



**Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del  
Instituto Politécnico Nacional**

Unidad Saltillo.

**“Efecto del tratamiento térmico de retrogresión y re-envejecido (RRA) sobre  
la microestructura en aleaciones Al-Zn-Mg-(Mn)”**

**Tesis que presenta:**

Ing. Briant Ozores Luengas.

**Para obtener el grado de:**

Maestro en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica.

**Director de tesis 1:**

Dr. Alfredo Flores Valdés.

**Director de tesis 2:**

Dr. Jesús Torres Torres.

Ramos Arizpe, Coahuila.

noviembre, 2022

## Agradecimientos y/o dedicatorias.

---

Gracias a Dios por darme la valentía para que a pesar de la situación actual de pandemia mundial pudiera terminar mi experimentación y escritura de tesis.

A mi madre que sin ella no habría adquirido el valor y el coraje para comenzar y terminar esta etapa de estudios de posgrado.

A mi hermana y cuñado que siempre han estado ahí brindando apoyo y deseos convincentes de terminar y no darme por vencido.

A mis abuelas que me dieron el apoyo emocional y afectivo.

A mis asesores, Dr. Alfredo Flores Valdés y Dr. Jesús Torres Torres, que me apoyaron para la culminación del proyecto.

A mis amigos por las palabras de apoyo y ánimo.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por la beca brindada para la culminación del posgrado.

## Índice.

---

Agradecimientos y/o dedicatorias.....	2
Índice.....	3
Índice de tablas. ....	6
Índice de figuras.....	7
Resumen. ....	10
Símbolos y abreviaturas. ....	11
Introducción.....	12
Justificación.....	13
1. Objetivo general.....	14
1.1. Objetivos específicos.....	14
Hipótesis.....	15
Capítulo 1. Marco teórico.....	16
1.1. Aleaciones de aluminio de la serie 7000 (Al-Zn-Mg).....	16
1.2. Efecto de los elementos aleantes.....	17
1.2.1. Cobre.....	17
1.2.2. Hierro.....	17
1.2.3. Magnesio.....	17
1.2.4. Manganeso.....	18
1.2.5. Zinc.....	18
1.3. Tratamientos térmicos de aleaciones de aluminio.....	18
1.3.1. Pre calentamiento u homogenización.....	19
1.3.2. Tratamiento térmico por solución.....	20

1.3.3. Tratamiento térmico T6. ....	20
1.3.4. Tratamiento térmico T73 o T76. ....	20
1.4. Tratamiento térmico Retrogresión y Re-envejecido (RRA) de aleaciones de Al. ....	21
1.4.1. Pre-envejecimiento. ....	21
1.4.2. Retrogresión. ....	22
1.4.3. Re-envejecimiento. ....	23
1.5. Secuencia de precipitación en aleaciones de la serie 7000. ....	24
1.6. Efecto de los precipitados sobre propiedades mecánicas. ....	26
1.7. Condiciones de fusión para reducción aluminotérmica. ....	27
Capítulo 2. Desarrollo experimental. ....	28
2.1. Material y equipo. ....	28
2.1.1. Materiales. ....	28
2.1.2. Equipo. ....	28
2.2. Diseño experimental. ....	28
2.3. Metodología experimental. ....	29
2.3.1. Obtención de la aleación Al-Zn-Mg-(Mn) por reducción aluminotérmica. ....	29
2.4. Tratamiento térmico RRA. ....	30
2.5. Preparación de muestras de aleación Al-Zn-Mg-Mn. ....	30
2.6. Caracterización de aleación Al-Zn-Mg-(Mn). ....	30
2.7. Ensayo de dureza. ....	30
2.8. Técnicas experimentales. ....	31
2.8.1. Espectrofotometría de emisión por chispa. ....	31
2.8.2. Microscopía óptica. ....	31
2.8.3. Ensayo de dureza Rockwell. ....	31

2.8.4. Ensayo de tensión. ....	31
Capítulo 3. Análisis y discusión de resultados. ....	33
3.1. Retrogresión a 170 °C con diferentes tiempos de mantenimiento (30, 60, 90, 120 y 150 min). ....	33
3.1.1. Curva esfuerzo-deformación de probeta con tratamiento de retrogresión a 170 °C y 60 min. ....	36
3.2. Tratamiento térmico de retrogresión a 185°C con diferentes tiempos de mantenimiento (30, 60, 90, 120 y 150 min). ....	38
3.2.1. Curva esfuerzo-deformación de la probeta con tratamiento de retrogresión a 185 °C y 60 min. ....	42
3.3. Tratamiento térmico de retrogresión a 200 °C con diferentes tiempos de mantenimiento (30, 60, 90, 120 y 150 min). ....	43
3.4. Tratamiento térmico de retrogresión a 215 °C con diferentes tiempos de mantenimiento (30, 60, 90, 120 y 150 min). ....	46
3.5. Tratamiento térmico de retrogresión a 230 °C con diferentes tiempos de mantenimiento (30, 60, 90, 120 y 150 min). ....	49
Capítulo 4. Conclusiones. ....	52
Referencias. ....	53

## Índice de tablas.

---

Tabla 1. Tratamientos de envejecido para aleaciones de aluminio de la serie 7xxx. ....	18
Tabla 2. Factores y niveles del diseño experimental. ....	28
Tabla 3. Composición química de la aleación Al-Zn-Mn. ....	29
Tabla 4. Dimensiones de probeta rectangular para ensayo de tensión para ½ in (13 mm)..	32
Tabla 5. Datos de dureza, en escala Rockwell B y Brinell, de las muestras sometidas a tratamiento térmico de retrogresión a 170 °C y a diferentes tiempos de tratamiento. ..	34
Tabla 6. Datos de dureza, en escala Rockwell B y Brinell, de las muestras sometidas a tratamiento térmico de retrogresión a 185 °C y a diferentes tiempos de tratamiento. ..	40
Tabla 7. Datos de dureza, en escala Rockwell B y Brinell, de las muestras sometidas a tratamiento térmico de retrogresión a 200 °C y a diferentes tiempos de tratamiento. ..	44
Tabla 8. Datos de dureza, en escala Rockwell B y Brinell, de las muestras sometidas a tratamiento térmico de retrogresión a 215 °C y a diferentes tiempos de tratamiento.....	46
Tabla 9. Datos de dureza, en escala Rockwell B y Brinell, de las muestras sometidas a tratamiento térmico de retrogresión a 215 °C y a diferentes tiempos de tratamiento.....	49

## Índice de figuras.

---

Figura 1. Fotomicrografías de TEM de aleación AA7B04 tratado por solución a 471 °C por 1 h y templado, seguido de un tratamiento de envejecimiento artificial a 120 °C durante 22 h. A), antes del tratamiento de retrogresión, B) después del tratamiento de retrogresión a 180 °C por 20 min y templado. ....	22
Figura 2. Evolución de la fracción volumétrica (fv), el tamaño del precipitado (Rg) y la densidad (N) (medida in situ por SAXS) y de la microdureza Vickers (medida ex situ tras tratamientos en baño de aceite) durante la retrogresión a 185 °C, llevado a cabo desde un estado de Pre-envejecimiento máximo (T6).....	23
Figura 3. Evolución del radio de precipitado (radio de Guinier), fracción de volumen y densidad del número de precipitado durante el tratamiento de re-envejecimiento tras un paso de tratamiento de retrogresión de 20 min a 185 °C, medido por SAXS in situ.. ....	24
Figura 4. Representación esquemática del tratamiento térmico de retrogresión y re-envejecimiento (RRA). ....	25
Figura 5. Esquema y dimensiones de la preforma de la aleación Al-Zn-Mg-(Mn) fabricada por reducción aluminotérmica. ....	29
Figura 6. Esquema de probeta rectangular para ensayo de tensión. ....	32
Figura 7. Micrografía a 50 X de aleación Al-Zn-Mg-(Mg) con tratamiento de retrogresión a 170 °C y 30 min.....	33
Figura 8. Relación de los valores de dureza con respecto al tiempo de muestras con tratamiento de retrogresión a 170 °C a diferentes tiempos de tratamiento.....	34
Figura 9. Micrografía a 50 X de aleación Al-Zn-Mg-(Mn) con tratamiento de retrogresión a 170 °C y 60 min.....	35
Figura 10. Mapeo obtenido por MEB. ....	35
Figura 11. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retrogresión a 170 °C y 90 min. ....	36
Figura 12. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retrogresión a 170 °C y 120 min. ....	36
Figura 13. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retrogresión a 170 °C y 150 min. ....	36
Figura 14. Curva esfuerzo-deformación de probeta con tratamiento de retrogresión a 170 °C y 60 min.....	37

Figura 15. Superficie de fractura con su respectivo mapeo (distribución de átomos), de la probeta con tratamiento térmico de retrogresión a 170 °C durante 60 min. ....	37
Figura 16. Fotomicrografía obtenida por MEB de la muestra con tratamiento de retrogresión a 170 °C y 150 min. ....	38
Figura 17. Mapeo de distribución de átomos de la muestra tratada por RRA a 170 °C y 150 min, obtenido por MEB.....	38
Figura 18. Variación de los valores de dureza de probetas con tratamiento de retrogresión a 185 °C con diferentes tiempos de permanencia. ....	39
Figura 19. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retrogresión a 185 °C y 30 min. ....	39
Figura 20. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retrogresión a 185 °C y 60 min. ....	40
Figura 21. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retrogresión a 185 °C y 90 min. ....	40
Figura 22. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retrogresión a 185 °C y 120 min. ....	41
Figura 23. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retrogresión a 185 °C y 150 min. ....	41
Figura 24. Micrografía obtenida por MEB de la muestra con tratamiento de retrogresión a 185 °C y 60 min.....	41
Figura 25. Mapeo de distribución de átomos de la muestra tratada por RRA a 185 °C y 60 min, obtenido por MEB.....	42
Figura 26. Curva esfuerzo-deformación de probeta con tratamiento de retrogresión a 185 °C y 60 min.....	42
Figura 27. Superficie de fractura con su respectivo mapeo (distribución de átomos), de la probeta con tratamiento térmico de retrogresión a 185 °C durante 60 min. ....	43
Figura 28. Fotomicrografía a 50 X de muestra con tratamiento de retrogresión a 200 °C y 30 min. ....	43
Figura 29. Variación de los valores de dureza de probetas con tratamiento de retrogresión a 200 °C con diferentes tiempos de permanencia. ....	44
Figura 30. Fotomicrografía a 50 X de muestra con tratamiento de retrogresión a 200 °C y 60 min. ....	45

Figura 31. Fotomicrografía a 50 X de muestra con tratamiento de retrogresión a 200 °C y 90 min. ....	45
Figura 32. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retrogresión a 200 °C y 120 min. ....	45
Figura 33. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retrogresión a 200 °C y 150 min. ....	46
Figura 34. Fotomicrografía a 50 X de la muestra con tratamiento de retrogresión a 215 °C y 30 min. ....	46
Figura 35. Variación de los valores de dureza de probetas con tratamiento de retrogresión a 215 °C con diferentes tiempos de permanencia. ....	47
Figura 36. Fotomicrografía a 50 X de la muestra con tratamiento de retrogresión a 215 °C y 60 min. ....	47
Figura 37. Fotomicrografía a 50 X de la muestra con tratamiento de retrogresión a 215 °C y 90 min. ....	48
Figura 38. Fotomicrografía a 50 X de la muestra con tratamiento de retrogresión a 215 °C y 120 min. ....	48
Figura 39. Fotomicrografía a 50 X de la muestra con tratamiento de retrogresión a 215 °C y 150 min. ....	48
Figura 40. Fotomicrografía a 50 X de la aleación con tratamiento de retrogresión a 230 °C y 30 min. ....	49
Figura 41. Variación de los valores de dureza de probetas con tratamiento de retrogresión a 230 °C con diferentes tiempos de permanencia. ....	50
Figura 42. Fotomicrografía a 50 X de la muestra con tratamiento de retrogresión a 230 °C y 60 min. ....	50
Figura 43. Fotomicrografía a 50 X de la muestra con tratamiento de retrogresión a 230 °C y 90 min. ....	50
Figura 44. Fotomicrografía a 50 X de la muestra con tratamiento de retrogresión a 230 °C y 120 min. ....	51
Figura 45. Fotomicrografía a 50 X de la aleación con tratamiento de retrogresión a 230 °C y 150 min. ....	51

## Resumen.

---

El efecto del tratamiento térmico de Retrogresión y Re-envejecido (RRA), sobre la evolución microestructural en la aleación Al-Zn-Mg (Mn) ha sido analizado utilizando microscopía óptica. Además, se llevó a cabo el ensayo de dureza y de tensión, con el fin relacionar la microestructura con dichas propiedades medidas.

El tratamiento térmico se aplicó en 4 pasos; Primero un homogenizado o tratamiento de solución, a 575 °C por 8 horas, seguido de temple en agua a temperatura ambiente, con el fin de obtener una solución sólida super saturada.

El segundo paso fue el primer envejecido o pre-envejecido, a 120 °C por 16 horas, en esta etapa se precipitan partículas denominadas “clusters”.

El tercer paso, llamado retrogresión o regresión en el cual se lleva la aleación por un tratamiento de corto tiempo y alta temperatura, promueve disolver a los precipitados menores al tamaño crítico y los mayores a ese tamaño tienden a crecer, engrosarse y cambiar su morfología por lo cual la resistencia a la corrosión se ve modificada, tendiendo a aumentar.

Se realizaron variaciones en el paso de Retrogresión, específicamente variando la temperatura y tiempo 170 – 230 °C (30-150 min); encontrando que aplicando una temperatura baja a tiempos cortos ofrece la mayor resistencia mecánica, específicamente 185 °C por 60 min obteniendo 63.98 HRB.

El cuarto paso es el de re-envejecido, el cual se realizó a 120°C por 24 horas con el fin de obtener buena resistencia a la corrosión y no sacrifica demasiado esfuerzo a la cedencia por la presencia de la transformación de la fase metaestable intermedia semi-coherente  $\eta'$  ( $MgZn_2$ ) y llegar a una fase incoherente estable  $\eta$  ( $MgZn_2$ ).

Se presentan esquemas de dureza RHB y HB, así como diagramas de esfuerzo-deformación para el análisis de la transición de región elástica-plástica y la discusión de datos como resistencia última a la tensión, módulo de elasticidad, punto de fluencia y esfuerzo de fractura.

## Símbolos y abreviaturas.

---

RRA: Retrogression and reaging: Retrogresión y reenviejecido.

SCC: Stress Corrosion Cracking: Corrosión inducida por estrés.

EXC: Exfoliation Corrosion: Corrosión por exfoliación.

IGC: Intergranular Corrosion: Corrosión intergranular.

In: Pulgadas.

cm: centímetros

Mpa: Mega Pascales.

HRB: Hardness RockWell B: Dureza Rockwell B.

HB: Hardness Brinell: Dureza Brinell.

UTS: Ultimate Tensile Strength: Esfuerzo Último de Tensión.

SSSS: Super Saturated Solid Solution: Solución Sólida Super Saturada.

FCC: Face Center Cubic: Cúbica centrada en las caras.

BCC: Body Center Cubic: Cúbica centrada en el cuerpo.

## Introducción.

---

Las aleaciones de aluminio son bien conocidas por su baja densidad, buena resistencia a la corrosión y excelente compromiso con la relación resistencia-ductilidad. En lo particular la serie 7xxx engloba aleaciones de Al con Zn, Mg, Mn y Cu como elementos aleantes. Estas aleaciones por el hecho de tener diferentes átomos en su estructura cristalina ya son suficientemente resistentes, aunque con la combinación de distintos tratamientos de envejecimiento se puede obtener una mejor relación entre las propiedades de ductilidad y resistencia.

Gracias al fenómeno de endurecimiento por precipitación una gran cantidad de aleaciones de aluminio con diferente seriado (serie 2000, 3000, 4000, etc.) pueden producirse para la industria aeronáutica, este fenómeno está presente al realizar tratamientos térmicos los cuales tienen como fin reacomodar, quitar, desplazar, sustituir o unificar átomos en la estructura cristalina. Así, al aplicar el tratamiento térmico propuesto "Retregresión y Re-envejecido" se promueve el cambio en la microestructura de la aleación afectando características como dureza, ductilidad, fragilidad, tenacidad, morfología, resistencia a la corrosión y tamaño de los precipitados. En general, se busca un aumento en la resistencia a la corrosión manteniendo un esfuerzo a la cedencia lo suficientemente alto para la demanda de la industria.

El tratamiento RRA consistente en varias etapas de envejecimiento, así como una pre-etapa de homogenizado. Debido al conjunto de transformaciones de fases, el fortalecimiento de la aleación por cambio en la morfología y tamaño de precipitados, la hacen fuertemente utilizable en ambientes húmedos donde es susceptible a la corrosión. Seguido de tres semi etapas en las cuales se somete la aleación térmicamente durante diferentes tiempos de mantenimiento y se promueven cambios en la estructura cristalina.

Durante los distintos pasos del tratamiento térmico cabe destacar que la aleación se enfría rápidamente para que los cambios producidos en la estructura cristalina se mantengan activos, es decir, si hubo difusión o movimiento de átomos, estos no tiendan a regresar al estado en que se encontraban antes del tratamiento térmico, a este enfriamiento rápido se le llama temple y es necesario durante las semi-etapas para lograr la producción de una aleación con excelentes propiedades mecánicas.

## Justificación.

---

Las aleaciones de la serie 7000 (Al-Zn-Mg) son ampliamente usadas por su excelente resistencia mecánica y moderada resistencia a la corrosión, su aplicación principal se da en la industria aeronáutica. Para mejorar el compromiso entre resistencia mecánica y resistencia a la corrosión, se ha propuesto sustituir el tratamiento térmico 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 térmico T76, mientras que se obtienen valores de resistencia mecánica (esfuerzo de cedencia, UTS) comparables con el tratamiento T6.

Una limitación de su uso es la baja resistencia a la corrosión estructural (fractura por corrosión bajo esfuerzo), por sus siglas en inglés SCC (Stress Corrosion Cracking). La ventaja del tratamiento térmico de Reconversión (o Regresión) y Re-envejecido, es que mejora su susceptibilidad a la corrosión a niveles aceptables a expensas de una pérdida de 15 a 20% del esfuerzo de cedencia (T76 o T7651). Este requerimiento se vuelve cada vez más exigente a medida que aumenta el contenido de elementos aleantes en las aleaciones comerciales para mejorar aún más las propiedades mecánicas.

Este tratamiento incluye, una primera etapa con solubilizado a 575 °C seguido de temple en agua (algunos autores sugieren 2% de deformación, después del temple), para posteriormente someter el material al envejecido a 120 °C durante 16 horas con enfriamiento en aire, obteniéndose un estado microestructural similar al que se logra con el tratamiento T6. Una tercera etapa (llamada retrogresión o reversión) de corta duración a temperaturas en el rango de 170 - 230 °C con tiempos de mantenimiento desde 30 hasta 150 minutos, disolviendo parte de los precipitados formados inicialmente. Finalmente, una cuarta etapa del tratamiento (re-envejecido) a baja temperatura (120°C) por 24 horas, lográndose la microestructura final.

La aleación Al-Zn-Mg-(Mn) que se va a analizar, se obtiene por reducción aluminotérmica a partir de material reciclado de latas de aluminio y polvos de ZnO y Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, denominada “masa negra” obtenida de baterías alcalinas descargadas. Ya se determinaron los parámetros del proceso de reducción aluminotérmica. Sin embargo, es necesario llevar a cabo investigación con el fin de que este tipo de aleaciones presenten más altos valores de propiedades tanto mecánicas como de resistencia a la corrosión, comparables con las que se obtienen con las aleaciones comerciales. Por lo anterior, este proyecto analiza el efecto del tratamiento térmico denominado RRA sobre la evolución microestructural de la aleación Al-Zn-Mg-(Mn).

Se varían temperaturas y tiempos de tratamiento de la tercera etapa de tratamiento (retrogresión). Se lleva a cabo ensayo de dureza, con el fin de relacionar los resultados con la microestructura obtenida. Los resultados obtenidos se relacionarán con la microestructura obtenida después del tratamiento térmico RRA de la aleación Al-Zn-Mg-(Mn).

## 1. Objetivo general.

---

El objetivo de este proyecto es analizar el efecto del tratamiento térmico de retrogresión y re-envejecido sobre la evolución microestructural de la aleación Al-Zn-Mg-(Mn) evaluando su dureza y resistencia a la tensión.

### *1.1. Objetivos específicos.*

- Obtención de aleación Al-Zn-Mg-(Mn) por el proceso de reducción aluminotérmica a partir del reciclaje de “masa negra” (ánodos y cátodos de baterías alcalinas) y de latas para bebidas, vaciado de pre-formas en molde metálico.
- Efectuar tratamientos térmicos de Retrogresión y Re-envejecido a la aleación obtenida por reducción aluminotérmica, aplicando dos etapas de envejecido y una etapa de retrogresión a diferentes temperaturas (170 – 230 °C) y tiempos de mantenimiento (30 – 150 min).
- Analizar los cambios microestructurales de la aleación Al-Zn-Mg-(Mn) después del tratamiento RRA mediante MO y MEB.
- Analizar las propiedades mecánicas como dureza Rockwell B y UTS de la aleación Al-Zn-Mg-(Mn) para observar el efecto de las variables usadas en el tratamiento RRA.

## Hipótesis

---

La aleación Al-Zn-Mg-(Mn) exhibirá un aumento en esfuerzos de tensión y dureza después del tratamiento térmico Retrogresión y Re-envejecido, debido a la presencia de nuevos precipitados que se comportan como componentes reforzadores, los cuales impiden el movimiento de las dislocaciones presentes en la aleación, usando el rango de temperaturas y tiempos óptimos en el paso de retrogresión, el cual resultará en mejores propiedades mecánicas.

## Capítulo 1. Marco teórico.

---

### *1.1. Aleaciones de aluminio de la serie 7000 (Al-Zn-Mg).*

Las aleaciones Al-Zn-Mg son ampliamente usadas por su excelente resistencia mecánica y moderada resistencia a la corrosión, su aplicación principal se da en la industria aeronáutica. Una limitación de su uso es la baja resistencia a la corrosión estructural (fractura por corrosión bajo esfuerzo), por sus siglas en inglés SCC (Stress Corrosion Cracking)(Viana et al., 1999).

En varias aplicaciones, como aeronaves militares y navales, estas aleaciones están expuestas a ambientes corrosivos además de altas cargas. En estas condiciones ambientales, la presencia de diferentes partículas intermetálicas en estas aleaciones, que presentan diferente potencial electroquímico con el interior del grano, conduce a la formación de picaduras de corrosión. Con la aplicación de carga, las picaduras actúan como generadores de esfuerzos que conducen al agrietamiento por corrosión por tensión (SCC)(Puiggali et al., 1998). Por tanto, el comportamiento de agrietamiento por corrosión bajo tensión de estas aleaciones adquiere una importancia significativa en estos materiales.

Las aleaciones de aluminio en comparación con otros materiales poseen un módulo específico más alto y mayor resistencia mecánica y debido a esta combinación superior de propiedades, las aleaciones de aluminio se aplican ampliamente en una serie de industrias, especialmente en los campos de la ingeniería aeroespacial, automotriz y de trenes de alta velocidad (Shan & Zhen, 2012).

Gracias a la buena plasticidad de las aleaciones de aluminio y la fácil formación de piezas complejas es su gran utilización en la industria automotriz y aeronáutica. El aluminio tiene una gran plasticidad a temperatura ambiente debido a su estructura cristalina cúbica centrada en las caras (fcc) y sus 12 sistemas de deslizamiento. La plasticidad del aluminio aumenta con el aumento de la temperatura. Cuando la temperatura alcanza los 400 ° C, el alargamiento es el doble que, a temperatura ambiente, debido a la formación (activación) de nuevos planos de deslizamiento(Shan & Zhen, 2012).

La transformación de fase líquida a sólida es un proceso importante en la producción de materiales industriales de hoy en día. Desempeña un papel vital para determinar la estructura microscópica de los materiales sólidos policristalinos, que está directamente relacionada con sus propiedades mecánicas. En general, los materiales con granos equiaxiales pequeños tienen propiedades mecánicas favorables. Las aleaciones Al-Zn son materiales de alta resistencia mecánica, con valores de resistencia a la tensión 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 de la serie 7XXX, como las 7039, 7007 y 7075 son las principales aleaciones aluminio-zinc-magnesio, generalmente con bajos contenidos de cobre (menor a 0.2%). Se fabrican para aplicaciones en productos deportivos, piezas de uso militar y parachoques de automóviles. Sin embargo, algunas aleaciones de esta serie que tienen contenidos más altos de cobre y poseen un amplio rango de fusión y son usadas principalmente en partes de aeronaves. Las aleaciones como la 7005 y la 7004 son aleaciones para extrusión, usadas en estructuras tubulares para bicicletas o los rieles para automóviles y armaduras militares. Existen aleaciones como la 707.0 que son usadas

para fabricar piezas que forman parte de estructuras automotrices que requieren buena resistencia y estabilidad dimensional (ASM, 1993). En aleaciones de la serie 7xxx y 7xx.x, el zinc, es el principal elemento de aleación en cantidades que van del 1 al 8% en peso. Estas aleaciones tienen baja densidad, alta resistencia mecánica, resistencia al agrietamiento por corrosión bajo tensión, resistencia a la fractura y a la corrosión por exfoliación (Hardesty, 1981). También se ha agregado manganeso, generalmente junto con Cr, para formar dispersoides en aleaciones 7xxx, por lo que se pueden formar compuestos intermetálicos de  $AlMn_6$  en aleaciones sin Cu y  $Al_{20}Cu_2Mn_3$  en aleaciones Al-Zn-Mg-Cu (George E. Tot ten, D. S. M., 2003).

## ***1.2. Efecto de los elementos aleantes.***

Los elementos aleantes que están comúnmente presentes en las aleaciones de aluminio y que incrementan la resistencia mecánica son Cu, Fe, Mg, Mn y Zn. Todos, incrementan su solubilidad en el aluminio líquido al aumentar la temperatura. A continuación, se describe brevemente el efecto de algunos elementos aleantes en las aleaciones base aluminio.

### **1.2.1. Cobre.**

El cobre mejora sustancialmente la resistencia y la dureza en las condiciones de tratamiento térmico. Las aleaciones que contienen 4 a 5.5% en peso 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 bajo esfuerzo. El cobre reduce la resistencia a la fragilidad en caliente y aumenta el potencial de contracción interdendrítica.

### **1.2.2. Hierro.**

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  $FeAl_3$ ,  $(FeMn)Al_6$  y  $Al_5FeSi$ . Estas fases esencialmente insolubles son responsables de las mejoras en la resistencia, especialmente a temperatura elevada, pero también de la fragilidad debido a su alta dureza. En algunas aleaciones de aluminio las agujas de fase  $\beta$  que contienen hierro son las responsables de tal comportamiento.

### **1.2.3. 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  $Mg_2Si$  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 a la corrosión y atractivas combinaciones de resistencia y ductilidad. Las composiciones comunes varían de 4 a 10% en peso de Mg. La inestabilidad y el

envejecimiento a temperatura ambiente a largo plazo a concentraciones más altas de magnesio pueden evitarse mediante tratamiento térmico.

#### 1.2.4. Manganeseo.

El manganeseo es un elemento importante en las aleaciones forjadas endurecidas por trabajado mecánico. Es importante mencionar que, las aleaciones obtenidas del reciclaje de chatarra de aluminio pueden contener niveles más altos de manganeseo. El manganeseo también se puede emplear para mejorar la respuesta en el acabado químico y anodizado. El hierro y el manganeseo pueden considerarse isomorfos, y la química de las aleaciones puede reflejar las estequiometrias que favorecen la formación de fases de Al-Fe-Mn insolubles menos perjudiciales. Algunos autores sugieren que la adición de manganeseo a una aleación de Al-Zn-Mg no influye en la cinética de formación de precipitados como  $\eta'$  y la zona GP durante el tratamiento de envejecimiento en dos etapas (D. S. Park & Nam, 1995).

#### 1.2.5. Zinc.

Zinc acompañado de la adición de cobre y/o magnesio, resulta en aleaciones tratables térmicamente o que envejecen naturalmente. La adición de cobre al sistema de aluminio-zinc-magnesio, junto con pequeñas, pero importantes cantidades de cromo y manganeseo producen aleaciones base aluminio disponibles comercialmente con mayor resistencia mecánica (Stefanescu et al., 1988).

### 1.3. Tratamientos térmicos de aleaciones de aluminio.

Diversos procesos de calentamiento y enfriamiento que modifican las propiedades mecánicas son asociados a los tratamientos térmicos. Siendo el objetivo de tales tratamientos proporcionar a los materiales propiedades específicas adecuadas para uso final. Se pueden realizar tratamientos térmicos sobre una parte o en la totalidad de la pieza en uno o varios pasos. En particular, los tratamientos de envejecimiento usuales para aleaciones de la serie 7xxx se muestran en la tabla 1.

**Tabla 1. Tratamientos de envejecido para aleaciones de aluminio de la serie 7xxx.**

Tratamiento de envejecido	Objetivo
T6	Tratamiento de envejecido artificial. Mejora la resistencia mecánica.
T73 y T76	Tratamiento de envejecido secundario. Aumenta la resistencia a la corrosión a costa de la resistencia mecánica.
RRA	Tratamiento de 3 pasos. Su objetivo es mejorar la resistencia a la corrosión (SCC) sin perder resistencia mecánica y ductilidad.

Los tratamientos térmicos aplicados a las aleaciones de aluminio incluyen:

- Prealentamiento.
- Homogeneización.
- Tratamiento térmico por solución.
- Recocido.
- Temple.
- Envejecimiento natural.
- Endurecimiento por precipitación (envejecimiento).

El atributo esencial de un sistema de aleación tratable térmicamente por precipitación es la dependencia de la solubilidad con la temperatura. Por lo que su requerimiento básico es el decremento en la solubilidad en el estado sólido de uno o más elementos de aleación al descender la temperatura, (aleaciones parcialmente solubles en estado sólido). El único tratamiento térmico que se le puede hacer a ciertas aleaciones de aluminio es el de envejecido, esto se obtiene al elevar la temperatura hasta un punto donde se tenga completamente soluble al elemento de aleación, después de un cierto tiempo de homogenización, disminuyendo la temperatura rápidamente para mantenerlo en solución y, por último, se lleva a una temperatura a la cual se logra el fenómeno de envejecido, que no es otra cosa que la precipitación controlada de las fases del elemento aleante.

Por lo tanto, los tres estados en que se debe poner atención en un tratamiento térmico en aleaciones de aluminio son: solubilización, enfriamiento rápido y envejecido, los cuales, sirven para aumentar la resistencia mecánica en la aleación por medio de un endurecimiento por precipitación (Ou et al., 2007).

El envejecimiento es el proceso más importante para las aleaciones de aluminio tratables térmicamente y la forma más efectiva de alcanzar su máximo potencial. El procedimiento final para fabricar piezas a partir de aleaciones de aluminio tratables térmicamente suele ser un tratamiento de envejecimiento, que luego influye enormemente en su rendimiento en servicio (Shan & Zhen, 2012).

### **1.3.1. Prealentamiento u homogenización.**

El prealentamiento también sirve para precipitar elementos formadores de dispersoides, como cromo, manganeso y circonio, para que puedan desempeñar su función de control del tamaño de grano durante el procesamiento posterior, generalmente, conformado mecánico. Estos elementos a menudo quedan atrapados en una solución sólida durante la solidificación debido a su baja velocidad de difusión en el estado sólido y al rápido enfriamiento del lingote. Los tratamientos de prealentamiento de lingotes permiten la precipitación en condiciones controladas y dan como resultado distribuciones de precipitado más uniformes que las que se pueden obtener durante la solidificación. (Starke et al., 2016). El tratamiento de prealentamiento también es conocido como el tratamiento de homogenización en el que se tiende a utilizar para la reducción de segregación, eliminación de fases de bajo punto de fusión y, por consiguiente, mejorar la formabilidad (plasticidad).

### **1.3.2. Tratamiento térmico por solución.**

Para que una aleación sea endurecida por precipitación es necesario que el elemento de aleación en la matriz presente en estado sólido una solubilidad creciente con la temperatura. Si la aleación se enfría lentamente desde la temperatura de solución, hasta una temperatura inferior, la solución sólida tiende a precipitar partículas de intermetálicos, lo cual no contribuye al endurecimiento de la aleación por lo grueso del precipitado y la escasa cantidad de precipitados por unidad de volumen (Cavazos García, 1998). Si la aleación es templada después de estar en solución, se obtiene una solución sólida metaestable, sobresaturada de soluto, los átomos de soluto se colocan de manera aleatoria.

La presencia de elementos de aleación con una solubilidad que varía mucho como lo es Zn y Mg es la condición previa básica para formar precipitados. Cuando las aleaciones de aluminio de esta clase se calientan a una temperatura alta (la temperatura de la solución sólida) y se mantienen allí durante un período de tiempo suficiente, los elementos de aleación se disuelven en la matriz en alta concentración. Cuando la aleación se enfría a una temperatura más baja, los átomos de los elementos de aleación se pueden segregar en la matriz de aluminio para formar una solución sólida sobresaturada (SSSS). Cuando esta SSSS se calienta a una temperatura moderada, los elementos de aleación sobresaturados se separan y se combinan con otros elementos para formar partículas de compuestos intermetálicos en la matriz de aluminio. A este fenómeno se le denomina precipitación (Shan & Zhen, 2012).

### **1.3.3. Tratamiento térmico T6.**

Después del tratamiento de homogenizado el endurecimiento por envejecido se debe a la formación de precipitados coherentes con la matriz, a partir de la solución sólida sobresaturada. El tratamiento térmico de envejecido T6 es un tratamiento de endurecimiento por precipitación y envejecimiento artificial el cual requiere una temperatura alrededor de 120 °C por al menos 16 horas y luego un enfriamiento rápido. La desventaja de este tratamiento es que a pesar de la mejora de las propiedades mecánicas se hace susceptible a la exfoliación por corrosión bajo tensión (Liao et al., 2009).

Durante la etapa de envejecimiento la aleación endurece progresiva y espontáneamente, descomponiéndose la solución sólida para dar lugar a la formación de pequeñas zonas o agrupaciones de átomos de soluto (zonas de Guinier-Preston o zonas GP). Estas zonas GP introducen distorsiones elásticas en la red de la matriz. En ciertos casos, esta precipitación se ve facilitada por la presencia de defectos en la red, tales como dislocaciones, que favorecen una difusión más elevada de átomos de soluto (Cavazos García, 1998).

### **1.3.4. Tratamiento térmico T73 o T76.**

El tratamiento térmico T73 o T76 es en el que se alcanza la mayor resistencia a la corrosión, pero causa una disminución en la resistencia mecánica. En este tratamiento se aumenta la velocidad de descomposición de la solución sólida produciendo precipitados más finos. Estos precipitados coherentes o semi-coherentes son compuestos intermetálicos metaestables, que poseen una red

cristalina y una composición química propias, distintas de la del compuesto intermetálico de equilibrio estable (Cavazos García, 1998).

Aunque las aleaciones de aluminio de la serie 7xxx exhiben una alta resistencia en condición de tratamiento térmico T6, poseen poca resistencia al SCC. Para superar la susceptibilidad al agrietamiento por corrosión bajo tensión, estas aleaciones se utilizan en condición T7 (Viana et al., 1999). El tamaño y la distribución de los precipitados en el límite del grano se modifican durante el tratamiento térmico con T7 y los hace más resistentes al SCC. Estos precipitados son generalmente anódicos y el interior del grano en las aleaciones de aluminio contiene más del 1% de Cu. El Cu, con su tendencia de potencial de oxidación mucho mayor al del Al, se comporta como cátodo teniendo una relación de áreas de ánodo-cátodo eficiente como para evitar la corrosión localizada (Liao et al., 2009) (Dixit et al., 2008). Sin embargo, se ha observado que a pesar del aumento en la resistencia a la corrosión, el tratamiento térmico T7 reduce la resistencia a la tensión en un 10-15%, esto debido a la única etapa de envejecimiento que propicia el crecimiento de los precipitados  $\eta$  ( $MgZn_2$ ) en el límite de grano (Es-Said et al., 2003) (Rout et al., 2015).

#### ***1.4. Tratamiento térmico Retrogresión y Re-envejecido (RRA) de aleaciones de Al.***

Un tratamiento térmico de tres pasos, comúnmente llamado tratamiento de Retrogresión y Re-envejecimiento (RRA), mejora la resistencia a la corrosión (SCC) de la aleación al tiempo que conserva su resistencia mecánica obtenida por el tratamiento térmico T6.

La ventaja del tratamiento térmico de Reconversión (o Retrogresión) y Re-envejecido, es que mejora su susceptibilidad a la corrosión a niveles aceptables a expensas de una pérdida de 15 a 20% del esfuerzo de cedencia (T76 o T7651). Este requerimiento se vuelve cada vez más exigente a medida que aumenta el contenido de elementos aleantes en las aleaciones comerciales para mejorar aún más las propiedades mecánicas.

El tratamiento RRA consta de tres pasos, después del homogenizado a alta temperatura y su posterior temple en agua. (Viana et al., 1999):

##### **1.4.1. Pre-envejecimiento.**

En el tratamiento térmico de Pre-envejecimiento la aleación se trata al estado de bajo envejecimiento para las aleaciones de la serie 7000, la temperatura es de 120°C y un tiempo de mantenimiento de 16 horas. El hecho de tratar la aleación a baja temperatura y un largo empape térmico es con el fin de activar térmicamente a los precipitados y que estos tiendan a crecer y ya no solo haya grupos de precipitados muy pequeños.

Durante el tratamiento térmico de retrogresión la aleación se trata a temperaturas superiores a las de envejecido, durante un período corto de tiempo para que parte de los precipitados formados durante el pre-envejecimiento se vuelvan a disolver. Para las aleaciones de la serie 7000, las temperaturas varían de 170 a 230°C con tiempos de mantenimiento de 30 a 150 minutos.

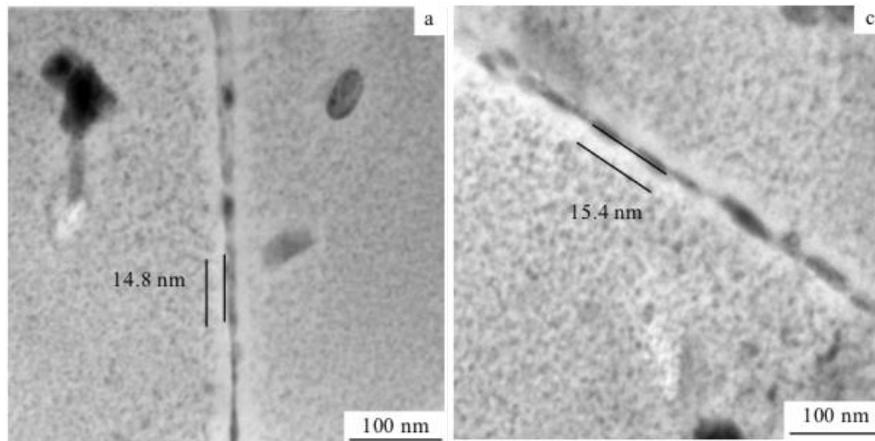
Tratamiento térmico de Re-envejecimiento: la aleación se trata durante un período de tiempo más largo a una temperatura más baja, 120°C por 24 horas.

### 1.4.2. Retrogresión.

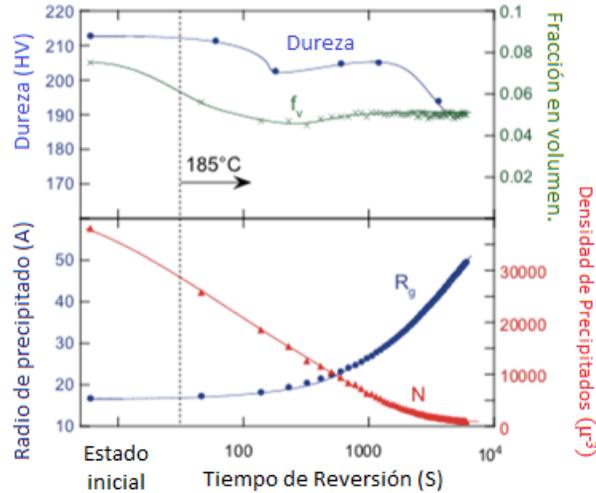
El tratamiento térmico de envejecido Retrogresión es el resultado de 3 etapas de envejecimiento continuas, las cuales dan como resultado una combinación óptima de resistencia a la corrosión y propiedades mecánicas (es decir, la resistencia a la SSC del T-7 y la fuerza del temple T-6) (Es-Said et al., 2003).

(Xu et al., 2017) menciona que el tratamiento térmico de retrogresión tiene como principales objetivos la disminución de la densidad de los precipitados en la matriz (MPts), la generación de una mayor discontinuidad en los precipitados en los límites de grano (GBP) y el ensanchamiento en la zona libre de precipitados (PFZ), como se aprecia en las fotomicrografías de la Figura 1.

En la Figura 2 se muestran los cambios en la fracción de volumen, dureza (HV), densidad y radio de precipitados durante la regresión a 185 °C de una aleación base aluminio con 10.3% en peso de Zn, 2% en peso de Mg y 1.6% en peso de Cu (después del pico de envejecimiento T6). Analizando el comportamiento de las curvas se muestra una etapa de rápida disolución de los precipitados (disminución de la fracción de volumen y densidad del precipitado), donde el tamaño medio del precipitado se mantiene constante. Esta rápida disolución se debe a la desestabilización de los precipitados inicialmente presentes en la microestructura debido al aumento de temperatura (el tamaño crítico para la disolución del precipitado se vuelve mucho mayor que el tamaño de todos los precipitados). El hecho de que el radio de los precipitados sea constante resulta de la combinación de la velocidad de disolución más lenta de los precipitados grandes en comparación con los pequeños, y la desaparición de los precipitados pequeños en la solución sólida.



**Figura 1. Fotomicrografías de TEM de aleación AA7B04 tratado por solución a 471 °C por 1 h y templado, seguido de un tratamiento de envejecimiento artificial a 120 °C durante 22 h. A), antes del tratamiento de retrogresión, B) después del tratamiento de retrogresión a 180 °C por 20 min y templado. (Xu et al., 2017).**



**Figura 2. Evolución de la fracción volumétrica ( $f_v$ ), el tamaño del precipitado ( $R_g$ ) y la densidad ( $N$ ) (medida in situ por SAXS) y de la microdureza Vickers (medida ex situ tras tratamientos en baño de aceite) durante la retrogresión a 185 °C, llevado a cabo desde un estado de Pre-envejecimiento máximo (T6). (Marlaud et al., 2010).**

Se presenta una etapa de aumento de la fracción volumétrica, donde también aumenta el tamaño del precipitado, mientras la densidad del precipitado continúa disminuyendo. Esta etapa es en realidad una etapa de engrosamiento, y el aumento de la fracción de volumen hacia su valor de equilibrio se debe a la menor importancia del efecto Gibbs-Thomson cuando los precipitados aumentan de tamaño, esto es que se desprecian las variaciones de potencial químico en la superficie curva del precipitado.

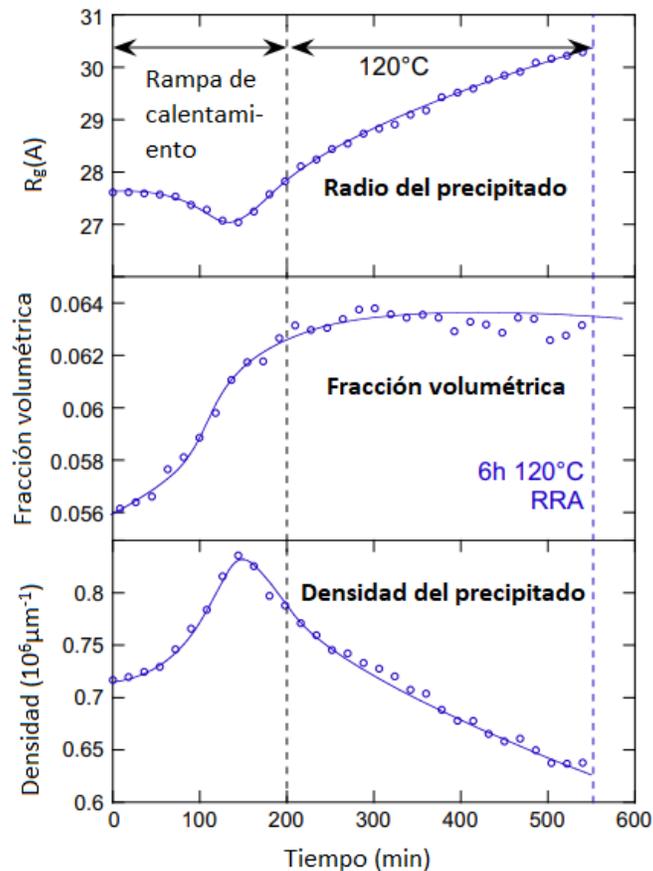
Existe una etapa con fracción de volumen constante, donde el tamaño del precipitado continúa aumentando, con la correspondiente disminución de la densidad del precipitado. Esta etapa es la clásica etapa de engrosamiento.

Al observar la evolución de la dureza, se encuentra que un mínimo inicial ocurre simultáneamente con la disminución de la fracción de volumen. Posteriormente, cuando la fracción de volumen y el tamaño de los precipitados aumentan, se observa que la dureza se incrementa, hasta que el radio de los precipitados alcanza el radio de transición necesario, el cual coincide con el tamaño del pico de dureza en el material. El hecho de que la dureza sea menor en este estado en comparación con el valor T6, puede ocurrir a causa de dos efectos: un cambio en la distribución del tamaño del precipitado, que se sabe que tiene un impacto en el límite elástico; y una fracción de volumen menor de los precipitados debido al aumento de temperatura.

### 1.4.3. Re-envejecimiento.

(Marlaud et al., 2010) encontraron, estudiando una aleación base aluminio con 10.3% en peso de Zn, 2% en peso de Mg y 1.6% en peso de Cu, que la microestructura después de la retrogresión está conformada por precipitados con alto contenido de solutos de Zn, Mg y Cu. La Figura 3

muestra el comportamiento de la aleación al realizar el re-envejecimiento a 120° C por 6 horas. Se observa que en las primeras 2 h hay un aumento en la fracción volumétrica indicando la nucleación de nuevas partículas, donde el radio medio de precipitado disminuye indicando que el radio de las partículas nuevas es menor que aquellas que fueron nucleadas en la retrogresión. En la siguiente etapa, hay un aumento en el radio del precipitado con una fracción de volumen constante indicando una disminución de la densidad de precipitados.



**Figura 3. Evolución del radio de precipitado (radio de Guinier), fracción de volumen y densidad del número de precipitado durante el tratamiento de re-envejecimiento tras un paso de tratamiento de retrogresión de 20 min a 185 °C, medido por SAXS in situ. (Marlaud et al., 2010).**

### ***1.5. Secuencia de precipitación en aleaciones de la serie 7000.***

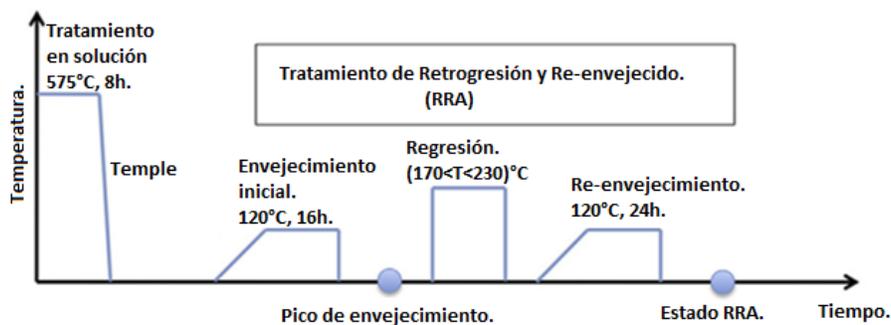
El incremento espontaneo de la dureza en las aleaciones de aluminio con soluciones sólidas sobresaturadas, se debe a la formación de precipitados metaestables ( $MgZn_2$ ,  $Mg_2Si$ ,  $AlMn_6$ ,  $Al_{20}Cu_2Mn_3$ ) La secuencia de precipitación de las aleaciones de la serie 7000, (Asano & Hirano, 1968), se puede generalizar de la siguiente manera:

solución sólida sobresaturada  $\alpha_{SSS}$   $\rightarrow$  zonas coherentes de Guinier-Preston (GP)  $\rightarrow$  fase intermedia metaestable semi-coherente  $\eta'(MgZn_2)$   $\rightarrow$  fase incoherente estable  $\eta(MgZn_2)$ .

El tratamiento térmico RRA implica un tratamiento térmico adicional de la aleación tratada con T6 en un rango de temperatura más alto entre 180 y 250 °C y posteriormente, envejecimiento hasta la condición de envejecimiento máximo. Las propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión del material dependen de la temperatura y del tiempo de los pasos de regresión (reversión) y re-envejecimiento. Las investigaciones (Es-Said et al., 2003),(Marlaud et al., 2010) sobre el tratamiento RRA de las aleaciones de aluminio han demostrado que el tamaño y límite de grano, así como la microestructura, influyen en el comportamiento de la fractura por fatiga. El comportamiento de la fractura está influenciado por la diferencia de resistencia entre el interior del grano y el límite del grano. La aleación templada T761 exhibió grietas intergranulares durante la fatiga, debido a la formación de la zona libre de precipitados más amplia (PFZ). Por el contrario, existen fracturas intergranulares y transgranulares en la condición tratada con RRA que es beneficiosa para retardar la tendencia a la fractura(Chen et al., 2012),(Wang et al., 2020).

El tratamiento RRA consiste en un ciclo térmico de doble etapa (es decir, retrogresión y re-envejecimiento) aplicado a la aleación en el tratamiento T6. Provee buena resistencia a la cedencia, a la tensión y a la corrosión comparables con los tratamientos térmicos: T6 y T73. Los pasos para llevar a cabo este tratamiento se ilustran en la figura 4, estos son; (I) TT en solución, (II) TT de envejecimiento similar al T6, (III) TT de regresión de corta duración y (IV) TT de re-envejecido.

El objetivo del primer paso es la homogenización de la matriz de aluminio junto con los elementos aleantes (elementos agregados en altas concentraciones). Es necesario el calentamiento de la aleación a la temperatura de solución sólida para que éstos elementos aleantes puedan disolverse en la matriz. Al realizar el temple se permite la inmovilización de los átomos, formando así una SSSS (solución sólida sobresaturada) (Marlaud et al., 2010) .



**Figura 4. Representación esquemática del tratamiento térmico de retrogresión y re-envejecimiento (RRA).**

En el tratamiento térmico de envejecimiento inicial es donde se alcanza el pico de envejecimiento, es decir, donde se obtiene la más alta resistencia mecánica. Sin embargo, presenta 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, haciéndolo en forma de clusters (un número grande de precipitados  $\eta'$ ) ya sea por efecto de los solutos (SRC) o por las vacancias (VRC) distribuyéndose así en zonas GP (Guinier-Preston); GPI o GPII respectivamente.

En la segunda etapa, es decir la etapa de retrogresión; los precipitados menos estables (es decir, las zonas GP y las partículas finas de  $\eta$  dentro de los granos) se disuelven, mientras que los precipitados en el límite de grano (GBP's) crecen y se distribuyen más homogéneamente. El posterior envejecimiento promueve la nueva precipitación de la fase  $\eta$ , mientras que sus partículas preexistentes están creciendo, y el GBP continúa engrosándose, lo que resulta en un mayor espacio entre precipitados. Finalmente, el interior de los granos revela una microestructura similar a la de T6, pero de naturaleza más estable, produciendo esfuerzo de cedencia y resistencia a la tensión al mismo nivel como el alcanzado durante la aplicación del 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 a la corrosión bajo esfuerzos (SCC). Se puede decir que el RRA combina las ventajas del T6 y del T73, es decir, alta resistencia y buena resistencia al SCC, al mismo tiempo.

La energía libre interfacial juega un papel importante en la precipitación sobre límites de grano (GBPS), ya que la cantidad de precipitados es directamente proporcional al área interfacial, es decir, si hay una menor energía libre interfacial, habrá un decremento en el radio de los GBPS lo cual es benéfico para precipitar fases discontinuas. Los precipitados más pequeños tienden a ser absorbidos por los más grandes indicando un menor número de partículas cerca de los GBPS. Las partículas metaestables con un radio menor al radio crítico tienden a disolverse, mientras que los más grandes tienden a crecer y convertirse en fases estables (Wang et al., 2020).

### ***1.6. Efecto de los precipitados sobre propiedades mecánicas.***

La adición de cobre puede estabilizar las zonas GP, promover el desarrollo de  $\eta^1$  a partir de zonas GP y mejorar la respuesta al endurecimiento por envejecimiento (Asano & Hirano, 1968). Las características microestructurales de esta serie de aleaciones juegan un papel importante en la susceptibilidad a 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), (J. K. Park, 1988),(Christodoulou & Flower, 1980). Adler y Poulouse (Adler et al., 1972). (Poulouse et al., 1974) afirmaron que la resistencia al SCC podría mejorarse aumentando el tamaño y el espaciado de la GBP y ampliando la PFZ. Green y otros (IJ, 1996); indicaron que Zn y Mg pueden acumularse en el PFZ, lo que resulta en un aumento en la susceptibilidad al SCC.

En la investigación de Cornish, etc, (Cornish & Day, 1971) también encontraron que una velocidad de enfriamiento lenta podría mejorar la resistencia SCC, pero la resistencia se sacrifica considerablemente debido a la severa velocidad 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. Ou et al ((Ou et al., 2000) consideraron que el tipo y la distribución de los dispersoides afectan significativamente la microestructura, ya que 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 tratamiento térmico.

Después del envejecimiento inicial en el tratamiento térmico de Retrogresión y Re-envejecido (RRA), se forma una distribución de precipitados continua en los límites de grano (GBPS). Con la retrogresión esos precipitados crecen y la zona libre de precipitados aparece (PFZ) tendiendo a aumentar la probabilidad de falla intergranular. Los precipitados en la matriz de aluminio sirven como barreras para disminuir la posible fractura transgranular.

Si se aumenta la temperatura de envejecido, la fractura transgranular tendería a ser la principal y, la probabilidad de que haya fractura intergranular decrece. Esto por los precipitados en los límites de grano que proveen barreras para evitar propagación de grietas a lo largo del límite de grano. Por ello la falla transgranular es más fácil de ocurrir con una resistencia a la fractura más alta (Guo et al., 2020).

Por lo anteriormente expuesto, es importante llevar a cabo el análisis del efecto del tratamiento térmico de Retrogresión y Re-envejecido sobre la evolución microestructural en la aleación Al-Zn-Mg-(Mn), sobre todo en la etapa de retrogresión, con el fin de establecer las condiciones de temperatura y tiempo, que den como resultado la mejor distribución de intermetálicos en la matriz de aluminio, lo cual influye en el comportamiento mecánico y a la corrosión de la aleación.

### ***1.7. Condiciones de fusión para reducción aluminotérmica.***

Las condiciones de reducción aluminotérmica llevada a cabo por Gaspar Barrios Jurado (Barrios Jurado, 2018), sugiere una carga del 26% (respecto al peso de chatarra a fundir) de masa negra, con temperatura de tratamiento de 800 °C con agitación del baño metálico de 300 rpm durante un tiempo de 90 minutos. Se utiliza una carga de 10 Kg de la aleación obtenida de la fusión de aluminio reciclado. Una vez que se tiene el metal líquido, este se desgasifica inyectando gas argón UAP con una lanza de grafito durante 10 minutos y se procede a vaciar en un molde metálico, que se precalienta a 400°C, para obtener la preforma.

## Capítulo 2. Desarrollo experimental.

---

En esta sección se describe el diseño de experimentos, así como también las técnicas experimentales utilizadas para llevar a cabo el análisis del efecto del tratamiento térmico de Retrogresión y Re-envejecido sobre la evolución microestructural de la aleación Al-Zn-Mg-(Mn).

### 2.1. Material y equipo.

Para la obtención de la aleación Al-Zn-Mg-(Mn) se utilizaron los siguientes equipos y materiales:

#### 2.1.1. Materiales.

- Preformas vaciadas en molde metálico.
- Lijas de SiC (120, 220, 300, 500, 600, 800, 1200, 2400) marca Struers
- Paños para pulido.
- Silica coloidal Struers.
- Pasta de diamante Struers de 1 y 3 $\mu$ .

#### 2.1.2. Equipo.

- Horno de resistencia para tratamiento térmico RRA marca Thermolyne.
- Pulidora metalográfica marca Extex dos discos de giro para desbaste.
- Microscopio Óptico Metalográfico.
- Durómetro marca Buehler.

Las piezas para análisis metalográfico fueron cortadas y maquinadas en medidas de 5 cm de ancho por 5 cm de largo, con un espesor de 1.30 cm.

### 2.2. Diseño experimental.

El desarrollo de experimentos para el tratamiento térmico analiza las siguientes variables: temperatura de tratamiento térmico de retrogresión y tiempo de mantenimiento. El diseño es factorial con el propósito de reducir errores experimentales, los factores A y B representan las variables independientes, como se muestra en la Tabla 2.

**Tabla 2. Factores y niveles del diseño experimental.**

Factor \ Nivel	1	2	3	4	5
Temperatura de Pre-envejecido (°C) [A]	170	185	200	215	230
Tiempo de Pre-envejecido (minutos) [B]	30	60	90	120	150

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

$$N = a * b * n \quad (1)$$

Dónde:

A = Temperatura de tratamiento térmico.

B = Tiempo de tratamiento.

a = 5 (nivel del factor A).

b = 5 (nivel del factor B).

n = 1 (número de réplicas).

N = 25 (experimentos).

Dando como resultado un total de 25 experimentos, los cual es el resultado de combinar cada uno de los factores con los respectivos niveles.

### 2.3. Metodología experimental.

A continuación, se describe la fase experimental que se llevó a cabo para desarrollar el análisis propuesto.

#### 2.3.1. Obtención de la aleación Al-Zn-Mg-(Mn) por reducción aluminotérmica.

Las preformas de la aleación utilizada fueron preparadas por reducción aluminotérmica de ‘masa negra’ con las condiciones ya establecidas en trabajos anteriores (G. Jurado, 2018). En la tabla 3 se muestra la composición química de las preformas, mientras que en la Figura 5 se dan las dimensiones de estas.

Tabla 3. Composición química de la aleación Al-Zn-Mn.

Composición Química (% en Peso)									
Si	Ti	Zn	Ni	Cr	Mg	Mn	Cu	Fe	Al
0.24	0.2	4.1	0.01	0.02	1.94	0.8	0.23	0.7	Balance

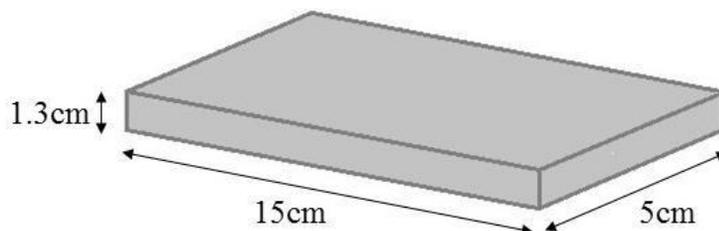


Figura 5. Esquema y dimensiones de la preforma de la aleación Al-Zn-Mg-(Mn) fabricada por reducción aluminotérmica.

#### **2.4. Tratamiento térmico RRA.**

Las preformas obtenidas por vaciado se seccionaron en 4 partes (7.5 X 2.5 cm) con corte transversal y longitudinal, con el fin de utilizar cada una de las secciones para ensayo de dureza, fabricación de probetas para el ensayo de tensión, metalografía óptica cuantitativa y una queda cómo repuesto. Se realizó el tratamiento térmico RRA, comenzando con el solubilizado, en el cual se programó el horno a 575 °C con una rampa de 20 °C por minuto y se monitoreó con un termopar conectado a la parte superior del horno, Con esa temperatura programada se alcanzaron los 575 °C necesarios para el primer tratamiento. Después del transcurso de 8 h. se abrió el horno y se templó pieza por pieza en agua.

Para el primer envejecido nuevamente se realizó la programación del horno, esta vez a 100°C para que al monitorear con el termopar la temperatura llegara a los 120°C requeridos. Después de 16 horas se procedió al temple en agua de todas las piezas.

El tratamiento de retrogresión se realizó en lotes de 10 piezas; 5 para análisis metalográfico y 5 para el ensayo de tensión. En esta etapa primero se calentó el horno a 170°C y al cabo de 30 minutos se templó una pieza de cada una. Es decir, una para análisis metalográfico y una de tensión. Después, al llegar a 60 min de tratamiento con la misma temperatura se templaron dos piezas más y así sucesivamente hasta completar el esquema de la Tabla 2.

Para el último envejecido se programó el horno para obtener 120°C y dejar las piezas un periodo de 24hrs. Posteriormente se realizó el temple en agua a temperatura ambiente a todas las piezas.

#### **2.5. Preparación de muestras de aleación Al-Zn-Mg-Mn.**

Las muestras para análisis metalográfico fueron separadas de acuerdo con las diferentes temperaturas y tiempos de mantenimiento, al final se tuvieron 5 lotes de muestras con 5 muestras cada uno. Se tomó el primer lote y se realizó el desbaste con papel abrasivo desde la lija No. 120 hasta la No. 2400. Posteriormente se utilizaron paños para pulir las muestras utilizando silica coloidal, así como pasta de diamante de 1 y 3 micras, respectivamente, para lograr acabado espejo y llevar a cabo la observación en el microscopio óptico.

#### **2.6. Caracterización de aleación Al-Zn-Mg-(Mn).**

Para la microscopía óptica solo se necesitó la superficie con pulido espejo y un microscopio óptico en el cual se observaron los precipitados de cada pieza y se capturaron 5 imágenes a 3 diferentes aumentos; 100, 500 y 1000 X.

#### **2.7. Ensayo de dureza.**

Las mediciones de dureza fueron realizadas en la escala de Rockwell B por limitaciones de uso de equipo de laboratorio y se hicieron las equivalencias a dureza Brinell. Estas fueron hechas en un durómetro marca Buehler utilizando la escala de medición de Rockwell B. Se utilizó un indentador de bola de tungsteno de 1/16 con una carga de 100kg. Se realizaron un total de 7 indentaciones por cada probeta para así eliminar los extremos altos y bajos y promediar los 5 restantes.

## **2.8. Técnicas experimentales.**

### **2.8.1. Espectrofotometría de emisión por chispa.**

Este tipo de análisis o estudio determina la composición química de la muestra. Esta técnica consiste en detectar las longitudes de onda característica de cada uno de estos elementos cuando sus electrones son excitados mediante chispa. Este tipo de análisis se realiza para determinar el porcentaje en peso de cada elemento de esta aleación de aluminio.

### **2.8.2. Microscopía óptica.**

Permite hacer visible la estructura final de los objetos a una escala que no es apreciable a simple vista del ojo humano. 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 observará la microestructura tanto de colada, así como también con tratamiento térmico de homogenizado y para diferentes porcentajes de deformación mecánica para la aleación a utilizar en el presente trabajo.

### **2.8.3. Ensayo de dureza Rockwell.**

El estándar ASTM E18-03 (A. ASTM, 2003) define el número de dureza Rockwell como un número derivado del incremento neto en la profundidad del indentador cuando la fuerza en el indentador es incrementada desde una fuerza previa hasta una fuerza total.

La dureza Rockwell o ensayo de dureza Rockwell es un método para determinar la dureza, es decir, la resistencia de un material a ser penetrado. Esta información puede correlacionar a la fuerza tensil, resistencia al desgaste, la ductilidad, y otras características físicas de materiales metálicos, y puede ser útil en el control de calidad y la selección de materiales. El ensayo de dureza Rockwell constituye el método más usado para medir la dureza debido a que es muy simple de llevar a cabo y no requiere conocimientos especiales. Se pueden utilizar diferentes escalas que provienen de la utilización de distintas combinaciones de penetradores y cargas, lo cual permite ensayar prácticamente cualquier metal o aleación. Hay dos tipos de penetradores: unas bolas esféricas de acero endurecido (templado y pulido) de 1/16, 1/8, 1/4 y 1/2 pulg, y un penetrador cónico de diamante con un ángulo de  $120^{\circ} \pm 30'$  y vértice redondeado formando un casquete esférico de radio 0,20 mm, el cual se utiliza para los materiales más duros.

La prueba de dureza Rockwell es una prueba de dureza por indentación empírica que puede proporcionar información útil sobre materiales metálicos.

### **2.8.4. Ensayo de tensión.**

La finalidad es obtener información de parámetros de un material tales como resistencia a la fractura, límite elástico, porcentaje de alargamiento y el módulo de Young. El ensayo de tensión se lleva a cabo mediante la aplicación de una carga axial hasta la fractura, según la norma ASTM E8-04 (E. ASTM, 2001), que trata de especificaciones de los ensayos de tensión para aleaciones de aluminio en estado de colada y deformadas. Con dimensiones rectangulares de tamaño de 1/4 in, como se muestra en la Figura 6 y en la Tabla 4.

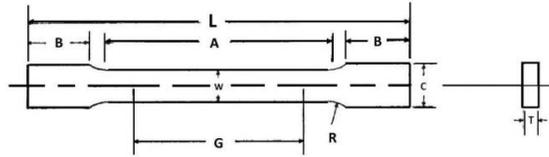


Figura 6. Esquema de probeta rectangular para ensayo de tensión. (E. ASTM, 2001)

Tabla 4. Dimensiones de probeta rectangular para ensayo de tensión para 1/2 in (13 mm).

NOMENCLATURA	Probeta 1/2 in
G—Longitud calibrada	1.000 ± 0.003
W—Ancho	0.250 ± 0.005
T—Espesor	1/2 in
R—Radio de filete, min,	1/4 d
L—Longitud total	4
A—Longitud de la sección reducida, min.	1 1/4 d
B—Longitud de la sección de agarre	1 1/4

## Capítulo 3. Análisis y discusión de resultados.

---

En esta sección se analizan y discuten los resultados obtenidos del efecto del tratamiento térmico de Retrogresión y Re-envejecido sobre la evolución microestructural en aleaciones Al-Zn-Mg-(Mn) y su relación con la dureza. Es preciso mencionar que se llevó a cabo la caracterización metalográfica por microscopía óptica a todas las muestras obtenidas. Mientras que solo a algunas muestras seleccionadas se llevó a cabo el análisis por microscopía electrónica y ensayos de tensión. Las muestras seleccionadas fueran aquellas que mostraron el valor de dureza mayor, así como las que fueron sometidas a los tiempos más largos. Lo anterior, debido a la situación que se presentó de disponibilidad de laboratorios de la Unidad Saltillo.

### ***3.1. Retrogresión a 170 °C con diferentes tiempos de mantenimiento (30, 60, 90, 120 y 150 min).***

Las muestras fueron sometidas al tratamiento de regresión a una temperatura de 170 °C y diferentes tiempos de mantenimiento y luego temple en agua a temperatura ambiente. En la Figura 7 se muestra la microestructura obtenida, la cual consiste en partículas del intermetálico  $MgZn_2$  indexadas con el número 1, así como partículas de intermetálicos tipo Al (Fe,Mn) indexadas con el número 2. El efecto de estas partículas es el reforzamiento sobre la matriz de aluminio. Además, sirven como partículas que impiden el movimiento de las dislocaciones y permiten un aumento de resistencia en el material.



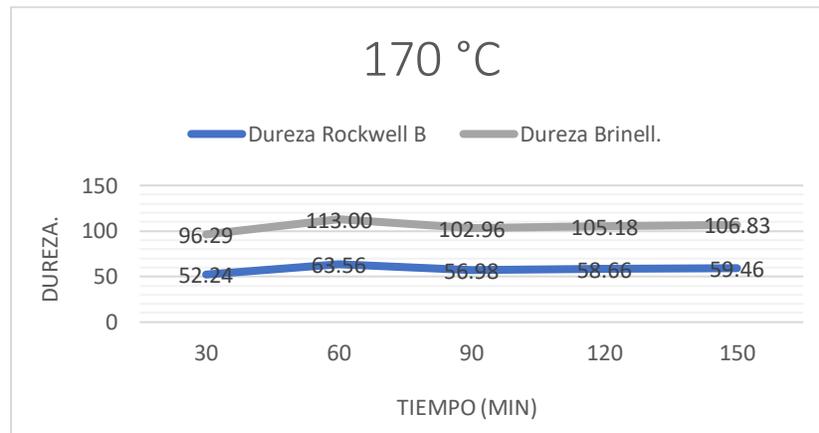
**Figura 7. Micrografía a 50 X de aleación Al-Zn-Mg-(Mg) con tratamiento de retrogresión a 170 °C y 30 min.**

Analizando la tabla 5, que muestra un perfil de promedios de dureza en escala Rockwell y Brinell para cada tiempo de retrogresión, se aprecia que 30 min no son suficientes para la nucleación y crecimiento de precipitados de la fase  $\eta$  y alcanzar una dureza alta. Es preciso mencionar que el ensayo de dureza que se lleva a cabo es en la escala Rockwell B y se hace la equivalencia a dureza Brinell, ya que es más común presentar los resultados en esta última escala al aplicar el tratamiento térmico de RRA a las aleaciones A6063.

**Tabla 5. Datos de dureza, en escala Rockwell B y Brinell, de las muestras sometidas a tratamiento térmico de retrogresión a 170 °C y a diferentes tiempos de tratamiento.**

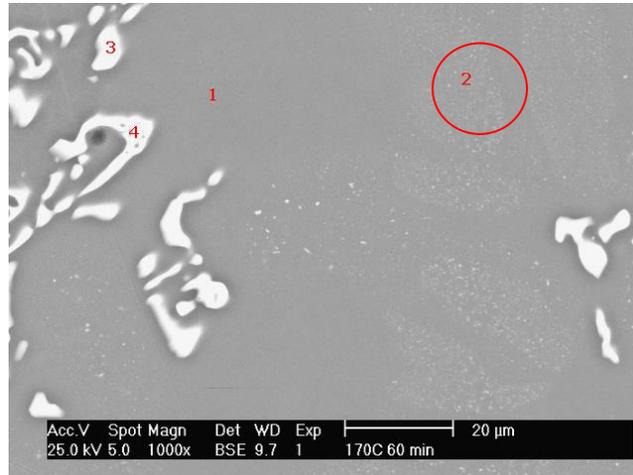
Dureza	Tiempo (min)				
	30	60	90	120	150
Rockwell (HRB)	52.24	63.56	56.98	58.66	59.46
Brinell (HB)	96.29	113.00	102.96	105.18	106.83

A 60 minutos de tratamiento de retrogresión se presenta el máximo valor de dureza (63.56), conforme el tiempo continúa aumentando, los valores de dureza disminuyen, lo cual se atribuye al engrosamiento de las partículas de la fase  $\eta$  ( $MgZn_2$ ). En la Figura 8 se observa el comportamiento de la dureza con respecto al tiempo de tratamiento de retrogresión.



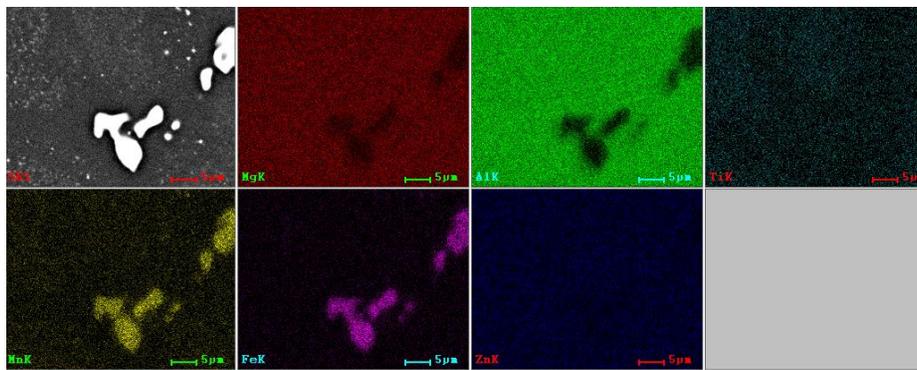
**Figura 8. Relación de los valores de dureza con respecto al tiempo de muestras con tratamiento de retrogresión a 170 °C a diferentes tiempos de tratamiento.**

En la Figura 9, obtenida por MEB, se observa la microestructura de la muestra con tratamiento de retrogresión a 60 min. La zona identificada con el número 1, corresponde a la matriz de la aleación. El número 2 corresponde a los precipitados de la fase  $\eta$  ( $MgZn_2$ ), distribuidos de manera uniforme. Las zonas indexadas con 3 y 4, corresponden a los intermetálicos  $Al_6(Fe,Mn)$ . El incremento de la dureza, con respecto a las condiciones anteriores, se atribuye a la redistribución de la fase  $\eta$  ( $MgZn_2$ ).



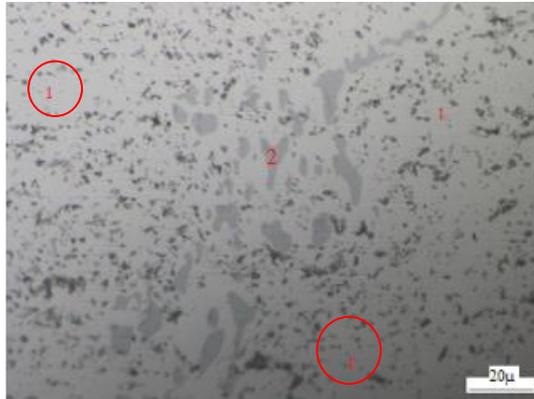
**Figura 9.** Micrografía a 50 X de aleación Al-Zn-Mg-(Mn) con tratamiento de retrogresión a 170 °C y 60 min.

La Figura 10, muestra el mapeo realizado a la muestra por MEB, en el cual se observa la distribución de átomos, tanto en la matriz como en los compuestos intermetálicos  $\eta$  ( $\text{MgZn}_2$ ) y  $\text{Al}_6(\text{Fe},\text{Mn})$ .



**Figura 10.** Mapeo obtenido por MEB.

Las fotomicrografías de las probetas con tratamiento de retrogresión a 90, 120 y 150 min se ilustran en las figuras 11, 12 y 13 respectivamente. Estas microestructuras muestran precipitados ramificados de la fase  $\eta$  ( $\text{MgZn}_2$ ). El hecho de la disminución de la dureza a partir de 90min es el efecto del crecimiento de los precipitados de la fase  $\eta$  ( $\text{MgZn}_2$ ) indexados con el número 1 los cuales apenas se logran visualizar por su pequeño tamaño. Los precipitados más grandes corresponden al intermetálico  $\text{Al}_6(\text{Fe},\text{Mn})$  indexado con el número 2.



**Figura 11. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retroresión a 170 °C y 90 min.**



**Figura 12. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retroresión a 170 °C y 120 min.**

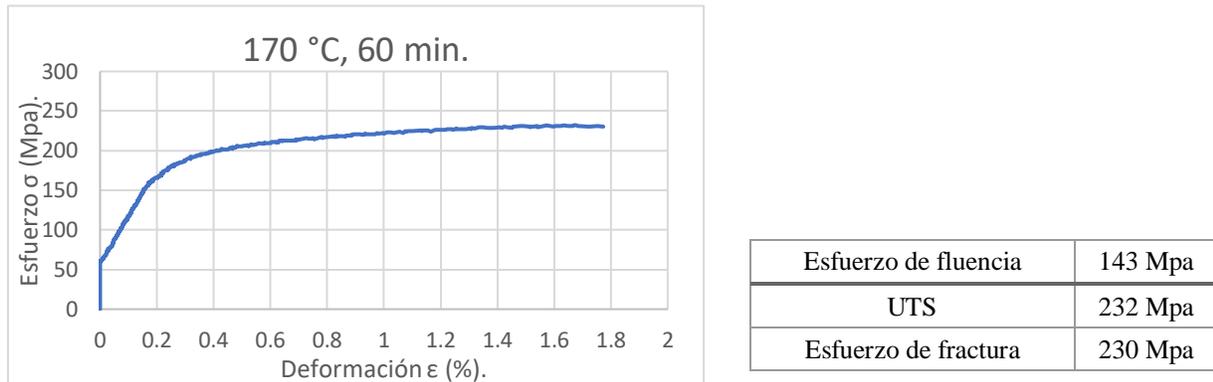


**Figura 13. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retroresión a 170 °C y 150 min.**

### **3.1.1. Curva esfuerzo-deformación de probeta con tratamiento de retroresión a 170 °C y 60 min.**

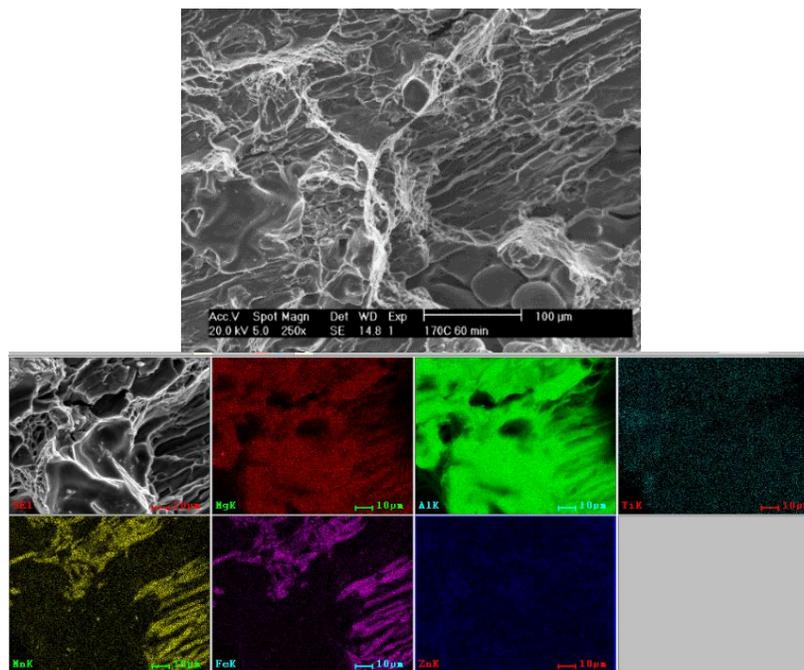
La Figura 14 muestra la curva esfuerzo-deformación obtenida del ensayo de tensión de la probeta con tratamiento de retroresión a 170 °C y 60 min. Se selecciona esta probeta debido a que tiene

el mayor valor de dureza, bajo las condiciones del tratamiento de retrogresión. En la figura se observa un comportamiento típico de un material con grado de ductilidad limitada.



**Figura 14. Curva esfuerzo-deformación de probeta con tratamiento de retrogresión a 170 °C y 60 min.**

La figura 15 muestra la superficie de fractura que presenta la probeta sometida al ensayo de tensión con su respectivo mapeo, en la cual se observa la distribución de los átomos de Zn y Mg en la superficie de fractura.



**Figura 15. Superficie de fractura con su respectivo mapeo (distribución de átomos), de la probeta con tratamiento térmico de retrogresión a 170 °C durante 60 min.**

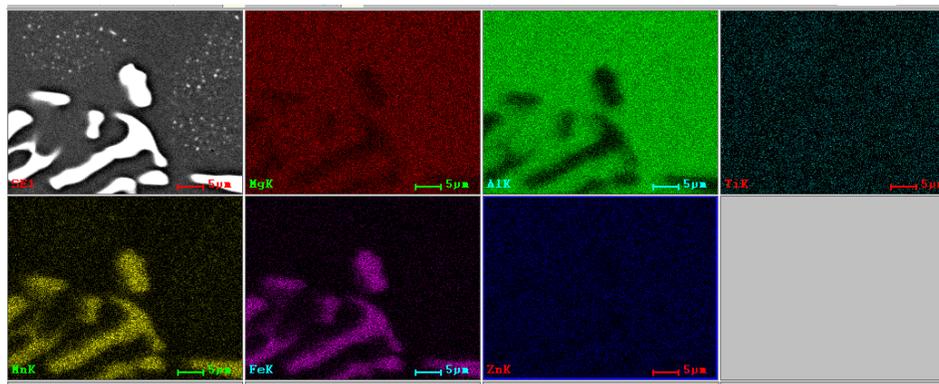
Adicionalmente, se llevó a cabo análisis de la muestra con tratamiento de retrogresión a 170 °C y 150 minutos. En la Figura 16 se muestra la micrografía obtenida por MEB. La zona indicada por

el número 1 corresponde a la matriz de la aleación. Las zonas indexadas con 2 corresponden a los precipitados  $\eta$  ( $MgZn_2$ ) y la zona 3 al precipitado  $Al_6(Fe,Mn)$  respectivamente.



**Figura 16.** Fotomicrografía obtenida por MEB de la muestra con tratamiento de retrogresión a 170 °C y 150 min.

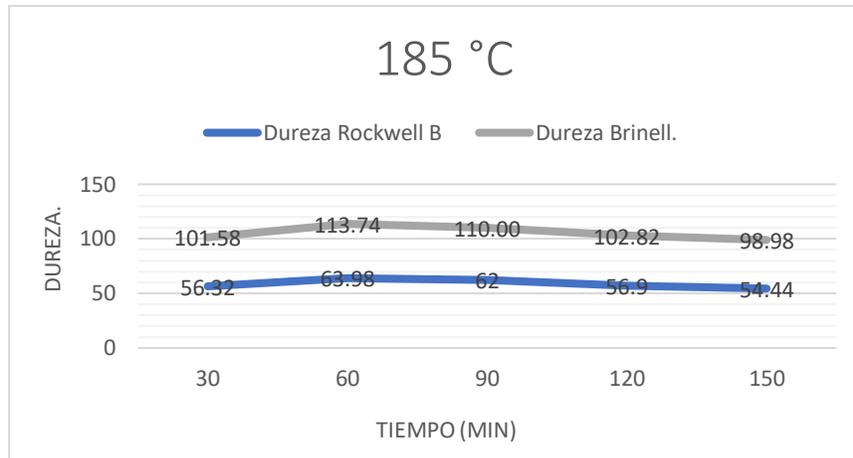
La Figura 17, muestra el mapeo realizado a la muestra por MEB, en el cual se observa la distribución de átomos, tanto en la matriz como en los compuestos intermetálicos  $\eta$  ( $MgZn_2$ ) y  $Al_6(Fe,Mn)$ .



**Figura 17.** Mapeo de distribución de átomos de la muestra tratada por RRA a 170 °C y 150 min, obtenido por MEB.

### **3.2. Tratamiento térmico de retrogresión a 185°C con diferentes tiempos de mantenimiento (30, 60, 90, 120 y 150 min).**

En la Figura 18 se muestra la relación entre la dureza y el tiempo de tratamiento de retrogresión. La muestra fue sometida a una temperatura de retrogresión de 185 °C a tiempos de permanencia que van desde 30 hasta 150 minutos con intervalos de 30 min. Se observa que a 30 minutos el valor de dureza es mayor con respecto a la temperatura de retrogresión de 170 °C, con el mismo tiempo. El aumento de dureza de 30 a 60 minutos se debe a la re-distribución de las partículas del intermetálico  $\eta$  ( $MgZn_2$ ). Pero, a medida que se incrementa el tiempo de tratamiento, la dureza disminuye, debido al engrosamiento de las partículas de fase  $\eta$  ( $MgZn_2$ ).



**Figura 18. Variación de los valores de dureza de probetas con tratamiento de retroresión a 185 °C con diferentes tiempos de permanencia.**

La microestructura con tratamiento de retroresión a 30 minutos se ilustra en la Figura 19, se observa el compuesto intermetálico  $\eta$  ( $MgZn_2$ ) distribuido por toda la matriz indexado con el número 1 y el intermetálico  $Al_6(Fe,Mn)$  indexado con el número 2.



**Figura 19. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retroresión a 185 °C y 30 min.**

La microestructura con tratamiento de retroresión a 185°C por 60 minutos se ilustra en la Figura 20, Gracias a la precipitación de intermetálicos de tipo  $\eta$  ( $MgZn_2$ ) indexados con 1 y la presencia de intermetálicos  $Al_6(Fe,Mn)$  indexados con 2, se brinda un reforzamiento óptimo para la microestructura final de la aleación.



**Figura 20. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retrogresión a 185 °C y 60 min.**

En la Tabla 6 se muestran los valores de dureza (Rockwell B y Brinell) obtenidos en los ensayos respectivos.

**Tabla 6. Datos de dureza, en escala Rockwell B y Brinell, de las muestras sometidas a tratamiento térmico de de retrogresión a 185 °C y a diferentes tiempos de tratamiento.**

Dureza	Tiempo (min)				
	30	60	90	120	150
Rockwell (HRB)	56.32	63.98	62	56.9	54.44
Brinell (HB)	101.58	113.74	110.00	102.82	98.98

Se observa que, a partir del tiempo de retrogresión de 90 minutos, la dureza de la aleación tiende a disminuir, este efecto es directamente dependiente de la cantidad, número y tamaño de los compuestos intermetálicos  $\eta$  ( $MgZn_2$ ) en la microestructura. Además, se observan partículas con morfología del tipo de escritura china  $Al_6(Fe,Mn)$ , es decir precipitados alargados y algunas figuras irregulares de color claro. La temperatura de tratamiento de retrogresión no tiene efecto sobre estos intermetálicos  $Al_6(Fe,Mn)$ , ya que, a esta temperatura es una fase estable.

En las figuras 21, 22 y 23 se observa la disminución y el engrosamiento de partículas del compuesto intermetálico  $\eta$  ( $MgZn_2$ ) indexados con 1 y el intermetálico  $Al_6(Fe,Mn)$  indexado con 2.



**Figura 21. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retrogresión a 185 °C y 90 min.**

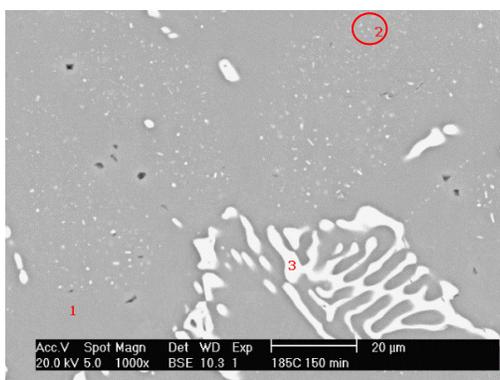


**Figura 22. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retroresión a 185 °C y 120 min.**



**Figura 23. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retroresión a 185 °C y 150 min.**

En la figura 24 se muestra la micrografía obtenida por MEB en la cual se identifica la matriz con el número 1, así como el compuesto intermetálico  $MgZn_2$  con el número 2 y con el 3 al compuesto intermetálico  $Al_6(Fe, Mn)$ .



**Figura 24. Micrografía obtenida por MEB de la muestra con tratamiento de retroresión a 185 °C y 60 min.**

La Figura 25, muestra el mapeo realizado a la muestra por MEB, en el cual se observa la distribución de átomos, tanto en la matriz como en los compuestos intermetálicos  $\eta$  ( $MgZn_2$ ) y  $Al_6(Fe, Mn)$ .

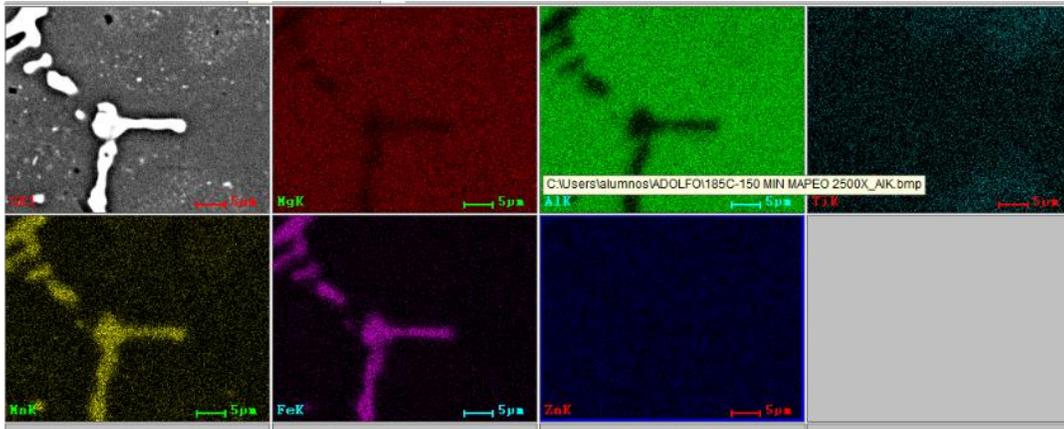
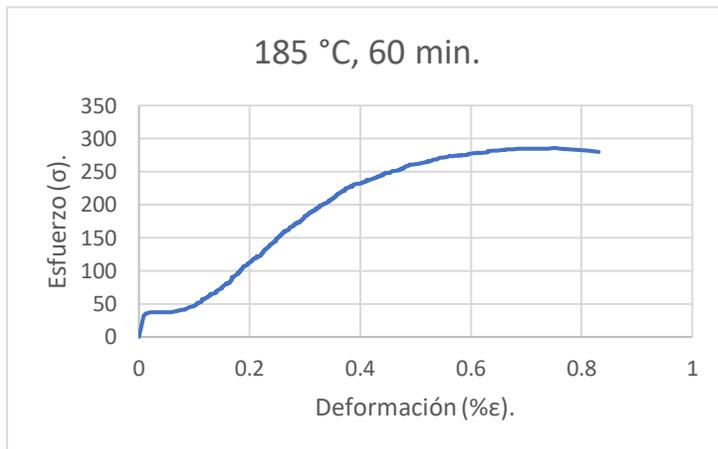


Figura 25. Mapeo de distribución de átomos de la muestra tratada por RRA a 185 °C y 60 min, obtenido por MEB.

### 3.2.1. Curva esfuerzo-deformación de la probeta con tratamiento de retroresión a 185 °C y 60 min.

La Figura 26 muestra el comportamiento de la curva esfuerzo-deformación con los valores de los puntos importantes obtenida del ensayo de tensión de la probeta con tratamiento de retroresión a 185 °C y 60 minutos. Se observa un comportamiento típico de un material con un grado de ductilidad limitado.



Esfuerzo de fluencia	177 Mpa
UTS	285.8 Mpa
Esfuerzo de fractura	280 Mpa

Figura 26. Curva esfuerzo-deformación de probeta con tratamiento de retroresión a 185 °C y 60 min.

La Figura 27 muestra la superficie de fractura que presenta la probeta sometida al ensayo de tensión con su respectivo mapeo, en la cual se observa la distribución de los átomos de Zn y Mg.

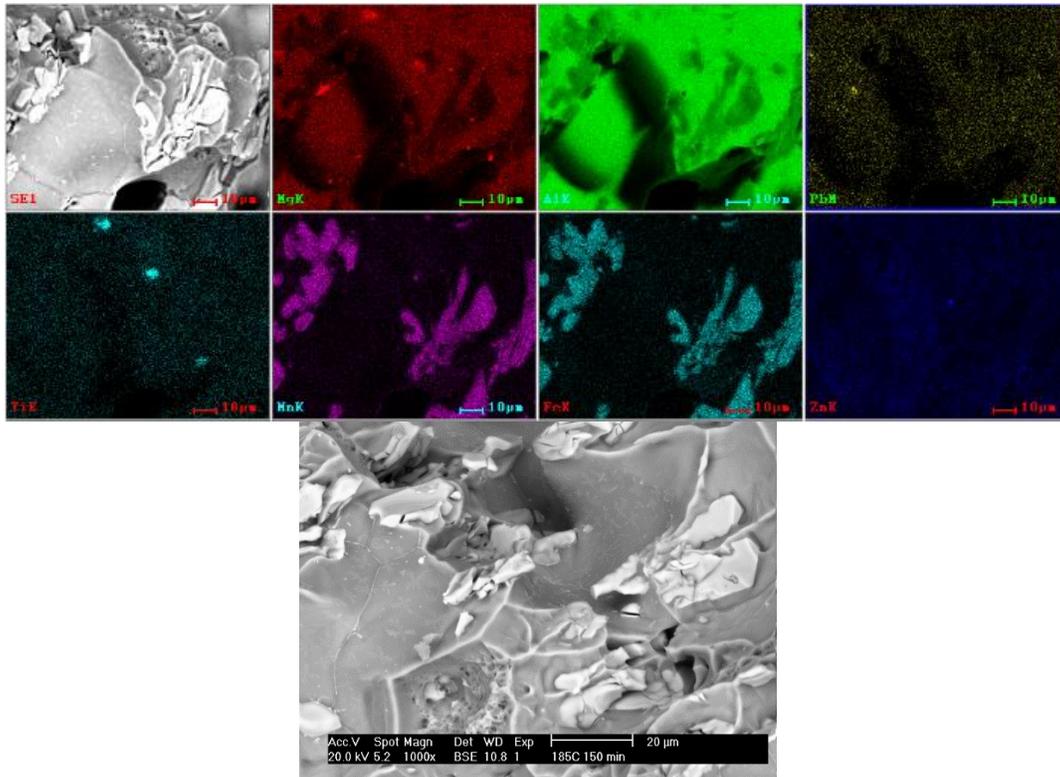


Figura 27. Superficie de fractura con su respectivo mapeo (distribución de átomos), de la probeta con tratamiento térmico de retrogresión a 185 °C durante 60 min.

### 3.3. Tratamiento térmico de retrogresión a 200 °C con diferentes tiempos de mantenimiento (30, 60, 90, 120 y 150 min).

La microestructura con tratamiento de retrogresión a 30 min se ilustra en la Figura 28, se aprecia una gran proporción de partículas del compuesto intermetálico  $MgZn_2$  indexado con 1 y de  $Al_6(Fe,Mn)$  en su morfología de escritura china indexado con 2.

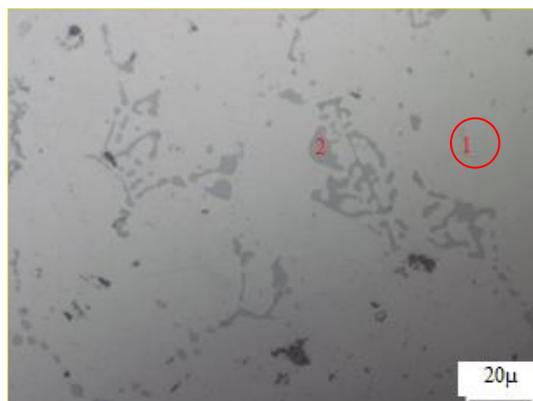
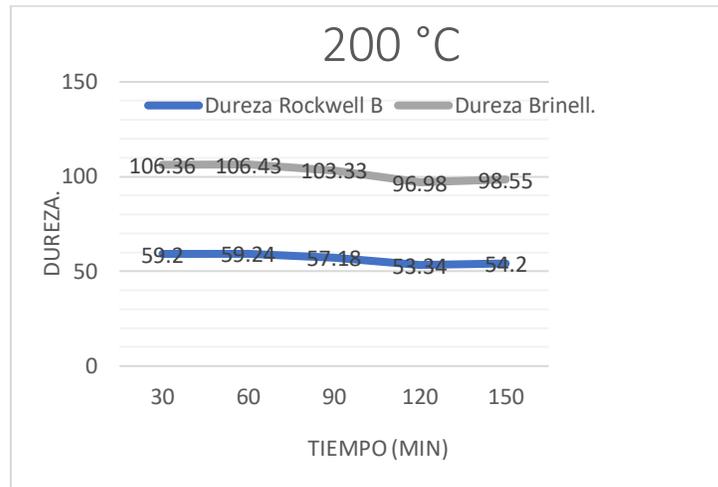


Figura 28. Fotomicrografía a 50 X de muestra con tratamiento de retrogresión a 200 °C y 30 min.

Los valores de dureza obtenidos en los tiempos de retrogresión para la temperatura de 200° C se muestran en la Figura 29 y en la Tabla 7.



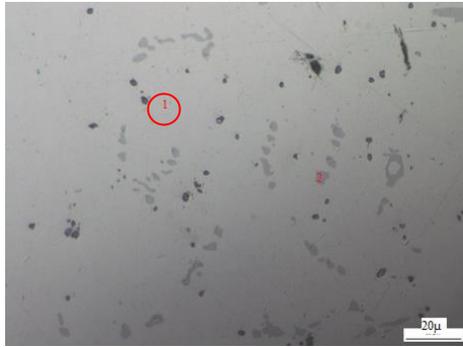
**Figura 29. Variación de los valores de dureza de probetas con tratamiento de retrogresión a 200 °C con diferentes tiempos de permanencia.**

**Tabla 7. Datos de dureza, en escala Rockwell B y Brinell, de las muestras sometidas a tratamiento térmico de retrogresión a 200 °C y a diferentes tiempos de tratamiento.**

Dureza	Tiempo (min)				
	30	60	90	120	150
Rockwell (HRB)	59.2	59.24	57.18	53.34	54.2
Brinell (HB)	106.36	106.43	103.33	96.98	98.55

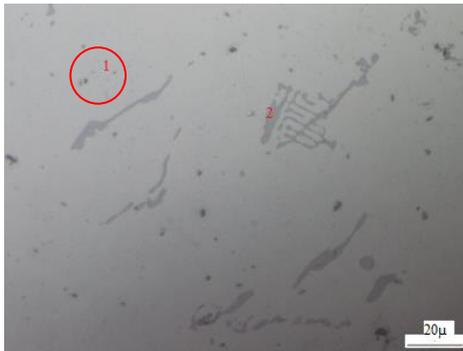
La mayor dureza encontrada para esta temperatura de retrogresión es en la muestra con tratamiento de retrogresión a 60 minutos, mientras que a medida que se incrementa el tiempo de tratamiento, la dureza disminuye como consecuencia del engrosamiento de las partículas del intermetálico  $MgZn_2$

Como se aprecia en la fotomicrografía de la Figura 30, las partículas del compuesto intermetálico están presentes por toda la matriz, lo que promueve el fortalecimiento por la fase  $\eta MgZn_2$ .



**Figura 30. Fotomicrografía a 50 X de muestra con tratamiento de retrogresión a 200 °C y 60 min.**

En las fotomicrografías de las Figuras 31, 32 y 33 se ilustran las microestructuras correspondientes a los tiempos 90, 120 y 150, respectivamente. De igual manera se observan intermetálicos fase  $\eta$   $MgZn_2$  y  $Al_6(Fe,Mn)$  indexados con 1 y 2 respectivamente.



**Figura 31. Fotomicrografía a 50 X de muestra con tratamiento de retrogresión a 200 °C y 90 min.**



**Figura 32. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retrogresión a 200 °C y 120 min.**



Figura 33. Fotomicrografía a 50 X de aleación con tratamiento de retrogresión a 200 °C y 150 min.

### 3.4. Tratamiento térmico de retrogresión a 215 °C con diferentes tiempos de mantenimiento (30, 60, 90, 120 y 150 min).

Las muestras fueron sometidas al tratamiento de regresión a una temperatura de 215 °C y 30 min de mantenimiento y luego temple en agua a temperatura ambiente. En la Figura 34 se muestra la microestructura obtenida, la cual consiste en partículas del intermetálico MgZn<sub>2</sub> indexado con 1, así como partículas de intermetálicos tipo Al (Fe,Mn), indexados con 2.

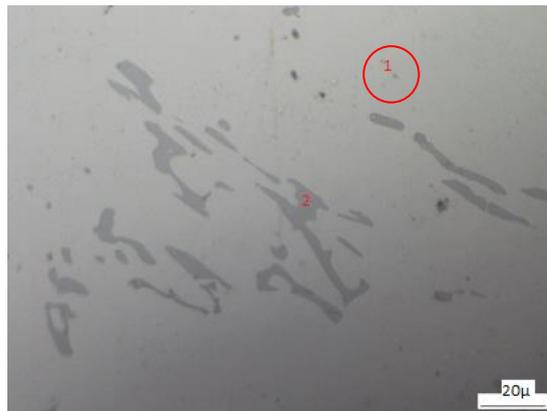
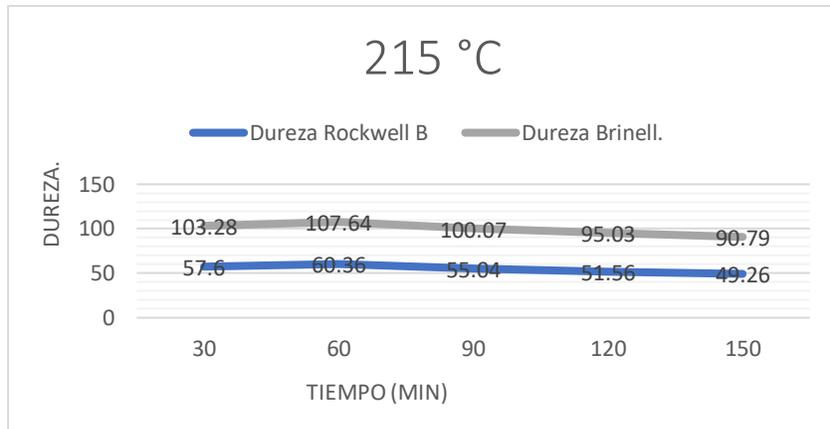


Figura 34. Fotomicrografía a 50 X de la muestra con tratamiento de retrogresión a 215 °C y 30 min.

La muestra con tratamiento de retrogresión a 215 °C y 30 min de mantenimiento exhibe 103.28 HB. Los datos de dureza se incluyen en la Tabla 8 y gráficamente en la Figura 35.

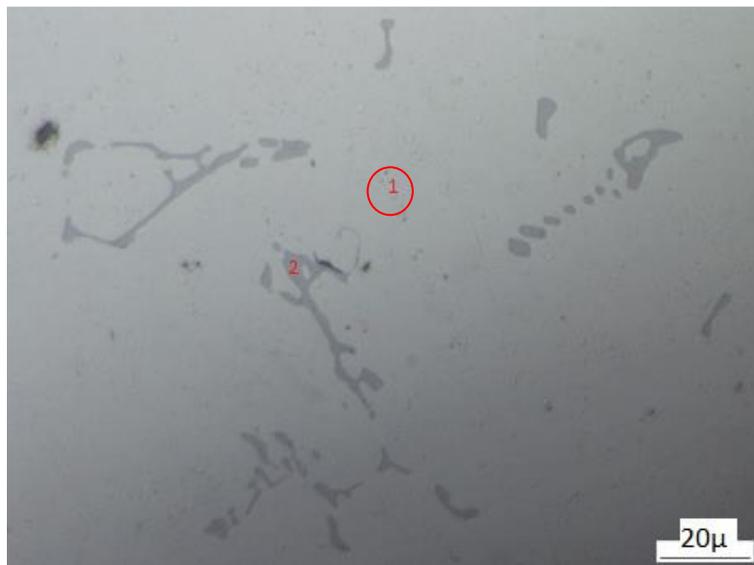
Tabla 8. Datos de dureza, en escala Rockwell B y Brinell, de las muestras sometidas a tratamiento térmico de retrogresión a 215 °C y a diferentes tiempos de tratamiento.

Dureza	Tiempo (min)				
	30	60	90	120	150
Rockwell (HRB)	57.6	60.36	55.04	51.56	49.26
Brinell (HB)	103.28	107.64	100.07	95.03	90.79



**Figura 35. Variación de los valores de dureza de probetas con tratamiento de retroresión a 215 °C con diferentes tiempos de permanencia.**

La Figura 36 muestra la microestructura de la muestra con tratamiento de retroresión a 215 °C por 60 minutos, la cual exhibe la mayor dureza para todos los tiempos de mantenimiento a esta temperatura, con un valor de 60.36 HRB o 107.6 HB.



**Figura 36. Fotomicrografía a 50 X de la muestra con tratamiento de retroresión a 215 °C y 60 min.**

Las microestructuras de la aleación con tratamiento de retroresión a 90, 120 y 150 min se muestran en las Figuras 37, 38 y 39, indexadas con 1 y 2 de acuerdo a los precipitados  $MgZn_2$  y  $Al_6(Fe\ Mn)$  respectivamente.



**Figura 37. Fotomicrografía a 50 X de la muestra con tratamiento de retroresión a 215 °C y 90 min.**



**Figura 38. Fotomicrografía a 50 X de la muestra con tratamiento de retroresión a 215 °C y 120 min.**



**Figura 39. Fotomicrografía a 50 X de la muestra con tratamiento de retroresión a 215 °C y 150 min.**

Conforme se incrementa el tiempo tratamiento de retroresión las muestras presentan un contenido menor de precipitados del compuesto intermetálico  $MgZn_2$ , debido a su que a esta temperatura, las partículas de menor tamaño se disuelven y provocan el engrosamiento de partículas con mayor tamaño.

### 3.5. Tratamiento térmico de retrogresión a 230 °C con diferentes tiempos de mantenimiento (30, 60, 90, 120 y 150 min).

La Figura 40 muestra la micrografía de la muestra con tratamiento de retrogresión a 30 min, se observa que el compuesto intermetálico MgZn<sub>2</sub> se encuentra en menor cantidad, pero con mayor tamaño debido su engrosamiento, como consecuencia del incremento de la temperatura de tratamiento de retrogresión.



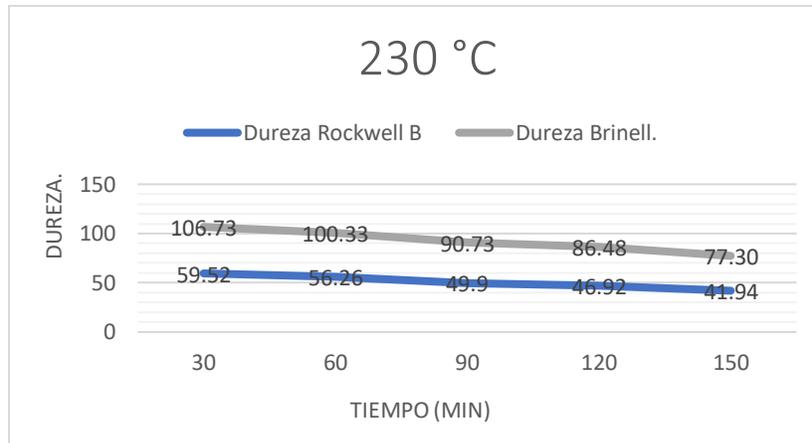
Figura 40. Fotomicrografía a 50 X de la aleación con tratamiento de retrogresión a 230 °C y 30 min.

Analizando los valores reportados en la Tabla 9, se puede ver que, a la temperatura de retrogresión de 230°C, con tan solo 30 min de tiempo de mantenimiento es suficiente para alcanzar una dureza alta, en realidad la más alta para esta temperatura, con un valor de 59.52 HRB o 101 HB.

Tabla 9. Datos de dureza, en escala Rockwell B y Brinell, de las muestras sometidas a tratamiento térmico de retrogresión a 215 °C y a diferentes tiempos de tratamiento.

Dureza	Tiempo (min)				
	30	60	90	120	150
Rockwell (HRB)	59.52	56.26	49.9	46.92	41.94
Brinell (HB)	106.73	100.33	90.73	86.48	77.30

El perfil y evolución de durezas se muestran en la Figura 41 en la cual se observa que al tiempo de retrogresión en el que se alcanza la mayor dureza es a 30 min.



**Figura 41. Variación de los valores de dureza de probetas con tratamiento de retrogresión a 230 °C con diferentes tiempos de permanencia.**

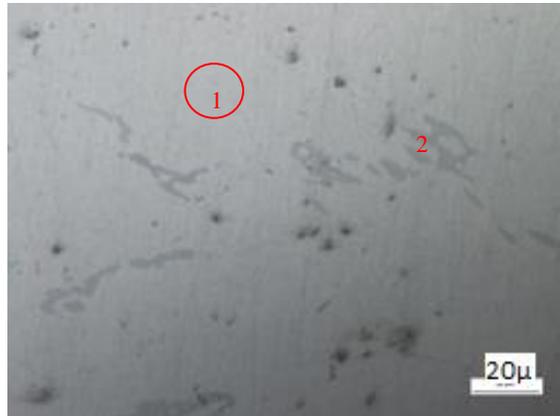
Se observa que a medida que se incrementa el tiempo de tratamiento la dureza disminuye, debido al incremento de tamaño de los intermetálicos  $MgZn_2$ . Las Figuras 42, 43, 44 y 45 muestran la microestructura de la aleación con tratamiento de retrogresión a 60, 90, 120 y 150 min.



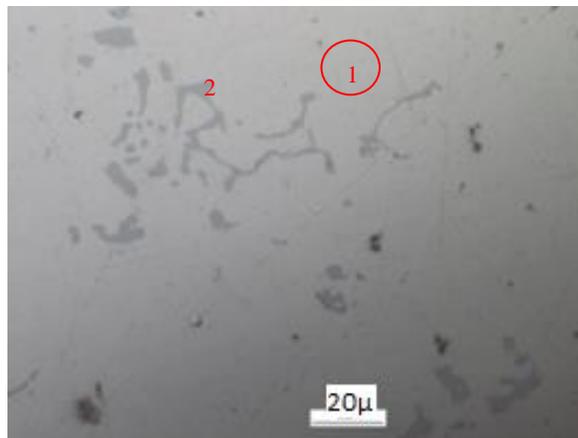
**Figura 42. Fotomicrografía a 50 X de la muestra con tratamiento de retrogresión a 230 °C y 60 min.**



**Figura 43. Fotomicrografía a 50 X de la muestra con tratamiento de retrogresión a 230 °C y 90 min.**



**Figura 44. Fotomicrografía a 50 X de la muestra con tratamiento de retrogresión a 230 °C y 120 min.**



**Figura 45. Fotomicrografía a 50 X de la aleación con tratamiento de retrogresión a 230 °C y 150 min.**

Por lo que se determina que, a medida que se incrementa tanto la temperatura como el tiempo de tratamiento de retrogresión, ambos factores tienen efecto sobre la distribución y tamaño de las partículas del intermetálico  $MgZn_2$ , lo que provoca la disminución de los valores de dureza a tiempos prolongados.

## Capítulo 4. Conclusiones.

---

El tratamiento de retrogresión y re-envejecido (RRA) tiene efecto sobre la microestructura, debido a la precipitación y redistribución de las partículas de compuesto intermetálico  $\eta$  MgZn<sub>2</sub>.

Los valores de dureza a las temperaturas de tratamiento de retrogresión utilizadas (170 - 230) °C, se ven afectados, ya que a medida que se incrementa, estos disminuyen. El tiempo de tratamiento de retrogresión modifica la dureza de la aleación, a medida que se incrementa, esta disminuye.

La temperatura mínima utilizada de retrogresión (170 °C), provoca que la dureza aumente a los 60 min (113.0 HB), pero a partir de este tiempo, la dureza disminuye obteniéndose un valor de 106.83 HB al tiempo máximo (150 min).

La temperatura de retrogresión (185° C), provoca que la dureza aumente a 60 min (113.74 HB), pero a partir de este tiempo, la dureza disminuye obteniéndose un valor de 98.98 HB al tiempo máximo (150 min).

A mayores temperaturas (200, 215 y 230 °C), la dureza es menor, comparada con las temperaturas menores utilizadas, no importando el tiempo de tratamiento.

Por lo que se establece que a la temperatura de 185 °C y con 60 min de tratamiento, se obtiene la máxima dureza, lo cual significa que se tiene la formación de la fase  $\eta$  (MgZn<sub>2</sub>) lo que provoca este comportamiento. Es preciso mencionar, que las partículas del compuesto intermetálico Al (Fe, Mn), tanto por su tamaño y morfología, también influye en el incremento de la dureza.

Con respecto al ensayo de tensión, se tiene un comportamiento característico de material elástico-plástico, presentado una fractura con ductilidad limitada. Esto es, para las muestras a las cuales se les llevó a cabo este ensayo.

Por lo anterior, se establece que el tratamiento térmico de retrogresión y re-envejecido (RRA) se puede aplicar a las aleaciones Al-Zn-Mg-(Mn), incrementando la dureza, lo que se traduce en mejor resistencia mecánica.

## Referencias.

---

- Adler, P. N., Delasi, R., & Geschwind, G. (1972). Influence of microstructure on the mechanical. *Metallurgical Transactions*, 3(12), 3191–3200.
- Asano, K., & Hirano, K.-I. (1968). Precipitation Process in an Al–Zn–Mg Alloy. *Transactions of the Japan Institute of Metals*, 9(1), 24–34.
- ASM. (1993). ASM handbook Volume 2 - Properties and selection: Nonferrous alloys and special-purpose materials. *ASM Metals Handbook*, 2.
- ASTM, A. (2003). ASTM E18-03: Standard Test Methods for Rockwell Hardness and Rockwell Superficial Hardness of Metallic Materials. *Annual Book of ASTM Standards*.
- ASTM, E. (2001). Standard test methods for tension testing of metallic materials. *Annual Book of ASTM Standards*. ASTM.
- Cavazos García, J. L. (1998). *Tratamiento térmico de una aleación de aluminio 6063*. Universidad Autónoma de Nuevo León.
- Chen, X., Liu, Z., Lin, M., Ning, A., & Zeng, S. (2012). Enhanced fatigue crack propagation resistance in an Al-Zn-Mg-Cu alloy by retrogression and reaging treatment. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 21(11), 2345–2353.
- Christodoulou, L., & Flower, H. M. (1980). Hydrogen embrittlement and trapping in Al6%Zn-3%Mg. *Acta Metallurgica*, 28(4), 481–487. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(80\)90138-8](https://doi.org/10.1016/0001-6160(80)90138-8)
- Cornish, A. J., & Day, M. K. B. (1971). The Effect of Variable Quenching Conditions on the Relationship Between the Stress-Corrosion-Resistance, Tensile Properties and Microstructure of a High-Purity Al-Zn-Mg Alloy. *J. Inst. Met.*, Dec. 1971, 99, 377-384.
- Dixit, M., Mishra, R. S., & Sankaran, K. K. (2008). Structure–property correlations in Al 7050 and Al 7055 high-strength aluminum alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 478(1–2), 163–172.
- Es-Said, O. S., Frazier, W. E., & Lee, E. W. (2003). The effect of retrogression and reaging on the properties of the 7249 aluminum alloy. *Jom*, 55(1), 45–48. <https://doi.org/10.1007/s11837-003-0194-8>
- G., B. J. (2018). *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*. CINVESTAV-Unidad Saltillo.
- Guo, R., Zhang, C., Liu, M., Zhang, Z., Chen, L., & Zhao, G. (2020). Influence of isothermal and non-isothermal aging treatments on microstructure and properties of Al-Zn-Mg alloy

- helical profile. *Materials Characterization*, 169(September), 110613. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110613>
- Hardesty, F. (1981). Metals handbook (Ninth Ed.). Volume 2, properties and selection: Nonferrous alloys and pure metals. *Journal of Mechanical Working Technology*, 5(1–2), 133–135. [https://doi.org/10.1016/0378-3804\(81\)90025-5](https://doi.org/10.1016/0378-3804(81)90025-5)
- IJ, P. (1996). Recent developments in light alloys. *Materials Transactions, JIM*, 37(1), 12–31.
- Liao, H. L., Lin, J. C., & Lee, S. L. (2009). Effect of pre-immersion on the SCC of heat-treated AA7050 in an alkaline 3.5%NaCl. *Corrosion Science*, 51(2), 209–216. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2008.10.037>
- Marlaud, T., Deschamps, A., Bley, F., Lefebvre, W., & Baroux, B. (2010). Evolution of precipitate microstructures during the retrogression and re-ageing heat treatment of an Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Acta Materialia*, 58(14), 4814–4826. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.05.017>
- Ou, B.-L., Yang, J.-G., & Wei, M.-Y. (2007). Effect of Homogenization and Aging Treatment on Mechanical Properties and Stress-Corrosion Cracking of 7050 Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 38(8), 1760–1773. <https://doi.org/10.1007/s11661-007-9200-z>
- Ou, B.-L., Yang, J.-G., & Yang, C.-K. (2000). Light Alloys: metallurgy of the Light Metals. *Light Alloys: metallurgy of the Light Metals*, 54–68, 1989. *Materials Transactions, JIM*, 41(7), 783–789.
- Park, D. S., & Nam, S. W. (1995). Effects of manganese dispersoid on the mechanical properties in Al-Zn-Mg alloys. *Journal of Materials Science*, 30(5), 1313–1320. <https://doi.org/10.1007/BF00356137>
- Park, J. K. (1988). Influence of retrogression and reaging treatments on the strength and stress corrosion resistance of aluminium alloy 7075-T6. *Materials Science and Engineering*, 103(2), 223–231. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(88\)90512-5](https://doi.org/10.1016/0025-5416(88)90512-5)
- Poulose, P. K., Morral, J. E., & McEvily, A. J. (1974). STRESS CORROSION CRACK VELOCITY AND GRAIN BOUNDARY PRECIPITATES IN AN AL-Zn-Mg ALLOY. *Metall Trans*, 5(6), 1393–1400. <https://doi.org/10.1007/BF02646625>
- Puiggali, M., Zielinski, A., Olive, J. M., Renauld, E., Desjardins, D., & Cid, M. (1998). Effect of microstructure on stress corrosion cracking of an Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Corrosion Science*, 40(4–5), 805–819.
- Rout, P. K., Ghosh, M. M., & Ghosh, K. S. (2015). Microstructural, mechanical and electrochemical behaviour of a 7017 Al-Zn-Mg alloy of different tempers. *Materials Characterization*, 104, 49–60. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.03.025>

- Shan, D., & Zhen, L. (2012). Aging behavior and microstructure evolution in the processing of aluminum alloys. In *Microstructure Evolution in Metal Forming Processes*. Woodhead Publishing Limited. <https://doi.org/10.1533/9780857096340.3.267>
- Starke, E. A., Khalfalla, Y., & Benyounis, K. Y. (2016). Aluminum Alloys: Thermal Treatments. *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering, August 2015*, 10–12. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-803581-8.03375-0>
- Stefanescu, D. M., Davis, J. R., & Destefani, J. D. (1988). Metals Handbook, Vol. 15--Casting. *ASM International, 1988*, 937.
- Viana, F., Pinto, A. M. P., Santos, H. M. C., & Lopes, A. B. (1999). Retrogression and re-ageing of 7075 aluminium alloy: microstructural characterization. *Journal of Materials Processing Technology*, 92, 54–59.
- Wang, Y., Liu, M., Xiao, W., Zhao, W., & Ma, C. (2020). Effects of multi-stage aging treatments on the precipitation behavior and properties of 7136 aluminum alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 814. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.152256>
- Xu, Y., Zhan, L., Li, S., & Wu, X. (2017). Effect of Stress-Aging Treatments on Precipitates of Pre-retrogressed Al-Zn-Mg-Cu Alloy. *Xiyou Jinshu Cailiao Yu Gongcheng/Rare Metal Materials and Engineering*, 46(2), 355–362. [https://doi.org/10.1016/s1875-5372\(17\)30094-2](https://doi.org/10.1016/s1875-5372(17)30094-2).