



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

**ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA
E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS**

**ESTUDIO CINÉTICO DE LA PRECIPITACIÓN
DE FASES EN ALEACIONES
Al-4%Cu-0.3%Mg-X (X=0.5 y 2.0 %Ag)**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA
METALURGICA**

**P R E S E N T A :
DULCE PATRICIA ROBLES MARTÍNEZ**

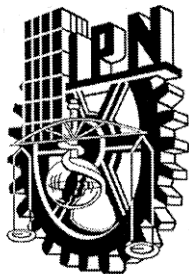


DIRECTOR DE TESIS:

Dr. HÉCTOR JAVIER DORANTES ROSALES

MÉXICO, D. F.

ENERO 2008



INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL

COORDINACIÓN GENERAL DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

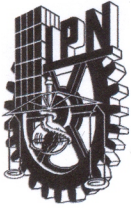
CARTA CESIÓN DE DERECHOS

En la Ciudad de México el día 10 del mes Enero del año 2008, el (la) que suscribe Dulce Patricia Robles Martínez alumno (a) del Programa de Maestría en Ciencias con especialidad en Ingeniería Metalúrgica con número de registro B041171, adscrito a la Sección de Estudios de Posgrado e Investigación-E.S.I.Q.I.E. manifiesta ser autor (a) intelectual del presente trabajo de tesis bajo la dirección del Dr. Héctor J. Dorantes Rosales y ceden los derechos del trabajo intitulado “Estudio de la precipitación de fases en aleaciones $Al-4\%Cu-0.3\%Mg-X$ ($X=0.5$ y $2\%Ag$)”, al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de Investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso del autor y del director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección duparoma@yahoo.com.mx. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

Dulce Patricia Robles Martínez

Nombre y firma



INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL SECRETARIA DE INVESTIGACION Y POSGRADO

ACTA DE REVISION DE TESIS

En la Ciudad de México siendo las 14:00 horas del día 17 del mes de DICIEMBRE del 2007 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de Tesis designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de La ESIQIE para examinar la tesis de grado titulada:

“ESTUDIO CINETICO DE LA PRECIPITACION DE FASES EN ALEACIONES Al-4%Cu-0.3Mg-X (X=0.5 y 2%Ag)”

Presentada por el alumno:

ROBLES

MARTINEZ

DULCE PATRICIA

Apellido paterno

materno

nombre(s)

Con registro: B

0	4	1	1	7	1
---	---	---	---	---	---

Aspirante al grado de: **MAESTRIA EN CIENCIAS EN INGENIERIA METALURGICA**

Después de intercambiar opiniones los miembros de la Comisión manifestaron **SU APROBACION DE LA TESIS**, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.

LA COMISION REVISORA

Director de Tesis


DR. HÉCTOR JAVIER DORANTES ROSALES


DR. VÍCTOR MANUEL LÓPEZ HIRATA


DRA. ELSA MIRIAM ARCE ESTRADA


DR. FELIPE HERNANDEZ SANTIAGO


DR. JOSE ANTONIO ROMERO SERRANO


DR. JOSÉ FEDERICO CHAVEZ ALCALA

EL PRESIDENTE DEL COLEGIO

DR. JOSE JAVIER CASTRO ARELLANO

ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERIA
QUIMICA E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS
SECCION DE ESTUDIOS DE
POSGRADO E INVESTIGACION

Agradecimientos

*Al Instituto Politécnico Nacional
y
a la Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas*

*Al Proyecto CONACyT (SEP-2003-C02-43874) y a la SIP por el apoyo económico otorgado
para la realización de este trabajo.*

*Especialmente al Dr. Héctor Javier Dorantes Rosales
Por todas sus enseñanzas, su apoyo brindado y sobre todo por su amistad, confianza y paciencia
depositadas en mi y por ser todo un ejemplo a seguir.*

A mis sinodales y sus valiosos comentarios para la culminación del presente trabajo:

*Dra. Elsa M. Arce Estrada
Dr. Víctor M. López Hirata
Dr. José A. Romero Serrano
Dr. José F. Chávez Alcalá
Dr. Felipe Hernández Santiago*

*A Joel Moreno Palmerín
Por sus conocimientos transmitidos y por su valiosísima ayuda durante la elaboración del presente
trabajo.*

Mil Gracias

Dedicatorias

A esa persona tan especial, esposo, amigo y compañero: Mauricio

*Por darle sentido a lo que hago y por estar siempre a
mi lado.*

A mi amado hijo: Ulises

Por darle un nuevo rumbo a mi existencia

*A esas once personas a quienes nunca podré pagar todos sus consejos, cariño, tiempo, apoyo,
confianza y comprensión y por quienes va dedicado todo lo que hago y lo que soy:*

Mis padres Gabriel y Guadalupe

*Por toda una vida de esfuerzos y sacrificios dedicada
a nosotros, sin ustedes este logro no hubiera sido
posible.*

Mis Hermanos Carlos, Susy, Gaby, Norma y Chucho

*Por haberme impulsado mediante su ejemplo a seguir
adelante.*

Mis sobrinos David, Nancy y Gabriel

*Por llenar la casa de alegría haciendo los momentos
difíciles, más pequeños.*

Contenido

	<i>PÁGINA</i>
<i>Resumen.</i>	.
<i>Abstract.</i>	.
<i>Lista de Figuras.</i>	<i>i</i>
<i>Lista de Tablas.</i>	<i>iv</i>
<i>CAPÍTULO 1. Introducción.</i>	<i>1</i>
<i>CAPÍTULO 2. Consideraciones Teóricas.</i>	<i>3</i>
2.1 <i>Aleaciones de aluminio</i>	<i>3</i>
2.2 <i>Endurecimiento por precipitación</i>	<i>4</i>
2.3 <i>Mecanismos de endurecimiento en el sistema Al-Cu</i>	<i>7</i>
2.4 <i>Mecanismos de endurecimiento en el sistema Al-Cu-Mg.</i>	<i>13</i>
2.5 <i>Aleaciones cuaternarias Al-Cu-Mg-Ag</i>	<i>18</i>
2.6 <i>Engrosamiento de precipitados</i>	<i>21</i>
2.7 <i>teorías de engrosamiento de precipitados</i>	<i>27</i>
<i>CAPITULO 3. Desarrollo experimental.</i>	<i>33</i>
3.1 <i>Fabricación de las aleaciones</i>	<i>34</i>
3.2 <i>Análisis químico.</i>	<i>35</i>
3.3 <i>Tratamientos térmicos</i>	<i>35</i>
3.4 <i>Microscopia Electrónica de Barrido.</i>	<i>36</i>
3.5 <i>Microdureza Vickers</i>	<i>36</i>
3.6 <i>Microscopia electrónica de Transmisión</i>	<i>36</i>
<i>CAPÍTULO 4. Resultados.</i>	<i>37</i>
4.1 <i>Análisis químico</i>	<i>37</i>
4.2 <i>Microscopia Electrónica de Barrido.</i>	<i>37</i>
4.3 <i>Curvas de Envejecido.</i>	<i>39</i>
4.4 <i>Microscopia Electrónica de Transmisión</i>	<i>46</i>
<i>CAPÍTULO 5. Discusión de resultados.</i>	<i>63</i>
5.1 <i>Envejecido natural</i>	<i>63</i>
5.2 <i>Envejecido artificial</i>	<i>65</i>
<i>Conclusiones.</i>	<i>73</i>
<i>Referencias Bibliográficas.</i>	<i>74</i>

Resumen

El estudio de las transformaciones de fases en aleaciones Al-4%Cu-0.3%Mg modificadas con 0.5% y 2%Ag (% peso), se llevo a cabo mediante Microscopía Electrónica de Barrido, Microscopia Electrónica de Transmisión y Microdureza Vickers. Estas aleaciones fueron preparadas mediante fusión convencional y posteriormente homogeneizadas a 530 °C durante 3 días. Subsecuentemente, para provocar la precipitación y una dispersión uniforme de precipitados, las muestras fueron envejecidas a 150, 200 y 250°C a diferentes tiempos. Los resultados de microdureza Vickers mostraron que la adición de plata promueve su incremento para todas las temperaturas y tiempos de envejecido isotérmico, encontrando que el pico de dureza ocurre por la coexistencia de las fases Ω y θ' . Adicionalmente, se observó que el sobrevejecimiento de la aleación (disminución en dureza) disminuye conforme la temperatura de envejecido aumenta. Por otra parte, las micrografías obtenidas por MET demostraron la coexistencia de precipitados de las fases Ω y θ' , siendo dominante la fase Ω . Adicionalmente, la fase Ω tiene una morfología de prismas hexagonales con una altura de placas (delgada), donde la cara hexagonal tiene intercaras planas alineadas en las direcciones de la matriz $\langle 311 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ y $\langle 220 \rangle$, mientras que las placas (altura) se alinean solamente en las direcciones $\langle 111 \rangle$. El radio promedio de la fase Ω tiene una dependencia lineal con respecto al tiempo, $t^{1/3}$; la cinética de crecimiento de dicha fase esta controlada por un mecanismo de difusión para ambas aleaciones, lo cual confirma lo propuesto por la teoría de engrosamiento propuesta por Lifshitz, Slyosov y Wagner (LSW).

Abstract

A study of the phase transformations in the Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag and Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag was carried out by scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM) and microhardness measurements (VHN). Alloys were fabricated by conventional casting and then they were homogenized at 530°C for 3 days. Subsequently, these alloys were aged at 150, 200 and 250°C for different times. The purpose of these treatments was to induce the precipitation. The VHN results showed that the Ag addition promotes an increase in hardness for all aging temperatures and times. The hardness peak in both alloys was attributed to the presence and coexistence of the Ω and θ' phases. Additionally, the overaging process decrease with the increase in aging temperature. On the other hand, the micrographs obtained by TEM confirmed the coexistence of the Ω and θ' phases. The Ω phase is the dominant phase in both alloys during the aging treatments. This phase has hexagonal prism morphology with a thickness similar to plates. The hexagonal face has smooth interfaces aligned on the $\langle 311 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ and $\langle 220 \rangle$ directions of the matrix. And the plates are only aligned in the $\langle 111 \rangle$ directions of the matrix. The radius of the Ω phase was determined from the mean area and mean thickness for each aging time. The variation of the mean radius of particles, r , as a function of time followed a linear relationship, $t^{1/3}$, as predicted by Lifshitz, Slyosov and Wagner (LSW) theory for diffusion controlled coarsening for both alloys.

Lista de figuras

FIGURA No.	DESCRIPCIÓN	PÁGINA
2.1	Diagrama de fases de una aleación endurecible por precipitación de composición C_0 ^[1] .	6
2.2	Zona rica en aluminio del diagrama de fases aluminio-cobre ^[7] .	8
2.3	Sección a través de las zonas GP paralela al plano (200) ^[5] .	9
2.4	Micrografía del campo claro de una aleación Al-3.3%Cu envejecida a temperatura ambiente por 100 días mostrando las zonas GPI. b) Patrón de difracción de área selecta mostrando Streaks de difracción en $\{200\}$.	9
2.5	Micrografía del Campo claro de una aleación Al-4.3%Cu envejecida a 180 °C por 48 h, b) Patrón de difracción de área selecta de la misma área, mostrando los streaks a través de los planos SAD $\{200\}_{Al}$.	10
2.6	Representación esquemática de las etapas de la formación de precipitados de fase (θ) de equilibrio. (a) Solución sólida α sobresaturada. (b) fase precipitada de transición (θ''). (c) Fase de equilibrio (θ) ^[1] .	11
2.7	Diagrama de fases Al-Cu mostrando las líneas de solvus metaestable para las zonas GP, θ'' , y θ' .	12
2.8	Diagrama esquemático de resistencia a la tracción y de la dureza como función del logaritmo del tiempo de envejecimiento a temperatura constante durante el tratamiento térmico de precipitación ^[1] .	12
2.9	Esquina rica en aluminio del diagrama de fases Al-Cu-Mg indicando las fases presentes en función de la composición.	13
2.10	Representación esquemática de la morfología de las zonas GPB y su estructura cristalina ^[43] .	17
2.11	Representación esquemática de la morfología de las zonas GPB2 y su estructura cristalina ^[43] .	18
2.12	Micrografía de las fases reforzantes observadas en una aleación Al-Cu-Mg-Ag.	20
2.13	Mapeo elemental tridimensional de una aleación Al-1.9Cu-0.3Mg-0.2Ag envejecida a 180 °C por 5 s. La posición de los átomos de soluto se muestra con esferas: Ag (amarillo), Mg (azul), Cu (rojo) y la posición de los átomos de Al se muestra con puntos verdes.	22
2.14	Mapeo elemental tridimensional de una aleación Al-1.9Cu-0.3Mg-0.2Ag envejecida a 180 °C por 120 s.	23
2.15	Imagen de baja magnificación de un microscopio de contraste Z de resolución atómica de una aleación Al-Cu-Mg-Ag, envejecida a 200 °C por 100 h. a) placa θ' (izquierda) y placa Ω (derecha) incrustadas en la matriz Al, b) extremo de una placa Ω .	24
2.16	Ilustración esquemática de un campo de deformación normal a las caras anchas de un precipitado en forma de placa. a) Vacancia y b) Intersticial.	25

FIGURA No.	DESCRIPCIÓN	PÁGINA
2.17	Ilustración esquemática de la redistribución necesaria de Ag y Mg y el flujo de Cu acompañado de la migración de un ledge de engrosamiento sobre una placa ^[26] .	26
2.18	Espesor promedio de las placas en función del tiempo (h) a 200, 250 y 300 °C. los símbolos llenos corresponden a la aleación Al-4Cu-0.3Mg-0.4Ag (wt. %), los símbolos vacíos corresponden a la aleación Al-6.5Cu-0.45Mg-0.4Ag-0.5Mn-0.2Zr (wt. %) ^[31] .	27
2.19	Esquema representativo de dos precipitados de radio r_1 y r_2 en una matriz α mostrando el flujo difusivo de 1 a 2 ^[45] .	29
2.20	Perfil de concentración de una sección 2D mostrando tres precipitados. El tamaño del precipitado L es mayor que el radio crítico, el tamaño M es exactamente igual al radio crítico mientras que el tamaño del precipitado S es el más pequeño que el tamaño crítico ^[46] .	32
3.1	Esquema del procedimiento experimental.	34
4.1	Micrografías que muestran la estructura de colada a) Aleación Al-4.0Cu-0.5Mg-0.5Ag y b) Al-4.0Cu-0.5Mg-2.0Ag (% peso).	39
4.2	Micrografías de las aleaciones a) Al-4.0Cu-0.5Mg-0.5Ag y b) Al-4.0Cu-0.5Mg-4.0Ag (% peso) homogeneizadas a 530°C durante 5 días.	39
4.3	Microanálisis de la matriz de aluminio de las aleaciones a) Al-4.0%Cu-0.5%Mg- 0.5%Ag y b) Al-4.0%Cu-0.5%Mg-2.0%Ag (% peso) homogeneizadas durante 5 días a 530 °C.	40
4.4	Curva de dureza vs. tiempo de envejecido de la aleación Al-4.0Cu-0.5Mg-0.5Ag (%peso) tratada a temperatura ambiente durante 16 440 h aproximadamente.	41
4.5	Curva de dureza vs. tiempo de envejecido de la aleación Al-4.0Cu-0.5Mg-2.0Ag (%peso) tratada a temperatura ambiente durante 16 440 h aproximadamente.	42
4.6	Curvas de Microdureza vs. Tiempo de la aleación Al-4.0Cu-0.5Mg-0.5Ag envejecida artificialmente: a) 150, b) 200 y c) 250 °C.	44
4.7	Curvas de Microdureza vs. Tiempo de la aleación Al-4.0Cu-0.5Mg-2.0Ag envejecida artificialmente a: a)150, b)200 y c)250 °C durante 700, 100 y 25 horas respectivamente.	45
4.8	Grafico de barras ilustrando el pico de dureza (dureza máxima alcanzada) de las aleaciones Al-4.0Cu-0.5Mg-0.5Ag y Al-4.0Cu-0.5Mg-4.0Ag (%peso) a las tres temperaturas de envejecido (150, 200 y 250 °C).	46
4.9	Micrografías de la fase Ω de la aleación Al-4.0Cu-0.5Mg-0.5Ag envejecida a 200 °C por 10 horas.	48
4.10	Micrografía de MET de la aleación Al-4%Cu-0.5%Mg-0.5%Ag envejecida a 250 °C durante 5 h.	49
4.11	Micrografías de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecidas a 200 °C durante a) 5, b) 10, c) 25 y d) 100 h.	50
4.12	Área de los precipitados hexagonales de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag en función del tiempo de envejecido a 200 °C.	51
4.13	Micrografías de los precipitados Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecida a 200 °C durante (a) 1, (b) 5, (c) 10 y (d) 25h.	52
4.14	Longitud y espesor de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag en función del tiempo de envejecido a 200 °C.	53
4.15	Área de los precipitados alargados de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag en función del tiempo de envejecido a 200 °C.	53

FIGURA	DESCRIPCIÓN	PÁGINA
4.16	Micrografías de TEM de la aleación Al-4.0%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecida a 250 °C, durante a)1, b)5, c)10 y d)25 h.	54
4.17	Área de los precipitados hexagonales de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecida a 250 °C.	55
4.18	Micrografías de los precipitados Ω de la aleación Al-4.0%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecida a 250 °C, a) 1 h, b)5 h y c)10 h, d)25 h.	56
4.19	Longitud y espesor de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecida a 250 °C.	57
4.20	Área de los precipitados alargados de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecida a 250 °C.	58
4.21	Micrografías de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag envejecidas por diferentes tiempos a 250 °C mostrando la evolución microestructural.	59
4.22	Área de los precipitados hexagonales de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag envejecida a 250 °C.	60
4.23	Micrografías de los precipitados Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag envejecida a 250 °C, a) 1 h, b)5 h y c)10h y d)25 h.	61
4.24	Longitud y espesor de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag envejecida a 250 °C durante 25 horas.	62
4.25	Área de los precipitados alargados de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2.0%Ag envejecida a 250 °C.	62
5.1	Comportamiento de la dureza con el tiempo de envejecido a temperatura ambiente para las aleaciones Al-4.0%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y Al-4.0%Cu-0.3%Mg-2.0%Ag.	65
5.2	Comportamiento de la dureza en función del tiempo de envejecido para las aleaciones Al-4.0%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag (—) y Al-4.0%Cu-0.3%Mg-2%Ag (---).	66
5.3	Pico de dureza con respecto al tiempo de envejecido para una aleación Al-Cu-Mg-Ag ^[5] .	66
5.4	Comportamiento de la dureza en función del tiempo de envejecido de las aleaciones Al-4.0%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y Al-4.0%Cu-0.3%Mg-2.0%Ag en comparación con dos aleaciones de literatura ^[31] , envejecidas por diferentes tiempos a 200 °C.	68
5.5	Micrografías de MET mostrando la morfología de la fase Ω en la aleación (a) Al-4.0%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y (b) Al-4.0%Cu-0.3%Mg-2.0%Ag envejecidas a 250 °C por 25 y 50 horas, respectivamente.	69
5.10	Micrografías de las aleaciones (a)-(d) Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y (e)-(h) Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag envejecidas a 250°C por diferentes tiempos.	70
5.12	Gráfica del Área de los precipitados hexagonales de la fase Ω en función del tiempo de envejecido para las aleaciones con contenido de plata de 0.5 y 2.0 % Ag envejecidas a 200, 250 y 250 °C respectivamente.	72
5.13	Cinética de engrosamiento de los precipitados hexagonales de la fase Ω para las aleaciones con contenido de plata de 0.5 y 2% Ag envejecidas a 200, 250 y 250 °C respectivamente.	72

Lista de tablas

TABLA No.	DESCRIPCIÓN	PÁGINA
2.1	Principales características de las fases precipitadas reforzantes en una aleación Al-Cu-Mg-Ag ^[32] .	19
3.1	Cantidad de elementos aleantes fundidos (g).	35
3.2	Composición nominal de las aleaciones empleadas (% peso).	35
4.1.	Resultados del análisis químico vía húmeda (% peso).	38

CAPÍTULO 1

Introducción

Una de las principales características que debe tener una aleación de aluminio para mejorar su desempeño a relativamente elevadas temperaturas es las fases endurecedoras (precipitados) sean termodinámicamente estables y resistan a su engrosamiento a la temperatura de interés. Esto se obtiene si los precipitados endurecedores son coherentes y coplanares con la matriz, con lo cual se obtiene una estabilidad microestructural^[1].

Las aleaciones Al-Cu-Mg son comúnmente usadas a temperaturas inferiores a los 150 °C, en componentes estructurales de aviones y automóviles^[2]. La adición de pequeñas cantidades de elementos aleantes a las aleaciones Al-Cu-Mg endurecibles por precipitación puede tener un marcado efecto sobre las propiedades mecánicas del material a altas temperaturas. Un elemento aleante que ha recibido particular atención es la plata. El efecto de la adición de plata sobre el sistema Al-Cu-Mg con alta relación Cu:Mg, modifica los procesos y la cinética de precipitación que normalmente toman lugar en esta aleación y aumentan su respuesta al endurecimiento. Es decir, la adición de pequeñas cantidades de plata en aleaciones Al-Cu-Mg incrementa notablemente sus propiedades mecánicas y reducen el efecto del sobreenviejido (degradación del material), aumentando así su tiempo de servicio.^[3]

Actualmente, las aleaciones Al-Cu-Mg-Ag han mostrado tener una excelente estabilidad térmica, por lo que se desarrollan como materiales endurecidos por precipitación para aplicaciones a temperaturas moderadas; además de una alta resistencia, por lo cual se usan ampliamente en la industria aeroespacial. Este mejoramiento es atribuido a la formación de una dispersión fina y uniforme de precipitados en forma de placas hexagonales sobre los planos de la matriz de aluminio $\{111\}_\alpha$, lo cual ocurre concomitantemente con la precipitación de θ' (Al_2Cu). Estos nuevos precipitados se conocen como la fase Ω .^[4]

La fase Ω es una variante de la fase de equilibrio θ (Al_2Cu) y su mecanismo de nucleación ocurre sobre un grupo de átomos (llamados clusters) ricos en magnesio. El papel del magnesio sobre la evolución estructural de esta fase no se ha entendido claramente, pero se cree que es un componente esencial para la formación de dicha fase Ω ^[5]; mientras que, la plata incrementa la densidad numérica de los precipitados de la fase Ω ^[6]. La composición química y estructura de esta fase se han estudiado por diversos investigadores, los cuales concluyen que esta fase Ω tiene la misma composición que la fase de equilibrio θ (Al_2Cu); su estructura cristalina ha sido objeto de controversia, se ha propuesto como hexagonal, ortorrómbica y recientemente se ha sugerido que es tetragonal con los siguientes parámetros: $a=b=0.6066$ nm y $c=0.496$. Sin embargo, aunque se han propuesto varios modelos sobre su estructura, la diferencia entre ellos no es significativa^[7].

La máxima dureza en estas aleaciones está asociada con la coexistencia de Ω con la fase θ' (Al_2Cu), las cuales son fases competentes de soluto, formadas por las diferentes adiciones de elementos aleantes^[8].

Por lo tanto, el presente estudio tiene como objeto estudiar el efecto de las adiciones de plata sobre la precipitación de la fase Ω en el sistema Al-Cu-Mg mediante envejecido isotérmico; asimismo, establecer la relación entre la evolución morfológica, tamaño y distribución de los precipitados con la dureza del material.

Consideraciones Teóricas

2.1 *Aleaciones de aluminio*

El aluminio es un metal que reúne una serie de propiedades excelentes dentro del grupo de los metales no féreos, de ahí su elevado uso en la industria. No obstante, cuando se habla del aluminio se toman en cuenta todas sus aleaciones, satisfaciendo así las actuales demandas que se piden a un material. Las principales propiedades que destacan del aluminio son su ligereza y densidad (2.7g/cm^3), la cual es realmente baja comparada con la del hierro (7.9 g/cm^3), y es de gran interés en la aviación y en la tecnología aeroespacial; algunas aleaciones logran alta resistencia incluso a altas temperaturas.

El aluminio posee muy buena resistencia a la corrosión gracias a una película compacta, dura y translúcida de alúmina que se forma en su superficie que impide el ataque posterior por el oxígeno. Una propiedad cada vez más importante es su reciclabilidad, ya que, como antes se mencionó, el proceso de obtención del aluminio requiere una alta cantidad de energía, esta cantidad puede reducirse considerablemente con el reciclaje (producción secundaria); además, el aluminio no es tóxico; se puede fundir fácilmente; es dúctil incluso a temperatura ambiente y se le puede dar muchas terminaciones superficiales, lo cual le da un atractivo decorativo. La principal limitación del aluminio es la baja temperatura de fusión ($660\text{ }^\circ\text{C}$), que restringe su campo de aplicación.

Como propiedades físicas del aluminio cabe resaltar, su alta conductividad térmica y eléctrica, su alta reflectividad de la luz y el calor. El aluminio cristaliza en la red FCC y no sufre cambios

alotrópicos, lo que le confiere una alta plasticidad, aunque las propiedades mecánicas varían según los elementos aleantes y los tratamientos termomecánicos a los que sea sometido [8].

Las propiedades del aluminio dependen de un conjunto de factores, de estos, el más importante es la existencia de aleantes. Con la excepción del aluminio de alta pureza técnicamente se utilizan sólo materiales de aluminio que contienen otros elementos; la proporción de estos elementos es usualmente menor al 10%; aún en el aluminio de alta pureza, las impurezas determinan, en gran medida sus propiedades mecánicas; incluso con técnicas relativamente sofisticadas es difícil refinar los metales de manera que su pureza exceda del 99.9999%, en estas condiciones un metro cúbico de material contiene del orden de 10^{22} a 10^{23} átomos de impurezas.

La resistencia de las aleaciones se debe a que los átomos de impurezas en solución producen una deformación de la red de las dislocaciones y de los átomos de impurezas, bloqueando el movimiento de las dislocaciones logrando así una resistencia mecánica mayor [9].

Los principales elementos aleantes del aluminio son: cobre, magnesio, zinc y manganeso. En menores cantidades existen, frecuentemente, como impurezas o aditivos: hierro, silicio, cromo y titanio. Para aleaciones especiales se adiciona: níquel, cobalto, plata, litio, vanadio, circonio, estaño, plomo, cadmio y bismuto [10].

2.2 Endurecimiento por precipitación

La resistencia y la dureza de algunas aleaciones metálicas pueden aumentar por la formación de partículas extremadamente pequeñas y uniformemente dispersas de una segunda fase dentro de una fase matriz. Esto se puede obtener mediante un tratamiento térmico denominado *envejecimiento por precipitación* porque las partículas de la nueva fase se denominan “*precipitados*”. Este procedimiento también se denomina “envejecimiento” porque el endurecimiento se desarrolla con el tiempo.

La explicación del procedimiento de este tratamiento térmico se facilita mediante el uso de un diagrama de fases. En la práctica muchas aleaciones endurecibles por precipitación contienen dos o más elementos de aleación, pero la aplicación se simplifica refiriéndola a sistemas binarios. Para que una aleación tenga una respuesta real de endurecimiento por envejecimiento durante en tratamiento térmico, deben satisfacerse cuatro condiciones:

- El diagrama de fases debe mostrar una solubilidad sólida decreciente al reducirse la temperatura.
- La matriz deberá ser relativamente blanda y dúctil, y el precipitado duro y frágil. En la mayoría de las aleaciones endurecibles por envejecimiento, el precipitado es un compuesto intermetálico que cumple con estas características.
- La aleación debe ser templable.
- Deberá formarse un precipitado coherente.^[9]

El endurecimiento por precipitación consta de tres pasos: a) Tratamiento térmico de solubilizado o de disolución, b) temple y c) tratamiento térmico de precipitación o envejecido, ilustrados en la figura 2.1.

- Tratamiento térmico de solubilizado:** Los átomos de soluto se disuelven para formar una solución sólida monofásica. Al considerar una aleación de composición C_0 ; el tratamiento consiste en calentar la aleación a una temperatura T_0 dentro del campo de fase α , y esperar hasta que toda la fase β presente se disuelva completamente. En este punto, la aleación consiste sólo en la fase α de composición C_0 .
- Temple:** La aleación se enfría rápidamente o se temple a la temperatura T_1 de modo que se dificulte la difusión a fin de prevenir la formación de fase β . De esa manera a T_1 existe una situación de no equilibrio, en la cual la fase α aparece como solución sólida sobresaturada con átomos B; en éste estado, la aleación es relativamente blanda y poco resistente. Además en la mayoría de las aleaciones las velocidades de difusión a T_1 son extremadamente lentas, de modo que la monofase α permanece a esta temperatura durante largos periodos de tiempo.

- c) **Tratamiento térmico de precipitación:** Consiste en calentar la solución sólida sobresaturada α a una temperatura intermedia T_2 dentro de la región bifásica, temperatura a la cual la velocidad de difusión es apreciable. La fase precipitada β comienza a formarse como partículas finamente dispersas de composición C_B , proceso que se denomina envejecido. Después de permanecer el tiempo adecuado a la temperatura T_2 la aleación se enfría a temperatura ambiente ^[8].

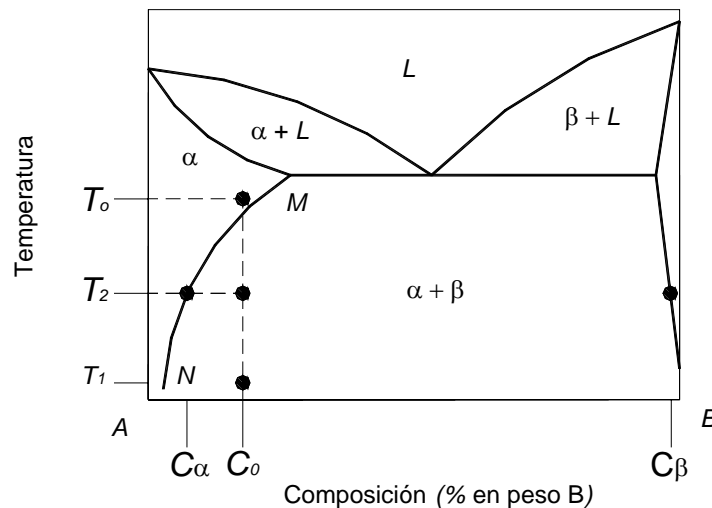


Figura 2.1. Diagrama de fases de una aleación endurecible por precipitación de composición C_0 . ^[8]

En la figura 2.1 se representa la temperatura con respecto al tiempo de envejecido en la secuencia de los tratamientos térmicos, el carácter de las partículas β y, por consiguiente la resistencia y la dureza de la aleación dependen de la temperatura de precipitación T_2 y del tiempo de envejecido a esa temperatura. A altas temperaturas de envejecimiento el proceso de difusión es rápido y los precipitados se forman rápidamente, la resistencia llega a un máximo y sobre-envejece rápidamente. Por el contrario, el envejeciendo a bajas temperaturas requiere de mayor tiempo para producir la resistencia óptima; sin embargo, el uso de una temperatura inferior tiene varias ventajas: Al reducirse la temperatura de envejecimiento, se incrementa la resistencia máxima, la aleación conserva su resistencia máxima durante un periodo mayor y las propiedades son más uniformes.

Algunas aleaciones tratadas por solubilización y templadas envejecen a temperatura ambiente, esto se conoce como *envejecimiento natural* y requiere largos periodos para alcanzar la resistencia máxima; sin embargo, esta resistencia es mayor que las alcanzadas en envejecimientos a elevadas temperaturas y no ocurre sobrevejecimiento. El envejecido a altas temperaturas se le conoce como *envejecimiento artificial* pues para producir la precipitación se calienta la aleación. ^[9,11].

2.3 Mecanismos de endurecimiento en el sistema Al-Cu

Las aleaciones de aluminio de alta resistencia generalmente se endurecen por precipitación. Aunque muchas de estas aleaciones tienen diferentes porciones y combinaciones de elementos, el mecanismo de endurecimiento más estudiado corresponde al sistema aluminio – cobre.

La figura 2.2 presenta la región del diagrama de fases Al-Cu rica en aluminio. La fase α es la solución sólida sustitucional de cobre en aluminio, mientras que el compuesto intermetálico Al_2Cu se designa como fase θ ^[9].

Si una aleación con la composición Al-4%Cu, es calentada a una temperatura de 540 °C, todo el cobre estará en solución como una fase α estable y al enfriar rápidamente, no hay tiempo de que ocurra una transformación, así que la solución sólida es retenida por un tiempo a temperatura ambiente. Sin embargo, la solución sólida está sobresaturada y hay una fuerza motriz para que precipite la fase de equilibrio θ (Al_2Cu). Si la aleación se envejece por un periodo de tiempo a temperatura ambiente o a alguna otra temperatura debajo de 180 °C, el primer precipitado que se forma no es la fase θ sino las zonas GP (Guinier-Prestone). Estas zonas tienen la misma estructura cristalina de la matriz, son cerca de dos capas atómicas de espesor y 10 nm de diámetro con una separación de 10 nm entre discos, son ricas en cobre y coherentes con la matriz.

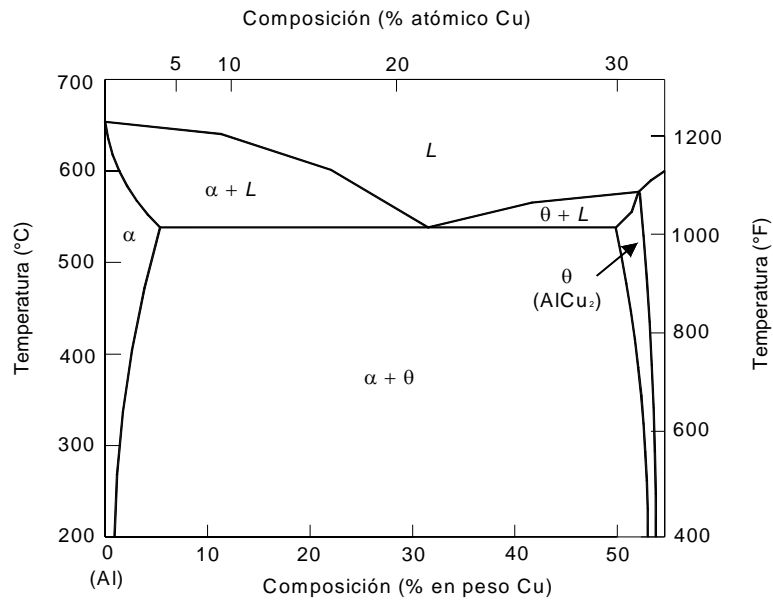


Figura 2.2. Zona rica en aluminio del diagrama de fases aluminio-cobre. ^[12]

Las zonas GP precipitan antes que la fase de equilibrio debido a que las zonas GP son totalmente coherentes con la matriz y por lo tanto tienen baja energía interfacial, mientras que la fase θ tiene una estructura cristalina tetragonal compleja, la cual solo forma intercaras coherentes de baja energía. Adicionalmente, las zonas GP minimizan su energía de deformación al tener forma de discos perpendiculares a las direcciones elásticamente suaves $\langle 100 \rangle$ en la matriz. Por lo tanto, a pesar de que la fuerza motriz para la precipitación de las zonas GP es menor que para la fase de equilibrio, la energía de activación para la nucleación es menor y las zonas nucleán más rápido. En la figura 2.3, se representan esquemáticamente las zonas GP ^[13], mientras que las figuras 2.4 y 2.5 muestran las zonas GPI y GPII, respectivamente.

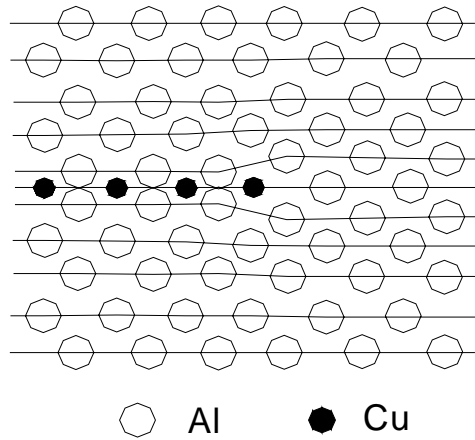
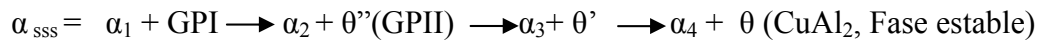


Figura 2.3. Sección a través de las zonas GP paralela al plano (200).^[13]

Cuando el contenido de cobre es alto y la temperatura de envejecido es baja, la formación de las zonas GP es seguida por la precipitación de las fases de transición y la secuencia de precipitación es la siguiente:



donde α_{SSS} es la solución sólida sobresaturada original, α_1 es la composición de la matriz en equilibrio con las zonas GP, α_2 es la composición de la matriz en equilibrio con θ'' , etc.^[14].

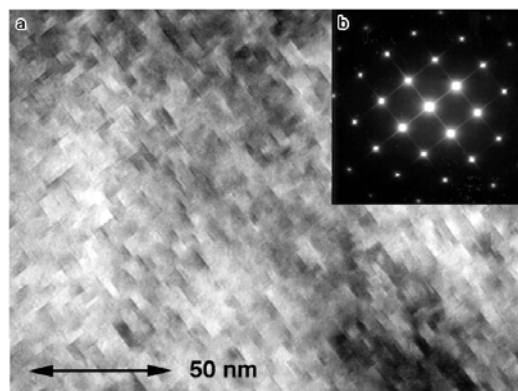


Figura 2.4. Micrografía del campo claro de una aleación Al-3.3%Cu envejecida a temperatura ambiente por 100 días mostrando las zonas GPI menores a 10 nm de longitud, paralelas a los planos {100} de la matriz de aluminio. b) Patrón de difracción de área selecta mostrando Streaks de difracción en {200}.^[3]

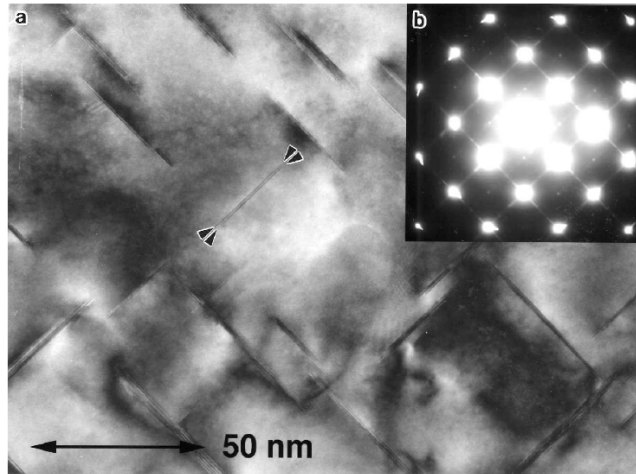


Figura 2.5. Micrografía del Campo claro de una aleación Al-4.3%Cu envejecida a 180 °C por 48 h, mostrando las zonas GPII cercanas a 50 nm de longitud, paralelas a los planos $\{100\}$ de la matriz de aluminio. b) Patrón de difracción de área selecta de la misma área, mostrando los streaks a través de los planos SAD $\{200\}_{Al}$, los cuales son debidos a las zonas GPII.^[3]

Los precipitados de la fase θ'' son metaestables y coherentes con la matriz, tienen una estructura tetragonal, son más grandes que las zonas GP con 10 nm de espesor y 100 nm de diámetro, la fase θ' es un precipitado metaestable, semicoherente con la matriz y mide 100 nm de diámetro, tiene una estructura hexagonal con una composición aproximada a $CuAl_2$, y la fase de equilibrio θ tiene una combinación aproximada de $CuAl_2$ y una estructura compleja tetragonal centrada en el cuerpo, no hay planos que tengan un buen acomodo con la matriz, es decir, es incoherente con la matriz.

Las fases de transición, ilustradas en la figura 2.6, se forman debido a que al igual que las zonas GP, éstas requieren una energía de activación menor para la nucleación que la fase de equilibrio. Esto se puede alcanzar debido a que la estructura cristalina de las fases de transición es intermedia entre la de la matriz y la fase de equilibrio; de esta forma las fases de transición alcanzan una mayor grado de coherencia disminuyendo la energía interfacial y al mismo tiempo la energía de activación.

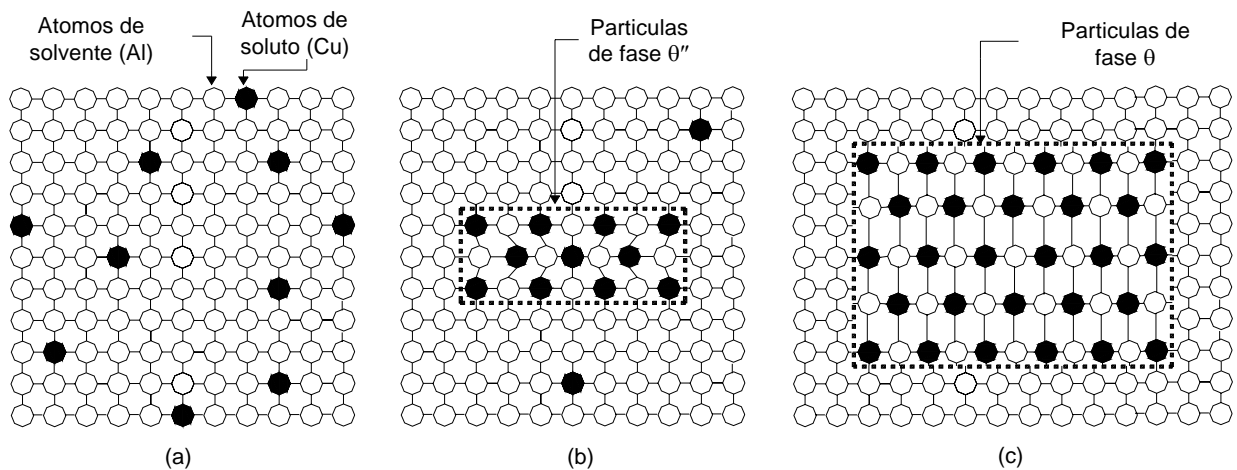


Figura 2.6. Representación esquemática de las etapas de la formación de precipitados de fase θ de equilibrio. (a) Solución sólida α sobresaturada. (b) fase precipitada de transición (θ''). (c) Fase de equilibrio (θ).^[8]

La secuencia completa de las zonas GP y las fases de transición es posible cuando la aleación se envejece por debajo de la línea de solvus de GP; es decir, si la aleación se envejece a una temperatura por arriba de la línea de solvus de θ'' pero debajo de θ' (Figura 2.7), el primer precipitado será θ' y nuclea sobre dislocaciones.

La figura 2.8 muestra los aumentos de resistencia y dureza como consecuencia de las zonas GP y las fases de transición; en esta figura destaca que la máxima resistencia coincide con la combinación de θ'' y θ' , las cuales generan distorsión de la estructura de la matriz; estas distorsiones dificultan el movimiento de las dislocaciones y por consiguiente la aleación se endurece aumentando la resistencia. El sobreenviejimiento (disminución de dureza y resistencia) resultante por la aparición de la fase θ se explica por la disminución de resistencia al deslizamiento que ofrecen estas partículas precipitadas^[8].

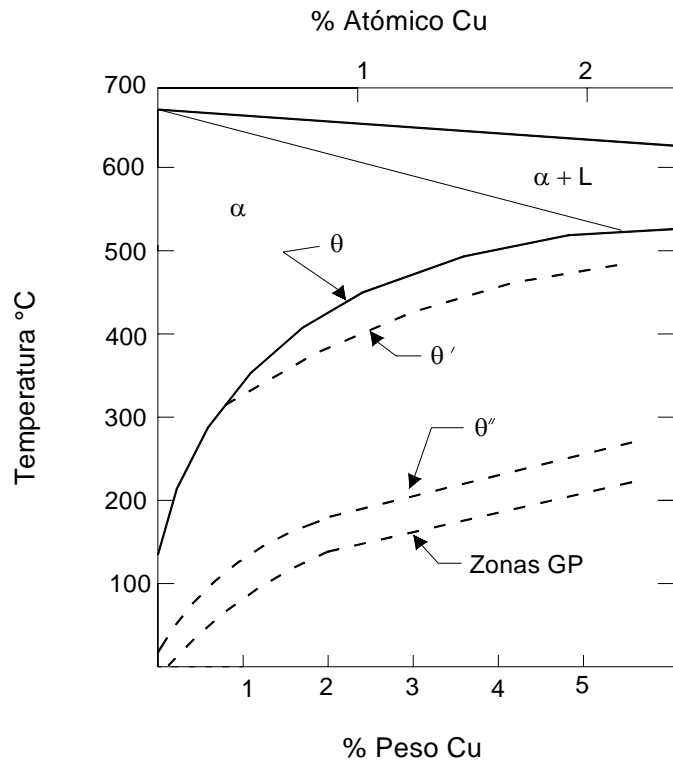


Figura 2.7. Diagrama de fases Al-Cu mostrando las líneas de solvus metaestable para las zonas GP, θ'' , y θ' .

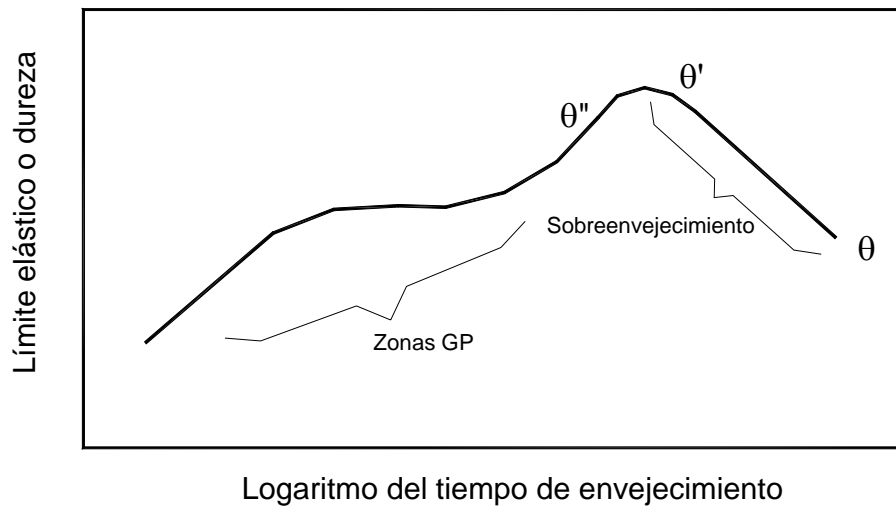


Figura 2.8. Diagrama esquemático de resistencia a la tracción y de la dureza como función del logaritmo del tiempo de envejecimiento a temperatura constante durante el tratamiento térmico de precipitación. ^[8]

Un tratamiento de envejecido a altas temperaturas aumenta la distancia entre los precipitados (la dispersión de precipitados es más gruesa y la fracción volumétrica de θ'' es pequeña), haciendo que las dislocaciones pasen más fácilmente disminuyendo la dureza de la aleación. Las máximas durezas se logran con envejecidos a bajas temperaturas, sin embargo, estos tratamientos pueden tomar tiempos largos que no son económicamente costeables ^[13].

Las aleaciones de aluminio se pueden someter a endurecimientos por deformación y por precipitación, a fin de conseguir una óptima combinación de propiedades mecánicas. Normalmente, estas aleaciones se someten primero a un tratamiento térmico consistente en disolución (o solubilizado) y luego temple, en segundo lugar, se trabaja en frío y, finalmente, se endurece por precipitación ^[9].

2.4 Mecanismos de endurecimiento en el sistema Al-Cu-Mg

La influencia de las adiciones de Ag y Si sobre el comportamiento de una aleación Al-Cu-Mg envejecida a elevadas temperaturas (~150-250 °C) se categoriza en base a la localización de la composición en el diagrama de fases de la figura 2.9.

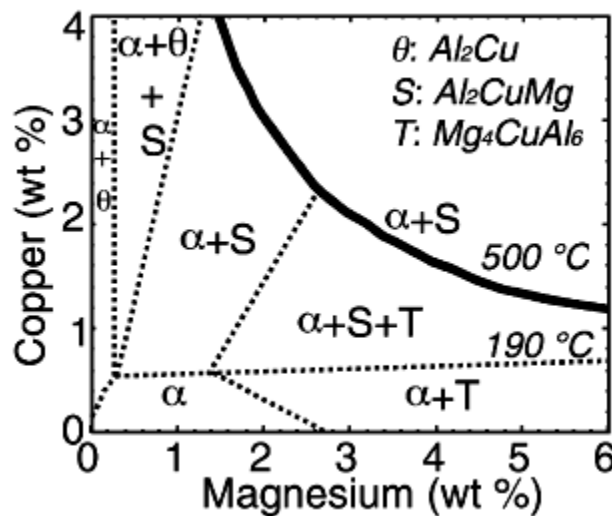


Figura 2.9. Región rica en aluminio del diagrama de fases Al-Cu-Mg indicando las fases presentes en función de la composición.

2.4.1 Diagrama Ternario Al-Cu-Mg

Aleación con composición dentro del campo de fase ($\alpha+\theta+S$)

- **Adiciones de Ag**

La microestructura del pico de envejecido de una aleación ternaria Al-Cu-Mg está dominada por una dispersión de los precipitados en forma de placas octogonales θ' (Al_2Cu) sobre los planos de la matriz de aluminio $\{100\}_\alpha$ y contiene como un constituyente menor algunas placas hexagonales de Ω (Al_2Cu) sobre los planos $\{111\}_\alpha$. Las pequeñas adiciones de plata promueven la formación de Ω a expensas de θ' con incremento simultáneo tanto en el esfuerzo como en la resistencia a la termofluencia^[15].

- **Adiciones de Si**

Las adiciones de Si a las aleaciones Al-Cu-Mg-Ag que caen dentro del campo de fase ($\alpha+\theta+S$) suprime la formación de una pequeña cantidad de Ω ; al calentar continuamente a elevadas temperaturas, se observa una muy fina dispersión de precipitados θ' y su distribución es acelerada por los precipitados en forma de barras cilíndricas que se encuentran en contacto con el borde de las placas de θ' .

Concerniente al efecto de las adiciones combinadas de Ag y Si a esta clase de aleaciones, tanto Abis como Gao^[16] han reportado que pequeñas adiciones de Si (0.1%) al sistema Al-Cu-Mg-Ag suprime la formación de la fase Ω , la cual de otro modo sería la fase dominante. De esas observaciones, se puede deducir que la interacción Mg-Si de la red de Al FCC, probablemente domine sobre la interacción Mg-Ag en la cual se facilita la precipitación de Ω .

Aleación con composición dentro del campo de fase (α +S)

- **Adiciones de Ag**

Algunas adiciones de Ag a las aleaciones con composiciones dentro del campo (α +S) de la aleación ternaria Al-Cu-Mg, resultan en la nucleación de un precipitado en forma de placas sobre los planos $\{111\}_\alpha$, designado como X'. El precipitado X' ($\text{Al}_2\text{CuMg}(\text{Ag})$) posee una estructura hexagonal. Una interacción preferente entre Ag y Mg es la responsable de la formación de la fase X' en esas aleaciones. La composición química de esta fase se basa en Al_2CuMg con algunas porciones de Ag en el precipitado^[16].

- **Adiciones de Si**

Las adiciones de Si a las aleaciones Al-Cu-Mg con radios bajos de Cu-Mg proporciona resistencia a la termofluencia. Se ha demostrado que la respuesta al envejecido a temperatura ambiente se retarda y la repuesta a elevadas temperaturas aumenta por la adición de Si^[17]. El efecto posterior fue atribuido a la fina dispersión de la fase S, la cual precipita en forma de listones alargados a lo largo de $\langle 100 \rangle_\alpha$. Recientemente se ha mostrado que el papel de la fase S es secundario a la fina dispersión de las zonas GPB, las cuales dominan la microestructura del pico de dureza. Esas zonas incorporan el Si en su estructura y muestran un aumento en la estabilidad térmica. Además, la fase cúbica σ ($\text{Al}_5\text{Cu}_6\text{Mg}_2$) esta presente en aleaciones con contenido $\text{Si} > 0.25$ ^[16,18].

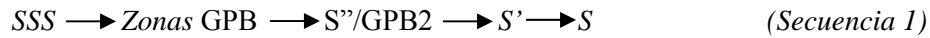
Aleación con composición dentro del campo de fase (α +S+T)

- **Adiciones de Ag**

Las adiciones de Ag a las aleaciones con composiciones dentro del campo de fase (α +S+T), origina la formación de la fase cúbica Z que tiene una composición similar a la fase X'. La fase Z tiene dos variantes de orientación, es decir, se forma sobre los planos $\{110\}_\alpha$ y $\{111\}_\alpha$, domina después de largos tiempos de envejecimiento^[19]. El efecto de las adiciones de Si a esta clase de aleaciones Al-Cu-Mg no ha sido determinado^[20].

2.4.2 Precipitación en el sistema Al-Cu-Mg

A inicios de los años 1950s, Bagaryatsky^[21] propuso que la secuencia de precipitación para una aleación envejecida Al-Cu-Mg se lleva a cabo en cuatro etapas:



donde SSS es una solución sólida sobresaturada y GPB son las zonas Guinier-Preston-Bagaryatsky.

Bagaryatsky consideró las zonas GPB como un ordenamiento de corto alcance de átomos de soluto de cobre y magnesio. La estructura de S'/GPB2 no ha sido confirmada, pero se ha propuesto como una estructura ortorrómbica, cúbica, tetragonal y monoclinica. La fase S' se ha considerado como semi-coherente con la matriz, posee la misma estructura que la fase S pero con parámetros reticulares levemente diferentes de $a_S=0.404$ nm, $b_S=0.928$, $c_S=0.718$ nm. Como la fase S' esencialmente tiene la misma estructura cristalina que la fase S con pequeñas diferencias en el parámetro reticular, muchas de las publicaciones recientes no hacen distinción entre la fase S' y la fase S.

La fase S (Al₂CuMg) es una fase de equilibrio ternaria incoherente con la matriz de aluminio, que puede formarse durante un tratamiento de endurecimiento por precipitación en las aleaciones Al-Cu-Mg. Su estructura cristalina es ortorrómbica con parámetros reticulares $a=0.400$ nm, $b=0.925$ nm, $c=0.714$ nm y grupo espacial Cmcm se han determinado por Perlitz y Westgren^[21]. Bagaryattsky^[22] mostró que la relación de orientación con la matriz de Al puede describirse como: $[100]_S//[100]_{Al}$ y $[010]_S//[021]_{Al}$. Los estudios realizados sobre las aleaciones Al-2.5Cu-1.2Mg o Al-1.1Cu-1.7Mg (% at.)^[23] revelaron que la fase S prefiere nuclear sobre defectos y que las dislocaciones de tornillo son los sitios en los cuales se favorece la nucleación. Sin embargo, se ha reportado que la fase S puede formarse homogéneamente en la matriz, como lo muestran los estudios realizados por Grupta^[24] sobre un aleación Al-0.79Mg-1.53Cu (% peso). De hecho, tal dispersión homogénea también fue observada en una aleación con adición de microaleantes de Ag y Si^[25, 26]. Morfológicamente, la fase S crece en forma de listones con un plano hábito (001)_S. La formación de la fase S se ha observado incluso en los

primeros estados de envejecido, punto en el cual, esta fase es parcialmente coherente con la matriz y requiere una leve distorsión en los parámetros reticulares. Este leve cambio en los parámetros reticulares, a menudo ha conducido a nombrar esta fase como fase S' ^[27].

Desde mediados de los años 1990's, diversas técnicas como 3DAP (3-Dimension Atom Probe - Microsonda en tres dimensiones) han mostrado que los primeros estados de endurecimiento se deben a la formación de grupos de átomos (clusters). Ringer^[28,29] propuso la siguiente secuencia de precipitación para aleaciones envejecidas Al-Cu-Mg:



donde los clusters Cu-Mg son los responsables del endurecimiento inicial, las zonas GPB es el precipitado dominante en el pico de envejecido (máxima dureza) y la fase S aparece en el estado de ablandamiento (sobreenvejecido).

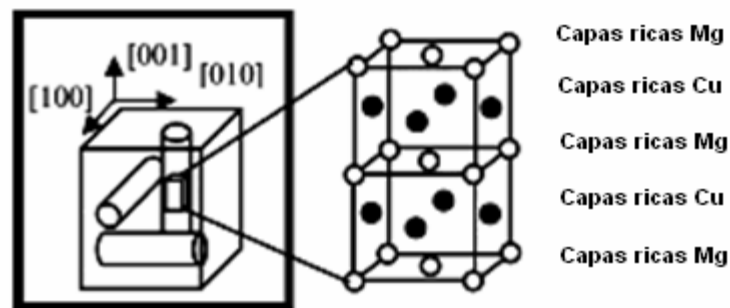


Figura 2.10. Representación esquemática de la morfología de las zonas GPB y su estructura cristalina.^[30]

Por medio de una combinación de MET (Microscopia Electrónica de Transmisión) y DSC (Calorimetría de barrido diferencial), Wang^[42] confirmó la existencia de la fase S' , proponiendo la secuencia de precipitación de tres estados:



donde la fase S es la responsable del pico de envejecido, $S''/GPB2$ proporciona una contribución limitada de resistencia a las aleaciones con contenido sustancial de Cu.

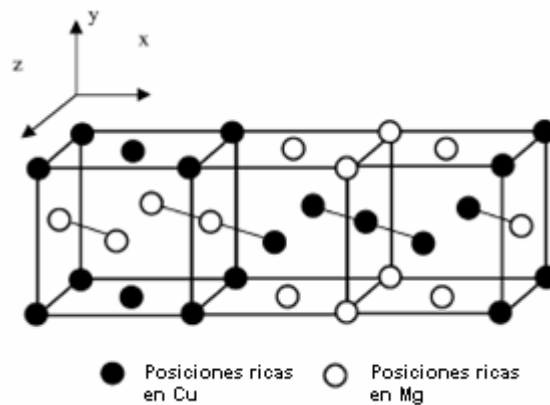


Figura 2.11. Representación esquemática de la morfología de las zonas GPB2 y su estructura cristalina.^[30]

2.5 Aleaciones cuaternarias Al-Cu-Mg-Ag

En la precipitación o endurecimiento por envejecido, las propiedades de la aleación dependen directamente de los precipitados formados en todo el grano; aproximadamente 10^{16} de esos precipitados pueden estar presentes en cada cm^3 de una aleación Al-Cu-Mg-Ag.

La alta ductilidad y la dureza que son características de la mayoría de las aleaciones de aluminio, dependen del hecho de que su deformación está controlada por la presencia de las dislocaciones. Para aumentar su resistencia es necesario que el movimiento de la dislocación sea restringido y los precipitados producidos durante envejecimiento son una manera eficaz de alcanzar esta meta. Varias aleaciones de aluminio responden bien al endurecimiento por

precipitación, las investigaciones actuales dirigen sus estudios a los mecanismos atómicos que controlan la formación de precipitados de modo que, por su tamaño, forma y estructura sean eficaces en el movimiento de restricción de las dislocaciones a temperatura ambiente y a elevadas temperaturas ^[9].

En el uso de las aleaciones de aluminio a elevadas temperaturas, las fases reforzantes (Tabla 2.1) deben ser termodinámicamente estables y resistentes al engrosamiento. Esto se puede lograr si el precipitado es coherente y coplanar con la matriz; lo cual implica que la interface matriz-precipitado sea de baja energía con poca tendencia a engrosar o a coalescer. Dependiendo de su desacomodo elástico y su energía interfacial, los precipitados pueden tomar diferentes formas; por ejemplo, de baja energía interfacial (coherencia) a alta energía interfacial (incoherencia), la forma de los precipitados adaptaran forma de esferas, cubos, discos o agujas (Figura 2.12). La forma obtenida está asociada con una minimización de la energía total de la formación de la partícula ^[1].

Tabla 2.1 Principales características de las fases precipitadas reforzantes en una aleación Al-Cu-Mg-Ag. ^[31]

Precipitado	Importancia	Composición	Estructura Cristalina	Plano Hábito	Forma
Ω	Dominante	Al_2Cu	Tetragonal	$\{111\}_\alpha$	Placas
θ'	Moderada	Al_2Cu	Tetragonal	$\{001\}_\alpha$	Placas
σ	Menor	$\text{Al}_5\text{Cu}_6\text{Mg}_2$	Cubica	$\{001\}_\alpha$	Cubos
S	Insignificante	Al_2CuMg	Ortorómbica	$\{210\}_\alpha$	Barras/Listones

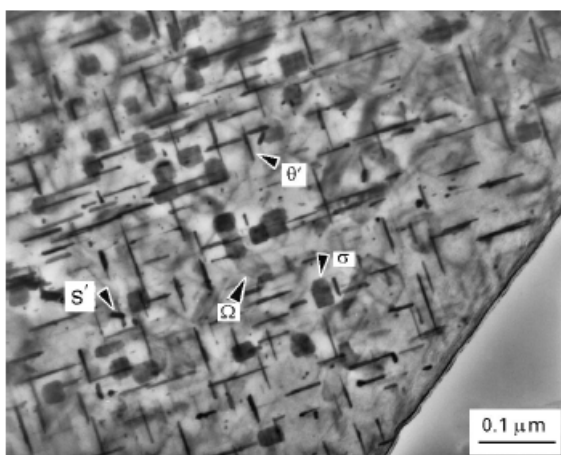


Figura 2.12. Micrografía de las fases reforzantes observadas en una aleación Al-Cu-Mg-Ag^[31].

Las aleaciones basadas en el sistema Al-Cu-Mg-Ag muestran un aumento importante en las propiedades mecánicas y resistencia a la termofluencia. Estas propiedades son atribuidas a la formación del precipitado coherente conocido como fase Ω (Omega), la cual precipita en los planos $\{111\}$ de la matriz de aluminio, ya que esta fase es más estable que la fase de equilibrio θ , las propiedades mecánicas a altas temperaturas mejoran notablemente en las aleaciones cuaternarios Al-Cu-Mg modificadas con Ag. La fase Ω fue observada por primera vez en una aleación envejecida Al-4Cu-0.5Mg en 1990, el papel del Mg en la evolución microestructural no ha sido entendido, pero se cree que es un componente crítico para la nucleación de Ω ; mientras que la plata es la responsable de aumentar la proporción de esta fase^[12].

La fase Ω ha sido objeto de considerable estudio, incluyendo su composición química, su estructura cristalina y su mecanismo de precipitación. Actualmente se cree que es químicamente similar a la fase de equilibrio θ (Al_2Cu). N. Sano^[32,33] señala que la fase Ω tiene la misma concentración de cobre que θ , con la diferencia en la segregación de los átomos de plata y magnesio en la interface Ω /matriz; lo cual significa que Ω y θ son químicamente equivalentes. La estructura de la fase Ω ha sido estudiada por Knowles, Stobbs, Muddle, Polmear y otros propusieron inicialmente que era una fase θ - Al_2Cu con una celda unitaria monoclinica; después se describió como hexagonal y subsecuentemente como ortorrómbica centrada en las caras ($a=0.496$ nm, $b=0.895$ nm, $c=0.848$ nm). Recientemente, basado en un estudio

de difracción de electrones de haz convergente, se sugirió que la estructura de Ω es tetragonal. De la misma forma, Garg y Howe^[34,35] concluyeron que la estructura de esta fase es tetragonal y que es una forma modificada de la fase de equilibrio θ . Chang y Howe^[7] han redesignado esta fase como θ ($a=b=0.606$ nm, $c=0.487$ nm) en base a que tiene la misma composición que la fase de equilibrio, sugiriendo que tiene una estructura tetragonal. Actualmente las diferencias en el parámetro reticular entre los modelos estructurales de θ y Ω son extremadamente pequeños y un envejecido prolongado a temperaturas sobre 250 °C resulta en un remplazamiento eventual de los precipitados Ω en $\{111\}_\alpha$ por la fase de equilibrio θ en una variedad de orientaciones y morfologías.

2.6 Engrosamiento de precipitados

2.6.1 Proceso de nucleación y crecimiento de la fase Ω

El mecanismo por el cual precipita la fase Ω aun no se conoce exactamente por lo cual ha sido objeto de controversia. Abis^[33,36] propuso la existencia de una fase precursora de la fase Ω , designada como Ω' , la cual actúa como sitio de nucleación heterogénea para Ω ; sin embargo, la presencia de esa fase precursora actualmente no se ha confirmado. Garg y Howe^[6] han reportado la presencia de una fase tetragonal designada como θ_m en una aleación Al-Cu-Mg-Ag envejecida a elevadas temperaturas (250-300 °C); sin embargo, esas observaciones fueron hechas durante un envejecido in situ en un microscopio electrónico de transmisión sobre muestras delgadas y el comportamiento puede no ser característico en muestras gruesas, permaneciendo sin resolver la importancia de la fase θ_m .

K. Hono y colaboradores^[36] proponen que los átomos de plata y magnesio forman co-clusters (grupos de átomos) en las primeras etapas del envejecido, planteando que la presencia de estos co-clusters proporcionan los sitios de nucleación heterogénea para la formación de la fase Ω . Sin embargo, no ha sido directamente observado. Observaciones realizadas recientemente,

utilizando la técnica de Microscopía Electrónica de Transmisión, han demostrado un nuevo tipo de zonas GP sobre los planos $\{111\}$, proponiendo que estas zonas desarrollan a los precipitados de Ω en una etapa subsecuente.

Para entender el efecto de las adiciones de la plata y el magnesio en el sistema Al-Cu, Murayama y Hono^[32] han empleado la técnica 3DAP. Esta técnica es capaz de determinar la posición de átomos individuales usando un detector sensitivo de posición con resolución atómica, pudiéndose observar la morfología de los grupos atómicos (clusters) incrustados en una solución sólida. Los autores emplearon la técnica para investigar la morfología de los clusters en las primeras etapas de envejecido de una aleación Al-1.9Cu-0.3Mg-0.2Ag. Los resultados de esta investigación revelaron que los co-cluster de Mg-Ag están presentes después de 5 s de envejecido a 180 °C; los átomos de Cu no están incorporados en los cluster de Mg-Ag en el estado inicial y su morfología no está bien definida. (Figura 2.13). Después del envejecido durante 120 s a la misma temperatura (Figura 2.14), los cluster muestran características distintas en $(111)_{Al}$; los átomos de Cu se agregan a estos clusters y la concentración rica en Cu es de aproximadamente 30%at, la cual es consistente con la fase Ω . Esto se aplica en los primeros estados de precipitación de Ω e indica que los clusters de Mg-Ag trabajan como sitios de nucleación heterogénea para Ω . Como tal, Mg y Ag actúan como sitios de nucleación para Ω , obteniéndose una dispersión uniforme de Ω en la microestructura final.

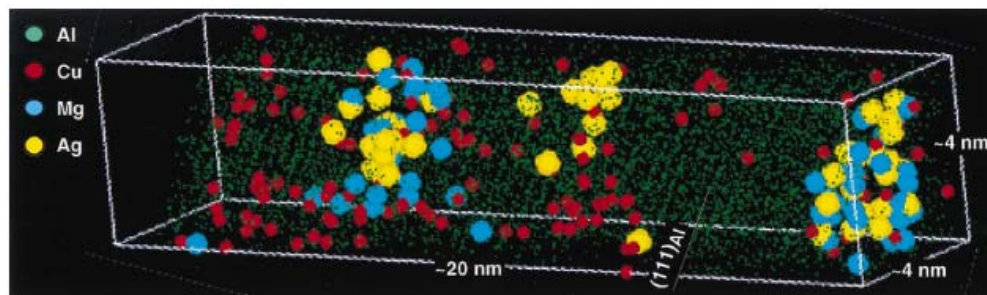


Figura 2.13. Mapeo elemental tridimensional de una aleación Al-1.9Cu-0.3Mg-0.2Ag envejecida a 180 °C por 5 s. La posición de los átomos de soluto se muestra con esferas: Ag (amarillo), Mg (azul), Cu (rojo) y la posición de los átomos de Al se muestra con puntos verdes.

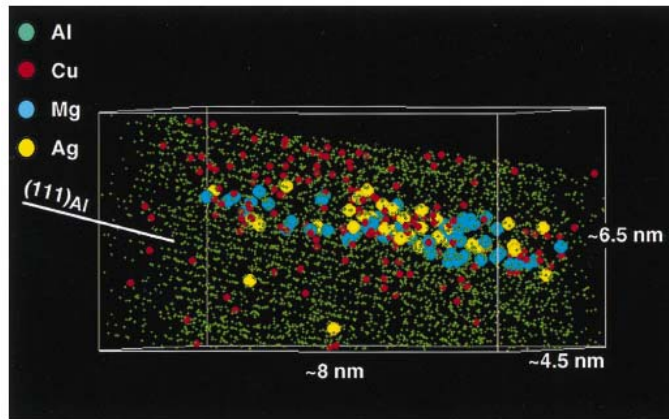


Figura 2.14. Mapeo elemental tridimensional de una aleación Al-1.9Cu-0.3Mg-0.2Ag envejecida a 180 °C por 120 s.

Polmear^[34] plantea que la formación de los precipitados está influenciada por la adición de pequeñas cantidades de plata y magnesio, los cuales provocan un aumento en las propiedades mecánicas de la aleación Al-Cu. En estas aleaciones se ha encontrado que la adición de plata promueve la formación de la fase Ω . La adición de magnesio aumenta la resistencia y dureza de las aleaciones y permite la formación de otros componentes intermetálicos, tales como A_2CuMg (S), Al_6CuMg_4 (T), $AlCuMg$ y $Al_5Cu_6Mg_2$ (σ)^[5]. De acuerdo a lo anterior, la fase Ω muestra una estabilidad relativamente alta, ya que los átomos de plata y magnesio segregan a lo largo de los precipitados promoviendo la coherencia con la matriz de aluminio y el aumento de la resistencia mecánica.

El contenido de cobre también juega un papel importante sobre la precipitación de las fases formadas en la aleación Al-Cu-Mg-Ag. La respuesta al envejecido y la resistencia a la tracción aumentan al incrementar el contenido de cobre; de igual forma, el número y la estabilidad de la fase Ω incrementa y su tamaño disminuye. Cuando el contenido de cobre está por encima de su solubilidad en el aluminio, la fase θ también contribuye en el efecto reforzante^[37,38].

2.6.2 Cinética de engrosamiento la fase Ω

En la mayoría de los sistemas sólido-sólido, los precipitados tienen relaciones de orientación cristalográficas específicas con su fase madre. Esas relaciones de orientación a menudo resultan en la formación de interfaces completa o parcialmente coherentes de baja energía. El movimiento de dichas interfaces se lleva a cabo a través de la migración lateral de terrazas o escalones llamados “*ledges*” (capas o anaqueles) (Figura 2.15). La cinética de crecimiento en la interface depende de la cinética de nucleación, altura de los ledges, de la difusión del soluto hacia la interface y de la difusión y campo de esfuerzo elástico cerca del ledge. Por lo tanto, el crecimiento normal hacia la interface coherente o semicoherente puede ser más lento que el crecimiento normal hacia un límite desordenado^[39].

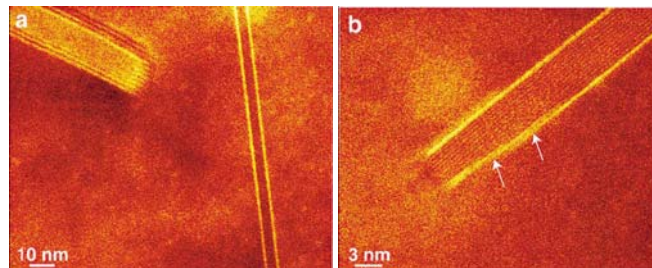


Figura 2.15. Imagen de baja magnificación de un microscopio de contraste Z de resolución atómica de una aleación Al-Cu-Mg-Ag, envejecida a 200 °C por 100 h. a) placa θ' (izquierda) y placa Ω (derecha) incrustadas en la matriz Al, b) extremo de una placa Ω .

La diferencia en la cinética de migración entre límites de interfase coherente y límites desordenados, puede conducir a condiciones de crecimiento que favorecen el desarrollo de precipitados en forma de placas. Es decir, los precipitados en forma de placas se pueden formar por dos razones: Por velocidades de nucleación del ledge bajas, las cuales causan una falta de ledges sobre las caras anchas de los precipitados y resulta en una baja velocidad de engrosamiento. Actualmente, es generalmente aceptado que los precipitados en forma de placas engrosan por medio de un mecanismo de ledges. Se han reportado diversos estudios sobre cinética de engrosamiento de precipitados planos en aleaciones Al-Cu y Al-Ag. En cada caso la cinética de engrosamiento fue más lenta que aquella por difusión de soluto, indicando

un mecanismo controlado por la interface. De esto se concluyó que mientras la velocidad de migración de ledges individuales es una migración controlada por difusión, la cinética de engrosamiento está restringida por un suplemento limitado de ledges.^[39]

2.6.3 Nucleación de ledges y Estado de deformación

La importancia de la deformación elástica en el desarrollo de la morfología de precipitados en forma de placas ha sido ampliamente estudiado por Stobbs y Purdy^[40]. Esos autores han reportado que las placas de la fase θ' se forman únicamente con cierto espesor discreto, el cual consiste de múltiples medias celdas unitarias de θ' . Cada engrosamiento está asociado con una deformación particular en la red normal al plano hábito de la placa, ya sea por vacancia o intersticial (Figura 2.16).

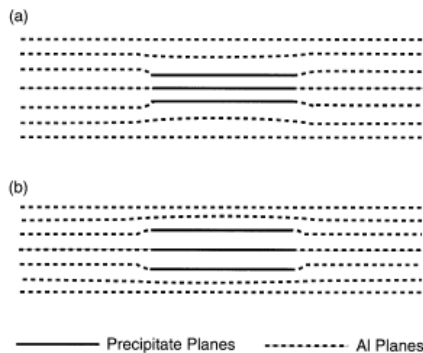


Figura 2.16. Ilustración esquemática de un campo de deformación normal a las caras anchas de un precipitado en forma de placa. a) Vacancia y b) Intersticial.

Los análisis de Dahmen y Westmacott's^[28] sobre esos resultados, mostraron que los engrosamientos observados se caracterizan por una minimización tanto de la deformación de la forma como del volumen. La desorientación normal de Ω en la matriz, es de 9.3 %, la cual se considera muy grande; en base a esta gran desorientación, Fonda^[39, 41] postuló que la fuente de estabilidad térmica de Ω puede estar relacionada entre la nucleación de los ledges y la propagación y el campo de deformación elástica. Este autor investigó el arreglo de la

desorientación en los alrededores de las placas de Ω y encontró que estas placas consistentemente exhibían un campo de esfuerzos tipo vacancia normal al plano hábito, independiente al engrosamiento de las placas. Observó dos tipos de ledges de engrosamiento. Ledges de $\frac{1}{2}\Omega$ de celda unitaria, y ledges conteniendo en su desorientación dislocaciones del tipo $b=1/3\langle 111 \rangle_{\alpha}$. De igual manera se observaron dislocaciones similares en los extremos de las placas con un espaciamiento promedio de $2\frac{1}{2}$ a 3Ω celdas unitarias, las cuales producen una disminución en la deformación normal a la placa.

2.6.4 Migración de ledges y redistribución de soluto

El trabajo de Reich^[33] por 3D-APFIM dio una clara evidencia de que la velocidad de engrosamiento en aleaciones base Al es controlada por la nucleación de los ledges; mediante este estudio capturó el engrosamiento de los ledges en una placa de Ω en una aleación Al-1.9Cu-0.3Mg-0.2Ag (% at) envejecida durante 10 h a 180 °C. Sus observaciones mostraron la presencia de capas monoatómicas de Ag y Mg en la interface matriz/placa $\Omega(001)_{\Omega}|| (111)_{\alpha}$, sin embargo, no detectó Ag y Mg en las placas ni en la parte ascendente de los ledges. La asociación de Ag y Mg ha sido bien documentada; Reich^[42] observó que el movimiento de ledge de engrosamiento debe involucrar el flujo simultáneo de Cu de la matriz a la parte superior del ledge y la redistribución de Ag y Mg de las placas de Ω hacia las terrazas de la migración de los ledge de engrosamiento. La figura 2.17 es una representación esquemática de este proceso.

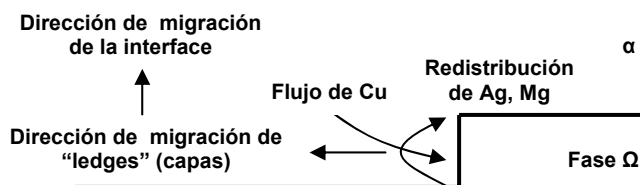


Figura 2.17. Ilustración esquemática de la redistribución necesaria de Ag y Mg y el flujo de Cu acompañado de la migración de un ledge de engrosamiento sobre una placa.^[42]

Estudios realizados por APFIM sobre los primeros estados de descomposición de una aleación sobresaturada Al-Cu-Mg reveló la presencia de grupos de átomos de Cu y Mg en la red FCC; estos estudios muestran una interacción preferencial entre esos elementos, no obstante, la Ag y el Mg también muestran una fuerte tendencia a agruparse, pero no se han reportado interacciones entre la Ag y el Cu. Bajo esas circunstancias se ha confirmado el papel de la migración de los ledges en lugar de la nucleación de los ledges en la resistencia al engrosamiento de las placas de Ω a temperaturas superiores a 200 °C. Éste es un régimen de temperatura donde las placas exhiben excelente resistencia al engrosamiento (Figura 2.18).

2.7 Teorías de Engrosamiento de Precipitados

La resistencia de las aleaciones endurecibles por precipitación se relaciona directamente con el tamaño de partícula de los precipitados coherentes que se forman. Por lo tanto, después de la formación inicial de los precipitados coherentes es muy deseable poder inhibir el crecimiento posterior; lo anterior es extremadamente importante en aleaciones que se usan a altas temperaturas.

El problema del engrosamiento de precipitados lo trató por primera vez W. Ostwald en 1900 y a menudo se le conoce como maduración de Ostwald. La teoría moderna del engrosamiento de precipitados fue desarrollada por Lifshitz, Slyozov y Wagner^[43].

La fuerza motriz para el crecimiento es la reducción de la energía interfacial del sistema. Esto se puede describir cualitativamente mediante la dependencia de la curvatura $2/r$ del potencial químico μ , de acuerdo a la siguiente expresión^[44]:

$$\Delta\mu = V_m \sigma 2/r \quad 1)$$

donde $\Delta\mu$ es el gradiente de potencial químico, V_m el volumen molar, σ la energía interfacial y $2/r$ la curvatura de una superficie esférica. De la ecuación 1) se observa que las partículas

grandes tienen un menor radio de curvatura que las partículas pequeñas, por lo tanto, para que la energía del sistema disminuya, las partículas pequeñas deben desaparecer y las grandes crecer originando así un aumento en el tamaño promedio de partícula (figura 2.19).

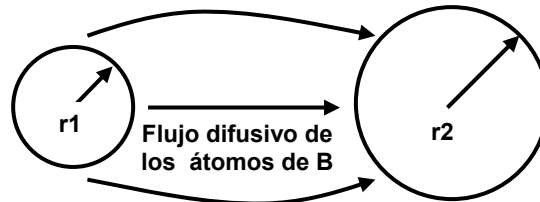


Figura 2.19. Esquema representativo de dos precipitados de radio r_1 y r_2 en una matriz α mostrando el flujo difusivo de 1 a 2. ^[45]

2.7.2 Crecimiento controlado por difusión

El crecimiento competitivo entre partículas ocurre cuando las partículas con varios tamaños están dispersas en una matriz. El crecimiento se origina desde un gradiente de concentración alrededor de las partículas, provocado por la demanda termodinámica, es decir, por la ecuación de Gibbs-Thomson (G-T), ecuación (2): la concentración superficial de las partículas en equilibrio, para el caso de las partículas grandes es menor que en las partículas pequeñas. Los átomos de soluto fluyen a través del gradiente de concentración desde la superficie de las partículas pequeñas (r_1) a la matriz y de la matriz a la superficie de las partículas grandes (r_2) (figura 2.19). Durante este proceso, el radio promedio de las partículas se incrementa.

Cualquier sistema con partículas dispersas distribuidas aleatoriamente y que posea una cierta solubilidad serán termodinámicamente inestables debido a su mayor área interfacial. La disminución de la energía cercana al equilibrio es acompañada por el engrosamiento de la partícula cuya solubilidad depende de su radio y es descrita por la relación de la ecuación (G-T) ^[45].

$$C_r = C_e \left(1 + \frac{v}{r}\right) = C_e + \frac{(2\sigma V_m C_e)}{(RT)} \cdot \frac{1}{r} \quad (2)$$

donde σ es la tensión interfacial, V_m es el volumen molar, R es la constante de los gases [8.314×10^3 j(K. kmol)], C_e es la concentración de soluto en la matriz en equilibrio con una partícula de radio infinito (concentración de equilibrio del diagrama de fases). La ν está relacionada con la longitud de la capilaridad y T la temperatura absoluta.

2.7.3 Teoría LSW (Lifshitz-Slyozov-Wagner)

La teoría que satisface el proceso de Maduración de Ostwald fue desarrollada por Lifshitz, Slyozov^[46] e independientemente por Wagner (teoría LSW)^[47]. Esta teoría describe matemáticamente el proceso de engrosamiento. Así, las partículas grandes crecen a expensas de las pequeñas y el número total de partículas disminuye en el sistema por la reducción de la energía interfacial. Esta teoría utilizó las siguientes suposiciones:

- a) Las partículas son esféricas con un radio r ,
- b) Las partículas están fijas en el espacio,
- c) Las distancias entre partículas es infinitamente mayor comparada con el radio de partícula, la cual significa que no hay interacción entre partículas y la fracción volumétrica f_v de la fase dispersada es infinitamente pequeña,
- d) Tanto la matriz como la partícula son fluidos y
- e) Los átomos de soluto difunden bajo una condición de estado estacionario.

La teoría LSW considera partículas esféricas de segunda fase con una fracción volumétrica f_v infinitesimal, las cuales engrosan en un sistema libre de esfuerzos. Es decir, la teoría LSW solamente es aplicable a sistemas diluidos y fluidos (f_v cercana a cero)^[45, 48].

La teoría LSW predice que el radio promedio del tamaño de partículas $\bar{r}(t)$ a un tiempo de envejecido t está expresado por la siguiente ecuación:

$$\bar{r}(t)^m - \bar{r}(0)^m = Kt \quad (3)$$

Cuando $t = 0$ el radio promedio de la partícula $\bar{r}(0)$ es prácticamente igual a 0, así que la ecuación 1 se reduce a :

$$\bar{r}(t) = K t^{1/m} \quad (4)$$

donde K es una constante de cinética dada por la siguiente expresión:

$$K = \frac{8\sigma DV_m^2 C_e}{9RT} \quad (5)$$

donde σ es la energía interfacial entre la matriz y el precipitado, C_e es la concentración de equilibrio de soluto en la matriz, V_m es el volumen molar del precipitado, D es el coeficiente de difusión del soluto, T la temperatura absoluta y R la constante de los gases ^[46, 49].

Cuando el proceso de engrosamiento es controlado por el mecanismo de difusión, $m = 0.33$ y la cinética de engrosamiento obedece la ley temporal $t^{1/3}$. Si la reacción de engrosamiento de la partícula es controlada por la intercara entonces $m = 0.5$ y el tamaño promedio de las partículas se incrementa con $t^{1/2}$; es decir:

$$r(t) = k t^{1/3} \longrightarrow \text{Proceso controlado por la difusión}$$

$$r(t) = k t^{1/2} \longrightarrow \text{Proceso controlado por la intercara}$$

La teoría LSW se ha adaptado ampliamente para determinar los valores de la energía interfacial entre la matriz y la fase dispersada^[50, 51].

El gradiente de concentración, ΔC , alrededor del precipitado, es provocado por la diferencia de concentración en la matriz próxima a la interfase, C_r y lejos de la interfase, C_e que promueve la transferencia de soluto a través del gradiente.

$$\Delta C(r) = C_e - C_r \quad 6)$$

Una manera hipotética de mostrar la concentración de un precipitado grande **L**, uno pequeño **S** y uno de radio crítico $r^*(t)$, **M**, es mediante una grafica tridimensional (3D), como se muestra en la figura 2.20.

1. Partícula mayor **L**, con $r^* > 0$, casi siempre crece
2. Partículas con radio menor **S**, $r^* < 0$ casi siempre se contraen y finalmente desaparecen,
3. Las partículas cuyo radio es aproximadamente igual, **M**, $r^* = 0$, posiblemente engrosé o contraiga, o permanezca sin cambio.

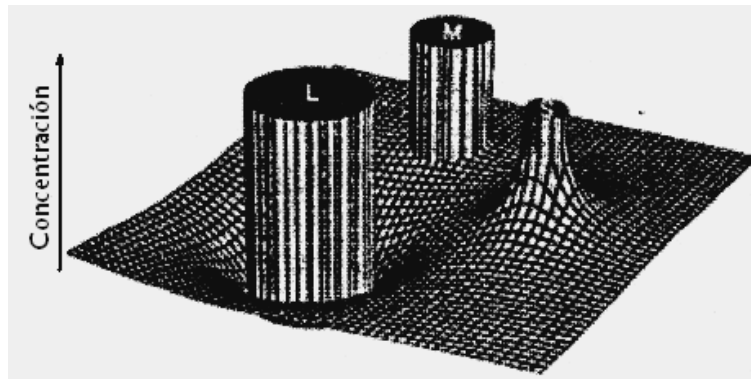


Figura 2.20 Perfil de concentración de una sección 2D mostrando tres precipitados. El tamaño del precipitado **L** es mayor que el radio crítico, el tamaño **M** es exactamente igual al radio crítico mientras que el tamaño del precipitado **S** es el más pequeño que el tamaño crítico ^[46].

2.7.4 Efecto de la Fracción Volumétrica en el Engrosamiento.

La teoría de engrosamiento (LSW), trata principalmente casos donde las partículas se encuentran dispersas en una matriz de fase líquida interactuando escasamente entre ellas y su fracción volumétrica f_v es prácticamente igual a cero. Sin embargo, muchos investigadores han

modificado la teoría LSW con respecto al efecto que provoca la fracción volumétrica finita de partículas en sistemas sólidos.

La fracción volumétrica de las partículas influye en el proceso de engrosamiento, ya que la cinética es controlada por la difusión del soluto a través de la matriz. Conforme la f_v se incrementa la separación media entre las partículas disminuye y la trayectoria para la difusión de los átomos de soluto se hace más corta. Por consiguiente, la velocidad de engrosamiento debe incrementar con el incremento de la fracción volumétrica.

Ardell modificó por primera vez la teoría LSW con respecto a la fracción volumétrica de las partículas. Esta teoría fue llamada “Teoría MLSW”. Los resultados muestran la relación entre \bar{r} y t de la siguiente forma:

$$\bar{r}(t)^3 - \bar{r}(0)^3 = K(f_v)t \quad (7)$$

puede notarse que la constante K está en función de la f_v y se mantiene la ley $t^{1/3}$. La cinética de engrosamiento depende por sí misma de la f_v a través de $K(f_v)$: es decir, el engrosamiento se incrementa cuando se incrementa la f_v . La distribución de tamaño de partícula llega a ser rápidamente más amplia con el aumento de la f_v incluso cuando el valor de la f_v es pequeño.

La teoría MLSW con una $f_v=0$ predice que el comportamiento de engrosamiento es igual a la propuesta por la teoría LSW. La teoría MLSW sobreestima el efecto de la fracción volumétrica en el comportamiento del engrosamiento: la cinética de engrosamiento es muy sensible a la f_v y la distribución de las partículas es mucho más amplia que la distribución real^[52].

Desarrollo Experimental

En la figura 3.1 se muestra el esquema del procedimiento experimental que se llevó a cabo para la realización del presente trabajo, cuyas etapas se explicaran posteriormente.

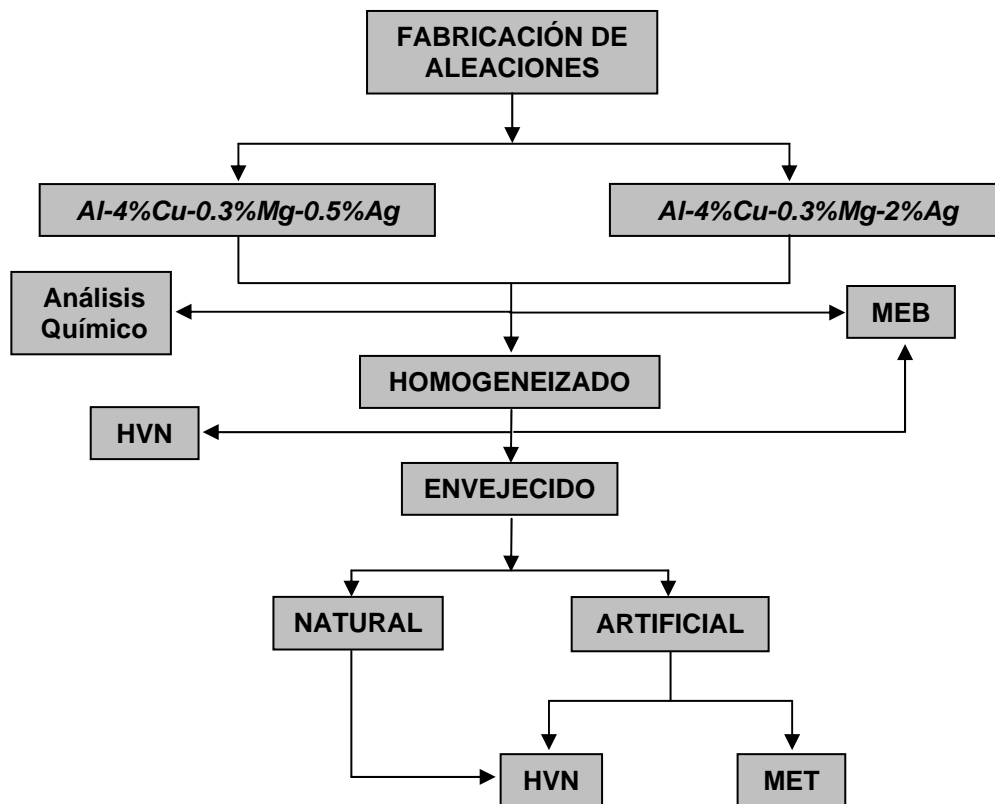


Figura 3.1. Esquema del procedimiento experimental realizado.

3.1 Fabricación de las aleaciones

Las aleaciones base aluminio se fabricaron por medio de la fusión de los elementos Al, Cu, Mg y Ag con 99.9% de pureza en un horno de resistencias BLF 17/3 marca Carbolite, con un crisol de alúmina de 30 mm de diámetro a 750 °C en una atmósfera de Argón. Se fundió una carga de 1500 g para cada aleación, la tabla 3.1 muestra la cantidad de elemento que se adicionó a cada carga.

Tabla 3.1. Cantidad de elementos aleantes fundidos (g).

Aleación	Cu	Mg	Ag	Al
<i>Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag</i>	60	4.5	7.5	1428
<i>Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag</i>	60	4.5	30	1405.5

La fusión de los elementos de aleación se realizó con agitación por medio de una barra de alúmina, con la finalidad de obtener una composición más homogénea. Las composiciones nominales de las aleaciones usadas en este estudio se muestran en la tabla 3.2.

Tabla 3.2. Composición nominal de las aleaciones empleadas (% masa).

Aleación	Cu	Mg	Ag	Al
<i>Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag</i>	4.0	0.3	0.5	Balance
<i>Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag</i>	4.0	0.3	2.0	Balance

A partir de la aleación fundida se cortaron muestras con las siguientes dimensiones: 1x1x1 cm para su posterior tratamiento térmico de homogeneizado.

3.2 *Análisis químico*

El análisis químico se realizó por la técnica de Absorción atómica en un laboratorio especializado con la finalidad de conocer la composición real de las aleaciones empleadas. Para tal efecto, las muestras provenientes de fusión se limpiaron minuciosamente con alcohol en ultrasonido con la finalidad de que componentes extraños no interfirieran con el análisis, posteriormente se extrajeron 50 g aproximadamente de cada aleación para ser analizado cualitativa y cuantitativamente por el laboratorio. El resultado numérico del análisis cuantitativo se expresó como porcentaje en masa.

3.3 *Tratamientos térmicos*

3.3.1 Tratamiento de Homogeneizado

Las secciones obtenidas por corte fueron encapsuladas en tubos pirex bajo una atmósfera de gas argón, para su posterior tratamiento térmico de homogeneizado a 530°C durante 7 días, seguidas por un temple en agua con hielos (2°C aprox.). La finalidad de dicho tratamiento fue de romper la estructura dendrítica proveniente de fusión. La temperatura fue determinada de acuerdo al diagrama de fases Al-Cu (Figura 2.2) debido a que la composición se encuentra dentro de la región monofásica α .

3.3.2 Tratamientos de Envejecido

Estos tratamientos térmicos se efectuaron naturalmente a temperatura ambiente, y artificialmente a 150, 200 y 250 °C. Los tiempos de envejecido se realizaron desde 0.17 hasta 700 horas, dependiendo de la temperatura de envejecido artificial empleada. Dichas temperaturas se sitúan dentro de la región bifásica ($\alpha+\theta$) del diagrama binario Al-Cu (Figura 2.2). Considerando el contenido de magnesio, la composición se sitúa en la zona trifásica ($\alpha+\theta+S$) del diagrama Al-Cu-Mg (Figura 2.9).

3.4 *Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)*

Las muestras provenientes de fusión y homogeneizadas se prepararon metalográficamente y se caracterizaron mediante microscopía electrónica de barrido en un microscopio marca JEOL modelo 6300 empleando 20kV y electrones secundarios para obtener un contraste superficial.

3.5 *Microdureza Vickers*

Las mediciones de microdureza HV se realizaron con la finalidad de seguir la secuencia de precipitación. Las muestras se prepararon metalográficamente y se llevaron a cabo después del tratamiento térmico de homogeneizado e inmediatamente después de cada tratamiento de envejecido. Las mediciones se realizaron en un Microdurómetro Vickers marca Future Tech[®] con indentador de diamante utilizando una carga de 50 g. Se realizaron 15 indentaciones, de las cuales se obtuvieron los valores promedio de Microdureza para cada temperatura y tiempo de envejecido.

3.6 *Microscopía Electrónica de Transmisión (MET)*

Las observaciones por MET se realizarán en un microscopio JEOL – 2000FXII[®] equipado con un espectrómetro de energía dispersa (EDS), operado a 200 kV, utilizando las técnicas de campo claro, campo oscuro y difracción de área selecta. Para la caracterización por MET se emplearon placas con las siguientes dimensiones: 10 X 10 X 3 mm. Dichas placas se desbastaron gradualmente con lijas de carburo de silicio de grado 400, 600, 1000, 1200 y 1500 hasta obtener un espesor aproximado de 150 μm . Posteriormente, se cortaron discos de 3 mm de diámetro; después, las muestras se electropulieron mediante un aparato FISHIONE[®] de dos jets. El reactivo empleado en el pulido electroquímico fue de 78% de Metanol y 22% de Ácido Nítrico (% Vol.) enfriado a una temperatura de -70 °C en un baño María de metanol con hielo seco. Dicha caracterización se realizó con la finalidad de observar la microestructura del material así como los detalles finos que no pudieron ser resueltos por MEB para cada tiempo y temperatura de envejecido.

CAPÍTULO 4

Resultados

4.1 *Análisis químico*

El análisis químico de las aleaciones empleadas se muestra en la tabla 4.1. La composición nominal concuerda con la composición de las aleaciones propuestas para el presente trabajo. Por lo tanto, se tratará a las aleaciones de acuerdo a su composición nominal. De dicha tabla se aprecia la presencia de silicio y hierro como impurezas menores en las aleaciones.

Tabla 4.1. Resultados del análisis químico vía húmeda (%peso)

	Cu	Mg	Ag	Si	Fe	Al
<i>Aleación 1</i>	3.78	0.32	0.65	0.05	0.19	Balance
<i>Aleación 2</i>	3.87	0.31	2.81	0.06	0.18	Balance

4.2 *Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)*

4.2.1 *Aleaciones Al-Cu-Mg-Ag provenientes de fusión*

Las figuras 4.1 a) y b) muestran las micrografías obtenidas del MEB correspondientes a las aleaciones Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag, respectivamente. Se puede observar que ambas aleaciones presentan una estructura dendrítica característica del proceso de fusión, donde las zonas blancas son regiones ricas en cobre y las zonas grises son ricas en aluminio. Por lo tanto, se puede apreciar un gradiente de concentración muy grande en todo el material, el cual se caracteriza por sus deficientes propiedades mecánicas.

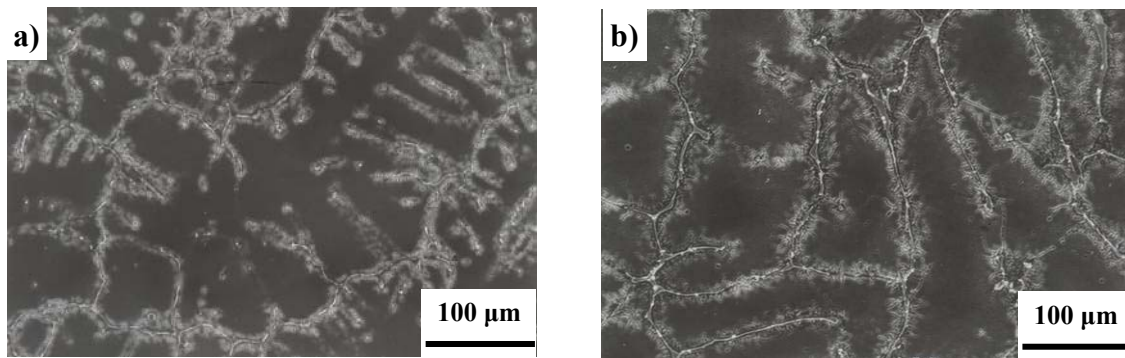


Figura 4.1. Micrografías que muestran la estructura de colada a) Aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y b) Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag.

4.2.2 Aleaciones Al-Cu-Mg-Ag homogeneizadas

Posteriormente, las aleaciones Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag fueron homogeneizadas a 530 °C durante 5 días con el objeto de eliminar la estructura proveniente de fusión y conseguir un material homogéneo libre de precipitación. La figura 4.2 muestra las micrografías obtenidas de MEB de las dos aleaciones empleadas; en estas imágenes se observa ausencia de las dendritas mostradas en la figura 4.1, lo cual asegura que se tiene un material uniforme en composición. A partir de esta condición, el material está listo para los tratamientos de envejecido o de precipitación, ya que el tratamiento de homogeneizado también permitió retener mayor cantidad de soluto a temperatura ambiente, lo cual es conocido como una solución sólida sobresaturada.

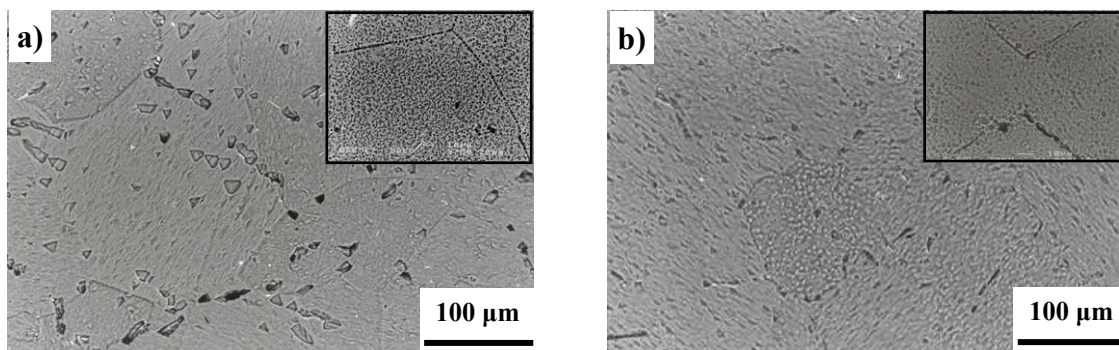


Figura 4.2. Micrografías de las aleaciones a) Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y b) Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag homogeneizadas a 530°C durante 5 días.

Por otra parte, las figuras 4.3(a) y (b) muestran los análisis elementales (espectros de energía) obtenidos por MEB para las aleaciones Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag, respectivamente. En dichas figuras se corrobora la presencia del aluminio, cobre y plata. Se puede observar claramente que el pico correspondiente a la plata es más intenso en la aleación con mayor contenido de la misma. En la figura 4.3 a) esta presente el aluminio como elemento mayoritario, posteriormente, con menor intensidad aparecen el cobre y la plata. Mientras que, en la figura 4.3 b) la secuencia en intensidades es aluminio, cobre y plata.

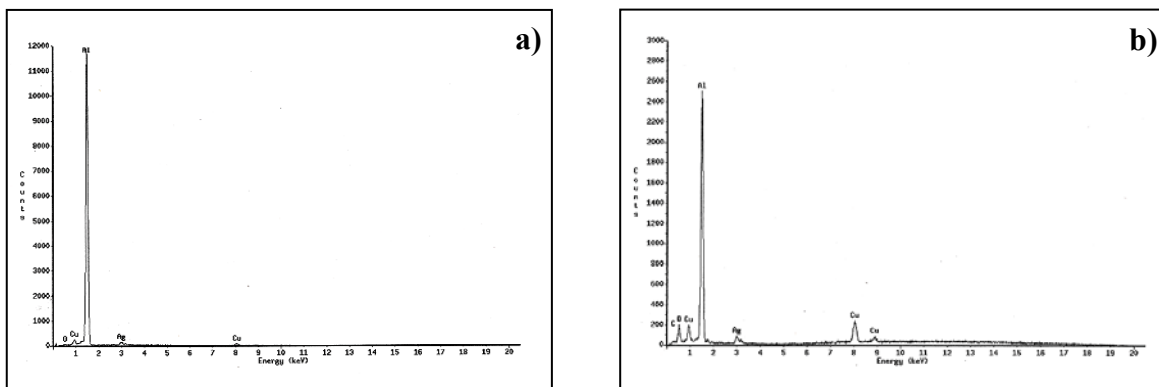


Figura 4.3. Microanálisis de la matriz de aluminio de las aleaciones a) Al-4%Cu-0.3%Mg- 0.5%Ag y b) Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag (% peso) homogeneizadas durante 5 días a 530 °C.

4.4 *Curvas de envejecido*

Uno de los aspectos más importantes del presente trabajo fue relacionar las propiedades mecánicas de las aleaciones con las fases presentes (precipitados formados) durante los diferentes tratamientos térmicos. A continuación se muestran los resultados de microdureza Vickers obtenidos para cada aleación y para cada condición de tratamiento.

4.3.1 Envejecido Natural

- Aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag

La figura 4.4 muestra la variación de los valores promedio de microdureza Vickers en función del tiempo de envejecido natural para la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag hasta por 16000 horas. La gráfica muestra un aumento gradual de la dureza durante el envejecido natural. Adicionalmente, se pueden apreciar dos estados de endurecimiento; el primer estado se presenta en 3000 h de envejecido con una dureza de 110 HV. Mientras que el segundo estado de endurecimiento se presenta en 5500 h de envejecido con una dureza de 113 HV. Finalmente, la dureza de la aleación se mantiene casi constante hasta las 16500 h de envejecido.

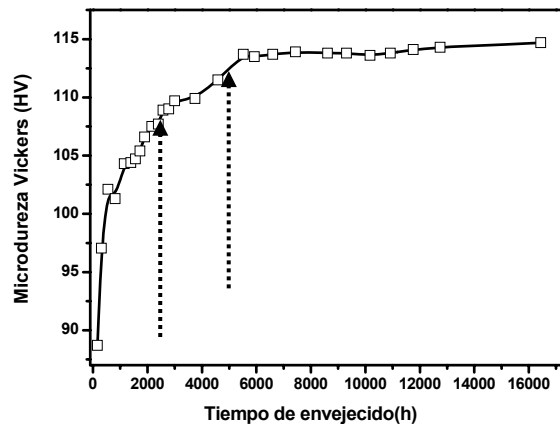


Figura 4.4. Curva de dureza vs. tiempo de envejecido de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag tratada a temperatura ambiente durante 16 000 h aproximadamente.

- Aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag

El comportamiento de la dureza durante el envejecido natural de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Cu se muestra en la figura 4.5. En dicha figura se muestra un comportamiento similar a la aleación con 0.5% Ag (ver figura 4.4); es decir, el endurecimiento de la aleación es gradual con el tiempo de envejecido, así como, la presencia de dos etapas de endurecimiento. La primera etapa también se presentó en 3000 h de envejecido con una dureza de 111.5 HV, y

la segunda etapa en 5500 h con una dureza de 115 HV. Posteriormente, se observa un aumento lento de la dureza hasta 117 HV después de 16000 h de envejecido.

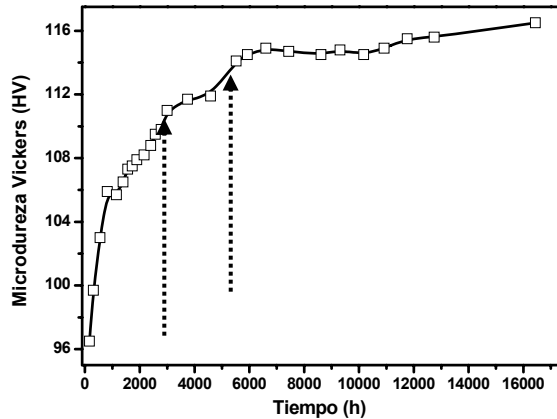


Figura 4.5. Curva de dureza vs. tiempo de envejecido de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag tratada a temperatura ambiente durante 16 000 h aproximadamente.

En ninguna de las gráficas de las aleaciones envejecidas a temperatura ambiente (~ 20 °C) se observa sobre-envejecimiento del material, es decir, una disminución en la dureza, ya que la cinética de precipitación es lenta; con lo cual se puede esperar altos valores de dureza con el paso del tiempo. Las dos aleaciones presentan una gran estabilidad en un intervalo de 10000 horas aproximadamente, alcanzando un valor de dureza mayor para la aleación con mayor contenido de plata (2% peso Ag) de 115-116 HV, en comparación con la de menor contenido de plata (0.5% peso Ag) de 113 HV.

4.3.2 Envejecido Artificial

La respuesta al endurecimiento de las aleaciones Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag durante su envejecido artificial a 150, 200 y 300 °C, se muestra en las figuras 4.7 y 4.8, respectivamente.

- **Aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag**

La figura 4.6 a) ilustra el comportamiento de la aleación envejecida a 150 °C hasta por un tiempo de 700 h, sobre la microdureza del material. Dicha figura muestra un aumento gradual de la dureza durante 10 h de envejecido, con una dureza de 122 HV. Posteriormente se alcanza un máximo (pico de dureza) de 142 HV antes de 200 h. Finalmente, se presenta un estado de sobre-envejecimiento, en el cual la dureza disminuye lentamente, llegando a un valor mínimo de 127 HV en 700 h.

Por su parte, la aleación envejecida a 200°C (figura 4.6 b)), presenta un rápido incremento de la dureza en menor tiempo que a 150°C; es decir, el incremento constante de la dureza ocurre en las primeras 10 horas con una dureza de 128 HV, la cual fue la dureza más alta. A partir de este tiempo, la dureza va disminuyendo hasta llegar a 112 HV en 100 horas de tratamiento, en las cuales la aleación ya se encuentra sobre-envejecida.

De igual manera, la figura 4.6 c) ilustra el comportamiento de la aleación envejecida a 250 °C por 25 horas. A esta temperatura, se aprecia la cinética de precipitación más rápida; ya que el material alcanza un incremento gradual y un máximo de dureza de 116 HV durante 20 minutos de envejecido. Debido a la acelerada cinética, la dureza disminuye casi inmediatamente después de este tiempo hasta valores menores a aproximadamente 98 HV en 25 h.

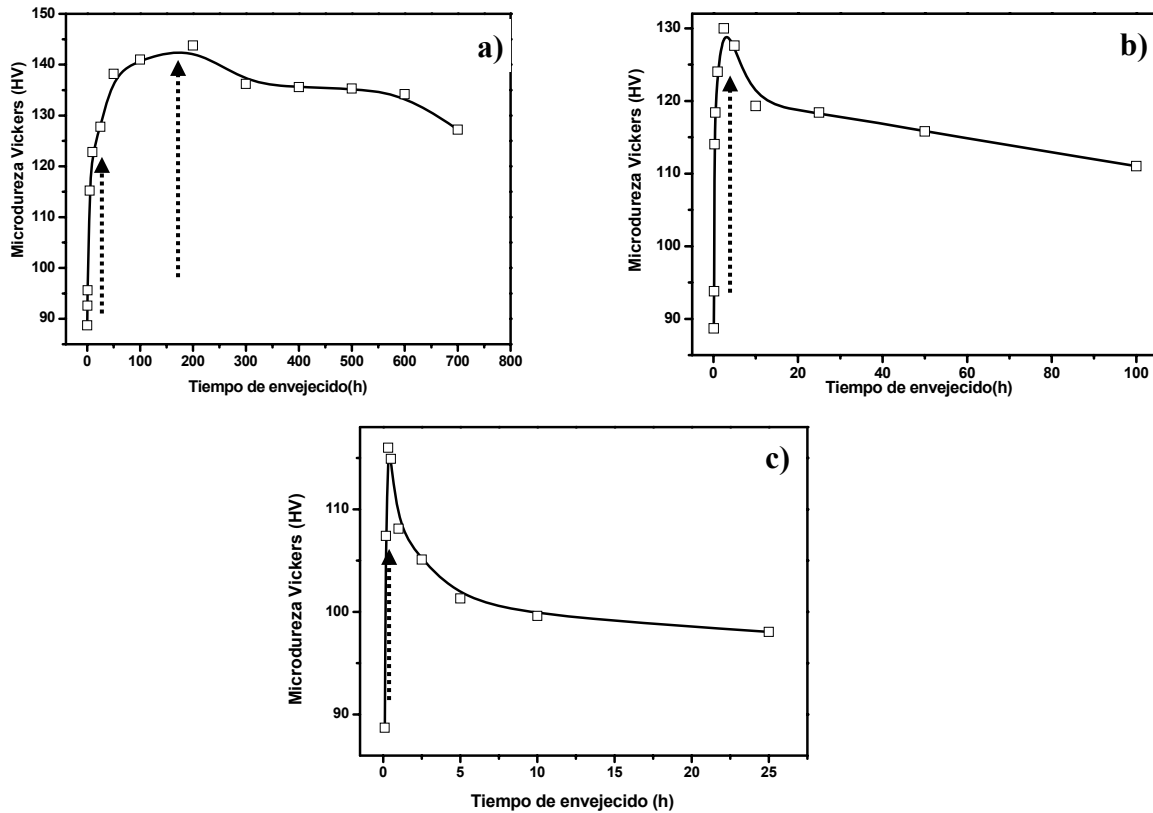


Figura 4.6. Curvas de Microdureza vs. Tiempo de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecida artificialmente: a) 150, b) 200 y c) 250 °C.

- **Aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag**

Los valores promedio de microdureza obtenidos para la aleación con mayor contenido de plata se muestran en la figura 4.7, los cuales están graficados con respecto al tiempo de envejecido a las temperaturas de 150, 200 y 250 °C.

La figura 4.7 a) presenta la curva de dureza para la aleación envejecida a 150 °C durante 700 horas. En esta aleación la dureza aumenta gradualmente en las primeras 10 h con una dureza de 160 HV. Posteriormente, se observa un aumento más lento en la dureza hasta alcanzar un máximo de 165 HV después de 20h. Finalmente, el material presenta un estado de estabilidad, en el cual la dureza va disminuyendo muy lentamente; observando una dureza de 155 HV en las 100 h de duración del tratamiento.

El comportamiento de la aleación envejecida a 200 °C por un tiempo de 100 horas se muestra en la figura 4.7 b), en esta gráfica es posible observar un aumento rápido y constante de la dureza durante las primeras 2.5 h con una dureza de 135 HV. Posteriormente, se alcanza el pico de máximo de dureza con un valor de 137 HV después de 5 h. A partir de este valor, la aleación va sobre-envejeciendo perdiendo dureza lentamente llegando a un valor de 115 HV al envejecerse durante 100 horas.

Por otro lado, el material envejecido a 250°C presenta una cinética de endurecimiento más acelerada, la dureza máxima se alcanza en los primeros minutos de tratamiento de envejecido con un valor máximo de 118 HV. El sobre-envejecido de la aleación es más evidente, perdiendo aceleradamente sus propiedades mecánicas en las primeras 10 horas, disminuyendo su dureza hasta los 96 HV y perdiendo gradualmente la misma durante tiempos más largos.

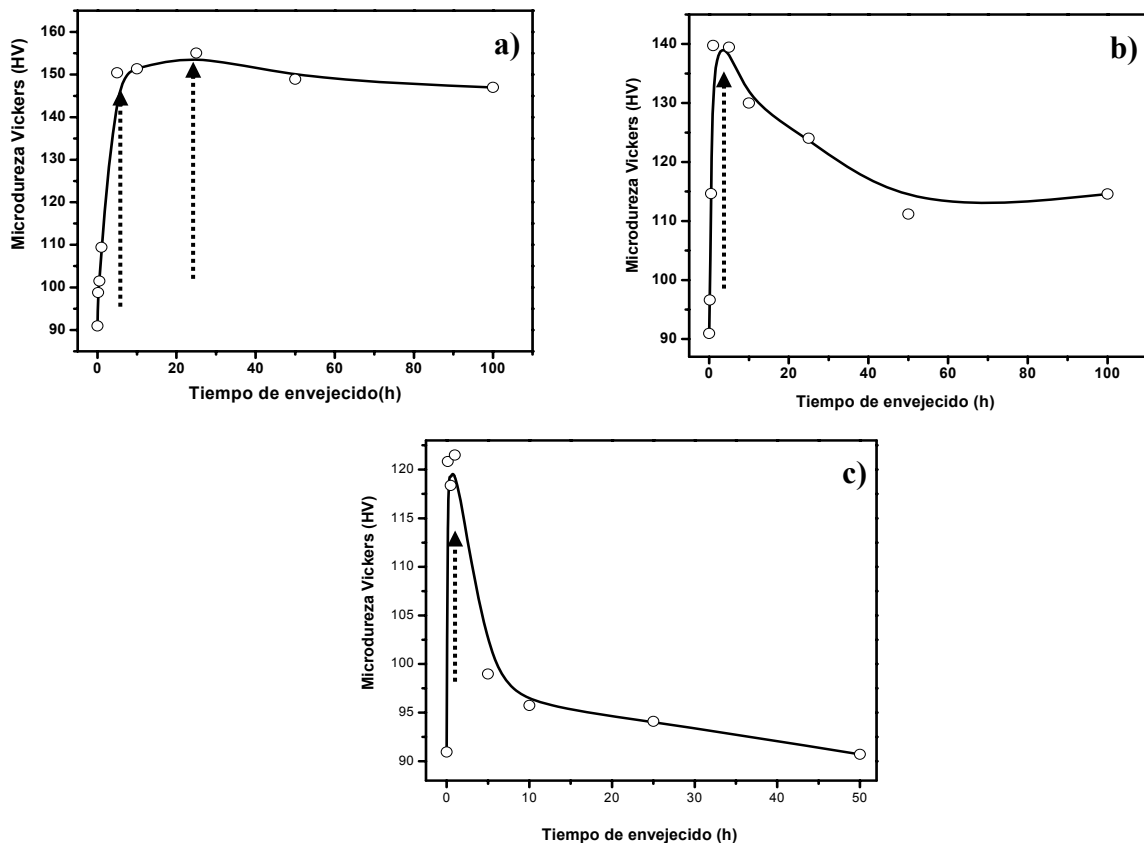


Figura 4.7. Curvas de Microdureza vs. Tiempo de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag envejecida artificialmente a: a) 150, b) 200 y c) 250 °C durante 700, 100 y 25 horas respectivamente.

La figura 4.8 ilustra el comportamiento de las dos aleaciones en su condición de dureza máxima alcanzada (pico de dureza) para las tres temperaturas de envejecido. Se puede observar que, como ya se mencionó anteriormente, la mejor condición de tratamiento es para la aleación con mayor cantidad de plata envejecida a bajas temperaturas (150 °C), ya que esta aleación muestra los valores de dureza más altos aún al ser envejecidas a 200 °C; además, en estas aleaciones el endurecimiento permanece durante más tiempo y tarda más en disminuir.

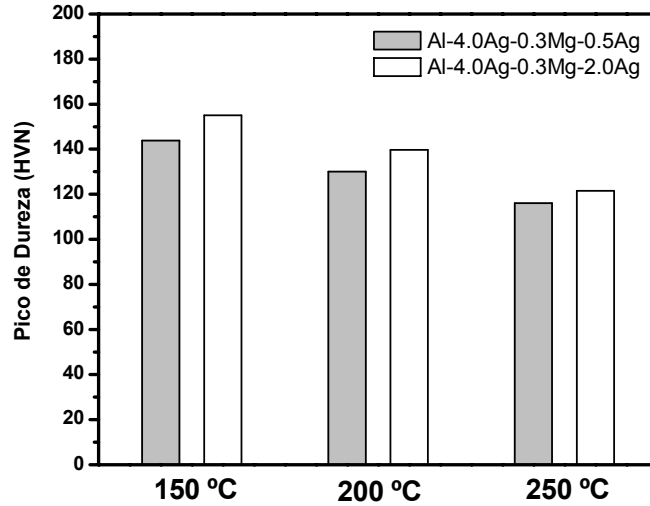


Figura 4.8. Gráfica de barras ilustrando el pico de dureza máxima alcanzada de las aleaciones Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag (%peso) a las tres temperaturas de envejecido (150, 200 y 250 °C).

4.4 Microscopía Electrónica de Transmisión (MET)

La morfología de las fases precipitadas en las aleaciones Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag envejecidas a diferentes temperaturas durante varios tiempos, fue seguida por Microscopía Electrónica de Transmisión, debido principalmente al poder de resolución del MET, el cual permitió realizar el seguimiento de los precipitados, los cuales no pudieron ser resueltos por Microscopía Electrónica de Barrido.

Existen varios precipitados endurecedores en el sistema Al-Cu-Mg-Ag, los cuales están involucrados en la evolución de la microestructura y por consecuencia tienen un efecto sobre sus propiedades mecánicas. El principal precipitado reforzante en este tipo de aleaciones es la fase Ω , ésta fase aumenta la resistencia de la aleación y también le confiere mayor estabilidad térmica al material. Por tal motivo, la fase Ω es el precipitado sujeto a análisis cuantitativo, incluyendo el espesor, longitud, área y volumen.

Las micrografías de MET de la figura 4.9 muestran las diferentes morfologías de la precipitación de la fase Ω . La morfología de dicha fase se presenta en forma de polígonos (casi hexagonales) con intercaras planas (Fig. 4.9(a)) y en placas alargadas (Fig. 4.9(b)). El patrón de difracción de electrones (PD) y su indexación en las figura 4.11c y f, muestran una serie de puntos arreglados geoméricamente entre si, donde los puntos (spots) más intensos corresponden a la fase matriz (α) y los puntos tenues corresponden a los precipitados de la fase Ω , ambos con una estructura cúbica centrada en el cuerpo. La relación de orientación de los correspondientes ejes de zona es: $[011]_{\alpha} // [114]_{\Omega}$. Adicionalmente, se observa la presencia de líneas que atraviesan los puntos intensos (matriz), los cuales son conocidos como *streaks* y son característicos de precipitados delgados y alargados, en este caso también corresponden a la fase Ω . El análisis de las micrografías en condiciones de campo oscuro (CO) y su correspondiente PD, mostraron que las intercaras planas de la fase Ω en forma poligonal son paralelas con respecto a las direcciones $[220]$, $[311]$ y $[111]$ de la matriz (ver Fig. 4.9d), mientras que la intercaras de la fase Ω en forma de placas están alineadas en las direcciones $\langle 111 \rangle$, Fig. 4.9e.

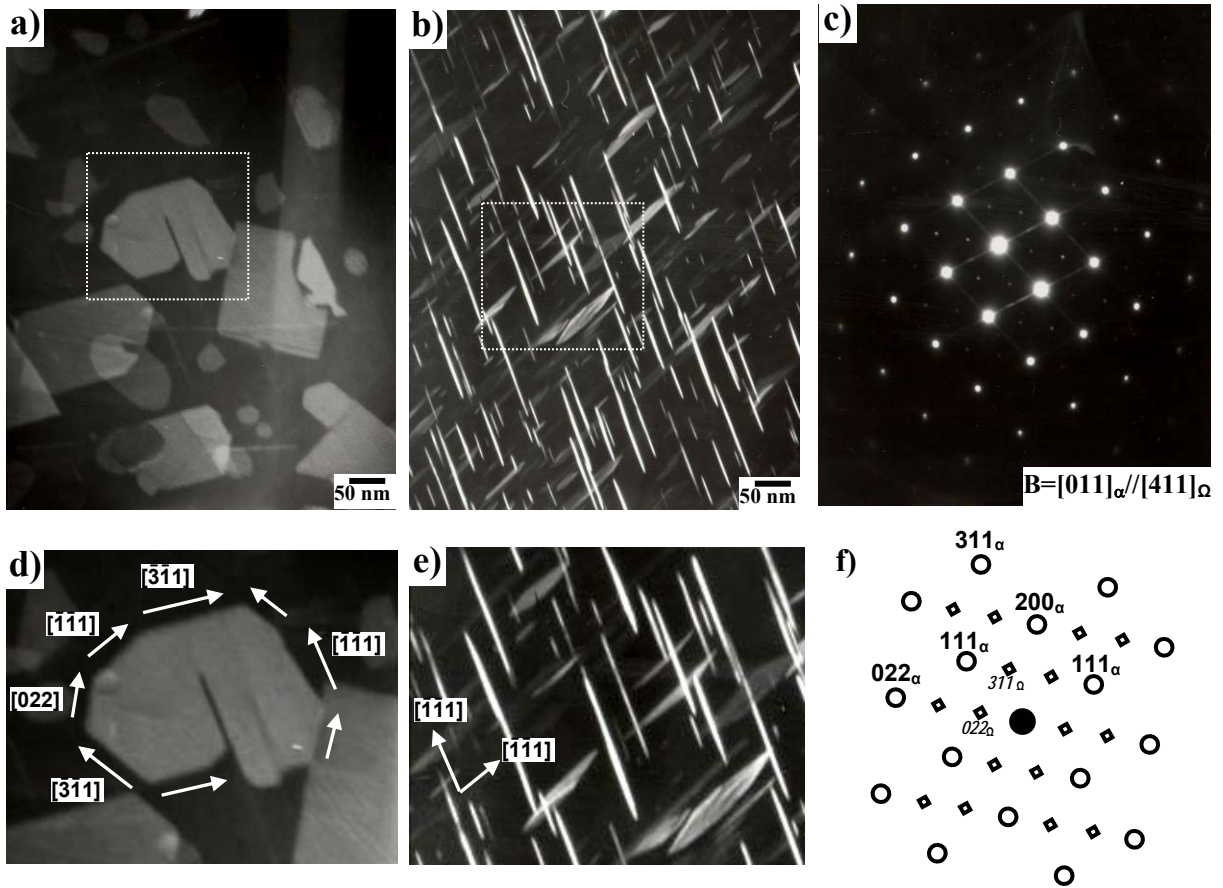


Figura 4.9. Micrografías de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecida a 200 °C por 10 horas.

Como se puede apreciar, la fase Ω es la fase mayoritaria en las aleaciones en estudio, y la fase θ' es la fase minoritaria. Por lo tanto, a partir de dichas morfologías y en condiciones de orientación similar, se realizaron los análisis cuantitativos de dicha fase. La figura 4.10, muestra un ejemplo de la presencia minoritaria de la fase θ' .

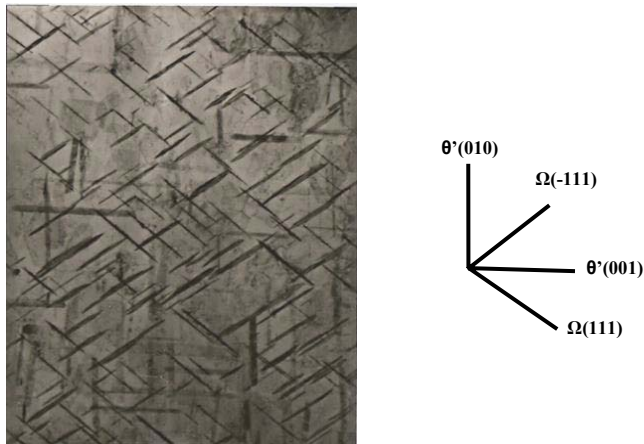


Figura 4.10. Micrografía de MET de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecida a 250 °C durante 5 h.

4.4.1 Evolución microestructural de la fase Ω

4.4.1.1 Análisis cuantitativo de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag

La figura 4.11 muestra la evolución de la fase Ω , en forma poligonal para la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag, envejecida a 200 °C por diferentes tiempos a la misma amplificación. En dicha figura se observa un aumento gradual del tamaño de los precipitados con respecto al tiempo de envejecido. Adicionalmente, se observa que la cantidad de precipitados disminuye con respecto al tiempo de envejecido. La morfología poligonal con intercaras planas se conserva hasta 10h de envejecido. Posteriormente, se observan intercaras curvas (señalado por flechas), lo cual es indicio de la pérdida de coherencia de los precipitados. Estos resultados concuerdan con las mediciones de dureza, donde se observa una disminución en la dureza a 200 °C a partir de las 25 h de envejecido.

El análisis cuantitativo se llevó a cabo a partir de las micrografías de MET mostradas en la figura 4.11, para los precipitados poligonales. A partir de dicha figura, se midió el área de cada precipitado, lo cual es reportado en la figura 4.12.

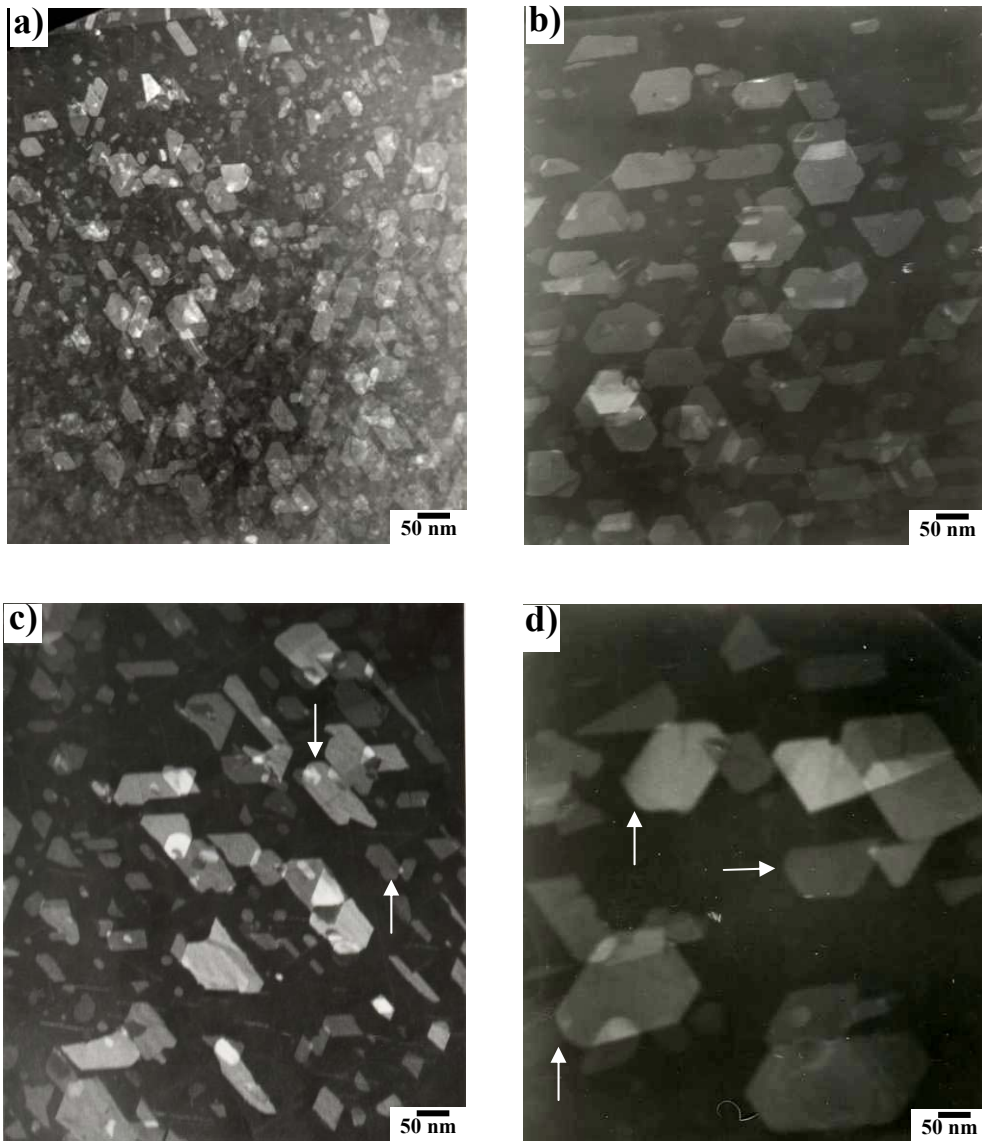


Figura 4.11. Micrografías de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecidas a 200 °C durante a) 5, b) 10, c) 25 y d) 100 h.

Acorde a los resultados de la cuantificación de los precipitados de la fase Ω , el área de las placas hexagonales aumenta con respecto al tiempo de envejecido. Considerando un tiempo de 100 horas, las placas hexagonales alcanzaron un área aproximada de 4000 nm^2 (ver figura 4.12).

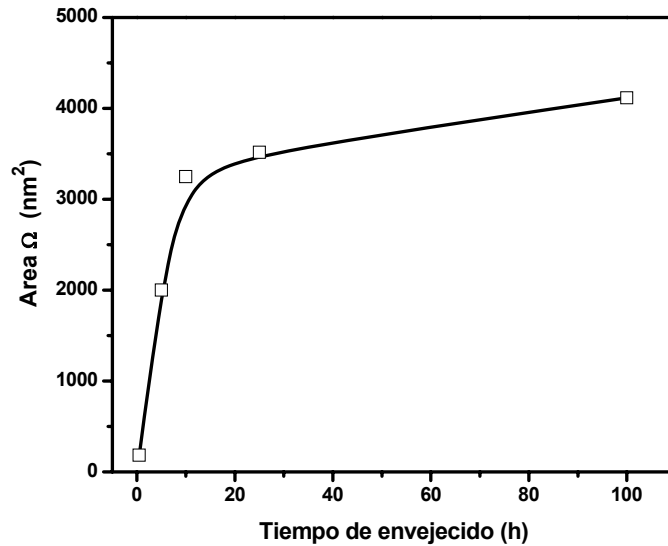


Figura 4.12. Área de los precipitados hexagonales de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag en función del tiempo de envejecido a 200°C .

La figura 4.13 muestra la evolución de los precipitados de la fase Ω en forma de placas alargadas de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecida a 200°C a diferentes tiempos. Se puede observar un aumento en el tamaño de los precipitados, así como, una disminución en la cantidad de los mismos. Por otra parte, la figura 4.14 muestra los valores de longitud y espesor de las placas alargadas con respecto al tiempo de envejecido. En dicha figura se puede observar que la rapidez de crecimiento de la longitud es mayor que la del espesor. Es decir, la longitud incrementa aproximadamente de 15 a 75 nm y el espesor de 4 a 8 nm en 100 h de envejecido a 200°C .

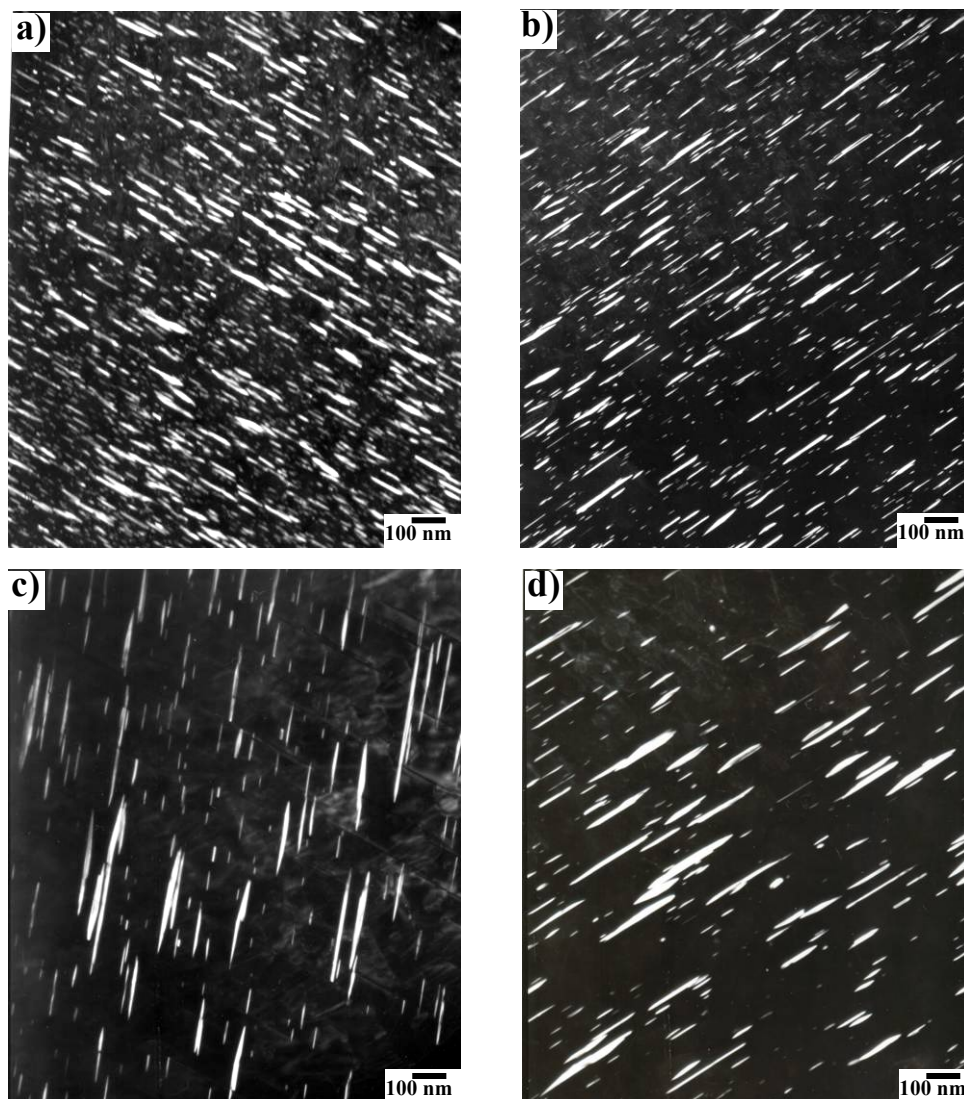


Figura 4.13. Micrografías de los precipitados Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecida a 200 °C durante (a) 1, (b) 5, (c) 10 y (d) 25h.

La figura 4.14 muestra la tendencia de los valores promedio medidos sobre los precipitados alargados de la fase Ω de la aleación con 0.5 %Ag envejecida a 200 °C hasta un tiempo de 100 horas. En la gráfica se presenta el tamaño de los precipitados, en los cuales se considera la longitud y el espesor de los mismos. A esta condición de tratamiento, los precipitados crecen longitudinalmente de manera acelerada, principalmente en las primeras 10 horas, presentando una longitud promedio de 60 nm aproximadamente; posteriormente, al transcurrir las 100 horas de envejecido, se obtuvo una longitud final de 75 nm aproximadamente.

Por el contrario, el espesor de los precipitados se conservó constante, ya que el valor se mantuvo cercano a 8 nm durante todo el tratamiento térmico

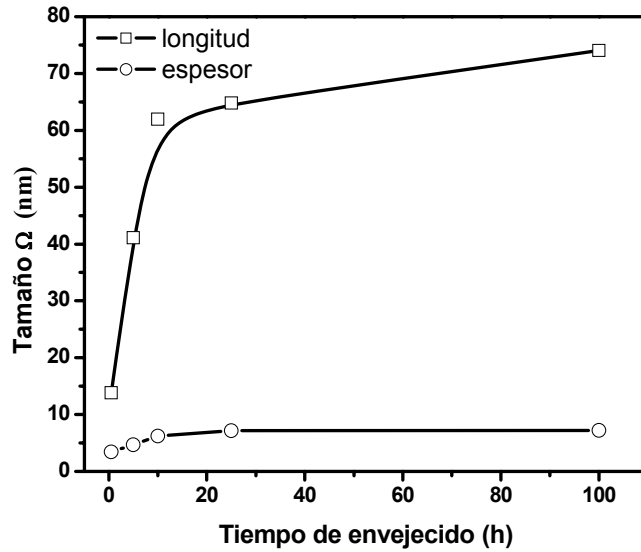


Figura 4.14. Longitud y espesor de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag en función del tiempo de envejecido a 200 °C.

La figura 4.15 muestra el área promedio de los precipitados alargados de la fase Ω , la tendencia muestra que el área aumenta conforme transcurre el tiempo de envejecido, la cual va de un valor cercano a 40 nm² hasta alcanzar un valor máximo aproximado de 450 nm² durante 100 horas de tratamiento.

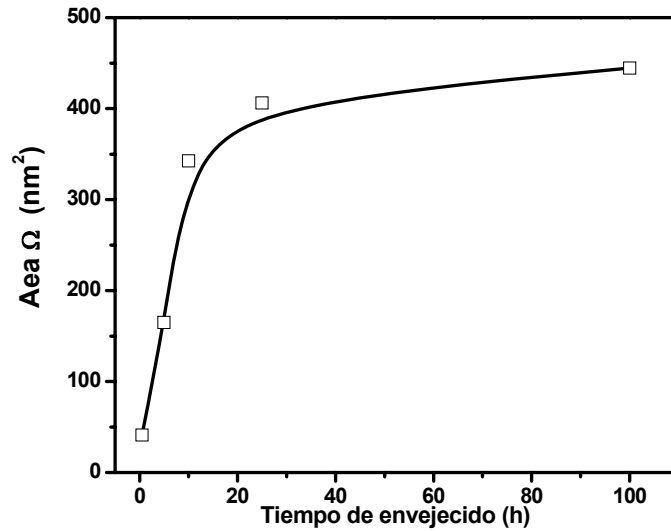


Figura 4.15. Área de los precipitados alargados de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag en función del tiempo de envejecido a 200 °C.

La morfología de los precipitados envejecidos a 250 °C para la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag se muestra en la figura 4.16. La precipitación a esta temperatura resulta en la formación de precipitados grandes con intercaras redondeadas incoherentes (señalas por flechas), lo cual se demuestra a partir de las 5 horas de tratamiento después de que se obtuvo el pico de dureza.

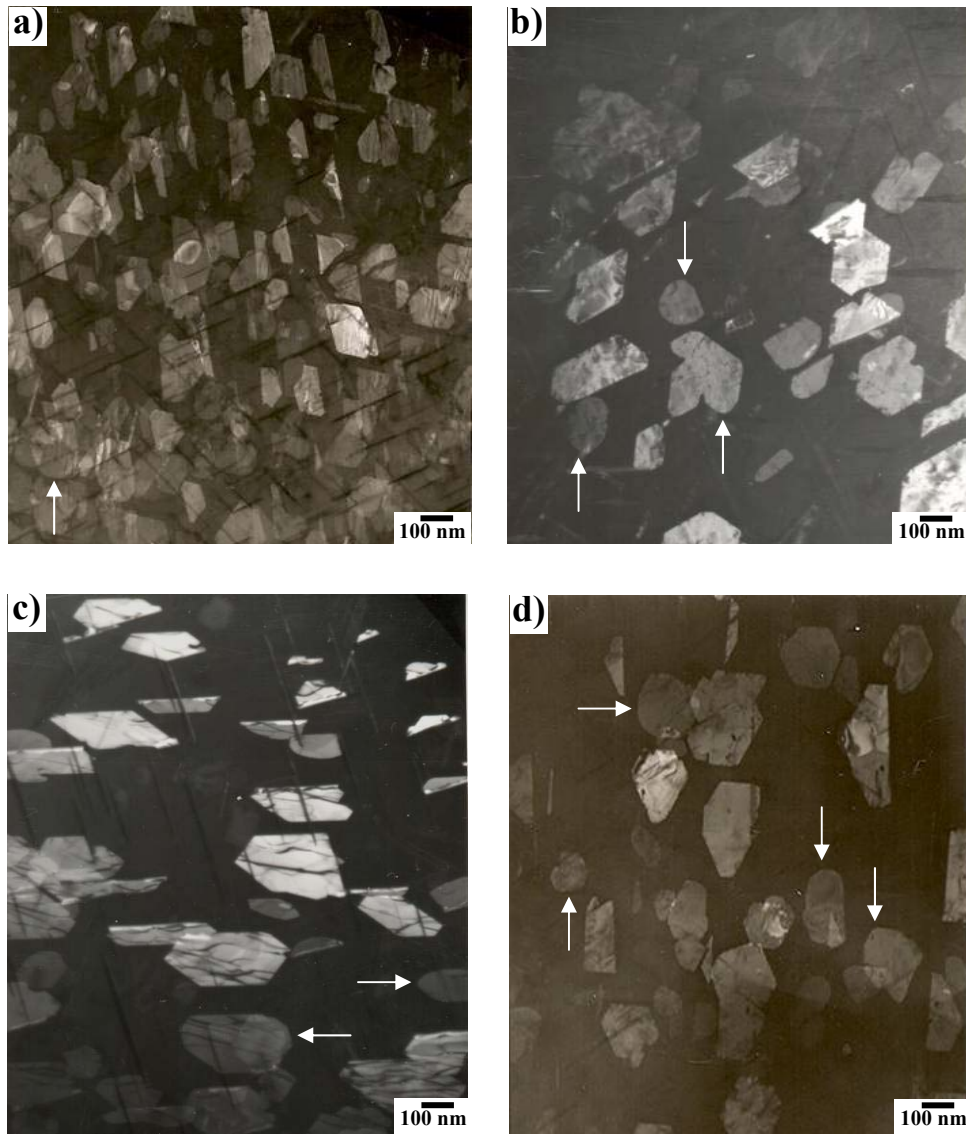


Figura 4.16. Micrografías de TEM de la aleación Al-4.0%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecida a 250 °C, durante a)1, b)5, c)10 y d)25 h.

Para la aleación Al-4.0%Cu-0.5%Mg-0.5%Ag, el análisis cuantitativo se realizó en base a tiempos representativos y donde se presentaron las mejores condiciones para la cuantificación. Las mediciones se realizaron a 1, 5, 10 y 25 horas de envejecido. Al igual que el análisis realizado a 200 °C, las mediciones de los precipitados se emplearon para graficar el espesor, longitud, área y volumen en función del tiempo de envejecimiento.

En la figura 4.17 se graficó el área promedio de las placas hexagonales, tal figura muestra un aumento en el área de los precipitados conforme incrementa el tiempo de envejecido; en los primeros tiempos se tienen valores inferiores a 3000 nm², posteriormente se acrecienta el valor del área hasta llegar a un área aproximada de 35 000 nm².

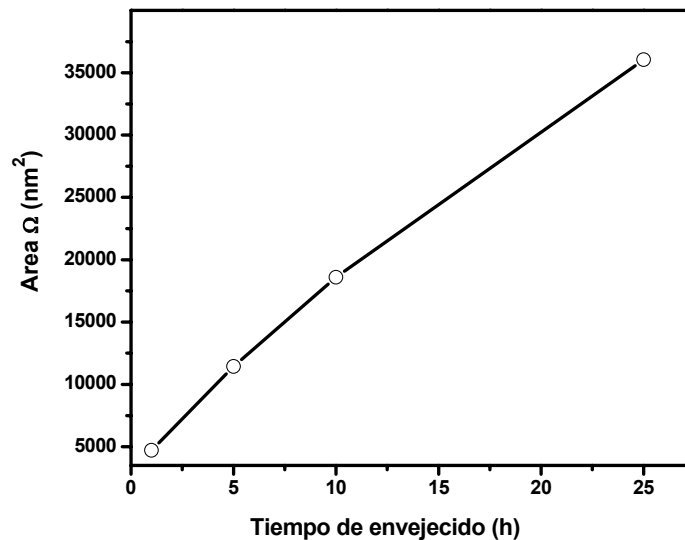


Figura 4.17. Área de los precipitados hexagonales de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecida a 250 °C.

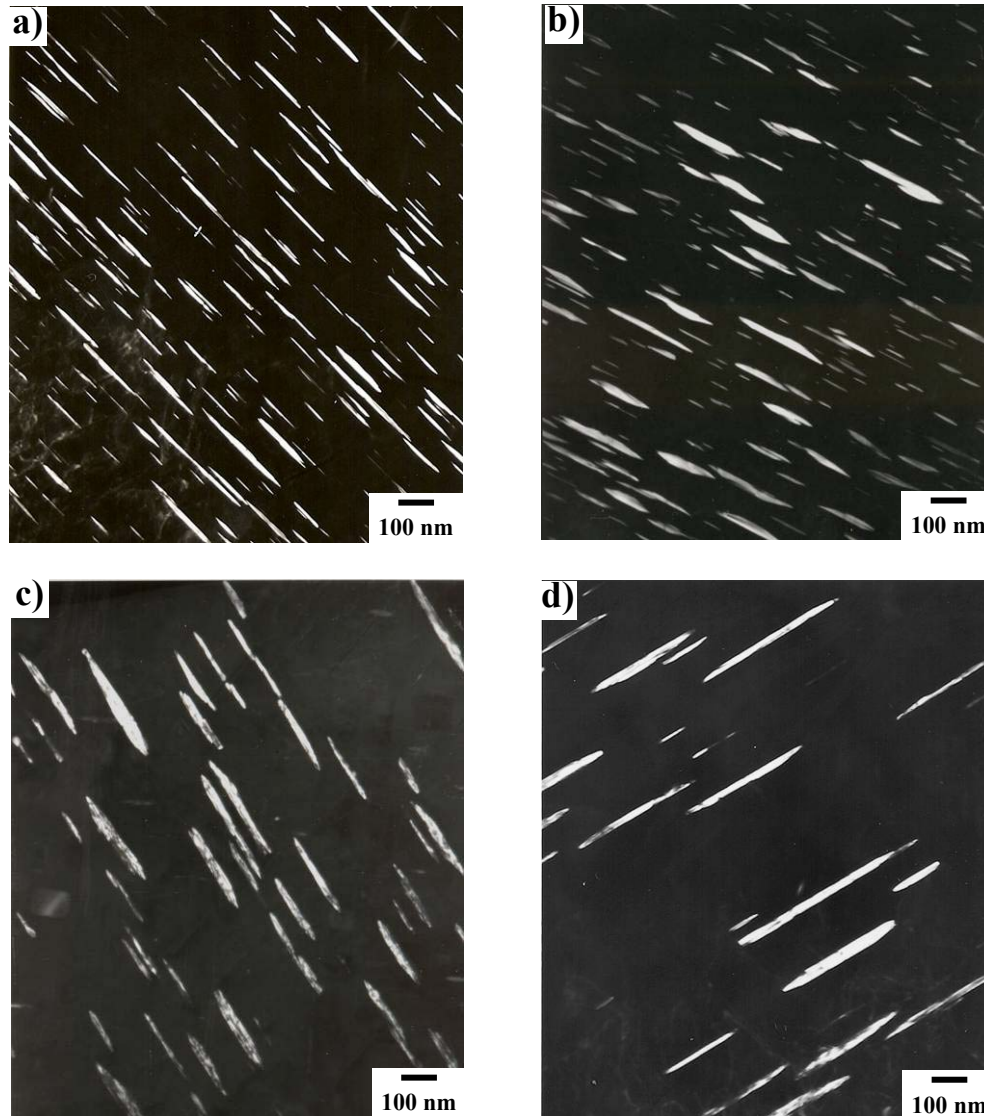


Figura 4.18. Micrografías de los precipitados Ω de la aleación Al-4.0%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecida a 250 °C, a) 1 h, b) 5 h y c) 10 h, d) 25 h.

Las mediciones del análisis cuantitativo para los precipitados alargados se realizaron en base a las micrografías de la figura 4.18. El comportamiento del material se graficó con respecto al tiempo de envejecido en la figura 4.19. Con respecto a los valores promedio obtenidos de longitud de los precipitados de Ω a 250 °C se presentó un comportamiento ascendente en que al aumentar el tiempo de envejecido, incrementa la longitud de los precipitados; es decir, la longitud promedio de los precipitados a una hora de tratamiento es de 142 nm aproximadamente, para las 25 horas la longitud asciende a valores superiores a los 180 nm.

De igual manera se graficó el espesor de la fase Ω en función del tiempo de envejecido. A 250 °C los precipitados de Ω tienen un espesor inicial mayor a 5 nm a la primera hora de tratamiento; conforme pasa el tiempo de envejecido aumenta el ancho de las placas a valores superiores a 20 nm una vez envejecida por 25 horas.

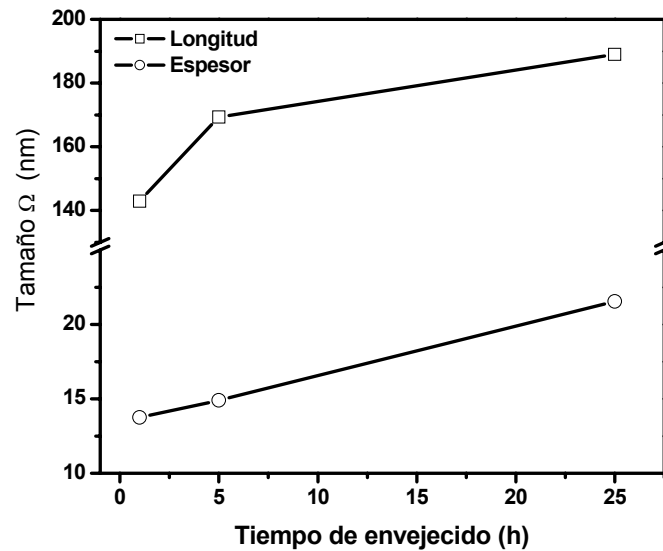


Figura 4.19. Longitud y espesor de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecida a 250 °C.

En la figura 4.20 se graficó el área de los precipitados alargados. En dicha figura se observa un ascenso constante en el área; obteniéndose un área medida aproximada de 3600 nm² en un tiempo de 25 horas de tratamiento térmico.

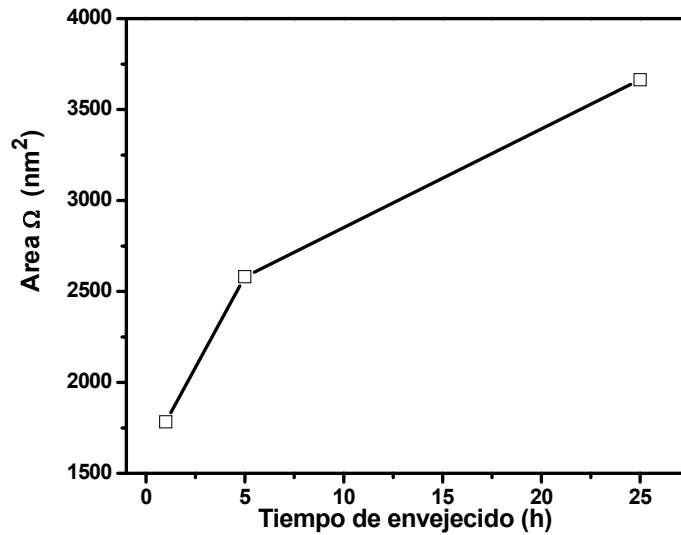


Figura 4.20. Área de los precipitados alargados de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag envejecida a 250 °C.

4.4.1.2. Análisis cuantitativo de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag

La evolución microestructural de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag se muestra en la figura 4.21, en la cual se puede observar precipitados de forma poligonal, los cuales se forman hexagonalmente en los primeros tiempos de envejecido, al transcurrir los tiempos de tratamiento los precipitados van aumentando su tamaño y perdiendo coherencia optando por formas redondeadas en los últimos tiempos de tratamiento.

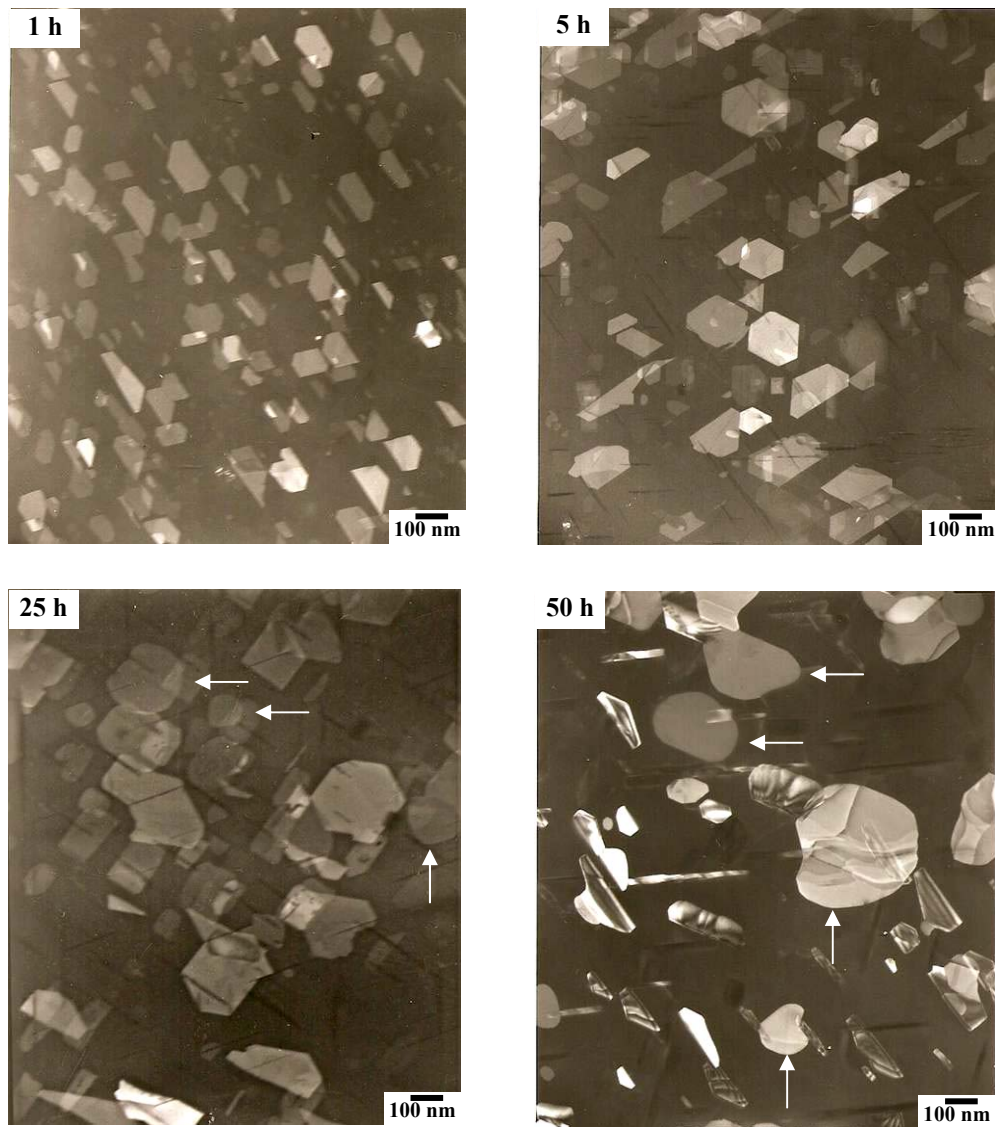


Figura 4.21. Micrografías de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag envejecidas por diferentes tiempos a 250 °C mostrando la evolución microestructural.

Con la finalidad de comparar el comportamiento de la aleación con contenido de plata de 0.5%, se realizó la cuantificación de la aleación con 2% Ag a 250 °C. Dicha cuantificación se llevó a cabo, una vez más, para obtener los valores promedio de espesor, longitud, área y volumen de la fase Ω . Para los precipitados hexagonales, la cuantificación a tiempos representativos en base a las micrografías que presentan en su totalidad la precipitación de Ω .

Para la aleación con mayor contenido de plata, las áreas de las placas hexagonales obtenidas se muestran en la figura 4.22. En tal imagen se presenta un rápido aumento en el área medida en las primeras 10 h de tratamiento con un área cercana a 30 000 nm²; posteriormente, los precipitados van creciendo hasta alcanzar un área de aproximadamente 46 000 nm² durante 50 horas de tratamiento.

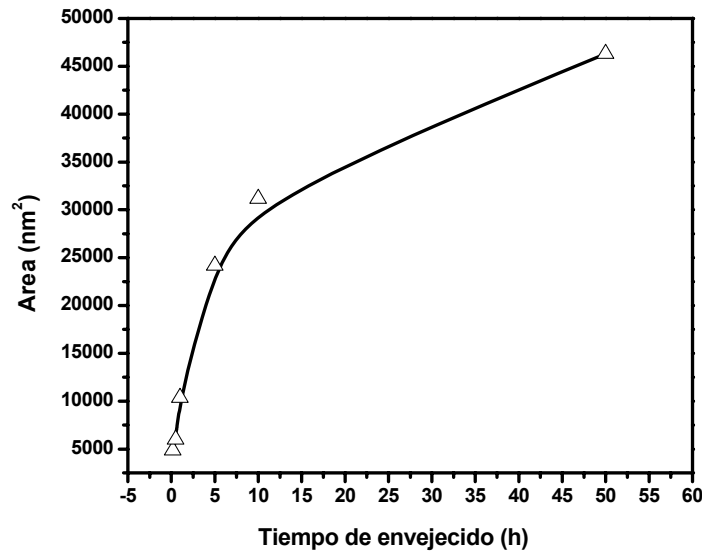


Figura 4.22. Área de los precipitados hexagonales de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag envejecida a 250 °C.

En la figura 4.23 se presenta la secuencia de precipitación para tal aleación. De igual manera, en los primeros tiempos aparecen una gran cantidad de precipitados, los cuales son más pequeños en comparación a los formados en los últimos tiempos de tratamiento, los cuales se presentan en menor cantidad y de tamaños mayores.

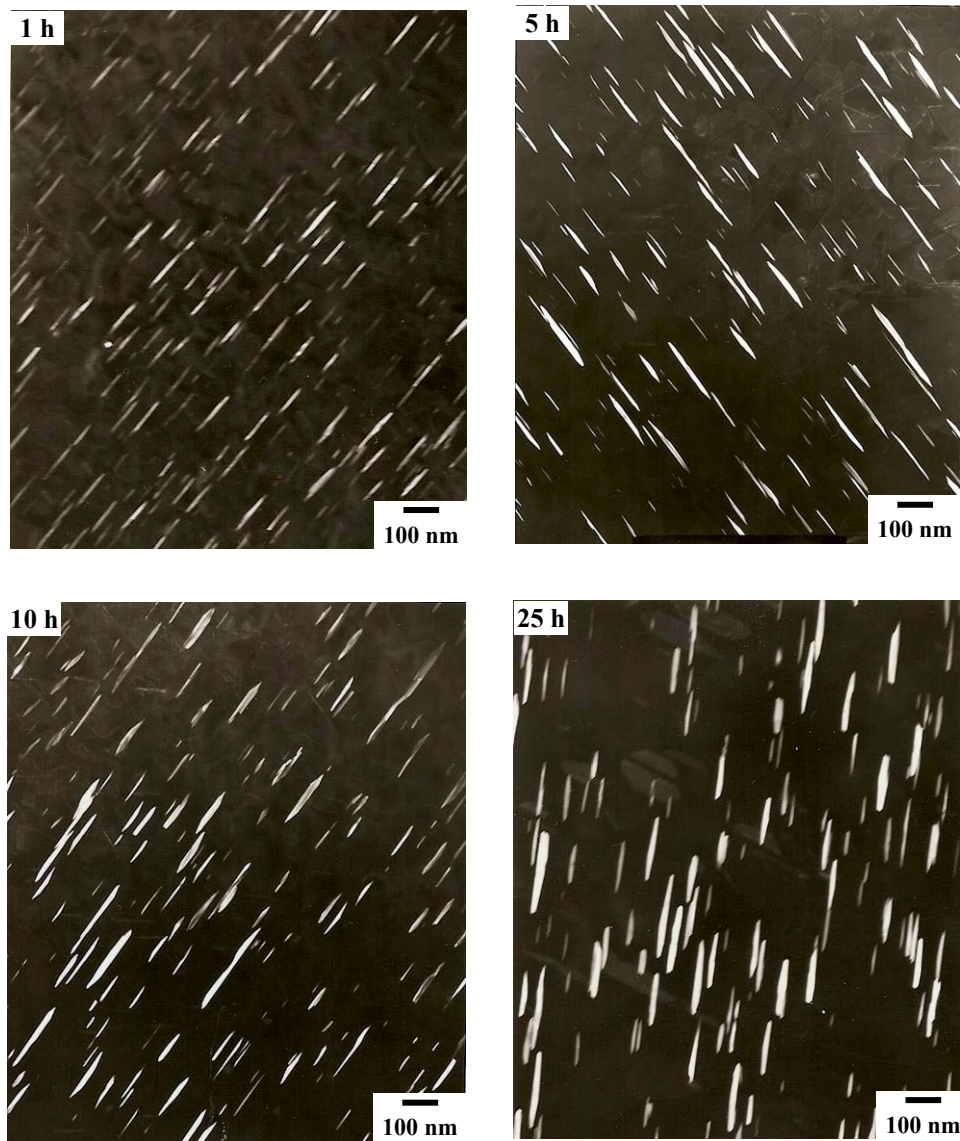


Figura 4.23. Micrografías de los precipitados Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag envejecida a 250 °C, a) 1 h, b) 5 h y c) 10h y d) 25 h.

Con respecto a la longitud de los precipitados Ω , la gráfica correspondiente se muestra en la figura 4.24. Los valores promedio de longitud obtenidos aproximadamente van desde 80 nm en 0.17 horas de envejecido, aumentando constantemente hasta alcanzar longitudes aproximadas de 160 nm a 50 h de tratamiento. Por otra parte, la tendencia de los espesores promedio se presenta en la misma figura observándose valores ascendentes en los mismos. Los espesores obtenidos en los diferentes tiempos van aproximadamente desde 8.2 hasta 26 nm en 50 horas de envejecido.

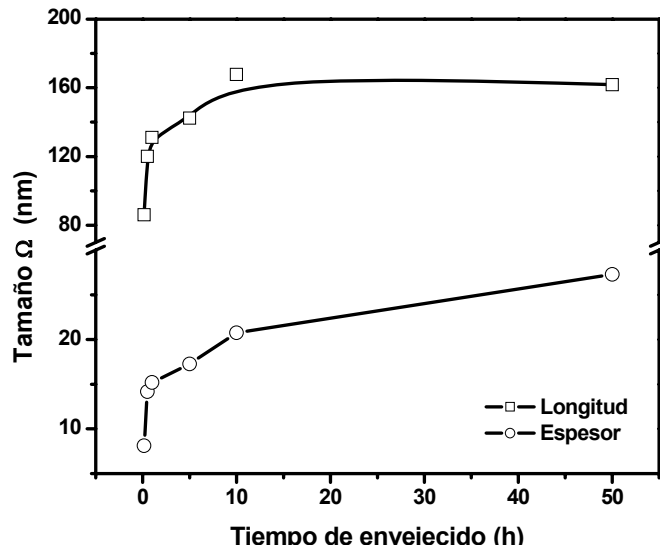


Figura 4.24. Longitud y espesor de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag envejecida a 250 °C durante 25 horas.

El área de los precipitados alargados de la fase Ω muestra valores relativamente pequeños, los cuales van de 700 nm² en 0.17 horas, alcanzando un área promedio de 4000 nm² aproximadamente envejeciendo la aleación por 50 horas. La tendencia del área se muestra en la figura 4.25.

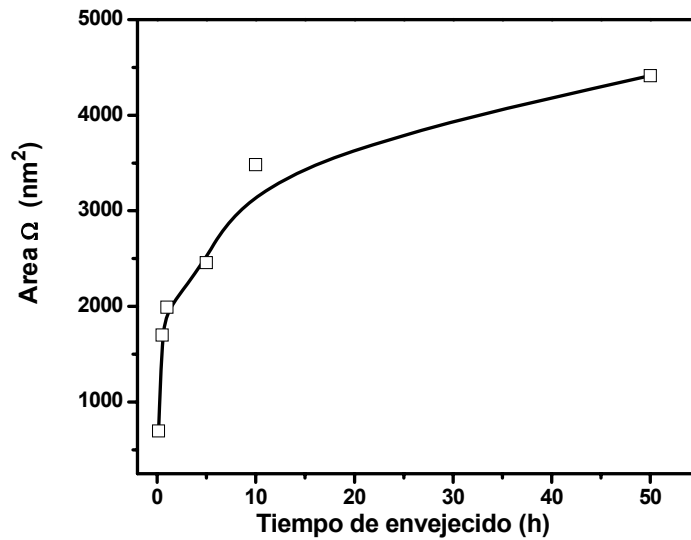


Figura 4.25. Área de los precipitados alargados de la fase Ω de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2.0%Ag envejecida a 250 °C.

Acorde a todos los resultados anteriores, se tiene que la temperatura de envejecido es un parámetro muy importante en los tratamientos térmicos aplicados a una aleación, ya que cambian totalmente la cinética de precipitación. Como se observó en las gráficas, se registraron valores altos tanto en el ancho como en la longitud de Ω cuando se envejeció a 250 °C. Contrariamente, estos valores fueron más pequeños cuando se trató térmicamente el material a 200 °C; lo cual ocurre porque al incrementar la temperatura, la descomposición de las fases precipitadas se acelera y se forman precipitados con mayor tamaño que a temperaturas menores, los cuales provocan el sobre-envejecimiento del material y por consiguiente la pérdida en sus propiedades mecánicas. Con el aumento del contenido de plata (2.0%) el tamaño de los precipitados formados es mayor al de la aleación con 0.5 % de plata.

Discusión de Resultados

5.1 *Envejecido Natural*

Las aleaciones Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag son susceptibles a envejecer a temperatura ambiente (envejecido natural). La figura 5.1 muestra el efecto de la adición de plata en la dureza de ambas aleaciones durante su envejecido natural con tiempos de hasta 16 000 horas (22.2 meses). Ambas aleaciones mostraron el mismo comportamiento de la dureza con el envejecido natural, es decir, un incremento inicial de la dureza hasta 6000 h (250 días) y posteriormente una estabilidad de la misma. Asimismo, las curvas de dureza no muestran diferencias significativas con la adición de plata, aunque la dureza mayor se presentó en la aleación con mayor contenido de plata. Este fenómeno ha sido atribuido a la formación de las zonas Guinier-Preston ^[53]. Estos resultados muestran que la aleación envejece a temperatura ambiente, lo que la hace inestable a temperatura ambiente, a pesar de que la cinética de precipitación es muy lenta. Prácticamente, para evitar la inestabilidad de aleaciones endurecibles por precipitación base Al (p.e 2024, 2026, 6064, 7075) se realizan tratamientos térmicos especiales (p.-e. T3, T4, T6, T8,)^[54]. Por otra parte, este comportamiento podría ser utilizado para un primer proceso (p.e maquinado o deformado) y en conocimiento de que la dureza del material va a incrementarse y estabilizarse a temperatura ambiente con un tiempo de hasta 16000h y más.

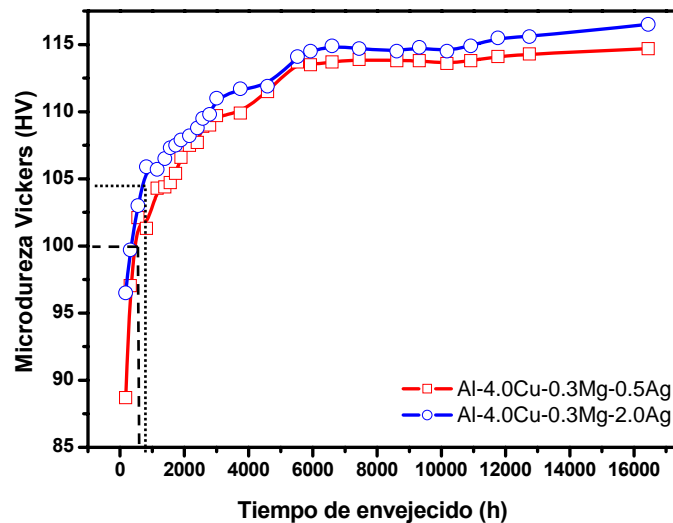


Figura 5.1. Comportamiento de la dureza con el tiempo de envejecido a temperatura ambiente para las aleaciones Al-4.0%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y Al-4.0%Cu-0.3%Mg-2.0%Ag

5.2 Envejecido Artificial

La figura 5.2 muestra un resumen de las curvas de envejecido en escala logarítmica de las aleaciones Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag (líneas punteadas) y Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag (líneas continuas), envejecidas a 150, 200 y 250°C. Dicha gráfica hace evidente el efecto de la adición de plata y la temperatura de envejecido. Es decir, se puede observar que las aleaciones envejecidas a menor temperatura (150 °C) son las que presentan una cinética de endurecimiento más lenta que a temperaturas superiores. Estos resultados son coherentes con la literatura ^[5], donde temperaturas de envejecido bajas inducen tamaños de precipitados menores, lo cual promueve una mayor dureza en las aleaciones. Mientras que, al aumentar la temperatura de envejecido se promueven tamaños de precipitados mayores, lo cual se reflejaría en una menor dureza. Cabe señalar que la difusión atómica se acelera con el incremento de la temperatura, lo cual se ve reflejado en la figura 5.3, en un menor tiempo de envejecido para que la dureza de las aleaciones disminuya (degradación de las propiedades mecánicas).

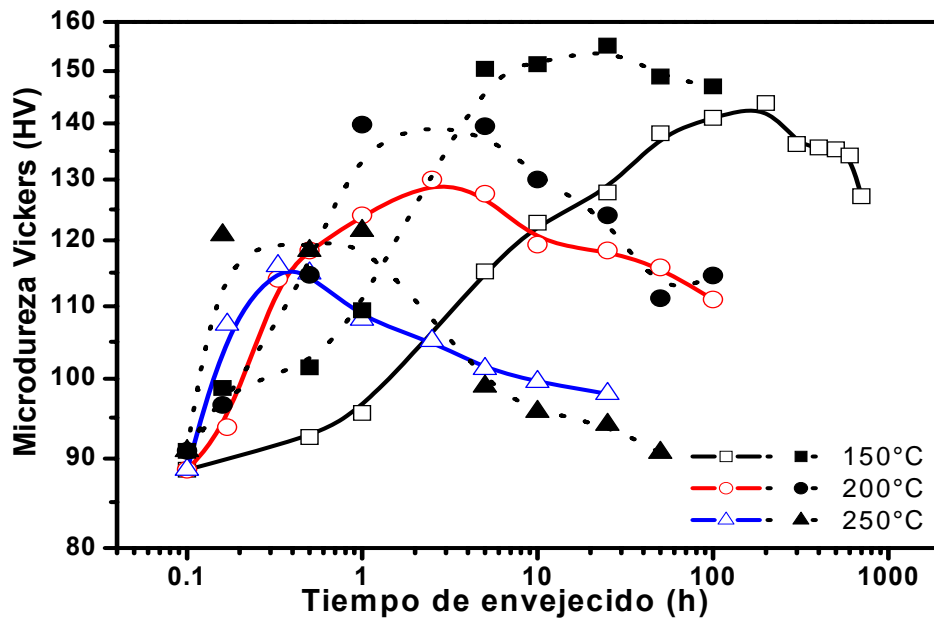


Figura 5.2. Comportamiento de la dureza en función del tiempo de envejecido para las aleaciones Al-4.0%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag (—) y Al-4.0%Cu-0.3%Mg-2%Ag (—).

Finalmente, la adición de plata promueve una mayor dureza a todas as temperaturas de envejecido. Este fenómeno ha sido reportado como se muestra en la figura 5.3, donde la dureza del material se mantiene con el aumento de la temperatura de envejecido. Asimismo, dicha figura resalta que el aumento de la temperatura de envejecido disminuye el pico de dureza máximo, lo cual confirma los resultados obtenidos en el presente trabajo [5].

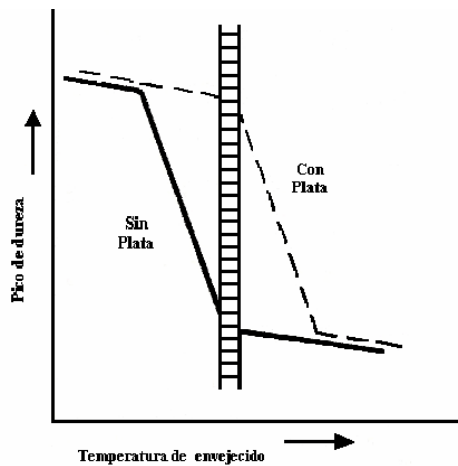


Figura 5.3. Pico de dureza con respecto al tiempo de envejecido para una aleación Al-Cu-Mg-Ag^[5]

El envejecido artificial (150-250 °C) muestra una cinética de precipitación más rápida que aquel realizado a temperatura ambiente. El comportamiento de la dureza con el transcurso del tiempo de envejecido puede explicarse de acuerdo a la formación y evolución de los precipitados, así como al sobre-envejecimiento de los mismos, lo anterior puede ilustrarse en base a la figura 2.8, la cual muestra la formación de los precipitados conforme pasa el tiempo de envejecido. Esta figura muestra que justo al alcanzar el pico de dureza se tiene la combinación de θ'' y θ' para una aleación Al-Cu. De igual manera, para las aleaciones en estudio, los principales precipitados reforzantes son Ω y θ' , donde la fase Ω es la fase dominante, la cual además de conferirle una dureza mayor, aumentando su estabilidad térmica y por ende sus propiedades mecánicas.

Asimismo, se realizó una comparación de las aleaciones empleadas con dos aleaciones de literatura Al-1.7Cu-0.3Mg y Al-1.7Cu-0.3Mg-0.1Ag^[31]. La figura 5.4 muestra claramente que los resultados obtenidos concuerdan con los reportados en bibliografía, haciendo evidente que la adición de plata aumenta la dureza del material. Los resultados obtenidos concuerdan con las observaciones realizadas por Ringer^[15], en los cuales muestra que al aumentar las concentraciones de plata, el endurecimiento aumenta en todas las aleaciones de aluminio conteniendo magnesio, ya que la plata estimula la precipitación de la fase Ω la cual promueve el endurecimiento en estas aleaciones.

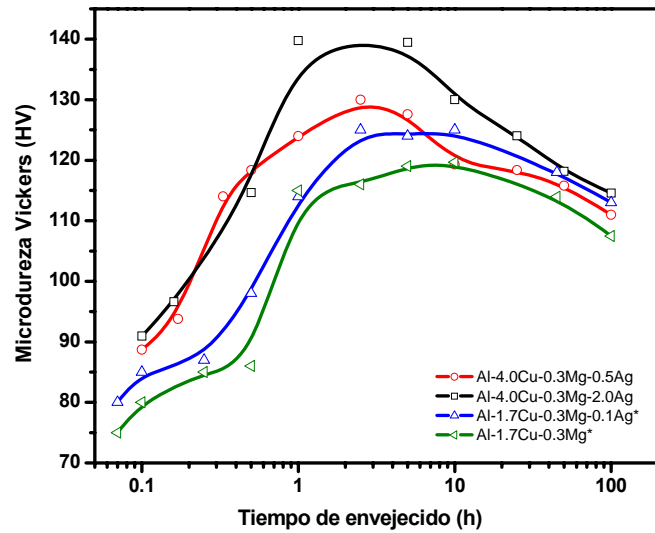


Figura 5.4. Comportamiento de la dureza en función del tiempo de envejecido de las aleaciones Al-4.0%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y Al-4.0%Cu-0.3%Mg-2.0%Ag en comparación con dos aleaciones de literatura ^[31], envejecidas por diferentes tiempos a 200 °C.

5.2.1 Identificación de la fase Ω

La identificación de las fases Ω y θ' se puede realizar de acuerdo a su morfología y orientación con la matriz. Los resultados muestran que la morfología de la fase Ω es similar a un prisma hexagonal, donde su altura es muy pequeña. La morfología hexagonal de la fase Ω en las micrografías en condición de campo claro de la figura 5.5 es fácilmente identificable. Mientras que, los lados del prisma (altura) pueden confundirse con la fase θ' . Sin embargo, la fase Ω , se encuentra alineada en las direcciones $\langle 111 \rangle$ de la matriz y la fase θ' en las direcciones $\langle 100 \rangle$ de la matriz. Por lo tanto, en las micrografías de la figura 5.5 en condición de campo claro de la aleaciones Al-4.0%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y Al-4.0%Cu-0.3%Mg-2.0%Ag envejecidas a 250 °C durante 25 y 50 horas, respectivamente, se puede observar claramente que la fase dominante (en mayor proporción) es la fase Ω .

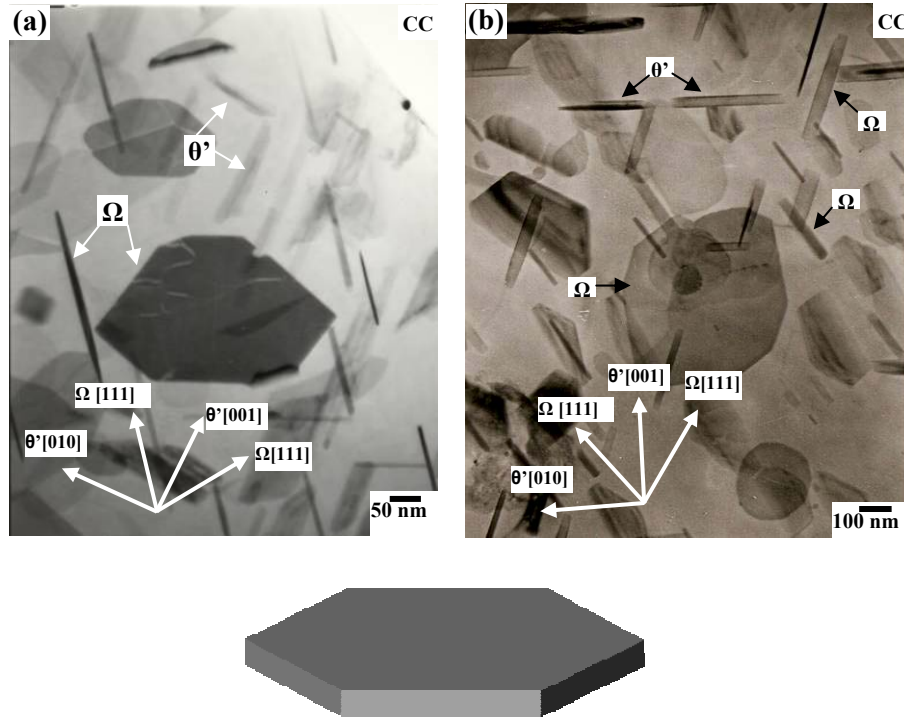


Figura 5.5. Micrografías de MET mostrando la morfología de la fase Ω en la aleación (a) Al-4.0%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y (b) Al-4.0%Cu-0.3%Mg-2.0%Ag envejecidas a 250 °C por 25 y 50 horas, respectivamente.

5.2.2 Evolución morfológica de la fase Ω

Como se ha mencionado, la fase Ω es el precipitado dominante en las aleaciones Al-Cu-Mg-Ag, de ahí su importancia en su estudio. Inicialmente, la fase Ω tiene forma de un prisma hexagonal. Con el tiempo de envejecido, la fase Ω crece hasta obtener intercaras redondeadas, lo cual es evidencia de que el precipitado es incoherente con la matriz (ver Fig. 5.6 para ambas aleaciones). Este hecho, no ha sido reportado en literatura y confirma la disminución en dureza de la aleación.

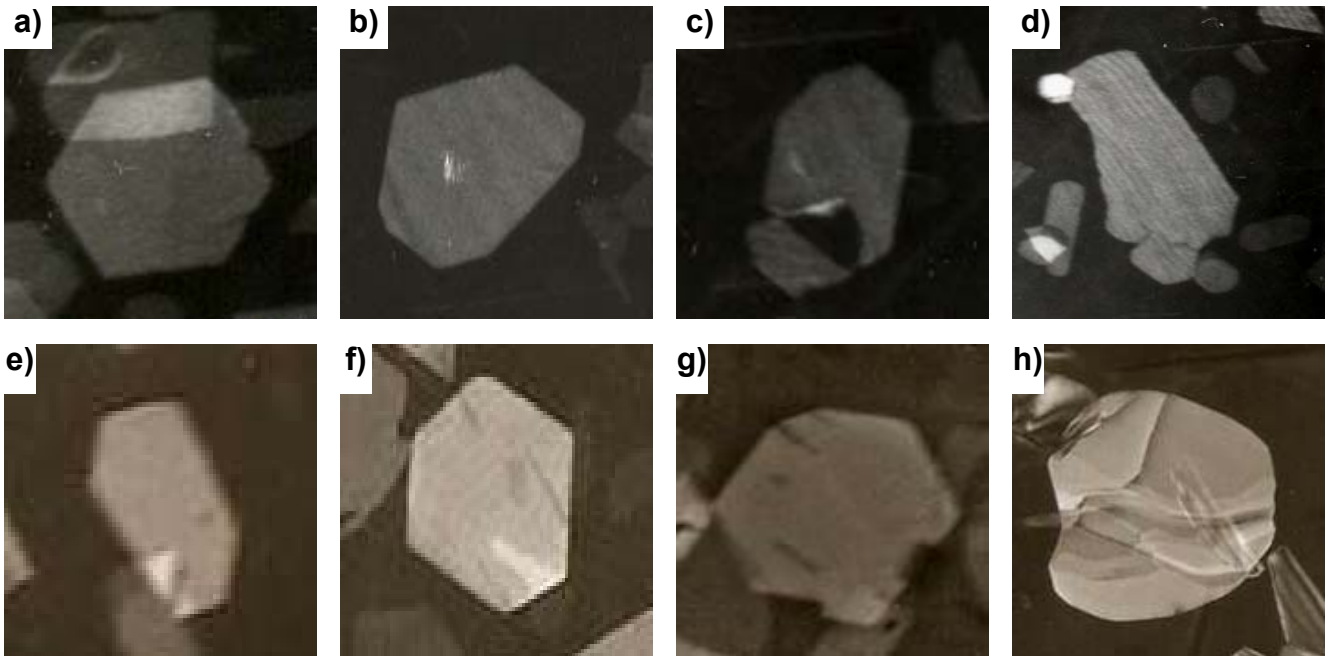


Figura 5.6. Micrografías de las aleaciones (a)-(d) Al-4%Cu-0.3%Mg-0.5%Ag y (e)-(h) Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag envejecidas a 250°C por diferentes tiempos.

5.2.3 Engrosamiento de la fase Ω

El análisis del cambio en área fue medido a partir de los precipitados hexagonales de la fase Ω con respecto al tiempo, para las aleaciones en estudio y se muestran en la figura 5.7. Dicha figura muestra un crecimiento del área promedio de la fase con respecto al tiempo de envejecido, donde la cinética de crecimiento es mayor a temperaturas mayores; es decir, la aleación con 2% Ag es la que presenta el mayor incremento en área a la temperatura de 250 °C, atribuido a una cantidad mayor de la fase Ω y una mayor movilidad de átomos a esta temperatura.

A partir del área hexagonal de cada tiempo y con su correspondiente espesor promedio, se determinó el volumen promedio de precipitados. Posteriormente, se obtuvo el radio promedio de precipitado considerando el volumen de una esfera. La misma consideración se tomó para

ambas aleaciones. La figura 5.8 muestra el crecimiento del radio promedio de los precipitados de la fase Ω en función del tiempo de envejecido. Las pendientes (m) calculadas a partir de ésta para la aleación Al-4%Cu-0.5%Mg-0.5%Ag envejecida a 200 y 250 °C fue de 0.33 y 0.26 respectivamente. Por otro lado, la pendiente de la aleación Al-4%Cu-0.3%Mg-2%Ag envejecida a 250 °C fue de 0.25.

De acuerdo a lo anterior se tiene que los valores de las pendientes obtenidos para ambas aleaciones son muy cercanos a los predichos por la teoría de engrosamiento LSW. Por lo que resulta que la cinética de crecimiento de los precipitados de la fase Ω esta controlado por un mecanismo de difusión para las dos aleaciones empleadas, lo cual confirma lo propuesto por la teoría LSW, donde el radio de partícula promedio, \bar{r} , aumenta con el tiempo, t, de acuerdo a la siguiente relación:

$$\bar{r}^3(t) - \bar{r}^3(0) = K t$$

donde $\bar{r}(0)$ es el radio de partícula promedio a un tiempo cero, K es la constante cinética la cual esta en función de la temperatura. Cuando el engrosamiento es controlado por difusión, $m=0.33$, y obedece la ley temporal de $t^{1/3}$. [50,51]

Finalmente, se puede establecer que la disminución de las propiedades mecánicas (dureza) en las aleaciones en estudio se atribuye al engrosamiento de la fase Ω , siendo esta fase dominante durante los tratamientos térmicos de envejecido.

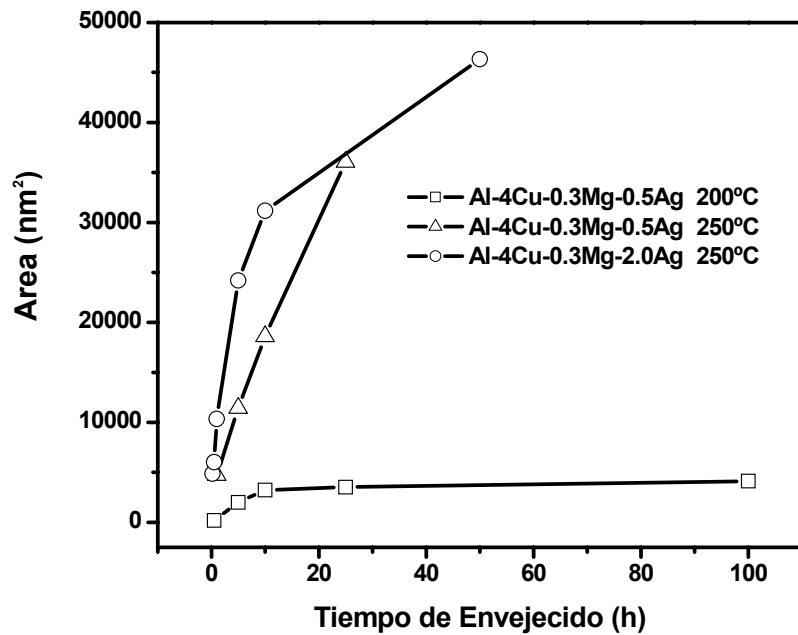


Figura 5.7. Gráfica del Área de los precipitados hexagonales de la fase Ω en función del tiempo de envejecido para las aleaciones con contenido de plata de 0.5 y 2.0 % Ag envejecidas a 200, 250 y 250 °C respectivamente.

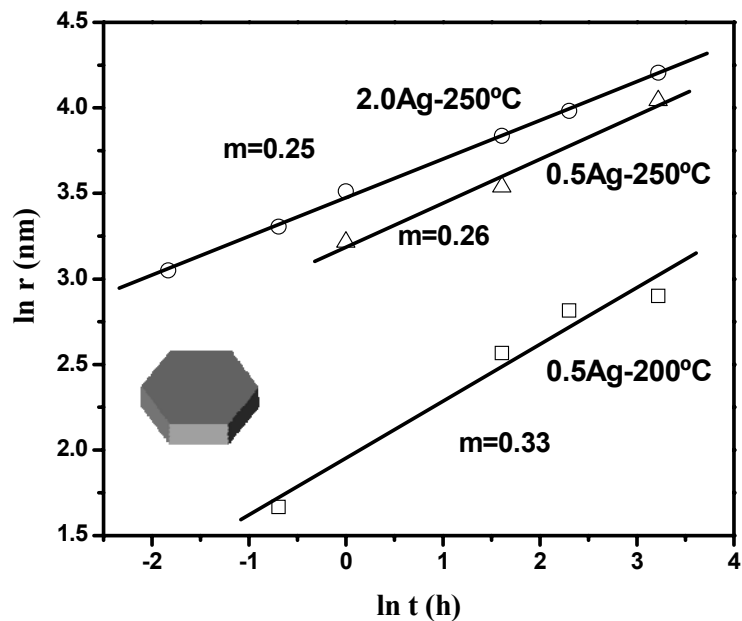
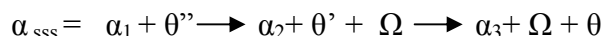


Figura 5.8. Cinética de engrosamiento de los precipitados hexagonales de la fase Ω para las aleaciones con contenido de plata de 0.5 y 2% Ag envejecidas a 200 y 250 °C.

Conclusiones

De acuerdo a la experimentación realizada y a la caracterización por Microscopía Electrónica de Barrido, Microscopía Electrónica de Transmisión, Difracción de Rayos X y Microdureza Vickers sobre las aleaciones Al-4%Cu-0.5%Mg modificadas con 0.5 y 2.0Ag (% peso) y al análisis de los resultados obtenidos, se llegó a las siguientes conclusiones:

1. La secuencia de precipitación de fases en las aleaciones Al-4%Cu-0.5%Mg-0.5%Ag y Al-4%Cu-0.5%Mg-2%Ag se lleva a cabo de la siguiente manera:



2. La cinética de engrosamiento de los precipitados de la fase Ω ocurre mediante el proceso de engrosamiento y es controlado por el mecanismo de difusión para las dos aleaciones empleadas, lo cual confirma lo propuesto por la teoría LSW.
3. La disminución en dureza se atribuye al engrosamiento de la fase Ω y a la pérdida de coherencia de los mismos
4. Las aleaciones Al-4%Cu-0.5%Mg-0.5%Ag y Al-4%Cu-0.5%Mg-2%Ag son susceptibles al envejecido natural, alcanzando una dureza máxima de 113 y 115 VHN después de 16000h (22.2 meses), respectivamente.
5. La adición de plata al sistema de aleación Al-4%Cu-0.5%Mg promueve un incremento en dureza para todos los tiempos y temperaturas de envejecido.
6. La fase Ω es la fase dominante en ambas aleaciones, atribuyendo el pico de dureza a la coexistencia de las fases Ω y θ' .
7. La fase Ω tiene una morfología de prismas hexagonales con una altura de una placa. La cara hexagonal tiene intercaras planas alineadas en las direcciones de la matriz $\langle 311 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ y $\langle 220 \rangle$. Mientras que, las caras del prisma hexagonal (placas) se alinean solamente en las direcciones $\langle 111 \rangle$.

Referencias Bibliográficas

1. Quiong Li and F.E. Warner, *Journal of Materials Science*, Vol 32, pp 301-309, 1991.
2. Página Web: Aluminio
<http://www.unsam.edu.ar/cursoitalia/Alu.doc>
3. Toyohiko J. Konnoy, Masahiro Kawasakiz and Kenji Hiragay, *Philosophical magazine B*, Vol. 81, pp. 11, 2001.
4. C.R.Hutchinson, X. Fan, S.J. Pennycook and G.J. Shiflet, *Acta mater* Vol. 49, pp.2827-2829, 2001.
5. B. Zlaticanin, S. Duric, B. Jordovic and B. Radonjic, *Communications Ltd. Published by maney for the Institute of Metrials, Minerals and Mining*, pp. 10-15, 2003.
6. A. Garg and M. Howe, *Acta Metall. Mater.* Vol. 39, pp. 1991
7. Song Min, Chen Kang-Hua, Huang Lan-Ping, “Effects of Ag additions on Mechanicals Properties and Microstructures of Al-Cu-Mg-Ag Alloys”, *Trans Nonferrous Met. Soc. China* 16, 2006.
8. Gao X. Nie J.F., Muddle B.C., “The Effect of Si additions on Ω precipitation in Al-Cu-Mg-(Ag) Alloys” *Mater Sci Forum* 217-222, 1996
9. Callister William, “Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales”, Ed. Reverté, Tercera edición, pp. 74, 349-355, 375-378, Barcelona España, 2001.
10. Página Web: Aleaciones de Aluminio
<http://www2.ing.puc.cl/icm cursos/metalurgia/apuntes/cap5/50/>
11. Askeland Donald, “La ciencia e ingeniería de los materiales”, Grupo editorial iberoamericana, primera edición, pp. 235-239. E.U., 1985.

-
-
12. A. Garg and M. Howe, "Clustering and Segregation of Mg and Ag atoms during the Precipitation Processes in Al(-Li)-Cu-Mg-Ag Alloys", *Acta Metall. Mater.* 39, 1991
 13. W. Martin, "Precipitation Hardening", Pergamon Press, primera edición , pp. 45-47, Gran Bretaña, 1968.
 14. D.H. Xiao, J.N. Ding and S.P. Chen, "Effect of Cu content on the mechanical properties of an Al-Cu-Mg-Ag alloy", *Journal of Alloys and Compounds* 343(2002)77-81, published by Elsevier Science B.V. 2002.
 15. S.P. Ringer, W. Yeung, B.C. Muddle and I.J. Polmear, "Precipitate stability in Al-Cu-Mg-Ag alloys aged at high temperatures", *Acta metall. Mater.* Vol 42, No. 5, pp 1715-1725, Australia, 1994.
 16. Gao X. Nie J.F., Muddle B.C., "The Effect of Si additions on Ω precipitation in Al-Cu-Mg-(Ag) Alloys" *Mater Sci Forum* 217-222, 1996.
 17. Hirose S., Sato T., Kamio A., "Classification of the Role of Microalloying Elements in Phase Decomposition of Al Based Alloys", *Acta Mater*, 48(8), 2000.
 18. Yang H.L., Wang J.N., "Study on Solution Heat Treatment temperature of New Al-Cu-Mg-Ag Alloy", *Ordnance Material Science and Engineering*, 26(1), 2003.
 19. H.D. Chopra, B.C. Muddle, I.J. Polmear, *Acta Mater*, 1995
 20. K. Raviprasad, C.R. Hutchinson, T. Sakurai, "Precipitation Processes in Al-2.5Cu-1.5Mg (wt%) Alloy Microalloyed with Ag and Si", *Acta Materialia* 51, 2003.
 21. L.F. Modolfo, "Aluminum Alloys: Structure and Properties", London, Butterworths, 1976.
 22. Y.A. Bagaryatzky, *Zhn Tekhn Fiziki*, *Acta Materialia*, 18:827, 1948.
 23. R.N. Wilson, P.G. Partridge, *Acta Metall*, 13:1321-7, 1965.
 24. A.K. Gupta, P. Gaunt, M.C. Chaturvedi, *Philos. Mg. Lett*, 79:639-48, 1999.
 25. C.R. Hutchinson, S.P. Ringer, K. Hono, *Metall. Mater. Trans.*, 31A:2721-33, 2000
 26. N. Sen, D.R.F. West, *J. Institute of Metals*, 97: 87-92, 1969.
 27. L. Kovarik, M.K. Miller, S.A. Court y M.J. Mills, "Origin of Modified Orientation Relationship for $S(S')$ -Phase in Al-Mg-Cu alloys, 54, 1731-1740, 2006.

-
-
28. S.P. Ringer, K. Hono, T. Sakura e I.J. Polmear, “Microstructural Evolution and Age Hardening in Aluminium Alloys: Atom probe Field-Ion Microscopy and Transmission Electron Microscopy Studies”, *Scripta mater*, 36, 517, 1997.
 29. S.P. Ringer, S.K. Caraher, I.J. Polmear, *Scripta Mater.*, 39:1559, 1998.
 30. L. Kovarik, P.I. Gouma, C. Kisielowski, S.A. Court y M.J. Mills, “A HRTEM Study of Metastable Phase Formation in Al-Mg-Cu Alloys During Artificial Aging”, *Acta Materialia*, 52:2509-2520, 2004.
 31. R.N. Lumley, I.J. Polmear, “The effect of long term creep exposure on the microstructure and properties of an underage Al-Cu-Mg-Ag Alloy”, *Scripta Materialia* 50, 1227-1231, 2004.
 32. M. Murayama and K. Hono, “Three Dimensional Atom Probe Analysis of Pre-Precipitate Clustering in an Al-Cu-Mg-Ag Alloy”, *Scripta Materialia*, Vol. 38, Elsevier Science, *Acta Metallurgica*, 1998.
 33. L. Reich, M. Murayama and K. Hono, “3DAP study of the effect of Mg and Ag additions on precipitation in Al-Cu(-Li) alloys”, National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen, Tsukuba 305-0047, Japan, 1996.
 34. S.P. Ringer, B.C. Muddle and I.J. Polmear, “Effects of Cold Work on Precipitation in Al-Cu-Mg-(Ag) and Al-Cu-Li-(Mg-Ag) alloys”, *Metallurgical and Materials Transactions*, Vol 26A, Australia, 1994.
 35. A. Garg and M. Howe, “Clustering and Segregation of Mg and Ag atoms during the Precipitation Processes in Al(-Li)-Cu-Mg-Ag Alloys”, *Acta Metall. Mater.* 39, 1991
 36. K.T. Moore, J.M. Howe, D.R. Veblen, “Philosophical Magazine” (Taylor and Francis Journals), número 82, pp. 13 –33, AÑO.
 37. D.H. Xiao, J.N. Wang, D.Y. Ding y S.P. Chen, “Effect of Cu Content on the Mechanical Properties of a Al-Cu-Mg-Ag Alloy” *Journal of Alloys and Compounds* 343, 2002.
 38. V.V. Teleshov, D.A. Andreev and A.P. Golovleva, “Effect of Chemical Composition on the Strength of Alloys of the Al-Cu-Mg-Ag System After Heating at 180-210 °C”, *Metal Science and Heat Treatment* Vol 48, 2006.

-
-
39. R.M. Aikin Jr. and M.R. Plichta, "Concurrent Size and Shape Coarsening of γ' in Al-Ag", *Acta metal. Mater.* Vol. 38 No. 1, 1990.
 40. W.M. Stobbs and G.R. Purdy, *Acta metal*, 22-957, 1978.
 41. R.W. Fonda, W.A. Cassada y G.J. Shiflet, *Acta Metall. Mater*, 40, 1992.
 42. L. Reich, M. Murayama y K. Hono, *Acta Mater.*, 46, 1998
 43. Página Web: Ostwald ripening
http://www.en.wikipedia.org/Ostwald_ripening
 44. M. Doi, "Elasticity Effects on the Microstructure of Alloys Containing coherent Precipitates", *Progress in Materials Science*, vol. 40, pp. 151-180, Great Britain, 1996.
 45. A. Baldan, "Review Progress in Ostwald Ripening Theories and their Applications to the γ' Precipitates in Nickel-Base Superalloys, Part II Nickel-Base Superalloys", *Journal of Materials Science*, Vol. 37, pp. 2379-2405, 2171-2202, 2002.
 46. Lifshitz y V. Slyozov, "The Kinetics of Precipitation From Supersaturated Solid Solutions", *Journal of Phys, Chem, Solids*, vol. 19, pp. 35-50, 1961.
 47. V. C. Wagner, "Theorie der Alterung von Niederschlägen Durch Umlösen", *Z Electrochemic*, vol. 65, pp. 581-591, 1961.
 48. Y. Wang and A. G. Khachaturyan, "Shape Instability During Precipitate Growth in Coherent Solids", *Acta Metallurgica and Materialia*, vol. 43, No. 5, pp. 1837-1857, 1995.
 49. V. Vaithyanathan, "Phase-Field Simulations of Coherent Precipitate Morphologies and Coarsening Kinetics", A Thesis Materials Science and Engineering, The Pennsylvania States University, May 2002.
 50. Anderson, J.C. y Leaver, K.D., "Ciencia de los Materiales", Ed. Limusa, México, D.F., pp. 316-318, 334-336, 1998.
 51. Jena, A.K., y Chaturvedi, M.C., "Phase Transformations In Materials", E.U., New Jersey, Ed. Prentice Hall, Inc., pp. 1, 300-331, 1992.
 52. J. A. Marqusee y J. Ross, *J. Chem. Phys.* vol. 80, pp. 536-546, 1984.
 53. Porter D.A., "Phase Transformations in metals and Alloys", Ed. Chapman & Hall, Segunda edición, pp.304-308.
 54. Página Web: Tatamientos térmicos
<http://www.alu-stock.es/tecnica/estadosbasicos.html>