



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE
MÉXICO**

FACULTAD DE INGENIERÍA

**CARACTERIZACIÓN DE UNA ALEACIÓN
Cu-2%Mg-2%Sn**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERO MECÁNICO

P R E S E N T A

JORGE LUIS FLORES ALARCÓN



DIRECTOR DE TESIS

DR. RAFAEL SCHOUWENAARS FRANSENS

MÉXICO, D. F. OCTUBRE 2015

Agradecimientos

Al Dr. Rafael Schouwenaars, en la guía de este trabajo, así como en el apoyo de mis proyectos a futuro y en la confianza que ha puesto en mí. A David Martínez, por su apoyo invaluable en la realización de esta tesis, tanto en la parte experimental, como en la revisión de la parte teórica: siempre estuviste ahí, más que un maestro, fuiste un amigo.

A la UDIATEM, por permitirme realizar mi servicio y este trabajo con ustedes. A Isaac, Osvaldo, Carlos, Agustín, Roberto, Jorge Luis, Efraín, Hugo, por su disposición a ayudar cuando se requirió. Al Dr. Armando Ortiz, que aunque no conviví tanto con él, siempre se mostró abierto a apoyar.

A mi mamá, por estar siempre detrás apoyándome en todas mis locuras y proyectos, por confiar en mis decisiones y alimentar mi parte artística que siempre ha sido un desfogue y una alegría más en mi vida. A mi papá, por procurar que siempre tuviéramos lo necesario para alcanzar nuestras metas. Por el esfuerzo y sacrificio de ambos de darnos todo lo que pudieron y que me hicieron ser quien soy.

A mi hermano, Juansa, por haber sido mi guía una parte de mi vida, mi protector otra gran parte de ella, y mi compañero otra más, por estar siempre ahí y saber que siempre nos tendremos el uno al otro. Por darnos tantas herramientas para desarrollar nuestra creatividad y mantenernos despiertos en la vida.

A Citlal, mi fiel compañera de vida, de aventuras, de sonrisas, de proyectos y de tantas cosas más que hemos vivido. Gracias por siempre encontrar la forma de apoyarme y mostrar interés en lo que hago, por elegir las palabras adecuadas cuando he necesitado tu apoyo, y por buscar un proyecto juntos. Gracias por la paciencia que has tenido estemos meses de arduo trabajo.

A Dany, mi gran amigo y apoyo en la facultad, siempre trabajando como un equipo y saliendo adelante juntos. A Lau, Lupe, y a la banda de osos que me dieron innumerables momentos de alegría. A Didi por brindarme esta amistad tan duradera y brindarme tantos momentos de esparcimiento y otros de apoyo al verme realizar mis metas.

A la familia Guerrero Salazar, que me han enseñado y apoyado tanto.

Finalmente, a la Universidad Nacional Autónoma de México por darme tanto a través de la Facultad de Ingeniería, por brindarme una educación de excelencia, mil oportunidades de actividades, oportunidades de desarrollarme, la oportunidad de aprender un idioma nuevo, así como continuar desarrollando otro, estímulos para continuar la educación, por brindarme la maravillosa oportunidad de conocer otro país y ampliar mi perspectiva y mi objetivo de vida.

Jorge Luis Flores Alarcón,

2 de octubre de 2015

Índice

Objetivo

Prólogo

1. Introducción.....	1
1.1. Tribología	1
1.2. Cojinetes.....	2
1.3. Aleaciones Tribológicas en cojinetes de deslizamiento	2
2. Aleaciones Cu-Mg-Sn.....	6
2.1. Antecedentes de aleaciones Cu-Mg-Sn.....	6
2.2. Situación actual de aleaciones Cu-Mg-Sn.....	8
3. Antecedentes.....	11
3.1 Fundición	11
3.1.1 Fusión y Colada.....	11
3.1.2 Defectos de fundición.....	12
3.2 Solidificación.....	12
3.3 Laminado.....	18
3.4 Recocido.....	19
3.4.1 Recuperación.....	20
3.4.2 Recristalización.....	21
3.4.3 Crecimiento de grano.....	22
3.5 Ensayo de Dureza.....	22
3.6 Caracterización.....	24
3.6.1 Ataque químico.....	24
3.6.2 Microscopía.....	25

4. Desarrollo Experimental.....	27
4.1 Fundición.....	27
4.2 Preparación de planchones.....	28
4.3 Laminado en frío.....	28
4.4 Recocido.....	29
4.5 Dureza Vickers.....	29
4.6 Metalografía.....	30
4.7 Ataque Químico.....	30
5. Resultados.....	31
5.1 Fundición.....	31
5.2 Características microestructurales del material solidificado.....	31
5.3 Características microestructurales del material laminado.....	33
5.4 Características microestructurales del material recocido.....	37
5.5 Dureza Vickers.....	38
5.6 Ataque Químico.....	39
6. Discusión.....	42
7. Conclusiones.....	45
8. Bibliografía.....	46

Objetivo general:

Caracterizar una aleación Cu-2%Mg-2%Sn sometida a un proceso de laminado en frío y a un tratamiento de recocido.

Objetivos particulares

- Obtener un lingote de alta calidad para realizar la caracterización.
- Optimizar la metodología para obtener micrografías de alta calidad del material en los distintos procesos.
- Obtener la dureza Vickers del material de fundición, de laminado y de recocido.
- Describir y analizar la relación de los procesos con las propiedades del material a través de la obtención de la dureza y observación de la microestructura utilizando microscopía óptica y electrónica.

Prólogo

Este trabajo fue realizado en la Unidad de Investigación y Asistencia Técnica en Materiales (UDIATEM) de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional Autónoma de México, bajo la dirección del Dr. Rafael Schouwenaars.

Dadas las necesidades en la industria automotriz de innovar en los materiales para la fabricación de los cojinetes con el objetivo de mejorar las propiedades mecánicas de ellos, resistir las altas temperaturas del motor, y al mismo tiempo utilizar materiales no tóxicos, en la UDIATEM se llegó a la determinación de proponer un material base cobre, con magnesio y estaño como posible aleación para cojinetes.

Con esta tesis se pretende continuar trabajos previos referentes a aleaciones Cu-Mg-Sn. Para ello, se realizó una caracterización de una aleación Cu-2%Mg-2%Sn, porcentaje en peso, complementando la información que se tiene de otras aleaciones con los mismos elementos aleantes.

En el capítulo 1, se da un repaso general sobre conceptos de tribología, una idea de qué es un cojinete, así como de los materiales tribológicos más usados en los cojinetes de deslizamiento. En el capítulo 2, se menciona la información disponible de la aleación Cu-Mg-Sn hasta el momento y usos del material. Se muestra también, el avance de la investigación de estas aleaciones en el equipo de trabajo.

En el capítulo 3, se mencionan los antecedentes necesarios para una mejor comprensión de los resultados que se obtienen. Se habla de lo que es caracterización, y se tocarán brevemente las técnicas más usadas. Se explicarán los procesos a los que se sometió la aleación, tales como la fundición, solidificación, laminado y recocido, así como de medición de dureza.

En el capítulo 4, se aborda la metodología experimental utilizada para procesar la aleación, obtener la dureza del material e imágenes microestructurales.

En el capítulo 5, se muestran los resultados obtenidos. Se observan y se describen las microestructuras obtenidas mediante los microscopios óptico y electrónico de barrido, También se muestran los resultados de los ensayos de microdureza.

El capítulo 6, profundiza en una discusión sobre las microestructuras obtenidas en los distintos procesos, así como con los valores medidos de dureza, y los antecedentes investigados. Finalmente, el capítulo 7 será dedicado a las conclusiones pertinentes.

Capítulo 1

Introducción

1.1 Tribología

La tribología estudia los fenómenos de fricción, lubricación y desgaste de superficies en contacto, donde existe movimiento entre ellas. Es una ciencia completa que abarca la física, química, la ingeniería mecánica y la ciencia de materiales. La palabra tribología proviene del griego *tribos* (frotamiento) y *logos*, estudio.

Para entender mejor el concepto, es importante aclarar los conceptos relativos a esta ciencia. La fricción se define como la resistencia al deslizamiento entre dos materiales. El desgaste se da a consecuencia de la fricción, al removerse material de una o ambas superficies debido al movimiento. Finalmente, la lubricación consiste en aplicar un medio que disminuya la severidad del desgaste evitando contacto y disminuyendo el esfuerzo cortante [1].

Las pérdidas causadas por deficiencias tribológicas son enormes, ya que se desperdicia energía en todos los dispositivos mecánicos utilizados. Se estima que una tercera parte de la energía generada en estos procesos se pierde por la fricción [2], lo que provoca pérdidas económicas en la industria, que a su vez, provoca gastos debido al mantenimiento y falla de equipos a causa del desgaste.

1.2 Cojinetes

Los cojinetes son elementos que inhiben el desgaste y la fricción [2]. Un cojinete suele diseñarse con sólo un grado de libertad, este puede ser una traslación o una rotación alrededor de un eje, que es el caso de los cojinetes en los motores de combustión interna.

Los cojinetes pueden agruparse en dos clases principales: los cojinetes de deslizamiento y los cojinetes con elementos rodantes. En los cojinetes de deslizamiento existen sistemas con lubricación y sin lubricación. La lubricación reduce la fricción mediante una capa de líquido de baja viscosidad. En ausencia de este líquido, son los materiales de las superficies de contacto, los que tienen que reducir el desgaste.

En los motores automotrices, un factor importante para que se utilicen cojinetes de deslizamiento en lugar de los rodamientos, es por la alta velocidad a la que se ven expuestos. Entre otras ventajas que ofrecen, ayudan a mejorar la eficiencia del motor aprovechando mejor el combustible y se reducen el mantenimiento y los contaminantes [3]. Asimismo, los cojinetes de deslizamiento, debido a la viscosidad del lubricante, soportan mejor las cargas dinámicas del motor a la vez de requerir menos espacio para su colocación.

1.3 Aleaciones tribológicas en cojinetes de deslizamiento

Una aleación tribológica es un material metálico desarrollado de manera específica para disminuir los efectos de fricción y desgaste en contacto de superficies en una aplicación dada.

El estudio de los materiales tribológicos está directamente relacionado con la aplicación que tendrán, por ejemplo, en las vías del tren, el acero perlítico funciona como material tribológico, mientras que en una prótesis, éste puede ser un polietileno de ultra alto peso molecular. En la presente tesis, solamente se estudia la clase de materiales tribológicos correspondientes a los cojinetes de motores de combustión convencionales.

Es recomendable que las aleaciones tribológicas cumplan con ciertas propiedades:

- **Conformabilidad:** La capacidad de adaptarse a la geometría. Preferencialmente se utilizan materiales dúctiles. Esto compensa los problemas de alineamiento entre el eje y el cojinete.

- Compatibilidad: Dos aleaciones cumplen este requisito si su tendencia para adherirse es baja a presiones elevadas, disminuyendo el coeficiente de fricción, aún en los momentos en que el lubricante no esté presente.
- Incrustabilidad: Provoca que partículas ajenas al sistema se incrusten en una matriz suave donde no provocan daño a la superficie [1].
- Resistencia a la fatiga: El diseño debe basarse considerando el efecto de fatiga, pues se da una variación cíclica de cargas.
- Alta conductividad térmica: El calor generado por la fricción se debe disipar, protegiendo al cojinete de sobrecalentamiento.
- Resistencia a la corrosión El principal motivo es para evitar que los aditivos del aceite y productos de degradación en el funcionamiento, actúen como agentes corrosivos.
- El costo es un factor importante para una proyección industrial.

Desde la revolución inicial, se tenía claro que los broncees eran materiales superiores para la producción de cojinetes [2], sin embargo, la primera clase de aleaciones desarrolladas específicamente para aplicaciones tribológicas fueron los Babbitts en 1839, basados en el sistema binario plomo-estaño. Los Babbitts poseen buena compatibilidad, incrustabilidad y conformabilidad, pero su resistencia mecánica es baja. Las aleaciones con alto contenido de estaño tienen una alta resistencia a la corrosión, comparada con las ricas en plomo [2].

Con el objetivo de aumentar la resistencia mecánica respecto a los babbitts, se utilizaron las aleaciones cobre-plomo. Estas aleaciones cuentan con buena compatibilidad que proviene del plomo, mientras que el cobre da una mayor resistencia mecánica. Los cojinetes cobre-plomo se utilizan bajo condiciones severas de trabajo [4]. En la figura 1.1, el diagrama cobre-plomo, se observa que el intervalo de temperatura en el que ambos elementos son líquidos es muy pequeño, por lo que no es tan sencillo obtener el material por fundición. En el material se da una alta segregación que afecta las propiedades de la aleación, por lo que el conformado de este material se prefería realizar mediante metalurgia de polvos [2].

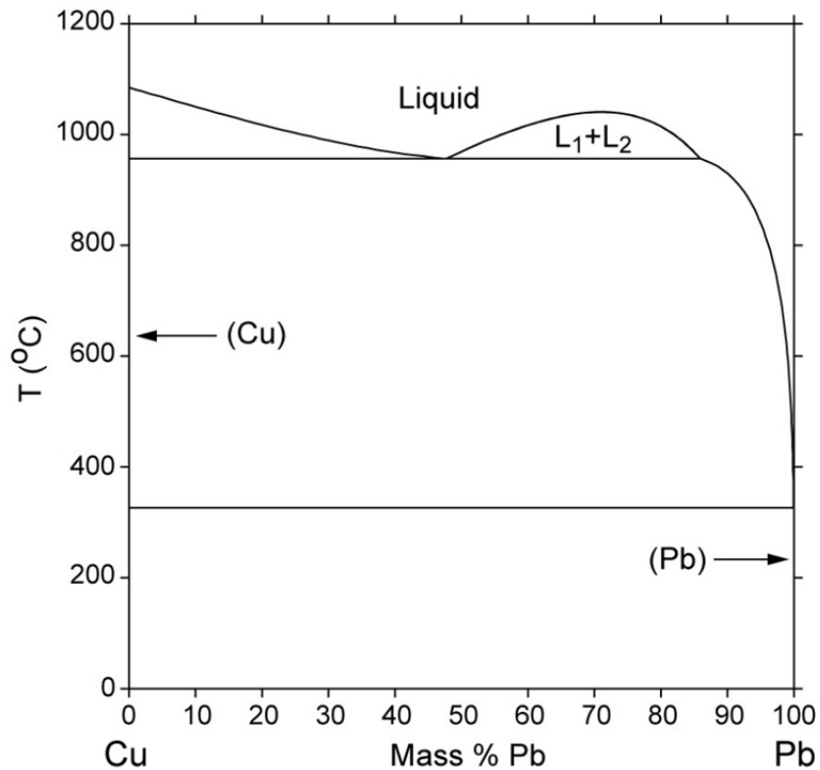


Figura 1.1. Diagrama de fases de equilibrio Cu-Pb [24].

Hoy en día, se pueden obtener cojinetes con aleación Cu-Pb, mediante el siguiente proceso: Se tiene un respaldo de acero que es sinterizado con la aleación cobre-plomo. Enseguida, se aplica un recubrimiento electrolítico de Babbit sobre la segunda capa. Se genera así un cojinete trimetálico [2].

Más tarde, se dio otra alternativa en las aleaciones tribológicas: las aleaciones aluminio-estaño. Esta aleación, se produce mediante fundición y un tratamiento termomecánico. Tiene una muy buena resistencia a la corrosión, pero menor resistencia mecánica y a la fatiga que las aleaciones cobre-plomo. Estos cojinetes abundan en los motores ligeros, y tienen un costo menor a cojinetes trimetálicos.

Con esta aleación se forma un cojinete bimetálico. Consta de una base de acero unida con la aleación aluminio-estaño, con posible adición de cobre y silicio. En este sistema, el aluminio tiene la función como la matriz dúctil, mientras que el estaño aumenta la compatibilidad.

La necesidad de mejorar la eficiencia, disminuir desgaste entre componentes, y hacer a un lado la toxicidad del plomo (en el caso de la aleación Cu-Pb), son motivaciones para buscar nuevos materiales que cumplan estas funciones y mejoren el rendimiento, por lo que el sistema elegido a estudiar en la UDIATEM como alternativa a estas aleaciones es el Cu-Mg-Sn. Para evitar el costo adicional de un proceso pulvimetalúrgico, se pretende diseñar un proceso de producción similar al de los cojinetes bimetálicos.

Capítulo 2

Aleaciones Cu-Mg-Sn

2.1 Antecedentes de aleaciones Cu-Mg-Sn

Los referentes más conocidos de esta aleación, son los bronce. Los bronce (aleaciones Cu-Sn) tienen buena utilidad en cojinetes, engranes y pistones. El cobre y sus aleaciones funcionan bien aplicando trabajo en frío varias veces seguidas, como es el caso del laminado [6]. Las aleaciones de cobre tienen una mejor resistencia mecánica que los Babbitts, el estaño también mejora la resistencia mecánica [7]. Su resistencia a la corrosión es también una ventaja, pues se crea una capa pasiva de óxido de magnesio.

Existe información de cabezas de flecha de bronce con apreciable cantidad de magnesio encontradas en la Costa de Sinaí creadas alrededor de 1000 a. C. [5]. Aleaciones de Cu-Mg han sido utilizadas en conductores para trenes de alta velocidad, dada su resistencia mecánica y al desgaste, así como alta conductividad térmica y eléctrica [8].

Además de que no es tóxico, el magnesio no es un elemento tan caro en comparación con otros. Sustituir el plomo con magnesio, respecto a la aleación de Cu-Pb, trae ventajas como omitir la toxicidad y aumentar la resistencia mecánica, a un precio reducido.

Para obtener una microestructura con las propiedades que se requieren, es necesario regular todos los procesos, como lo son: fundición, laminado y recocido, así como conocer cuando se dan los cambios de fases en el material. Información respecto a los cambios de fases se obtiene de un diagrama de fases en equilibrio [9], pero cuando no se cuenta con ello, se tiene que buscar mediante experimentación.

Existen trabajos con secciones isotérmicas del diagrama ternario Cu-Mg-Sn reportados en la literatura que podrían fungir como antecedentes de la aleación: el primero [10] describe una sección isotérmica que está a la temperatura de 400°C, pero que permanece incompleto debido a falta de datos experimentales, que resulta con secciones sin definir, principalmente en las fases Cu-Sn (δ , ε y η). El segundo trabajo [11] incluye algunas secciones isotérmicas a 570 °C y 700°C, calculadas termodinámicamente, enfocado al lado de Cu-Mg, y también sin algunas secciones definidas.

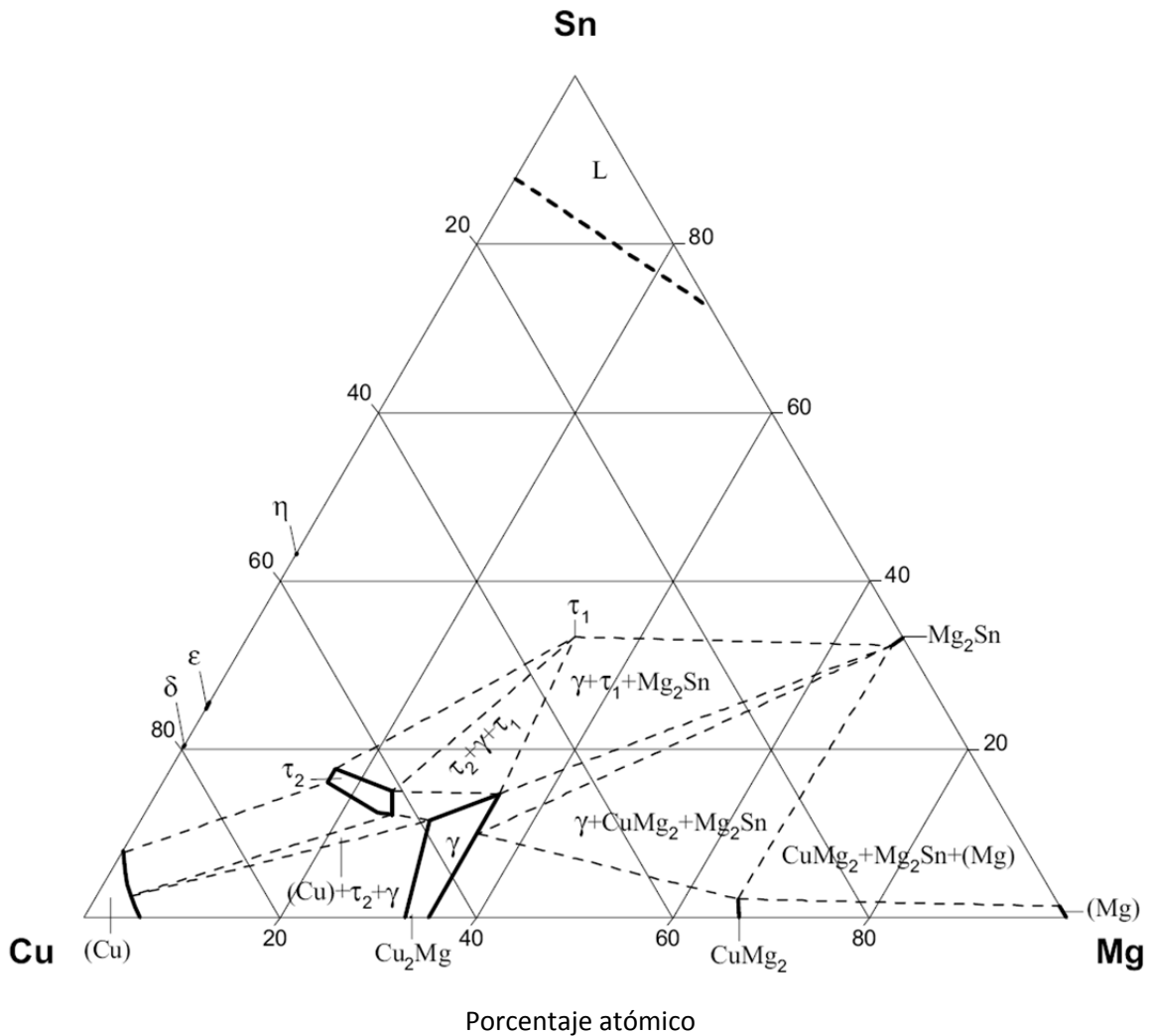


Figura 2.1. Sección isotérmica a 400°C del diagrama de fases ternario Cu-Mg-Sn [10].

$$\tau_1 = \text{CuMgSn}, \tau_2 = \text{Cu}_4\text{MgSn}, \gamma = \text{Cu}_2\text{Mg}$$

2.2 Situación actual de aleaciones Cu-Mg-Sn

La elección de la aleación Cu-Mg-Sn se justifica por la compatibilidad tribológica que muestran el Mg y Sn con el Fe. Se busca realizar un sistema bimetalico en el que el Fe sea el primer componente, funcionando como base, mientras que la otra aleación como material tribológico. Rabinowicz [12] propuso una tabla de compatibilidad tribológica basada en solubilidad sólida y líquida de dos metales. Para el Fe, los candidatos serían Pb, In, Cd, Ag, Zr, Bi, Sn y Mg. Pb, In y Cd son tóxicos, mientras que el costo de Ag y Zr es relativamente alto, el Cu-Bi ha mostrado problemas de resistencia mecánica y compatibilidad, por lo que los elementos que se mantienen son Mg y Sn. Se tiene entonces que una de las posibles aleaciones es el Cu-Mg-Sn [13].

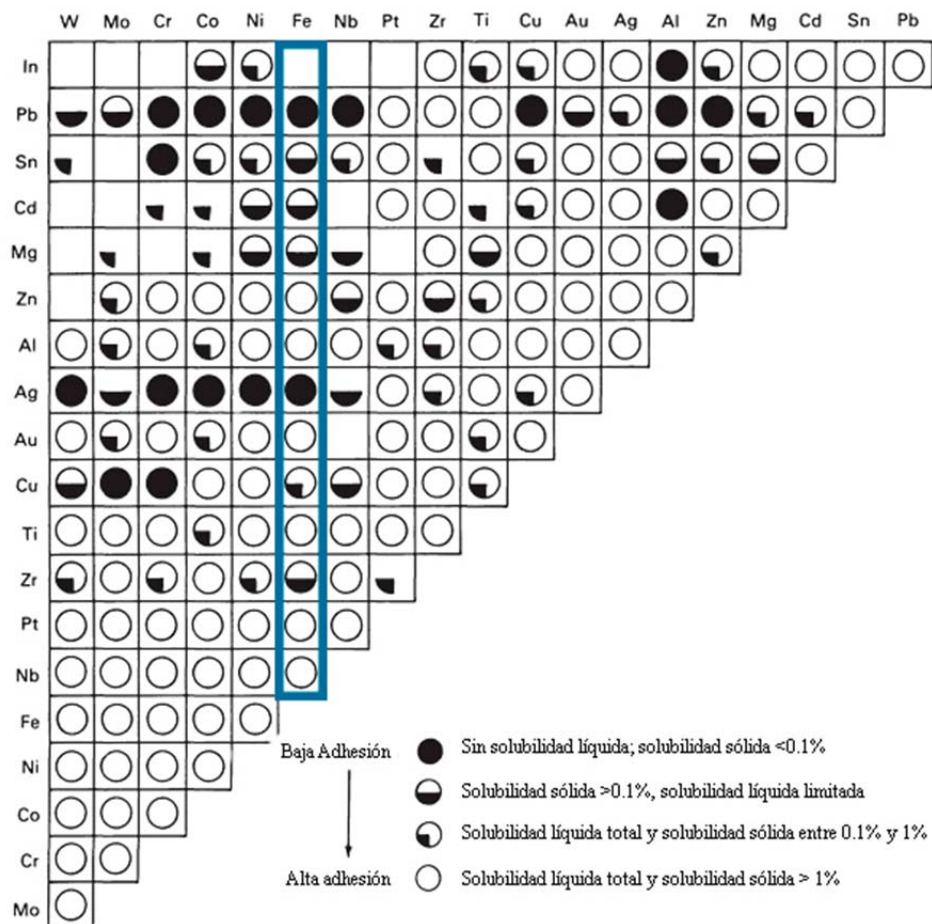


Figura 2.2. Tabla de compatibilidad de Rabinowicz basadas sobre diagramas de fases binarios [12].

Por varios años, se ha estudiado esta aleación en la Unidad de Investigación y Asistencia Técnica en Materiales (UDIATEM), de la Universidad Nacional Autónoma de México. Gracias a esta investigación se tiene información respecto de la aleación, que permite facilitar el procesamiento de la misma. Se ha estudiado exhaustivamente el proceso de fundición, obteniendo una metodología adecuada [14], así como se ha obtenido una técnica adecuada para agregar el magnesio a la fundición sin que reaccione con la temperatura.

Las primeras composiciones estudiadas fueron las aleaciones Cu-1%Mg-1%Sn (% en peso), Cu-1%Mg-5%Sn, Cu-5%Mg-1%Sn, Cu-5%Mg-5%Sn y Cu-1%Mg-0.5%Sn.

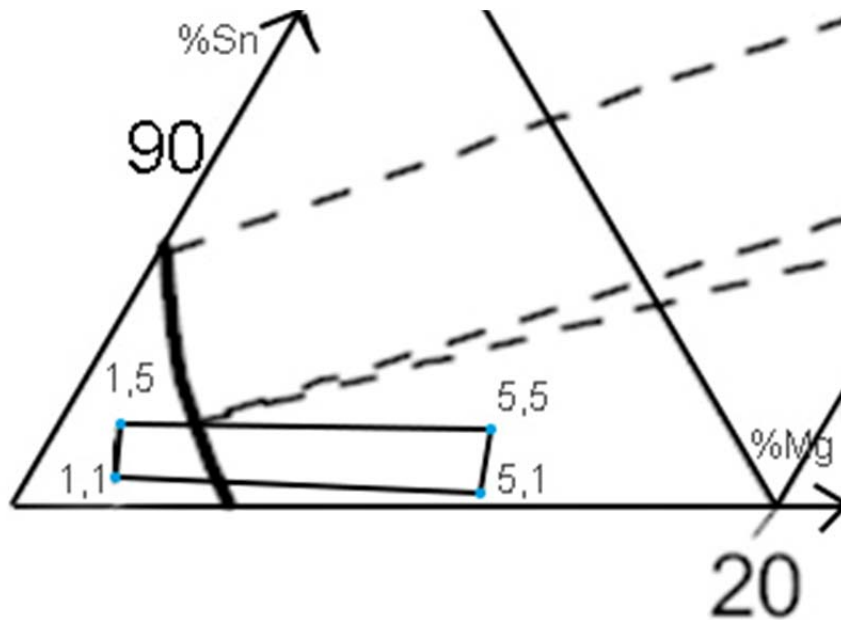


Figura 2.3. Composiciones estudiadas de las aleaciones en la sección isotérmica a 400°C del diagrama ternario Cu-Mg-Sn. Los números divididos por comas indican los valores de Mg y Sn en el material. 1,1 equivale a Cu-1%Mg-1%Sn.

En trabajos anteriores [14] se ha determinado que la fase matriz se compone de la fase α -Cu, con solución sólida de Mg y Sn. Esto corresponde a donde se encuentran las dendritas. En el espacio interdendrítico, existe una microestructura eutéctica. Para la aleación con 5%Mg-1%Sn, se encontró la fase Cu_2Mg , mientras que para las aleaciones con 5%Sn, parece ser que se encontró el intermetálico Cu_4MgSn . Estas fases son muy duras y frágiles, mientras que la matriz es más dúctil. El laminado fue posible sólo en aleaciones con bajos contenidos de magnesio. En composiciones con 5% de magnesio, el material falló después de reducciones de 6%.

Actualmente, la investigación se enfoca en las aleaciones que se pueden laminar en frío sin problemas, por lo que se analizan las aleaciones Cu-1%Mg-1%Sn, Cu-2%Mg-2%Sn y Cu-3%Mg-3%Sn. En un trabajo paralelo [15] se ha logrado observar que la composición Cu-2%Mg-2%Sn contiene también la fase Cu_2Mg , junto con la fase $\alpha\text{-Cu}$ con solución sólida de Mg y Sn.

El lingote que se analiza en este trabajo tiene una composición (% en peso) Cu-1.9%Mg-2.2%Sn, porcentaje en peso.

Capítulo 3

Antecedentes

3.1 Fundición

La fundición es un proceso en el que se eleva la temperatura de una aleación por arriba del punto de fusión para ser vertido en un molde donde se solidificará con una forma específica [16].

3.1.1 Fusión y Colada

El proceso de llevar un material del estado sólido al líquido se llama fusión [9]. Al transformarse del estado sólido al líquido, la fundición adquiere distintas propiedades. El material adquiere fluidez, las amplitudes de vibración atómica son mayores en esta fase. En la mayoría de los metales, el líquido tiene un volumen entre 2 y 8 % mayor que en el sólido [9], por lo que al solidificarse existe una contracción del material. Las propiedades de las fases líquidas de los metales son más dependientes del desorden y libertad en las moléculas, que de las fuerzas de enlace.

La colada consiste en verter el material en el molde y en la solidificación que viene enseguida. En la colada, es importante observar la fluidez del material, así como el sobrecalentamiento al que se lleva. La fluidez es la facilidad del material para distribuirse en el molde y adoptar su forma; ésta depende del material y su temperatura. El sobrecalentamiento es la diferencia entre la temperatura del material y su temperatura de fusión [9].

Es importante elevar la temperatura de la fundición para que durante el vaciado se mantenga el material líquido, pero a la vez no debe ser tan alta, para disminuir los gases disueltos que resulten en defectos de fundición, tecnológicos y poros. Para realizar una colada correcta, se han de considerar la técnica, velocidad de vaciado y que se dé una correcta eliminación de gases.

3.1.2 Defectos de fundición

Los defectos más usuales que tienen los materiales son cavidades, poros, microgrietas, e inclusiones. Los metales se contraen debido a la solidificación.

Cuando se tienen fundiciones grandes, el molde debe ser diseñado para proveer más líquido a la lingotera mientras se va solidificando para evitar al máximo los efectos de la contracción [17]. Esta contracción crea cavidades.

En los lingotes, la contracción debido a la fundición se manifiesta como un rechupe. La fundición puede tener inclusiones de material ajeno debido a impurezas, que pueden provenir del crisol, de las herramientas o hasta del material original.

La porosidad suele ser causada por gases disueltos por reacciones o al momento de la colada debido a turbulencia o velocidad de vaciado. Estos gases se suelen quitar con desgasificantes antes de la colada. La desgasificación al vacío es un método muy efectivo para deshacerse de los gases [18], para ello, se reduce la presión parcial en la atmósfera reduciendo la cantidad de gas en el líquido, pero no es tan difícil de realizar.

3.2 Solidificación

La solidificación es el cambio de fase de la aleación, de líquido a sólido, provocando una disminución en la temperatura.

Durante la solidificación, se llevan a cabo dos procesos importantes: nucleación y crecimiento. La nucleación es el agrupamiento de átomos dispuestos en el orden de la nueva fase, formando pequeños núcleos [9], estos crecen por el reordenamiento de átomos. Para que se empiecen a formar los núcleos, se debe superar cierta energía de activación (ΔG_{net}). Para alcanzar esta energía, se contrarresta la disminución de la energía libre volumétrica (ΔG_v), con la energía de superficie (ΔG_s) creada al formarse el núcleo, éstas deben lograr un equilibrio que lleve la energía de activación a un valor positivo [19].

$$\Delta G_{net} = \Delta G_v + \Delta G_s$$

Suponiendo que el núcleo tiene una forma esférica.

$$\Delta G_{net} = \frac{4}{3}\pi r^3(\Delta G_v) + 4\pi r^2\gamma$$

Donde r es el radio del núcleo y γ es la tensión superficial. Por lo que si r es pequeño, ΔG_s predomina sobre ΔG_v hasta que el núcleo alcanza un tamaño crítico r_c . La energía libre en r_c es la energía de activación del proceso, A .

En la figura 3.1, se muestran las curvas de la energía de superficie (ΔG_s), de energía libre volumétrica (ΔG_v) y de energía libre neta en la nucleación (ΔG_{net}). También se observa el momento en que se alcanza el tamaño crítico.

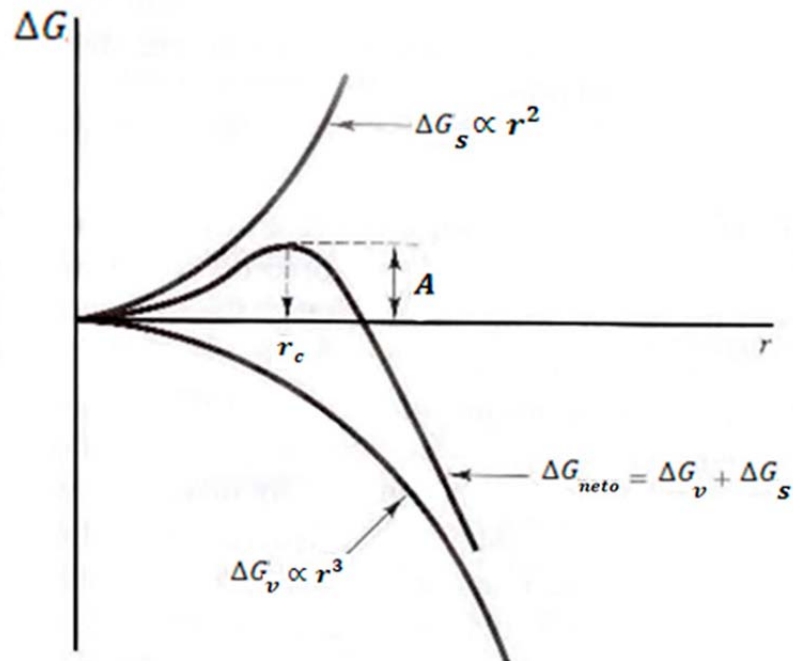


Figura 3.1. Curvas de energía de superficie, de energía libre volumétrica y de energía libre neta en la nucleación [9].

Al formarse los núcleos, estos deben superar un tamaño crítico para que inicie el crecimiento. De lo contrario, se dispersan los átomos y el núcleo se disuelve. Para que la nucleación empiece, la temperatura del líquido tiene que ser inferior a la temperatura de solidificación. La diferencia entre estas temperaturas es llamada subenfriamiento, y entre mayor es, menor es la energía de activación. Este subenfriamiento afecta la energía libre volumétrica de la siguiente manera:

$$\Delta G_v = \frac{\theta L_f}{MT_f}$$

Donde $\theta = (T_f - T)$ es el subenfriamiento, T_f es la temperatura de fusión en K, T es la temperatura del líquido, L_f es el calor latente, y M es el volumen molar.

Existen dos tipos de nucleación: la nucleación homogénea y la nucleación heterogénea. En la nucleación homogénea, la probabilidad de formar núcleos en todo el material es igual. Esta nucleación se da muy poco, se requiere un material prácticamente sin defectos o con una sola fase para que se favorezca la nucleación.

En la nucleación heterogénea, se requiere una energía de activación menor, por lo que se favorece el crecimiento de grano. Los lugares en los que se suele dar la nucleación es en las paredes del molde y en donde existen defectos del material que provocan que se solidifiquen primero, debido a que existe una energía de activación menor en esos lugares.. El crecimiento de núcleos desprende calor latente en la solidificación, que afecta la temperatura interfacial líquido-núcleo [9]. Se debe extraer este calor para que se de el crecimiento. Entre más se acerque la temperatura al punto de fusión, el reordenamiento de los átomos es más fácil.

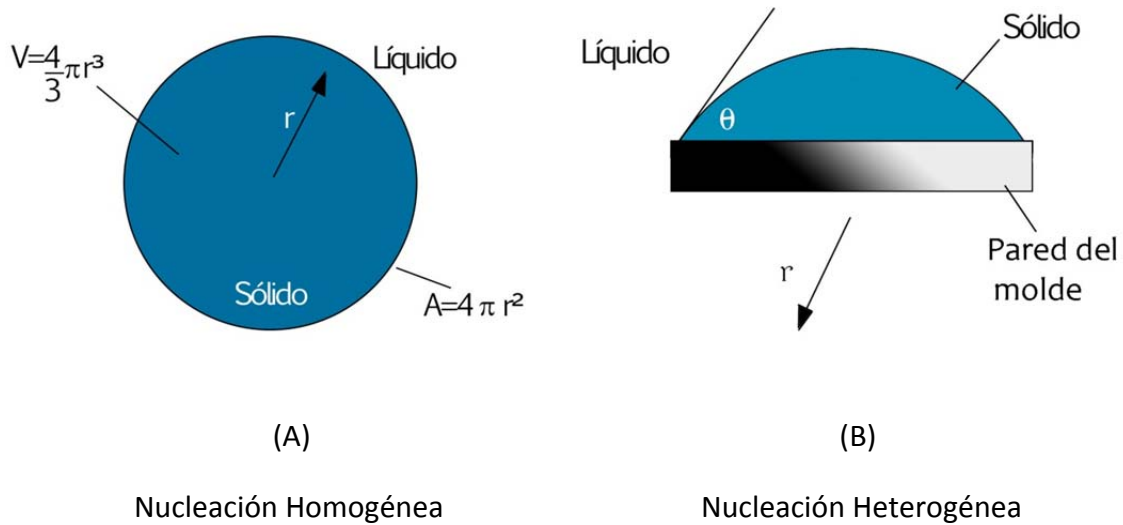


Figura 3.2. (A) Núcleo esférico dentro de la fase líquida. (B) Fase sólida sobre una impureza. La energía de superficie se reduce en comparación del núcleo esférico, por lo que solidifica primero.

En el caso de un núcleo esférico creciendo en líquido subenfriado, se crea una pequeña protuberancia en la intercara sólido-líquido donde se remueve el calor de forma más efectiva, lo que provoca un crecimiento preferente. Esta intercara avanzando en líquido subenfriado se vuelve inestable, el calor latente de solidificación se desprende hacia el líquido, lo que provoca que el material sólido crezca a una dirección, el núcleo esférico desarrolla largos tallos en direcciones cristalográficas como lo muestra la figura 3.3 [20].

Los tallos primarios eventualmente se vuelven inestables y de ellos salen cortas ramificaciones secundarias y hasta terciarias. Esta forma se llama dendrita, que viene del griego que significa árbol [20], por la forma de tallos y ramas que tiene.

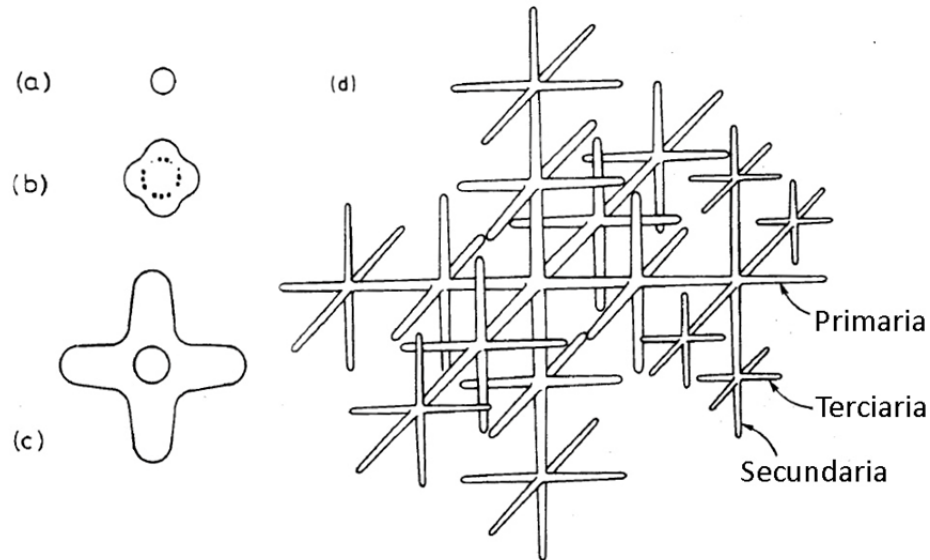


Figura 3.3. Crecimiento dendrítico: a) Núcleo esférico, b) Intercara inestable, c) Crecimiento de dendritas primarias d) Crecimiento de dendritas secundarias y terciarias [20].

Al ser más rápida la velocidad de enfriamiento, crecen más núcleos, pero las dimensiones y separación entre dendritas disminuyen. El crecimiento dendrítico se lleva a cabo más fácilmente cuando el líquido contiene elementos aleantes e impurezas, no es posible causar que un metal puro solidifique dendríticamente más que en un 10% de volumen [19].

Al solidificar un lingote se observan tres regiones generales distintas que se esquematizan en la figura 3.4. En el borde del molde se da una zona de enfriamiento rápido, casi instantáneo por las paredes que están a una temperatura mucho menor a la del líquido. Se forman cristales pequeños equiaxiales [20] mediante nucleación heterogénea y crecen hasta estar en contacto con los granos adyacentes.

Entre el centro y el borde, se tiene la zona columnar, donde los cristales se vuelven alargados con su eje longitudinal paralelo a la dirección del flujo de calor, formando dendritas. Estos cristales comienzan en la zona de enfriamiento rápido, y crecen en dirección al centro. En metales puros sí alcanzan el centro del lingote.

Finalmente, en la zona central, se dan granos equiaxiales que tienen una orientación aleatoria, estos suelen estar formados por nucleación homogénea en el centro del lingote [19], así como de dendritas que al llegar al centro se funden de nuevo y funcionan como semilla para un nuevo núcleo [20]. El desarrollo en esta zona, es resultado importante del subenfriamiento. Existe un subenfriamiento tan grande debido a que la concentración del soluto aumenta a medida que la zona columnar se vuelve más grande, al punto de tener una temperatura en el centro muy cercana a la de las intercaras que se acercan, por lo que la cristalización en la zona central ocurre mediante nuevos cristales.

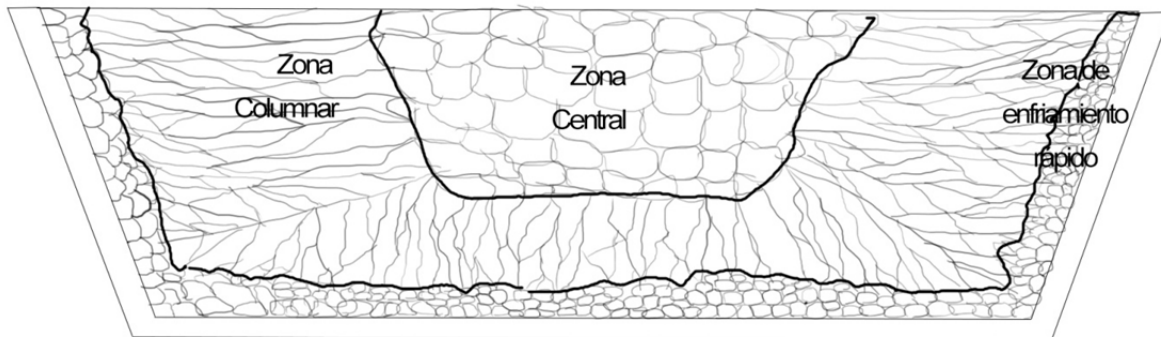


Figura 3.4. Esquema de las diferentes zonas observadas debido a la solidificación del material en la lingotera.

El tamaño de grano se determina por la relación de rapidez de crecimiento y de nucleación. Si hay muchos núcleos, se creará un grano fino. La cantidad de núcleos se determina por la velocidad de enfriamiento. El enfriamiento rápido forma varios núcleos. Las impurezas y la agitación tienden a provocar también granos finos, un grano fino produce un material más resistente [18].

La zona que separa dos cristales con distintas orientaciones se llama límite de grano, consiste en una pared de dislocaciones paralelas. En esta zona existe energía almacenada.

La segregación es la diferencia de composición en un material entre zonas, la segregación en a un nivel más pequeño, entres granos dendríticos se llama microsegregación. La macrosegregación, es la segregación de elementos aleantes que se produce a lo largo de distancias grandes, observándose diferencias, por ejemplo, en el centro y en el exterior del lingote [19].

3.3 Laminado

El laminado es un proceso de conformado mecánico en el que se reduce el espesor de una pieza mediante presión aplicada a través de un par de rodillos que giran en sentidos opuestos. Esta deformación plástica se lleva a cabo por los rodillos debido a la intensa carga que aplica el material deformado sobre ellos. El material no se suele ensanchar durante el proceso, debido a la fricción entre el rodillo y el metal, por lo que la deformación se refleja en el material mediante su alargamiento [21].

Económicamente es el proceso más importante de conformado mecánico, se pueden laminar lingotes de medio metro de espesor, reduciéndolo a micras mediante una sucesión de rodillos [22]. Cerca del 90% de todos los productos generados por conformado mecánico son procesados mediante laminado [21].

El laminado puede realizarse en frío o en caliente, el laminado en caliente se da por encima de la temperatura de recristalización. Durante este, la porosidad del material disminuye, el tamaño de grano se reduce, y los granos grandes se subdividen en granos más pequeños, incrementando la resistencia de la aleación [22]. El laminado en frío incrementa la resistencia mecánica del material mediante endurecimiento por deformación, resulta en buenos acabados superficiales y dimensiones precisas. Al realizar este proceso, los granos se orientan en dirección de la deformación [21]. La mayor parte de la energía del laminado se disipa en calor (95%), mientras que el restante se almacena en el material en dislocaciones, subgranos y límites de granos.

En la industria, se suele usar el laminado en caliente en los primeros pasos, donde el control preciso de las dimensiones de la lámina es de menor importancia, además de que se evita endurecimiento, después se aplica laminado en frío para obtener las dimensiones deseadas con una buena precisión y la resistencia mecánica deseada [22].

3.4 Recocido

El resultado de la deformación en frío es un aumento en dureza y resistencia, a la vez de un incremento en la energía libre debido al aumento de la densidad de dislocaciones, si después de aplicar la deformación se eleva la temperatura del material, se activará la difusión en estado sólido, lo cual reduce la densidad de las dislocaciones, logrando un estado de menor energía.

Para disminuir la energía libre y la dureza, e incrementar la ductilidad de metales previamente deformados en frío se aplica el tratamiento de recocido. En el recocido se calienta el material previamente deformado durante un periodo de tiempo y temperatura específicos.

El recocido se puede dividir en tres etapas: recuperación, recristalización y crecimiento de granos. Se explicará brevemente cada una de ellas.

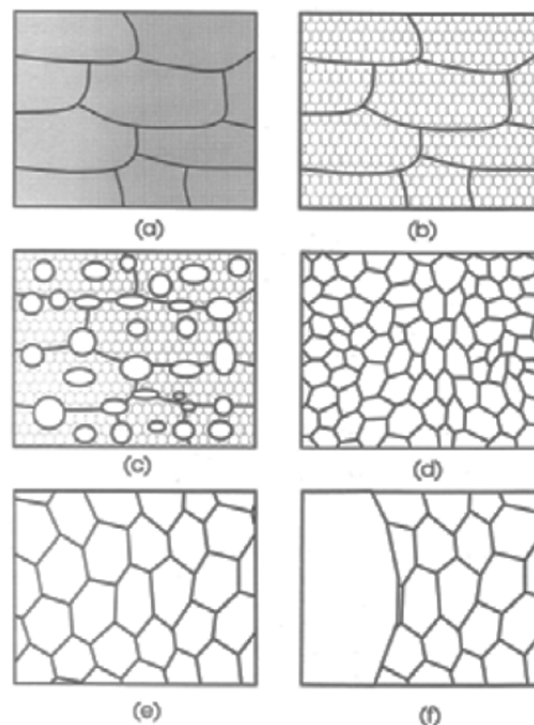


Figura 3.5. Etapas del recocido. a) deformación, b) recuperación, c) recristalización inicial, d) recristalización total, e) crecimiento de grano y e) crecimiento anormal de grano [23].

3.4.1 Recuperación

El término recuperación se refiere al cambio que ocurre en el material antes de la recristalización [23]. En esta etapa se recuperan parcialmente algunas propiedades y se libera una pequeña parte de la energía almacenada. Al mismo tiempo, las dislocaciones se reacomodan para disminuir su energía, aunque la red cristalina mantiene su estructura. Algunas propiedades se ven modificadas, por ejemplo, la dureza disminuye, mientras que la conductividad eléctrica aumenta.

La estructura de un material trabajado en frío presenta una densa red de dislocaciones que al suceder la recuperación, se anulan y se inicia la formación y crecimiento de subgranos. La recuperación consiste principalmente en el reordenamiento de los defectos cristalinos.

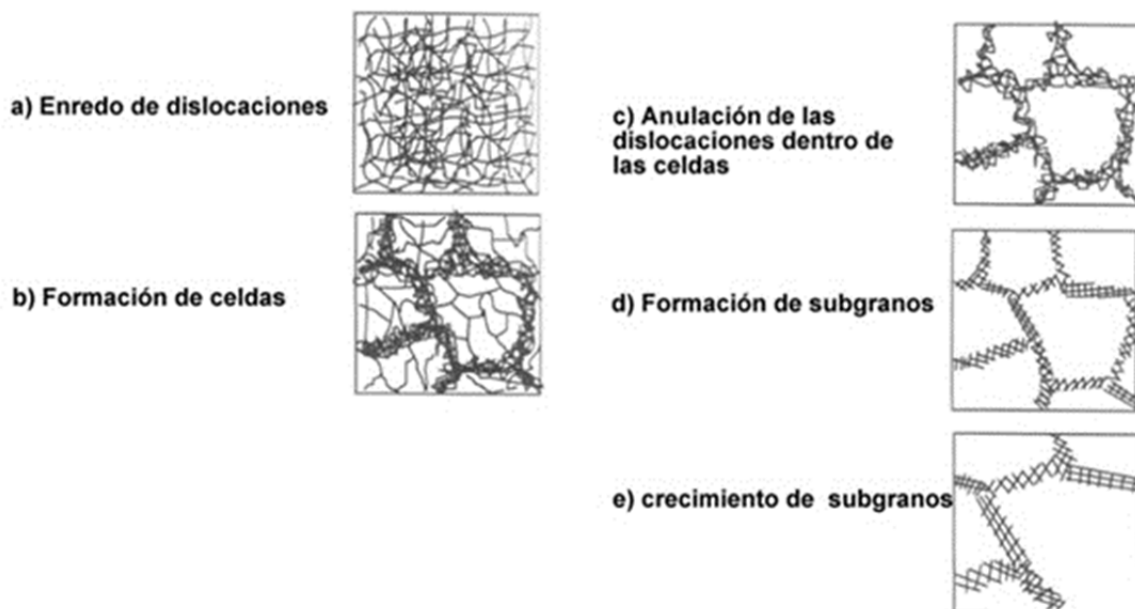


Figura 3.6. Etapas de la deformación en frío (a, b) y de la recuperación de un material deformado plásticamente (c, d, e) [23].

3.4.2 Recristalización

De los subgranos formados, se empiezan a observar más granos de dimensiones casi uniformes, la recristalización comienza lentamente y llega a una velocidad máxima, después de la cual se retarda [19]. El proceso tiene una curva en forma de "S".

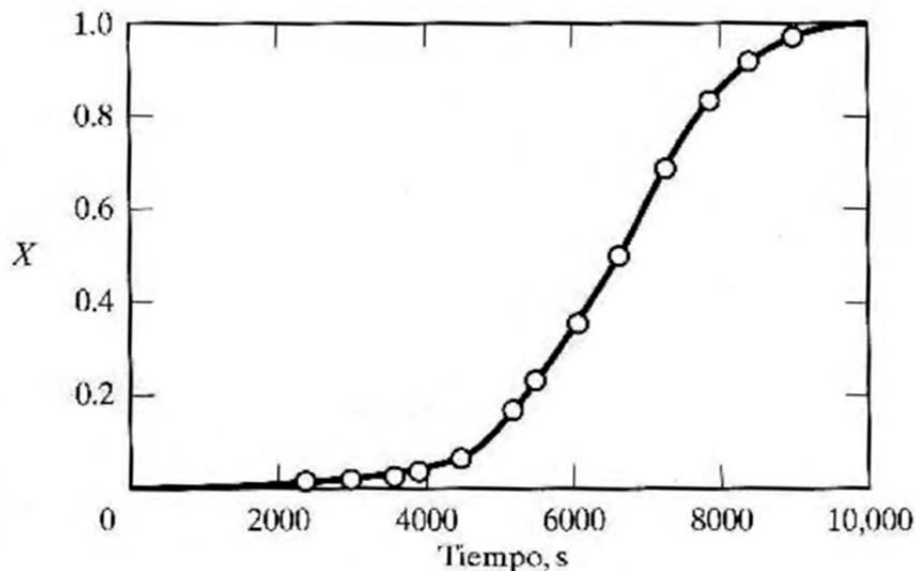


Figura 3.7. Fracción de volumen que recristaliza en función del tiempo en un proceso isotérmico [19].

El material necesita haber sido sometido a un porcentaje mínimo de deformación para que la recristalización pueda iniciarse, normalmente entre 2 y 8%. A esto se le llama deformación crítica [18]. La deformación debe ser suficiente para que se tenga nucleación, además de proveer la fuerza impulsora del crecimiento de grano.

Así como en la solidificación, la recristalización se da por un proceso análogo a la nucleación y el crecimiento, donde se empieza con un período de incubación del material, en el que los núcleos tienen que aumentar a cierto radio crítico que les permita avanzar a la siguiente etapa.

En la recristalización, la red deformada se transforma [23]. La orientación de los nuevos granos es diferente de los cristales que existían previamente.

Se llama temperatura de recristalización a la temperatura en la que un material deformado recristaliza completamente en un tiempo determinado para el proceso [18]. No es que exista una temperatura definitiva, sino que es dependiente del tiempo, por lo que a menor temperatura, mayor tiempo necesario para completar el proceso. En algunos

casos, el realizar un par de recocidos a sólo 10 ° C de diferencia, puede dar como resultado una diferencia de temperatura en que el material recrystalizará completamente de una hora [19]. Los materiales puros suelen tener una temperatura de recrystalización menor que los materiales aleados.

La temperatura en que inicia el proceso de recrystalización decrece entre mayor densidad de dislocaciones tenga el material, dado que al haber mayor energía almacenada, el proceso necesita una energía de activación menor para iniciar.

El tamaño de grano recrystalizado depende de la cantidad de deformación, siendo menor para grandes deformaciones, una mayor deformación genera más núcleos [23].

3.4.3 Crecimiento de grano

Cuando los nuevos granos han consumido la red deformada, los límites de grano siguen impulsando a los granos recrystalizados para que estos crezcan, se da una pérdida gradual de la resistencia del material debido a este crecimiento.

El crecimiento de grano puede ser normal o anormal. En el primero, la estructura cambia de manera uniforme, con tamaños similares entre granos, mientras que en el crecimiento anormal, algunos granos crecen demasiado, consumiendo otros granos [23].

3.5 Ensayo de Dureza

La dureza se define comúnmente como la resistencia a la penetración, debido a la impresión de un objeto duro con una carga dada sobre el material, teniendo como resultado una deformación plástica [9].

Existen diversas técnicas para realizar la medición de la dureza, como la elástica, la prueba de resistencia al rayado y la resistencia a la indentación. La primera, mide la altura del rebote mediante un escleroscopio. La prueba de resistencia al rayado es útil en mineralogía y se obtiene una dureza relativa, comparando con el cero en el talco, y el diez en el diamante. Sin embargo, los siguientes ensayos o pruebas tienen una mayor importancia en la ingeniería:

- Prueba de dureza Brinell. Se aplica una carga por un tiempo regulado, usualmente 30 segundos. El valor de dureza es inversamente proporcional a la profundidad de indentación. El procedimiento estándar usa una bola de 10 mm y una carga de 3000 kg [21].
- Ensayo de dureza Rockwell. Es el más comúnmente utilizado. Algunas de las características por lo que es el más aceptado, es por la rapidez de realizar varias pruebas [21]. Se eleva la muestra lentamente contra el marcador con una carga menor que para la prueba Brinell (usualmente 10 kg). Luego se aplica una carga mayor, mediante un sistema de palanca de carga. El valor de dureza es inversamente proporcional a la profundidad, una impresión poco profunda dará un número grande y viceversa. Este ensayo tiene varias escalas denominadas con las primeras letras del alfabeto (A, B, C). Por ejemplo, las aleaciones de cobre se ensayan con la escala B.
- Ensayo de dureza Vickers. El indentador de diamante es piramidal, de base cuadrada, con un ángulo de 136° en las caras opuestas. La carga que se aplica durante 15 segundos puede ser entre 1 y 120 kg, en el caso de macrodureza, y 1 a 1000 gf en el caso de microdureza [24], y se calcula la diagonal de la impresión para conocer el valor de la dureza. Las ventajas del método, es que no es necesario cambiar tanto la carga como el indentador a lo largo de pruebas que necesiten durezas distintas, como es el caso de las dos anteriores. Sin embargo, el requerir una preparación cuidadosa en la superficie y una perpendicularidad entre el indentador y la muestra, son algunas de sus desventajas [21].

Para asegurar un valor adecuado de medición, hay que tener en cuenta algunas medidas: Se debe observar la condición del indentador, observar que la punta no tenga fisuras, ni este fija o que empiece a achatarse la punta [24]. Se requiere tener una superficie plana (el ángulo entre el indentador y la superficie debe ser menor de 1° [24]) y en buen estado en el material, se debe observar claramente el final de las diagonales que se formarán al ensayar la muestra. El espesor de la muestra debe ser mayor que diez veces la profundidad de la impresión para que no salga una protuberancia del otro lado. Procurar no dejar las impresiones tan cerca de la orilla, ni a dos veces la diagonal de distancia entre una y otra muestra, así como cuidar que exista uniformidad en el material, para que las mediciones sean repetibles.

3.6 Caracterización

La caracterización de un material describe la composición y estructura, así como propiedades importantes para un uso específico. Del mismo modo, permite documentar los pasos necesarios para reproducir el material y controlar su calidad. Las técnicas que se usarán en esta tesis, son utilizadas para varios de los materiales metálicos con uso en la industria. [25-29].

La microestructura está relacionada con las propiedades de un material. Normalmente, se requiere realizar una preparación metalográfica para observar detalles específicos en una microestructura. Una muestra que está preparada satisfactoriamente, presenta una superficie plana y altamente reflexiva. La preparación metalográfica consiste en varias etapas, desde la correcta elección de la muestra, la extracción, el montaje de la muestra cuando es necesario, el desbaste y pulido, y el ataque químico, para revelar algo específico en el metal [30].

Aplicaciones comunes para observar una metalografía incluyen: medir el tamaño de grano, ya que tiene una fuerte influencia en metales trabajados en frío y recocidos; observación de la dispersión de la segunda fase; y análisis de falla para observar corrosión o donde se quebró el material [31].

3.6.1. Ataque Químico

Existen ataques químicos para diversos fines. En el caso de aleaciones de cobre, se usa ácido nítrico con nitrato de plata y agua destilada para un ataque profundo, así como ácido nítrico y agua solamente, para observar granos, fisuras y otros defectos. Existen otros ataques que se enfocan en la frontera de grano o en la macroestructura en general [31]. Al mismo tiempo, existen ataques para observar la microestructura. Entre ellos, los más comunes [31] utilizan cloruro férrico, ácido nítrico o hidróxido de amonio.

Dentro de los ataques químicos usuales, se encuentra el formado por hidróxido de amonio, peróxido de hidrógeno y agua destilada, que es el utilizado en este trabajo. El hidróxido de amonio es una solución acuosa de 25-30% de amoniaco, es irritante y venenoso, es muy corrosivo con el cobre [6], y libera un compuesto azul intenso al reaccionar. También es reactivo con el magnesio. El peróxido de hidrógeno es oxidante y se descompone rápidamente en contacto con agua. Es muy corrosivo con el cobre [6], y reacciona con magnesio y estaño. Finalmente, el agua destilada disuelve las sustancias y es un agente químico reactivo.

3.6.2. Microscopía

La microscopía óptica es una herramienta muy utilizada en la determinación microestructural. El equipo tiene un costo elevado, pero es el de menor costo. En un microscopio óptico, se ilumina la muestra para observar mediante el reflejo de un haz de luz, mientras que un sistema de lentes amplifica la imagen dependiendo del aumento deseado. Se requiere colocar la muestra de forma perpendicular con respecto al haz de luz, se ajustan los aumentos necesarios y se enfoca el visor hasta obtener una muestra nítida.

Mediante esta técnica se aprecia una vista general de la microestructura, tamaño y límites de grano; se puede realizar análisis cualitativo de las fases presentes en el material, así como evidencia de deformación mecánica. Su resolución llega a 200 nm.

El microscopio electrónico de barrido tiene mayor capacidad de resolución, pues esta se encuentra entre 3 y 20 nm. Este microscopio funciona mediante un haz de electrones hacia la muestra. La interacción que tienen los electrones con la muestra genera señales que brindan información microestructural y química. Entre las señales más importantes están:

- Detector de electrones retrodispersados (Backscattered electrons). Algunos electrones son reflejados tras interactuar con los átomos de la muestra. La intensidad de emisión de estos electrones está relacionada con el número atómico (z) del material, por lo que los átomos más densos producen mayor cantidad de electrones retrodispersados, por lo que a mayor contraste en la imagen obtenida, el material es más denso.
- Detector de electrones secundarios. Estos electrones son emitidos por la muestra debido a interacción con el haz que incide. La intensidad de los electrones captados dependen de la distancia que han recorrido a través de la muestra, por lo que su proyección representa la topografía del material observado. La energía de electrones es muy baja, por lo que los electrones secundarios provienen de los primeros nanómetros de la superficie.

- Detector de energía dispersiva. El detector genera un haz de electrones que se convierte en voltaje, para después recoger durante un tiempo determinado partículas de rayos X que se clasifican por su energía. Enseguida, se procesa la información y se obtiene la composición química de la muestra mediante un espectro de dispersión de energía (EDS). Existe también el detector de rayos x (WDS), cuya diferencia radica que se mide la señal de un solo elemento.

Capítulo 4

Desarrollo Experimental

4.1 Fundición

Para realizar la fundición, se preparó la cantidad necesaria de cada elemento para una carga de 3 kg, para ello se necesitó de 2.88 kg de Cu, 0.06 kg de Mg y 0.06 kg de Sn. Se utilizó un crisol de grafito, previamente cepillado para eliminar impurezas y material remanente de fundiciones anteriores, el cobre es añadido junto con el estaño y fundidos hasta alcanzar una temperatura de 1300 °C, suficiente para que no se solidifique antes del vaciado. Se esperó a que la fundición estuviera totalmente líquida para introducir un tubo de grafito, por el cual se añadió el desgasificante y el magnesio. Para la desgasificación, se introdujo en la fundición una pastilla de carbonato de calcio, cuyo propósito es remover los gases disueltos en el líquido. Dado que la temperatura de ebullición del magnesio (1090 °C) es apenas mayor que la temperatura de fusión del cobre (1085°C), no es fácil incorporar magnesio en aleaciones de cobre, por lo que este se recubrió previamente de grafito en polvo y se agregó a la fundición y manteniéndose al fondo con un pistón mientras se fundía.

4.2 Preparación de planchones

Se seccionó el lingote mediante un disco de corte a una medida de 12x50x100mm, procurando eliminar las capas de óxido, sin remover demasiado material, para maquinar las probetas requeridas para la caracterización. Se obtuvo un planchón delgado, con un ancho de aproximadamente 8mm, con el objetivo de realizar el laminado. Para evitar que la deformación del planchón en la laminadora se viera afectada por irregularidades de la superficie, el planchón se careó mediante una fresadora.

4.3 Laminado en frío

El laminado en frío se realizó mediante una laminadora dúo reversible Hille 25, con rodillos de 12 cm de diámetro, a una velocidad de 50 ft/min. El primer paso que se aplicó al planchón fue de una reducción de 2%, y esta se aumentó a 4, 6, 8, y 10% consecutivamente. A partir de 10%, los pasos se mantuvieron constantes en ese valor, hasta alcanzar el 80% de reducción acumulada. Se obtuvieron tres muestras al sobrepasar los valores de deformación de Von Mises de 1, 1.5, y al final (1.89) con objeto de observar mediante microscopía la evolución microestructural del laminado en el material.

El espesor inicial del planchón fue de 7.7mm y recibió 18 reducciones. La primera lámina tiene una deformación equivalente de 1.14, la segunda lámina alcanzó 1.54, y la tercera 1.89.

	% red	espesor [mm]	red von Mises	% de TF
0	0	7.7	0.000	0
1	2	7.54	0.027	2.03
2	4	7.28	0.066	5.33
3	6	6.90	0.128	10.28
4	8	6.55	0.189	14.89
5	10	6.35	0.226	17.53
6	10	5.79	0.332	24.79
7	10	5.18	0.461	32.71
8	10	4.70	0.574	38.97
9	10	4.21	0.699	45.24
10	10	3.76	0.831	51.18
11	10	3.30	0.981	57.12
12	10	2.87	1.143	62.72
13	10	2.51	1.295	67.34
14	10	2.23	1.431	70.97
15	10	2.03	1.542	73.61
16	10	1.80	1.679	76.58
17	10	1.62	1.799	78.89
18	10	1.50	1.893	80.54

Tabla 4.1. Reducciones del material laminado.

4.4 Recocido

El recocido se llevó a cabo a 600 °C, para ello, se introdujeron láminas pequeñas con deformación de von Mises de 1.89 al horno durante los siguientes tiempos: 1, 2, 4, 8, 15 y 30 min. El tratamiento térmico se llevó a cabo en un horno de resistencias. Dentro del horno se colocó un termopar soldado sobre una probeta para monitorear la temperatura.

4.5 Dureza Vickers

La dureza se midió mediante un equipo de indentación Vickers a las muestras de los distintos pasos de laminado, a las muestras recocidas, así como a las de la fundición. Se tomaron siete huellas de indentación por muestra para obtener un promedio del tamaño de huella. La carga que se aplicó fue de 100 gf.

4.6 Metalografía

La preparación metalográfica se realizó en todas las muestras de fundición, laminado y recocido. Esa preparación se llevó a cabo mediante el lijado de la muestra, empezando con una lija 180, hasta una lija de 1200 como el último paso de lijado. Enseguida, se procedió a pulir la muestra mediante alúmina y un paño. Afinando este proceso, se utilizó primero alúmina de $1\ \mu\text{m}$ y después de $0.05\ \mu\text{m}$ como paso final.

4.7 Ataque Químico

Para lograr la observación en microscopía óptica, se realizó un primer ataque químico en el que se sumergió la superficie de la muestra durante 28 segundos en una solución compuesta de agua destilada, hidróxido de amonio y agua oxigenada, con 2 ml de cada una de las sustancias. Este ataque disolvía partes importantes del material, pero revelaba adecuadamente otros detalles, por lo que se optó por realizar otro ataque de 14 segundos con 0.8 ml de cada una de las sustancias, lo que permitió observar muestras mediante microscopía electrónica de barrido con ataque químico, aparte de las observadas sin ataque como hasta ahora.

Capítulo 5

Resultados

5.1 Fundición

Al retirar el material de la lingotera, se observan pocos defectos. La parte superior se contrajo levemente. Esa misma parte fue cubierta de óxido al haber estado directamente con el medioambiente. El material sufrió una pequeña contracción al haberse solidificado.

Se detectó una pequeña cantidad de poros al cortar el material y al prepararlo, pero no es crítico para el desarrollo de las muestras.

5.2 Características microestructurales del material solidificado

Como se puede observar en la figura 5.1, el material tiene una estructura dendrítica. Al centro de la imagen se observa una dendrita primaria (5.1A). Las dendritas secundarias se encuentran perpendicularmente junto a la primaria. En la parte inferior derecha, se observan dos dendritas más con la misma orientación entre ellas (5.1B), pero distinta orientación respecto a la dendrita grande (5.1A), lo que obedece a dos granos distintos.

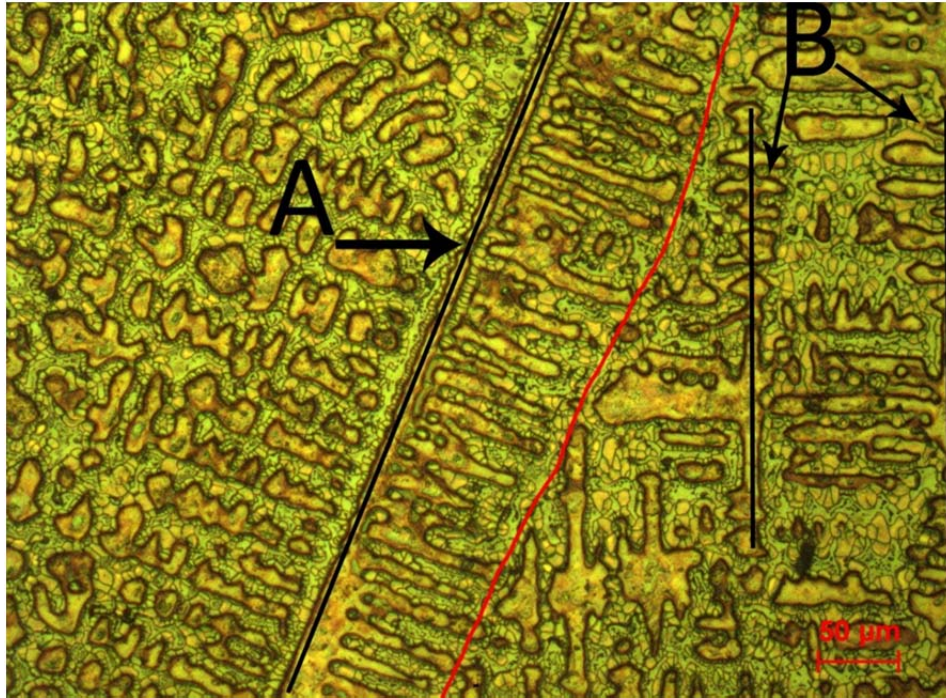


Figura 5.1. Microestructura obtenida mediante microscopía óptica. Se observa una dendrita (A) claramente junto a sus brazos dendríticos. Se aprecian distintos granos dada la orientación diferente de algunos grupos de dendritas.

El detector de electrones retrodispersados (fig. 5.2.) muestra que la tonalidad del interdendrítico es distinta a la tonalidad en la dendrita, lo que muestra distintos compuestos en la muestra. Se divide a detalle la distribución de la fase que se encuentra dentro del material interdendrítico en la figura 5.2b. La matriz se observa uniforme.

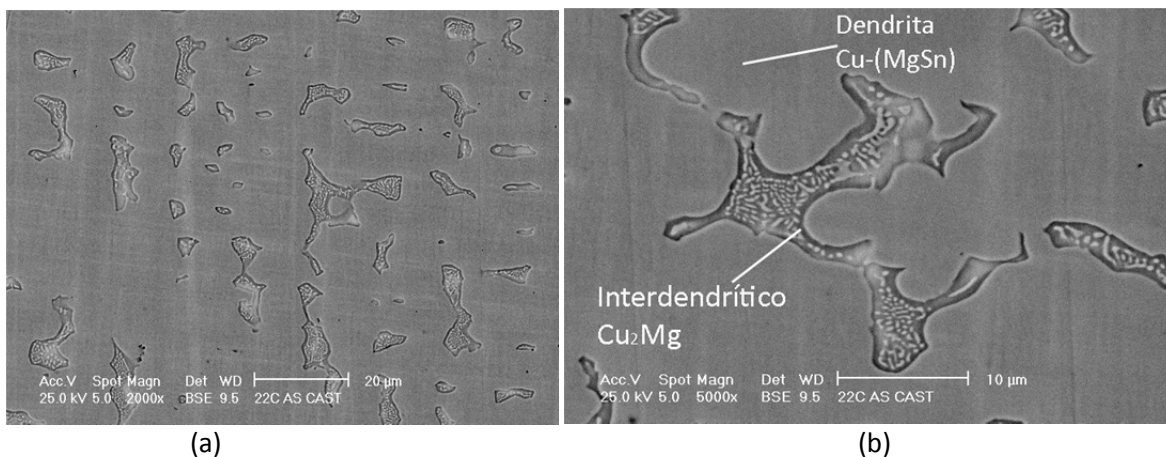


Figura 5.2. Observación microestructural mediante el uso de un detector de electrones retrodispersados con microscopía electrónica de barrido. Se observa la tonalidad distinta que indica distintos compuestos en la muestra.

En la figura 5.3, se observa la orientación de los distintos granos en el material. Se observan conjuntos de dendritas orientadas en distintas direcciones unas con otras. Se aprecia al centro un grano muy bien definido, mientras que alrededor de éste, se observan granos de un tamaño menor.

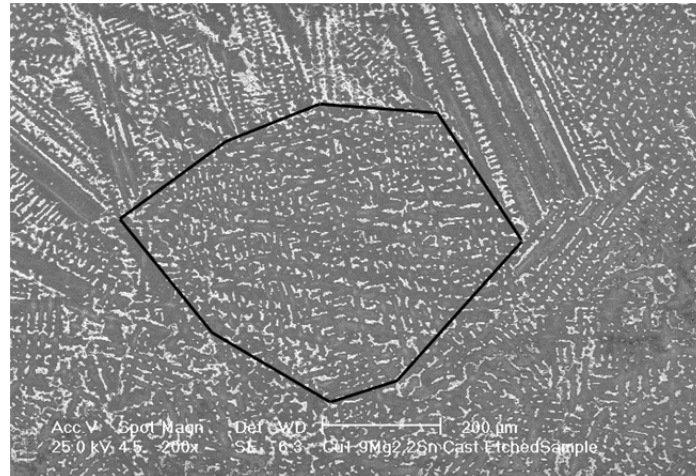


Figura 5.3. Microestructura generada mediante detector de electrones secundarios con microscopio electrónica de barrido. Se ve la orientación distinta entre granos dentro del material mediante un ataque de 14 segundos.

5.3 Características microestructurales del material laminado

La figura 5.4, muestra una imagen microestructural mediante electrones retrodispersados de material laminado en frío hasta una deformación equivalente de 1.89. Se aprecia que la región interdendrítica deja de ser de una forma irregular y se orienta horizontalmente en dirección del laminado, así como se vuelve muy delgado y alargado.

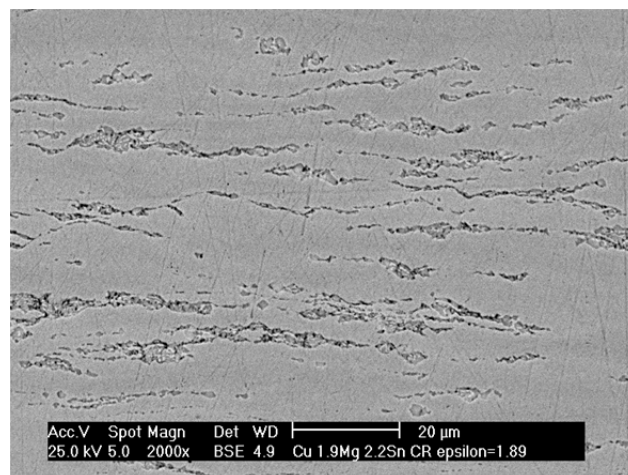
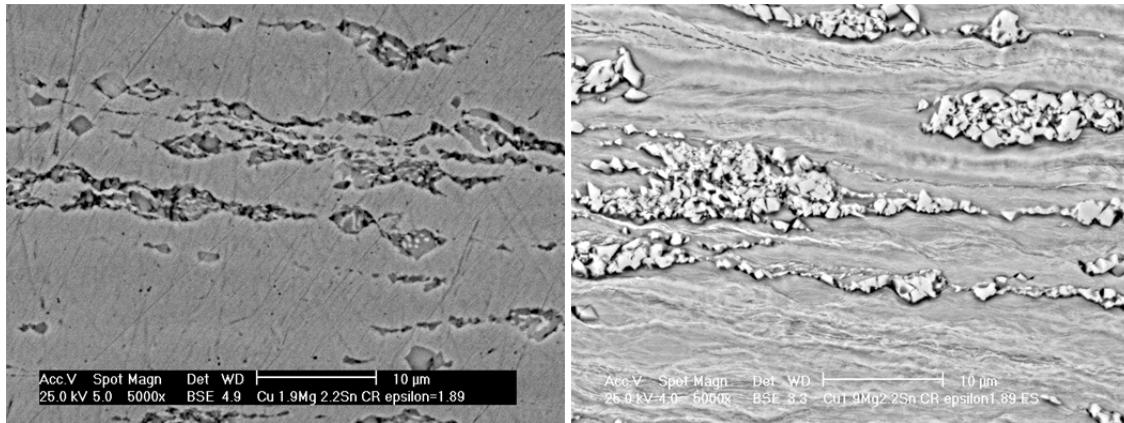


Figura 5.4. Imagen microestructural obtenida con el detector de electrones retrodispersados del microscopio electrónico de barrido. Muestra con $\epsilon=1.89$.

Dentro del compuesto intermetálico (figura 5.5a), se ven algunas tonalidades oscuras, que obedecen a grietas debidas a la deformación tan grande que sufre el material en esta zona. Al ser dura y frágil esta fase, tiende a agrietarse. En la figura 5.5b, se aprecian también líneas horizontales que denotan la dirección del trabajo aplicado.



a)

b)

Figura 5.5. Imágenes microestructurales mediante el uso de un detector de electrones retrodispersados con microscopía electrónica de barrido, del material con $\epsilon = 1.89$. a) Sin ataque químico, b) Ataque químico 14 segundos.

En las siguientes imágenes (fig. 5.6), se muestra el cambio que presenta el material a diferentes pasos de laminado. Conforme aumenta la reducción, se observa la orientación que toman los granos. La microestructura cambia de tal manera que las dendritas dejan de observarse con su forma característica. Se observan líneas horizontales orientadas por el trabajo en frío.

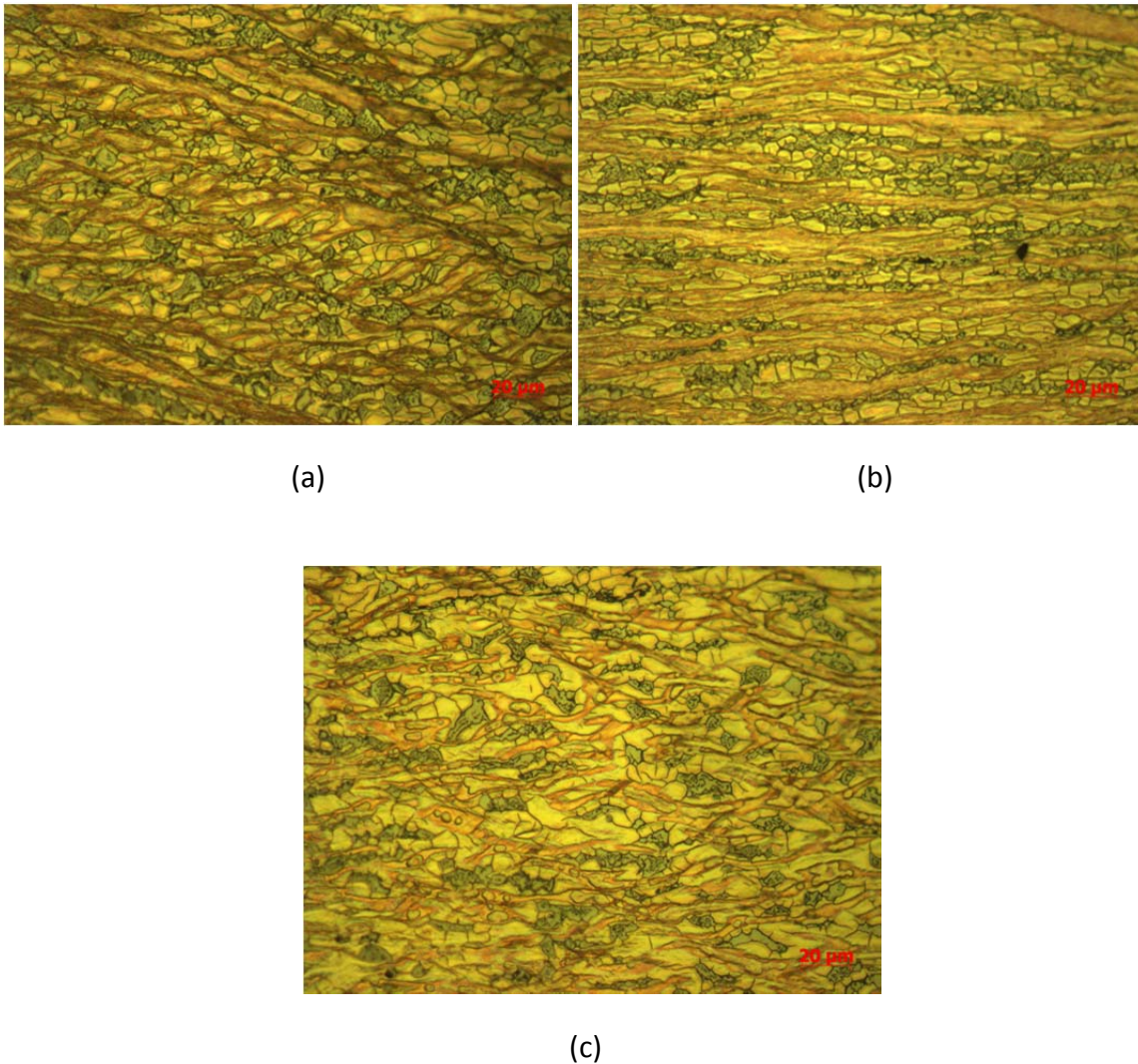
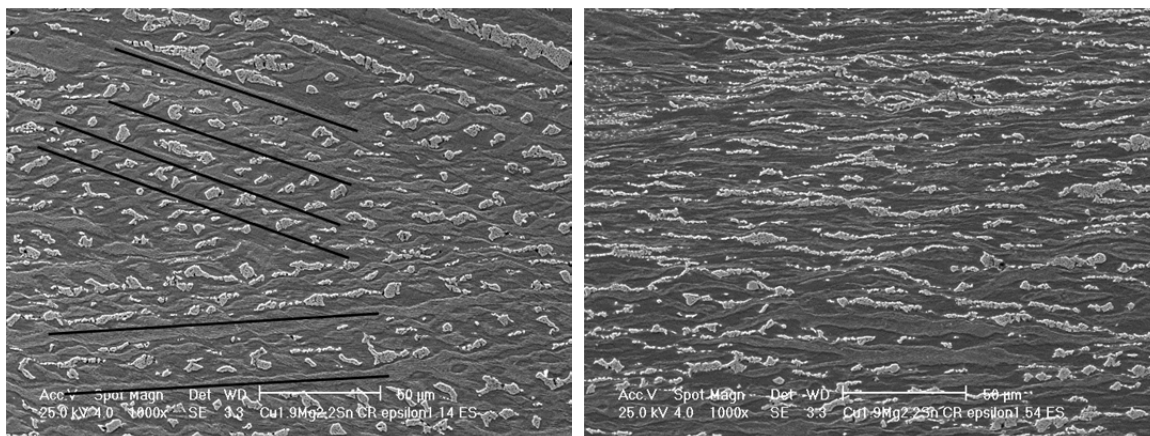


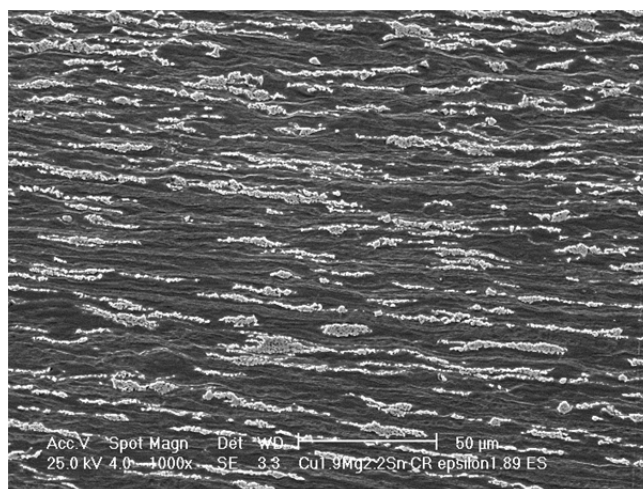
Figura 5.6. Imágenes microestructurales mediante microscopía óptica, a) $\varepsilon=1.14$ (b) $\varepsilon=1.54$, (c) $\varepsilon=1.89$. Se observa el cambio de la deformación del material durante el laminado.

El cambio de la microestructura por la deformación se observa de forma más clara en las siguientes imágenes, obtenidas en el microscopio electrónico de barrido mediante electrones secundarios (figura 5.7). Al observar la consecución de las tres imágenes, se nota cómo el compuesto interdendrítico se va deformando hasta que en la última imagen se aprecia largo y muy plano, así como algunas partes separadas. En la primera imagen se observan dos diagonales de orientación, mientras que en la tercera el material está completamente orientado a la misma dirección.



(a)

(b)



(c)

Figura 5.7. Micrográficas obtenidas mediante el uso del detector de electrones secundarios, con un ataque químico a 14 segundos. a) $\epsilon=1.14$ (b) $\epsilon=1.54$, (c) $\epsilon=1.89$.

5.4 Características microestructurales del material recocido

En la fig. 5.8a, se observa el material recocido a 2 minutos. El Cu_2Mg está horizontalmente dirigido y existen partículas pequeñas de este sobre la matriz. A medida que transcurre el tiempo del tratamiento térmico, este compuesto se concentra en algunas zonas y quita fragilidad al material. Lo mismo se observa en la fig. 5.9.

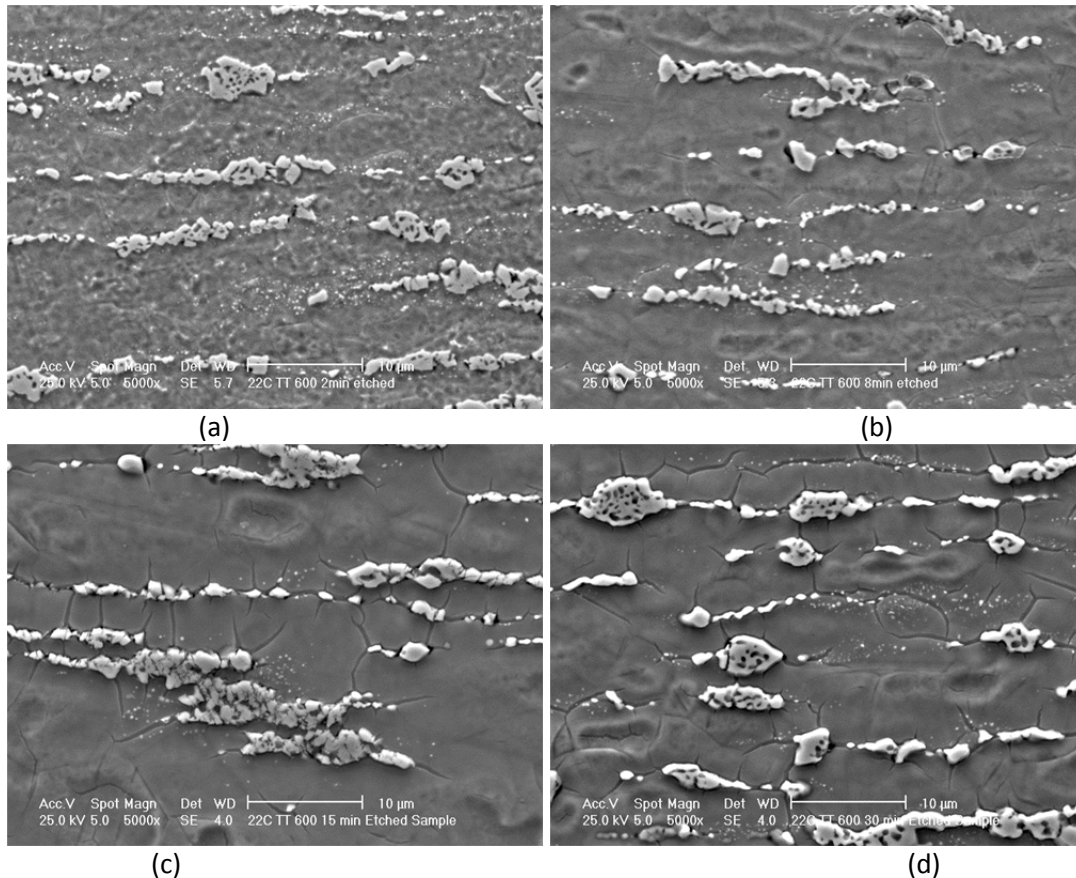


Figura 5.8. Imágenes microestructurales mediante microscopio electrónico de barrido, usando detector de electrones secundarios, sujetas a tratamiento de recocido a 600 °C con los siguientes tiempos: (a) 2 min, (b) 8 min, (c) 15 min, (d) 30 min.

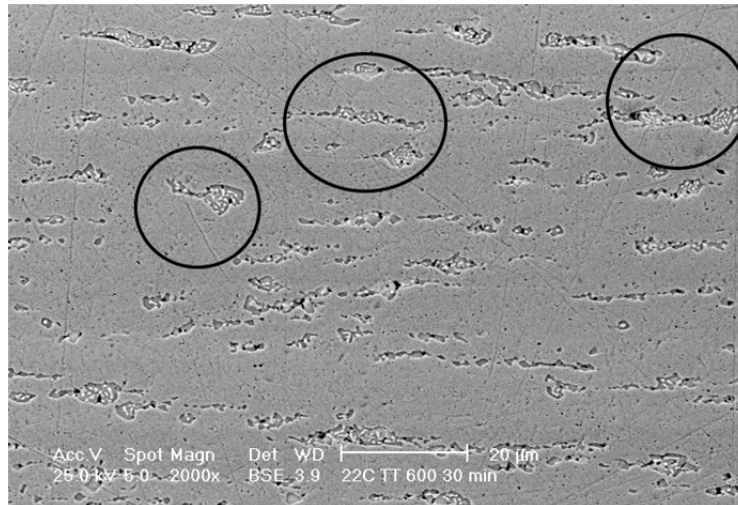


Figura 5.9. Imagen microestructural mediante el uso de electrones retrodispersados de un material recocido a 30 minutos.

5.5 Dureza Vickers

En la Figura 5. 10a, se muestran los valores de la dureza Vickers en función de la deformación del laminado del material. Este valor crece a medida que aumenta la deformación. El primer valor que se muestra es el material de fundición, y después, los distintos pasos de laminado que se obtuvieron.

En la Figura 5.10b, se muestra una gráfica de microdureza Vickers respecto al tiempo de recocido. De acuerdo a la gráfica, se observa una disminución de la dureza a medida que aumenta el tiempo de recocido. Al principio la dureza decae rápidamente, en sólo un minuto el valor de dureza baja de 2687 HV a 1481 HV, pero luego la diferencia se torna menos perceptible, esto sugiere que la recristalización se lleva a cabo en los primeros minutos del recocido. El valor de la dureza de laminado es más grande que el de fundición, mientras que el de recocido y fundición es casi el mismo.

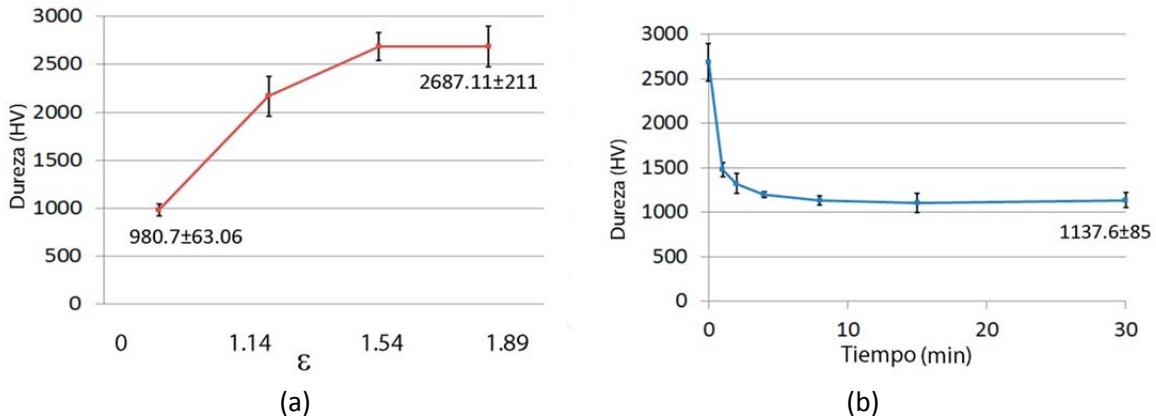


Figura 5.10 a) Dureza Vickers del material laminado b) Dureza Vickers del material recocido.

5.6 Ataque Químico

Dentro de algunos cambios que se realizaron para encontrar un ataque químico adecuado, se modificó la cantidad a 0.8 ml de cada reactivo, a 28 segundos, así como movimientos más vigorosos al momento de aplicar el ataque. La principal diferencia que se nota con este ataque (figura 5.11a), es que alrededor de la región interdendrítica existe una zona que contiene algunos canales. Esta zona no se había apreciado antes, por lo que en un inicio se pensó que podría ser producto de una nueva fase revelada. En la figura 5.11.b, se observa una muestra con el ataque químico de 14 segundos, donde se aprecia más definida la región interdendrítica aunque se distingue menos la forma en que los granos se orientan debido al laminado.

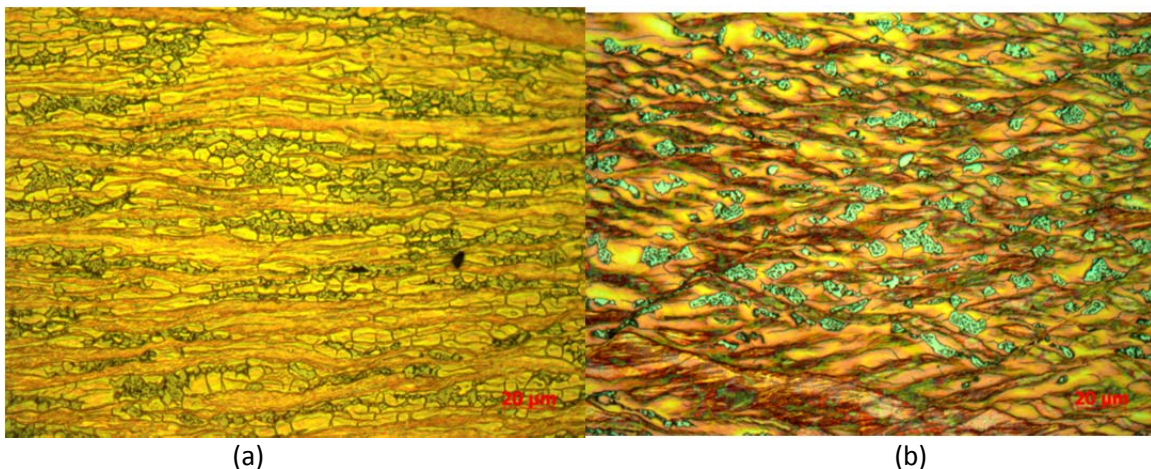
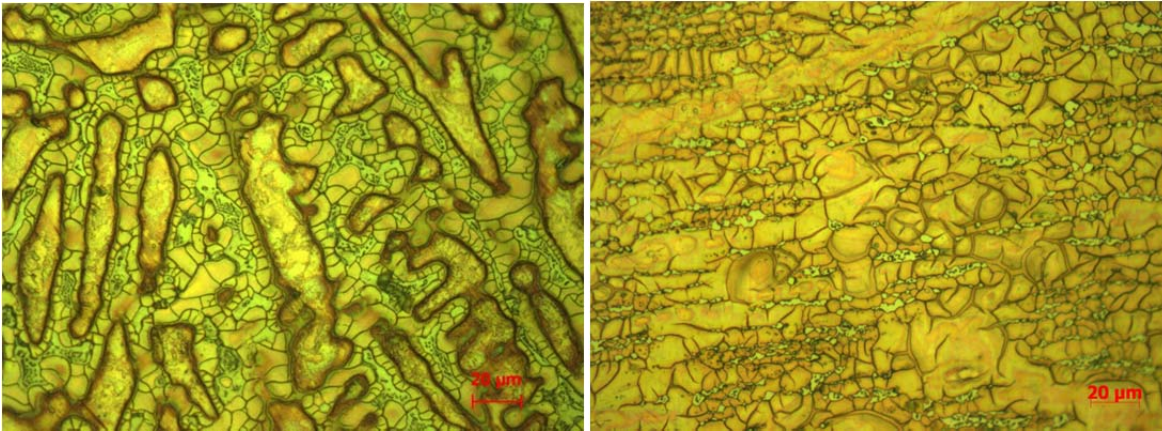


Figura 5.11. Imágenes microestructurales de una muestra de laminado con $\epsilon=1.54$ obtenidas mediante microscopía óptica: (a) ataque químico de 28 segundos, (b) ataque químico de 14 segundos.

En la figura 5.12, se observa que en el material de fundición y recocido también existe este efecto en el material, donde se observan estas líneas irregulares. En el material de fundición (5.12a), se aprecia una fuerte segregación en el material, a la vez que junto al compuesto interdendrítico la misma región acanalada que en el laminado, en el recocido (5.12b) se nota también y se extiende en varias zonas más alejadas del compuesto interdendrítico.



(a)

(b)

Figura 5.12. Imágenes obtenidas mediante microscopía óptica a 500x. (a) Fundición, (b) recocido a 15 min.

Los canales que aparecen en las muestras atacadas a 28 segundos son producto de un sobreataque, que disuelve el material de esta manera. A raíz de estas imágenes, consultando al grupo de trabajo, se toma la decisión de realizar imágenes con el ataque de 14 segundos para observar en el microscopio electrónico de barrido, cosa que no se había realizado antes con estas muestras.

En la figura 5.13, se observa una comparación de imágenes sin ataque químico (a, b, c) y de muestras con ataque químico de 14 segundos (d, e y f) en microscopio electrónico de barrido. Se aprecia un detalle mucho mayor en las dendritas en las imágenes con ataque químico. Sin embargo, en las muestras de fundición sin ataque, el compuesto interdendrítico se observa mejor, mientras que en las muestras con ataque se observa uniforme. Al mismo tiempo, el contraste que existe entre la zona dendrítica y la región interdendrítica debido al ataque químico, ayuda mucho a tener mejor visibilidad de la distribución del material, lo que mejora la visibilidad de la distribución de granos, por ejemplo.

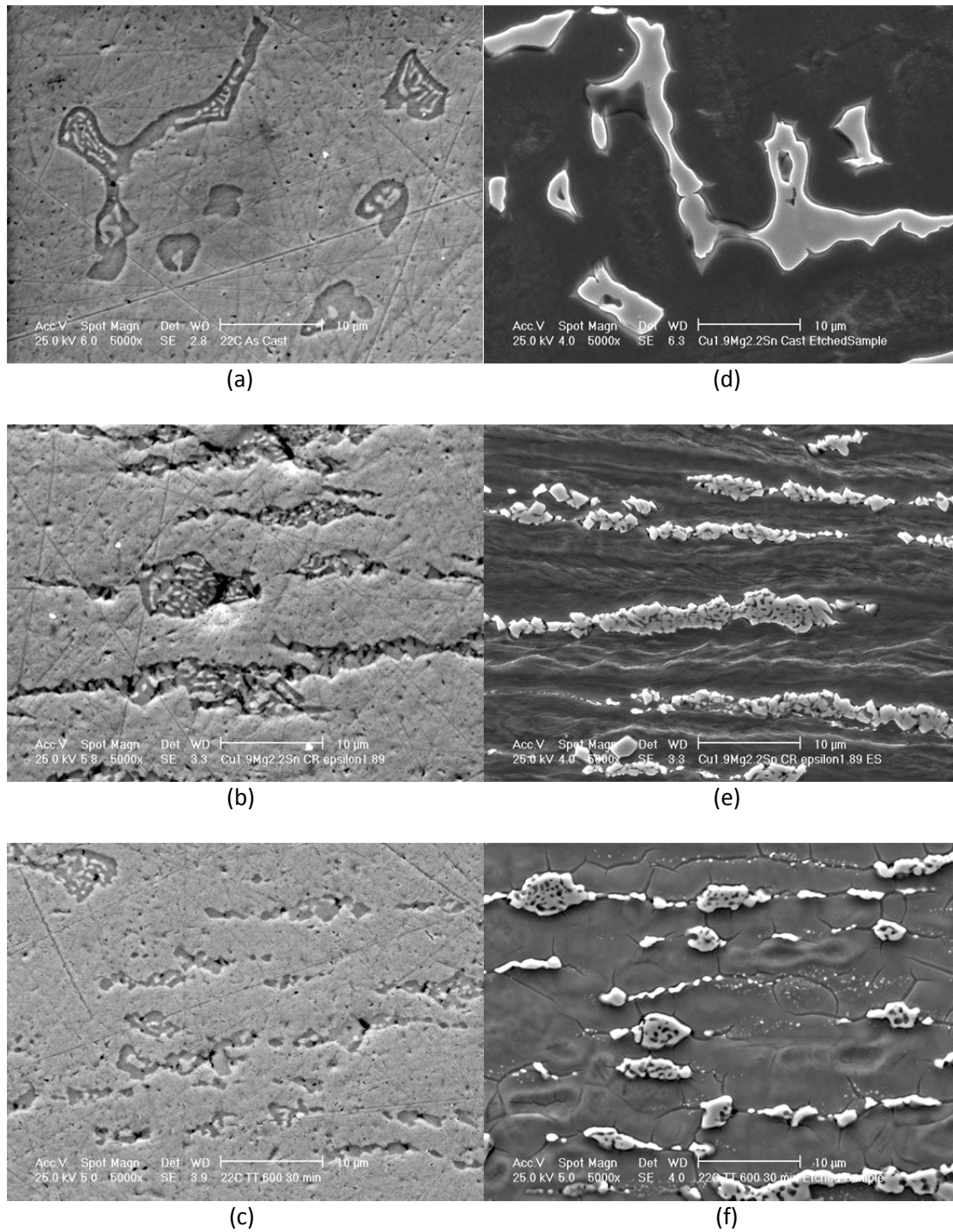


Figura 5.13. Imágenes microestructurales mediante el detector de electrones secundarios en microscopio electrónico de barrido. Del lado izquierdo se observan sin ataque químico (a,b y c), mientras del derecho con ataque químico a 14 segundos (d, e y f). (a) y (d) Fundición, (b) y (e) laminado a $\epsilon=1.89$, (c) y (f) recocido a 30 min.

Capítulo 6

Discusión

El material de fundición muestra una microestructura dendrítica. Se observan pocos defectos en el material, y la concentración de este (Cu-1.9%Mg-2.2%Sn) es aceptable para ser considerado como una muestra Cu-2%Mg-2%Sn.

Como se dijo anteriormente, se sabe que existe una fase α -Cu, y la fase Cu_2Mg , pero existe duda sobre las pequeñas partículas que existen dentro del compuesto interdendrítico.

A diferencia de la microestructura del material después de la fundición, en el laminado se muestra que las dendritas se comprimen poco a poco y se orientan a la dirección de laminado. El compuesto interdendrítico se agrieta en algunas zonas en las que la carga es mayor y se fracciona, lo que confirma que es una fase dura y frágil, a comparación de la fase α -Cu, que es dúctil. Es importante vigilar la cantidad de compuesto interdendrítico en el material, y ésta es una de las razones por las que se considera adecuada esta composición, pues si hubiera un gran volumen de Cu_2Mg en el material, como en el caso de la aleación Cu-5%Mg-1%Sn [14], tendría más componentes frágiles que favorecerían que el material se fracturara y no se pudiera laminar adecuadamente.

Los materiales con porcentajes de magnesio mayores de 3% no habían podido laminarse en el grupo de trabajo, pero 2% de este elemento lo permitió. En aleaciones con mayor contenido de magnesio, el compuesto Cu_2Mg está conectado entre sí, cosa que lleva a que el material falle. En la aleación Cu-2%Mg-2%Sn, esto no sucede, mientras que en aleaciones menores (Cu-1%Mg-1%Sn), la segunda fase es poca.

Respecto al tratamiento de recocido, el valor de la dureza decreció drásticamente en los primeros minutos, en dos minutos la dureza del material disminuyó casi a la mitad. En este tiempo no existe un cambio apreciable en la microestructura, pero al liberar energía almacenada y reacomodar las dislocaciones, la dureza decrece.

A partir de 8 minutos, el valor de la dureza decreció lentamente. Las microestructuras de recocido de 15 y 30 minutos se observan más parecidas a las micrografías de fundición. En ellas, el compuesto interdendrítico se empieza a observar concentrado, en lugar de alargado como en laminado, aunque para el minuto 30, esta fase es aun pequeña a comparación de lo que se observa en fundición.

Convendría realizar un tratamiento térmico de recocido a menor temperatura para observar los primeros cambios en los que la dureza decrece rápidamente con más detalle. Al parecer la recristalización se lleva a cabo en los primeros minutos, por lo que se requiere de temperaturas más bajas, para que las muestras que se obtengan sean más representativas del proceso que se estudia. Finalmente, se recomienda ahondar en el tratamiento de homogeneizado, para comparar las propiedades del material mediante este tratamiento.

En trabajos futuros, habría de estudiarse a detalle la mecánica de recristalización de la aleación, que permita determinar en qué momento el material ya ha recristalizado totalmente.

El valor de la dureza del material de fundición fue de 980.7 HV, mientras que el valor del material recocido a 30 minutos llegó a 1137.6 HV, existe una diferencia mínima entre ellos, sin embargo, tienen propiedades distintas, el realizar un ensayo de tensión podría dar más idea de las propiedades de ambos procesos. La dureza de la aleación es mayor que aleaciones como Cu-1%Mg-1%Sn (689 HV) y Cu-1%Mg-5%Sn (911 HV) [14], y es mucho menor que las aleaciones con alto contenido de magnesio que han tenido problemas al laminarse. El magnesio provee dureza al material, mientras que el estaño ductilidad.

A pesar de no ser un problema principal a resolver en el objetivo de este trabajo, el ataque químico es algo en lo que se puso especial atención, debido a algunas dificultades técnicas en la preparación metalográfica, por lo que se lograron mejorar las imágenes que se obtienen en el grupo de trabajo. Gracias a las modificaciones en el ataque químico, se logró observar a mayor detalle la microestructura del material. El observar muestras en el microscopio electrónico de barrido con ataque químico, ha permitido apreciar claramente la forma de los granos y la distribución de las dendritas dentro de ellos. La fase α -Cu del material se aprecia también mejor.

La sección acanalada que se observa en el material estuvo sujeta a discusiones, porque al principio se creyó que el obtenerla dirigía al ataque adecuado, cosa que al final se desmintió. Esta sección es debida a un sobreataque en el material, lo que causa que disuelva más material del debido. Esto puede indicar que en esa parte existe una concentración distinta de los componentes, lo que podría ser sujeto de estudio.

El realizar observación al microscopio electrónico de barrido con muestras sin ataque químico y con ataque químico permite observar más detalle, mientras que la muestra atacada muestra la distribución de fases correctamente dado el alto contraste entre ellas, la muestra sin ataque químico muestra el contraste adecuado dentro del compuesto intermetálico. Se recomienda un estudio a mayor detalle para confirmar si existen sólo dos fases, como se ha comprobado hasta ahora, o si existe una tercera fase en el material.

Capítulo 7

Conclusiones

- Se obtuvo un lingote de alta calidad que permitió realizar laminado y recocido. Se encontraron pocos defectos en el material, como poros, pero no fueron críticos para el desarrollo de las muestras.
- Se lograron imágenes microestructurales adecuadas, se apreció la estructura dendrítica, los dos compuestos en el material, se confirmó que la fase α -Cu es dúctil, mientras que el Cu_2Mg es duro y frágil, así como la dispersión de los compuestos y la distribución de los granos del material de fundición.
- El material Cu-2%Mg-2%Sn puede laminarse. A diferencia de materiales con mayor contenido de magnesio, esta aleación aún puede ser laminada.
- No se determinó el tiempo exacto en que el material ha recristalizado debido a la alta temperatura de recocido, lo que provocó que la recristalización se llevara a cabo en los primeros minutos. Para determinarse, se tendrá que realizar el recocido a temperatura menor para que tome más tiempo que recristalice.

Bibliografía

1. Figueroa Alcántara, C. G. (2009). *Optimización del tratamiento térmico aplicado a la aleación SAE-788*. Tesis, Licenciatura en Ingeniería Mecánica, Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Ingeniería.
2. Schouwenaars, R. (2004). *Análisis de la deformación plástica durante el desgaste de cojinetes de deslizamiento*. Tesis, Doctorado en Ingeniería Mecánica, Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Ingeniería.
3. Bravo, A. E. (2006). *Uso de materiales nanoestructurados, amorfos y cuasicristalinos para aplicaciones tribológicas*. Tesis, Licenciatura en Ingeniería Mecánica, Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Ingeniería.
4. Torres Castillo, J. A. (2006). *Optimización del proceso termomecánico de la aleación SAE-783 para cojinetes de deslizamiento*. Tesis, Licenciatura en Ingeniería Mecánica, Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Ingeniería.
5. Baram J., Pelleg J. (1981) *Bronze arrowheads containing magnesium from the fifth century BCE, Metallography*, 14, 347-358.
6. ASM International, *ASM Handbook, Vol. 2: Properties and Selection: Nonferrous alloys and special-purpose Materials*, ASM International. (1990)
7. Durán, H. A. (2013). *Efectos de los procesos termomecánicos en las propiedades mecánicas de las aleaciones Al-Sn Para Aplicaciones Tribológicas*. Tesis, Maestría en Ciencia e Ingeniería en Materiales, Posgrado en Ciencia e Ingeniería en Materiales.
8. Nishikawa, K. I., Semboshi S. Konno, T. J. (2007) *Transmission electron microscopy observations on Cu-Mg alloy systems*, Diffusion and defect data Pt. B: Solid State Phenomena 127 103-108.

9. Mangonon, P. L. (2001). *Ciencia de Materiales. Selección y Diseño*. Prentice Hall, México, ISBN 970-26-0027-8.
10. Rokhlin, L., Lysova, E. (2006) *Copper-Magnesium-Tin*. Landolt-Börnstein New Series IV/11A4. 238-247.
11. Miettinen, J., Vassilev, G. (2012) *Thermodynamic re-optimization of the Cu-Mg-Sn system at the Cu-Mg side*, Journal of Mining and Metallurgy, Vol. 48 (I), 53-62
12. Rabinowicz, E. (1971) *Determination of compatibility through static friction tests*. ASLE Trans. 14 198-205
13. Bravo, A., Durán, H., Jacobo, V. (2013) *Towards new formulations for journal bearing alloys*, Wear.
14. Bravo, A., Martínez, D., Gonzalo, J., Ortiz, A., Schouwenaars, R., (2014) *Synthesis, Characterization and Cold Workability of Cast Copper-Magnesium-Tin Alloys* Metallurgical and Materials Transactions A, Volume 45, Number 2, Page 555.
15. Martinez, D., Bravo, A., Jacobo, V., Ortiz, A., Schouwenaars, R., *Recrystallisation of Cold Rolled CuMgSn Alloys Produced from Thin Cast Slabs*, The 8th Pacific Rim International Congress on Advanced Materials and Processing, 2013, 2607-2614.
16. Groover, M. (2004). *Fundamentals of modern manufacturing*. 2nd ed, USA: John Wiley and Sons.
17. ASM Handbook. Vol. 3, *Alloys Phase Diagrams*, ASM; International (1990)
18. Avner, Sydney (1988). *Introducción a la Metalurgia Física*, McGraw-Hill, 2^a ed., México, ISBN 968-6046-01-1.
19. Reed-Hill, R. (1971). *Principios de Metalurgia Física*, Compañía Editorial Continental, 2^a ed., México.
20. Porter, D. A., Easterling, K. E. (1992). *Phase Transformations in Metals and Alloys*, Chapman & Hall, 2nd Ed., Great Britain, ISBN 0-412-45030-5
21. Dieter, G. E. (1986) *Mechanical Metallurgy*. McGraw-Hill, USA, third edition, ISBN 0-07-016893-8
22. Verlinden, B., Driver, J., Samajdar, I., Doherty, R. (2007) *Thermo-Mechanical Processing of Metallic Materials*. Elsevier, Gran Bretaña, ISBN 978-0-08-044497-0

23. Humphreys, F. J., Hatherly, M. (2002) *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Pergamon, Great Britain, ISBN 0-08-041884-8.

24. ASTM E92-82 (2003), *Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials*, ASTM, West Conshohocken, PA.

25. Caterina, C., Irene, C., Michele, A. (2013) *Characterization of bronze Roman coins of the fifth century called nummi through different analytical techniques*. Applied Physics A. Springer-Verlag Berlin Heidelberg

26. Gabaldón, A., López, V., Martín-Costea, A. (2006) *Caracterización metalúrgica de tres piezas arqueológicas de materiales base cobre procedentes del Bajo Argón*. Revista de Metalurgia, Vol 42, No. 4, 287-298.

27. López, M., Camurri, C., Corredor, D., (2005) *Desarrollo y caracterización del material compuesto de base cobre reforzado con cerámicas intermetálicas de TiB₂*., Revista de Metalurgia Madrid, Vol 41, 313-318.

28. Uyime, D., Joseph, A. (2012) *Mechanical Properties and Microstructures of Locally Produced Aluminium Bronze Alloy*, Journal of Minerals And Materials Characterization and Engineering, 11, 1020-1026.

29. Zlaticanin, B., Duric, S. (2003) *Characterization of Microstructure and properties of AlCuMg Alloys*., Journal of mining and Metallurgy, 39 B, 509-526.

30. ASM Handbook. Vol. 10, *Materials Characterization*, ASM; International (1990)

31. ASM Handbook. Vol. 9, *Metallography and Microstructures*, ASM; International (2004)