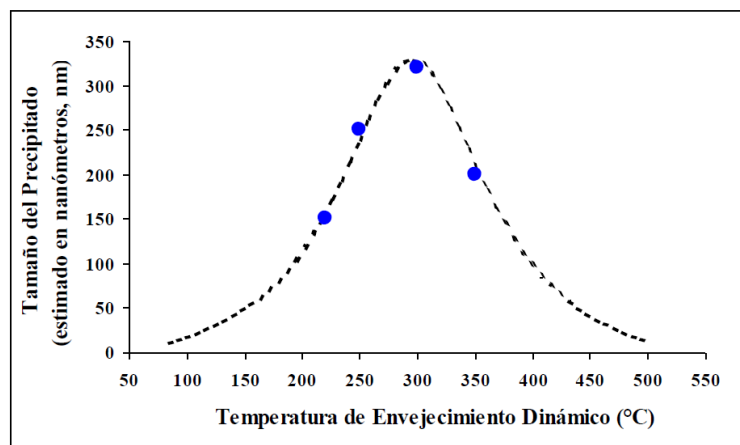


TRANSFORMACIÓN MICROESTRUCTURAL *IN SITU* Y SU CORRELACIÓN CON LA RESISTIVIDAD ELÉCTRICA EN LA ALEACIÓN DE ALUMINIO AA-6061

José Luis Ochoa*, Gema González y Lisbeth Lozada

Laboratorio de Medidas Eléctricas en Materiales, Centro de Ingeniería de Materiales y Nanotecnología, Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas, IVIC, Apartado 21827, Caracas 1020A, Venezuela.

* e-mail: jlochoa@ivic.gob.ve



RESUMEN

En el presente trabajo se realizó el estudio comparativo entre la variación de la resistividad eléctrica en función de la temperatura dinámica con las transformaciones de fase observadas mediante experimentos de envejecimientos “*in situ*” en el microscopio electrónico de transmisión, en aluminio AA-6061. Las imágenes obtenidas permiten apreciar el crecimiento de los precipitados. Para envejecimientos isotérmicos entre 200 y 350°C se aprecia la formación de las fases β'' , β' , y a temperaturas más altas la ulterior transformación a la fase β , para posteriormente la redisolución de fases a temperaturas superiores a 450°C. Particularmente las fases metaestables β'' y β' alcanzan sus máximos tamaños entre, aproximadamente, 220 y 350°C. En otro tipo de experimento se midió la resistividad eléctrica, observándose que las variaciones experimentadas por ésta están directamente asociadas con las transformaciones de fase, y son fuertemente influenciadas por la presencia de las fases β'' y β' .

Palabras Claves: AA-6061, Resistividad Eléctrica, Precipitación, Transformación *in situ*

MICROSTRUCTURAL TRANSFORMATION *IN SITU* AND ITS CORRELATION WITH THE ELECTRICAL RESISTIVITY IN ALUMINIUM ALLOY A-6061

ABSTRACT

In the present work, a comparative study between the variation of electrical resistivity as a function of the dynamic temperature and the phase transformations observed in the aluminium AA-6061 alloy was carried out, during “*in situ*” TEM aging. By this method, it was possible observe the growth of precipitates. For isothermal aging between 200 y 350°C the formation of the phases β'' and β' was observed. At higher temperatures, the subsequent transformation to β phase, and the redissolution of phases at temperatures above 450°C was also observed. Particularly, the metastable phases β'' and β' reached their maximum size between 220 and 350°C. In another type of experiment, the electrical resistivity measured up, being observed that the variations shown by this parameter were directly associated with the phase transformations, and they were also strongly influenced by the presence of the phases β'' and β' .

Keywords: AA-6061, Electrical Resistivity, Precipitation, Transformation *in situ*

1. INTRODUCCIÓN

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. Los diferentes tipos de transformaciones de fase difusionales que son posibles pueden ser rigurosamente divididos, entre ellos los siguientes: (a) reacciones de precipitación, (b) transformaciones eutectoides, (c) reacciones de ordenamiento, (d) transformaciones masivas [1-3].

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 presentes: tamaños, densidades y orientaciones; además de la existencia de otras singularidades, tales como: dislocaciones, inclusiones, microporos, maclas.

Las técnicas usuales para medir o sensar 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 mecánica. 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.

Otra técnica es la observación directa usando métodos de microscopía de luz o de electrones. La técnica de observación *in situ* (en tiempo real), en el microscopio electrónico de transmisión (TEM, siglas en inglés), de los cambios en la microestructura, con la temperatura y el tiempo, permite la observación y el seguimiento de las transformaciones de fase en una región seleccionada del sólido.

Es posible dentro de un TEM mediante experimentos *in situ* someter la muestra a calentamiento (o enfriamiento), someterla a tensión, a esfuerzos de corte o de compresión, aplicar campos eléctricos, y aun provocar reacciones químicas. Esto brinda una gran cantidad de

información sobre procesos dinámicos que ocurren en los sólidos, tales como la observación del movimiento de dislocaciones, la medición de velocidades de crecimiento y relajación de películas delgadas. Otra ventaja de la observación *in situ* es que la relación entre la estructura cristalina y la composición durante la reacción pueden ser simultáneamente analizadas; además de: estudios de transformaciones de fase, observación de reacciones de intercara sólido-sólido en sistemas de aleaciones, observación de estructuras fractales, observación de transiciones eléctricas de dieléctrico a conductor en materiales. Durante el experimento de envejecimiento *in situ* la muestra es calentada (o enfriada), tal que la dinámica de las transformaciones de fase y las reacciones a altas temperaturas pueden ser observadas directamente. Diferentes tipos de transformaciones en estado sólido, tales como cristalización, nucleación, crecimiento, morfología, tamaño y distribución de granos o de fases pueden ser observados y registrados dinámicamente como una función de la temperatura y el tiempo [4-9]. Sin embargo, se debe tener en consideración que por tratarse de una muestra muy delgada, la cinética de transformación en la muestra observada en el TEM no es necesariamente idéntica a la cinética de las transformaciones de fase en el volumen.

En el presente trabajo el estudio ha consistido en la observación directa, en tiempo real, en el MET, de las transformaciones de fase que ocurren en el proceso de envejecimiento artificial *in situ* en la aleación de aluminio AA-6061, previo tratamiento térmico de solución y temple ultra-rápido. El envejecimiento *in situ* en el MET se llevó a cabo a una velocidad de calentamiento de 10°C/min, en el intervalo entre 85 y 550°C, con tiempos de estabilización entre cada incremento isotérmico de aproximadamente 10 minutos. Las transformaciones de fase son correlacionadas con las variaciones macroscópicas observadas en la curva de resistividad eléctrica dinámica obtenida en otro tipo de experimento para el mismo intervalo de temperatura.

2. PARTE EXPERIMENTAL

Una aleación de aluminio AA-6061, en estado de entrega (EEE), fue inicialmente preparada con cortes de secciones de 1 mm de espesor por 1 cm² de área superficial. Se practicó un análisis de composición mediante la prueba de la Chispa

Eléctrica Controlada siguiendo las normas ASTM E 101-67 y COVENIN 793-88, se realizaron varios ensayos empleando un Espectrómetro de Lectura

Directa perteneciente a los laboratorios de Aluminios del Caroní S. A., ALCASA, los resultados se muestran en la tabla 1.

Tabla 1. Composición química promedio de la aleación AA-6061 (% en peso)

Mg:	Si:	Fe:	Mn:	Ti:	Ga:	Zn:	Na:	Ca:	V:
0,71545	0,48935	0,20200	0,01207	0,00851	0,00512	0,00575	0,00342	0,00278	0,00243
Cu:	Pb:	B:	Ni:	Cr:	Cd:	Li:	Be:	Balance de Aluminio:	
0,08938	0,03561	0,00099	0,00154	0,03475	0,00020	0,00011	0,00003	98,38	

Las muestras de la aleación, previo dimensionamiento y corte, fueron sometidas a un tratamiento térmico de solución a una temperatura de 580°C durante una hora en una atmósfera de argón, e inmediatamente después fueron enfriadas violentamente en agua ($\cong 4^{\circ}\text{C}$) a una velocidad de aproximadamente 516.000°C/min, para, finalmente, ser mantenidas a temperaturas menores a cero grados centígrados ($< 0^{\circ}\text{C}$), hasta los ensayos finales de los envejecimientos *in situ*. El temple ultra-rápido se realiza con el objeto de obtener una solución sólida, con el respectivo congelamiento masivo de vacancias, que posteriormente servirán de sitios de nucleación [10-11]. La solución sólida sobresaturada obtenida por enfriamiento ultra-rápido genera fases metaestables [12].

Para los ensayos de Microscopía Electrónica de Transmisión (MET) *in situ*, las muestras de la aleación AA-6061, previo dimensionamiento, corte, tratamiento térmico de solución y temple, fueron desbastadas hasta espesores entre 0,1 y 0,05 mm mediante los sucesivos lijados (papel de lija: 320, 400, 600, 1500 y 2000), y el pulido especular con polvos de alúmina (granulometrías: 1, 0,05, 0,03 y 0,01 μm), luego fueron troqueladas (cortadas) en forma de disco de 3 mm de diámetro. Para el adelgazamiento de las muestras se empleó el método de pulido electrolítico en un equipo TENUPO-3. El electropulido es un tratamiento superficial mediante el cual el metal a ser pulido actúa como ánodo en una celda electrolítica, disolviéndose. Con la aplicación de corriente, se forma una película en la superficie metálica bajo tratamiento. Bajo condiciones controladas de intensidad de corriente y temperatura, tiene lugar un abrillantamiento de la superficie. En esta experiencia se empleó como electrolito una solución al 20% de ácido perclórico en metanol, y en otras ocasiones se usó el electrolito metanol-ácido nítrico al 3:1. En este proceso se emplearon potenciales entre 10 a 20 voltios e

intensidades de corriente eléctrica entre 0,1 y 2 amperios, a temperaturas entre -60 y -44°C, con tiempos de exposición entre 1 y 2 minutos.

La experiencia de observación se realizó empleando un microscopio electrónico de transmisión PHILIPS CM12, trabajando con un voltaje de aceleración de 120 kV. Este microscopio posee además un portamuestra que permite realizar experimentos de calentamiento *in situ* desde la temperatura ambiente hasta 1000°C. En esta experiencia se empleó un sistema de vídeo acoplado al microscopio que permite la filmación y el registro de las imágenes; otras imágenes fueron obtenidas y registradas con una cámara externa al TEM. El envejecimiento *in situ* del aluminio AA-6061 se llevó a cabo empleando tasas de calentamiento de 10°C/min, y tiempos de exposición o de envejecimiento isotérmico de 10 minutos para cada temperatura trabajada. Se hizo un barrido desde la temperatura ambiente hasta 580°C. En este experimento también se consideró el proceso de enfriamiento *in situ*, empleando tasas de enfriamiento de 10 y 20°C/min. La etapa de enfriamiento consistió en bajar la temperatura paulatinamente a estas tasas, desde los 580°C hasta la temperatura ambiente, con intervalos de tiempos de observación de 2 y 4 minutos, a temperaturas discretas.

El otro tipo de experimento consistió en el tratamiento de envejecimiento no-isotérmico a una muestra del aluminio AA-6061, previo tratamiento térmico de solución y temple ultra-rápido, seguido mediante la medida de la resistividad eléctrica dinámica a una velocidad de calentamiento constante de 1°C/min. Este ensayo también se practicó a una muestra de aluminio de alta pureza (99,99999% $\cong 7\text{N}$). La medida de la resistividad se realizó empleando el método de los Cuatro Contactos Eléctricos, el cual consiste en posesionar Cuatro Electrodo metálicos agudos alineados, y a

iguales distancias uno de otro, sobre la superficie plana y pulida del material (conductor o semiconductor) a ser medido; una corriente (I) se hace pasar a través de los dos electrodos exteriores, y el potencial flotante (ΔV) es medido a través del otro par de electrodos internos. Para este ensayo, la tensión de alimentación $V_{DC} = 1V$, la intensidad de corriente $I_{DC} = 50\text{ mA}$, estabilizada mediante una resistencia térmica de precisión, la diferencia de potencial flotante (ΔV), y la temperatura fueron registradas a través de un sistema electrónico de módulos de acondicionamiento y amplificación de señales analógicas de bajo nivel con una exactitud de $\pm 0,05\%$ en Span. Los módulos están acoplados a una tarjeta de digitalización de señales, con una resolución de 50.000 tomas/seg, y una velocidad de conversión analógico a digital, A/D, de 15 μseg , y una exactitud de 0,01%. La tarjeta a su vez está acoplada a un ordenador (PC) para el almacenaje y representación gráfica de los datos. El error experimental es de menos del dos por ciento ($< 2\%$). Un horno eléctrico, de pequeñas dimensiones cilíndricas, fue empleado para este tratamiento térmico [10-11].

Otro tipo de experimento considerado consistió en la medida del flujo térmico, o calorimetría diferencial de barrido (DSC, siglas en inglés), a muestras del aluminio AA-6061, previo tratamiento térmico de solución y temple ultra-rápido, a diferentes tasas de calentamiento. Esta técnica permite la caracterización termodinámica de los cambios inducidos por la temperatura. En un experimento de calorimetría diferencial de barrido se registra de forma continua el flujo térmico en un material en función de la temperatura, obteniéndose lo que comúnmente se denomina un termograma. Éste generalmente está caracterizado por picos de absorción y de desprendimiento de calor correspondiente a transiciones térmicamente inducidas, por lo que corresponden a procesos endotérmicos y exotérmicos, respectivamente. La información fundamental que proporciona la calorimetría diferencial de barrido es el flujo térmico de un sistema en función de la temperatura, o en función del tiempo en ensayos isotérmicos. Para el desarrollo de esta experiencia se empleó un calorímetro diferencial de barrido modelo TA Instruments SDT-Q600. Previo al análisis de calorimetría se seleccionaron muestras de aluminio y aleaciones de aluminio. Las muestras fueron pesadas en una balanza analítica modelo Mettler

H51AR, con una resolución de $\pm 0,000001\text{ mg}$. Para los barridos en el equipo de DSC se seleccionaron velocidades de calentamiento de: 2, 5, 10, 20, 30, 40 y 50 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, con el fin de estudiar la influencia que tiene la tasa de calentamiento en la cinética interna del aluminio y en sus aleaciones, todos los barridos se realizaron en una atmósfera de argón a fin de minimizar los posibles efectos de la oxidación. Los pesos de las muestras están alrededor de 100 mg.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la aleación de aluminio AA-6061 el enfriamiento ultra-rápido, después del tratamiento de solución, generó una microestructura granular poliédrica o de subgranos. Este tipo de estructura es debida a que las energías superficiales son de carácter anisotrópico [3]. La figura 1 representa una imagen en campo claro de MET de una muestra de la aleación de aluminio AA-6061 previo tratamiento térmico de solución y su respectivo temple. En esta imagen se observa la microestructura de subgranos conformando la matriz de aluminio. También se observan precipitados de diversas morfologías y tamaños, tanto a nivel de la matriz como en los bordes de grano, con longitudes que van desde los 40 a 200 nm, y diámetros entre 30 y 200 nm; algunos de estos precipitados proceden o se forman durante el proceso de solidificación (enfriamiento lento o colada), y algunos no se disuelven incluso durante el tratamiento térmico de solución a la aleación [11, 13-16].

A partir de la muestra de la aleación en estado de solución sólida sobresaturada (figura 1) se realizan los respectivos envejecimientos artificiales a través del calentamiento *in situ* en el TEM, para el estudio de los cambios microestructurales en el espécimen. Una secuencia de imágenes de video de la MET en campo claro para el aluminio AA-6061 fueron registradas durante el experimento de calentamiento *in situ* envejecido isotérmicamente a las temperaturas de: 85, 200, 250, 300, 365, 425, 450 y 550 $^{\circ}\text{C}$, por 10 minutos en cada temperatura. El crecimiento de fases secundarias se produce a partir de un proceso de coalescencia de diminutos precipitados dando origen a precipitados de mayor tamaño. Este proceso de transformación es difusional y mixto: reacciones de precipitación, coalescencia y crecimiento [1-2,17]. Y redisolución de precipitados a altas temperaturas ($\geq 500^{\circ}\text{C}$).

El seguimiento del proceso de transformación de

fases también fue llevado a cabo a través de medidas de resistividad eléctrica en función de la temperatura dinámica.

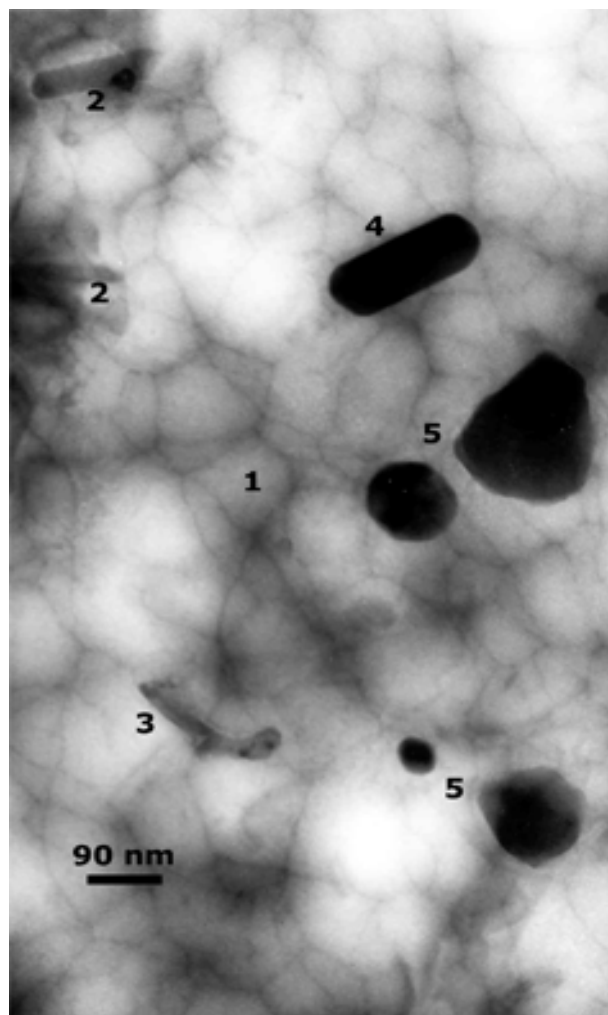


Figura 1. Imagen en campo claro de MET del aluminio AA-6061 sometido a un tratamiento térmico de solución a 580°C durante una hora, más un temple ultra-rápido en agua fría ($\cong 4^\circ\text{C}$): (1) matriz; (2) y (3) precipitados en los bordes de grano; (4) y (5) precipitados, probablemente provenientes del proceso de colada.

A objeto de explorar la influencia que tiene el grado de pureza del material sobre la resistividad, se hicieron ensayos de medidas, a una tasa de calentamiento constante de $1^\circ\text{C}/\text{min}$, de esta propiedad en aluminio de alta pureza: Al-99,99999 %, y a la aleación AA-6061 cuyos aleantes principales son Mg y Si. También se consideró la medida de la resistividad de un aluminio de pureza 99,995 % de referencia [18]. Los resultados se muestran en la figura 2, donde se aprecian las curvas

de resistividad en función de la temperatura dinámica. La curva (A) representa la resistividad medida al aluminio Al-99,99999 %; la curva (B) representa la resistividad, teóricamente extrapolada, del aluminio de pureza 99,995 % tomado de la referencia [18]; y la curva (C) representa la resistividad medida a la aleación AA-6061.

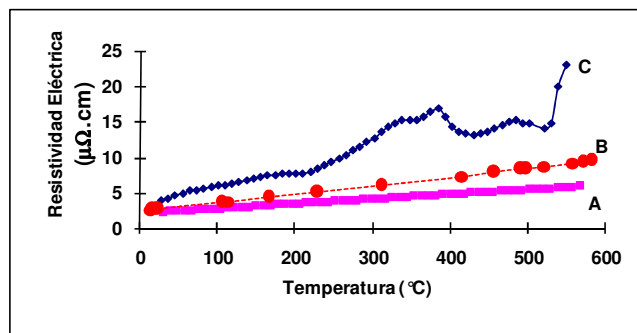


Figura 2. Resistividad eléctrica en función de la temperatura dinámica: (A) Al-99,99999 %; (B) Al-99,995 % [18]; (C) AA-6061.

El grado de pureza de la aleación AA-6061, y el aluminio de alta pureza (Al-99,99999 % y Al-99,995 %), se corrobora a través de las curvas de la resistividad. La observación de la figura 2, tomando como patrón de referencia al aluminio de más alta pureza (Al-7N), y comparando su curva con la de los otros aluminios, Al-99,995 % y AA-6061. El comportamiento de la resistividad con la temperatura permite apreciar la influencia que tiene la presencia de elementos aleantes e impurezas en el aluminio sobre esta propiedad física.

Con la finalidad de tener una mejor visualización de los picos de temperaturas donde ocurren las transformaciones más significativas, se consideró trabajar con la resistividad eléctrica relativa, la cual se obtiene tomando como línea base de referencia la curva de la resistividad del aluminio de pureza superior (Al-7N), y a partir de la siguiente relación se transforman las curvas de resistividad:

$$\rho_{\text{Relativa}}(T, \Phi_i)_{\text{AA-6061}} = \frac{\rho_{\text{AA-6061}}(\Phi_i) - \rho_{\text{Al-7N}}}{\rho_{\text{Al-7N}}} \quad (1)$$

Φ_i representa la tasa de calentamiento específica i ; $\rho_{\text{Al-7N}}$ representa la resistividad medida al aluminio de más alta pureza; $\rho_{\text{AA-6061}}$ representa la resistividad medida a la aleación AA-6061; y T representa la temperatura dinámica. La figura 3

muestra algunas de las curvas de la resistividad relativa, se aprecian con más detalles los picos de resistividad, definiéndose mejor las temperaturas donde ocurren las transformaciones que se reflejan macroscópicamente a través de los cambios en esta propiedad física.

Los cambios macroscópicos experimentados y representados a través de la curva de resistividad, considerando, primordialmente, aquellas regiones de la curva donde se presentan mesetas o picos representativos e indicativos de transformaciones de fase, se observan las regiones nombradas como: I, II, III y IV. Los valores de las energías de activación correspondientes a estas regiones de transformación de fases se determinaron a partir de las medidas de resistividad y de la calorimetría diferencial de barrido [11]. Para el cálculo de estas energías se recurrió una expresión implementada por Mittermeijer considerando modelos cinéticos aplicados al estado sólido. La expresión para este modelo viene dada por la siguiente ecuación:

$$\ln\left(\frac{T_{\alpha'}^2}{\Phi}\right) = \frac{E_a}{RT_{\alpha'}} + \ln\left(\frac{E_a}{Rk_0}\right) + \ln(\beta_{\alpha'}) \quad (2)$$

Donde $T_{\alpha'}$ es la temperatura absoluta a una etapa fija de transformación α' ; E_a es la energía de activación en el intervalo de temperaturas considerado; k_0 representa el factor frecuencia; R es la constante universal de los gases; $\beta_{\alpha'}$ un parámetro asociado al modelo cinético específico [19]. En las figuras 3 y 4 se muestran algunas curvas de resistividad eléctrica relativa y de flujo térmico (termogramas) en función de la temperatura dinámica, respectivamente, considerando diferentes tasas de calentamiento. Se observa también que a medida que aumenta la tasa de calentamiento los picos de resistividad y de flujo térmico experimentan un corrimiento hacia la derecha a lo largo del eje de las temperaturas (líneas rectas diagonales).

En la figura 5 se correlacionan los procesos entre la medida de los cambios macroscópicos experimentados y representados a través de la curva de resistividad, a una tasa de calentamiento constante de 1 °C/min, y los cambios microestructurales generados por las transformaciones de fase seguidas mediante envejecimientos *in situ* en el TEM en tiempo real. Se consideran, primordialmente, las regiones en la curva de resistividad nombradas como: I, II, III y

IV. Adjunto a la curva de resistividad se representan los respectivos valores de las energías de activación correspondientes a estas regiones de transformación de fases.

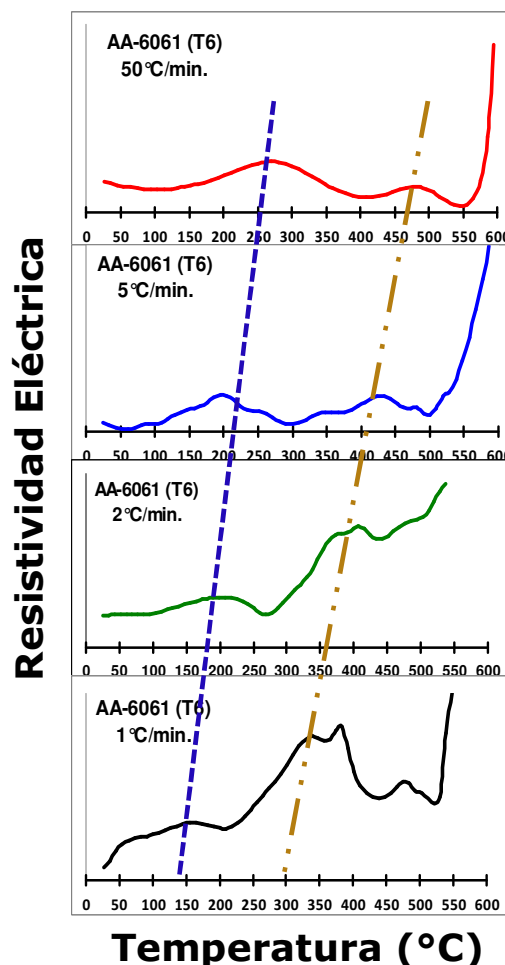


Figura 3. Curvas de resistividad eléctrica no-isotérmica relativa de la aleación AA-6061, en función de la tasa de calentamiento.

La región I (figura 5A) en forma de una pequeña meseta comprendida desde la temperatura ambiente hasta aproximadamente 220°C; las imágenes (A), (B) y (C) de la MET, correspondientes a los envejecimientos isotérmicos a 85, 200 y 220°C, respectivamente. Las energías de activación determinadas para estas transformaciones están entre 20 y 60 KJ/mol (0,22 y 0,66 eV/at). En la imagen (A) comienzan a observarse diminutas y casi imperceptibles formaciones; quizás la pequeña meseta en la curva de resistividad se deba al surgimiento a nivel de la red del aluminio de planos cristalográficos preferenciales correspondientes a las zonas de Guinier-Preston (zonas GP) [20-21], que

comienzan a deformar la red del aluminio, manifestándose esta deformación en la muy ligera elevación de la resistividad. En la imagen (B) se observan formaciones de precipitados o fases con morfología acicular y tamaños apreciables de alrededor de 150 nm, correspondientes a la fase β''

[20,22-25]. La imagen (C) muestra también precipitados aciculares con tamaños de alrededor de 150 nm, además se aprecian otros precipitados con morfología ovalada y diámetros de aproximadamente 80 nm a nivel de la matriz.

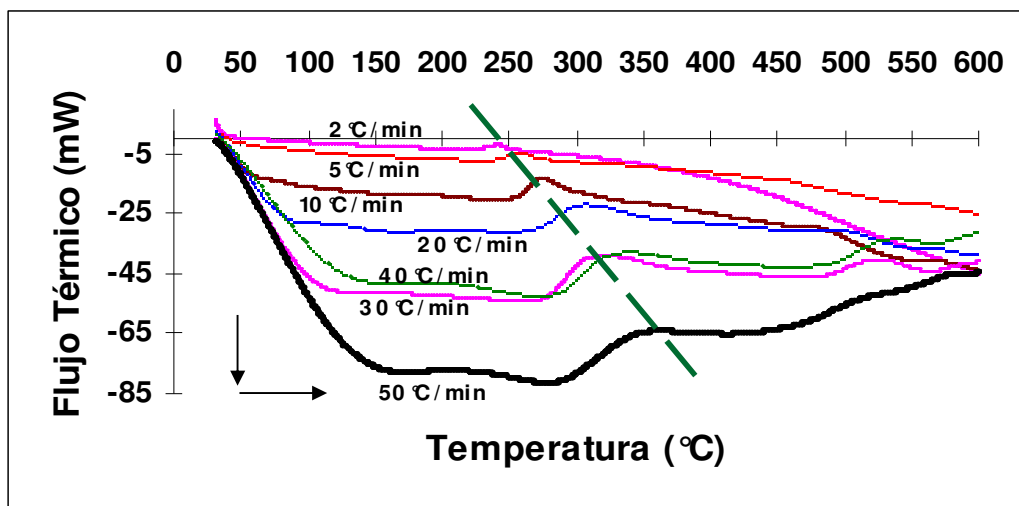


Figura 4. Termogramas DSC no-isotérmicos de la aleación AA-6061, en función de la tasa de calentamiento.

La región II (figura 5A) en la curva de resistividad se representa por un alto y ancho pico comprendido en el intervalo de temperatura entre, aproximadamente, 250 y 400°C; para este intervalo se muestran las imágenes (D), (E) y (F) de MET, correspondientes al envejecimiento isotérmico a 250, 300 y 350°C, respectivamente. En estas imágenes se observan precipitados aciculares con tamaños de alrededor de 200 nm y diámetros de alrededor de 10 nm. Las imágenes (D) y (E) muestran precipitados orientados unidireccionalmente a nivel de la matriz, estos precipitados están en correspondencia con las fases metaestables β'' y β' , reportadas a estas temperaturas [20,22-25]. Mientras que la imagen (F) muestra precipitados aciculares orientados en dos direcciones respecto a la matriz, estos precipitados también están en correspondencia con las fases β'' y β' , y las primeras conformaciones de la fase estable β . Para esta región II se observan los máximos valores de resistividad para esta aleación de aluminio, lo cual está en correspondencia con la formación de las fases β'' y β' . Las energías de activación determinadas para esta región se encuentran entre 90 y 120 KJ/mol (0,99 y 1,32 eV/at), coincidentes con los valores reportados a

estas temperaturas [20-21,26-35].

La región III (figura 5B), entre 425 y 525°C; en esta región se observa un pequeño pico cuya energía de activación está entre 400 y 470 KJ/mol (4,40 y 5,17 eV/at); para este intervalo se muestran las imágenes (G), (H) e (I) de MET, correspondientes a envejecimientos a 425, 450 y 500°C, respectivamente. Las imágenes (G) y (H) muestran algunos precipitados orientados en la dirección perpendicular al plano de la imagen, con diámetros de unos 40 nm, estos precipitados corresponden a la fase de equilibrio β del intermetálico Mg_2Si [20,28-29,36]. En la imagen (I), a 500°C, a esta alta temperatura se acelera el proceso de redisolución de muchos de estas fases secundarias; en esta imagen también se observan trazas de contaminación como manchas negras en la superficie de la muestra, este fenómeno se aprecia más acentuadamente en la imagen (J), región IV a más de 500°C, esto se debe, probablemente, al fenómeno de adsorción de moléculas hidrocarbonadas polarizadas o ionizadas, provenientes del sistema de vacío (bombas mecánica y difusora), producto de la alta temperatura y los largos tiempos de exposición de la muestra al haz de electrones [9].

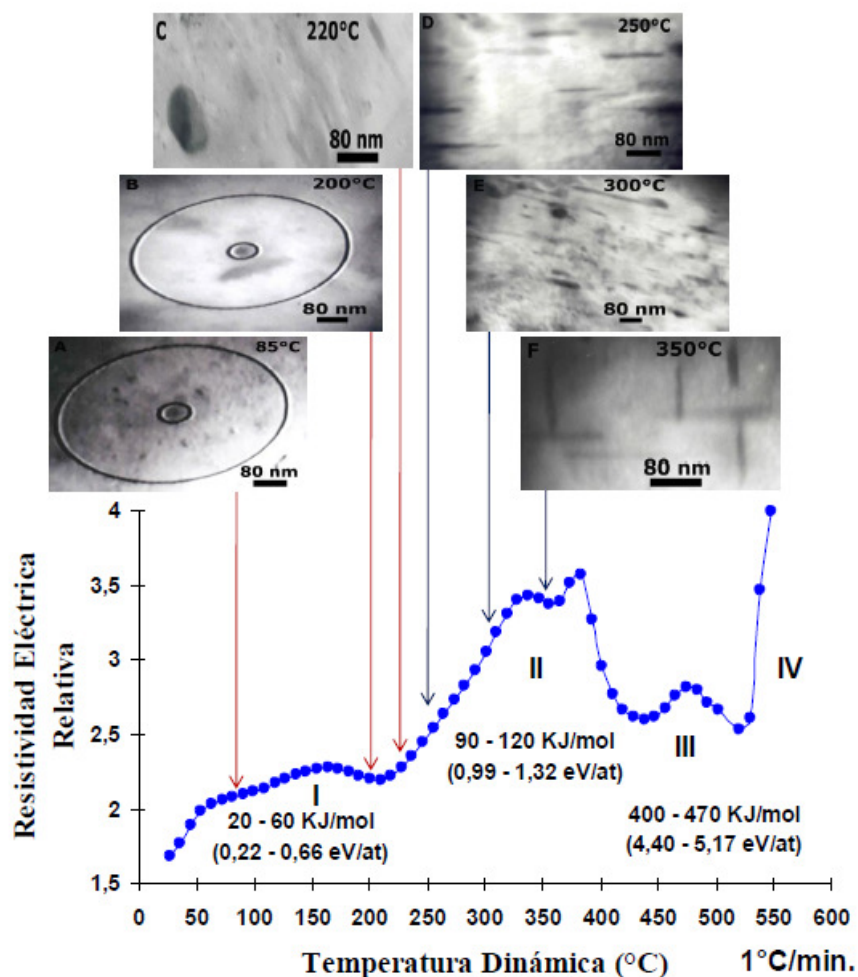


Figura 5A. Curva de resistividad eléctrica relativa, en función de la temperatura dinámica, correlacionada con imágenes de MET del envejecimiento *in situ*.

La figura 6 muestra un gráfico de la variación del tamaño estimado de aquellos precipitados correspondientes a las fases metaestables β'' y β' , y la fase β , en función de la temperatura dinámica. Este tamaño “estimado” de los precipitados es una medida que está en correspondencia con la escala nanométrica (micromarca) representada en cada imagen de MET. Del gráfico se observa que los precipitados β'' y β' alcanzan sus máximos tamaños en el intervalo de temperaturas entre, aproximadamente, 220 y 350°C, transformándose ulteriormente a β , entre 320 y 425°C, para luego disminuir posteriormente a mayores temperaturas producto de la redisolución. Se observa que existe un paralelismo, para este intervalo de temperaturas (220 y 350°C), entre el pico donde se ubican los

máximos valores de resistividad y el pico para los máximos tamaños de los precipitados elevadores de la resistividad (endurecedores) que corresponden a las fases β'' y β' .

4. CONCLUSIONES

El envejecimiento *in situ* en el TEM permite la observación directa de los procesos de crecimiento y transformación de fases, a diferentes temperaturas, en el aluminio AA-6061. Para envejecimientos isotérmicos a 250, 300, 350 y 425°C se observa la morfología acicular de las fases β'' , β' y β .

Los precipitados alcanzan sus máximos tamaños entre, aproximadamente, 220 y 350°C, este intervalo corresponde a la región de formación y crecimiento

de las fases metaestables β'' y β' .

Existe un paralelismo entre la región donde se ubican los máximos valores de la resistividad eléctrica y la región de los máximos tamaños

alcanzados por las fases β'' , β' y β .

Las variaciones experimentadas por la resistividad son fuertemente influenciadas por las fases β'' y β' .

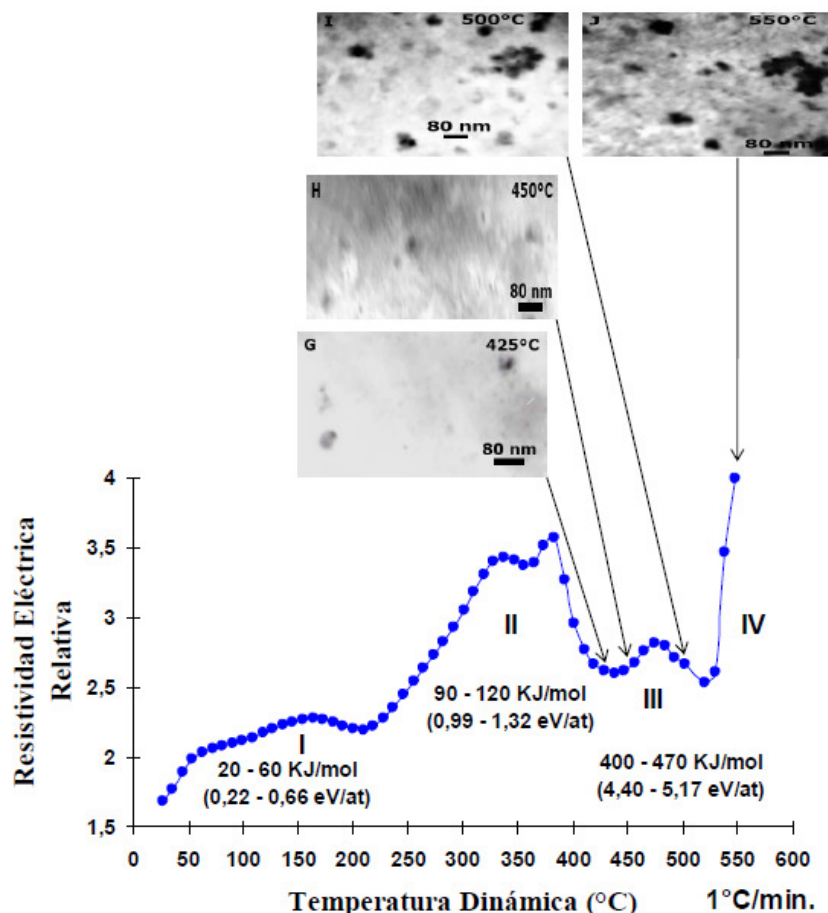


Figura 5B. Curva de resistividad eléctrica relativa, en función de la temperatura dinámica, correlacionada con imágenes de MET del envejecimiento *in situ*.

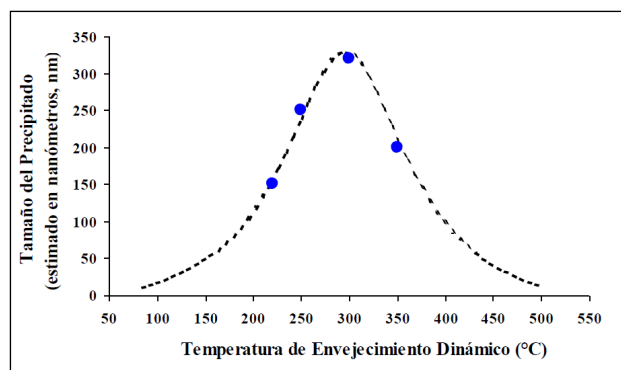


Figura 6. Tamaño estimado de los precipitados correspondientes a las fases β'' , β' y β , en función de la temperatura en el experimento de envejecimiento *in situ*.

5. REFERENCIAS

- [1]. D. A. Porter and K. E. Easterling., *Phase Transformations in Metals and Alloys*. Estados Unidos, Van Nostrand Reinhold Company Ltd., 1981.
- [2]. M. E. Fine., *Introduction to Phase Transformations in Condensed Systems*. Estados Unidos, Macmillan Series in Materials Science, 1965.
- [3]. J. W. Christian., *The Theory of Transformations in Metals and Alloys*. Estados Unidos, Pergamon Press, Second Edition 1975.
- [4]. M. J. Yacamán y J. Reyes., *MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA, Una visión del microcosmos*. México, Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, Fondo de Cultura Económica, 1995.

- [5]. Y. Huang and F. J. Humphreys., Mater. Sci. Forum, Vols. 396-402 (2002), pp. 411-416.
- [6]. M. Vivas, Ph. Lours, Ch. Levaillant, A. Couret, M. J. Casanove and A. Coujou., Philos. Mag. A, Vol. 76, No. 5, 1997, pp. 921-931.
- [7]. M. Vogelsang, R. J. Arsenault, and R. M. Fisher., Metall. Trans. A, Vol. 17A, 1986, pp. 379-389.
- [8]. T. Tanigaki, K. Ito, Y. Nagakubo, T. Asakawa and T. Kanemura., J. Electron Microsc., 58 (5): 281-287 (2009).
- [9]. J. R. Gasga, R. Garcia and L. V. Ulloa., Philos. Mag. A, 1997, Vol. 75, N° 4, 1023 – 1040.
- [10]. J. L. Ochoa, J. Ochoa y G. González., Rev. Fac. Ing. UCV., Vol. 23(3), 2008, 17-26.
- [11]. J. L. Ochoa. *Estudio del Fenómeno de Precipitación en la Aleación de Aluminio AA-6061 Mediante Medidas de Resistividad Eléctrica, Calorimetría y Técnicas Microscópicas*, Tesis Doctoral, Caracas (Venezuela), Universidad Central de Venezuela, 2010.
- [12]. E. J. Lavernia, J. D. Ayers and T. S. Srivatsan., Int. Mater. Rev. 37 (1992) 1.
- [13]. B. P. Maite, *Estudio de la Conformación de Componentes Aluminio-Silicio en Estado Semisólido*, Tesis Doctoral, Barcelona (España), Universitat Politècnica de Catalunya, 2005.
- [14]. N. C. W. Kuijpers, W. H. Kool, P. T. G. Koenis, K. E. Nilsen, I. Todd and S. Van der Zwaag., Mater. Charact., 49, 2003, pp. 409-420.
- [15]. N. C. W. Kuijpers, W. H. Kool and S. Van der Zwaag., En: The 8th International Conference on Aluminium Alloys., Switzerland. Mater. Sci. Forum, 2002, pp. 396-402.
- [16]. M. H. Mulazimoglu, A. Zaluska, J. E. Gruzleski and F. Paray., Metall. Mater. Trans. A, Vol. 27A, 1996, pp. 929-936.
- [17]. J. L. Ochoa y G. González., “Estudio de los Mecanismos de Reacción y las Transformaciones de Fase en la Aleación de Aluminio AA-6061”. En: 9° Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales SAM-CONAMET 2009, y Primeras Jornadas Internacionales de Materiales Nucleares. Volumen II, Tópico 7, 1070-1075. Buenos Aires, Comisión Nacional de Energía Atómica, 2009. ISBN 978-978-1323-13-5.
- [18]. R. O. Simmons and R. W. Balluffi., Phys. Rev., 117, 1960, pp. 62-68.
- [19]. E. J. Mittemeijer., J. Mater. Sci., 27, 1992, pp. 3977-3987.
- [20]. M. H. Jacobs., Phil. Mag., 26, 1972, pp. 1.
- [21]. C. Panseri and T. Federighi., J. Inst. Metals., Vol. 94, 1966, pp. 99-107.
- [22]. K. Matsuda, S. Ikeno, T. Sato and A. Kamio., Mater. Sci. Forum., Vols. 217-222, 1996, pp. 707-712.
- [23]. K. Matsuda, H. Gamada, K. Fujil, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio and S. Ikeno., Metall. Mater. Trans. A, Vol. 29A, 1998, pp. 1161-1167.
- [24]. K. Matsuda, Y. Sakaguchi, Y. Miyata, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio and S. Ikeno., J. Mater. Sci., 35, 2000, pp. 179-189.
- [25]. K. Yamada, T. Sato and A. Kamio., Mater. Sci. Forum., Vols. 331-337, 2000, pp. 669-674.
- [26]. J. P. Lynch, L. M. Brown and M. H. Jacobs., Acta Metall., Vol. 30, 1982, pp. 1389-1395.
- [27]. G. A. Edwards, K. Stiller, G. L. Dunlop and M. J. Couper., Acta Mater. Vol. 46(11), 1998, 3893-3904.
- [28]. G. Thomas., J. Inst. Metals., Vol. 90, 1961-1962, pp.57-63.
- [29]. I. Dutta, and S. M. Allen., J. Mater. Sci. Lett., 10, 1991, pp. 323-326.
- [30]. G. A. Edwards, K. Stiller, and G. L. Dunlop., Appl. Surf. Sci., 76/77, 1994, pp. 219-225.
- [31]. L. Ch. Doan, Y. Ohmori and K. Nakai., Mater. Trans., JIM, 41, 2000, pp. 300-305.
- [32]. R. P. Wahi and M. von Heimendahl., Phys. Stat. Sol. (a) 24, 1974, pp. 607-612.
- [33]. I. Kovács, J. Lendvai and E. Nagy., Acta Met., Vol. 20, 1972, pp. 975.
- [34]. J. Lendvai, I. Kovács and E. Nagy., Phys. Stat. Sol., (a) 14, 1972, pp. 83.
- [35]. J. Lendvai, T. Ungár and I. Kovács., Mater. Sci. Eng., 16, 1974, pp. 85-89.
- [36]. F. D. Bloss., *Crystallography and Crystal Chemistry*, New York (Estados Unidos): Holt, Rinehart and Wiston, 1971, Cap. 9.