor de dureza se incrementa gradualmente conforme el porcentaje de reducción aumenta comenzando con valores que rondan entre los 42-45 HBW para las muestras cuyo porcentaje de reducción fue de 10% y aumentando hasta valores de entre 53-56 HBW en las muestras cuyo porcentaje de reducción fue del 50%. Al igual que en el caso de la carga de laminación, los valores de dureza tienden a incrementar conforme la reducción es mayor. Durante la deformación del material, se incrementa el número de dislocaciones que promueven el reacomodo de los granos y generando una mayor cantidad de límites de grano en la microestructura afectando directamente en la dureza del material.

Tabla 10. Valores del ensayo de dureza Brinell de las muestras de la aleación Al-Zn-Mn laminadas a temperatura ambiente.

Vel. Rodillo (rpm)	% red	HBW
12	10	41.77
12	20	46.51
12	30	47.61
12	40	50.53
12	50	53.66
10	10	42.10
10	20	44.49
10	30	48.66
10	40	52.29
10	50	54.84
8	10	45.21
8	20	47.86
8	30	50.75
8	40	51.88
8	50	55.82
6	10	45.39
6	20	42.43
6	30	49.48
6	40	53.19
6	50	56.35

Tabla 11. Valores del ensayo de dureza Brinell de las muestras de la aleación Al-Zn-Mn laminadas a 8 rpm y calentamiento de 150°C con 30 minutos de permanencia.

Vel. Rodillo (rpm)	% red	HBW
8	10	44.67
8	20	47.86
8	30	51.18
8	40	50.32
8	50	56.31

4.3 Morfología y microestructura de la aleación Al-Zn-Mn laminada a temperatura ambiente.

En este apartado se presentan las imágenes correspondientes a microscopía óptica de las muestras de la aleación Al-Zn-Mn que fueron laminadas posterior al tratamiento térmico de retrogresión y re-envejecido. Se hace una comparación de cada condición de trabajo como lo son % de reducción, velocidad del rodillo y en los casos que aplique, temperatura de calentamiento y tiempo de permanencia. Se muestran las fotomicrografías a un aumento de 500X para observar de una mejor manera la presencia de los precipitados Al-Mn resultado del tratamiento térmico de RRA. Las muestras fueron atacadas con reactivo Keller durante 30 segundos.

4.3.1 Reducción del 10%

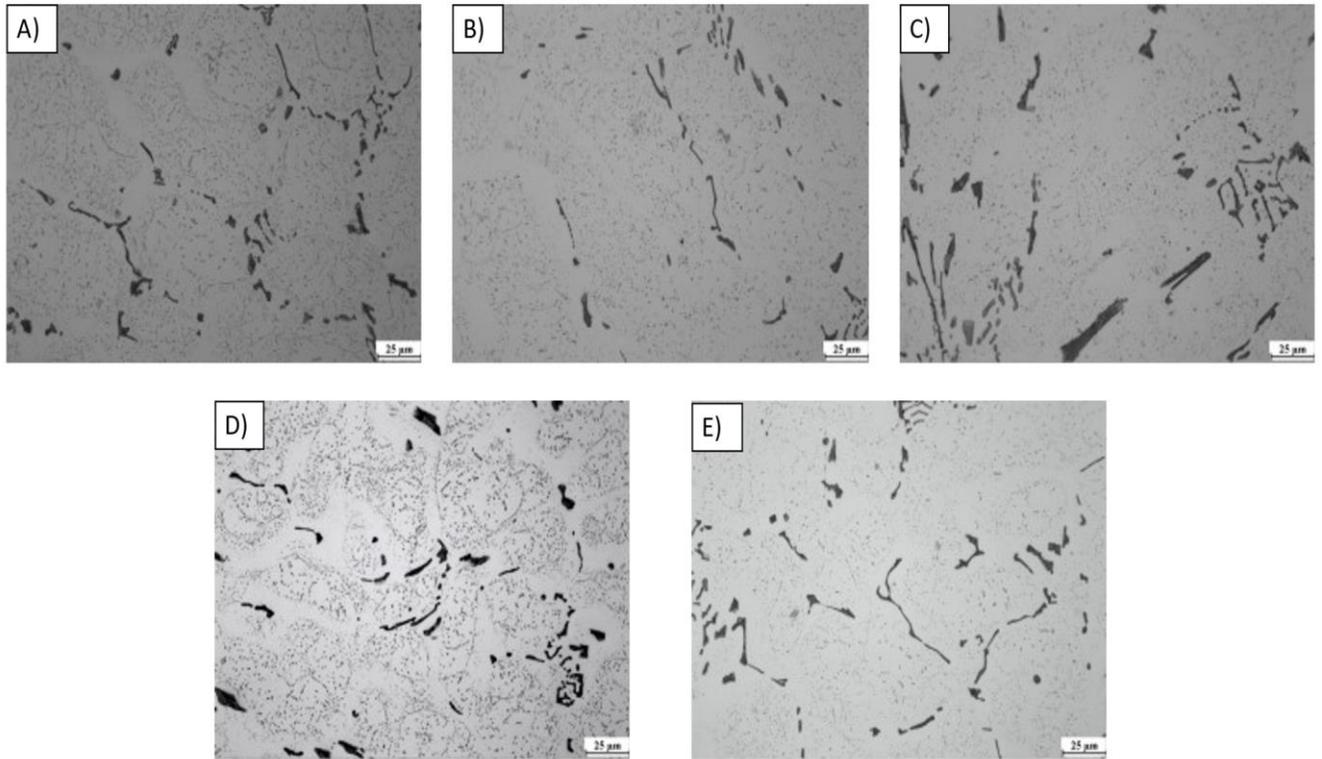


Figura 11. Micrográficas a 500X de la aleación Al-Zn-Mn reducidas al 10% de su espesor inicial.

A) 12 rpm a temperatura ambiente, B) 10 rpm a temperatura ambiente, C) 8 rpm a temperatura ambiente, D) 6 rpm a temperatura ambiente y E) 8 rpm pre calentada a 150°C.

Se observa que, a esta velocidad de rodillo, no existe un cambio microestructural significativo en el material. Los intermetálicos aparecen de manera muy similar al caso en donde no hay laminación de por medio: dispersos en la matriz y sin deformación, lo cual, cambia paulatinamente una vez que se van incrementando los pasos de laminación y el porcentaje de reducción de espesor.

4.3.2 Reducción del 20%

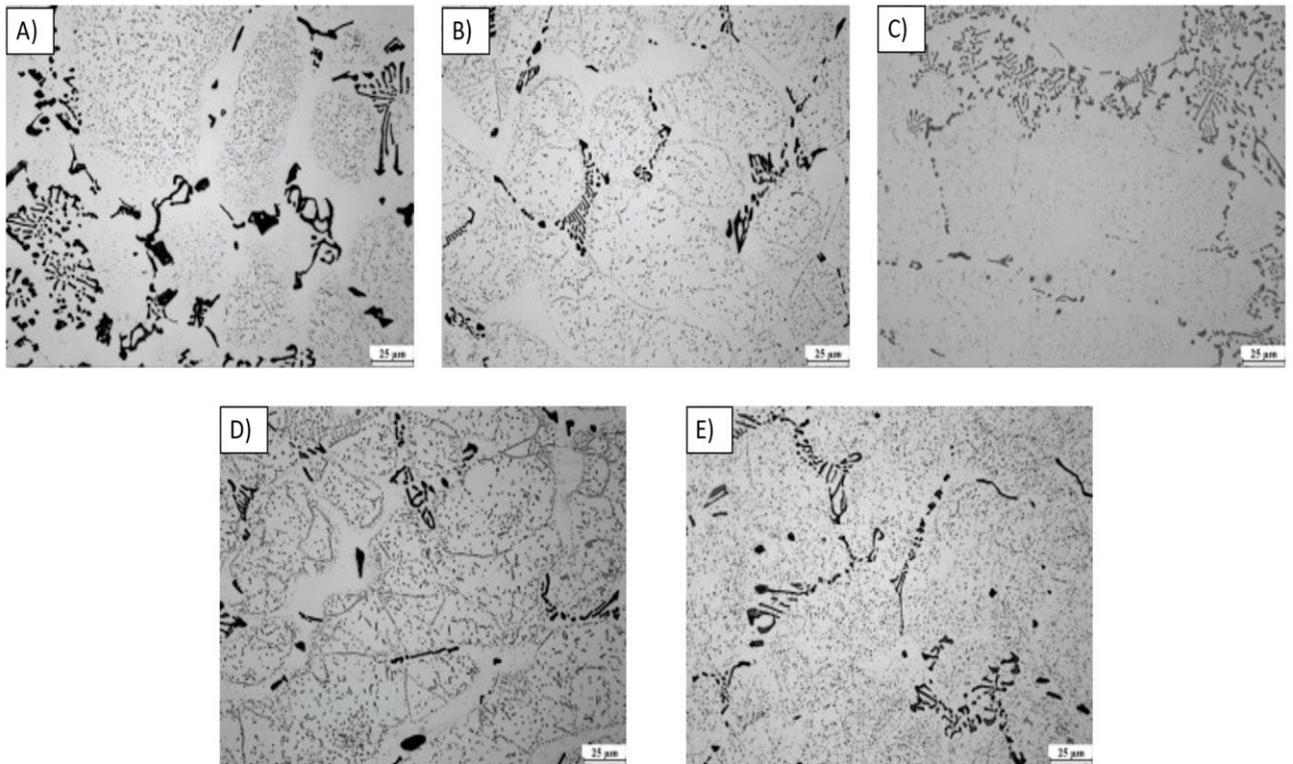


Figura 12. Micrografías a 500X de la aleación Al-Zn-Mn reducidas al 20% de su espesor inicial.

A) 12 rpm a temperatura ambiente, B) 10 rpm a temperatura ambiente, C) 8 rpm a temperatura ambiente, D) 6 rpm a temperatura ambiente y E) 8 rpm precalentada a 150°C.

A este nivel de reducción, se empieza a notar un ligero cambio en la forma en la cual se direccionan los intermetálicos lo cual es producto de la laminación, aunque la microestructura pareciera similar al caso donde no hay laminación. De igual forma, las agujas de la estructura del tipo escritura china se van alargando y haciéndose más finos.

4.3.3 Reducción al 30%

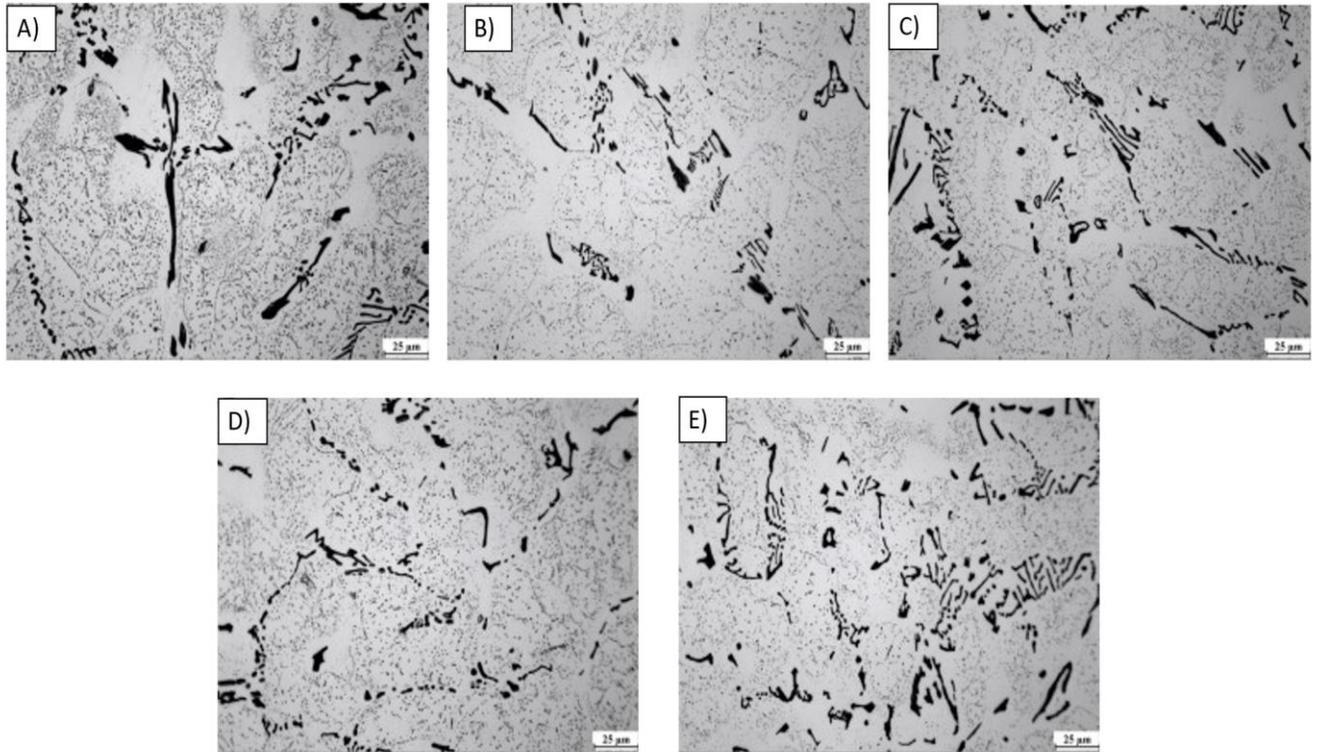


Figura 13. Micrografías a 500X de la aleación Al-Zn-Mn reducidas al 30% de su ancho inicial.

A) 12 rpm a temperatura ambiente, B) 10 rpm a temperatura ambiente, C) 8 rpm a temperatura ambiente, D) 6 rpm a temperatura ambiente y E) 8 rpm precalentada a 150°C. Una vez alcanzado este porcentaje de reducción, la microestructura comienza a mostrar un cambio más notable que en los casos de 10 y 20% de reducción. Los intermetálicos empiezan a alargarse y tomar el sentido de dirección hacia el cual ocurre el trabajo de laminación. También, se aprecian más a detalle unos puntos muy pequeños que se encuentran dentro de los granos, mismos que, debido a su composición, corresponderían al precipitado Al_6Mn .

4.3.4 Reducción al 40%

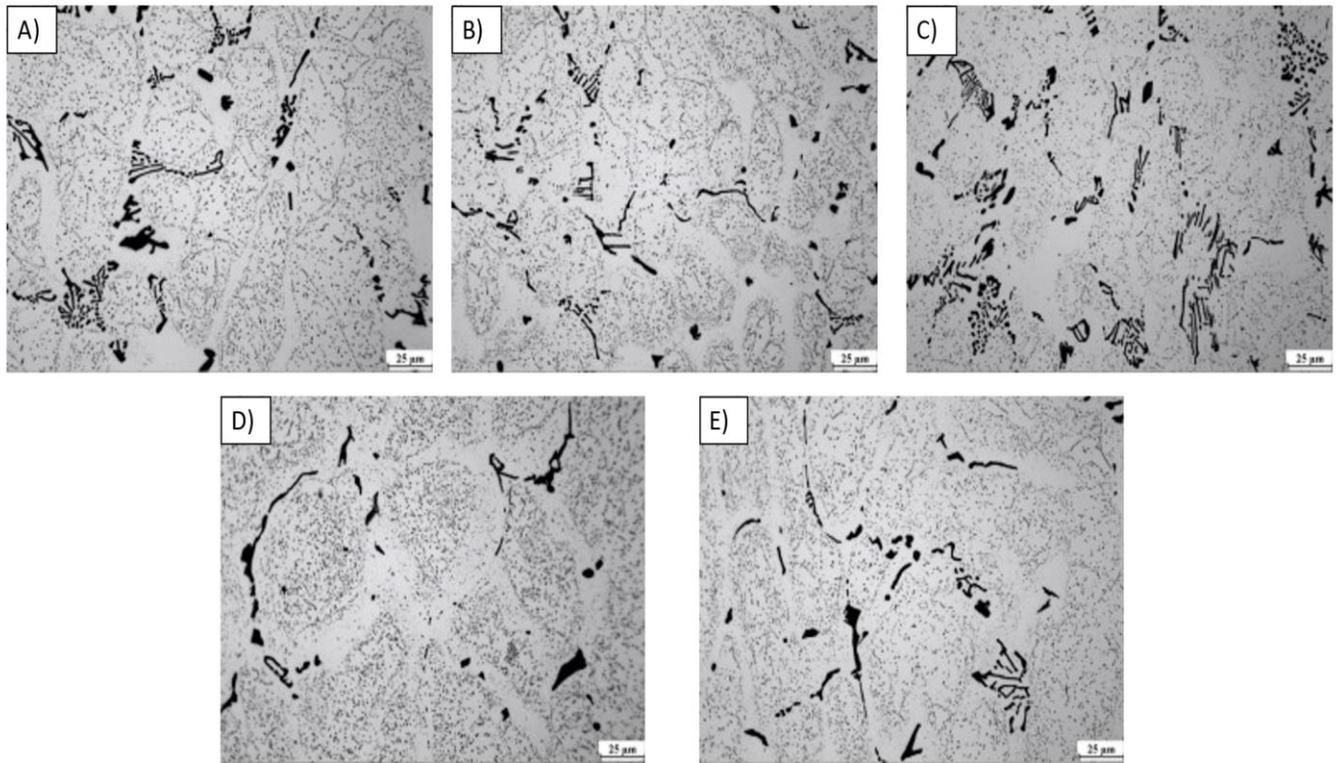


Figura 14. Micrografías a 500X de la aleación Al-Zn-Mn reducidas al 40% de su ancho inicial.

A) 12 rpm a temperatura ambiente, B) 10 rpm a temperatura ambiente, C) 8 rpm a temperatura ambiente, D) 6 rpm a temperatura ambiente y E) 8 rpm precalentada a 150°C.

Al igual que en el caso de la reducción a 30%, los intermetálicos son cada vez más finos y es más notable el sentido de la laminación. Se observan también, con nitidez, los granos y la presencia del intermetálico Al_6Mn dentro de ellos.

4.3.5 Reducción al 50%

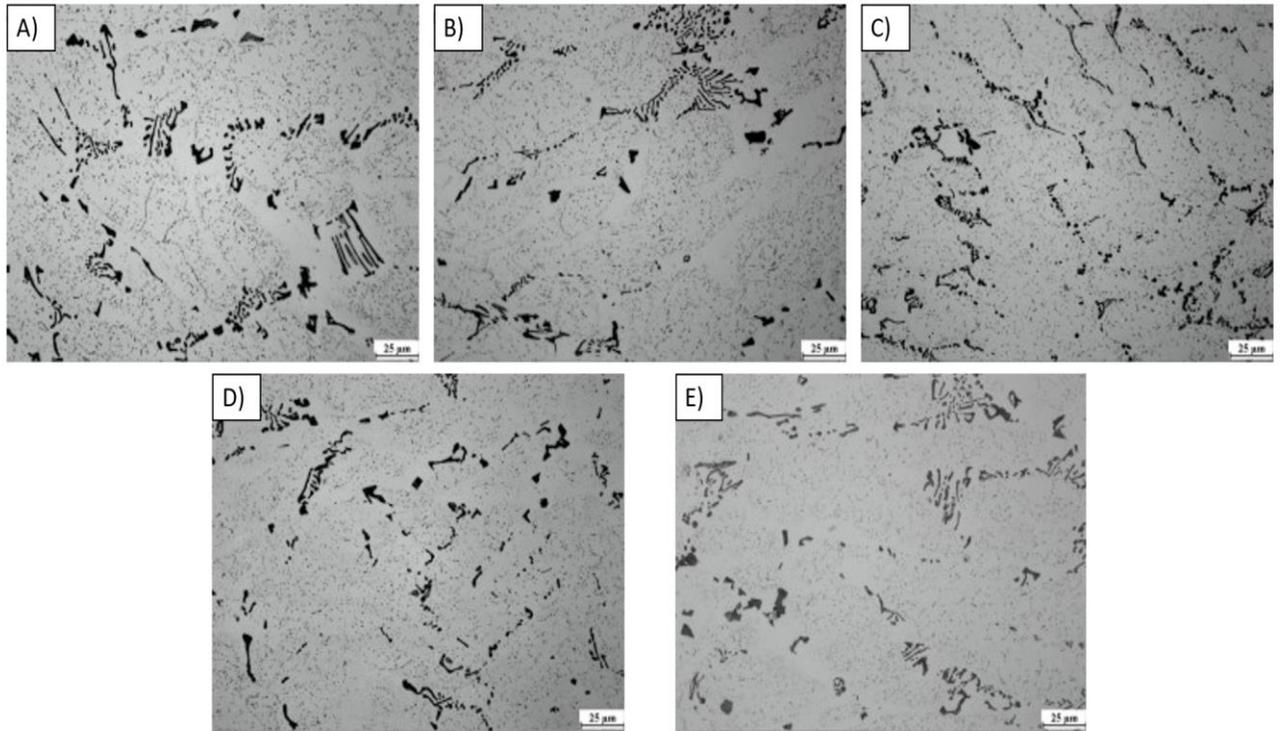


Figura 15. Micrográficas a 500X de la aleación Al-Zn-Mn reducidas al 50% de su ancho inicial. A) 12 rpm a temperatura ambiente, B) 10 rpm a temperatura ambiente, C) 8 rpm a temperatura ambiente, D) 6 rpm a temperatura ambiente y E) 8 rpm precalentada a 150°C.

Para este nivel de reducción, el sentido de laminación como puede apreciarse en el caso c es evidente. Los granos muestran un alargamiento debido a que se han requerido más pasos de laminación y con ello mayor deformación y los intermetálicos de morfología tipo escritura china son también más finos comparado con los porcentajes de reducción anteriores.

4.4 Ensayo de tensión

De acuerdo con la norma de ensayo de tensión ASTM E8-04, se realizaron los ensayos de resistencia a la tensión para las probetas producidas de la aleación Al-Zn-Mn fabricada y laminada en las condiciones de RRA ya mencionadas. En la **Tabla 12** se enlistan los valores de límite de cedencia, porcentaje de deformación y esfuerzo máximo obtenidos del ensayo; se observa cómo los valores de esfuerzo máximo y límite de cedencia aumentan ligeramente al aumentar el porcentaje de reducción de las muestras con diferentes velocidades de rodillo. Se obtuvieron valores máximos de 197.5 MPa en UTS y 187.59 en el límite de cedencia para el caso de la muestra laminada a una velocidad de rodillo de 8 rpm, laminada a temperatura ambiente y con un 50% de porcentaje de reducción; mientras que, para el caso del ensayo realizado a piezas precalentadas a 150°C, se obtienen valores máximos de 196 MPa para el UTS y 188 MPa para el límite de cedencia, esto, al igual que las piezas laminadas a temperatura ambiente, para el porcentaje de reducción del 50%. En dicha tabla se agrupan los resultados obtenidos según la velocidad de rodillo aplicada durante la laminación y se enlistan según el porcentaje de reducción realizado. El último grupo corresponde a las muestras precalentadas a 150°C y laminadas a 8 rpm, velocidad de rodillo establecida al inicio de la experimentación como un valor intermedio entre las demás velocidades trabajadas.

Tabla 12. Resultados del ensayo de tensión.

	% reducción	UTS (MPa)	Límite cedencia (MPa)	% Deformación
12 rpm	10	114.4	78.26	0.793
	20	151.8	144.88	3.355
	30	162.5	155.18	8.505
	40	179.5	172.14	10.838
	50	186.6	180.24	5.117
10 rpm	10	145.4	136.15	13.15
	20	154.6	144.44	15.901
	30	164.1	158.16	9.507
	40	176.8	169.23	11.876
	50	191.8	184.22	8.409
8 rpm	10	151.7	144.84	11.865
	20	163.1	154.57	12.825
	30	170.8	159.87	7.963
	40	173.2	150.99	0.157
	50	197.5	187.59	9.094
6 rpm	10	145.5	136.79	15.067
	20	161.1	152.74	13.09
	30	164.9	156.37	8.787
	40	182.7	164.10	3.162
	50	195.1	184.49	6.814
8 rpm Precalentadas 150°C	10	134.7	129.27	3.415
	20	160.1	150.29	13.97
	30	162.3	155.55	11.224
	40	176.6	165.55	9.552
	50	196.1	188.11	7.324

Se observa que, para el caso particular del parámetro de velocidad de rodillo, el valor de esfuerzo máximo va en aumento a medida que la velocidad baja de 12 a 10 y hasta 8 rpm dónde se alcanza el máximo. Sin embargo, al llegar a la velocidad de 6 rpm, se observan valores menores comparables con los de la velocidad de 10 rpm siendo entonces, la velocidad de 8 rpm la que mayor valor alcanza. En el caso de las muestras laminadas a 8 rpm y precalentadas a 150°C, la magnitud de estos dos valores aumenta considerablemente desde la reducción al 10% con un valor de 134.7 MPa y alcanzando los 196.1 MPa cuando la reducción es al 50 %; lo cual no difiere mucho en cuanto a los valores que se alcanzan trabajando el material a temperatura ambiente. Para elucidar lo anterior, las **Figuras 15, 16, 17, 18 y 19** representan las gráficas esfuerzo vs deformación obtenidas de las pruebas del ensayo de tensión realizado. En cada gráfica, se agrupan las 5 condiciones de reducción para las diferentes velocidades de rodillo utilizadas en este trabajo, así como la excepción de las condiciones trabajadas con precalentamiento de 150°C.

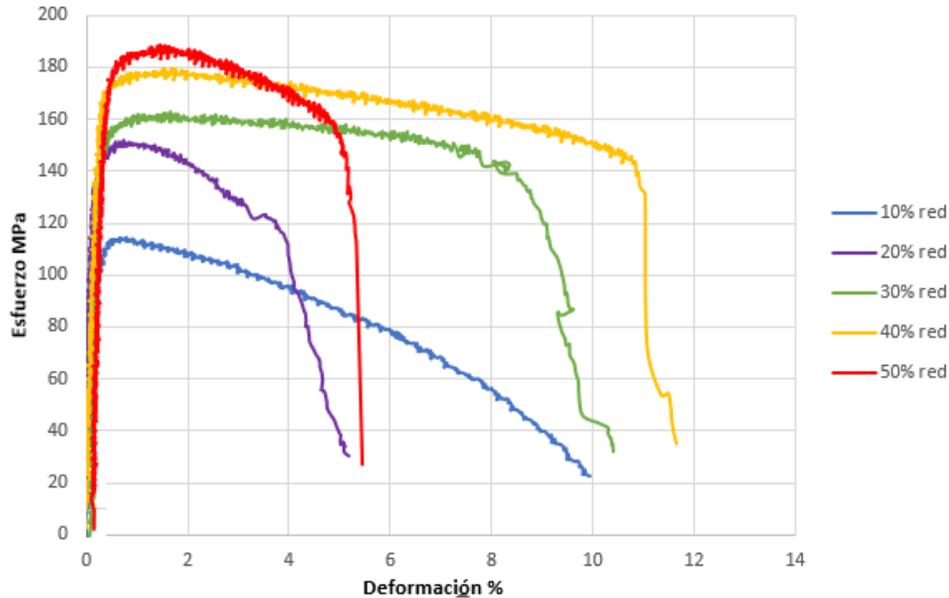


Figura 16. Grupo de curvas esfuerzo-deformación para muestras laminadas a velocidad de 12 rpm y temperatura ambiente.

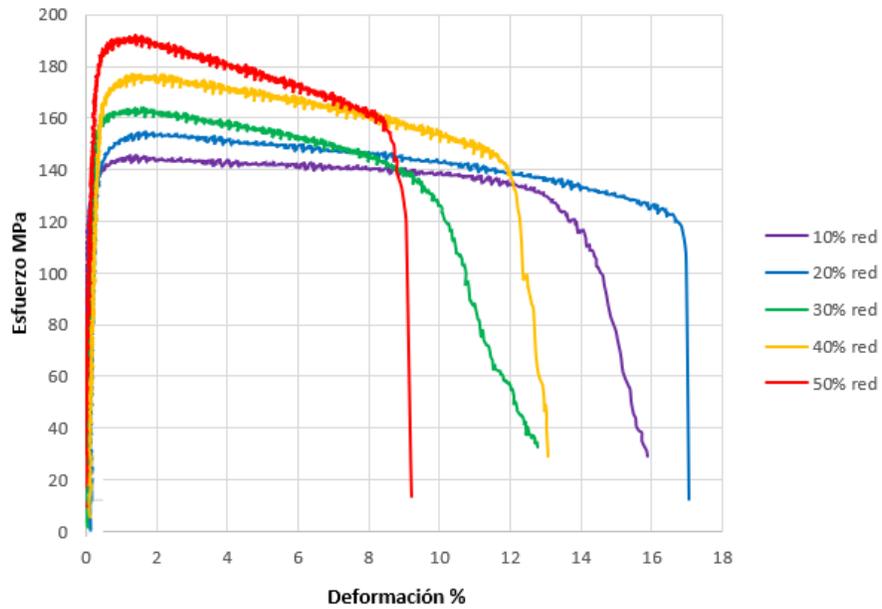


Figura 17. Grupo de curvas esfuerzo-deformación para muestras laminadas a velocidad de 10 rpm y temperatura ambiente.

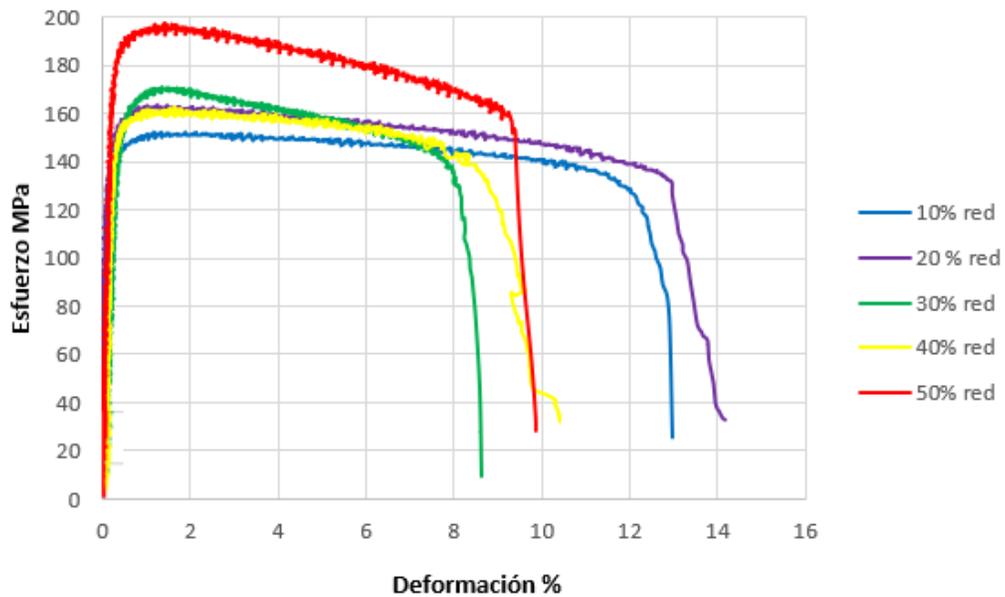


Figura 18. Grupo de curvas esfuerzo-deformación para muestras laminadas a velocidad de 8 rpm y temperatura ambiente.

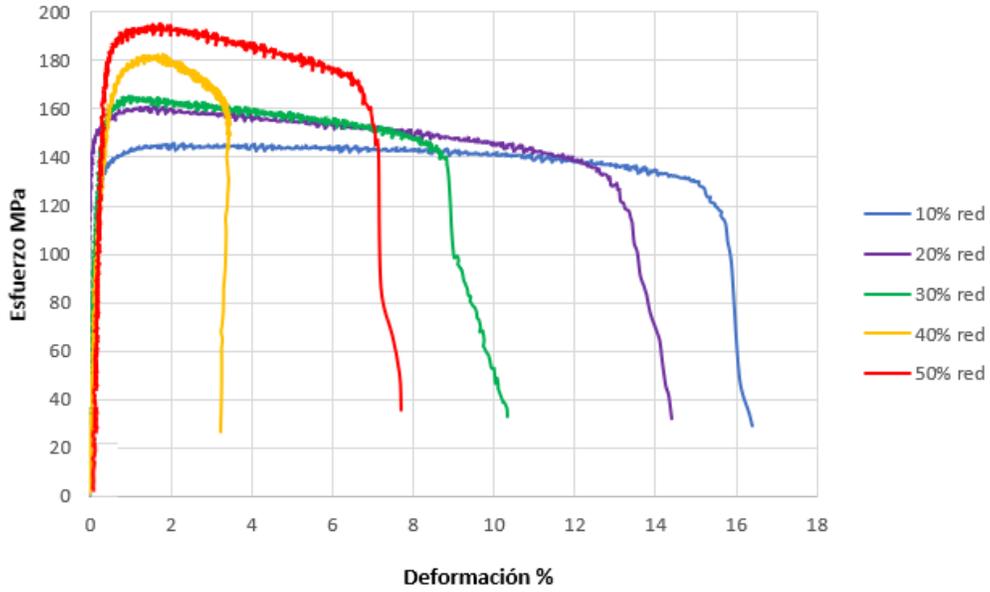


Figura 19. Grupo de curvas esfuerzo-deformación para muestras laminadas a velocidad de 6 rpm y temperatura ambiente.

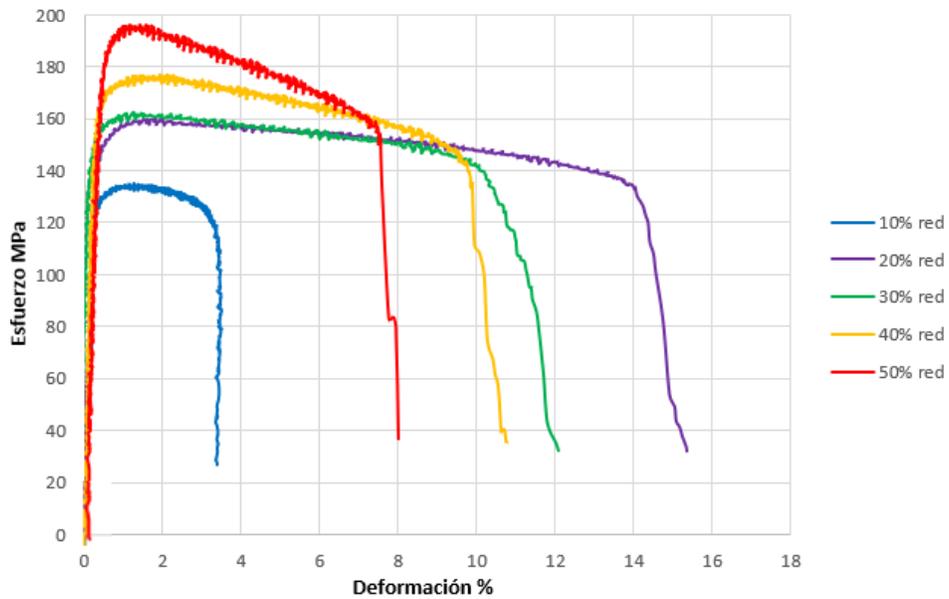


Figura 20. Grupo de curvas esfuerzo-deformación para muestras laminadas a velocidad de 8 rpm y temperatura de 150°C con permanencia de 30 minutos.

Se puede observar que, aunque la **Tabla 12** indica que el valor de resistencia a la tensión es mayor en el grupo donde las muestras tuvieron una velocidad de rodillo de 8 rpm, en realidad no hay mucha variación con los demás valores de las diferentes velocidades de rodillo presentando valores muy similares comparadas con los porcentajes de reducción realizados, mismo comportamiento en el caso de las muestras trabajadas con un precalentamiento de 30 minutos durante 150°C antes de ser laminadas.

Tal comportamiento mecánico y al igual que en el ensayo de dureza, puede explicarse debido a que, al ocurrir el fenómeno de endurecimiento por deformación, el material soporta mayores cargas a mayores porcentajes de laminación que derivan en una mayor deformación de este en su estructura interna. Este ensayo indica que no hay una diferencia significativa en valores de UTS y YS si se somete esta aleación a un precalentamiento o se lamina a temperatura ambiente.

5. CONCLUSIONES

- Se obtuvo una aleación Al-Zn-Mn a partir de la fusión de latas de aluminio recicladas y reducción aluminotérmica de masa negra proveniente de baterías alcalinas descargadas.
- Se obtuvieron las preformas y se deformó con éxito la aleación obtenida acorde a las variables de porcentaje de reducción (10, 20, 30, 40 y 50%) y velocidad de los rodillos (6, 8, 10, y 12 rpm) sin presentarse agrietamientos en el material y logrando reducciones máximas de hasta 97%.
- Se realizó el tratamiento térmico de retrogresión y re-envejecido RRA a la aleación obtenida, dicho tratamiento constó de un homogenizado a 570°C durante 8 horas, seguido del primer envejecido a 120°C durante 16 horas, después, el paso de retrogresión a 230°C por 120 minutos y finalmente, el re-envejecido a 120°C durante 24 horas.
- Se caracterizaron las muestras tratadas térmicamente y deformadas en laminación, se obtienen estructuras de colada con presencia del intermetálico β -Al₆FeMn que se transforma en la fase α -Al (FeMn)Si que es más estable y presenta morfología de escritura tipo china. Al final del tratamiento térmico de RRA se presenta esta fase junto al precipitado Al-Mn, resultando en la microestructura final.
- Se observa como los valores de carga de laminación aumentan a medida que aumenta el porcentaje de reducción como resultado del endurecimiento por deformación alcanzando un máximo de 12476.31 Lbf para la muestra trabajada a 6 rpm a temperatura ambiente. Del mismo modo, se observa que la influencia de la velocidad de rodillo no afecta esta carga de laminación puesto que para cada valor de % de reducción y velocidad de laminación, los resultados no muestran diferencias significativas. Ocurre lo mismo con aquellas muestras que fueron calentadas a 150°C durante 30 minutos y con velocidad de rodillo de 8 rpm en donde se alcanza un máximo de 12287.26 Lbf.

- Se alcanzaron valores de dureza de hasta 56 HBW para las muestras reducidas al 50%, con velocidad de rodillo de 8 rpm y calentadas durante 30 minutos a 150°C. Sin embargo, no se presentan diferencias significativas en las muestras cuyo laminado se realizó a temperatura ambiente y con variaciones en la velocidad de rodillo.
- Los resultados de las pruebas de resistencia a la tensión muestran valores de hasta 197.5 MPa cuando su reducción es del 50% y la velocidad de laminación es de 8 rpm sin diferencias significativas en los valores entre esta y las demás velocidades de laminación. En el caso de las muestras laminadas con velocidad de rodillo de 8 rpm y calentadas a 150°C por 30 minutos, la magnitud de este valor aumenta considerablemente desde la reducción del 10 al 50 %. Siendo así que, de igual manera, no difiere mucho en cuanto a los valores que se alcanzan laminando a temperatura ambiente alcanzando un máximo de resistencia a la tensión de 196.1 MPa.
- La influencia de un calentamiento en las muestras de 150°C durante 30 minutos no implica una mejora en las propiedades mecánicas de resistencia a la tensión y dureza.

6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.

- [1] M. B. H. HERNANDEZ, COMPORTAMIENTO DE ALAMBRES DE UNA ALEACIÓN DE ALUMINIO, Monterrey, México: Tesis para obtener el grado en doctor en ingeniería en materiales, 2015.
- [2] J. A. M. Párraga, Estudio integral para la recuperación de chatarra de aluminio, Quito, Ecuador: Univerisdad Tecnológica Equinoccial, 2010.
- [3] J. R. Jessica Castillo, Factibilidad tecno económica de una planta recicladora para la producción de aluminio secundario., Mexico D.F.: Instituto Politécnico Nacional, 2014.
- [4] C. Martínez, Propuesta metodológica para la recuperación de las pilas alcalinas y Zinc-Carbono, Colombia: Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, 2017.
- [5] J.-P. M. R. B. j. S. D. A. Y. W. Paul Gasper, «Economic feasibility of a mechanical separation process for recycling alkaline batteries,» *New materials for Electrochemical Systems*, pp. 297-304, 2013.
- [6] R. M. O. Palacios, Relación microestructura-propiedades mecánicas de las aleaciones Al-Zn-Mg-Cu y Al-Zn-Mg-Cu-1%Li elaboradas por reducción aluminotérmica del ánodo de pilas alcalinas descargadas y latas para bebidas, Ramos Arizpe, 2016.
- [7] M. Palas, Reconocimiento de fases en aleaciones de aluminio en estado modelado, Piura, Perú: Universidad de Piura, 2012.
- [8] L. Aguirre, Análisis microestructural y de propiedades mecánicas de uniones disímiles de aleaciones de aluminio 6061 y 7075 mediante soldadura fuerte, Saltillo, México: COMIMSA, 2016.

- [9] G. Razaz, «Problems in the Aluminium DC Casting Process Associated with Melt Treatment Operations,» de *Metals handbook 9th edition*, Ohio, USA, ASM, 1987, pp. 62-67.
- [10] A. I. (. S. f. Metals), «Nonferrous molten metal process,» de *ASM Metals Handbook 9th edition, Volume 15 Casting*, Ohio, USA, American Society for Metals, 1990, pp. 62-67.
- [11] H. committee, *Properties and selection: Non-ferrous alloys and special-purpose materials*, ASM International, 1990.
- [12] G. E. Totten, *Handbook of aluminum*, New York, USA, 2003.
- [13] M. S. e. al, «Microstructure and mechanical properties of Al-7075 alloy processed by equal channel angular pressing combined with aging treatment,» *Materials and design*, nº 57, pp. 250-257, 2014.
- [14] Z. P. C. L. Z. J. W. C. Z. Z. J. Li, «Mechanical properties, corrosion behaviors and microstructures of 7075 aluminum alloy with various aging treatments.,» *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 4, nº 18, pp. 755-762, 2008.
- [15] J. Langlais, R. Harris., «Strontium Extraction by Aluminothermic Reduction.,» *Canadian Metallurgical Quarterly*, vol. 31, pp. 127-131, 1991.
- [16] R. M. O. Palacios, *Relación microestructura-propiedades mecánicas de las aleaciones Al-Zn-Mg-Cu y Al-Zn-Mg-Cu-1%Li elaboradas por reducción aluminotérmica del ánodo de pilas alcalinas descargadas y latas para bebidas*, Ramos Arizpe, Coahuila: CINVESTAV Unidad Saltillo, 2016.
- [17] G. Jurado, *Estudio del proceso de elaboración de aleaciones Al-Zn-Mn mediante la reducción aluminotérmica de mezclas de ZnO y Mn₂O₃ obtenidos de pilas alcalinas descargadas*, Ramos Arizpe, México: CINVESTAV, 2018.

- [18] F. V. R. Muñiz, Mecanismos de Reducción Sólido-Líquido que Ocurre Durante la Remoción de Magnesio de la Chatarra de Aluminio, Saltillo, México: CINVESTAV , 2005.
- [19] A. I. H. Committee., ASM handbook. Vol. 4, Heat treating, Ohio, USA: ASM International, 1991.
- [20] D. Askeland, Ciencia e ingeniería de los materiales, 2004.
- [21] F. King, Aluminio and its alloys, Ellis Horwood, 1987.
- [22] Y. J.-G. Ou Bing-Lung, «Effect of Homogenization and Aging Treatment on Mechanical Properties and Stress-Corrosion Cracking of 7050 Alloys,» *Metallurgical and Materials Transactions*, vol. 38A, pp. 1760-1773, 2007.
- [23] K.-i. H. Kazuhiko Asano, «Two-Step Ageing in an Aluminum-5 wt% Zinc-1 wt% Magnesium Alloy,» *Transactions of the Japan Institute of Metals*, vol. 9, pp. 149-155, 1968.
- [24] P. D. R. & G. G. Adler, «Influence of microstructure on the mechanical properties and stress corrosion susceptibility of 7075 aluminum alloy,» *Metall Mater Trans*, vol. 3, pp. 3191-3200, 1972.
- [25] P. M. J. & M. A. Poulouse, «Stress corrosion crack velocity and grain boundary precipitates in an Al-Zn-Mg alloy,» *Metall Mater Trans*, nº 5, pp. 1393-1400, 1974.
- [26] A. J. C. a. M. K. B. Day, *J. Inst. Metals*, vol. 97, p. 44, 1969.
- [27] I. Polmear, Light Alloys, London: Edward Arnold, 1989.
- [28] F. D. W. B. B. L. T.A. Marlaud, «. Evolution of precipitate microstructures during the retrogression and re-ageing heat treatment of an Al-Zn-Mg-Cu alloy,» *Acta Materialia*, nº 58, pp. 4814-4826, 2010.

- [29] G. Hirt and S. Senge, «Selected processes and modeling techniques for rolled products.,» *Procedia Engineering*, vol. 81, pp. 18-27, 2014.
- [30] G. D. & D. Bacon, *Mechanical Metallurgy*, MCGRAW-HILL, 1988.
- [31] T. A. Association, *International alloy designations and chemical compositions limits for wrought aluminum and wrought aluminum alloys*, 2004.
- [32] H. Committee, *Forming and Forging*, ASM International , 1988.
- [33] A. International, *Elements of metallurgy and engineering alloys*, ASM International, 2008.
- [34] J. D. I. S. R. D. T. B. Verlinden, *Thermo-mechanical processing of metallic materials*, Elsevier, 2007.
- [35] B. O. Luengas, Efecto del tratamiento térmico de retrogresión y re-envejecido (RRA) sobre la microestructura en aleaciones Al-Zn-Mg-(Mn), Ramos Arizpe: CINVESTAV Unidad Saltillo, 2022.
- [36] ASTM, *Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials*, West Conshohocken, PA: ASTM, 2022.
- [37] O. F. Dávila, Análisis del efecto del contenido de Mg sobre la cinética de disolución y mojabilidad e partículas sólidas durante la reducción metalotérmica de electrodos de baterías alcalinas descargadas, Ramos Arizpe, México: CINVESTAV Unidad Saltillo, 2020.