

ESTUDIO EN LA REGIÓN DE LAS ZONAS DE GÜINIER-PRESTON EN EL ALUMINIO AA6061, SEGUIDO POR RESISTIVIDAD ELÉCTRICA Y MICROSCOPIA

J. L. Ochoa M.^{a*}, A. R. Arias P.^b y J. M. Morales L.^b

^a Laboratorio de Medidas Eléctricas en Materiales, Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, IVIC, Apartado postal 21827, Caracas 1020A - Venezuela. ^b Universidad Tecnológica del Centro, UNITEC, Guacara, Estado Carabobo, Venezuela.

*Autor de correspondencia, e-mail: jlochoa@ivic.gob.ve. Tlfs: +58 212 5041847 / 1161

Recibido: Agosto 2012. Aprobado: Noviembre 2013.

Publicado: Enero 2013.

RESUMEN

En este trabajo se estudió la influencia que tienen las primeras etapas de descomposición microestructural sobre la resistividad eléctrica en el aluminio AA6061 en estado de solución sólida sobresaturada o bajo tratamiento térmico T6, entre la temperatura ambiente y aproximadamente 200°C; estas etapas de pre-precipitación con nucleación y crecimiento corresponden a la formación y transformación de las zonas de Guinier-Preston (z-GP), y a las fases metaestables β'' y β' . Se encontró que las variaciones experimentadas por la resistividad eléctrica son consecuencia de la evolución de la microestructura por efecto de la energía térmica, por la presencia y el reacomodo estructural, principalmente, de los elementos aleantes, y las impurezas presentes. Las zonas GP y las fases β'' y β' son las principales responsables de este comportamiento, siendo éste de carácter no-lineal y no-monótono. La microscopía óptica y la microscopía electrónica de transmisión permitieron revelar la estructura granular de esta aleación, y la presencia de fases secundarias. La variación del tamaño de grano y el crecimiento de fases secundarias están en proporcionalidad con el comportamiento de la resistividad eléctrica.

Palabras Claves: resistividad eléctrica, aluminio AA6061, zonas GP, transformaciones de fase.

STUDY IN THE REGION OF THE GÜINIER-PRESTON ZONES ON ALUMINUM AA6061, FOLLOWED BY ELECTRICAL RESISTIVITY AND MICROSCOPY

ABSTRACT

In this work it studied the influence of the early stages of decomposition microstructural over the electrical resistivity in AA6061 aluminum in state of supersaturated solid solution or heat treatment T6, between room temperature and about 200°C, these stages pre-precipitation with nucleation and growth correspond to the formation and transformation from the Guinier-Preston zones (z-GP), and the metastable phases β'' and β' . It found that the variations in the electrical resistivity are due to the evolution of the microstructure by the effect of thermal energy, for the presence and structural rearrangement, primarily, of the alloying elements, and the impurities. GP zones and β'' and β' phases are primarily responsible for this behavior, this being non-linear and non-monotonous. Optics microscopy and transmission electron microscopy reveal allowed the granular structure of this alloy, and the presence of secondary phases. The grain size variation and the growth of secondary phases are proportional to the electrical resistivity behavior.

Keywords: electrical resistivity, AA6061 alloy, GP zones, phase transformations.

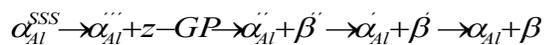
INTRODUCCIÓN

El aluminio AA6061 es una aleación estructural del sistema Al-Mg-Si (serie 6xxx; punto de fusión \approx 660°C), tratable térmicamente para producir endurecimiento por precipitación; sus aleantes principales son el magnesio y el silicio. Este tipo de aluminio posee una dureza mecánica media. A temperatura ambiente presenta una conductividad eléctrica equivalente al 65% de la conductividad del cobre ($\sigma_{Cu} = 100\%$ IACS a 20°C; IACS: es un

acrónimo para International Annealed Copper Standard) [1]. El amplio interés en estas aleaciones es debido a su importancia tecnológica como medio para materiales de alta tenacidad, como conductores eléctricos, y como aleaciones estructurales. Durante el proceso de descomposición de estas aleaciones su microestructura varía, con la consiguiente aparición de heterogeneidades a escala nanométrica que promueven cambios en las propiedades físicas y mecánicas del

material, lo cual es usado para el control de los procesos de endurecimiento, entre otros.

La mayoría de las transformaciones de fase que ocurren en el estado sólido se llevan a cabo por movimientos atómicos activados térmicamente. Cualquier transformación de fase requiere de un rearrreglo extensivo de la estructura atómica. Es bien sabido que las propiedades macroscópicas de los materiales son directamente dependientes de la microestructura presente en el sólido, esto es: del tamaño, la densidad y la orientación de los granos y subgranos; de las características de los precipitados o fases secundarias presentes: tamaños, densidades y orientaciones; además de la existencia de otras singularidades, tales como: dislocaciones, inclusiones, microporos, maclas. Las técnicas usuales para la detección de las transformaciones de fase en estado sólido están fundamentadas en la variación o fluctuación de alguna propiedad física o mecánica medible, por ejemplo, cambios en las dimensiones o el volumen (dilatometría), resistividad eléctrica, susceptibilidad magnética, dureza, entre otras. La ventaja de utilizar los cambios de alguna propiedad física es la rapidez y facilidad de registro, ya que la rapidez de reacción es directamente proporcional a la rapidez de cambio de la propiedad física medida. La desventaja es que los valores absolutos de las concentraciones de las fases secundarias presentes no son obtenidos [2]. Se ha establecido que la secuencia principal de precipitación para las aleaciones del sistema Al-Mg-Si, es:



α_{Al}^{SSS} representa la solución sólida sobresaturada; α_{Al}''' , α_{Al}'' y α_{Al}' , representan la solución sólida en proceso de descomposición hasta alcanzar un nivel energético más estable α_{Al} o de más baja energía libre, tanto α_{Al}^{SSS} como α_{Al}''' , α_{Al}'' , α_{Al}' y α_{Al} mantienen la estructura cristalográfica fcc de la matriz de aluminio;

z-GP o zonas de Guinier-Preston y representan los primeros estadios de pre-precipitación, siendo los precursores de la descomposición en dos fases separadas a temperaturas relativamente bajas ($\geq 40^\circ\text{C}$); β'' y β' son fases metaestables intermedias; y β es la fase de equilibrio o fase estable del intermetálico siliciuro de magnesio (Mg_2Si) [3-5]. La estructura y composición de todas estas fases secundarias (z-GP, β'' , β' , β), es, por lo general, fuertemente dependiente de la composición de la aleación y de la temperatura de envejecimiento. La precipitación de fases metaestables y estables no son independientes unas de otras; es decir, la formación de precipitados metaestables tiene una fuerte influencia sobre la nucleación de fases más estables [6]. La expresión de la secuencia principal de precipitación, representa un proceso de descomposición discontinuo, es decir, de nucleación y crecimiento de agregados (cluster) y fases metaestables, con una progresiva pérdida de coherencia con la matriz. De acuerdo a esta expresión el primer evento que se produce en el proceso de descomposición de la solución sólida sobresaturada (α_{SSS}) se inicia con la formación y crecimiento de las zonas de Guinier-Preston (z-GP) durante el tratamiento de pre-envejecimiento, siempre y cuando la aleación permanezca a temperaturas por debajo de la línea de *solvus* de estas primeras formaciones secundarias [6]. Este primer evento de descomposición es altamente dependiente de la concentración de vacancias en exceso a nivel de la solución sólida [3,7]. Estas primeras formaciones o cuasi-fases secundarias, z-GP, muestran un alto grado de coherencia con la matriz de aluminio [3,6]. Las zonas GP son consideradas como agregados (clusters) de pequeños planos atómicos con espesores equivalentes a uno o dos átomos; sus longitudes van de 50 a 1000 Å, y sus diámetros de 15 a 60 Å [3,8].

Los procesos de pre-precipitación y crecimiento de precipitados en estas aleaciones son procesos fomentados por efectos de difusión que a su vez producen eventos de dispersión de los electrones de

conducción. El hacer uso de la sensibilidad de los electrones de conducción en los procesos de dispersión, debido a detalles de la microestructura, a escala atómica es una herramienta valiosísima en el estudio de estos procesos de formación y de transformación de fases. La magnitud de tales efectos será influenciada por el grado de homogeneidad de la microestructura, y dependerá específicamente sobre cual es la extensión espacial o “escala” de la heterogeneidad, si es más grande o menor que la longitud del camino libre medio de los electrones de conducción Λ (típicamente, $\Lambda \cong 10\text{--}50 \text{ \AA}$, para aleaciones binarias concentradas; y longitudes de onda para estos electrones de conducción de 3 a 4 \AA) [8]. Es bien conocido que la resistividad eléctrica, recíproco de la conductividad, es muy sensitiva a un número de factores microestructurales incluyendo concentración de vacancias, concentración de soluto en la matriz, tamaño del precipitado o agregado (cluster), y fracción de volumen del precipitado.

En este trabajo se lleva a cabo un estudio sobre el proceso de formación y crecimiento de las primeras formaciones o zonas de Guinier-Preston, z-GP, en la aleación de aluminio AA6061 a través de la medida de la resistividad eléctrica no-isotérmica en el intervalo de temperatura que va desde la temperatura ambiente hasta aproximadamente 200°C. Las técnicas de microscopía óptica (MO), y la microscopía electrónica de transmisión (MET) también son empleadas con el objetivo de explicar y correlacionar la microestructura observada con los cambios o variaciones experimentados por la resistividad eléctrica. La información aportada por la resistividad eléctrica permite hacer un estudio del proceso de descomposición de la aleación en estas primeras etapas de envejecimiento no-isotérmico, y discutir los posibles mecanismos de migración de soluto envueltos en la formación de los pre-precipitados.

MATERIALES Y MÉTODOS

Las muestras de la aleación fueron cortadas y dimensionadas, para luego ser sometidas a un tratamiento térmico T6. El tratamiento de solución se llevó a cabo a la temperatura de 580°C durante dos horas, con el fin de lograr y garantizar un estado de homogenización en la aleación, e inmediatamente después se practicó un temple ultra-rápido en agua a aproximadamente 2°C, con el objetivo de congelar la estructura en estado de homogenización, y a su vez garantizar una masiva concentración de vacancias que sirvieran posteriormente de sitios de nucleación en los primeros eventos de descomposición de la aleación por efecto del envejecimiento artificial no-isotérmico.

El envejecimiento artificial fue seguido a través de las medidas de la resistividad eléctrica *in situ*. Para la medida de esta propiedad física se empleó un sistema de cuatro electrodos alineados, con una distancia entre electrodos de 1 mm, una variante del método de los cuatro contactos eléctricos. Las medidas se realizaron en régimen no-isotérmico, a partir de la temperatura ambiente hasta 500°C, a una tasa de calentamiento de 5°C/min. La tensión y la corriente de alimentación, entre los electrodos externos en contacto con la muestra, fue de 5 V_{DC} y 230 mA, respectivamente; los electrodos internos permitieron medir el potencial flotante en la muestra, que está correlacionado con la resistividad eléctrica del material bajo estudio. Para este experimento se trabajó en una cámara o celda de vacío a una presión de $2,5 \times 10^{-2}$ Torr, con el fin de minimizar posibles eventos de oxidación en la muestra-estudio, con la consiguiente pérdida de contacto eléctrico entre los electrodos y la muestra. Todo este sistema está acoplado a un sistema de módulos amplificadores de señales analógicas de bajo nivel, que a su vez se acopla a una tarjeta digitalizadora adjunta a un computador (PC). Un termopar colocado dentro de la celda de vacío y en contacto directo con el portamuestra permitió el registro de la temperatura de la muestra; y a su vez sirve como elemento sensor de la temperatura para alimentar al controlador de

temperatura que suministra la energía eléctrica al horno y le controla su temperatura, es decir, es elemento de alimentación y control.

La preparación para el análisis metalográfico, microscopía óptica o de luz, consistió en el desbaste secuencial con agua fría (se empleó papel de carburo de silicio, con granulometrías de: 80, 120, 240, 320, 400, 600, 1500 y 2000); seguidamente se paracticó un pulido secuencial con polvo de alúmina de granulometrías: 10, 5, 3, 1 y 0,01 μm , hasta lograr superficies especulares, para su posterior observación en el microscopio metalográfico. Con el objeto de revelar mejor la microestructura, las muestras pulidas y bajo estudio fueron sometidas a un ataque químico por inmersión en una mezcla ácida o reactivo químico Keller, constituido de: 5cc (HF) + 8cc (HCl) + 13cc (HNO₃) + 24cc (H₂O). Este ataque químico se realiza por etapas, tomando intervalos de tiempos de 10 a 25 segundos, y acto seguido examinando en el microscopio óptico. La observación de las muestras se hizo mediante un microscopio óptico invertido de luz incidente reflejada marca Axiovert 25CA, con diferentes magnificaciones, dotado con una cámara fotográfica digital acoplada a un computador para el registro y visualización de las imágenes.

Para los ensayos de microscopía electrónica de transmisión, se consideró un experimento estático. Las muestras de la aleación, previo tratamiento térmico de solución (T6), fueron sometidas a envejecimientos artificiales mediante recocidos isotérmicos externos durante tiempos de 5 y 10 minutos, a diversas temperaturas, e inmediatamente sometidas a un temple ultra-rápido en agua fría ($\approx 2^\circ\text{C}$). Posteriormente a estos ensayos las muestras fueron desbastadas, y pulidas especularmente (ambas caras), hasta espesores entre 0,1 y 0,05 mm, luego fueron troqueladas (cortadas) en forma de disco de 3 mm de diámetro; luego se procedió al adelgazado, empleándose la técnica de electropulido en un equipo marca TENUPO-3, Struers. Para el electropulido se empleó

una solución al 20 % de ácido perclórico en metanol, y en otras ocasiones se utilizó el electrolito metanol-ácido nítrico al 3:1. En este proceso se obtuvieron muestras, para su observación, empleando potenciales entre 10 a 20 voltios, y corrientes entre 0,1 y 2,0 amperios, a temperaturas entre -60 y -40°C , con tiempos de exposición al electrolito entre 1 y 2 minutos. El experimento *ex situ* de observación de las muestras y registro de imágenes se realizó a temperatura ambiente; para esta experiencia se emplearon los microscopios electrónicos de transmisión PHILIPS CM10 y CM12, a voltajes de aceleración de 100 y 120 KV, respectivamente.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Correlación entre la resistividad eléctrica y la microscopía óptica

La figura 1A representa la gráfica que muestra la curva de la resistividad eléctrica en función de la temperatura dinámica; las figuras 1B a 1F representan imágenes de microscopía óptica. A partir de la figura 1 se hace un análisis correlativo entre la evolución de la resistividad eléctrica y la evolución de la microestructura bajo la consideración del poder de resolución de la microscopía óptica. En la curva de la resistividad eléctrica en función de la temperatura dinámica, en el intervalo entre 20 y 170°C , que corresponde a la región de formación y crecimiento de las zonas GP, se señala mediante flechas la correspondencia con las imágenes de microscopía óptica. La curva presenta un comportamiento no-lineal y no-monótono; se observan tres formaciones o picos muy bien diferenciados, que se atribuyen a un proceso de pre-precipitación, es decir nucleación seguido de crecimiento de los agregados y las zonas GP. Se observa que la primera ondulación, entre 30 y 60°C , presenta la forma de una meseta (plateau) con bajos valores de resistividad eléctrica, se ha atribuido esta formación o anomalía de la resistividad a los primeros eventos de formación de las “capas atómicas” o agregados de átomos de Mg-Si (clusters) o primeros embriones de las zonas GP [3,9].

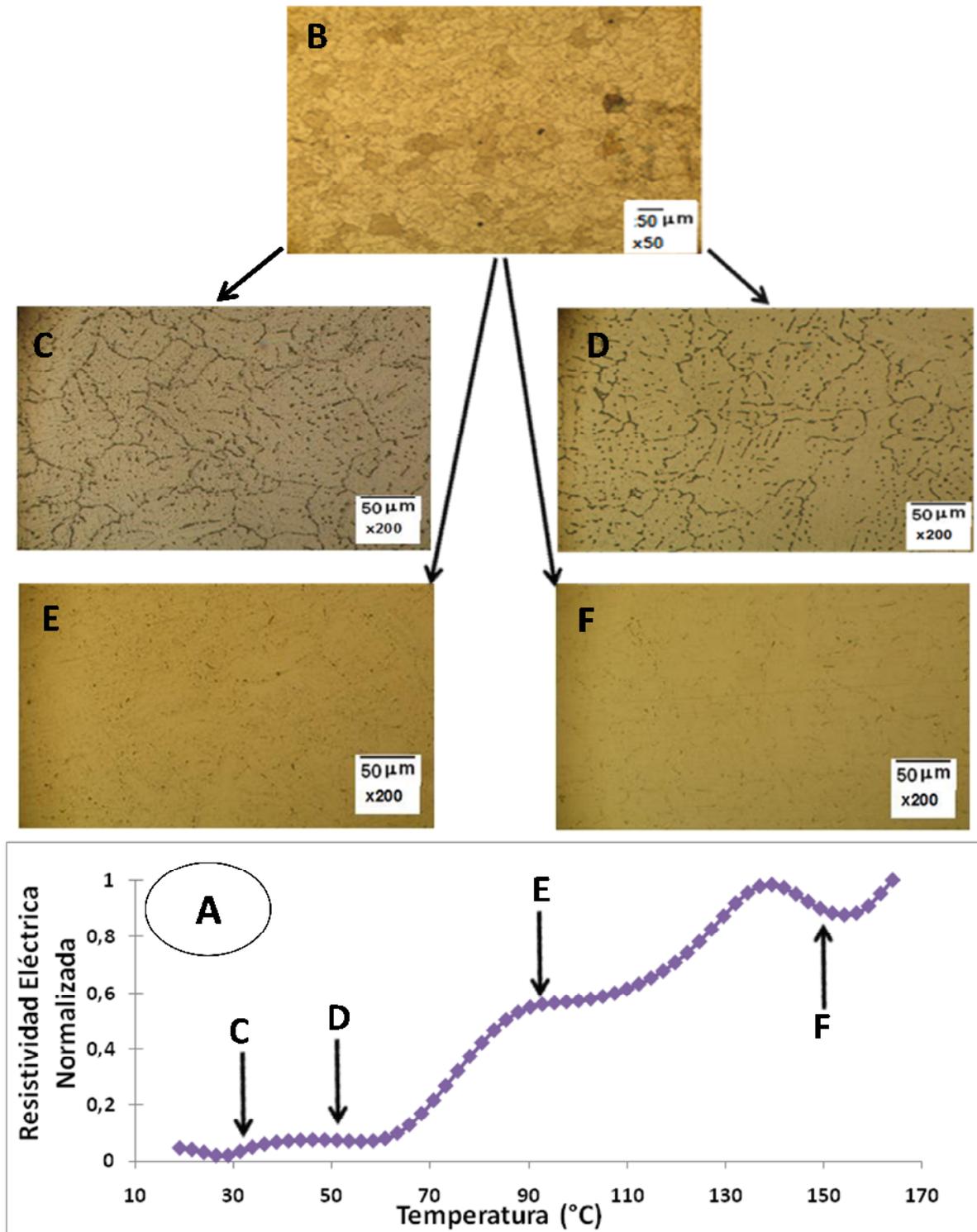


Fig. 1. 1A: Curva de la resistividad eléctrica en función de la temperatura dinámica, a una tasa de calentamiento de 5°C/min. 1B, 1C, 1D, 1E y 1F: Imágenes de microscopía óptica, para muestras del aluminio AA6061; (B) bajo tratamiento térmico de solución a 580°C/120 min. (T6); (C) envejecimiento artificial a 30°C/5min.; (D) envejecimiento artificial a 50°C/5min.; (E) envejecimiento artificial a 100°C/5min.; (F) envejecimiento artificial a 150°C/5min.

El bajo valor de la resistividad eléctrica podría asociarse a la poca efectividad en la dispersión de electrones de conducción por parte de estas primeras formaciones, debido a que, probablemente, por su baja densidad obstaculizan menos el flujo de electrones de conducción en el volumen considerado de la muestra. A partir de los 60°C se observa un brusco aumento de la resistividad eléctrica, además se aprecian, de una manera muy bien definida, otros dos (2) picos, uno alrededor de los 90°C, y un tercer pico alrededor de los 140°C. El aumento brusco de la resistividad se debe, por un lado, al crecimiento tanto en tamaño como en densidad de estos precipitados, lo que trae como consecuencia el aumento de centros de dispersión de los electrones de conducción, y también a la progresiva pérdida de coherencia estructural entre los precipitados y la matriz, lo que provoca que se generen esfuerzos residuales; y por otro lado se atribuye que estos precipitados captan y fijan electrones de conducción para tratar de equilibrar su poca estequiometría, lo que hace que se descompense el flujo de electrones de conducción responsables de la conductividad eléctrica. Estudios realizados aplicando diferentes técnicas microscópicas de alta resolución han determinado que las zonas GP, en el sistema Al-Mg-Si, se forman en un intervalo de temperatura que va desde los 80 hasta los 250°C, inclusive, presentando una estructura fcc de super-red [10-14]. Estas anomalías encontradas en la curva de resistividad a estas temperaturas se interpreta como un fuerte crecimiento de las zonas GP fomentado por el aumento de la energía térmica, e interpretándose a la vez como un proceso de precipitación discontinua o de separación de fases, vía una secuencia de reacciones durante la cual hay una progresiva pérdida de coherencia con la matriz. Para estas etapas de descomposición, se ha reportado en este intervalo de temperatura, el tamaño longitudinal alcanzado por estas partículas ($l=50-1000\text{\AA}$; y diámetros $d=60\text{\AA}$, [10-14]) es mucho mayor que el camino libre medio de los electrones de conducción Λ (típicamente, $\Lambda \cong 10-50\text{\AA}$ [8]) lo que implica un fuerte y progresivo aumento de la dispersión de los electrones de conducción,

generando como consecuencia un aumento cada vez mayor de la resistividad eléctrica en estos sistemas. A este aumento de la resistividad también contribuye el hecho de que estos precipitados crecidos o fases metaestables tienden a dirigirse a un estado cada vez más estable hasta conformar fases de equilibrio estequiométrico, este nuevo estado es alcanzado mediante la captación y fijación de electrones de conducción, lo que trae como consecuencia la merma en el flujo de éstos, a través del volumen considerado en la muestra.

El examen de la microestructura por microscopía óptica es el método primario de evaluación de aleaciones [5]. Con una resolución de aproximadamente 0,1 μm , esta técnica permite mostrar el tamaño y la distribución de partículas de segundas fases a esta resolución o escala; mostrando también el tamaño y la orientación de los granos (textura). Sin embargo, los precipitados finos, las dislocaciones y otras singularidades a “escalas finas” no son resueltas o mostradas [3]. En la figura 1B se muestra una imagen de microscopía óptica que corresponde a la muestra, sometida al tratamiento térmico de solución (T6). En esta imagen se aprecia una estructura de granos conformando la matriz, y muy bien definidos, con tamaños de alrededor de 20 μm hasta aproximadamente 150 μm . Algunos granos muestran un brillo más intenso pudiendo tratarse de fases secundarias no disueltas o provenientes de la colada, o quizás este brillo se deba a la presencia, de forma rica, de alguno de los aleantes principales de la aleación. También se aprecia en el interior de los granos una estructura con una morfología tipo roseta, semejando figuras fractales de líquenes, pudiera tratarse de precipitados tipo escritura china de la fases $\pi\text{-AlMgFeSi}$ o AlFeSi [3]. En esta imagen también se aprecian, a nivel de toda la matriz, diminutas partículas o precipitados finos, pudiera también tratarse de microporos o inclusiones en la matriz. Las figuras 1C y 1D muestran las imágenes para muestras de la aleación envejecidas durante 5 minutos a 30 y 50°C, respectivamente, previo

tratamiento térmico T6; en ambas imágenes se observa que el ataque químico fue preferencialmente en los límites de granos por ser los sitios más energéticos. Por otro lado se aprecia que el tamaño de grano aumenta considerablemente debido al envejecimiento artificial a que han sido sometidas las muestras. A nivel de toda la matriz se aprecian diminutas partículas o microporos. Se observa también en el interior de los granos una morfología tipo rosetas semejando figuras fractales de líquenes, a nivel de toda la matriz, pudiera tratarse, como en el caso anterior, de precipitados π -AlMgFeSi o AlFeSi [3]. Las figuras 1E y 1F muestran las imágenes para muestras envejecidas durante 5 minutos a 100 y 150°C, respectivamente, previo tratamiento térmico T6. En estas imágenes se aprecia una estructura de grano más homogénea; además se observa que el crecimiento de grano es bastante considerable, y va en proporción con la temperatura del envejecimiento. También se aprecian diminutos precipitados, poco perceptibles, con morfología globular. Al abordar todo este análisis de la evolución de la microestructura, a nivel de la microscopía óptica, y correlacionarla con el comportamiento observado en la curva de resistividad eléctrica, se puede confirmar que la evolución o el crecimiento en el tamaño de grano de la estructura de la matriz de este aluminio tiene una influencia considerable en la variación o crecimiento de la resistividad eléctrica.

Correlación entre la resistividad eléctrica y la microscopía electrónica de transmisión

La figura 2A (figura 1A) representa la gráfica que muestra la curva de la resistividad eléctrica en función de la temperatura dinámica; las figuras 2B a 2E: representan imágenes de microscopía electrónica de transmisión en campo claro. A partir de la figura 2 se hace un análisis correlativo entre la evolución de la resistividad eléctrica y la evolución de la microestructura a nivel del poder de resolución de la microscopía electrónica de transmisión. La curva de la resistividad eléctrica en función de la temperatura no-isotérmica (figura 2A), en el intervalo entre 20 y

170°C, que corresponde a la región de formación y crecimiento de las zonas GP. El examen de la microestructura con microscopía electrónica de transmisión es una técnica poderosísima para el análisis y evaluación de aleaciones [5]. Dado que los electrones tienen una longitud de onda mucho menor que la de la luz visible ($\lambda \cong 550 \text{ nm} = 5500\text{Å}$, para luz verde) pueden mostrar estructuras mucho más pequeñas. La longitud de onda de los electrones que se utilizan en los microscopios electrónicos de transmisión es de alrededor de 0,05 nm (0,05 nm = 0,5 Å), lo cual permite evaluar detalladamente las estructuras físicas microscópicas proporcionando una mayor resolución. Por lo tanto la observación y análisis de estructuras finas, tales como precipitados finos y dislocaciones es posible mediante esta técnica [3].

En este estudio se consideraron muestras de aluminio AA6061, previo tratamiento térmico de solución T6, envejecidas artificial e isotérmicamente durante diez (10) minutos a diversas temperaturas, e inmediatamente templadas en agua fría ($\approx 2^\circ\text{C}$), para luego ser preparadas según los procedimientos descritos en el desarrollo experimental; y finalmente observadas en el microscopio electrónico de transmisión.

La figura 2B representa una imagen de MET en campo claro de una muestra de la aleación AA6061 bajo tratamiento térmico T6. En esta imagen se observa una microestructura de granos y subgranos, a escala, que conforman la matriz de aluminio. También se aprecian fases secundarias de diversas morfologías y tamaños, tanto a nivel de la matriz como en los bordes de grano, con longitudes que van desde los aproximadamente 40 a 200 nm, y diámetros entre 30 y 200 nm; algunas de estas fases proceden o se forman durante el proceso de colada, y otras que no logran disolverse durante el tratamiento térmico de solución u homogenización debido a sus altos puntos de fusión, probablemente estos precipitados pertenezcan a la fase π -AlMgFeSi o a la fase AlFeSi [3, 15-18].

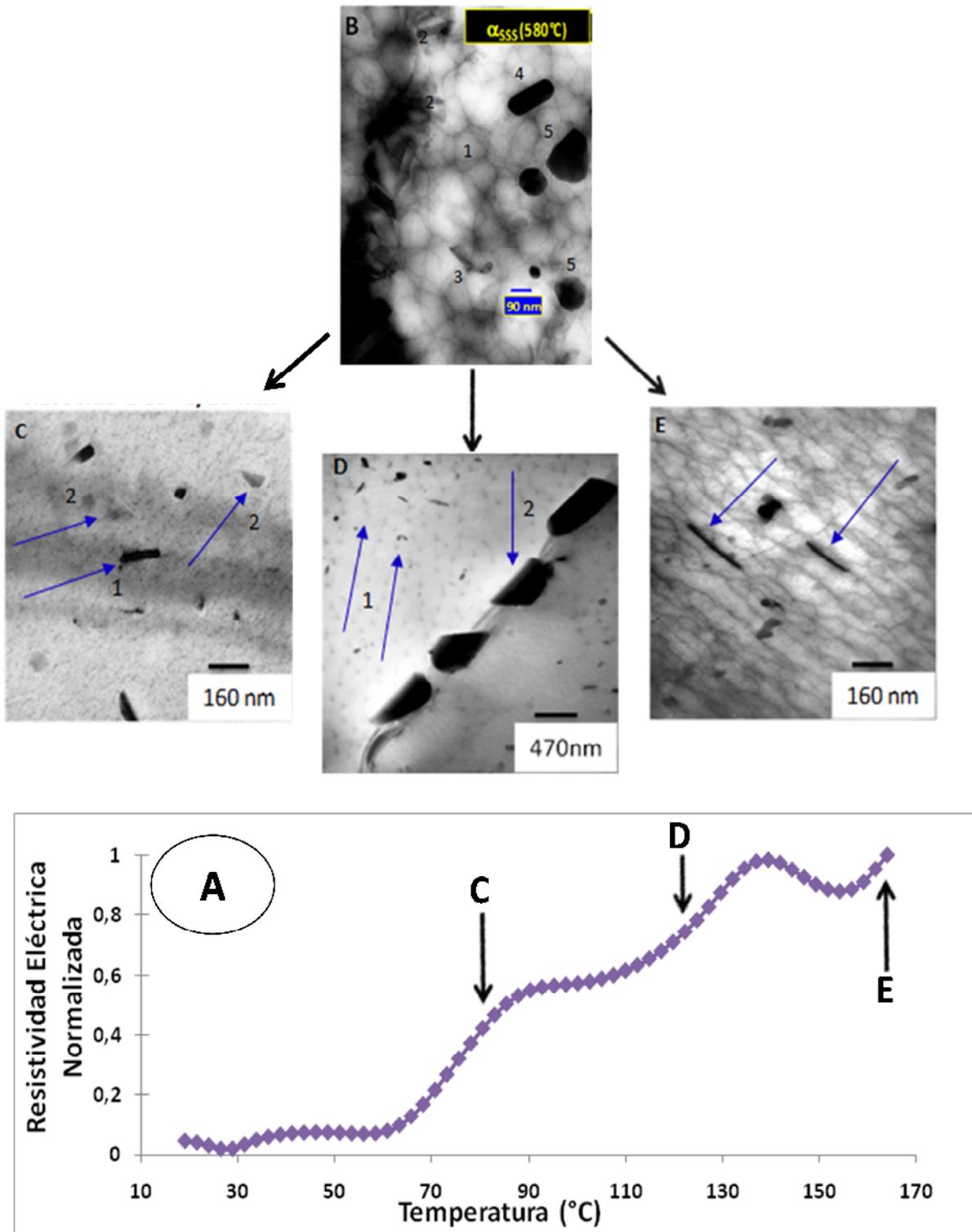


Fig. 2. 2A: Curva de la resistividad eléctrica en función de la temperatura dinámica, a una tasa de calentamiento de 5°C/min. 2B, 2C, 2D y 2E: Imágenes de microscopía electrónica de transmisión en campo claro, para muestras del aluminio AA6061; (B) bajo tratamiento térmico de solución a 580°C/120 min. (T6); (C) envejecimiento artificial a 85°C/10min.; (D) envejecimiento artificial a 120°C/10min.; (E) envejecimiento artificial a 175°C/10min.

Adjuntas a la curva de resistividad eléctrica se muestran las figuras 2C, 2D y 2E (se señalan mediante flechas como en el caso anterior) que representan otras

imágenes de electrones transmitidos, y corresponden a envejecimientos artificiales durante diez (10) minutos a las temperaturas de 85, 120 y 175°C, respectivamente.

De una manera similar a como se hizo en el caso anterior, estas imágenes se correlacionan con la región de la curva de resistividad eléctrica en el intervalo que se extiende desde la temperatura ambiente hasta aproximadamente 170°C. En todas las imágenes se observan fases secundarias con tamaños de alrededor de 100 nm, algunas de ellas indicadas mediante flechas, y ubicadas en la matriz y en los bordes de grano. Estas fases, como ya se mencionó anteriormente, provienen del proceso de colada [3,15-18]. La figura 2C muestra una imagen, para el recocido a 85°C, en ella se observan diminutos precipitados globulares dispersos en toda la matriz.

Estos finos precipitados se corresponden con el evento dado para $\alpha''_{Al} + z - GP$, donde predomina el abundante conglomerado de $\alpha_{Al} + (Mg-Si)$ reportado a través del microanálisis químico por EDX [3]. El crecimiento de estos diminutos precipitados explica el aumento brusco de la resistividad eléctrica. La figura 2D muestra una imagen, para el recocido a 120°C, en esta imagen se aprecian pequeños precipitados alargados y otros globulares cubriendo la matriz, con tamaños de aproximadamente 100 nm, estos precipitados nanométricos se corresponden con los eventos dados para $\alpha''_{Al} + \beta'' \rightarrow \alpha'_{Al} + \beta'$, también se observan grandes fases secundarias en los bordes de grano que proceden o se forman durante el proceso de colada.

La figura 2E muestra otra imagen de electrones transmitidos, para una muestra envejecida a 175°C. En esta imagen se puede apreciar el notable crecimiento experimentado por los precipitados mostrados en las imágenes 2C y 2D, para recocidos a 85 y 120°C, respectivamente, llegando a alcanzar tamaños de aproximadamente más de 200 nm, estos precipitados están dentro de los eventos $\alpha''_{Al} + \beta'' \rightarrow \alpha'_{Al} + \beta'$. El crecimiento de todos estos precipitados mostrados en las imágenes 2C, 2D y 2E explica el

comportamiento mostrado por la curva de resistividad eléctrica representada en la figura 2A.

CONCLUSIONES

- Las variaciones experimentada por la resistividad eléctrica en el aluminio AA6061 son consecuencia de la evolución de la microestructura por efecto de la energía térmica, y por la presencia y el reacomodo estructural de los elementos aleantes e impurezas presentes en este aluminio.
- La formación y el crecimiento de las zonas GP, así como otras fases metaestables, β'' y β' , son las principales responsables en el comportamiento de la resistividad eléctrica.
- El comportamiento mostrado por la resistividad eléctrica con la temperatura dinámica es de un carácter no-lineal y no-monótono.
- La microscopía óptica y la microscopía electrónica de transmisión permitieron revelar la estructura de este aluminio, siendo ésta de carácter granular.
- Se observó, a través de la microscopía, que la variación del tamaño de grano en la microestructura de esta aleación tiene influencia de carácter proporcional con el comportamiento de la resistividad eléctrica.

REFERENCIAS

- [1] The International Annealed Copper Standard; International Electrotechnical Commission, 1913. <http://www.ndt-ed.org/GeneralResources/IACS/IACS.htm>, Años de consulta: 2004, 2010, 2011.
- [2] Ochoa J. L., González G., y Lozada L., (2012), "Transformación Microestructural *In Situ* y su Correlación con la Resistividad Eléctrica en la

- Aleación de Aluminio AA-6061”, *Rev. LatinAm. Metal. Mat.*, 32 (2): 185-194.
- [3] Ochoa J. L., (2010), “Estudio del Fenómeno de Precipitación en la Aleación de Aluminio AA6061 Mediante Medidas de Resistividad Eléctrica, Calorimetría y Técnicas Microscópicas”, *Tesis Doctoral*, Universidad Central de Venezuela, Caracas – Venezuela.
- [4] Lorimer G. W., (1976), “Precipitation Processes in Solids”, *Proceeding of a Symposium Sponsored by the TMS-AIME*. Heat Treatment Committee at the 1976 TMS: 87-119.
- [5] Scott D. M. and Totten G. E., (2006), “Analytical Characterization of Aluminum, Steel, and Superalloys”, *Taylor & Francis, CRC Press*, Boca Raton, United States of America.
- [6] Löffler H., Kovács I. and Lendvai J., (1983), “Decomposition Processes in Al-Zn-Mg Alloys”, *J. Mat. Sci.*, 18: 2215-2240.
- [7] Ferragut R., Somoza A., Torriani I., (2002), “Pre-precipitation Study in the 7012 Al-Zn-Mg-Cu Alloy by Electrical Resistivity”. *Mat. Sci. Eng. A* 334: 1-5.
- [8] Rossiter P. L., (1987), “The electrical resistivity of metals and alloys”, *Cambridge University Press*.
- [9] Asano K. and Hirano K., (1972), “Reversion Phenomena in an Aluminium-4% Copper Alloy”, *Trans. Jap. Inst. Metals.*, 13: 112-118.
- [10] Edwards G. A., Stiller K., Dunlop G. L., and Couper M. J., (1998), “The Precipitation Sequence in Al-Mg-Si Alloys”, *Acta Mater.*, 46, No. 11: 3893-3904.
- [11] Thomas G., (1961-1962), “The Ageing Characteristics of Aluminium Alloys. Electron-Transmission Studies of Al-Mg-Si Alloys”, *J. Inst. Metals.*, 90: 57-63.
- [12] Jacobs M. H., (1972), “The Structure of the Metastable Precipitates Formed During Ageing of an Al-Mg-Si Alloy”, *Phil. Mag.*, 26: 1-13.
- [13] Dutta I., and Allen S. M., (1991), “A calorimetric study of precipitation in commercial aluminium alloy AA-6061”, *J. Mater. Sci. Lett.*, 10: 323-326.
- [14] Edwards G. A., Stiller K., and Dunlop G. L., (1994), “APFIM investigation of fine-scale precipitation in aluminium alloy AA-6061”, *Appl. Surf. Sci.*, 76/77: 219-225.
- [15] Maite B. P., (2005), “Estudio de la Conformación de Componentes Aluminio-Silicio en Estado Semisólido”, *Tesis Doctoral*, *Universitat Politècnica de Catalunya*, Barcelona-España: III-2.
- [16] Kuijpers N. C. W., Kool W. H., Koenis P. T. G., Nilsen K. E., Todd I., Van der Zwaag S., (2003), “Assessment of different techniques for quantification of α -Al(FeMn)Si and β -AlFeSi intermetallics in AA 6xxx alloys”, *Mater. Charact.*, 49: 409-420.
- [17] Kuijpers N. C. W., Kool W. H., and Van der Zwaag S., (2002), “DSC study on Mg-Si phases in as cast AA6xxx”, The 8th International Conference on Aluminium Alloys, Switzerland, *Materials Science Forum*: 396-402.
- [18] Mulazimoglu M. H., Zaluska A., Gruzleski J. E., and Paray F., (1996), “Electron Microscope Study of Al-Fe-Si Intermetallics in 6201 Aluminum Alloy”, *Metall. Mater. Trans.*, 27A: 929-936.