

Obtención de una microestructura nueva en la aleación Zn - 40 %at. Al - 1.5 %at. Cu

J.A. Aragón^a, J.R. Miranda^b y A. García - Bórquez^c

^aÁrea de Ciencia de Materiales, ^bDepto. de Electrónica: Univ. Autónoma Metropolitana, Unidad Azcapotzalco, Av. San Pablo N 180, Col. Reynosa Tamaulipas, 02200 México, D.F.

^cDepto. de Ciencia de Materiales: ESFM - IPN:

Edif. 9 Zacatenco, 07738, México, D. F.

e-mail: alja@correo.azc.uam.mx, jrmt@correo.azc.uam.mx, borquez@esfm.ipn.mx

Recibido el 18 de noviembre de 2005; aceptado el 4 de mayo de 2007

En una investigación previa se encontraron unas cuantas partículas aciculares en la microestructura de la aleación Zn - 40 %at. Al - 1.5 %at. Cu, al ser mantenida a los 376°C y enfriada posteriormente en el horno. Los objetivos del presente trabajo consisten en establecer el tiempo óptimo de tratamiento que permita obtener una microestructura con dicho microconstituyente en mayor cantidad y uniformemente distribuido, realizar la caracterización básica mecánica relativa y por difracción de rayos X durante su formación, y microanálisis con EDS de los componentes de la microestructura finalmente obtenida en la aleación Zn - 40 %at. Al - 1.5 %at. Cu. Una placa de esta aleación con estructura de colada fue laminada en varios pasos para destruir fácilmente su estructura con los tratamientos térmicos posteriores. Laminitas de esta liga fueron tratadas a distintos tiempos a las temperaturas de 359, 376 y 380°C y se enfriaron después lentamente en el horno. Las microestructuras de laminación y las logradas con los tratamientos fueron analizadas y se establecieron sus durezas Rockwell 15T y las microdurezas Vickers de sus componentes. Se estableció que la microestructura de interés se obtiene con un tratamiento de 50 horas a los 376°C, y es nueva porque uno de sus componentes, el acicular, tiene una distribución, forma, tamaño, cantidad y tipo distintos a los de cualquier integrante de las microestructuras de la aleación tratada a distintos tiempos a los 359 y 380°C. En la microestructura nueva, el componente acicular incrementa la dureza de la mayoría de componentes que lo embeben y es de fase β de alta temperatura. La temperatura de 376°C disminuye el ablandamiento relativo, que es ocasionado normalmente por el incremento del tiempo a temperatura constante en los metales previamente laminados, y produce una microestructura terminal más dura.

Descriptor: Microestructura; aleaciones Zn - Al - Cu; tratamientos térmicos.

In a previous investigation, some acicular particles were found in the microstructure of Zn - 40%at. Al - 1.5%at. Cu alloy, when it is maintained at 376°C and later cooled in the furnace. The aims of the present work are to establish the optimal treatment time to obtaining a microstructure with such micro - constituent in a high quantity and uniformly distributed, to realize relative mechanical basic characterization and by X - rays diffraction during its formation, and EDS microanalysis in integrants of the microstructure finally obtained in Zn - 40%at. Al - 1.5%at. Cu alloy. A plate of this alloy in as - cast condition was rolled in several steps for eliminate more easily its structure with heat treatments applied later. Little sheets of this alloy were maintained different times at 359, 376 and 380°C, and they were cooled off later in the furnace. The microstructures produced were analysed and photographed, and their Rockwell 15T hardness and Vickers micro-hardnesses in their components settled down. It was established that wished microstructure is obtained with the thermal treatment by 50 hours at 376°C. It is a new microstructure because one of its component, the acicular integrant, has a distribution, size, form, quantity and type that are different to those of any integrant of microstructures of alloy treated different times at 359 and 380°C. The acicular integrant increases the hardness of most components imbibed it, and it is the high - temperature β phase. The treatment at 376°C diminishes the relative softening that is normally caused by the increase of treatment time at constant temperature in metals previously rolled, and produce an alloy that is slightly more hard.

Keywords: Microstructure; Zn - Al - Cu alloy; thermal treatments.

PACS: 81.40.Gh; 64.70.Kb; 82.80.Ej; 61.20.Lc

1. Introducción

En los últimos años se han investigado las aleaciones binarias ricas en zinc, con alto contenido de aluminio, y modificadas o no con pequeñas cantidades de elementos de aleación (Cu, Mg y/o Si). Algunas de estas ligas presentan propiedades interesantes, por ejemplo: las aleaciones ZA tienen propiedades similares a las de ciertos bronce, que son empleados para bujes y en aplicaciones que requieren piezas con adecuada resistencia al desgaste y pueden también elaborarse por medio de procesos distintos [1].

Entre las aleaciones base Zn - Al estudiadas, destaca la liga de composición eutéctico Zn - 40.6 %at. Al, la cual tie-

ne el atractivo de poseer la propiedad superplástica. Por otro lado, en un material se pueden definir 4 distintas estructuras según la escala de su estudio. Éstas son: la estructura atómica, de enlace, la de disposición de partículas en el espacio y la que podría nombrarse como "microestructura" - véanse los primeros capítulos de libros de introducción a la ciencia de materiales o a la ciencia e ingeniería de materiales [2] -. La microestructura se define apropiadamente en materiales cuya tercera estructura es un acomodo ordenado y periódico de sus átomos y, en su forma más simple, es un conjunto de granos y límites de grano. La microestructura es la única estructura de las cuatro mencionadas que se observa con microscopios ópticos o electrónicos, y sus atributos son cinco,

a saber: la forma, tamaño, cantidad, distribución y el tipo de sus constituyentes.

La liga Zn - 40.6 %at. Al preparada por colada convencional y homogeneizada durante 50 horas a los 350°C, tiene una microestructura eutectoide de laminillas alternadas de fases α y η , que resulta de la transformación $\beta \rightarrow \alpha + \eta$ a los 275°C (Fig. 1): las fases α y η son, respectivamente, soluciones sólidas ricas en aluminio y zinc a la temperatura ambiente [3]. Si esta liga se solubiliza a una temperatura por encima de los 275°C y se enfría después rápidamente, en un medio que es una mezcla de agua y hielo a los 0°C, presenta una microestructura de granos equidimensionales diminutos de fases α y η a la temperatura ambiente [4]. Pero, cuando esta aleación se enfría desde una temperatura mayor a los 275°C a rapidezces menores, su microestructura es una combinación de subestructura eutectoide y granos equidimensionales [5].

La microestructura de la aleación Zn - 40.6 %at. Al modificada con 1.5 %at. Cu, elaborada por colada convencional y homogeneizada ulteriormente, es un conjunto de dominios de laminillas alternadas de fases α y η , y partículas esféricas y pequeñas de intermetálico ϵ , CuZn_4 , a la temperatura ambiente: una cierta cantidad del Cu añadido entra en solución en las fases α y η y el resto forma con Zn el intermetálico, por lo que ciertas zonas tienen subestructura eutectoide mal formada. El Cu tiene también el efecto de disminuir la temperatura de inicio de la transformación eutectoide [6].

Los cortes isotérmicos del sistema ternario Zn - Al - Cu en las Figs. 2 y 3, informan que la solución sólida (Al, Zn) constituye a la aleación eutectoide binaria más rica en Zn y modificada con el 1.54 %at. Cu a los 370 y 385°C. El corte vertical en aproximadamente 1.54 %at. Cu, propuesto por Gebhardt [7], muestra que dicha liga es una mezcla de una fase ϵ y una solución sólida rica en aluminio, (Al), entre los 340 y 370°C, y es sólo fase (Al) arriba de esta última temperatura. Ambas fases (Al, Zn) y (Al) son referidas actualmente como la fase β [8].

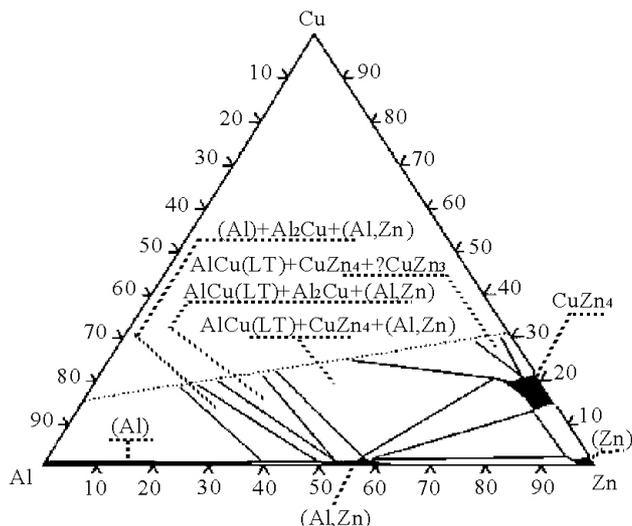


FIGURA 2. Corte isotérmico en los 370°C del sistema ternario Al-Zn-Cu, Hanson [7].

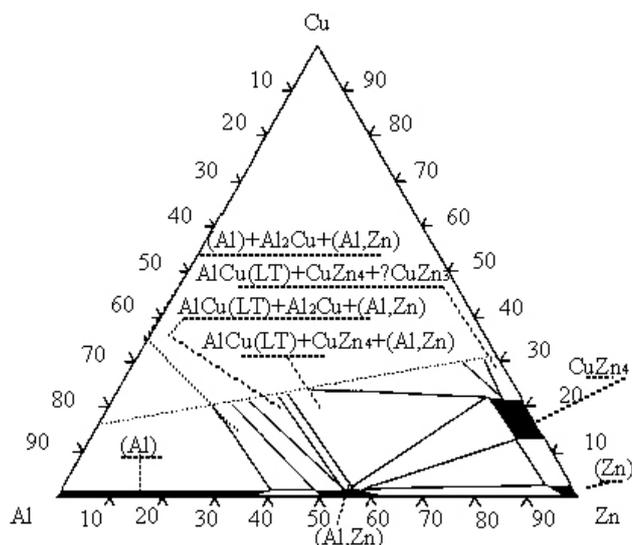


FIGURA 3. Corte isotérmico en los 385°C del sistema ternario Al-Zn-Cu, Hanson [7].

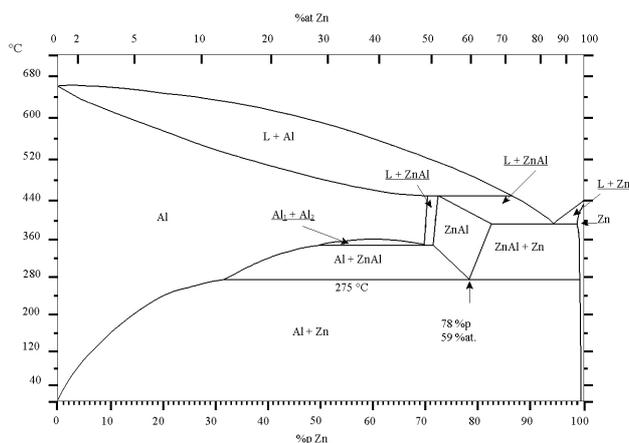


FIGURA 1. Diagrama de equilibrio del sistema Al-Zn, propuesto por Presnyak *et al.* [2]. Las fases ZnAl, Zn y Al se expresan actualmente como β , η y α , respectivamente.

En este artículo se expone el trabajo realizado para establecer el tiempo adecuado para la formación de una microestructura nueva, que tiene constituyentes aciculares uniformemente distribuidos, la caracterización mecánica básica relativa y por el análisis de difracción de rayos X hasta su formación, y además el microanálisis con EDS de la estructura en la liga Zn - 40 %at. Al - 1.5 %at. Cu: elaborada por colada convencional, laminada, mantenida 50 horas a los 376°C y enfriada lentamente en el horno. Se usa el adjetivo “nueva” porque la microestructura lograda, con el tratamiento termomecánico empleado, tiene un componente con todos sus atributos - forma, tamaño, tipo, cantidad y distribución - distintos a los de componentes de las microestructuras convencionales de esta liga y descritas en esta sección.

TABLA I. Componentes microestructurales observados en la aleación, según el tiempo y la temperatura de su tratamiento.

Temperatura (°C)	Estla	Tiempo de permanencia a la temperatura - horas -			
		2	10	20	50
359	CD	PF, PG, ZC Y ZG	PF, PG, ZC y ZG	PF, PG, ZC y ZG	PF, PG, ZC y ZG
376	CD	PF, PG, ZC Y ZG	PF, PG, ZC, ZG y Ca	PF, PG, ZC, ZG y Ca	PF, PG, ZC, ZG y Ca
380	CD	PF, PG, ZC Y ZG	PF, PG, ZC, ZG y Ca	PF, PG, ZC, ZG y Ca	PF, PG, ZC y ZG

Estla \equiv estructura original de laminación; CD \equiv componentes diminutos de tonalidades gris y clara; PF \equiv perlita fina; PG \equiv perlita gruesa; ZC \equiv zonas claras; ZG \equiv zonas grises, y Ca \equiv componente acicular.

TABLA II. Resultados del microanálisis con EDS de los CD en la estructura de laminación - Estla -.

Elemento	Composición promedio	
	CD claro	CD gris
Zn (%at)	95.29	34.70
Al (%at)	3.21	64.04
Cu (%at)	1.49	1.26

CD \equiv componente diminuto; at \equiv atómico

2. Desarrollo experimental

Se empleó un lingote de la aleación Zn - 40 %at. Al - 1.5 %at. Cu que tenía dimensiones iniciales de $0.8 \times 8 \times 15$ cm y estructura de colada. El lingote fue deformado en varios pasos con el fin de destruirle más fácilmente la estructura de colada: se empleó una laminadora marca FENN, una velocidad de laminación de 3.3 rpm y el proceso se realizó a la temperatura constante de 180°C ; el grosor de esta pieza fue reducido aproximadamente 0.80 mm en cada paso, hasta obtener una lámina de 0.5 mm de grosor. Después se cortaron muestras de $1.7 \text{ cm} \times 1.7 \text{ cm}$ de la lámina obtenida y pares de las mismas fueron mantenidos durante tiempos distintos a los 359 ± 0.5 , 376 ± 0.5 y $380 \pm 0.5^\circ\text{C}$: estas temperaturas de tratamiento fueron establecidas en una investigación previa, empleando la información contenida en el diagrama de calorimetría diferencial, obtenido para una muestra de 12.6 mg de esta aleación en un equipo Dupont 910S [9]. Una vez completados los tratamientos de los pares de muestras, éstos se enfriaron lentamente en el horno.

Una probeta de cada par de muestras fue preparada para los estudios metalográficos. En el desbaste y pulido se usaron lijas y alúmina de distintas granulometrías y paños de microcloth. Las estructuras fueron reveladas por inmersión de las probetas durante 3 segundos, en una sustancia que era una mezcla de 1 ml de ácido clorhídrico, 1 ml de ácido fluorhídrico y 18 ml de alcohol etílico: este reactivo imparte tonalidad clara a regiones ricas en cinc, y gris, a las abundantes en aluminio, como fue establecido en un trabajo previo [10].

Las microestructuras fueron observadas, coloreadas artificialmente - para aumentar su nitidez y contraste-, analizadas y fotografiadas a distintos aumentos en un microscopio óptico

Olympus PMG3. Posteriormente, todas las fotografías fueron capturadas con un scanner hp1100A, convertidas a blanco y negro y mejoradas con los programas Camedia Master, versión 4.03, de Olympus, y Photo editor de Microsoft en una computadora Dell Pentium 4. Además, cada una de las muestras elegidas fueron caracterizadas a temperatura ambiente con la difracción de rayos X, en un equipo D - 500 de Siemens y bajo las condiciones siguientes: voltaje de 30KV y 20 mA, ánodo de Cu, tiempo de medición de 0.8 s. y tamaño de pasos de 0.03 grados. Enseguida se midió la microdureza Vickers en los integrantes microestructurales y la dureza superficial Rockwell 15T de cada probeta a la temperatura ambiente. La dureza fue medida con un equipo Mitutoyo; la microdureza, con un equipo Micromet 2003 de Buehler y una carga de prueba de 10 g.

Por último, se realizó el microanálisis con EDS en algunos integrantes de la aleación laminada, tratada 2 horas a los 376°C , 50 horas a los 360°C y 50 horas a los 376°C . Se fotografiaron también las regiones donde se realizó el microanálisis. Se empleó para esto un microscopio electrónico de barrido LEO 440 (Leica - Zeiss), equipado con un detector de rayos X de estado sólido Oxford.

3. Resultados y análisis

En la Tabla I se presentan los componentes que fueron observados en las microestructuras de la aleación con los microscopios óptico y electrónico, después de que ésta fue mantenida a diferentes tiempos a las tres temperaturas de tratamiento y enfriada ulteriormente en el horno hasta la temperatura ambiente (TA): las siglas que identifican los integrantes se definen en la parte baja de la tabla.

En la estructura de laminación, los CD estaban orientados hacia la dirección principal de deformación. Una micrografía de esta estructura, identificada por Estorila, se presenta en la Fig. 4. El microanálisis con EDS informó que los CD de tonalidad clara eran una aleación ternaria muy rica en Zn; los de tonalidad gris, una aleación ternaria rica en Al, con alto contenido de Zn y baja cantidad de Cu, véase la Tabla II. Esta estructura también tenía fase τ' , como lo reveló el diagrama de difracción de rayos X correspondiente - identificado por "Estla" en las Figs. 5 y 6-, dado que exhibe un pico en el ángulo $2\theta = 44.39^\circ$ para esta fase. Pero esta fase no se ubicó en la microestructura al observarla con los microscopios.

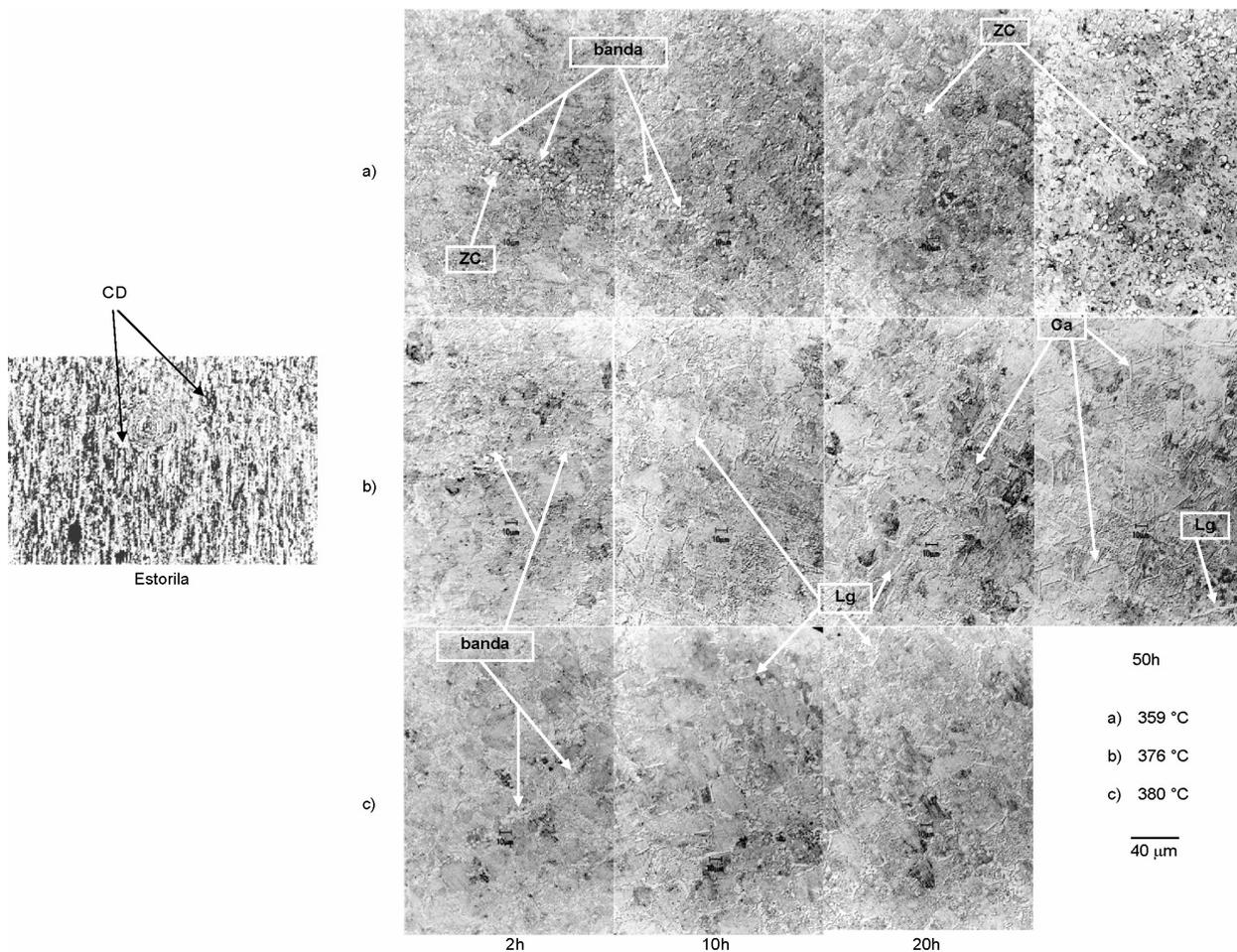


FIGURA 4. Fotomicrográficas de regiones que representan las microestructuras de la aleación a la temperatura ambiente, logradas con los tiempos y temperaturas de tratamiento. Lg, límite de grano. El significado de las otras siglas está en la Tabla I.

Por otro lado, la microdureza Vickers (mV) pudo ser evaluada solamente en grupos de los CD, porque éstos eran más pequeños que el tamaño de la huella que producía la prueba. Su mV promedio está en las Figs. 8, 9 y 10. El valor de dureza Rockwell 15T determinado para esta estructura está identificado por Estla en la Fig. 10.

Someter la aleación durante dos horas a cualquiera de las tres temperaturas empleadas causó el cambio de la microestructura de laminación a otras con aproximadamente el mismo número, tipo y disposición de componentes a TA - véanse las fotografías de la primera columna, identificada en su parte inferior por “2h” en la Fig. 4 -. Los rasgos distintivos de las microestructuras fueron: las ZC y ZG tenían tamaño pequeño, forma irregular, estaban más o menos alternadas y formaban bandas - éstas se observaron en baja cantidad y estaban orientadas hacia la dirección principal de laminación; pero, fueron más anchas y largas y en mayor número cuando la liga fue tratada a los 359°C. El grosor promedio de las laminillas de la PF y PG fue mayor al aumentar la temperatura de tratamiento: las colonias de la PF fueron más pequeñas cuando la liga fue mantenida a los 359°C y, por eso, no fue posible evaluar la microdureza de este componente. La sub-

estructura tipo perlita en torno a las bandas estuvo mal formada en la aleación cuando fue tratada 2 horas a los 359 y 380°C, aún más cuando se empleó la temperatura de 359°C.

Además, la permanencia de la aleación durante 2 horas a cualquiera de las tres temperaturas, produjo la desaparición de la fase τ' y la formación de las soluciones sólidas η , α y la fase ϵ . Esta información se obtuvo de los difractogramas de rayos X correspondientes: no tienen un pico en $2\theta = 44.39^\circ$, que si está en el difractograma de la estructura de laminación; presentaron picos en ángulos 2θ que corresponden a las fases η y α , y en los ángulos 2θ de $42.2, 57.5, 67.8, 77.8$ y 83° de la fase ϵ , Fig. 5. Las fases η y α constituían respectivamente las laminillas claras y oscuras de la subestructura tipo perlita en las microestructuras. No fue posible establecer con los microscopios en qué sitios de la microestructura se encontraba la fase ϵ . Se supuso entonces que la fase ϵ era las ZC en bandas, pero el microanálisis con EDS de dichas regiones en la aleación tratada 2 horas a los 376°C, informó que esas zonas no eran dicha fase: algunas de éstas eran una aleación ternaria rica en Zn, con alto contenido atómico de Al y baja cantidad de Cu, y otras, una composición aproximada a la de la fase ZnAl - que debe ser estable a las temperaturas por encima de

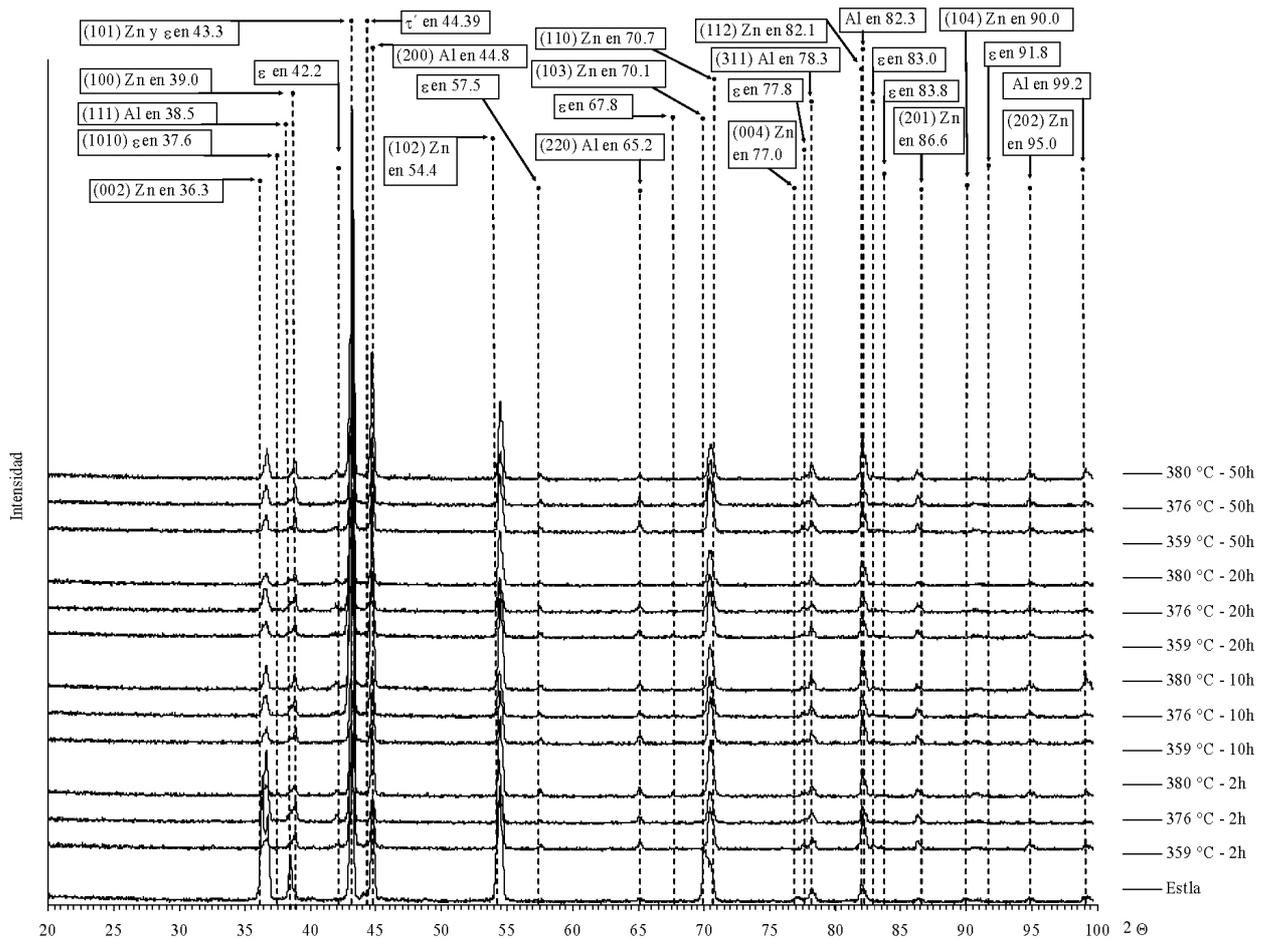


FIGURA 5. Difractogramas obtenidos a la temperatura ambiente para la liga con la microestructura de laminación (Estla) y tratada los tiempos y temperaturas distintos.

los 275°C, según el diagrama de fases del sistema binario Al - Zn propuesto por Presnyakv, Fig. 1 -, pero con una baja proporción atómica de Cu, véase la Tabla III.

Entonces, se determinó que la fase ZnAl, nombrada fase β por algunos investigadores, fue retenida a temperatura ambiente, al tratar la aleación por 2 horas a los 376°C. Los autores de este trabajo consideran que la existencia de esta fase en este material está respaldada además por la existencia de un pico entre los ángulos 2θ de 38.2 y 39.2 grados en el difractograma de rayos X respectivo, que es más ancho y de mayor altura que los picos en ángulos similares en los difractogramas de la liga tratada el mismo tiempo a los 359 y 380°C, Fig. 5. Su mayor anchura se debe a que el pico de la fase está traslapado con los picos del Al y Zn, que deberían estar respectivamente en los ángulos de 38.5 y 39.0°.

Lo interesante de la posible retención de la fase β es que la aleación fue enfriada lentamente en el horno desde los 376°C, lo cual difiere de lo reportado hasta este momento en diversos trabajos: la retención de esta fase se logra, durante unos cuantos minutos a la temperatura ambiente, por el temple de la aleación eutectoide desde una temperatura de

su solubilización por encima de los 275°C; en su estructura de colada, obtenida por el enfriamiento rápido de la liga en su estado líquido - la fase retenida se representa por β_s y está caracterizada por los picos de difracción de rayos X en los ángulos 2θ de 38.2 y 45.2 grados [11] o de 39.2 y 45.6 grados [12] -, y al envejecerla artificialmente después de aplicarle un tratamiento de solución - la existencia de la fase β en la liga se constata con un pico de difracción en el ángulo 2θ de 45.3 grados - [13].

Los cambios microestructurales ocasionados en la liga por su tratamiento durante 2 horas a los 359 y 376°C, estuvieron en general asociados con un ablandamiento de la mayoría de los constituyentes, y de solamente la PG, cuando la aleación fue mantenida a los 380°C - Figs. 8, 9 y 10 -. El grado de ablandamiento fue función directa de la temperatura y estuvo interrelacionado con un reducción de la dureza global de la aleación al ser tratada a los 376 y 380°C. Pero la aleación mantenida este tiempo a los 359°C fue aproximadamente igual de dura que cuando tenía la estructura de la laminación - Fig. 11 -.

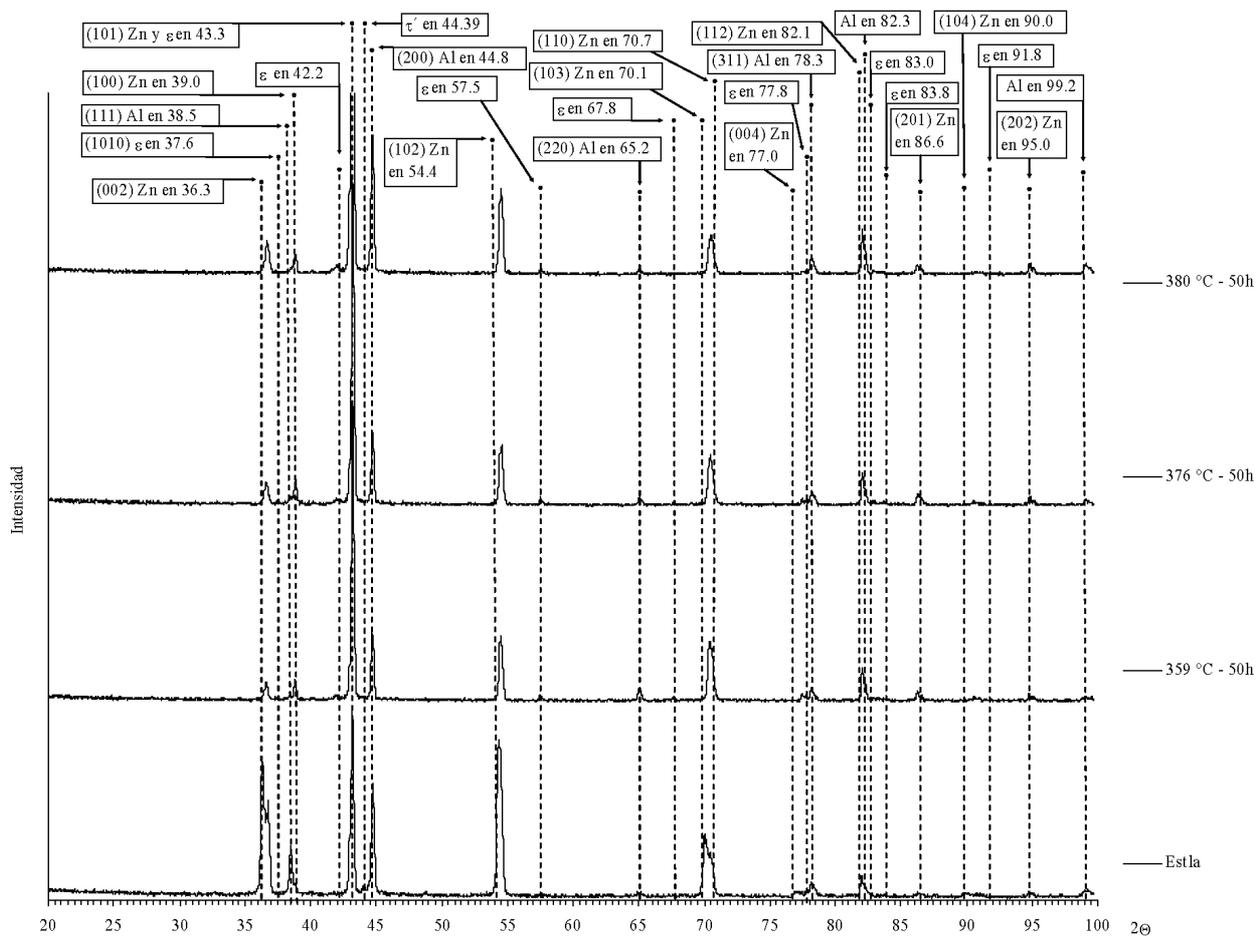


FIGURA 6. Difractogramas establecidos a la temperatura ambiente para la liga tratada 50 horas a la temperaturas empleadas.

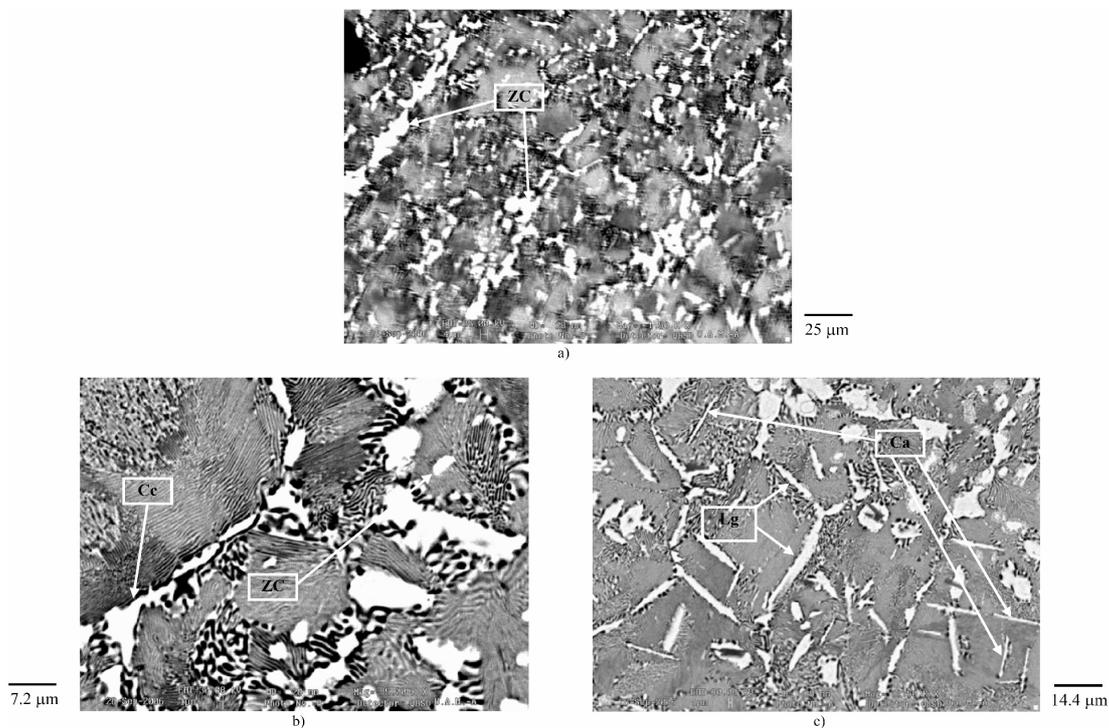


FIGURA 7. Fotomicrografías de las microestructuras a las temperatura ambiente, donde se realizaron análisis con EDS en algunos de sus componentes. Microestructura lograda con el tratamiento de: a) 2 hr. a los 376°C, b) 50 hr. a los 360°C y c) 50 hr. a los 376°C.

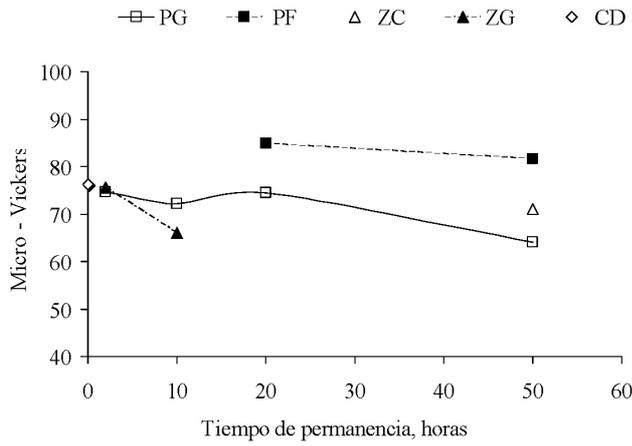


FIGURA 8. Microdureza Vickers de los integrantes microestructurales en la aleación a temperatura ambiente, en función del tiempo de su tratamiento a los 359°C. Los puntos se unieron con curvas para mejorar la comprensión. El significado de las siglas está en la Tabla I.

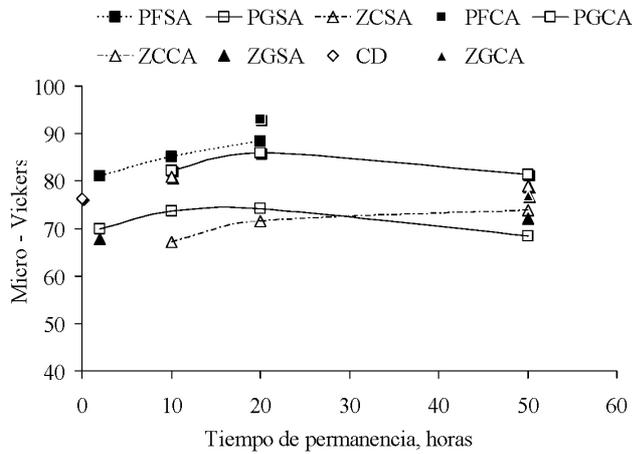


FIGURA 9. Microdureza Vickers de los integrantes microestructurales en la aleación a temperatura ambiente, en función del tiempo de su tratamiento a los 376°C. Los puntos se unieron con curvas para mejorar la comprensión. El significado de las siglas está en la Tabla I; además: SA, sin agujas y CA, con agujas.

El tiempo de tratamiento de 10 horas ocasionó, a las tres temperaturas empleadas, un incremento ligero del tamaño de las ZC y una reducción del ancho y/o largo de las bandas en las microestructuras a la temperatura ambiente (TA); produjo además un engrosamiento tenue de las laminillas de las colonias, cuando la temperatura fue de 380°C; causó la formación de una red no continua de “límites de granos grandes” y de constituyentes aciculares (Ca) en un número pequeño de zonas al tratar la aleación a los 376 y 380°C. Las bandas fueron menos anchas y largas al usar la temperatura de 376°C, y más anchas y largas, con el tratamiento a los 359°C; los “límites de granos grandes” eran de un componente alargado claro y estaban mejor definidos en la microestructura de la liga mantenida a los 376°C; las agujas también eran de tonalidad clara y eran sobre todo perpendiculares entre sí cuando la tempera-

tura de tratamiento fue de 380°C. Pero, al tratar la aleación a los 376°C, la mayoría de pares de agujas formaban un ángulo de 180°; unos cuantos, un ángulo aproximado de 110°. En la columna “10h” de la Fig. 4, están las fotografías que representan las microestructuras de la aleación tratada 10 horas a las temperaturas empleadas.

Adicionalmente, el tiempo de tratamiento de 10 horas a los 359 y 380°C produjo microestructuras que a la temperatura ambiente eran más blandas que las obtenidas con el tiempo de 2 horas a las mismas temperaturas - Fig. 11 -. Esto estuvo interrelacionado con el ablandamiento de sus componentes microestructurales: el ablandamiento relativo, con respecto a lo obtenido con las 2 horas de tratamiento, fue de mayor magnitud, cuando se empleó la temperatura de 359°C, y de menor extensión, al tratar la aleación a los 380°C

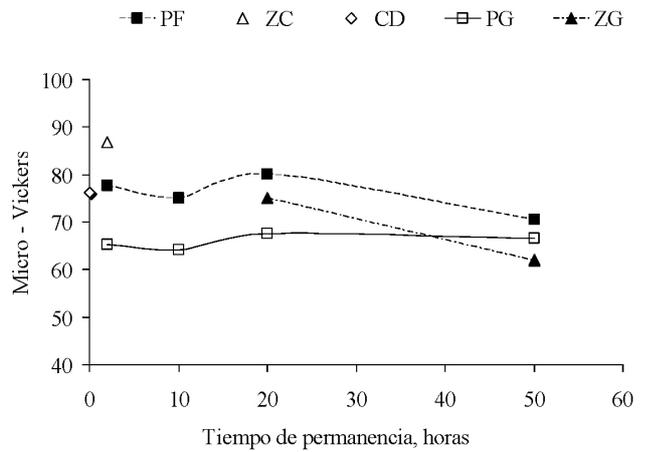


FIGURA 10. Microdureza Vickers de los integrantes microestructurales en la aleación a temperatura ambiente, en función del tiempo de su tratamiento a los 380°C. Los puntos se unieron con curvas para mejorar la comprensión. El significado de las siglas está en la Tabla I.

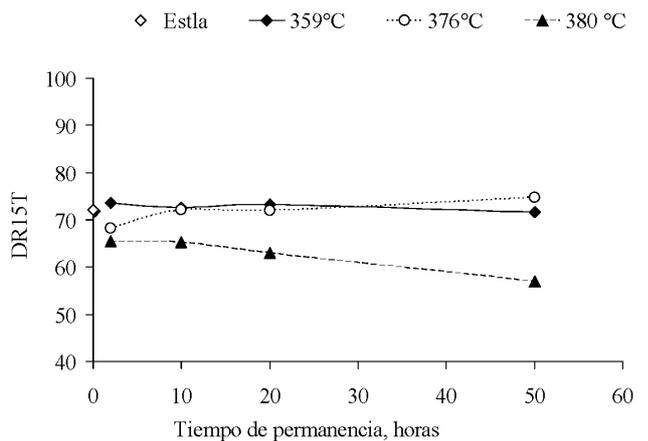


FIGURA 11. Dureza Rockwell 15T (DR15T) de las microestructuras de la aleación a temperatura ambiente, en función del tiempo y la temperatura de tratamiento. Los puntos se unieron con curvas para mejorar la comprensión. Estla, estructura de laminación.

TABLA III. Resultados del microanálisis con EDS de algunos componentes en la aleación a la temperatura ambiente, tratada 2 y 50 horas a los 376°C.

2 horas de tratamiento					
Composición promedio					
Elemento	ZC en bandas		ZC en bandas*		*Tipo de fase
Zn (%at)	70.92		51.705		~ ZnAl
Al (%at)	27.0		47.26		
Cu (%at)	2.09		1.035		
50 horas de tratamiento					
Composición promedio					
Elemento	ZC	Contornos negros de Ca	Ca*	Contornos Claros de Ca*	*Tipo de fase
Zn (%at)	44.88	44.015	58.694	55.55	~ ZnAl
Al (%at)	53.51	52.055	40.048	42.9	
Cu (%at)	1.61	3.93	1.258	1.54	

TABLA IV. Resultados del microanálisis con EDS de algunos componentes en la aleación a la temperatura ambiente, tratada 50 horas a los 359°C.

Elemento	Composiciones individuales					Composición promedio		*Tipo de fase
	ZC ₁	ZC ₂	ZC ₃	ZC ₄	ZC ₅	Contornos de colonias*		
Zn (%at)	74.87	65.64	73.61	63.95	96.49	54.85		~ ZnAl
Al (%at)	15.75	34.36	25.16	27.0	1.39	44.27		
Cu (%at)	9.38		1.22	9.05	2.12	0.88		

- Figs. 8 y 10 -. Por el contrario, la liga fue más dura al ser mantenida 10 horas a los 376°C que cuando lo fue durante 2 horas a esta misma temperatura, - Fig. 11 -, y lo mismo sucedió en la mayoría de sus integrantes microestructurales, con la característica de que los componentes que embebían a los Ca eran más duros que sus similares sin agujas; la PF fue el componente de mayor dureza, y la diferencia de dureza entre la PFSA y PGSA (SA, sin agujas) fue similar a la existente entre los integrantes similares de las estructuras de la aleación tratada 2 y 10 horas a los 380°C.

Los tiempos de tratamiento mayores de 10 y hasta las 20 horas, produjeron los siguientes cambios microestructurales: disminuyó continuamente el número, ancho y/o largo de las bandas, sin importar la temperatura de tratamiento; se definieron más los límites entre las colonias y no se formaron Ca al emplear la temperatura de 359°C; las ZC en bandas se globulizaron, aumentó levemente su cantidad y tamaño, se separaron ligeramente entre sí y sus límites estuvieron mejor definidos en las estructuras al incrementar el tiempo de tratamiento a los 359 y 380°C. Contrariamente, la red de "límites de granos grandes" perdió definición cuando la liga fue sostenida a los 376 y 380°C. No incrementó la cantidad de los Ca ni se modificó el ángulo entre pares de los mismos, éste continuó siendo de 90°, como en la estructura lograda con el tratamiento de 2 horas a los 380°C. Pero, cuando la temperatura de tratamiento fue de 376°C, incrementaron el número y tamaño de los Ca y el ángulo entre pares de los mismos fue principalmente de 110°.

Las fotografías de las microestructuras de la aleación tratada 20 horas a cada una de las temperaturas, se presentan en la columna "20h" de la Fig. 4.

También se obtuvo un endurecimiento adicional y máximo de todos los constituyentes de la liga cuando ésta fue mantenida 20 horas a cada una de las temperaturas de tratamiento. Esto no se manifestó en la dureza global de la aleación, dado que la dureza fue igual cuando fue tratada este tiempo a los 359 y 376°C: se obtuvo en estos casos una dureza similar a la de su estructura de laminación; al ser mantenida las 20 horas a los 380°C, su dureza fue menor que al ser tratada 10 horas a la misma temperatura.

Al incrementar el tiempo de tratamiento por encima de las 20 y hasta las 50 horas, se distinguieron menos las bandas, los límites entre las colonias o la red discontinua de "límites de granos grandes", y las ZC se redondearon más y se aislaron de la subestructura tipo perlita en las estructuras a temperatura ambiente, cuando las temperatura fue 359 y 380°C. Mientras que en las microestructuras obtenidas después del tratamiento a los 376°C, se mantuvo delineada la red discontinua de "límites de granos" y aumentó continuamente el número de agujas, que formaban predominantemente un ángulo entre pares de ellas igual a 110 grados, y se logró una microestructura con un número considerable de Ca, cada uno con contornos negros y claros, manteniendo la aleación durante 50 horas a esta temperatura: los contornos claros de las Ca eran continuos con algunas laminillas de la fase η de la subestructura tipo perlita.

En la columna derecha de la Fig. 4, están las fotografías representativas de las microestructuras que fueron obtenidas con un tiempo total de 50 horas a los 359 y 376°C: la estructura obtenida con la primera temperatura fue similar a la inducida con este tiempo a los 380°C.

Sobre la base de los microanálisis con EDS realizados, se estableció que los Ca, sus contornos claros, que estaban conectados con algunas laminillas de la subestructura tipo perlita, y las ZC en la microestructura obtenida con el tratamiento durante 50 horas a los 376°C, tuvieron aproximadamente la composición de la fase ZnAl, β , como la de algunas ZC en bandas de la estructura obtenida al tratar la liga durante 2 horas a esta misma temperatura; los contornos negros de los Ca eran ricos de Al, con alto contenido de Zn y con un contenido de 3.93 %at Cu - véase la Tabla III -. Pero, en la microestructura lograda con el tratamiento durante 50 horas a los 359°C, las ZC, aisladas de la subestructura tipo perlita, presentaron composiciones diferentes, y los contornos de las colonias tenían aproximadamente la composición ZnAl - véase la Tabla IV.

En la Fig. 5 se observa que la intensidad máxima del pico que está situado entre los ángulos de 38.2 y 39.2 grados, en cada uno de los difractogramas correspondientes a los tratamientos por 2 horas, coincide con el ángulo de difracción del Zn, en los 39.0 grados. Dicho pico se observa cada vez más ligeramente desplazado hacia la derecha de ese valor de ángulo, con el incremento del tiempo de tratamiento y, para cada tiempo de tratamiento, tiene mayor altura en el difractograma correspondiente a la temperatura de 376°C. Estos cambios podrían corroborar los resultados del microanálisis con EDS: la fase β fue retenida a la temperatura ambiente; en una cantidad mayor, en sitios y con formas distintas al emplear un tiempo de 50 horas y una temperatura de 376°C.

En la Fig. 7 están las fotomicrografías de algunas regiones microestructurales de la liga tratada 2 y 50 horas a los 376°C, y 50 horas a los 359°C, que muestran los componentes donde se realizaron los microanálisis con EDS.

Los cambios microestructurales inducidos en la aleación por su tratamiento durante 50 horas a cualquiera de las temperaturas empleadas, estuvieron relacionados con el ablandamiento de la mayoría de los componentes estructurales, en relación a lo establecido en los integrantes respectivos de la aleación tratada 20 horas. El grado de ablandamiento relativo aumentó, en general, con la temperatura del tratamiento. Resultando además que las microdurezas de los componentes estuvieron muy dispersas, siendo el alcance del intervalo de dispersión de las mismas una función inversa de la temperatura. Estas variaciones no correspondieron con los cambios de la dureza global de la aleación, salvo cuando se empleó la temperatura de 380°C: en relación a la dureza obtenida para la liga con el tiempo de tratamiento de 20 horas, el tiempo de permanencia más alto a esta temperatura redujo su dureza en aproximadamente 10 unidades Rockwell B (RB); mientras que disminuyó ligeramente al tratarla a los 359°C. En cambio, su dureza incrementó uno cuantas unidades al emplear el tratamiento de 50 horas a los 376°C. De manera que

la aleación fue más dura con este tratamiento que cuando se la mantuvo el mismo tiempo a los 359°C, no importando que entre ambas temperaturas existía una diferencia de 17°C.

Considerando todos los resultados obtenidos, se infiere además que el aumento del tiempo de tratamiento produjo cambios microestructurales y de resistencia a la deformación plástica que fueron, en general, iguales en la liga tratada a los 359 y 380°C. Luego, es posible que dichas variaciones se hayan debido a las mismas causas. Las variaciones establecidas disímiles para ambas características de la aleación son atribuibles principalmente a la diferencia en grados entre ambas temperaturas. Por ejemplo, la temperatura de 380°C ocasionó un mayor y pronto ablandamiento a las 2 horas de proceso, de magnitud tal que el ablandamiento sucedido a las 10 horas fue de menor alcance, y el endurecimiento y ablandamiento sucesivos de mayores extensiones que los producidos al tratar la aleación durante los mismos tiempos a los 359°C; también, las dimensiones de integrantes microestructurales de la liga tratada a los 380°C, fueron mayores que las de iguales componentes en la probeta mantenida a los 359°C.

Se cree que la variación de la microdureza en los integrantes microestructurales, al aumentar el tiempo de estadía de la aleación a las temperaturas de 359 y 380°C, fue debida inicialmente a que la temperatura eliminó las tensiones internas y/o disminuyó el endurecimiento de los integrantes que les produjo la laminación; después, al reforzamiento de las fases por la introducción de soluto a las mismas, y, finalmente, al engrosamiento de los componentes.

Por otro lado, los resultados obtenidos para la aleación tratada a los 376°C, fueron parcialmente similares a los establecidos para la aleación tratada a las otras temperaturas: por ejemplo, la dureza de la aleación disminuyó continuamente desde las 2 y hasta las 20 horas de tratamiento a los 359 y 380°C. En cambio, por ejemplo, la dureza de la liga mantenida a los 376°C disminuyó solamente con el tratamiento de 2 horas y aumentó posteriormente al incrementar el valor de esta variable; asimismo, las bandas en esta liga desaparecieron a tiempos menores de tratamiento. Por consiguiente, ocurre un fenómeno distinto a los 376°C, se cree que el de la formación - desaparición de la fase ZnAl, que ocasionó la retención de esta fase entre los grupos - colonias de la subestructura tipo perlita y la formación de los constituyentes aciculares.

Por último, la microestructura terminal obtenida en la aleación por su sostenimiento a los 376°C, tiene un componente con todos sus atributos - la forma, tamaño, distribución, tipo y cantidad - distintos a los de cualquier integrante en las microestructuras conseguidas con el tratamiento de 50 horas a los 359°C y 380°. Este componente tiene una composición aproximada a la de la fase β de alta temperatura, presente por encima de los 275°C, según el diagrama de equilibrio que está en la Introducción de este trabajo. En la Ref. 14 se reporta la existencia de una fase acicular en la aleación Zinalco V, pero esta fase es el intermetálico de fórmula CuZn_5 .

4. Conclusiones

Se forma una microestructura con componente acicular uniformemente distribuido al tratar la aleación Zn - 40 %at. Al - 1.5 %at. Cu durante 50 horas a los 376°C. Dicho componente es de fase β . Esta fase es de alta temperatura, pero es retenida por el tratamiento a los 376°C. La forma, cantidad, distribución, tipo y tamaño de dicho integrante son distintos a los mismos atributos de cualquier constituyente en las microestructuras inducidas en la aleación a los 359 y 380°C. En la literatura existente no se ha reportado una microestructura similar en esta aleación. Luego, la microestructura con agujas es nueva. Durante su formación, los componentes microestructurales se endurecen en lugar de ablandarse, como sucedió, para los tiempos de tratamiento menores o iguales a 20 horas, en los constituyentes de las microestructuras obtenidas a los 359 y 380°C; la dureza de la liga también incrementó en dicho intervalo de tiempos al ser tratada a los 376°C y tuvo una dureza final mayor que cuando fue tratada a las otras tem-

peraturas. Esto no es usual en los metales laminados en frío y posteriormente tratados largos tiempos a temperatura constante. Tampoco lo es el que un enfriamiento final en el horno no disuelva un componente, que debería descomponerse por medio de una transformación eutectoide.

Agradecimientos

Se agradece al Dr. Gabriel Torres Villaseñor, Investigador del IIM de la UNAM en México, la donación del lingote de la aleación empleada en este trabajo y las facilidades otorgadas para el uso de la laminadora FENN. También, a la Ing. Liz Georgina Flores, del área de Ciencia de Materiales de la UAM - Azc., la obtención de los difractogramas de rayos X. Por último, a la I.Q. Eva Rubí García, del área de Química de Materiales de la UAM - Azc., la realización de los microanálisis con EDS, y a la Dra. Marisela Mauver, profesora - investigadora de la misma área, la autorización para la realización de los microanálisis.

-
1. E.J. Kubel, *Advanced Materials & Process, Metal Progress* **7** (1987) 51.
 2. D.R. Askeland y P.P. Phulé, *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*, 4ª edición (Thomson, 2004) p. 29.
 3. A.A. Presnyakv y Y.A Gotban, *Russ. J. Phys. Chem.* **35** (1961) 623.
 4. J.J. Negrete, *Propiedades Mecánicas de Aleaciones Zn-Al en la Región Rica en Zn*, Tesis de Maestría, Depto. de Ciencia de Materiales, ESFM, IPN, México (1980).
 5. F.W. Ling y E. Laughlin, *Met. Trans. A* **10(A)** (1979) 921.
 6. J.J. Negrete y R.E. Campos, *Cinética de la Reacción Eutectoide en la Aleación Zn77 - Al21 - Cu2. Determinada por Dilatometría de Alta Velocidad, Aluminio en Latinoamérica* (1984) p. 379.
 7. P. Villars, A. Prince y H. Okamoto, *Handbook of Ternary Alloy Phase Diagrams*, Vol. 3, ASM International, Materials Park Ohio, USA (1995).
 8. Y.H. Zhu, G. Torres y C. Piña, *J. Mater. Sci. Lett.* **29** (1994) 1549.
 9. J.A. Aragón, J.R. Miranda y A.S. de Ita, *Información Tecnológica, La Serena - Chile* **13** (4) (2002) 97.
 10. J. A. Aragón, J.R. Miranda y A.S. De Ita, *6ª Reunión Nacional Académica de Física y Matemáticas*. ESFM-IPN, México. (2001) 89.
 11. Y.H. Zhu y F.E. Goodwin, *J. Mater. Res.* **10** (1995) 1927.
 12. Y.H. Zhu, G. Torres y C. Piña, *J. Mater. Sci. Lett.* **29** (1994) 1549.
 13. B.J. LI y C.G. Chao, *Met. and Mater. Trans.* **30(A)** (1999) 917.
 14. A. Sandoval-Jiménez, J. Negrete y G. Torres-Villaseñor, *Rev. Mex. Fís.* **46** (4) 361.