



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO

FACULTAD DE QUÍMICA

**“CARACTERIZACIÓN DE LA SECUENCIA DE
PRECIPITACIÓN DE LA ALEACIÓN AA7075 MEDIANTE
AFM.”**

TESIS INDIVIDUAL

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO EN MATERIALES

PRESENTA

RODRIGO HOYOS GONZÁLEZ LUNA

DIRIGIDA POR
DR. RAFAEL MANUEL RÍOS VERA

CODIRIGIDA POR
DR. IVÁN DOMÍNGUEZ LÓPEZ

SANTIAGO DE QUERÉTARO, QUERÉTARO, 2026

La presente obra está bajo la licencia:
<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/deed.es>



CC BY-NC-ND 4.0 DEED

Atribución-NoComercial-SinDerivadas 4.0 Internacional

Usted es libre de:

Compartir — copiar y redistribuir el material en cualquier medio o formato

La licenciatario no puede revocar estas libertades en tanto usted siga los términos de la licencia

Bajo los siguientes términos:

 **Atribución** — Usted debe dar [crédito de manera adecuada](#), brindar un enlace a la licencia, e [indicar si se han realizado cambios](#). Puede hacerlo en cualquier forma razonable, pero no de forma tal que sugiera que usted o su uso tienen el apoyo de la licenciatario.

 **NoComercial** — Usted no puede hacer uso del material con [propósitos comerciales](#).

 **SinDerivadas** — Si [remezcla, transforma o crea a partir](#) del material, no podrá distribuir el material modificado.

No hay restricciones adicionales — No puede aplicar términos legales ni [medidas tecnológicas](#) que restrinjan legalmente a otras a hacer cualquier uso permitido por la licencia.

Avisos:

No tiene que cumplir con la licencia para elementos del material en el dominio público o cuando su uso esté permitido por una [excepción o limitación](#) aplicable.

No se dan garantías. La licencia podría no darle todos los permisos que necesita para el uso que tenga previsto. Por ejemplo, otros derechos como [publicidad, privacidad, o derechos morales](#) pueden limitar la forma en que utilice el material.



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO

FACULTAD DE QUÍMICA

**“CARACTERIZACIÓN DE LA SECUENCIA DE
PRECIPITACIÓN DE LA ALEACIÓN AA7075 MEDIANTE
AFM.”**

TESIS INDIVIDUAL

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO EN MATERIALES

PRESENTA

RODRIGO HOYOS GONZÁLEZ LUNA

DIRIGIDA POR

DR. RAFAEL MANUEL RÍOS VERA

CO-DIRIGIDA POR

DR. IVÁN DOMÍNGUEZ LÓPEZ

SINODALES

DR. RAFAEL MANUEL RÍOS VERA

DIRECTOR

DR. IVÁN DOMÍNGUEZ LÓPEZ

CODIRECTOR

DR. JOSÉ DE JESÚS CORONEL HERNÁNDEZ

SINODAL

DR. ADRIÁN LUIS GARCÍA GARCÍA

SINODAL

DR. JOSÉ SANTOS CRUZ

SINODAL

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE GENERAL	I
ÍNDICE DE CUADROS	III
ÍNDICE DE FIGURAS	IV
1. INTRODUCCIÓN	1
2. ANTECEDENTES	2
2.1 La Importancia del Aluminio y de sus Propiedades	2
2.2 Importancia del Aluminio en la Industria Aeronáutica	4
2.3 Los Límites de Composición de la AA7075	5
2.4 Efecto de los Aleantes Principales sobre las Aleaciones de Aluminio	5
2.5 Los Tratamientos Térmicos de las Aleaciones de Aluminio	6
2.6 Mecanismo del Proceso de Endurecimiento de las Aleaciones de Aluminio	8
2.7 Tratamiento de Retrogresión y Reenvejecimiento	9
2.8 Evolución Microestructural durante el Envejecimiento	11
2.9 Evolución Microestructural del Tratamiento RRA en AA7075	13
2.10 Mecanismo en la Protección contra la Corrosión Bajo Tensión	14
2.11 Técnicas de Caracterización de los Nanoprecipitados	15
2.12 Fundamentos de la Microscopía de Fuerza Atómica	17
3. HIPÓTESIS	21
4. OBJETIVOS	22
4.1 Objetivo General	22
4.2 Objetivos Específicos	22
5. METODOLOGÍA	23
5.1 Materiales y Reactivos	23
5.2 Métodos	23
5.2.1 Realización del Tratamiento Térmico RRA	23
5.2.2 Preparación de las Probetas de la AA7075	25
5.2.3 Caracterización de las Probetas de la AA7075	25
5.2.4 Análisis de las Micrografías	27
5.2.5 Pruebas Mecánicas sobre las Probetas Tratadas	28
5.2.6 Análisis estadístico del conjunto de los datos.	28
6. RESULTADOS	29

6.1 Caracterización morfológica de los precipitados identificados	29
6.2 Descripción de la secuencia de precipitación mediante el ensayo de dureza Brinell	30
6.3 Relación de la dureza con las condiciones de tiempo y de temperatura de la retrogradación	32
6.4 Correlación de la dureza con la microestructura evaluada por cada condición	34
6.5 Análisis estadístico de la hipótesis	36
6.6 Metalografía AFM de la degradación de los precipitados endurecedores	37
6.7 Evolución microestructural del AA7075 bajo diferentes condiciones de tiempo y temperatura	38
6.8 Comportamiento de la distancia de vecinos bajo cada condición	41
6.9 Comportamiento de las características morfológicas en cada condición de tratamiento térmico	42
6.10 Comportamiento de la rugosidad	48
6.11 Errores experimentales y limitaciones de la técnica desarrollada de análisis	49
6.12 Perspectivas Futuras	53
7. CONCLUSIÓN	53
8. REFERENCIAS	57
ANEXOS	64

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro	Página
1 Designación de probetas a distintas condiciones de retrogradación	24
2 Valor promedio de las características morfológicas de los precipitados de la aleación AA7075 bajo las distintas condiciones de tiempo y temperatura	29
3 Dureza y características morfológicas de cada condición	34
4 Imágenes generadas en modo de contraste de fase por condición	49

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura		Página
1	Esquema de las aleaciones de aluminio y sus respectivos tratamientos térmicos utilizados para las aeronaves	3
2	Esquema del AFM al hacer el barrido de una muestra	19
3	Esquema del AFM al analizar una muestra en distintos modos de operación	19
4	Rampa de tiempo y temperatura del tratamiento térmico realizado	24
5	Descripción gráfica de la metodología	26
6	Secuencia de la dureza de retrogradación a 210 °C por 32 min T2t2	32
7	Cambios de la dureza bajo la misma temperatura conforme avanza el tiempo de retrogradación	32
8	Comportamiento de la dureza a diferentes temperaturas de RRA	33
9	Comparación de la micrografía de la condición blanco con la condición T3t3	38
10	Distribución porcentual de los precipitados bajo distintas condiciones de tiempo y temperatura	40
11	Proporción de los precipitados η' bajo distintas temperaturas de retrogradación	41
12	Evolución del parámetro ND a distintas condiciones de tratamiento térmico	41
13	Evolución del diámetro de las zonas GP a distintas condiciones de tratamiento térmico	44
14	Evolución del diámetro de η' a distintas condiciones de tratamiento térmico	44
15	Evolución del diámetro de η a distintas condiciones de tratamiento térmico	44

16	Evolución del diámetro de los dispersoides a distintas condiciones de tratamiento térmico	45
17	Evolución de los parámetros factor de forma y redondez, a distintas condiciones de tratamiento térmico	47
18	Correlación de la redondez con el factor de forma de los precipitados	47
19	Evolución del parámetro razón de aspecto a distintas condiciones de tratamiento térmico	48
20	Evolución de la rugosidad a distintas condiciones de tratamiento térmico	49
21	Diagrama de distribución porcentual de los precipitados bajo la condición reenvejecido, imagen 2 en modo amplitud	51
22	Diagrama de distribución porcentual de los precipitados bajo la condición reenvejecido imagen 2 en modo contraste de fase	52
23	Precipitados identificados en la condición de reenvejecido imagen 2 en modo amplitud	52
24	Precipitados identificados en la condición de reenvejecido imagen 2 en modo contraste de fase	53
25	Dictamen del Comité de Bioética de la Facultad de Química de la Universidad Autónoma de Querétaro	64
26	Cálculo de intervalos de confianza IC95%	65
27	Análisis estadístico mediante análisis de matriz de componentes principales	68
28	Análisis estadístico mediante análisis de matriz de correlación de Pearson	71
29	Diagrama de distribución de los precipitados bajo la condición blanco T6	72
30	Diagrama de distribución de los precipitados bajo envejecimiento natural T4	72

31	Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T1t1	72
32	Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T2t1	73
33	Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T3t1	73
34	Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T1t2	73
35	Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T2t2	74
36	Diagrama de distribución de los precipitados bajo retrogresión	74
37	Diagrama de distribución de los precipitados bajo el primer paso del segundo envejecido	74
38	Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T3t2	75
39	Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T1t3	75
40	Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T2t3	75
41	Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T3t3	76
42	Análisis estadístico ANOVA de la distancia entre vecinos con las condiciones de tratamiento térmico	77
43	Análisis estadístico ANOVA de la dureza con las condiciones de tratamiento térmico	78
44	Análisis estadístico post hoc Tukey de comparación de medias de la distancia entre vecinos con las condiciones de tratamiento térmico	79
45	Análisis estadístico post hoc Tukey de comparación de medias de la dureza con las condiciones de tratamiento térmico	80
46	Análisis estadístico MANOVA de la dureza con la proporción de precipitados η' con las condiciones de tratamiento térmico	82
47	Análisis estadístico MANOVA de la dureza con la distancia entre vecinos con las condiciones de tratamiento térmico	89
48	Análisis estadístico MANOVA de la dureza con la distancia entre vecinos con las condiciones de tratamiento térmico, evaluando las características morfológicas como covariables	108

RESUMEN

Las aleaciones de aluminio se usan ampliamente en diversas industrias, como es el caso de la industria aeronáutica y su tratamiento térmico permite aprovechar mejor sus propiedades mecánicas, buscando principalmente el aumento de la dureza y la resistencia a tensión. Los componentes que determinan la dureza son de tamaño nanométrico, exigiendo el uso de técnicas innovadoras y de gran resolución. Específicamente, el tratamiento térmico de retroresión y reenvejecimiento busca balancear la dureza y la resistencia a la corrosión bajo tensión. El presente trabajo buscó de manera cuantitativa con microscopía de fuerza atómica, describir la secuencia de degradación producida por el acoplamiento del tratamiento térmico de retroresión y reenvejecimiento con el envejecimiento en rampa. Lo anterior se logró parcialmente al interrelacionar la secuencia de precipitación con el crecimiento de diámetro de los precipitados η' y de los dispersoides, junto con el aumento en la distancia entre vecinos. De hecho, la hipótesis se cumplió parcialmente, si bien no se logró conservar la dureza de acuerdo al ensayo de dureza Brinell, la ventana de retroresión más amplia fue sí fue a 180 °C y la condición con más tiempo y temperatura de retroresión presentó el mayor diámetro de η' (22.44 nm) y distancia entre vecinos (102.59 nm). Así mismo se evaluaron otras características morfológicas, la razón de aspecto, la redondez y el factor de forma. Cabe destacar que debido a la limitante de sólo tener resultados representativos mediante el modo de contraste de fase, se recomienda evaluar la degradación de la microestructura mediante técnicas que permitan caracterizar la composición química para lograr una correlación más robusta entre la dureza y las características morfológicas de los precipitados.

1. INTRODUCCIÓN

El aluminio se utiliza ampliamente en la industria aeronáutica gracias a su resistencia a la corrosión, ligereza y maleabilidad, no obstante, generalmente se requiere incrementar de su dureza para satisfacer las necesidades de la industria. Se logra dicho incremento a través de métodos como tratamientos térmicos, en específico con el mecanismo de endurecimiento por precipitación. Una de las limitantes al usar la aleación AA7075, una de las más utilizadas en la industria aeronáutica, es que al solubilizarla y envejecerla, con el tratamiento térmico T6, se reduce su resistencia a la corrosión bajo tensión. Para mitigar lo anterior, se desarrolló el tratamiento de retrogradación y reenvejecimiento (RRA por sus siglas en inglés “retrogression & reaging”), acoplando el T6 tradicional con un calentamiento cerca de la temperatura solvus de los precipitados endurecedores y posteriormente reenvejeciendo. Cabe destacar que se requieren estudios complementarios para poder tener una mayor comprensión de la secuencia de endurecimiento por precipitación del RRA. Así mismo, por la complejidad en la preparación y análisis de muestras, ya que el tamaño de los precipitados endurecedores exige técnicas de alta resolución, han surgido alternativas para su caracterización como lo es la microscopía de fuerza atómica.

2. ANTECEDENTES

2.1 La Importancia del Aluminio y de sus Propiedades

El aluminio es el metal no ferroso más consumido en el mundo, con un consumo anual rondando los 24 millones de toneladas, del que el 75% es primera fusión. Lo anterior se debe a la abundancia del Al en la corteza terrestre, al 8% (se colocó el símbolo de los elementos para simplificar la lectura). Por otro lado, aunque es muy abundante, su extracción no es sencilla porque sus óxidos tienden a estar diseminados en depósitos poco rentables, por lo que es necesario extraerlo de la bauxita, un tipo de roca que contiene formas hidratadas de sus óxidos (Totten & MacKenzie, 2003).

De hecho, el aluminio tiene una excelente resistencia a la corrosión por la fina y densa capa de óxido de aluminio ubicada en su superficie. Gracias a la alta afinidad del Al al O₂, cuando se daña o desgasta esta capa, esta se regenera porque el Al que se encuentra debajo se oxida inmediatamente. Anodizar al material aumenta el grosor y la densidad de la capa de óxido, ofreciendo una mejor protección contra la corrosión; empero, la baja resistencia del Al puro limita sus aplicaciones. Por otra parte, se cree erróneamente que el Al no es lo suficientemente fuerte para ser utilizado en aplicaciones estructurales. Sin embargo, la aleación estructural de aluminio más común, la 6061-T6, puede alcanzar una resistencia a la fluencia de 240 MPa, que equivale a la que se puede obtener con un acero A36. Gracias a su resistencia a la fluencia junto con su peso liviano, pueden lograr los mismos valores en sus propiedades mecánicas que algunos aceros, con piezas tres veces más ligeras, lo que lo hace sea ventajoso para aplicaciones estructurales donde se tienen pesos muertos. Es así como su alta relación resistencia-peso ha favorecido su uso para diversas aplicaciones. Por otro lado, al alearlo se busca tener una o más de las siguientes propiedades para aplicaciones especiales: alta resistencia a la tensión, a la fluencia, a altas temperaturas, a la fatiga, a la corrosión; alta o baja ductilidad (según sea el caso), elasticidad, conductividad térmica, baja expansión térmica; buena capacidad de endurecimiento por envejecimiento, capacidad de vaciado y maquinabilidad (Kayser, 2011; Kissell & Ferry, 2017).

En específico, cabe mencionar que la propiedad fundamental para los metales de uso estructural es la resistencia, clave en la industria aeronáutica. En efecto, el Al sin alear tiene una resistencia a la tensión de 90 MPa y se utiliza para los paneles exteriores de los aviones cuando se requiere una mayor protección contra la corrosión. Sin embargo, es posible incrementar a más de 200 MPa la resistencia a la tensión, agregando Zn, Cu, Mg y Cr como aleantes. Adicionalmente, con un tratamiento térmico se pueden alcanzar valores de 550 MPa. De esta forma, variaciones en la composición de las aleaciones y aplicando tratamientos térmicos, permiten usar este material para innumerables fines. En adición, sus aleaciones se dividen en forjadas y fundidas, alcanzando mejores propiedades mecánicas ya sea con un mecanismo mecánico o térmico. En los productos forjados, el temple se logra con un endurecimiento por deformación al trabajar en frío las piezas. En contraste, se hace uso de los tratamientos térmicos para endurecer productos fundidos y aleaciones forjadas, siendo denominadas como aleaciones tratables térmicamente, principalmente de las series 2xxx, 6xxx, 7xxx y parcialmente de la serie 4xxx. Por el contrario, las aleaciones forjadas que están limitadas a endurecerse mediante el trabajo en frío se denominan no tratables térmicamente.

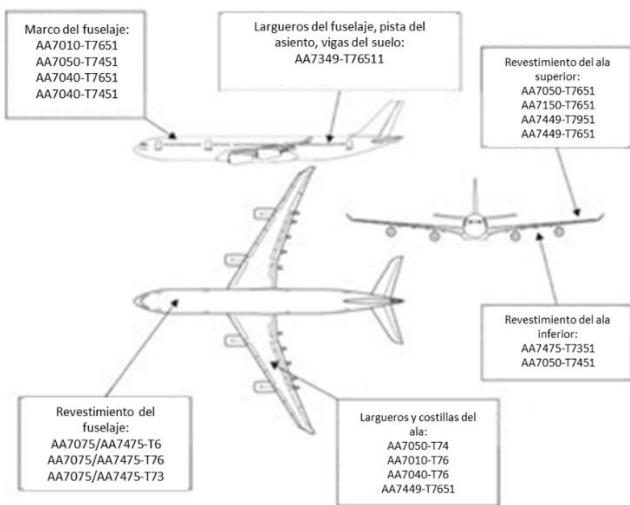


Figura 1: Esquema de las aleaciones de aluminio y sus respectivos tratamientos térmicos utilizados para las aeronaves (Abachi et al., 2016).

Hablando específicamente de la serie 7xxx de las aleaciones forjadas de Al, utilizada en el presente trabajo, esta tiene como principal elemento aleante al Zn

y dentro de esta serie se incluyen dos subgrupos: las aleaciones Al-Zn-Mg, como la 7005, y las aleaciones Al-Zn-Mg-Cu, como la AA7075 y AA7178. Esta última aleación es la más resistente de las aleaciones de Al, pudiendo alcanzar una resistencia a la tracción de 580 MPa con el temple T6. En el caso específico de la AA7075 se utiliza en bastidores de aeronaves y componentes estructurales, figura 1. Cabe destacar que la resistencia a la corrosión y la soldabilidad se reduce cuando se alea con Cu, es por eso por lo que algunas aleaciones sin Cu, como la AA7008 y la AA7072, se utilizan como revestimiento para protección catódica de materiales menos resistentes a la corrosión en las aeronaves (Kissell & Ferry, 2017; Totten et al., 2019).

2.2 Importancia del Aluminio en la Industria Aeronáutica

En esta sección se profundizará la aplicación del Al en las aeronaves modernas, por todo el conjunto de propiedades, como la buena resistencia a la corrosión, alta conformabilidad, alta resistencia y bajo peso específico, que hacen de este material uno de los más versátiles en la industria aeronáutica. De hecho, a pesar del desarrollo actual de materiales compuestos, el Al sigue siendo el componente principal en los aviones en un 70% y las aleaciones más utilizadas son las aleaciones tratables térmicamente de la serie 2xxx y de la serie 7xxx para componentes que requieran mayor resistencia. De estas dos series destacan en especial las aleaciones denominadas como AA2024 y AA7075. Es además importante mencionar que haber controlado la presencia de Fe y Si y optimizado los procesos, derivó en aleaciones con mejor resistencia a la fluencia.

Gracias a que las aleaciones de la serie 7xxx se endurecen de manera pronunciada, han sido de los materiales más importantes para la industria aeroespacial. No obstante, aunque estas aleaciones tienen excelente resistencia y maquinabilidad, son susceptibles a fracturarse por corrosión bajo tensión (por sus siglas en inglés "stress corrosion cracking", SCC). La SCC es un proceso de agrietamiento en aleaciones de Al y aceros, que se produce cuando se tienen aleantes susceptibles, las piezas están sometidas a esfuerzos de tensión superiores al límite y las piezas están inmersas en un entorno corrosivo. (Umamaheshwer-Rao et al., 2016).

Para combatir la SCC, ha sido fundamental un mayor control en la composición de las aleaciones y la aplicación de novedosos tratamientos térmicos, los cuales se mencionarán más adelante (Totten et al., 2019).

2.3 Los Límites de Composición de la AA7075

Es importante mencionar que la composición de la aleación forjada AA7075 en porcentaje en peso, debe estar dentro de los siguientes rangos: 5.1-6.1% de Zn, 2.1-2.9% de Mg, 1.2-2% de Cu, 0.50% máximo de Fe, 0.40% máximo de Si, 0.30% máximo de Mn, 0.18-0.28% de Cr, 0.2% máximo de Ti, 0.05% máximo de cada aleante no mencionado y 0.15% máximo del total de otros aleantes no mencionados; todo lo anterior de acuerdo con la Asociación del Aluminio (The Aluminum Association, 2015).

2.4 Efecto de los Aleantes Principales sobre las Aleaciones de Aluminio

A continuación, se presentan los efectos que tienen los principales elementos aleantes en las aleaciones de Al:

- Cu: aleante principal de la serie 2xxx, efecto endurecedor, brinda excelente resistencia a la corrosión reducida de alta resistencia, baja soldabilidad, resistencia, y facilita el endurecimiento por precipitación, reduce la ductilidad y la resistencia a la corrosión, logra las mayores resistencias de las aleaciones tratables térmicamente.
- Mg: aleante principal serie 5xxx, con un efecto endurecedor considerable, brinda ductilidad para trabajo en frío, brinda excelente resistencia a la corrosión y soldabilidad, resistencias moderadamente altas, baja sensibilidad al temple, y buena resistencia a la corrosión cuando se combina con el Si.
- Mn: aleante principal de la serie 3xxx, aumenta la resistencia de aleaciones forjadas, reduce la susceptibilidad a la corrosión intergranular y bajo tensión (hasta un 20%), mejora maquinabilidad, mejora el endurecimiento por deformación y la resistencia, todo esto sin perjudicar la ductilidad.
- Si: aleante principal de la series 4xxx, mejora la fluidez, disminuye el coeficiente de contracción térmico, aumenta la resistencia al desgaste, al agregarle Na o Sr al 0.02%, o 0.01% de P, causa una fina distribución de

las partículas de Si, reduce punto de fusión facilitando la soldadura, se tiene un mejor llenado de moldes complejos, produce una aleación no tratable térmicamente (a menos que se acople con Mg), baja templabilidad y buena resistencia a la corrosión.

- Zn: aleante principal serie 7xxx, efecto endurecedor, baja soldabilidad ya que algunas de las aleaciones presentan SCC.
- Fe: aleante principal de la serie 8xxx en conjunto con el Ni aumenta la resistencia mecánica sin una pérdida significativa de conductividad eléctrica, logrando una excelente conducción eléctrica, promueve la producción de constituyentes y dispersoides en colaboración con el Mn formando fases insolubles con Cu y Si, Fe y Ni, aumenta la resistencia; pero generalmente es una impureza.
- Cr: controla la estructura del grano, protege el crecimiento del grano en las aleaciones de Al-Mg, evita la recristalización en las aleaciones de Al-Mg-Si o Al-Mg-Zn durante el tratamiento térmico, reduce la SCC y mejora la tenacidad.
- Ni: aumenta la dureza, aumenta resistencia a temperaturas elevadas y reduce el coeficiente de expansión en aleaciones de Al-Cu, aumenta resistencia mecánica acoplado con Fe.
- Ti: refinador de grano que mejora acoplado con B y se adiciona al relleno de soldadura para contrarrestar el agrietamiento de la soldadura.
- Zr: inhibe la recristalización.
- Li: aumenta la resistencia y el comportamiento elástico, tiene un efecto endurecedor y disminuye la densidad.
- Pb y Bi: mejoran la maquinabilidad (Fayomi et al., 2017; Kissell & Ferry, 2017; Totten & MacKenzie, 2003).

2.5 Los Tratamientos Térmicos de las Aleaciones de Aluminio

En esta sección se describen brevemente los tratamientos térmicos de las aleaciones de Al y su designación.

La manera de designar los tratamientos térmicos es la siguiente:

- Recocido (O): para aleaciones forjadas, que recristalizan, para obtener menores durezas después del temple y a productos fundidos recocidos para mejorar la ductilidad y la estabilidad dimensional. El O puede ir seguido de un dígito distinto de cero.
- Sin tratar (F): tal como se fabricó, en productos conformados sin un control requerido de tratamientos térmicos o recién salidos de la colada continua.
- Relevado de esfuerzos (sin denominación): las temperaturas de envejecimiento son demasiado bajas para proporcionar un relevado de esfuerzos útil, y aplicar temperaturas más altas disminuye las propiedades mecánicas, por lo que sólo se hace cuando la prioridad sea reducir la tensión interna, como en el T7.
- Solubilizado (W): temple inestable aplicable a cualquier aleación que envejece naturalmente después del tratamiento térmico en disolución y el temple. Se debe señalar con un número, las horas requeridas. Las aleaciones Al-Zn-Mg y Al-Zn-Mg-Cu no tienen un temple W estable debido a que la dureza aumenta progresivamente durante años por el crecimiento de las zonas GP.
- Tratado térmicamente con un envejecimiento (T): para aleaciones tratables con o sin un endurecimiento por deformación suplementario, con la siguiente subdivisión:
 - T1: enfriamiento partiendo de trabajo en caliente a alta temperatura, prosiguiendo con un envejecido natural
 - T2: enfriamiento partiendo de un trabajo en caliente a alta temperatura, seguido de un trabajo en frío y un envejecimiento natural
 - T3: solubilizado, al que le sigue un trabajo en frío y envejecimiento natural
 - T4: solubilizado acompañado de un envejecimiento natural
 - T5: enfriamiento posterior a un trabajo en caliente a altas temperaturas, finalizando con un envejecimiento artificial
 - T6: solubilizado seguido de envejecimiento artificial, para piezas que no se continuarán conformando en frío

- T7: solubilizado acompañado de un sobrevejecido. Conforme se estabiliza, lleva al máximo las propiedades mecánicas como una mayor resistencia a la SCC.
- T8: solubilizado seguido de un trabajo en frío y un envejecimiento artificial.
- T9: solubilizado al que le prosigue un envejecimiento artificial y finalmente un trabajo en frío.
- T10: trabajo en caliente, seguido de un conformado en frío y de un envejecimiento artificial.
- Se añaden dígitos a estas designaciones, a excepción del cero, para indicar variaciones significativas, como en T7 para aumentar la resistencia a la SCC de las aleaciones 7xxx, en el que el siguiente dígito indica en porcentaje el aumento a la SCC. Los dos dígitos siguientes pueden utilizarse para informar cuando se haya aplicado un relevado de esfuerzos como en los T7651 y T73510.
- Endurecimiento por deformación (H): para piezas forjadas que se trabajaron en frío, con subdivisión que indica las operaciones a las que fueron sometidas las piezas:
 - H1: Endurecido por deformación
 - H2: Endurecido por deformación y parcialmente recocido
 - H3: Endurecido por deformación y estabilizado

El segundo dígito indica el grado de endurecimiento por deformación:

- HX2: Una cuarta parte de la dureza
- HX4: Semiduro
- HX8: Totalmente duro
- HX9: Extraduro

Finalmente, el tercer dígito indica variaciones especiales de las operaciones (Kaufman, 2000; Totten & MacKenzie, 2003; Weritz, 2018).

2.6 Mecanismo del Proceso de Endurecimiento de las Aleaciones de Aluminio

El proceso de endurecimiento, fundamental en las aleaciones de la serie 7xxx se puede describir en tres pasos:

- Solubilizado: manteniendo el material entre la temperatura solvus y líquidus por un periodo de tiempo para que toda la estructura se homogenice en una solución sólida sobresaturada (SSSS)
- Temple: un enfriamiento veloz en agua o aire para que los átomos aleantes de soluto se mantengan en la solución SSSS
- Endurecimiento por envejecimiento: los átomos de solutos de precipitan y se difunden, causando distorsión en la matriz y así endureciendo el material (Hamasha et al., 2011).

2.7 Tratamiento de Retrogresión y Reenvejecimiento

Para combinar la dureza resultante del T6 con la resistencia a la fractura por SCC del T73, se ha desarrollado el tratamiento de retrogresión y reenvejecido (RRA), que se designa como T77 y es un proceso que se utiliza regularmente en la industria aeroespacial desde 1970, fecha en la que fue desarrollado, el cuál es el tratamiento térmico que se utilizó en el presente trabajo. De hecho, las secciones gruesas de AA7075 con el T73 logran una alta resistencia a la SCC, a expensas de la resistencia y son usadas en componentes críticos de aeronaves, como piezas fundidas de grandes dimensiones (Rader et al., 2018; Totten et al., 2019).

A grandes rasgos este tratamiento consiste en someter la pieza a un solubilizado y a un envejecimiento artificial, se continua con una retrogresión y se finaliza con un reenvejecimiento. Es importante mencionar que el término retrogresión se refiere a un tratamiento de corta duración a temperaturas elevadas, entre la de envejecimiento y la de solubilizado, a las que se logran disolver parcialmente los precipitados endurecedores (Rader et al., 2018; Totten et al., 2019).

Un parámetro fundamental de este tratamiento es el tiempo de retrogresión, habiendo identificado tres regiones de trabajo. Se designa como región I los tiempos cortos en los que se disuelven las zonas GP y la fase η' . La región II se da en tiempos más largos y en la cual se genera una matriz rica en Mg y Zn por la nucleación de nuevos precipitados η' , los η' existentes pasan al equilibrio y los precipitados η concentrados en los límites de grano crecen y se reacomodan a mayores distancias. Por último, la región III es a tiempos en los que ocurre un

sobreenvejecimiento, creciendo los precipitados aún más. A causa de esto, se tiene una ventana de tiempo para la retrogradación, que puede ampliarse utilizando bajas temperaturas, por ejemplo, Rader et al. demostraron que la ventana de retrogradación para la AA7075 a 200 °C es de 110-630 s, en cambio para 220 °C es de 40-230 s (Rader et al., 2018; Umamaheshwer-Rao et al., 2016).

En cuanto a la AA7075, este tratamiento en principio no era de gran utilidad ya que esta aleación se utiliza principalmente para elaborar piezas gruesas de las aeronaves y precisamente una gran limitación del proceso de retrogradación es el calentamiento uniforme, especialmente en piezas gruesas y en piezas asimétricas. Ultimadamente, los tratamientos térmicos RRA que se utilizan son hechos en la región II y para piezas que vayan a estar expuestas a ambientes corrosivos (Umamaheshwer-Rao et al., 2016).

Por otra parte, al guardar el tratamiento RRA una fuerte relación con el T6, debido a que este es parte del proceso, a continuación se describe brevemente el procedimiento necesario para aplicar este tratamiento. El T6 comienza con el solubilizado entre 465-490 °C (según el grosor) y se deben enfriar las piezas cuanto antes, ya que se revierten las zonas GP por lo que se templa con agua fría (3 °C). Comúnmente se envejece a 120 °C por 24 h, no obstante, con una rampa de calentamiento se logrando incluso aumentar la dureza a menor tiempo total de proceso, envejeciendo primero a 100 °C por 4 h y después a 160 °C durante 8 h, eliminando los efectos del intervalo de envejecimiento natural. (Ku et al., 2018 ; Luiggi & Valera, 2017; Totten et al., 2019).

Con respecto al RRA para la AA7075, actualmente se hace iniciando con un T6, solubilizando, templando con agua fría y envejeciendo la piezas, procediendo a hacer la retrogradación en una mufla o en un horno de baño de sales, templando en agua fría nuevamente y se envejeciendo nuevamente (Gözde et al., 2021; Rader et al., 2018).

Precisamente con la AA7075 los desarrolladores del RRA, Cina et al., propusieron tiempos cortos de retrogradación de 1-30 s a 200-280 °C. Al ser una gran limitante para calentar piezas asimétricas y piezas gruesas, se han

buscado procedimientos alternativos como para secciones gruesas, como el estudio realizado por Ferrer et al., haciendo la retrogradación a 160 °C por 11 h logrando una mejora en la resistencia a la SCC sin apenas reducir la dureza, tan sólo entre un 5-10%. Otros estudios han utilizado tiempos de retrogradación de 0.5-60 min, a temperaturas de 160-240 °C, logrando obtener una mejora en la resistencia a SCC (Ferrer et al., 2003; Gözde et al., 2021; Luiggi & Valera, 2017; Totten et al., 2019; Wu et al., 2002).

2.8 Evolución Microestructural durante el Envejecimiento

Gran parte de los sistemas endurecibles por precipitación tienen secuencias complejas de cambios respecto al tiempo y la temperatura. Para las aleaciones de la serie 7xxx, existen distintas secuencias de precipitación partiendo de la SSSS y pudiendo producir distintas fases, cúmulos de sitios vacantes (VRC) y zonas Guinier Preston (GPZ). Estas secuencias de precipitación se muestran a continuación, cada una denominada por una letra (Totten et al., 2019; Totten & MacKenzie, 2003):

- A. SSSS → S
- B. SSSS → T' → T
- C. SSSS → VRC → GPZ → η' → η

La fase S, Al_2CuMg , se precipita directamente desde la SSSS y tiene un sistema cristalino ortorrómbico, siendo una fase intermetálica gruesa insoluble, secuencia A.

En la secuencia B de precipitación, se produce una fase intermedia T' hexagonal y posteriormente se forma la fase en equilibrio T, que es cúbica. Más adelante, en una segunda secuencia de precipitación, se puede llegar a formar la fase incoherente T con la siguiente composición: $\text{Mg}_{32}(\text{Al},\text{Zn})_{49}$, que raramente aparece en altas concentraciones, ya que precipita encima de los 200 °C (Totten & MacKenzie, 2003).

La secuencia C de precipitación consiste en la disolución de la SSSS formando VRC, GPZ, la fase η' y por último la fase metaestable η , provocando el endurecimiento máximo en el temple T6 por la precipitación de las GPZ coherentes y de la fase η' (Luiggi & Valera, 2017; Totten & MacKenzie, 2003).

Las fases que forman parte esta secuencia de precipitación son las GPZ, η y η' . Cabe recalcar que las GPZ son esféricas y existen dos tipos GPI y GPII. Las zonas GPI son coherentes, con un ordenamiento interno de Zn y de Al o Mg en los planos {001}, formándose de temperatura ambiente a 150 °C, sin importar la temperatura de enfriamiento, en otras palabras durante el envejecimiento natural. Las zonas GPII son ricas en Zn en los planos {111}, formados tras enfriar arriba de los 450 °C y al envejecer arriba de los 70 °C. Por otra parte, la fase incoherente η precipita como láminas, mallas o de forma tubular y en el caso de aleaciones con cobre son multicapa, según como se presente la dirección cristalográfica. Por otro lado, la fase η' , puede ser esférica o laminar, cuenta con un sistema hexagonal y sus planos basales son semicoherentes con los de la matriz {111}. Aún no está totalmente definida su composición, empero se tiene la certeza que contienen átomos de Zn y Mg a altas concentraciones. Al ser nanométricas todas la fases mencionadas, es necesario aplicar técnicas de microscopía nanométrica para caracterizarlas, las cuales se discutirán más adelante (Sha et al., 2011; Totten et al., 2019; Totten & MacKenzie, 2003).

Existen, además, zonas libres de precipitados (PFZ), las cuales reducen la SCC, afectando las propiedades mecánicas y se forman en los límites de grano después de que ciertas zonas sean agotadas de átomos de soluto. Esto ocurre con todas las aleaciones endurecibles por envejecimiento y al envejecer a la temperatura solvus de las GPZ. Cabe destacar que las aleaciones de la serie 7xxx tienen alta sensibilidad a la SCC porque sufren una precipitación no homogénea de sus fases semicoherentes e incoherentes y porque forman zonas PFZ (Totten et al., 2019).

Por otro lado, las fases de equilibrio son: MgZn_2 (η), $\text{Mg}_3\text{Zn}_3\text{Al}_2$ (T), y Mg_5Al_3 (β). Si la cantidad de Zn es mayor que la de Mg, predomina la secuencia de precipitación a η , como es el caso del presente trabajo. Si la aleación tiene mayor porcentaje de Mg que de Zn, entonces predomina la fase T. En cambio, si se añade Cu en mayor concentración que Mg, predomina la fase Al_2CuMg (S), ya que se forman dispersoides finos que dificultan la recristalización durante el trabajo en caliente. Es más, el Cu suprime la formación de T' en favor de η , propiciando una ligera pérdida de dureza al sobrevenecer, mucho menor a la

que ocurre sin su presencia. En contraste al efecto del Cu, los dispersoides que forman el Zr y el Sc aumentan la temperatura de recristalización. Al fundir las piezas se forman las fases $(Fe,Cr)_3SiAl_{12}$, Mg_2Si ; que es parcialmente soluble y tiende a esferoidizarse; y una fase eutéctica seudobinaria de aluminio y η , de composición $Mg(Zn,Cu,Al)_2$. El calentamiento posterior hace que las fases ricas en Fe se transformen en la fase Al_7Cu_2Fe . El $Mg(Zn,Cu,Al)_2$ comienza a disolverse rápidamente y se precipita junto con la fase S, que requiere altas temperaturas y tiempos prolongados de permanencia en el horno para su total disolución. La fase $Cr_2Mg_3Al_{18}$ precipita de la SSSS, agrupándose en regiones dendríticas primarias. Tras el tratamiento de disolución, la microestructura pasa a estar compuesta por las fases Al_7Cu_2Fe , $(Fe,Cr)_3SiAl_{12}$, Mg_2Si , y por dispersoides, los cuales se orientan en la dirección de conformado y sus granos recristalizados se aplana y estiran. Las regiones con granos no recristalizados contienen finos subgranos con precipitados endurecedores en sus límites de grano. Adicionalmente, si varía la proporción Cu/Mg, se formarán fases secundarias compuestas entre las fases η , T, y S (Dai et. al, 2022; Totten et al., 2019; Totten & MacKenzie, 2003).

2.9 Evolución Microestructural del Tratamiento RRA en AA7075

Ya hablando específicamente de la AA7075 con el tratamiento RRA, la microestructura resultante es similar a la obtenida por un temple T6, dentro de los granos, combinada con las fronteras de grano características de un temple T73, donde los precipitados son más grandes, están más separados y tienen mayor resistencia a la fractura por SCC (Totten et al., 2019).

En efecto, lo que ocurre es la precipitación de η a mayor tamaño en los límites de subgrano y conservando la distribución y tamaño fino de la fase η' . Esto genera una disminución de la distorsión de la red y un incremento de la conductividad. Así mismo, los precipitados gruesos en los límites de grano se distribuyen en intervalos irregulares gracias a la reprecipitación, generando zonas de atrapamiento de H_2 . Por otra parte, durante el transcurso de la retrogradación, la resistencia inicial disminuye debido a la reversión de las GPZ y a la disolución de η' , pero el reenvejecimiento logra recuperar la resistencia (Umamaheshwer-Rao et al., 2016).

A grandes rasgos, la secuencia de precipitación para la AA7075 sometida RRA es la siguiente:



Inicia con la aparición de las GPZ a 160 °C, luego viene la fase η' , compuesta por MgZn o Mg₂Zn₁₁, precipitando a temperaturas debajo de los 250 °C y tienden a encontrarse principalmente en el interior del grano. Las GPZ y η' coexisten durante las primeras etapas de envejecimiento y desde los 350 °C η' llegará al equilibrio, ubicándose en los límites del grano. Por su parte, las fases de Cu son fases complejas e integran aleantes con menor capacidad a difundirse, provenientes de la matriz y apareciendo generalmente por encima de los 350 °C, pero a partir de los 200 °C, los átomos de Cu pueden difundirse, interviniendo en los procesos de precipitación (Luiggi & Valera, 2017).

2.10 Mecanismo en la Protección contra la Corrosión Bajo Tensión

Se describirán a continuación, con mayor detalle, los mecanismos de SCC en ambientes salinos. Es importante recalcar que tener altos esfuerzos a la tensión, plásticos y triaxiales antes de la fractura, genera sitios potenciales para la acumulación de H₂ que se difunde desde la superficie de la pieza metálica por un gradiente de potencial, que en caso de la serie 7xxx se explica con los siguientes mecanismos:

- Disolución anódica (AD)
- Agrietamiento inducido por hidrógeno (HIC)
- Ruptura de la capa pasiva (PFR)

Adicionalmente, siempre es importante tomar en cuenta que el mecanismo específico depende del material, el entorno y las condiciones de carga. Comúnmente para aleaciones como la AA7075, la AD comienza de inmediato al exponer las piezas a ambientes corrosivos, actuando sobre la fase η . Por el contrario, el HIC se produce en el espacio que se encuentra entre cada precipitado η . Siendo las piezas con T6 muy afectadas por la combinación de estos dos mecanismos, porque la AD ataca rápidamente los precipitados finos dispuestos continuamente y el HIC actúa sobre las regiones que tienen precipitados muy cercanos unos con otros. El tratamiento RRA logra reducir la

SCC generando un mayor tamaño de precipitados, con una mayor separación entre ellos y una distribución discontinua, logrando retener las moléculas de H y obstaculizando su dispersión (Umamaheshwer-Rao et al., 2016).

En resumen, lo anterior explica cómo es que el H₂ proveniente de la hidrólisis de la punta de la fractura, causada por ambientes corrosivos, se difunde a lo largo de los límites del grano hasta que se encuentre con una interfaz incoherente donde se condensará formando pequeñas burbujas, por lo que disminuir la concentración de H₂ en la SSSS logra bloquear el mecanismo de fractura por SCC (Wu et al., 2002).

Estudios como el de Park y Ardell, en el que utilizaron una técnica de descarga de chispa eléctrica para preparar sus muestras de TEM, demuestran el interés que existe en estudiar la secuencia de precipitación de los tratamientos RRA, teniendo como limitante una posible afectación en la microestructura por calor generado por la técnica para preparar las muestras, provocando que estas mismas que ya no sean representativas de las microestructuras analizadas. Por esto, aunque se han utilizado técnicas para caracterizar esta secuencia, como el barrido calorimétrico diferencial (DSC), es primordial el uso de microscopía para poder tener una mayor comprensión del proceso. Adicionalmente, debido a las limitaciones del TEM, el mecanismo responsable de la reducción del SCC en las placas estudiadas es representativo de piezas gruesas y de piezas asimétricas. Por todo lo anterior es que se propone evaluar la secuencia de precipitación y las microestructuras resultantes utilizando la técnica de microscopía de fuerza atómica, que permitirá obtener nueva información con respecto a este proceso en piezas delgadas (Wu et al., 2002).

2.11 Técnicas de Caracterización de los Nanoprecipitados

Un fundamento básico en la caracterización es la determinación del tamaño de los precipitados conforme avanza el tratamiento, pues permite deducir las propiedades finales del material, ya que, como regla general, un tamaño crítico de precipitados generará una mayor dureza, lo cual se tomó como principio para la caracterización de la secuencia de precipitación. Como se mencionó anteriormente, el que los precipitados sean nanométricos exige de técnicas de caracterización más avanzadas. En efecto, las características microestructurales

relevantes al analizar las aleaciones de Al son la porosidad, las inclusiones, las partículas constituyentes, los dispersoides y los precipitados endurecedores.

En efecto, los constituyentes, la porosidad y las inclusiones, las cuales influyen en el comportamiento a la fractura, son suficientemente grandes para ser medidas ópticamente especialmente con metalografías a color, un proceso fácil y eficiente para aleaciones conocidas. A su vez, los constituyentes pueden ser analizados químicamente con microsonda electrónica (EMPA) o con microscopía electrónica de barrido acoplada con espectroscopía de rayos x (SEM-EDX); donde esta última permite determinar la composición y las partículas de fase secundaria. Por otro lado, los dispersoides influyen en la recristalización y en la resistencia a la tensión, y se deben medir con técnicas de mayor resolución, no obstante, los elevados aumentos y las pequeñas áreas analizadas dificultan su muestreo aleatorio. De hecho SEM es el medio más eficaz de caracterizar partículas de fase secundarias en aleaciones conocidas, porque la preparación de la muestra es fácil y rápida. Finalmente, para caracterizar a los precipitados endurecedores, principales responsables del aumento del límite elástico y de la resistencia a la tensión, sólo puede hacerse mediante TEM.

En efecto, la técnica TEM es una de las técnicas más utilizadas para revelar las microestructuras de las aleaciones de la serie 7xxx. Esta técnica suele requerir que las muestras sean láminas delgadas, con áreas de interés de 0.2 a 0.5 micras de espesor, por lo que se necesitan técnicas elaboradas para prepararlas. La imagen obtenida es una proyección estructural tridimensional, que brinda datos de la orientación y la distribución de los nanoprecipitados. Esta técnica se usa principalmente cuando es importante conocer la estructura cristalográfica del precipitado, o cuando se requiere saber su composición. La microscopía electrónica de transmisión y barrido acoplada a la espectroscopía de rayos x (STEM-EDX) hace que se pueda analizar químicamente a los nanoprecipitados ya que pueden proporcionar patrones de microdifracción (Hatch, 1984; Sha et al., 2011; Totten et al., 2019).

Adicionalmente, se han aplicado otras técnicas para conocer la naturaleza del proceso de precipitación RRA, como la espectroscopía de rayos (EDX) y la

espectroscopía de electrónica de pérdidas de energía (EELS), que brindan información cualitativa. La microscopía electrónica de transmisión de alta resolución (HRTEM) que revela la estructura de los precipitados metaestables. Los cálculos teóricos para obtener datos termodinámicos de la precipitación de las fases metaestables. La tomografía de sonda atómica (APT) para brindar datos del proceso de precipitación e información microestructural de los precipitados como el tamaño, distribución, densidad, morfología y su composición química. Adicionalmente, esta última acoplada con el método cinético de Montecarlo ha permitido conocer su cinética de precipitación (Hatch, 1984; Sha et al., 2011).

Cabe destacar que debido a las dificultades que presenta la preparación de muestras en la TEM, se desarrolló una metodología novedosa de caracterización de los nanoprecipitados mediante la microscopía de fuerza atómica con el modo tapping, por García-García et al., con la cual si bien no es posible obtener información cristalográfica ni la composición química, puede obtenerse una cuantificación estadística de los nanoprecipitados en un sistema de aleación conocido, sin la necesidad de destruir las piezas. En aquel estudio se utilizó el software Scanning Probe Imaging Processor (SPIP 6.02) de Image Metrology (Hørsholm, Dinamarca), especializado en la caracterización de nanoprecipitados, aplicando un filtro de corrección de planos, presentando límites de detección de 10-200 nm global, de 1-30 nm para precipitados η' y 30-200 nm para precipitados η . Cabe destacar que su relativa facilidad de preparación de muestras podría ser ventajosa en el desarrollo de productos y procesos, especialmente como control de calidad industrial (García-García et al., 2014).

2.12 Fundamentos de la Microscopía de Fuerza Atómica

La técnica mencionada al final de la sección anterior, que es la utilizada para la caracterización del presente trabajo, por lo que se describirá a profundidad a continuación. La microscopía de fuerza atómica (AFM) es un tipo de microscopía de sonda de barrido, donde se utiliza una sonda o punta para escanear la muestra, obteniendo la topografía física y pudiendo medir propiedades físicas, magnéticas o químicas del material. Una de sus mayores

fortalezas es poder analizar casi cualquier tipo de superficie, como películas gruesas de recubrimiento, cerámicos, composites, membranas sintéticas y biológicas, microorganismos, biomateriales, metales y polímeros. Es por esto que se utiliza para estudiar infinidad de fenómenos como la abrasión, la adhesión, la limpieza, la corrosión, el ataque químico, la fricción, la lubricación, el galvanizado y el pulido. Se puede investigar cualquier muestra sin necesidad de que sea conductiva, es más, se pueden analizar las muestras magnéticas con una técnica llamada microscopía de fuerza magnética (MFM), simplemente al usar a una punta ferromagnética. Adicionalmente, gracias a las interacciones de atracción y repulsión con la muestra, se pueden caracterizar superficies dentro de líquidos, gases o al vacío (Hameed et al., 2018; Pentassuglia et al., 2018; Piontek & Roos, 2018).

El instrumento se compone, veáse figura 2, por un cantiléver que en unos de sus extremos tiene una punta afilada de Si o Si_3N_4 (de diámetros menores a 100 Å), unida a una sonda adherida a un tubo piezoelectrónico que mueve al cantiléver para el barrido, un láser reflejado de la parte trasera del cantiléver que mide la desviación y la curvatura de este y un sistema de retroalimentación para el control de la fuerza y la distancia. Esta información se procesa con un software, que mapea la topografía y otras propiedades de interés (Bahrami, 2020; Hameed et al., 2018; Piontek & Roos, 2018).

Siguiendo la ley de Hooke, al acercarse la punta a la muestra, el cantiléver se desvía por las fuerzas de interacción entre la punta y la superficie, esencialmente las fuerzas de Van der Waals, la fuerza repulsiva de Pauli, el efecto de amortiguamiento de película comprimida, la hidrocapilaridad, las fuerzas electrostáticas y las fuerzas magnéticas. Con ese principio en mente, es importante mencionar que las fuerzas reportadas no se miden directamente, sino más bien se mide la deflexión y la rigidez del cantiléver. Este desvío del cantiléver, por cambios de superficie y por las propiedades analizadas, hace que sea imperativo trabajar en el régimen de fuerza atractiva, utilizando pequeñas fuerzas de atracción, manteniendo una alta resolución y requiriendo cantiléveres rígidos, ya que operar con amplitudes cercanas a los 100 nm, llamado modo de contacto intermitente, causa que el cantiléver pase por los diferentes regímenes

de fuerza, el de repulsión, el de atracción o a un régimen de fuerzas no apreciables, pudiendo dañar la muestra (Bahrami, 2020; Hameed et al., 2018; Keyvani et al., 2019; Piontek & Roos, 2018).

A continuación, se describen los modos de operación del AFM más utilizados:

- Modo de contacto: la punta toca continuamente a la superficie de la muestra, operando en el régimen de fuerzas repulsivas, aplicando continuamente una fuerza contra la superficie y causando la flexión del cantiléver, que se corrige con el sistema de retroalimentación, de hecho en la figura 3 se muestra de manera esquemática este modo en comparación con el modo tapping.
- Modo de altura: la altura del escáner es fija, por lo que la deflexión mapea directamente a la superficie, siendo este modo nada más útil para superficies planas (Piontek & Roos, 2018).

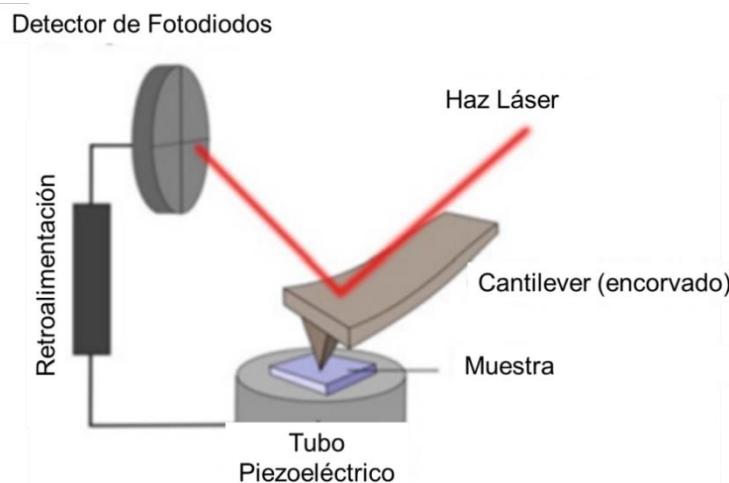


Figura 2: Esquema del AFM al hacer el barrido de una muestra (Piontek & Roos, 2018).

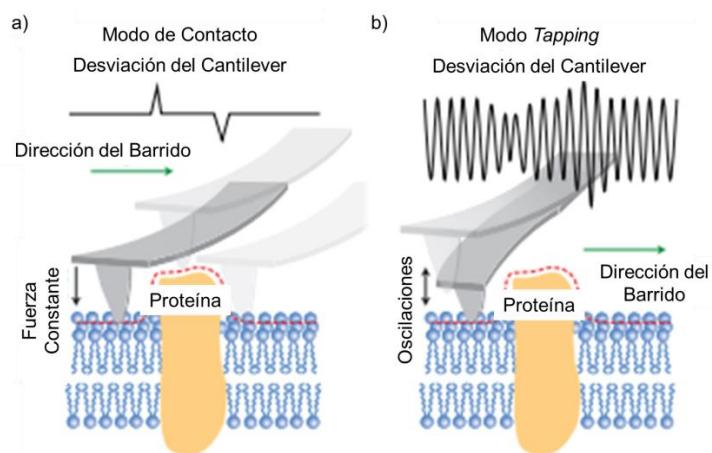


Figura 3: Esquema del AFM al analizar una muestra en distintos modos de operación: a) Modo de Contacto b) Modo Tapping (Dufrêne et al., 2017).

- Modo tapping (TM-AFM): debido a que las fuerzas de interacción causan incluso la destrucción de muestras, se desarrollaron otros modos de operación al oscilar el cantiléver, llamados modos de operación dinámicos, entre los que se encuentra el modo tapping (también llamado modo dinámico o modo de oscilaciones), que se usará en el presente estudio. Este modo opera en la frecuencia de resonancia del cantiléver, logrando reducir la fuerza y la fricción aplicada sobre las muestras, al tocar periódicamente sus superficies con la punta mientras se hace el barrido con el cantiléver oscilando casi sin aplicar fuerzas verticales y haciendo el movimiento lateral sólo cuando la punta no está en contacto. Por esto mismo, idealmente se debe tocar la muestra sólo al final del descenso. Las interacciones entre la punta y la muestra cambian la amplitud y la frecuencia de resonancia del cantiléver, no obstante usar la amplitud como retroalimentación es más utilizado ya que es más sencillo porque genera un ciclo en lugar de los tres que genera la frecuencia. Es así como esta técnica también se le denomina microscopía de fuerza atómica de modulación de la amplitud. Adicionalmente, a causa de la fuerza aplicada a la superficie, la amplitud, la fase y la frecuencia de la oscilación se ven afectadas, habiendo por ello necesidad de corrección con un control de retroalimentación mediante un tubo piezoelectrónico (Dufrêne et al., 2017; Piontek & Roos, 2018).

3. HIPÓTESIS

El tiempo de retrogradación más largo de los propuestos (62 min) a la mayor temperatura (240 °C), generará precipitados η con el mayor diámetro y a mayor distancia unos de otros, sin reducir significativamente la dureza, Así mismo, la temperatura más baja de retrogradación (180 °C) presentará una ventana de retrogradación más amplia.

4. OBJETIVOS

4.1 Objetivo General

Analizar la secuencia de precipitación del tratamiento de retrogradación y reenvejecimiento mediante el uso de la microscopía de fuerza atómica, para cuantificar la secuencia de precipitación del tratamiento de retrogradación y reenvejecimiento aplicado a la aleación AA7075, correlacionando la dureza con las características morfológicas de los nanoprecipitados.

4.2 Objetivos Específicos

- Cuantificar los precipitados en su cantidad, tamaño, y distribución, por medio de análisis de imágenes.
- Caracterizar la evolución de los nanoprecipitados conforme varía el tiempo y la temperatura de los tratamientos de RRA, mediante criterios morfológicos y rango de tamaño.
- Establecer una relación entre las propiedades mecánicas resultantes y las características de tamaño, forma y distribución de los nanoprecipitados.

5. METODOLOGÍA

5.1 Materiales y Reactivos

- | | |
|---|--|
| <ul style="list-style-type: none">• 90 ml de agua destilada• 5 ml de HNO₃,• 3 ml de HCl• 2 ml de HF | <ul style="list-style-type: none">• 15 Probetas de la aleación AA7075• Mufla MTI Corporation KSL-1700X-KA• Mufla FELISA FE-340 |
|---|--|

5.2 Métodos

5.2.1 Realización del Tratamiento Térmico RRA

Se cortaron 33 muestras de una placa de 1 cm de espesor de la aleación AA7075, en prismas cuadrangulares de 2 cm de largo, generando triplicados, con el fin de generar información estadística cuantificable, para cada una de las condiciones mostradas en el Cuadro 1 y dejando tres piezas sin tratar para fungir como blancos/condición T6. Para el tratamiento de solubilizado se utilizó una mufla FELISA FE-340 con un controlador de temperatura WATLOW 93, acoplada con un termopar tipo J, conectado adentro de una de las piezas de la aleación. Posteriormente, el envejecido y el RRA se hizo en una mufla MTI Corporation KSL-1700X-KA, la cual es capaz de llevar a cabo rampas de temperatura. De hecho, la figura 5 muestra lo realizado en la metodología de manera visual.

Es así que se inició el proceso completo de tratamiento térmico, que se esquematiza en la figura 4, con el solubilizado a 480 °C durante 65 min, con el tiempo ajustado por el espesor de las piezas de acuerdo a SAE International, para después templarlas en agua con hielos a 3 °C, con un retardo de temple menor a 15 s y resguardando tres probetas en esta condición, solubilizado/T4. Inmediatamente, se llevó a cabo el envejecimiento en dos pasos, iniciando la primera etapa a 95 °C durante 4 horas y finalizando con la segunda etapa a 157 °C, durante 8 horas; realizándose todos los calentamientos y enfriamientos con una tasa de 7.5 °C/min. Posteriormente se hizo la retrogradación en 9 condiciones diferentes, que se muestran en el cuadro 1, templando enseguida las piezas en agua a 25 °C, condición bajo la que se trajeron probetas para analizar (condición de retrogradación). Cabe mencionar que se seleccionó un diseño experimental 3², para estudiar el tiempo y la temperatura de RRA en tres

niveles, de tal manera que se seleccionó la primera temperatura 20 °C arriba de la temperatura para la aparición de zonas GPII (160 °C), una temperatura intermedia y una temperatura cercana en la que precipita la fase η' , con base a Luiggi y Valera. Los tiempos fueron elegidos para poder caracterizar las tres regiones que existen en el RRA con base a lo descrito por Umamaheshwer-Rao et al. Inmediatamente se repitió el envejecimiento con las mismas condiciones ya mencionadas, extrayendo muestras en el primer paso de la rampa de reenvejecimiento (Feng et al., 2014; Luiggi & Valera, 2017; Rader et al., 2018; Totten et al., 2019; SAE International, 2020; Umamaheshwer-Rao et al., 2016).

Cuadro 1: Designación de probetas a distintas condiciones de retrogradación

Designación	Temperatura de Retrogradación	Tiempo de Retrogradación
T1t1	180 °C	2 min
T1t2	180 °C	32 min
T1t3	180 °C	62 min
T2t1	210 °C	2 min
T2t2	210 °C	32 min
T2t3	210 °C	62 min
T3t1	240 °C	2 min
T3t2	240 °C	32 min
T3t3	240 °C	62 min

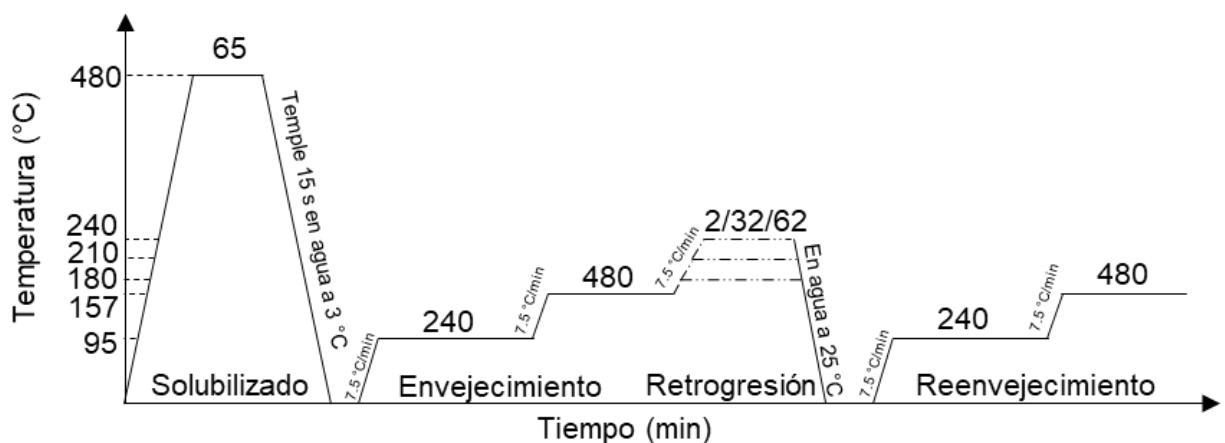


Figura 4: Rampa de tiempo y temperatura del tratamiento térmico realizado

5.2.2 Preparación de las Probetas de la AA7075

Una vez realizado el tratamiento, se cortaron a la mitad las piezas de la AA7075 para evaluar internamente el tratamiento térmico con el equipo Buehler IsoMet 1000 mediante disco de diamante, a 300 rpm y con una carga de 15 N. Se prepararon probetas de resina de uso general de poliéster ortoftálica MC40, combinando 100 ml de precursor junto con 35 gotas de butanol a la resina, fungiendo como catalizador, permitiendo un secado rápido y la homogenización de la disolución. Se colocaron las muestras con la cara cortada boca abajo, para proceder a vaciar la resina, para que se pudiera analizar la cara interna. Adicionalmente se roció desmoldador Baysilycon en los moldes para que fuera más fácil removerlos. Por último, se dejó reposar un día para después extraer las piezas de los moldes.

Enseguida se desbastó con lijas Buehler de grano 240 hasta grano 1200 y en cada cambio de lija se rotaron las piezas 90°. Posteriormente se pulió a espejo, con la pulidora Struers LaboPol-5, a 180 rpm, mediante la pasta de diamante monocristalina MetaDi de 1 μm , aceite AutoMet Oil y un paño de lana con hebra corta. Este proceso se hizo aplicando una ligera presión y con movimientos oscilatorios en sentido contrario de la rotación del paño. Para el pulido fino se utilizó otro paño de lana con alúmina de 0.05 μm gamma LECO. Finalmente, se les hizo limpieza ultrasónica a las probetas.

Una vez logrado el pulido a espejo se hizo el ataque químico. Es importante mencionar que el reactivo de Keller's se preparó con 90 mL de agua destilada, 5 mL de ácido nítrico, 3 mL de ácido clorhídrico y 2 mL de ácido fluorhídrico y el ataque químico se hizo por inmersión durante 10 s.

5.2.3 Caracterización de las Probetas de la AA7075

Sucesivamente, se hizo la cuantificación con microscopía de fuerza atómica con el microscopio Easyscan 2 AFM de Nanosurf con el modo tapping (TM-AFM), que tiene una resolución dinámica de frecuencia menor a 0.1 Hz y un rango de frecuencias de 15 kHz a 300 kHz, con el parámetro contraste de fase (PC-AFM), verificando la alineación láser, la aproximación manual y automática de la sonda y la optimización de los parámetros de retroalimentación. Las mediciones se

hicieron con la cabeza de $70 \times 70 \mu\text{m}$, con una tolerancia del $\pm 15\%$, que tiene un rango máximo Z de $14 \mu\text{m}$, una resolución de barrido XY de 1.1 nm , una resolución de barrido Z de 0.21 nm , una amplitud de 200 eV , una tasa de 0.3 s/línea y 512 puntos por línea, obteniendo imágenes de alta resolución en cinco zonas de cada pieza al utilizar el cantiléver Tap 190 Al-G y eligiendo para todas las probetas, tomar una imagen para cada esquina y una para el centro de la probeta. En efecto, se comenzó primero con un barrido de $10 \times 10 \mu\text{m}$, buscando zonas adecuadas para la cuantificación, libres de defectos por el pulido, pasando a analizar esas zonas con un barrido de $2 \times 2 \mu\text{m}$, logrando tener mayor resolución para los precipitados endurecedores.

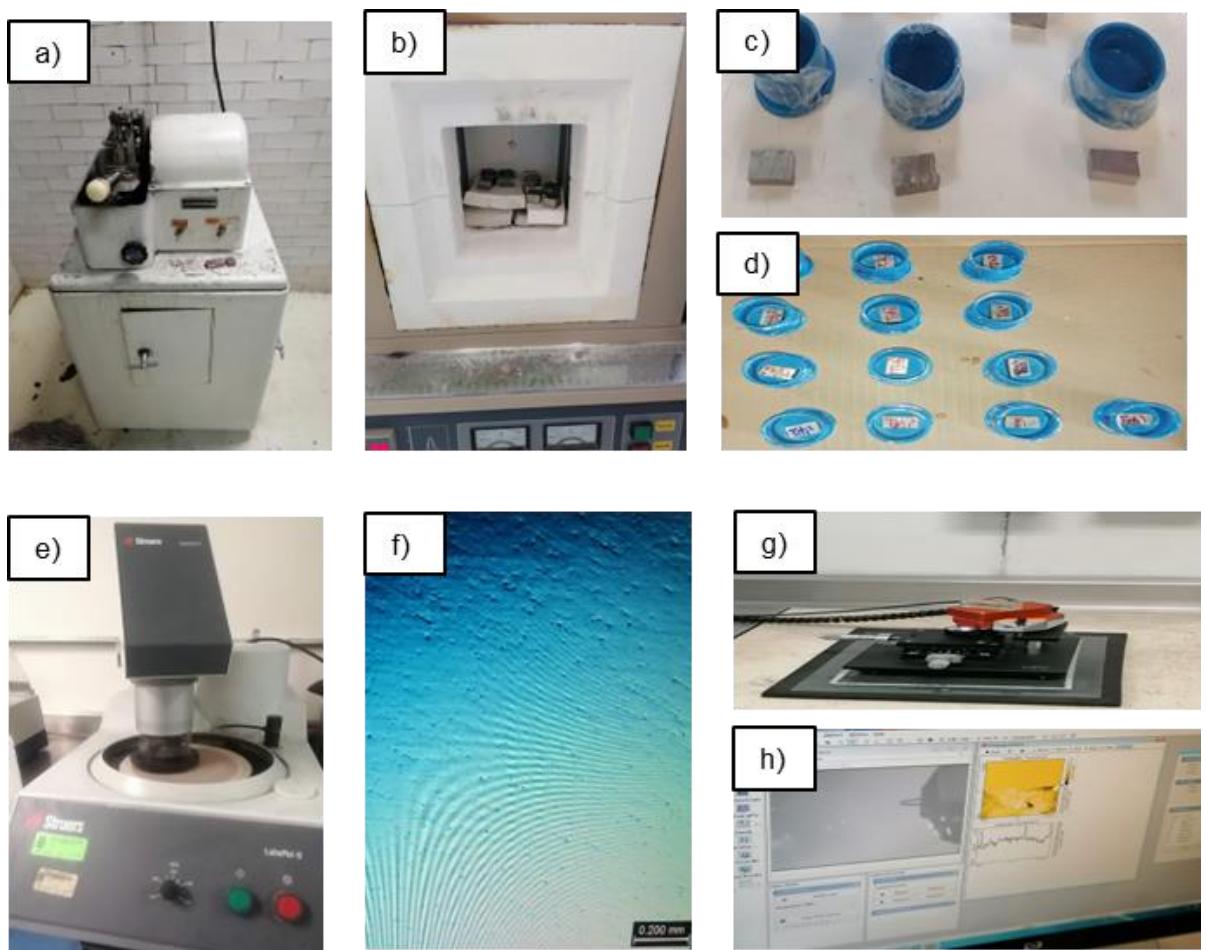


Figura 5: Descripción gráfica de la metodología: a) Corte b) Tratamiento RRA c) y d) Preparación de probetas cortadas a la mitad e) Desbaste y pulido f) Verificación de pulido con microscopía óptica g) y h) Microscopía AFM .

5.2.4 Análisis de las Micrografías

Haciendo uso del software Scanning Probe Imaging Processor (SPIP 6.02) de Image Metrology (Hørsholm, Dinamarca), especializado en la caracterización de nanoprecipitados, se llevó a cabo el análisis de las micrografías. Para empezar, se ajustó la escala de pixeles a micras, se aplicaron filtros correctores y calibradores como: global leveling y linewise offset. Finalmente, se aplicaron los modos Particle and Pore Analysis para la cuantificar el tamaño, factor forma, distancia entre vecinos y distribución de los nanoprecipitados, usando como diámetro equivalente mínimo 4 nm y como máximo 200 nm.

Se compararon los parámetros de las piezas para observar los cambios causados por temperatura y el tiempo de permanencia en el crecimiento de los nanoprecipitados. Así mismo, se analizó la distribución de los nanoprecipitados para conocer la distancia más cercana entre estos y para así poder saber cómo se encuentran distribuidos en la matriz mediante el parámetro distancia entre vecinos (López-Hernández, 2018).

Las características morfológicas que se tomaron en cuenta para el análisis de la secuencia de precipitación fueron la razón de aspecto, la redondez, el diámetro y la distancia entre vecinos, ya mencionado. En efecto, los precipitados redondos en forma de platos se pueden describir con la razón de aspecto, la cual es la relación entre el diámetro y el espesor, ayudando a distinguir la morfología e incluso con ella, inferir las propiedades mecánicas, en conjunto con el parámetro de redondez. Adicionalmente, con el parámetro de factor de forma se asume una distribución aleatoria de las partículas observadas y si se aproximan las partículas a formas regulares como esferas, platos, elipsoides o láminas, se pueden obtener expresiones analíticas. Por último, se usó el parámetro de distancia entre vecinos, el cual comúnmente se toma de la mediana de la distancia más corta entre una partícula y la partícula más cercana a esta. Este último parámetro fue de utilidad para poder cuantificar el crecimiento de la separación entre los precipitados endurecedores. (Bauer et al., 2021; Lamprecht et al., 2017; Schleifer et al, 2022; Schmool & Kachkachi, 2016).

5.2.5 Pruebas Mecánicas sobre las Probetas Tratadas

A continuación, mediante la prueba de dureza Brinell, se evaluaron las superficies analizadas para encontrar una correlación entre la microestructura, las características morfológicas de los precipitados y la dureza. Se realizaron las mediciones con el durómetro Duramin 3000 STRUERS con identador de 10 mm de SiC, 500 kgf y midiendo tres veces cada pieza (ASTM International, 2019).

5.2.6 Análisis estadístico del conjunto de los datos.

Por último, los datos obtenidos de las imágenes en contraste de fase arrojaron datos relevantes y coherentes al analizarlos mediante el software SPIP, por lo que se procesaron posteriormente con el software OriginPro 2024 SR1 10.1.0.178, mediante análisis de componentes principales y el análisis de matriz de correlación de Pearson, buscando correlaciones entre las características morfológicas de los precipitados con la dureza. Posteriormente utilizando el software Minitab 22.4, se llevó a cabo el análisis de varianza entre la dureza, el tiempo y la temperatura, y el análisis de la distancia entre vecinos entre el tiempo y la temperatura, para después evaluar las medias de cada estudio mediante el método Tukey. Por último corriendo el análisis multivariante de la varianza se evaluó en simultáneo el efecto de tiempo y de la temperatura en la dureza y en la distancia entre vecinos en conjunto con otras variables morfológicas y el efecto de la proporción de η' con la dureza conforme a las condiciones de tratamiento térmico.

6. RESULTADOS

6.1 Caracterización morfológica de los precipitados identificados

Mediante la microscopía de fuerza atómica en el modo de tapping y con el parámetro contraste de fase fue posible la identificación y cuantificación de distintos precipitados que están descritos en la literatura para la aleación, por sus características morfológicas. En efecto, a lo largo de las distintas condiciones de temperatura y tiempo se distinguen cuatro precipitados que pueden ser descritos con el cuadro 2. Así mismo, en caso de profundizar el cálculo del intervalo de confianza, este se incluye en la figura 26.

Sin embargo antes de continuar es importante aclarar que la asignación de cada tipo de precipitado en este trabajo (GPII, η' , η y dispersoides), se sustenta en criterios morfológicos y rangos de tamaño reportados en la literatura para AA7075. Dado que la microscopía AFM no provee información cristalográfica ni composicional, esta identificación es una inferencia operativa. La confirmación definitiva requiere técnicas complementarias que brinden información composicional como EDX, TEM, SEM, APT, etc. Así mismo, la presencia del Cu aún a bajas concentraciones causa alteraciones en la secuencia de precipitación, caso presente con la aleación AA7075 (Faregh et al., 2025).

Cuadro 2: Valor promedio de las características morfológicas de los precipitados de la aleación AA7075 bajo las distintas condiciones de tiempo y temperatura (a IC95% sobre cantidad promedio de precipitados).

Precipitado	Diámetro (nm)	Razón de Aspecto (nm/nm)	Redondez	Factor de forma
Zonas GPII	9.91 ± 0.03	1.5464 ± 0.0130	0.6323 ± 0.0036	0.8851 ± 0.0022
η'	22.41 ± 0.03	1.8455 ± 0.0197	0.5868 ± 0.0045	0.8505 ± 0.0034
η	48.14 ± 0.13	2.0697 ± 0.0232	0.4806 ± 0.0055	0.7095 ± 0.0061
Dispersoides	117.19 ± 2.33	2.3873 ± 0.1054	0.3402 ± 0.0185	0.4436 ± 0.0233

Cabe destacar que tal como lo muestra el cuadro 2, se encontraron cuatro precipitados que mantienen sus características morfológicas bajo las distintas condiciones de temperatura y tiempo. En efecto, el principal criterio para la identificación de cada fase fue el diámetro y la forma. Se tomaron los

precipitados menores a 16 nm como zonas GPII, las cuales presentaron un diámetro promedio de 9.91 nm. La forma detectada de las zonas GPII es esférica tal como platos con una redondez de 0.6323, un factor de forma de 0.8851 y una razón de aspecto de 1.5464. Se clasificó como precipitados η' los que tenían diámetros entre 16 a 30 nm, y se pudieron distinguir de las zonas GPII ya que se presentaron como platos más elongados, teniendo un diámetro promedio de 22.41 nm, una redondez de 0.5868, un factor de forma de 0.8505 y una razón de aspecto de 1.8455. Los precipitados de entre 30 a 85 nanómetros presentaron una clara disminución en su redondez (0.4806) y en su factor de forma (0.7095), teniendo por ende un aumento en su razón de aspecto (2.0697), por lo que se observaron como láminas elongadas con un diámetro promedio de 48.14 nm, coincidiendo con la descripción dada en la literatura a los precipitados η . Por último, los precipitados mayores a 85 nm presentaron un diámetro promedio de 117.19 nm, tamaño en el que se han observado los dispersoides y teniendo una forma laminar similar a agujas que se pudieron caracterizar con su redondez promedio de 0.3402, su factor de forma de 0.4436 y una razón de aspecto de 2.3873. Cabe destacar que los rangos de diámetro de cada precipitado se eligieron después de una extensa revisión bibliográfica. En conclusión, con base a esta primera cuantificación, se logra demostrar que es posible identificar y cuantificar cuatro precipitados diferentes (Ding et al., 2020; García-García et al., 2014; Hatch, 1984; Jacumasso et al., 2016; Ku et al., 2018; Kuhr et al., 2003; Liu et al., 2024; López-Hernández et al., 2012; Park & Ardell, 1983; Shaeri et al., 2014; Zhao et al., 2004).

6.2 Descripción de la secuencia de precipitación mediante el ensayo de dureza Brinell

Se prepararon probetas para evaluar la secuencia de precipitación, de la condición T2t2, con respecto a la dureza que presentaron, tal como se puede observar en la figura 6. Es evidente que el tratamiento realizado al combinar la retrogradación con el envejecimiento en dos pasos causó una disminución alrededor del 50% de la dureza de las probetas, contrario a la estimación de sólo entre el 5-10%. A grandes rasgos inicia la secuencia de degradación partiendo de las probetas del blanco que presentaron valores de dureza correspondientes a una pieza de AA7075 bajo un T6 (159.53 HB). A

continuación se midió la dureza de las piezas solubilizadas y sólo templadas, presentando una disminución de dureza del 14.64%, lo que correspondería a un T4, en otras palabras, a un envejecimiento natural. Posteriormente se midió la dureza después de la retrogradación por 32 min a 210 °C, presentando una clara degradación del 46.26% de dureza en su estructura. Continuando las secuencias se produce un impacto interesante, el cuál muestra inicialmente un decremento en la dureza para posteriormente lograr un aumento del 0.36%. Es notable que haber realizado el RRA con sus dos envejecimientos en rampa, en las cuales la segunda temperatura fue de 157 °C, causó un efecto parecido al que se genera al sobrevejecer a altas temperaturas (85.42 HB), como las reportadas por Fan et al., al envejecer la aleación AA7075 a 225 °C durante al menos 100 minutos y al menos 60 min de solubilizado (90 HV ≈78.33 HB), el reportado por Tahmasbi et al., al envejecer la aleación a 280 °C y posteriormente a 120 °C (65.90 HV ≈58.25 HB) y un valor similar al obtenido por Ghosh et al., al aplicar una retrogradación a la AA8090 a 280 °C más de 5 min (102 HV ≈88.33 HB). (ASTM International., 2019; Fan et al., 2021; Gosh et al., 2004 ; Liu et al., 2024; Rader et al., 2018; Tahmasbi et al., 2023; Tai, et al. 2022; Totten et al. 2019).

En conclusión, las durezas de cada una de las probetas indican, como lo muestra la figura 7, que la acción conjunta del envejecido en rampas junto con la retrogradación causó una caída mayor de la dureza del material, llegando a la ventana en la cual la caída de la dureza es irrecuperable, habiendo que forzosamente solubilizar nuevamente el material. Haciendo referencia a la hipótesis, en esta sección se refuta el hecho de que no iba a haber afectación en las propiedades mecánicas, siendo significativa la afectación y la degradación de la dureza (Rader et al., 2018).

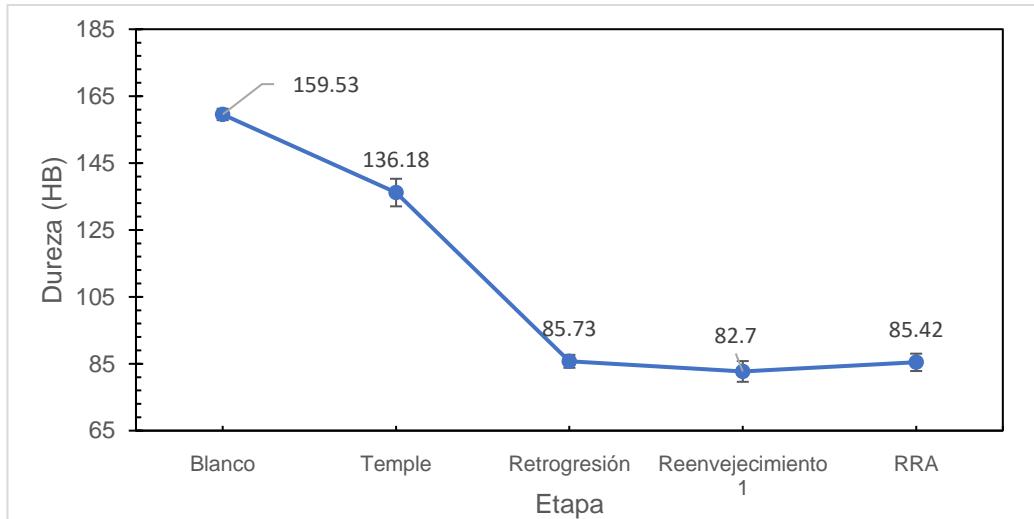


Figura 6: Secuencia de la dureza de retrogradación a 210 °C por 32 min, T2t2 (a IC95% sobre cantidad de probetas por condición)

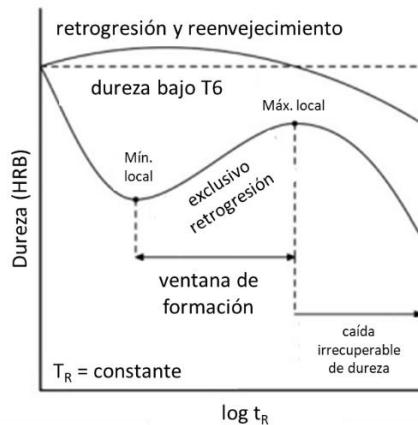


Figura 7: Cambios de la dureza bajo la misma temperatura conforme avanza el tiempo de retrogradación (Rader et al., 2018).

6.3 Relación de la dureza con las condiciones de tiempo y de temperatura de la retrogradación

Enseguida se evaluó la dureza Brinell que presentaba cada una de las probetas que fue tratada térmicamente bajo distintos parámetros de tiempo y temperatura de retrogradación como se muestra en la figura 8. Iniciando a los 2 minutos de retrogradación se generó una disminución promedio de 43.23% sin presentar distinción significativa por la temperatura de retrogradación. Hablando de las curvas a 180 °C y 210 °C, nuevamente presentaron el comportamiento visto en la figura 6, en la que hay una caída en la dureza a los 32 minutos, para después tener un incremento final pese a la degradación general. Por el contrario, el utilizar la temperatura de 240 °C causa una degradación significativa que tiene un comportamiento descendente, conforme pasa el tiempo cae la temperatura,

llegando a una disminución total de hasta del 57.75%. Esta tendencia observada es similar a la obtenida por Tahmasbi et al., los cuales envejecieron una probeta a 280 °C durante 8 h, cayendo la dureza a 62.6 HV (\approx 55.50 HB) y posteriormente se reenvejeció el material a 120 °C durante 24 h aumentando la dureza a 65.9 HV (\approx 58.25 HB). Es así como Tahmasbi et al. obtuvieron una recuperación posterior a la degradación del 5.27% mientras que en el presente estudio el RRA a 180 °C tuvo un incremento del 0.57% y a 210 °C un decremento del 3.26%, lo cual se podría atribuir a que el primer tiempo seleccionado en el estudio, de 2 min, se encuentra en la región II momento en que se nuclean nuevos precipitados η' y los η' existentes pasan al equilibrio, mientras que las otras temperaturas se encuentran en la ventana III por lo que presentaron un aumento de diámetro pero una mayor afectación en la dureza. A grandes rasgos lo ocurrido fue que se llevó a cabo el RRA a temperaturas altas por tiempos demasiados prolongados, es más, Liu et al. reportan que diversos estudios ubican la temperatura solvus de las zonas GP alrededor de 177 °C a 204 °C, con lo cual se infiere que se disolvieron las zonas GII, causando así la caída de la dureza. En efecto con base a la hipótesis, la retrogradación a 180 °C presenta una ventana más amplia a comparación del resto de temperaturas utilizadas (ASTM International., 2019; Liu et al., 2024; Rader et al., 2018; Tahmasbi et al., 2023; Totten et al. 2019; Umamaheshwer-Rao et al., 2016).

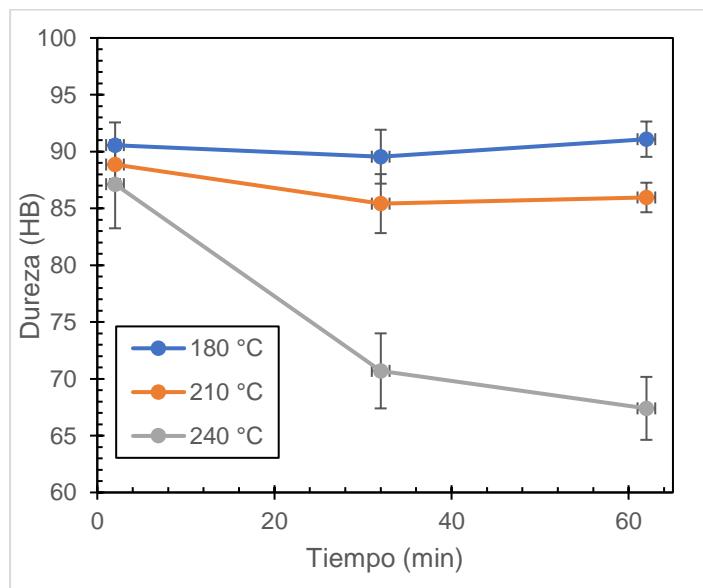


Figura 8: Comportamiento de la dureza a diferentes temperaturas de RRA (a IC95% sobre cantidad de probetas por condición)

Con lo mencionado al final del párrafo anterior y con base a la figura 7 es posible notar que existe una caída local mínima menos pronunciada que en los datos de T6 de Tahmasbi et al. De hecho, para el caso de la temperatura 1 (180 °C) y la temperatura 2 (210 °C) el comportamiento es similar al mostrado por la ventana de formación, mientras que para la temperatura 3 (240 °C), se muestra un comportamiento característico de la ventana de caída de dureza irrecuperable (Rader et al., 2018).

6.4 Correlación de la dureza con la microestructura evaluada por cada condición

Cuadro 3: Dureza y características morfológicas de cada condición (a IC95%)

Condición	Dureza (HB)	Distancia entre vecinos (nm)	Diámetro (nm) y proporción promedio de η'	Diámetro (nm) y proporción promedio de η
Blanco	159.53 \pm 1.70	93.75 \pm 2.86	22.79 \pm 0.49	23.80% 49.64 \pm 1.71 30.57%
Solubilizado /temple	136.18 \pm 4.12	77.83 \pm 0.83	22.69 \pm 0.36	31.39% 46.56 \pm 1.24 29.31%
T1t1	90.57 \pm 2.00	86.84 \pm 0.59	22.35 \pm .30	27.36% 48.20 \pm 0.93 35.32%
T2t1	88.86 \pm 1.28	93.97 \pm 1.51	22.24 \pm 0.33	28.26% 47.48 \pm 1.08 32.49%
T3t1	87.13 \pm 3.88	103.87 \pm 1.11	22.70 \pm 0.33	30.31% 46.81 \pm 1.16 29.14%
T1t2	89.55 \pm 2.37	87.87 \pm 0.69	22.32 \pm 0.36	25.08% 49.16 \pm 1.06 35.53%
T2t2	85.42 \pm 2.60	84.73 \pm 1.12	22.74 \pm 0.62	27.19% 47.40 \pm 1.99 35.26%

Retrogradación	85.73 ± 1.93	104.86 ± 0.00	21.70 ± 1.47	25.00%	49.86 ± 7.18	31.94%
Reenvejecido 1	84.43 ± 3.10	87.69 ± 3.11	22.74 ± 0.76	22.63%	49.39 ± 1.98	38.18%
T3t2	70.7 ± 3.30	112 ± 1.91	22.19 ± 0.37	30.27%	45.37 ± 1.15	27.08%
T1t3	91.09 ± 1.56	115.32 ± 2.01	22.25 ± 0.33	27.97%	47.35 ± 1.03	33.07%
T2t3	85.96 ± 1.30	97.3 ± 2.17	22.24 ± 0.36	26.34%	48.25 ± 1.17	29.81%
T3t3	67.04 ± 2.77	102.59 ± 1.33	22.45 ± 0.42	24.57%	50.32 ± 1.41	35.47%

Con el fin de entender la relación de la dureza con cada condición morfológica y su dureza, se presenta el cuadro 3. A grandes rasgos muestra que conforme aumenta la distancia entre vecinos disminuye la dureza, como es el caso de si comparamos la condición de blanco, 159.73 HB y con una distancia entre vecinos de 93.75 nm contra la condición con la menor dureza T3t3, con una dureza de 67.04 HB y una distancia entre vecinos de 102.59 nm, sin embargo no es constante la relación o más bien a la varianza de los datos de la técnica de medición. Así mismo, parece haber una ligera relación inversa entre la proporción de precipitados η y la disminución de la dureza, si nuevamente se toman los valores extremos, comparando el blanco 159.73 HB con un 30.57% de precipitados η , en contraste con T3t3 con una dureza de 67.04 HB y una proporción de η del 35.47%. adicionalmente, la ventana más amplia de tiempo de retrogradación es a 180 °C, ya que incluso hay un aumento de la dureza

promedio de dos minutos de tratamiento que a los 62 minutos, cosa que no ocurre con las demás temperaturas, en las que se reduce la dureza conforme pasa el tiempo. Por último, es evidente que los valores intermedios son los que producen mayor varianza e incertidumbre al modelo, por lo que con el fin de comprender mejor las interacciones de las características morfológicas con la dureza se presenta a continuación el análisis de varianza, que se incluye a mayor detalle en los anexos en las figuras de la 42 a la 48.

6.5 Análisis estadístico de la hipótesis

En efecto, el estudio estadístico realizado en primer lugar fue el análisis de la varianza (ANOVA) por separado de la dureza y seguido después de la distancia entre vecinos de cada condición de retroresión, figuras 42 y 43, para después someter a análisis de comparación de media Tukey los dos ANOVAs, figuras 44 y 45. En el caso de la dureza, tiene un p valor de 0.137 contra el tiempo por lo tiene mayor relevancia que la temperatura con un p valor de 0.367, aunque ningún coeficiente individual termina siendo significativo estadísticamente. En el caso de la distancia entre vecinos, también la temperatura tiene mayor significancia al tener un p valor de 0.349 que el tiempo, que tiene un p valor de 0.469. Adicionalmente, con el análisis de medias Tukey de la dureza contra el tiempo y la temperatura, todas las medias comparten el mismo grupo tanto para el tiempo como la temperatura, sin haber diferencias estadísticamente significativas, habiendo medias con valores más bajos tanto a 62 minutos como a 240 °C, sin embargo no logran una diferencia significativa a un nivel de confianza del 95%. Por parte del análisis Tukey de la distancia entre vecinos contra el tiempo y la temperatura, de igual manera todas las medias pertenecen al mismo grupo por lo que no son estadísticamente significativas, habiendo medias más altas tanto a 62 minutos como a 240 °C. En seguida se sometieron los datos a análisis multivariante de la varianza (MANOVA), figuras 46 a 48. Se evaluó la dureza contra la proporción de precipitados η' a cada condición, en la cual la proporción de precipitados no varía significativamente por lo que la desviación estándar es de tan sólo 0.037, por lo que no es útil como respuesta. En cambio, el MANOVA de la dureza contra la distancia entre vecinos a cada condición de retroresión arrojó valores mayores a 0.05 por separado, pero al combinar la distancia entre vecinos con la dureza el tiempo

tuvo una mayor significancia, con un *p* valor de 0.045, por lo que el tiempo tiene un mayor efecto tanto para la dureza como para la distancia entre vecinos, cosa contraria a lo que arroja el ANOVA individual que le da mayor peso a la temperatura. Por último se hizo un MANOVA, figura 48 que englobó además como covariables la rugosidad de las probetas, la redondez, el diámetro, el factor de forma y la razón de aspecto de tanto la fase η' como la fase η . El resultado comprueba nuevamente que la dureza es la única variable que se ve afectada estadísticamente de manera significativa, siendo también el comportamiento del diámetro de η significativo en el modelo al haber presentado un *p* valor de 0.007, teniendo este mismo un efecto sobre la distancia entre vecinos, *p* valor de 0.001.

Por último, haciendo mención a la hipótesis, el análisis de MANOVA con covariables demostró que existe una relación con significancia estadística con el tamaño de diámetro de la fase η ($p=0.007$) con la dureza y la distancia entre vecinos, relación que se explorará más a fondo en las siguientes secciones.

6.6 Metalografía AFM de la degradación de los precipitados endurecedores

Para entender la relación de la dureza con las imágenes generadas a través de la microscopía de fuerza atómica a continuación se contrastan micrografías del blanco con la condición de que causó la mayor caída de la dureza, la condición T3t3.

En las presentes imágenes se detectaron límites de grano sobre los cuales hay un mayor acumulamiento de precipitados, como se observa en la figura 9. Por otro lado, se puede visualizar que la imagen de la izquierda bajo T6 (condición de blanco) contiene más precipitados que la condición T3t3. Así mismo el tamaño presentado de los precipitados η' y el de los dispersoides es mayor en la condición T6 que en la condición T3t3, al contrario que los precipitados η , los cuales son de menor tamaño en la condición T6, de manera menos notoria. Adicionalmente los dispersoides en la condición T6 son más asimétricos y elongados. Por último, es evidente que la distancia entre vecinos es mayor en la condición T3t3, observando una menor cantidad de precipitados en las micrografías. En conclusión, como lo muestra la literatura, el efecto generado por la degradación del RRA es un aumento de tamaño de la fase η , una

disminución en el tamaño de los dispersoides y su adelgazamiento, y el aumento en la distancia entre vecinos. Adicionalmente, esta sección se conecta con la hipótesis debido a que es posible observar una mayor separación entre todos los precipitados (García-García et al., 2014; Umamaheshwer-Rao et al., 2016).

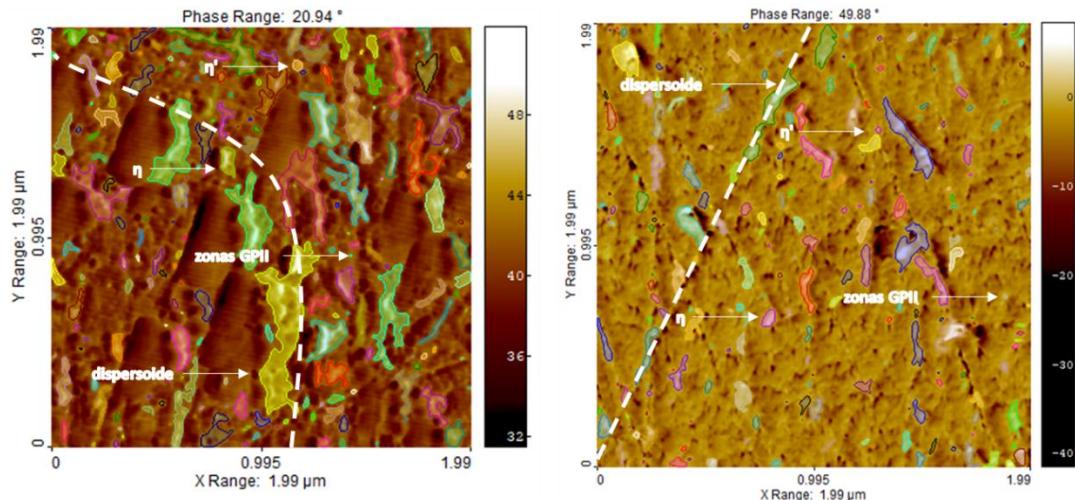


Figura 9: Comparación de la micrografía de la condición blanco (izquierda, $n=7$, contraste máximo de fase 20.94°) con la condición T3t3 (derecha, $n=12$, contraste máximo de fase de 49.88°) (en modo tapping en contraste de fase, con la cabeza de $70 \mu\text{m}^2 \pm 15\%$, tasa de 0.3 s/línea y 512×512 pixeles, escaneo de $2 \times 2 \mu\text{m}$ y con los filtros global leveling y linewise offset)

6.7 Evolución microestructural del AA7075 bajo diferentes condiciones de tiempo y temperatura

Se puede observar en la figura 10 la distribución de los precipitados en cada una de las distintas condiciones de tratamiento térmico, presentándose de esta manera para resumir los histogramas; el histograma de cada condición se incluye en los anexos de la figura 29 a la figura 41. La condición de T6 o denominada como blanco precisamente es la que mayor porcentaje de dispersoides presenta y la segunda con el menor porcentaje de precipitados η' . En cuanto a la condición con mayor degradación en su dureza, T3t3, esta presentó el segundo menor porcentaje de zonas GPII identificadas y la tercera condición con mayor porcentaje de precipitados η . En cuanto a los precipitados endurecedores, η' , el blanco cuenta con la segunda proporción más baja lo cual puede deberse a que está en su estado final, llegando al equilibrio como η y a que debido a que se categorizó cada precipitado sólo por diámetro, exista la posibilidad de que algunos precipitados no se categoricen correctamente.

Concerniente a las piezas sacadas después del solubilizado, que correspondería a un envejecimiento natural, fue la etapa en la que mayor proporción de precipitados η' se encontraron, lo cual quiere decir que tiene todavía el potencial de precipitar más η' para aumentar su dureza si se somete a envejecimiento artificial. Respecto al primer paso de la rampa de reenvejecimiento, fue la condición que mayor cantidad de precipitados η presentó. Revisando los resultados de distribución de los precipitados por Jacumasso et al., el resultado obtenido es similar para la condición bajo T6, sin embargo en el caso del presente estudio se detectó mayor proporción de precipitados menores a 20 nm que de precipitados entre 20 a 40 nm, en otras palabras contrario a ellos, se detectó mayor cantidad de zonas GII que de precipitados η' . Conviene mencionar que por la degradación de la microestructura y por el alcance de la técnica de AFM, se requiere mayor profundización de dicho comportamiento, especialmente por el tamaño cercano que comparten las zonas GP con los precipitados η' (Jacumasso et al., 2016; Umamaheshwer-Rao et al., 2016).

Comparando las tendencias que muestra la figura 8 en cada condición de retrogradación con la figura 10, se puede establecer una conexión entre el efecto del tiempo en cada temperatura con la proporción de precipitados η' , dando como resultado la figura 11.

Es evidente que la secuencia de degradación sigue la secuencia inversa de endurecimiento. Como es posible observar en las figuras 10 y 11, en una retrogradación de dos minutos, conforme se trabaja a una temperatura más alta se logra mayor cantidad de precipitados η' inicialmente pero la dureza se reduce ya que el utilizar temperaturas más altas de proceso limita la dureza máxima alcanzable y por ende aumenta la degradación, siendo notorio que conforme pasa el tiempo de retrogradación a las temperaturas de 210 °C y 240 °C se disminuye drásticamente la dureza y la proporción de precipitados η' . En contraste, la temperatura de retrogradación más baja trabajada (180 °C) muestra un aumento en su proporción de precipitados conforme aumentó el tiempo de retrogradación, lo cual coincide con el ligero aumento en su dureza como se muestra en la figura 8, por lo cual había aún zonas GII que no se habían

transformado a η' . En conclusión, así como en el caso de la secuencia de endurecimiento, en la que los principales contribuyentes son los precipitados η' , la degradación por sobreenvejecimiento se gobierna por la proporción presente de precipitados η' que van pasando al equilibrio y dependen de la presencia de zonas GPII residuales. Así mismo esta sección se vincula a la hipótesis ya que de manera indirecta se demostró un aumento en la dureza y en la proporción de η' , siendo señal de una ventana mayor de retrogradación (Rader et al., 2018; Umamaheshwer-Rao et al., 2016).

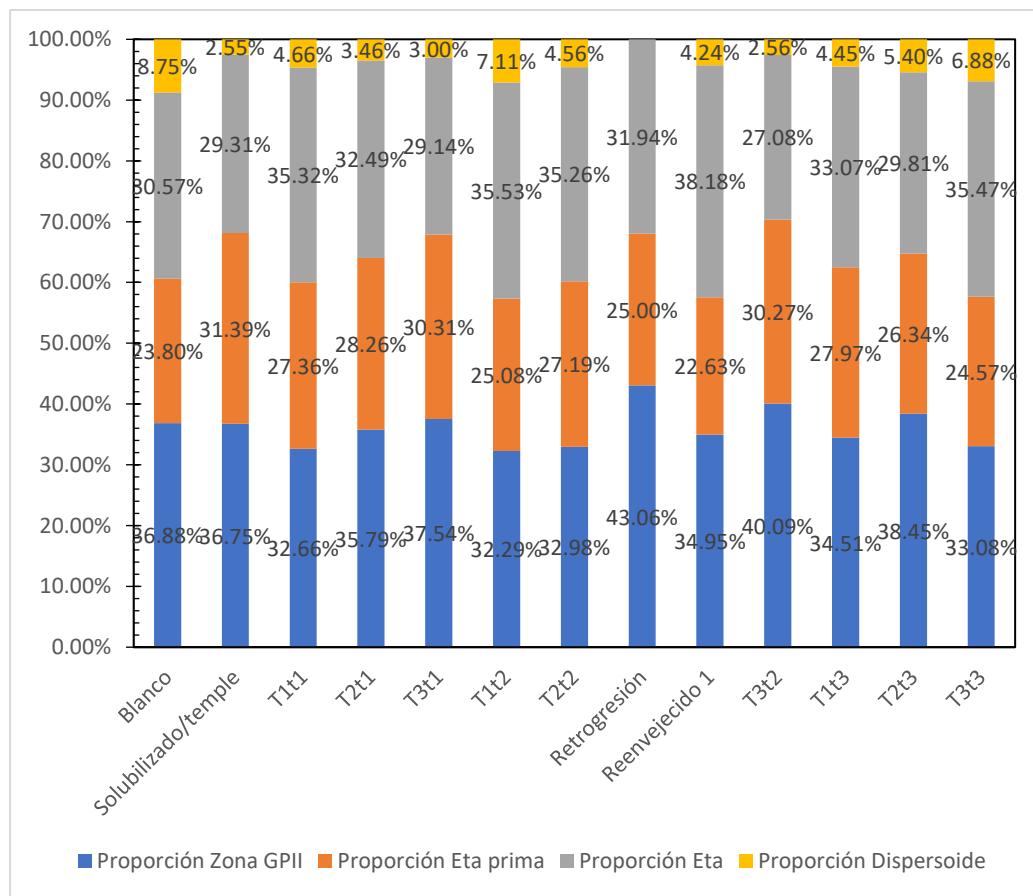


Figura 10: Distribución porcentual de los precipitados bajo distintas condiciones de tiempo y temperatura

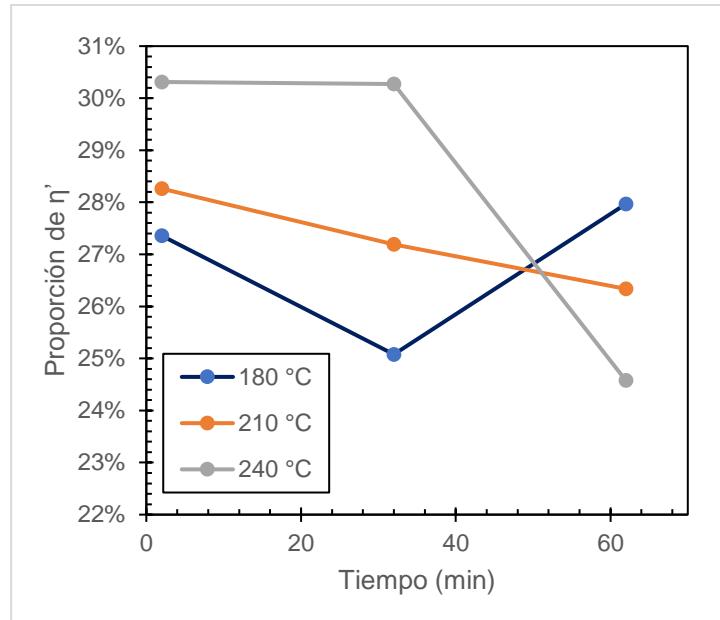


Figura 11: Proporción de los precipitados η' bajo distintas temperaturas de retrogradación

6.8 Comportamiento de la distancia de vecinos bajo cada condición

Cabe destacar que haciendo uso de la figura 12 es posible observar el impacto de las distintas condiciones de tiempo y temperatura en la distancia entre vecinos de los precipitados, el cuál es un parámetro útil para la caracterización del RRA ya que nos permite evaluar cómo se van distanciando los precipitados. Tal como se observa conforme se aumenta el tiempo y la temperatura se incrementa la distancia entre vecinos.

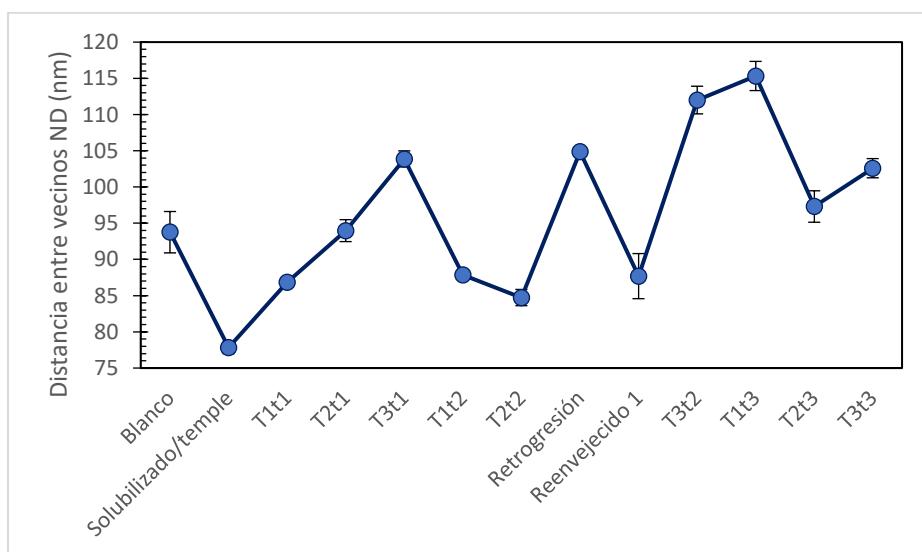


Figura 12: Evolución del parámetro ND a distintas condiciones de tratamiento térmico (a IC95% sobre cantidad de precipitados detectados)

El comportamiento muestra variaciones, las cuáles son atribuibles a la capacidad de detección de PFZ con uso de la técnica AFM y a las variaciones entre las distintas zonas del material. No obstante, mediante la técnica de AFM se confirma que conforme se usan temperaturas más altas de retrogradación y tiempos más prolongados existe una mayor separación entre los precipitados. En efecto, haciendo referencia a la hipótesis, se demuestra un aumento en la separación entre los precipitados evaluados mediante la distancia entre vecinos, conforme se sometieron las piezas a tiempos más prolongados y temperaturas más altas (García-García et al., 2014; Totten et al., 2019).

6.9 Comportamiento de las características morfológicas en cada condición de tratamiento térmico

Con el objetivo de cuantificar a mayor detalle la secuencia de precipitación analizada, se analizó el comportamiento con cada una de las características morfológicas que sean relevantes. Se procesaron las imágenes obtenidas en el modo de contraste de fase y se les sometió al análisis de componentes principales y al análisis de matriz de correlación de Pearson buscando establecer correlaciones entre las características morfológicas y la dureza, véase la sección de anexos, figura 27 y figura 28. En esta sección se analiza a fondo las correlaciones más fuertes y que son relevantes al estudio. Sin embargo, el análisis de componentes principales no muestra una correlación significativa entre las variables, de hecho hasta el cuarto componente principal se logró un acumulado del porcentaje de varianza arriba del 80%. No obstante, el análisis nos permite visualizar las variables que mayor influencia tienen para cada uno de los componentes principales, siendo para el componente principal uno, de manera directa, el porcentaje precipitados η' sobre el total de precipitados (0.308), la redondez (0.299), el factor de forma (0.273) y de manera inversa el porcentaje de zonas GPII sobre el total de precipitados (-0.281). El número total de precipitados tiene la mayor influencia, de manera inversa, en el componente 2 (-0.419), el porcentaje de dispersoides sobre el total de precipitados tiene de manera inversa la mayor influencia en el componente 3 y para el componente 4, la variable con mayor influencia es la dureza de manera inversa (-0.538). Cabe destacar que dichos resultados coinciden con cómo se construyó el último modelo de MANOVA de la sección 6.5, con la dureza y la

distancia entre vecinos como respuesta, como factores el tiempo y la temperatura y como covariables la rugosidad de las probetas, la redondez, el diámetro, el factor de forma y la razón de aspecto de tanto la fase η' como la fase η . En cambio, con base a los resultados de la matriz de correlación de Pearson, la correlación relevante más fuerte entre todas las variables fue la del factor de forma con la redondez (0.928) y en específico la variable que mostró tener mayor linealidad con la dureza fueron la cantidad de precipitado η (0.462) y η' (0.431). Con base al análisis estadístico se comparó el factor de forma con la redondez y se analizó el comportamiento de las zonas GPII, el total de precipitados, el porcentaje de los dispersoides y de η y η' , lo cual se deglosará a continuación, sin embargo, por la baja correlación entre las variables es necesario el obtener más datos para llevar a cabo una cuantificación certera y establecer de manera más clara una relación entre las características morfológicas con la dureza o posiblemente sea necesario optimizar la técnica de medición para reducir la variabilidad de los resultados.

En primera instancia se tiene el comportamiento del diámetro de las zonas GP, siendo evidente que la condición con el diámetro menor es el de las probetas con T6 y a medida que aumenta el tiempo y la temperatura de exposición por la retrogradación, aumenta de manera no homogénea, y teniendo como dato atípico la condición de reenvejecimiento paso 1. Con este comportamiento se puede intuir el crecimiento y engrosamiento de las zonas GPII conforme se sometieron al RRA y se cumple la hipótesis, ya que sí se descarta el dato atípico, la condición con el mayor diámetro fue T3t3 (Umamaheshwer-Rao et al., 2016).

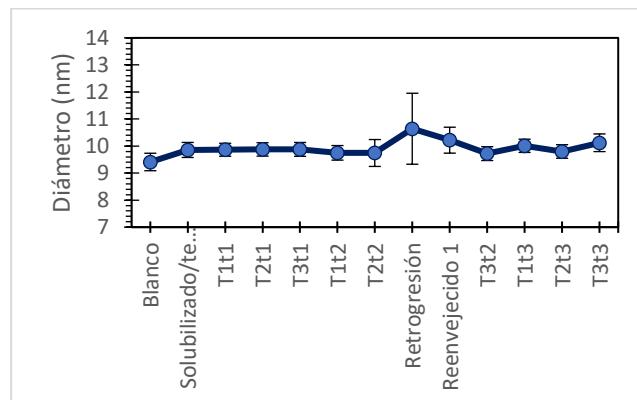


Figura 13: Evolución del diámetro de las zonas GP a distintas condiciones de tratamiento térmico (a IC95% sobre cantidad de precipitados detectados)

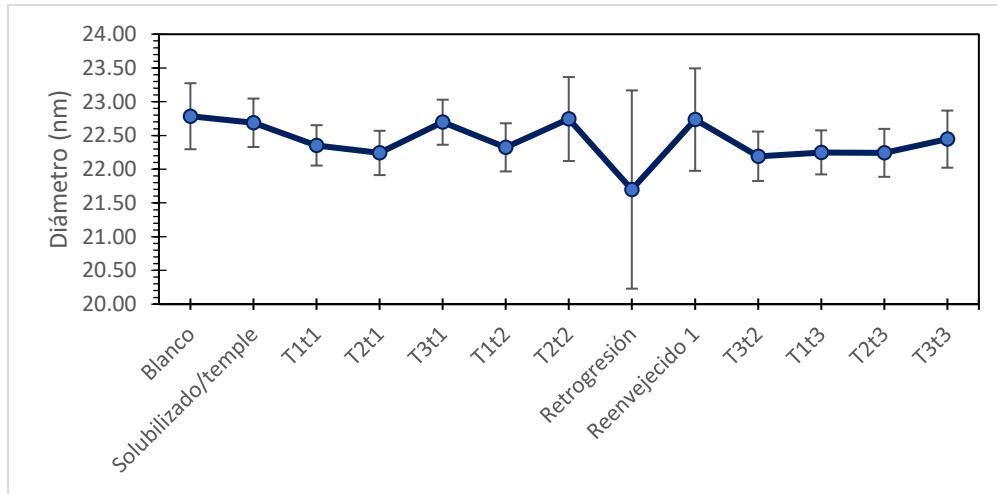


Figura 14: Evolución del diámetro de η' a distintas condiciones de tratamiento térmico (a IC95% sobre cantidad de precipitados detectados)

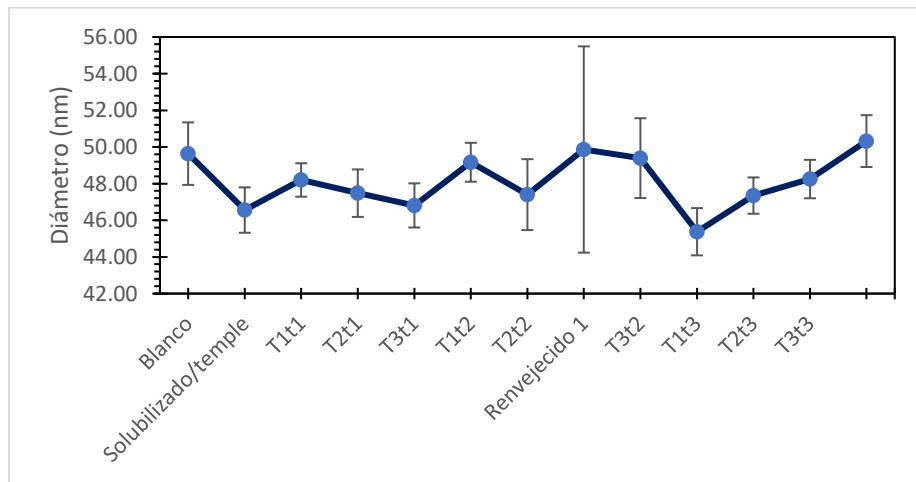


Figura 15: Evolución del diámetro de η a distintas condiciones de tratamiento térmico (a IC95% sobre cantidad de precipitados detectados)

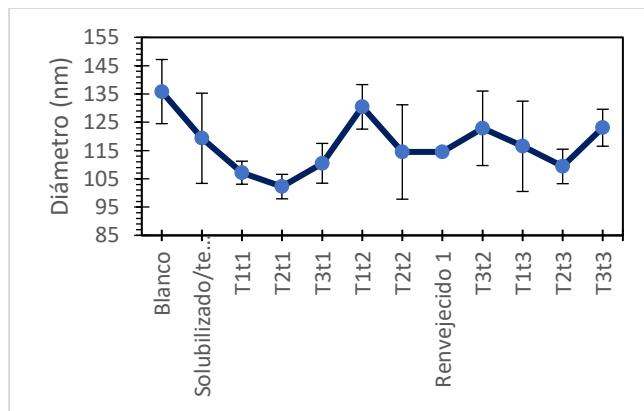


Figura 16: Evolución del diámetro de los dispersoides a distintas condiciones de tratamiento térmico (a IC95% sobre cantidad de precipitados detectados)

Ahora bien, la tendencia que describe la figura 13 es inversa a la de la figura 14, en otras palabras, conforme se aumenta el tiempo y la temperatura, disminuye el diámetro de los precipitados endurecedores η' al igual que los dispersoides, a excepción de las probetas de retrogradación, mientras que las zonas GP aumentan su diámetro con el tiempo y la temperatura. En efecto el comportamiento no se muestra totalmente lineal, no obstante, la condición que presenta el diámetro de η' de mayor tamaño es la de T6. Con lo anterior se confirma la relación de la secuencia de endurecimiento por precipitación, en este caso en su degradación, con el diámetro de los precipitados η' disminuyendo conforme aumentan los tiempos y temperaturas de exposición. En resumen, se observa una degradación por altas temperaturas y tiempos de exposición, reduciendo el diámetro de los precipitados η' y por ende, la dureza, y a su vez una primera caída en el diámetro de η , para después tener un incremento, conforme a la figura 15. En efecto, sin haber un comportamiento contundente, es posible demostrar que la hipótesis se cumple debido a que hay un aumento en el diámetro de los precipitados conforme se aumenta el tiempo y temperatura de exposición, si se compara sobre todo el comportamiento general de la gráfica, sin embargo este comportamiento es complicado de cuantificar al estarse formando precipitados η' y llegando al equilibrio y al contener la aleación estudiada Cu, el cual causa alteraciones en la secuencia de precipitación (Faregh et al., 2025; Totten et al. 2019).

Adicionalmente, la disminución del diámetro generado por el aumento del tiempo y de la temperatura también se aplica a los dispersoides, precipitados mayores a 85 nm, indicando su implicación en la secuencia de endurecimiento, como se visualiza en la figura 16, teniendo nuevamente como dato atípico el de la retrogradación antes del reenvejecimiento, al no detectar precipitados del tamaño tipificado de los dispersoides. Este resultado está en sintonía con el que muestra la figura 10, con el que se puede inferir que los dispersoides, al igual que η' tienen un efecto en la secuencia de endurecimiento por precipitación. En efecto, se ha encontrado que los dispersoides, como $\text{Al}_{18}\text{Mg}_3\text{Cr}_2$, también denominado fase E, se forman previo al envejecimiento y causan la nucleación heterogénea del precipitado η en la superficie de los dispersoides, produciendo esta nucleación precipitados de mayor diámetro y causando una reducción en la

dureza del material. De tal manera que la condición T6 fue la que presentó mayor proporción y diámetro en los dispersoides y conforme avanzó el RRA se disminuyó la proporción y el diámetro de los dispersoides, contrario a lo esperado.

Continuando con la descripción morfológica de la secuencia de precipitación, la figura 17 es de gran utilidad porque permite comprobar a simple vista la equivalencia del parámetro factor de forma y el de redondez. En efecto, la correlación que muestran ambas variables es posible afirmar que es lineal y directamente proporcional ($r^2= 0.9722$), conforme a la figura 18. Es así como es posible concluir que se comenzó con un factor de forma y una redondez que va aumentando conforme aumentaron el tiempo y la temperatura, a excepción de la primera etapa de la rampa del envejecimiento posterior a la retrogradación y del blanco que presentó los segundos factores de forma y redondeces más bajos, siendo esto debido a que fue la condición con mayor proporción de dispersoides que se caracterizan por tener baja redondez al ser similares a agujas irregulares (Ding et al, 2020; Zheng et al., 2018).

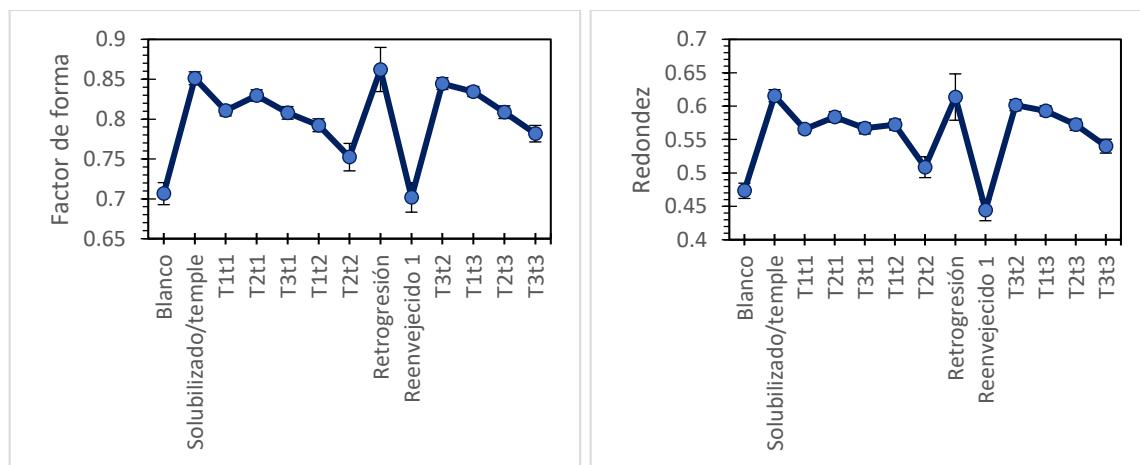


Figura 17: Evolución de los parámetros factor de forma (izquierda) y redondez (derecha), a distintas condiciones de tratamiento térmico (a IC95% sobre la cantidad de precipitados detectados)

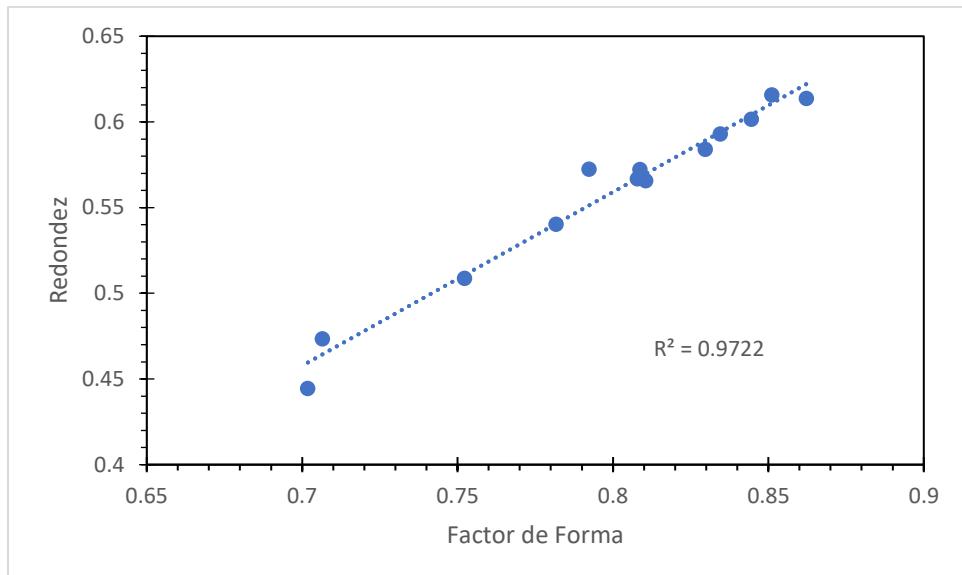


Figura 18: Correlación de la redondez con el factor de forma de los precipitados

Por último, la secuencia de la figura 19, muestra que conforme se aumenta el tiempo y la temperatura, la razón de aspecto de los precipitados disminuye de manera notoria, a excepción de la primera etapa de la rampa de reenvejecimiento. Cabe destacar que el estudio realizado por Kuhr et al., utilizó datos de micrografías TEM y se dividió el análisis morfológico en dos. Primero se analizaron los precipitados en los límites de grano que con el aumento de tiempo aumentaron su razón de aspecto con valores arriba de 2.0. En segundo lugar, analizaron los precipitados grandes, obteniendo valores de razón de aspecto entre 1.5-1.75, presentando dos aumentos, a los 2 min y a los 60 min, habiendo en general un aumento de la razón de aspecto contrario a lo obtenido en el presente estudio, otra clara evidencia de la degradación acontecida. En el presente estudio los valores más altos fueron los de las probetas en la primera rampa de reenvejecimiento y las probetas de blanco, estando en 2.32 y 2.14 respectivamente, con lo que se infiere que son las condiciones con la mayor cantidad de precipitados finos ubicados en los límites de grano, sin embargo de acuerdo al resultado de la prueba de dureza esto sólo es cierto para T6, con lo que existe la posibilidad que durante los envejecimientos de los tratamientos de RRA se hayan formado otros precipitados no endurecedores que fueron los que se detectaron con las micrografías y siendo posible que haya habido presencia de la fase S, Al_2CuMg , que es el segundo precipitado más presente en condiciones cercanas a las recién fundidas y que se precipita directamente de la

condición SSSS, como lo mostraron Park y Kim en condiciones al equilibrio. Por ende es imperativo el analizar las probetas obtenidas con una técnica que brinde información de la composición química de los precipitados identificados (Park & Kim, 2016; Kuhr et al., 2003; Totten & MacKenzie, 2003).

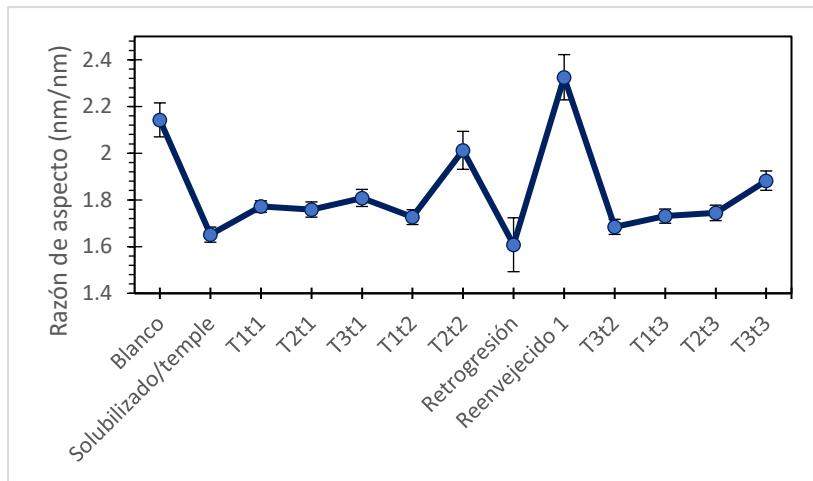


Figura 19: Evolución del parámetro razón de aspecto a distintas condiciones de tratamiento térmico (a IC95% sobre cantidad de precipitados detectados)

6.10 Comportamiento de la rugosidad

Por último, mediante la figura 20 se evaluó la secuencia de degradación con el parámetro de rugosidad aritmética media (Ra). Comparando con los resultados obtenidos por Jacumasso et al., los cuales bajo condiciones de un T6, un sobreenvejecimiento con doble envejecido T7451 y un envejecimiento parcial interrumpido T614-65, obtuvieron una Ra de 26.6, 20.1 y 11.7 nm, creciendo los precipitados y pasando a haber mayor concentración de precipitados de mayor diámetro. En el presente trabajo las rugosidades (Ra) se mantuvieron, de acuerdo a recomendación del trabajo de García-García et al., debajo de 30 nm para evitar mediciones erróneas con la técnica AFM, obteniendo valores entre 1.97-6.81 nm. En efecto, a pesar de que se presentan ciertos valores atípicos en la figura 20, a grandes rasgos se puede observar que conforme aumenta la rugosidad, disminuye la dureza. Con base a lo anterior se puede afirmar que en la condición T4 se tiene la mayor concentración de precipitados finos así como en la condición de retrogradación, por la precipitación de nuevos precipitados η' . Posteriormente bajo la condición T6 y conforme varían los tiempos y temperaturas del RRA, se aumenta el diámetro de las zonas GP y la rugosidad, por lo que omitiendo el valor de la condición de segundo envejecido en su

primer paso, el valor más alto de rugosidad es el de la condición T3t3 (García-García et al., 2014; Jacumasso et al., 2016; López-Jiménez et al., 2012; Umamaheshwer-Rao et al., 2016).

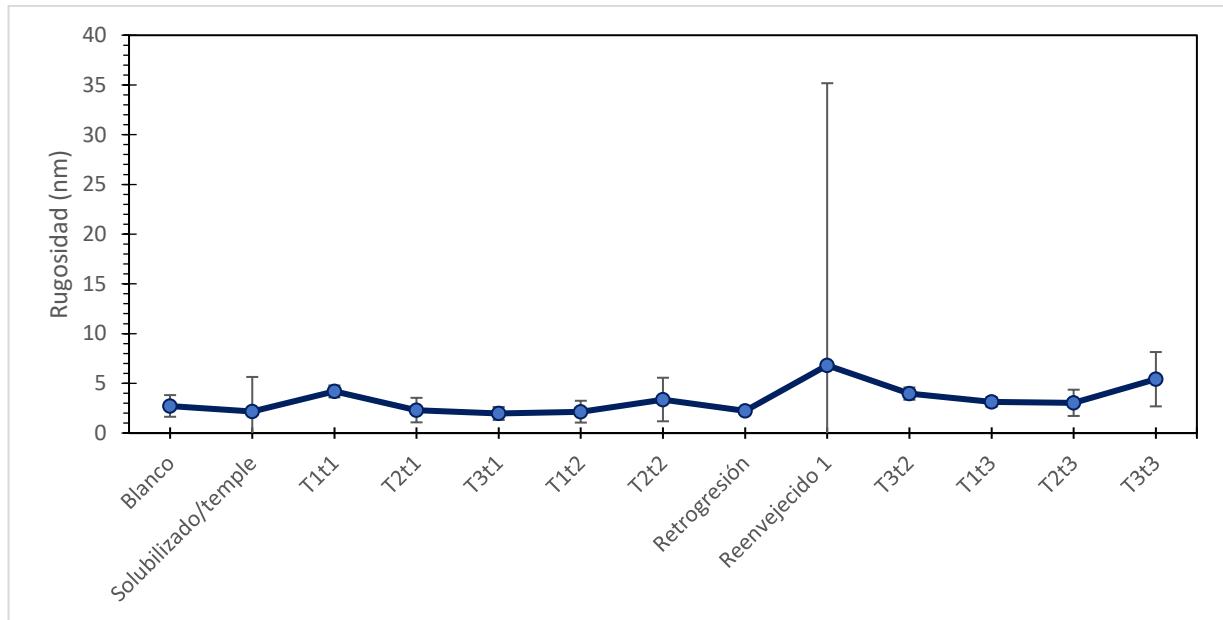


Figura 20: Evolución de la rugosidad a distintas condiciones de tratamiento térmico (a IC95% sobre cantidad de imágenes analizadas)

6.11 Errores experimentales y limitaciones de la técnica desarrollada de análisis
 La principal limitación de la técnica, por la que se requieren obtener más datos para robustecer la técnica de medición, proviene de que las imágenes deben de ser cuantificadas en el modo de contraste de fase, el cual permite separar mejor entre los cambios de composición. En efecto en el cuadro 3 se muestra cuántas imágenes se lograron cuantificar en cada condición, ya que los datos generados en el modo de amplitud no son representativos ni fidedignos. Por este motivo se analizaron todas las imágenes de cada condición como una sola población en modo contraste fase, así como por el hecho de que la superficie analizada al ser de reducido tamaño ($2 \times 2 \mu\text{m}^2$), puede no ser tan representativa de toda la pieza. Además el categorizar arbitrariamente los precipitados por rangos fijos de diámetro solamente, puede causar que no se categoricen correctamente cada uno de los precipitados, aún más si no se tiene la posibilidad de caracterizarlos por su composición química. Por otra parte, el error experimental principal fue el acoplar al RRA un envejecimiento en dos pasos el cual causó la degradación de las propiedades mecánicas. Se

recomienda continuar haciendo experimentos con la técnica para discernir su utilidad en la cuantificación de nanopartículas de aluminio.

Cuadro 4: Imágenes generadas en modo de contraste de fase por condición

Condición	Imágenes generadas
Blanco	7
Solubilizado/temple	5
T1t1	12
T2t1	12
T3t1	16
T1t2	13
T2t2	5
Retrogresión	1
Renvejecido	2
T3t2	13
T1t3	20
T2t3	15
T3t3	12

En efecto, comparando la condición evaluada con el modo de contraste de fase y el modo amplitud, cambia la cantidad de precipitados hallados, su diámetro promedio y su distancia entre vecinos. De hecho, contrastando la figura 21 con la figura 22, el modo amplitud presentó menor distancia entre vecinos (92.54 nm) y mayor cantidad de partículas identificadas en el rango del tamaño de los precipitados η' (30.00% del total de partículas identificadas), sin embargo teniendo un diámetro mayor en promedio (23.30 nm), mientras que para los demás precipitados fue mayor el diámetro obtenido en modo amplitud. En efecto si se observan la figura 23 y la figura 24, es posible observar visualmente dicho efecto, una mayor cantidad de partículas detectadas, de un tamaño menor y por ende con una distancia entre vecinos más reducida en el modo amplitud. Por todo lo anterior es que no se consideró viable el utilizar imágenes en modo amplitud para realizar la cuantificación de la secuencia de precipitación.

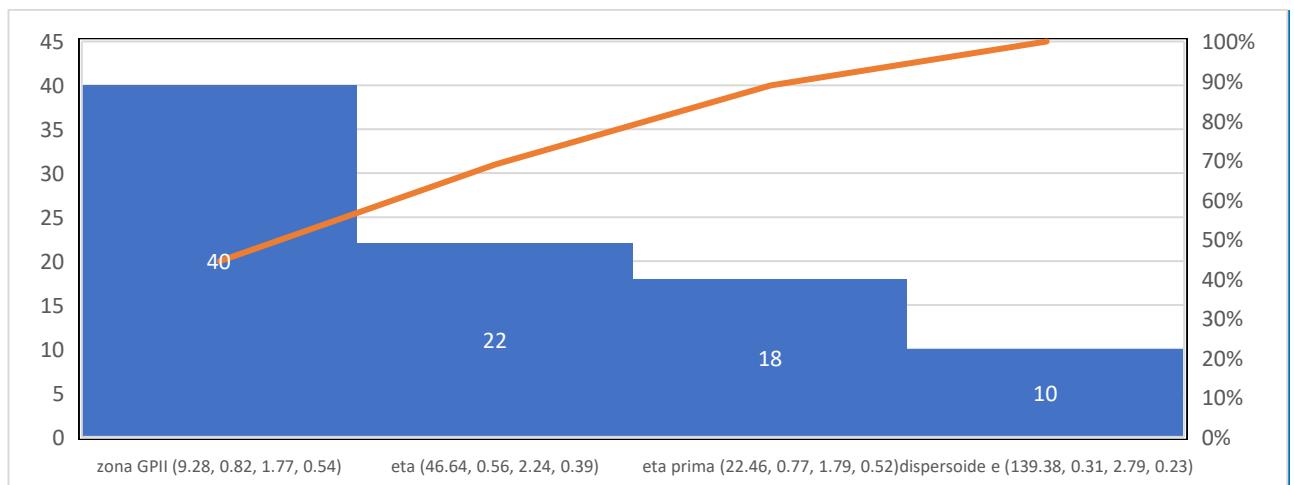


Figura 21: Diagrama de distribución porcentual de los precipitados bajo la condición reenvejecido imagen 2 en modo amplitud (distancia entre vecinos de 92.54 nm, las dimensiones que se muestran por imagen son diámetro en nm, factor de forma, razón de aspecto y redondez)

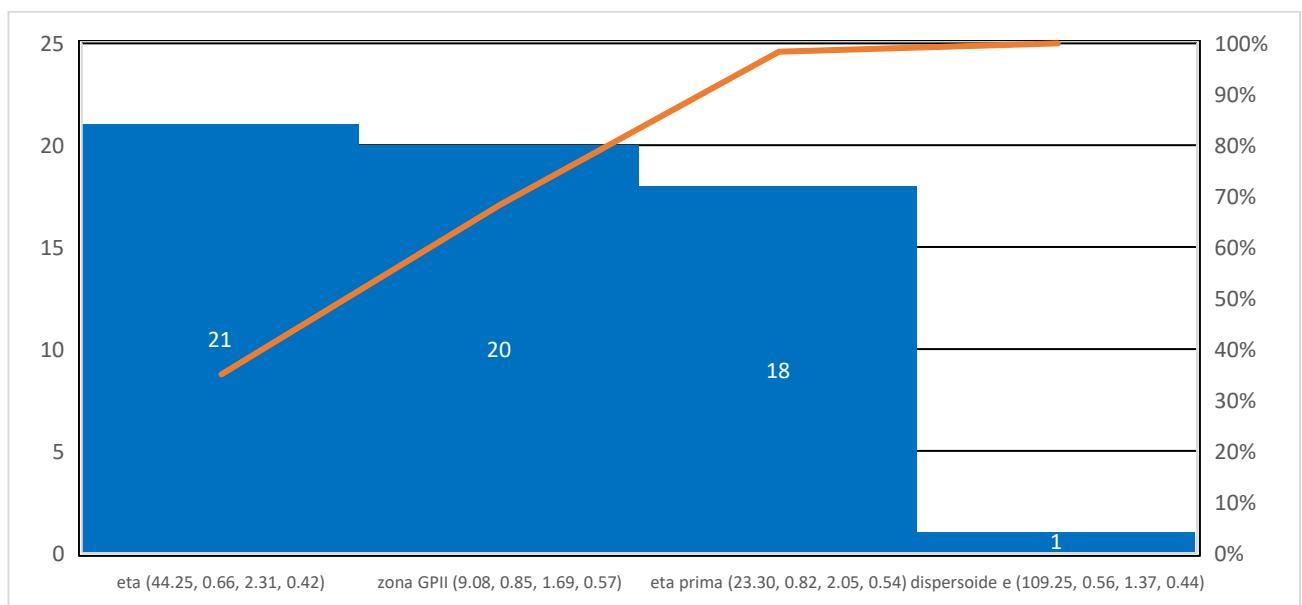


Figura 22: Diagrama de distribución porcentual de los precipitados bajo la condición reenvejecido imagen 2 en modo contraste fase (distancia entre vecinos de 112.68 nm, las dimensiones que se muestran por imagen son diámetro en nm, factor de forma, razón de aspecto y redondez)

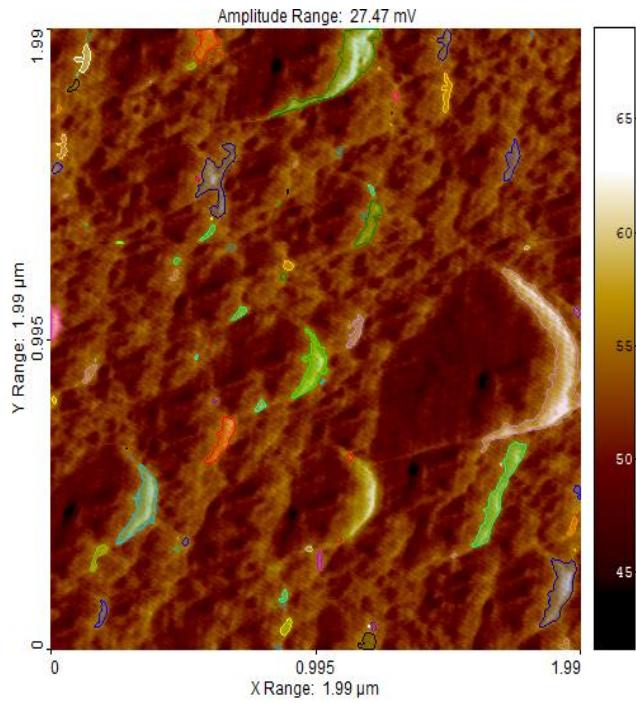


Figura 23: Precipitados identificados en la condición de reenvejecido imagen 2 en modo amplitud (en modo tapping en amplitud máxima de 27.47 mV, con la cabeza de $70 \mu\text{m}^2 \pm 15\%$, tasa de 0.3 s/línea y 512 x 512 pixeles, escaneo de 2 x 2 μm , n=5 y con los filtros global leveling y linewise offset)

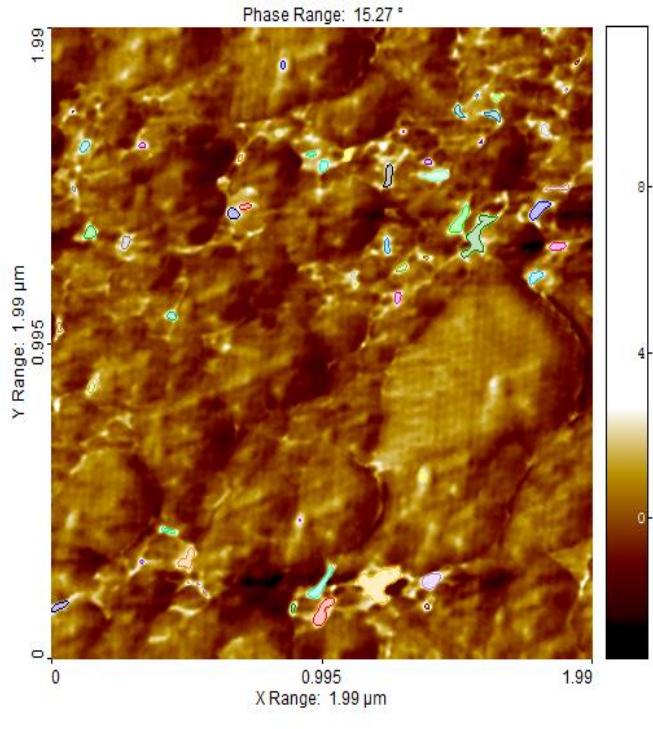


Figura 24: Precipitados identificados en la condición de reenvejecido imagen 2 en modo contraste de fase (en modo tapping en contraste de fase rango máximo de 15.27°, con la cabeza de $70 \mu\text{m}^2 \pm 15\%$, tasa de 0.3 s/línea y 512 x 512 pixeles, escaneo de 2 x 2 μm , n=2 y con los filtros global leveling y linewise offset)

6.12 Perspectivas Futuras

Como se mencionó previamente, para confirmar la cuantificación de los precipitados y la secuencia de degradación descrita, es imperativo el analizar la secuencia de degradación de la aleación AA7075 mediante el uso de técnicas que brinden información explícita composicional como lo son EDX, TEM, SEM, APT. Así mismo como complemento, se recomienda la evaluación de la disminución de la SCC mediante un ensayo tal como el que propone la ASTM G139-05 (2015), o al menos una técnica electroquímica de referencia como la prueba en cámara salina (CASS) o espectroscopía de impedancia electroquímica. Por último, se requiere un diseño experimental con mayor cantidad de muestras, de tal manera que se ponga a prueba la reproducibilidad y repetibilidad de la secuencia de degradación y del método de medición de los nanoprecipitados.

7. CONCLUSIÓN

El efecto combinado del tratamiento térmico RRA acoplado con envejecimientos en rampa con dos condiciones de temperatura causaron una severa disminución en la dureza de las piezas, provocando la degradación de los precipitados, sin embargo se logró caracterizar dicha secuencia de degradación mediante la técnica de microscopía de fuerza atómica de manera efectiva. Los hallazgos más pertinentes fueron:

- La posibilidad de la cuantificación morfológica mediante la técnica AFM de cuatro precipitados, las zonas GPII, los precipitados η' y η , y los dispersoides que coincide con estudios anteriores de García-García et al. López-Hernández et al. y López-Jiménez et al., a pesar de la variación de condiciones de tratamiento térmico, siendo claras las características morfológicas de cada precipitado, identificando las zonas GPII como esféricas tal como platos, η' como platos más elongados, η como láminas elongadas y los dispersoides como agujas y habiendo un aumento de la razón de aspecto conforme aumentó el diámetro, mientras que se disminuyeron la redondez y el factor de forma, sin embargo se infiere la gran variación y la complejidad en la cuantificación debido a las limitantes

de la cuantificación de los precipitados por rangos de diámetro y características morfológicas, sobre todo porque las aleaciones con Cu presentan alteraciones en sus secuencias de precipitación.

- La secuencia de degradación parte del T4 en el que se tiene la mayor proporción de η' (31.39%), que bajo el T6 llegan al equilibrio siendo la condición con menor proporción de η' (23.80%), se continúa con la condición de retrogradación la cual es la condición con mayor proporción de zonas GII (43.06%), posiblemente por la formación de nuevas zonas GII y conforme aumenta el tiempo y temperatura de exposición (T3t3) se disminuye la proporción de η' (24.57%), siendo la condición de las piezas RRA con más baja proporción, estando los datos sujetos a incertidumbre ya que las zonas GII y los precipitados η' presentan rangos de tamaños cercanos pudiendo haber sido clasificados incorrectamente.
- Se presentó una caída de la dureza del 43.23% hasta 57.75%, al someter las piezas al RRA en combinación con una rampa de envejecimiento a 95 °C y 157 °C, habiendo alcanzado con estas condiciones la ventana de la caída de dureza irrecuperable y a partir del tiempo de 32 min se ubica el tratamiento térmico en la ventana de retrogradación III, ,mientras que para 2 min, se encuentra en una ventana II en la que posiblemente aún se generaron precipitados η' lo que explica el aumento de dureza que ocurrió en el caso de la primera temperatura , 180 °C, habiendo un mínimo local en la ventana de formación y un máximo local, al haber habido incremento de dureza del 0.57% y un decremento de 3.26% para el RRA a 180 °C y a 210 °C.
- La secuencia de la proporción de η' es similar a la de la secuencia de la dureza, a mayor temperatura, mayor proporción de η' que se reduce con el tiempo de retrogradación y el uso de temperaturas más altas reduce la dureza máxima alcanzable.
- Conforme aumenta el tiempo y temperatura de RRA aumenta la distancia entre vecinos, crecen las zonas GP y a su vez disminuyen en su diámetro los precipitados η' y los dispersoides, siendo la dureza inversamente proporcional a las zonas GP y directamente proporcional a η' y los dispersoides.

- El análisis estadístico de componentes principales no reveló correlaciones fuertes entre las variables, requiriéndose 4 componentes para explicar al menos el 80% del modelo, estando el primero formado por la redondez (0.299), el factor de forma (0.273) y la proporción de las zonas GPII (0.308), el segundo por el total de precipitados endurecedores (-0.419), el tercero por la proporción de los dispersoides (-0.439) y el cuarto por la dureza (-0.538)
- El análisis estadístico de matriz de correlación de Pearson mostró correlación fuerte entre el factor de forma y la redondez, (r de 0.928), mostrando una relación inversa baja entre la dureza y la cantidad de precipitados η (r de 0.46), mientras que para los precipitados η' es directamente proporcional (r de 0.48)
- El estudio mediante ANOVA individual mostró ni el tiempo tienen efectos estadísticamente significativos en la dureza y la distancia entre vecinos, teniendo el tiempo un mayor efecto sobre la dureza (p de 0.137) mientras que la temperatura afecta más la distancia entre vecinos (p valor de 0.349). Adicionalmente el análisis post hoc Tukey da como resultado que todas las medias pertenecen al mismo grupo al no haber diferencias estadísticas significativas, sólo revelando diferencias estadísticas significativas si se compara la dureza en los extremos de tiempo y temperatura de retroresión. Por último, los MANOVA revelan al tiempo como variable con significancia estadística (p valor de 0.045) y el diámetro de los precipitados η tiene un efecto significativo (p valor de 0.001), indicativo que explica la reducción de la dureza y a la vez el aumento de la proporción η .
- Los dispersoides se presentaron en mayor proporción y mayor diámetro en las probetas de blanco, y conforme redujeron su tamaño y proporción y aumentó su factor de forma y redondez se degradó más la dureza ocurriendo posiblemente nucleación heterogénea sobre su superficie.
- El aumento del tiempo y la temperatura son directamente proporcionales al factor de forma y la redondez, mientras que la razón de aspecto es inversamente proporcional.

- Se obtuvieron rugosidades Ra de 1.97-6.81 nm, la cual conforme aumenta, disminuye la dureza, lo que se atribuye a la presencia de mayor densidad de precipitados gruesos, conforme se degradó la microestructura.
- En cuanto a la hipótesis:
 - El tiempo de retrogradación más largo de los propuestos (62 min) a la mayor temperatura (240 °C), generó precipitados η con el mayor diámetro y a mayor distancia unos de otros sin embargo se redujo significativamente la dureza del material.
 - Así mismo, la temperatura más baja de retrogradación (180 °C) presentó una ventana de retrogradación más amplia ya que el tiempo no redujo de manera significativa la dureza, incluso aumentando en un 0.57%, cosa que no ocurre en las otras dos temperaturas.

8. REFERENCIAS

- Abachi, P., Naseri, P. S. Z., Purazrang, K., & Coyle, T. W. (2016). Fracture Behavior Evaluationr of High-Strength 7050 and 7075 Aluminum Alloys Using V-Notched Specimen. InTech, 148. doi: 10.5772/64463
- ASTM International (2019). E-140-12B Standard Hardness Conversion Tables for Metals Relationship Among Brinell Hardness, Vickers Hardness, Rockwell Hardness, Superficial Hardness, Knoop Hardness, and Scleroscope Hardness. West Conshohocken: ASTM International: 12,15. <https://doi.org/10.1520/E0140-12BR19E01>
- Bahrami, M. R. (2020). *Dynamic analysis of atomic force microscope in tapping mode*. En M. Ragulskis (Ed.), Vibroengineering PROCEDIA 32; 13. Kaunas: JVE Journals. <https://doi.org/10.21595/vp.2020.21488>
- Bauer, N. C., Yang, A., Wang, X., Zhou, Y., Klibanski, A., & Soberman, R. J. (2021). *A cross-nearest neighbor/Monte Carlo algorithm for single-molecule localization microscopy defines interactions between p53, Mdm2, and MEG3*. The Journal of biological chemistry, 296, 12, 100540. <https://doi.org/10.1016/j.jbc.2021.100540>
- Dai, Y., Yan, L., & Hao, J. (2022). *Review on micro-alloying and preparation method of 7xxx series aluminum alloys: Progresses and prospects*. Materials (Basel, Switzerland, 15(3), 1218, 1220, 1226. <https://doi.org/10.3390/ma15031216>
- Ding, L., Zhao, L., Weng, Y., Schryvers, D., Liu, Q., & Idrissi, H. (2020). *Atomic-scale investigation of the heterogeneous precipitation in the E (Al18Mg3Cr2) dispersoid of 7075 aluminum alloy*. Journal of Alloys and Compounds, 156890; 1-3. doi:10.1016/j.jallcom.2020.156890
- Dufrêne, Y.F., Ando, T., García, R., Alsteens, D., Martínez-Martin, D., Engel, A., Gerber, C., & Müller, D.J. (2017). *Imaging modes of atomic force microscopy for application in molecular and cell biology*. En Nature Nanotechnology, 4(12); 296, 298. Louvain-la-Neuve: Springer Nature: Macmillan Publishers Limited. <https://doi.org/10.1038/nnano.2017.45>

Fan, Y., Tang, X., Wang, S., & Chen, B. (2021). *Comparisons of age hardening and precipitation behavior in 7075 alloy under single and double-stage aging treatments*. Metallurgical and Materials Transactions A, 27(12); 4206–4207. <https://doi.org/10.1007/s12540-020-00875-7>

Fayomi, O. S. I., Popoola, A. P. I., & Udoye, N. E. (2017). *Effect of alloying element on the integrity and functionality of aluminium-based alloy*. En S. Sivasankaran (Ed.), *Aluminium Alloys – Recent Trends in Processing, Characterization, Mechanical Behavior and Applications*. Rijeka: InTech, 246, 248-254 <https://doi.org/10.5772/intechopen.71399>

Feng, D., Zhang, X. M., Liu, S. D., & Deng, Y. L. (2014). *Non-isothermal “retrogression and re-ageing” treatment schedule for AA7055 thick plate*. En K. L. Edwards (Ed.), *Materials & Design*, 60; 209. Birmingham: Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.03.064>

Ferrer, C. P., Koul, M. G., Connolly, B. J., & Moran, A. L. (2003). *Improvements in strength and stress corrosion cracking properties in aluminum alloy 7075 via low-temperature retrogression and re-aging heat treatments*. En J. R. Scully (Ed.), *Corrosion*, 59; 520, 526-527. Charlottesville: NACE International. <https://doi.org/10.5006/1.3277583>

García-García, A. L., Domínguez-López, I., López-Jimenez, L., & Barceinas-Sánchez, J. D. O. (2014). *Comparative quantification and statistical analysis of η' and η precipitates in aluminum alloy AA7075-T651 by TEM and AFM*. En S. P. Ringer (Ed.), *Materials Characterization*, 87; 117-118, 123. Camperdown: Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.01.008>

Ghosh, K. S., Das, K., & Chatterjee, U. K. (2004). *Characterization of retrogression and reaging behavior of 8090 Al-Li-Cu-Mg-Zr alloy*. Metallurgical and Materials Transactions A, 35(12); 3683. <https://doi.org/10.1007/s11661-004-0274-6>

Gözde, A., Onur, A., & Bülent, B. (2021). *Characterization of Al-7075/T651 Alloy by RRA Heat Treatment and Different Pre-deformation Effects*. En B. S. Murty (Ed.), *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 74; 242-243. Kolkata: Springer Nature. <https://doi.org/10.1007/s12666-021-02369-5>

Hameed, B. S., Bhatt, C. S., Nagaraj, B., & Suresh, A. K. (2018). *Chromatography as an efficient technique for the separation of diversified nanoparticles*. En C. M. Hussain (Ed.), Nanomaterials in Chromatography, 517. Amsterdam: Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-812792-6.00019-4>

Hamasha, M., Mayyas, A., Hassan, A., & Hayajneh, M. (2012). *The effect of time, percent of copper and nickel on naturally aged Al-Cu-Ni cast alloys*. Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering, 11(2), 118. <https://doi.org/10.4236/jmmce.2012.112009>

Hatch, J. E. (1984). *Aluminum: Properties and Physical Metallurgy*. Materials Park: ASM International, 58-60. <https://doi.org/10.1361/appm1984p001>

Jacumasso, S.C., Martins, J.P., & Moreira-de Carvalho, A.L. (2016). *Analysis of precipitate density of an aluminium alloy by TEM and AFM*. REM - International Engineering Journal. vol. 69(4), 452–456. doi:10.1590/0370-44672016690019

Faregh, S. M., Larouche, D., & Chen, X. G. (2025). *Atomic scale characterization of precipitates in an Al-Si-Mg alloy containing excess Si and trace amounts of Cu*. Materialia, 40, 1, 102396. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2025.102396>

Kaufman, J. G. (2000). *Introduction to Aluminum Alloys and Tempers*. Materials Park: ASM International, 65-67, 71.

Kayser, T. (2011). *Caracterización de microestructura en aleaciones de aluminio basado en difracción de retrodispersión de electrones*. (Tesis de Doctorado). Dortmund: Facultad de Ingeniería en Mecánica del Instituto Tecnológico de Dortmund, 5-6.

Keyvani, A., Tamer, M. S., van Wingerden, J. W., Goosen, J. F. L., & van Keulen, F. (2019). *A comprehensive model for transient behavior of tapping mode atomic force microscope*. En W. Lacarbonara (Ed.), Nonlinear Dynamics, 97; 1601-1602. Basel: Springer Nature: Springer Nature Switzerland AG. <https://doi.org/10.1007/s11071-019-05079-2>

Kissell, J. R., & Ferry, R. L. (2017). *Aluminium structures: A guide to their specifications and design*. Nueva York: John Wiley & Sons, Inc, 8-9, 14-16.

Ku, M.H., Hung, F.Y., Lui, T.S., & Lai, J.J. (2018). *Enhanced Formability and Accelerated Precipitation Behavior of 7075 Al Alloy Extruded Rod by High Temperature Aging*. Metals, 8(8), 648 (1, 4-5). <https://doi.org/10.3390/met8080648>

Kuhr, S.J.M., Pinnell, M., & Eylon, D. (2003). *Microstructural Study of Nanoprecipitates in RRA Treated Al-7075 T6 Using AFM/UFM/STEM*. En: Meyendorf N, Ed. Testing, Reliability, and Application of Micro- and Nano-Material Systems. San Diego: NDE for Health Monitoring and Diagnostics. 5045; 76-79;81;83.

Lamprecht, D., Strohmaier, M., & Helic, D. (2017). *A method for evaluating discoverability and navigability of recommendation algorithms*. Computational social networks, 4(1), 12. <https://doi.org/10.1186/s40649-017-0045-3>

Liu, L., Hou, Y., Ye, T., Zhang, L., Huang, X., Gong, Y., Liu, C., Wu, Y., & Duan, S. (2024). *Effects of Aging Treatments on the Age Hardening Behavior and Microstructures in an Al-Mg-Si-Cu Alloy*. Metals, 14(2), 238. <https://doi.org/10.3390/met14020238>

López-Hernández, J. C. (2018). Estudios con reconocimiento de validez oficial N. 11-00065: *Caracterización por medio de AFM de nanoprecipitados en la aleación AA7075 tratada térmicamente*. San José Iturbide: Instituto Tecnológico Superior de Irapuato, 51-52, 54, 56-57, 62-64, 67-71.

López-Jiménez, L., Domínguez-López, I., Barceinas-Sánchez, J. D. O., & García-García, A. L. (2012). *Quantification of second phase nanoparticles in AA7075-T651 using AFM*. Proceedings of the XVIII Congreso Internacional Anual de la SOMIM, 919–920;923. Salamanca.

Luiggi, N. J. & Valera, M. D. V. (2017). *Kinetic study of an AA7075 alloy under RRA heat treatment*. En I. M. Szilágyi (Ed.), *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 130; 1885-1886, 1900. Budapest: Springer. <https://doi.org/10.1007/s10973-017-6683-8>

Park, J. K. & Ardell, A. J. (1983). Microstructures of the commercial 7075 Al alloy in the T651 and T7 tempers. *Metallurgical Transactions A*, 14(10), 1957;1963. <https://doi.org/10.1007/BF02662363>

Park, S. Y. & Kim, W. J. (2016). *Difference in the hot compressive behavior and processing maps between the as-cast and homogenized Al-Zn-Mg-Cu (7075) alloys*. *Journal of Materials Science & Technology*, 32(7), 662. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2016.04.006>

Pentassuglia, S., Agostino, V. & Tommasi, T. (2018). *EAB-Electroactive Biofilm: A Biotechnological Resource*. En K. Wandelt (Ed.), *Encyclopedia of Interfacial Chemistry*, 120-121. Bonn: Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-409547-2.13461-4>

Piontek, M. C. & Roos, W. H. (2018). *Atomic force microscopy: An introduction*. En J. G. Peterman (Ed.), *Single Molecule Analysis: Methods and Protocols de la serie: Methods in Molecular Biology*, 1665; 244-246, 251. Nueva York: Humana Press. https://doi.org/10.1007/978-1-4939-7271-5_13

Rader, K., Ivanoff, T., Shin, H., Carter, J., Hector, L. & Taleff, E. (2018). *Determining a retrogression heat treatment to apply during warm forming of a high strength aluminum AA7075 sheet material*. En O. Martin (Ed.), *Light Metals*; 241-243, 245. Saint-Jean-de-Maurienne: Springer Nature. https://doi.org/10.1007/978-3-319-72284-9_33

SAE International. (2020). *AMS 2770R: Heat treatment of wrought aluminum*. SAE International: 16. <https://doi.org/10.4271/AMS2770R>

Schmool, D. S., & Kachkachi, H. (2016). *Chapter One - Collective effects in assemblies of magnetic nanoparticles*. In R. E. Camley & R. L. Stamps (Eds.), *Solid State Physics* 67, 1–101. Academic Press. <https://doi.org/10.1016/bs.ssp.2016.08.001>

Sha, G., Marceau, R. K. W. & Ringer, S. P. (2011). *Precipitation and solute clustering in aluminium: Advanced characterisation techniques*. En R. Lumley (Ed.), *Fundamentals of Aluminium Metallurgy*, 346-347. Oxford: Woodhead Publishing Limited. <https://doi.org/10.1533/9780857090256.2.345>

Shaeri, M.H., Salehi, M.T., Seyyedein, S.H., Abutalebi, M.R., & Park, J.K. (2014). *Microstructure and mechanical properties of Al-7075 alloy processed by equal channel angular pressing combined with aging treatment*. Materials & Design, 57, 252-253. doi:10.1016/j.matdes.2014.01.008

Schleifer, F., Müller, M., Lin, Y. Y., Holzinger, M., Glatzel, U. & Fleck, M. (2022). *Consistent quantification of precipitate shapes and sizes in two and three dimensions using central moments*. Integrating Materials and Manufacturing Innovation, 11, 160. <https://doi.org/10.1007/s40192-022-00259-2>

Tahmasbi, A., Samuel, A. M., Zedan, Y., Songmene, V. & Samuel, F. H. (2023). *Effect of Aging Treatment on the Strength and Microstructure of 7075-Based Alloys Containing 2% Li and/or 0.12% Sc*. Materials, 16(23), 7375; 4,7,17. <https://doi.org/10.3390/ma16237375>

Tai, C-L., Tai, P-J., Hsiao, T-J., Chiu, P-H., Tseng, C-Y., Tsao, T-C., Chung, T-F., Yang, Y-L., Chen, C-Y., Wang, S-H., & Yang, J-R. (2022). *Effect of Natural Ageing on Subsequent Artificial Ageing of AA7075 Aluminum Alloy*. Metals, 12(10), 1766:4. <https://doi.org/10.3390/met12101766>

The Aluminum Association. (2015). *International Alloy Designations and Chemical Composition Limits for Wrought Aluminum and Wrought Aluminum Alloys*. Arlington: Registration Record Series Teal Sheets, 12.

Totten, G.E. & MacKenzie, D. S. (2003). *Handbook of Aluminum: Physical Metallurgy and Processes*. Vol. 1. Nueva York: Marcel Dekker, Inc, 1, 7, 168, 171-177, 179-180, 187, 260, 263, 266, 270, 916-920 . <https://doi.org/10.1201/9780203912591>

Totten, G.E., Tiryakioglu, M., & Kessler, O. (2019). *Encyclopedia of Aluminum and Its Alloys*. Vol. 1. Boca Raton: CRC Press: Taylor & Francis Group, 75, 76, 87-89, 617-620, 677-678, 690-691, 1138-1140, 1479-1480, 1636, 2379-2381, 2383, 2386. <https://doi.org/10.1201/9781351045636>

Umamaheshwar-Rao, A.C., Vasu, V., Govindaraju, M., & Sai-Srinadh, K. V. (2016). *Stress corrosion cracking behaviour of 7xxx aluminum alloys: A literature review*. En M. Ming-xing (Ed.), *Transactions of Nonferrous Metals Society of*

China, 26; 1447-1448, 1457-1459. Beijing: Elsevier B.V.
[https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(16\)64220-6](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(16)64220-6)

Weritz, J. (2018). *Aluminum alloy nomenclature and temper designations*. En K. Anderson, J. Weritz y J. G. Kaufman (Eds.), ASM Handbook, Volume 2A: Aluminum Science and Technology. ASM International; 8-9.
<https://doi.org/10.31399/asm.hb.v02a.a0006482>

Wu, X. J., Raizenne, M. D., Chen, W. R., Poon, C., & Wallace, W. (2002). *Thirty years of retrogression and re-aging*. Toronto: International Congress of Aeronautical Sciences, 2-4.

Zhao Y.H., Liao, X.Z., Jin, Z., Valiev, R.Z., & Zhu, Y.T. (2004). *Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing*. 52(15), 4592;4594.
doi:10.1016/j.actamat.2004.06.017

Zheng, J. K., Xu, X., Luo, R., Zeng, X., & Chen, B. (2018). *Degradation of precipitation hardening in 7075 alloy subject to thermal exposure: A Cs-corrected STEM study*. Journal of Alloys and Compounds, 741, 659.
<https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.01.172>

ANEXOS



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE QUERÉTARO
FACULTAD DE QUÍMICA



C.U., Querétaro, abril 17, 2024
No. de oficio. CBQ24/042

Dr. Rafael Manuel Ríos Vera

Dr. Iván Domínguez López

Investigadores responsables

Rodrigo Hoyos González Luna

Estudiante responsable

Dr. José de Jesús Coronel Hernández

Dr. Adrián Luis García García

Colaboradores

Con base en las actividades de responsabilidad para el Comité de Bioética de la Facultad de Química de la Universidad Autónoma de Querétaro en la revisión de proyectos de investigación con la participación de sujetos humanos (directamente en ensayos clínicos, investigación observacional o por empleo de muestras biológicas), así como del uso de animales de experimentación, le comunicamos que el protocolo de investigación titulado **“Caracterización de la secuencia de precipitación de la aleación AA7075 mediante AFM”**, del cual Usted es responsable, fue evaluado con una resolución de **exento de dictamen ético** debido a que el proyecto no incluye estudios con animales de experimentación ni sujetos humanos.

Cabe mencionar que ningún integrante del Comité declaró conflicto de interés para la evaluación del protocolo de investigación. Sin más por el momento, quedamos a sus órdenes para cualquier duda o aclaración.

Iza Fernanda Pérez Ramírez

Presidente

Comité de Bioética de la Facultad de Química

Universidad Autónoma de Querétaro

SOMOS UAQ
EDUCAR CRECER CONSOLIDAR

Centro Universitario, Cerro de las Campanas s/n, Santiago de Querétaro, Qro. México C.P. 76010
Tel. 442 192 1267 correo: facquim@uqro.mx

Figura 25: Dictamen del Comité de Bioética de la Facultad de Química de la Universidad Autónoma de Querétaro

Para el cálculo de los intervalos de confianza se utilizaron dos fórmulas, dependiendo del tamaño de la muestra con la que se contaba y con base a la característica a evaluar.

Para tamaños de muestra menores a 30 datos se utilizó la siguiente fórmula:

$$IC95\% = \bar{x} \pm t_{\alpha/2, n-1} \frac{S}{\sqrt{N}}$$

En el que se calcula el intervalo al sumar y restar al promedio (\bar{x}), el valor de la distribución t de student que le corresponde a los grados de libertad (la cantidad de datos del tamaño de la muestra menos uno), pasando enseguida a multiplicar el valor obtenido por el cociente de la desviación estándar de los datos con la raíz cuadrada del tamaño de muestra. En efecto, esta ecuación se utilizó para las figuras 6, 8 y 19.

Para tamaños de muestra mayores a 30 datos se utilizó la siguiente fórmula:

$$IC95\% = \bar{x} \pm 1.96 \frac{S}{\sqrt{N}}$$

En el que se calcula el intervalo al sumar y restar al promedio (\bar{x}), 1.96 como valor constante de la distribución t de student, pasando enseguida a multiplicar el valor obtenido por el cociente de la desviación estándar de los datos con la raíz cuadrada del tamaño de muestra. En efecto, esta ecuación se utilizó para el cuadro 2 y las figuras 12, 13, 14, 15, 16 y 18.

Figura 26: Cálculo de intervalos de confianza IC95%

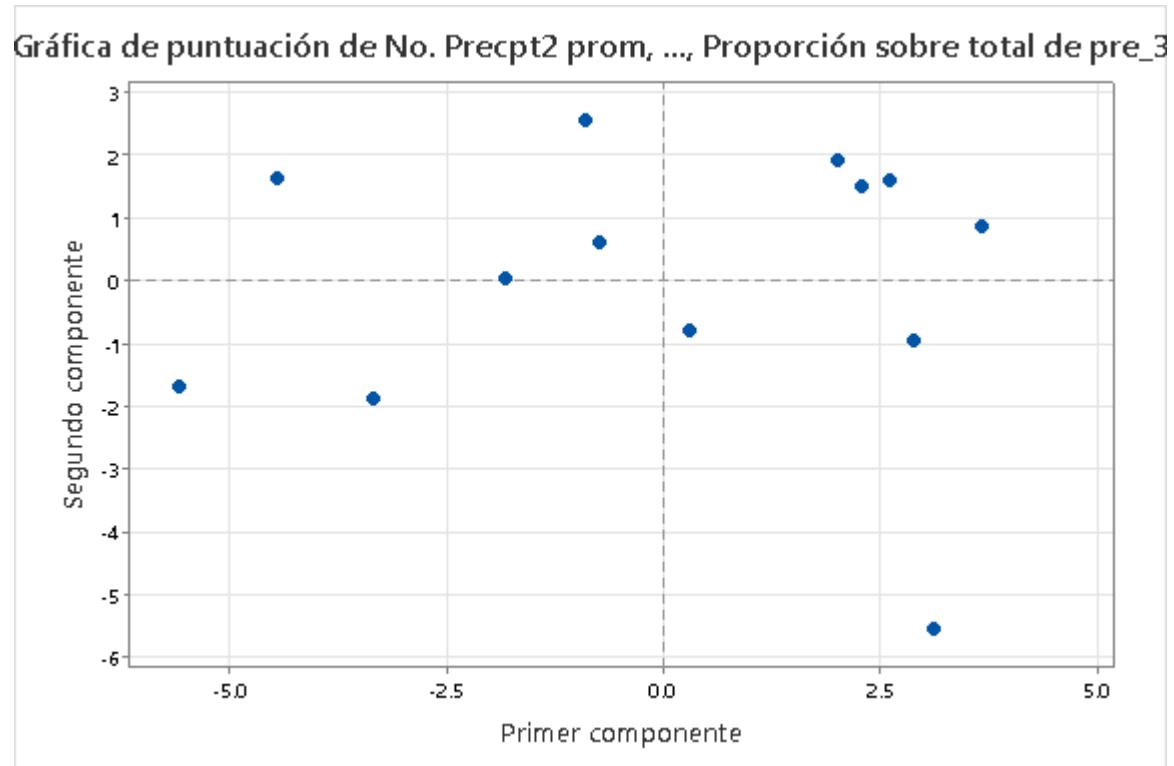
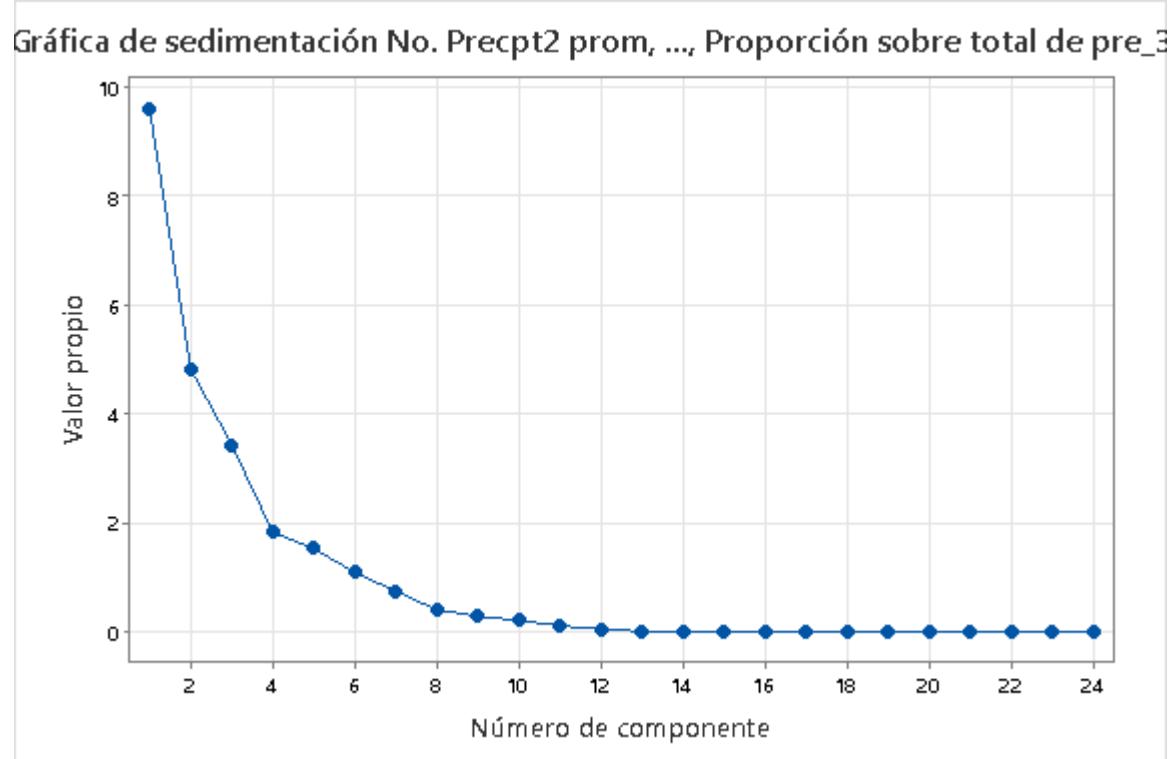
Análisis de los valores y vectores propios de la matriz de correlación

Valor	9.572	4.811	3.422	1.817	1.520	1.085	0.736	0.398	0.280	0.206
propio	6	1	4	5	7	7	9	3	6	0
Proporció	0.399	0.200	0.143	0.076	0.063	0.045	0.031	0.017	0.012	0.009
n										
Acumulad	0.399	0.599	0.742	0.818	0.881	0.926	0.957	0.974	0.985	0.994
a										
Valor	0.102	0.045	0.000	0.000	0.000	-	-	-	-	-
propio	9	3	0	0	0	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
Proporció	0.004	0.002	0.000	0.000	0.000	-0.000	-0.000	-0.000	-0.000	-0.000
n										
Acumulad	0.998	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
a										
Valor	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
propio	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000					
Proporció	-0.000	-0.000	-0.000	-0.000	-0.000					
n										
Acumulad	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000					
a										

Vectores propios

Variable	PC1	PC2	PC3	PC4	PC5
No. Precpt2 prom	-	-	-	-	-
	0.047	0.419	0.129	0.093	0.147
Diámetro promedio	-	0.190	-	-	-
	0.159		0.389	0.021	0.081
ND promedio	0.126	0.359	-	-0.016	0.195
			0.016		
Aspect ratio	-	0.210	-	-	0.172
	0.236		0.017	0.111	
Form factor	0.273	-	-0.033	0.014	0.171
		0.104			
Redondez	0.299	-	-0.044	-	-0.085
	0.085			0.049	
Dureza	-	-	-	-	0.116
	0.049	0.141	0.263	0.538	
No. Precpt2 GPII	-	-	0.218	-	-0.008
	0.264	0.114		0.154	
Diámetro promedio	0.188	0.138	-	-0.051	-
GPII			0.185		0.257
Redondez GPII	0.054	0.111	0.184	-	-
			0.025	0.673	
Proporción sobre total	-	-	0.210	-	-0.043
de preci	0.281	0.028		0.174	
cantidad de	0.080	-	-	-	-
precipitados eta pr		0.413	0.045	0.172	0.098
Diámetro promedio eta	0.237	-	-	0.255	-
prima		0.157	0.158		0.082
Redondez eta prima	0.212	0.111	-	-	0.282
			0.187	0.304	
Proporción sobre total	0.308	-	0.078	-	-
de pre_1		0.044		0.032	0.013
cantidad de	0.003	-	-	0.026	-
precipitados eta		0.350	0.296		0.158
Diámetro promedio eta	-	0.135	-	-	-
	0.189		0.180	0.274	0.153
Redondez eta	0.253	0.053	-	-	0.061
			0.242	0.266	
Proporción sobre total	0.080	0.093	-	0.308	-
de pre_2			0.439		0.066
cantidad de	-	-	-	0.161	-
precipitados disper	0.267	0.157	0.085		0.002
Diámetro promedio	-	0.256	-	-	-
dispersoides	0.146		0.185	0.226	0.351
Redondez dispersoides	0.248	0.231	0.047	-	-
			0.112	0.115	

Mediciones sin dispersoide	0.203	0.110	0.304	-	-
Proporción sobre total de pre_3	-	0.126	-	0.292	0.141
	0.210		0.156		



Cargando gráfica de No. Precpt2 prom, ..., Proporción sobre total de pre_3

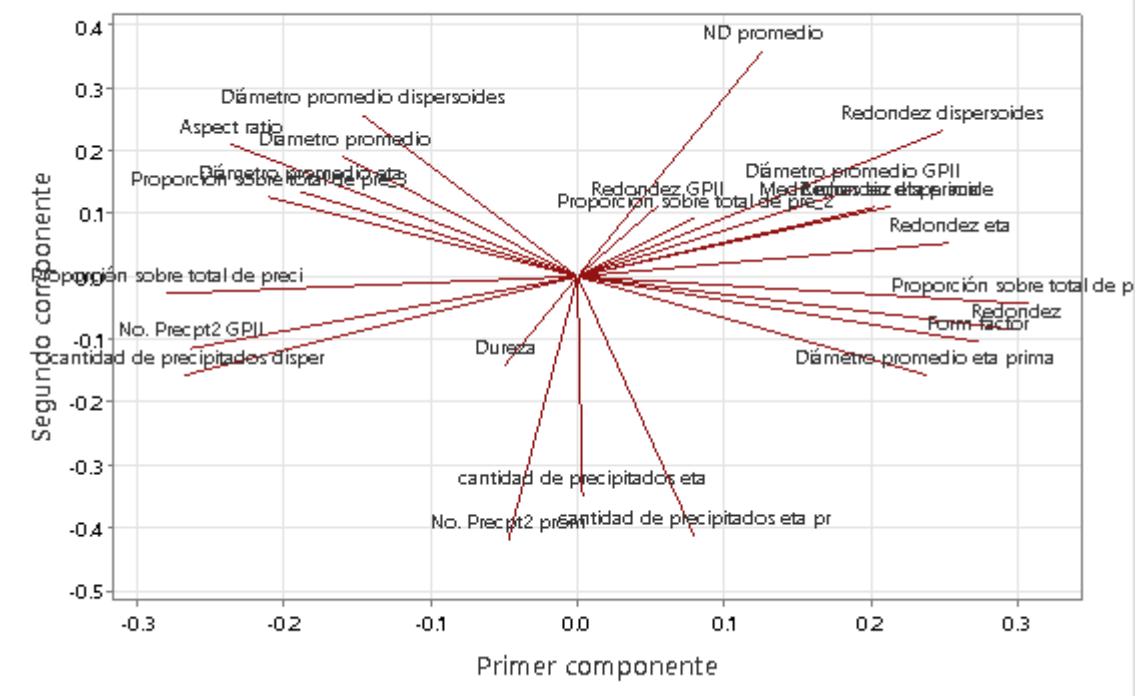


Figura 27: Análisis estadístico mediante análisis de matriz de componentes principales

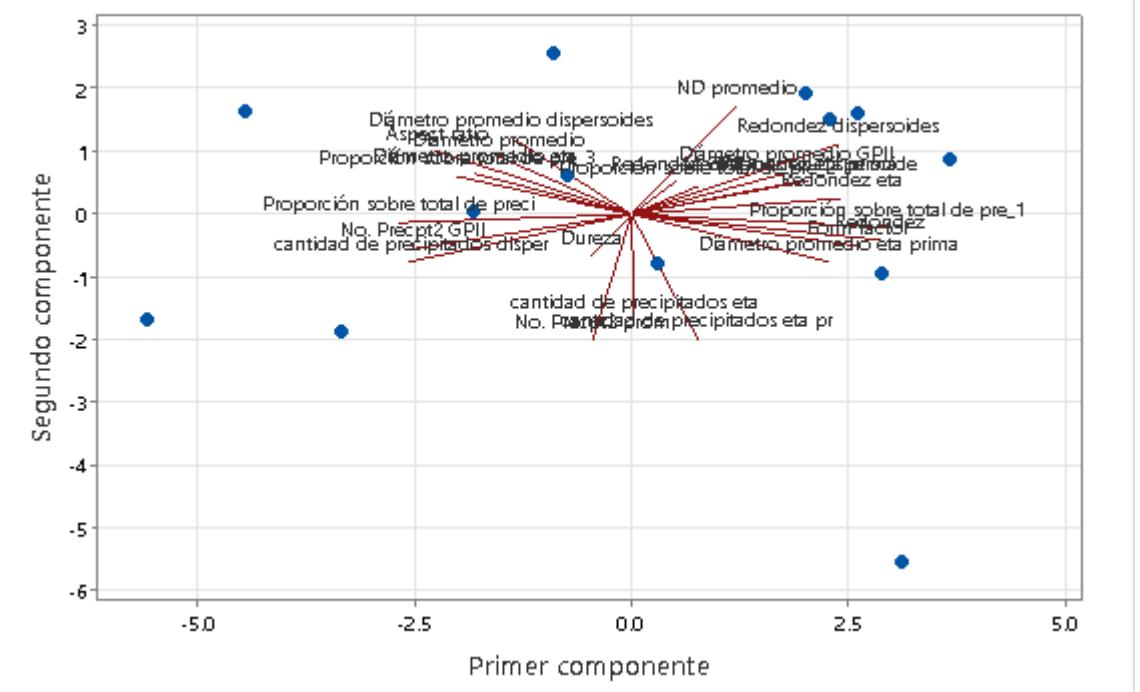


Figura 27: Análisis estadístico mediante análisis de matriz de componentes principales

Método

Tipo de Pearson
correlación

Número de filas 13
utilizadas:

Correlaciones

	No. Precpt 2 prom prom	Diámetro promedi o	ND promedio	Aspect ratio	Form factor	Redondez
Diámetro promedio	-0.090					
ND promedio	-0.768	0.154				
Aspect ratio	-0.278	0.624	0.207			
Form factor	-0.004	-0.587	0.070	-0.771		
Redondez	-0.017	-0.590	0.167	-0.770	0.928	
Dureza	0.480	0.252	-0.209	0.104	-0.121	-0.107
No.	0.262	0.014	-0.564	0.435	-0.529	-0.615
Precpt2 GPII						
Diámetro promedio GPII	-0.299	0.003	0.309	-0.554	0.381	0.429
Redondez GPII	-0.161	-0.113	0.067	-0.135	-0.028	0.062
Proporción sobre total de preci cantidad de precipitado s eta pr	0.097	0.124	-0.426	0.603	-0.621	-0.709
Diámetro promedio eta prima	0.884	-0.396	-0.609	-0.510	0.329	0.390
Redondez eta prima	0.249	-0.260	0.000	-0.771	0.720	0.757
Proporción sobre total de pre_1 cantidad de precipitado s eta	-0.255	0.026	0.491	-0.247	0.617	0.619
Diámetro promedio	-0.087	-0.633	0.285	-0.739	0.777	0.906
Diámetro promedio	0.904	0.117	-0.541	-0.312	0.030	0.024
Diámetro promedio	-0.055	0.700	-0.123	0.463	-0.547	-0.507

eta						
Redondez eta	-0.099	-0.014	0.376	-0.460	0.680	0.751
Proporción sobre total de pre_2 cantidad de precipitados dispersos	-0.030	0.576	0.337	-0.072	0.052	0.037
Diámetro promedio dispersoideos	0.418	0.346	-0.612	0.311	-0.551	-0.678
Redondez dispersoideos	-0.281	0.719	0.092	0.530	-0.576	-0.555
Mediciones sin dispersoideos	-0.540	-0.179	0.668	-0.281	0.525	0.611
Proporción sobre total de pre_3	-0.360	-0.557	0.474	-0.374	0.383	0.563

Dureza	No. Precpt2 GPII	No. Diámetro promedio		Proporción cantidad de precipitados		
		2 GPII	o GPII	Redondez GPII	sobre total de preci	eta pr
Diámetro promedio ND						
Aspect ratio						
Form factor						
Redondez						
Dureza						
No. Precpt2 GPII	0.140					
Diámetro promedio GPII	-0.054	-0.683				
Redondez GPII	-0.361	-0.040	0.169			
Proporción sobre total de preci	0.126	0.973	-0.673	-0.046		
cantidad de precipitados eta pr	0.431	0.008	-0.168	-0.074	-0.167	

Diámetro promedio eta prima	-0.163	-0.632	0.408	0.068	-0.775	0.453
Redondez eta prima	0.306	-0.591	0.373	-0.165	-0.565	0.001
Proporción sobre total de pre_1	-0.140	-0.730	0.525	0.154	-0.790	0.340
cantidad de precipitados eta	0.462	-0.078	-0.077	-0.186	-0.219	0.783
Diámetro promedio eta	0.311	0.419	-0.043	-0.012	0.467	-0.305
Redondez eta	0.317	-0.743	0.606	-0.025	-0.750	0.196
Proporción sobre total de pre_2	-0.018	-0.687	0.444	-0.107	-0.658	-0.128
cantidad de precipitados dispersos	0.168	0.720	-0.477	-0.249	0.659	0.042
Diámetro promedio dispersoideos	0.230	0.145	0.231	0.293	0.286	-0.484
Redondez dispersoideos	-0.240	-0.683	0.454	0.497	-0.631	-0.201
Mediciones sin dispersoideos	-0.307	-0.285	0.236	0.523	-0.310	-0.025
Proporción sobre total de pre_3	-0.085	0.338	-0.191	-0.243	0.393	-0.506

	Proporción					
	Diámetro promedio	Redondez	n cantidad de	Diámetro		
	eta prima	eta prima	sobre total	precipitados	promedio	o eta
			de pre_1		eta	
Diámetro promedio ND						
promedio						
Aspect ratio						
Form factor						
Redondez						
Dureza						

	Redondez eta	Proporció n	cantidad de	Diámetro promedio	Redondez dispersoide
No. Precpt2					
GPII					
Diámetro promedio					
GPII					
Redondez					
GPII					
Proporción sobre total de preci cantidad de precipitados					
eta pr					
Diámetro promedio					
eta prima					
Redondez	0.393				
eta prima					
Proporción sobre total de pre_1	0.628	0.504			
cantidad de precipitados	0.444	-0.073	-0.005		
eta					
Diámetro promedio	-0.449	-0.060	-0.612	-0.101	
eta					
Redondez	0.572	0.881	0.677	0.095	-0.107
eta					
Proporción sobre total de pre_2	0.485	0.303	0.058	0.384	-0.013
cantidad de precipitados	-0.298	-0.603	-0.807	0.306	0.466
disper					
Diámetro promedio	-0.515	-0.094	-0.499	-0.225	0.695
dispersoides					
Redondez	0.362	0.676	0.670	-0.370	-0.271
dispersoides					
Mediciones sin	0.221	0.312	0.654	-0.408	-0.297
dispersoide					
Proporción sobre total de pre_3	-0.269	-0.310	-0.711	-0.163	0.495

	sobre precipitado dispersoide			
	total	s	s	s
de pre_2		disper		
Diámetro promedio				
ND				
promedio				
Aspect ratio				
Form factor				
Redondez				
Dureza				
No.				
Precpt2				
GPII				
Diámetro promedio				
GPII				
Redondez				
GPII				
Proporción sobre total de preci				
cantidad de				
precipitado				
s eta pr				
Diámetro promedio eta prima				
Redondez eta prima				
Proporción sobre total de pre_1				
cantidad de				
precipitado				
s eta				
Diámetro promedio eta				
Redondez eta				
Proporción sobre total de pre_2	0.391			
cantidad	-0.657	-0.096		

de precipitado s disper s	-0.035	0.149	0.147		
Diámetro promedio dispersoide s					
Redondez dispersoide s	0.666	0.205	-0.831	-0.022	
Mediciones sin dispersoide	0.304	-0.293	-0.695	-0.288	0.718
Proporción sobre total de pre_3	-0.402	0.199	0.719	0.369	-0.439

**Medicione
s
sin
dispersoid
e**

Diámetro promedio
ND
promedio
Aspect ratio
Form factor
Redondez
Dureza
No. Precpt2
GPII
Diámetro promedio
GPII
Redondez
GPII
Proporción sobre total de preci
cantidad de precipitados
eta pr
Diámetro promedio
eta prima
Redondez
eta prima
Proporción

sobre total	
de pre_1	
cantidad de	
precipitados	
eta	
Diámetro	
promedio	
eta	
Redondez	
eta	
Proporción	
sobre total	
de pre_2	
cantidad de	
precipitados	
disper	
Diámetro	
promedio	
dispersoides	
Redondez	
dispersoides	
Mediciones	
sin	
dispersoide	
Proporción	-0.619
sobre total	
de pre_3	

* NOTA * Se excedió el número máximo de filas o columnas para
MATRIXPLOT.

Figura 28: Análisis estadístico mediante análisis de matriz de correlación de Pearson

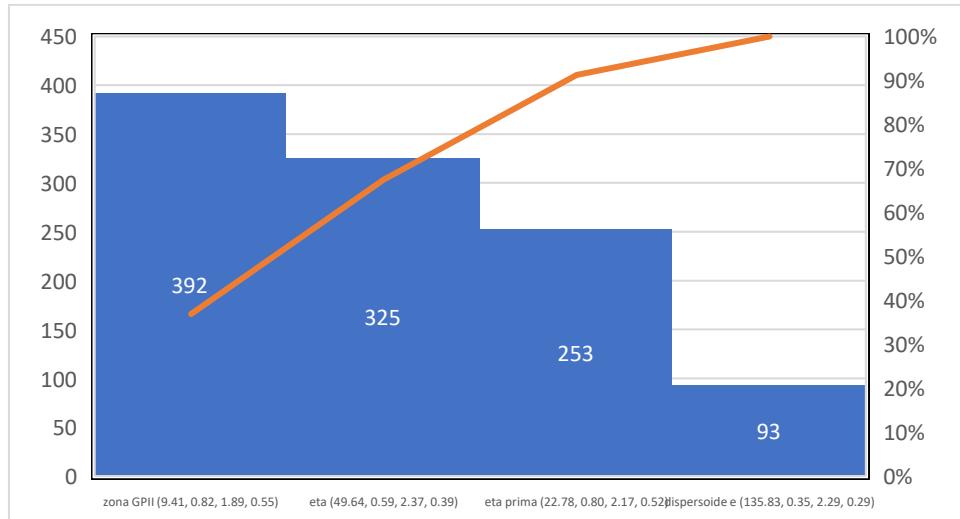


Figura 29: Diagrama de distribución de los precipitados bajo la condición blanco T6 (las dimensiones que se muestran por imagen son diámetro en nm, factor de forma, razón de aspecto y redondez)

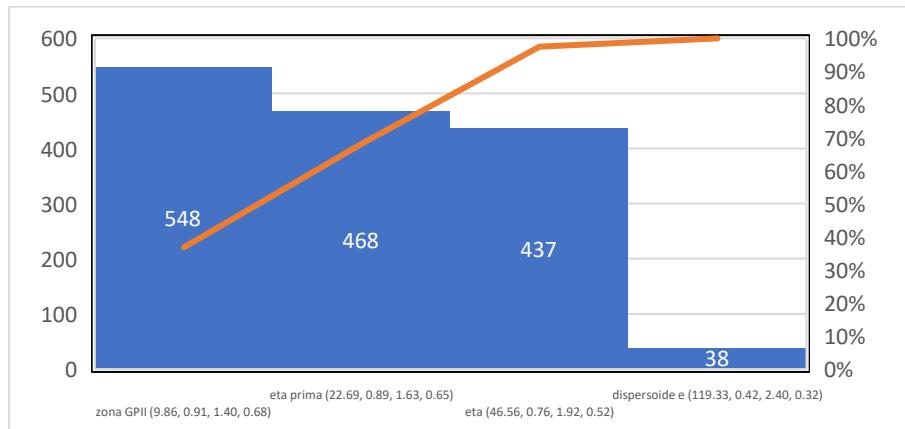


Figura 30: Diagrama de distribución de los precipitados bajo envejecimiento natural T4 (las dimensiones que se muestran por imagen son diámetro en nm, factor de forma, razón de aspecto y redondez)

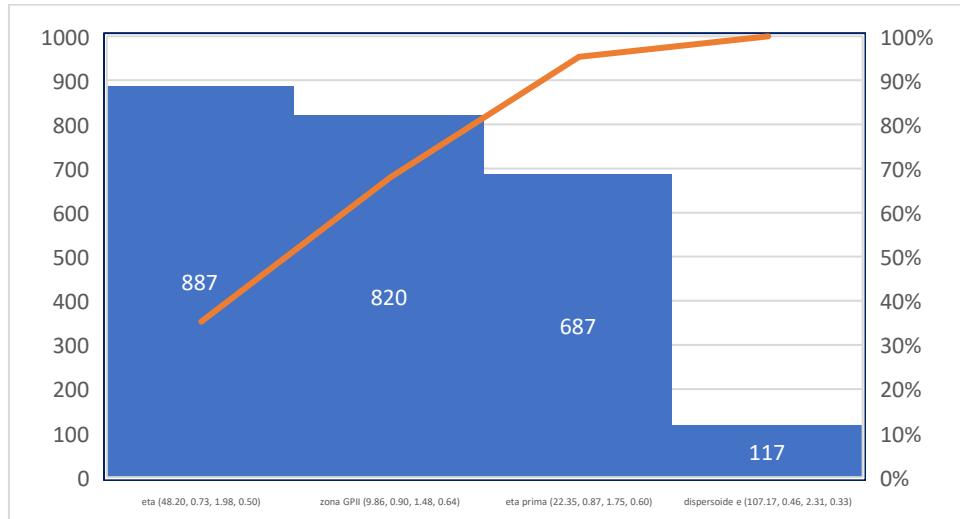


Figura 31: Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T1t1 (las dimensiones que se muestran por imagen son diámetro en nm, factor de forma, razón de aspecto y redondez)

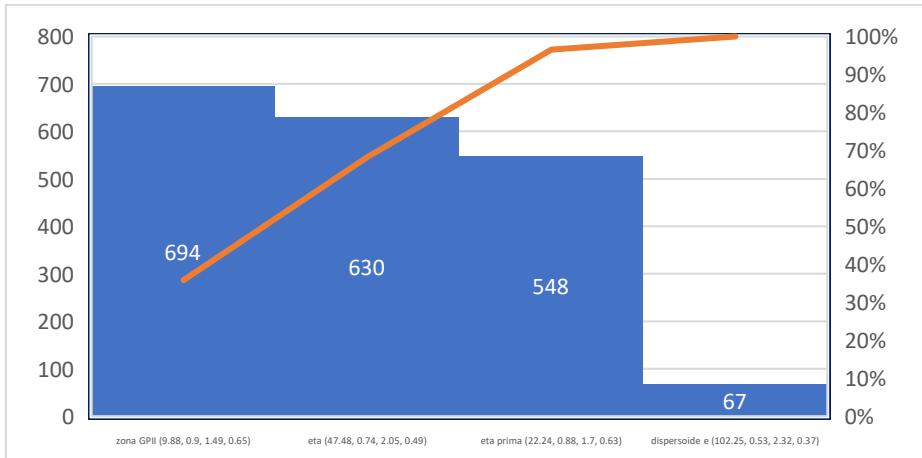


Figura 32: Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T2t1 (las dimensiones que se muestran por imagen son diámetro en nm, factor de forma, razón de aspecto y redondez)

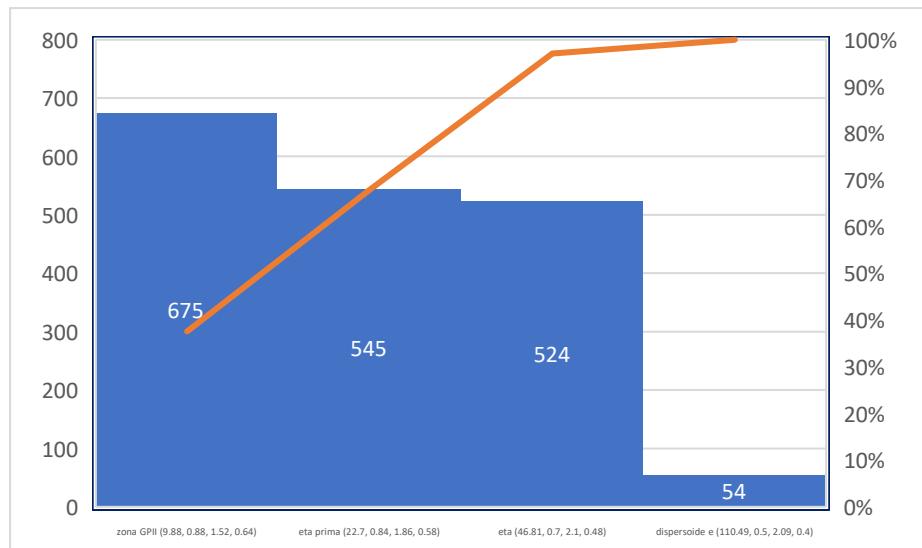


Figura 33: Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T3t1 (las dimensiones que se muestran por imagen son diámetro en nm, factor de forma, razón de aspecto y redondez)

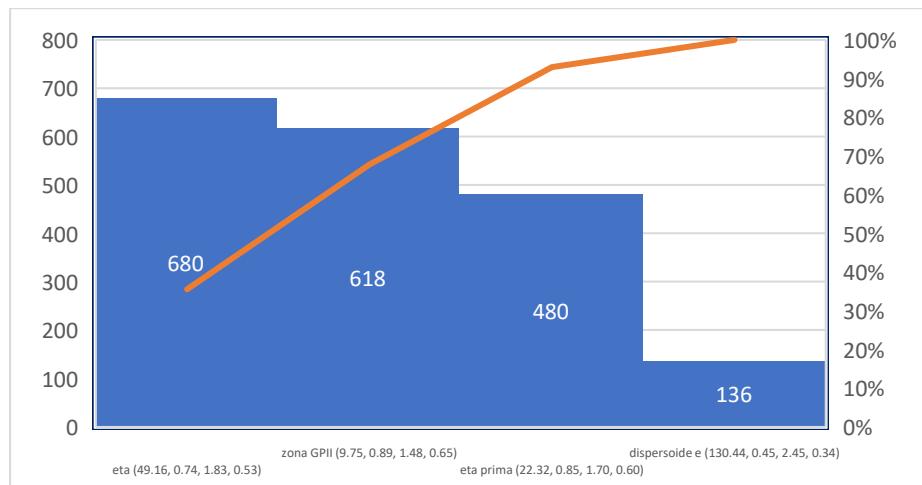


Figura 34: Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T1t2 (las dimensiones que se muestran por imagen son diámetro en nm, factor de forma, razón de aspecto y redondez)

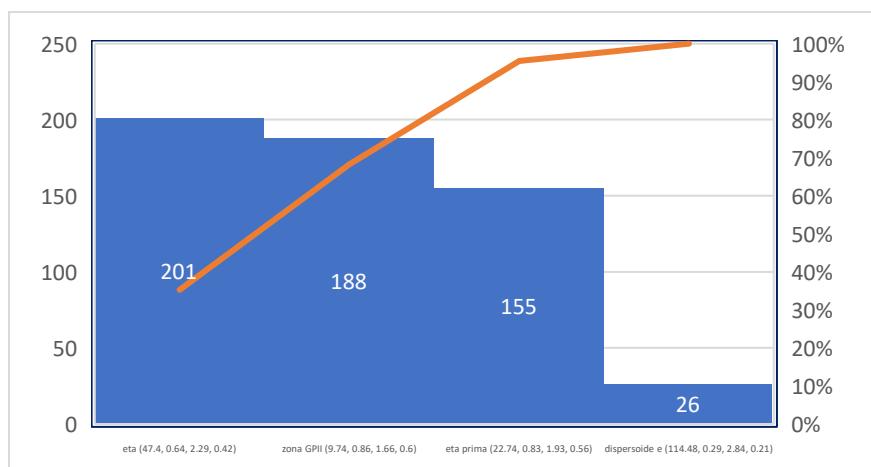


Figura 35: Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T2t2 (las dimensiones que se muestran por imagen son diámetro en nm, factor de forma, razón de aspecto y redondez)

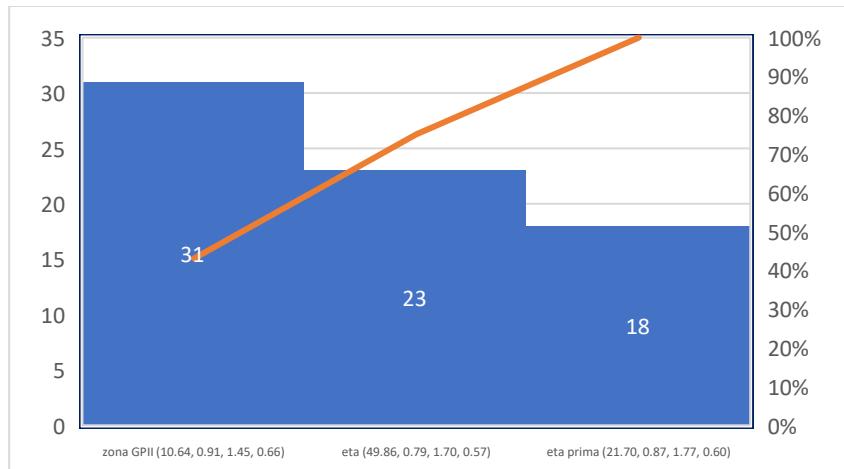


Figura 36: Diagrama de distribución de los precipitados bajo retrogradación (las dimensiones que se muestran por imagen son diámetro en nm, factor de forma, razón de aspecto y redondez)

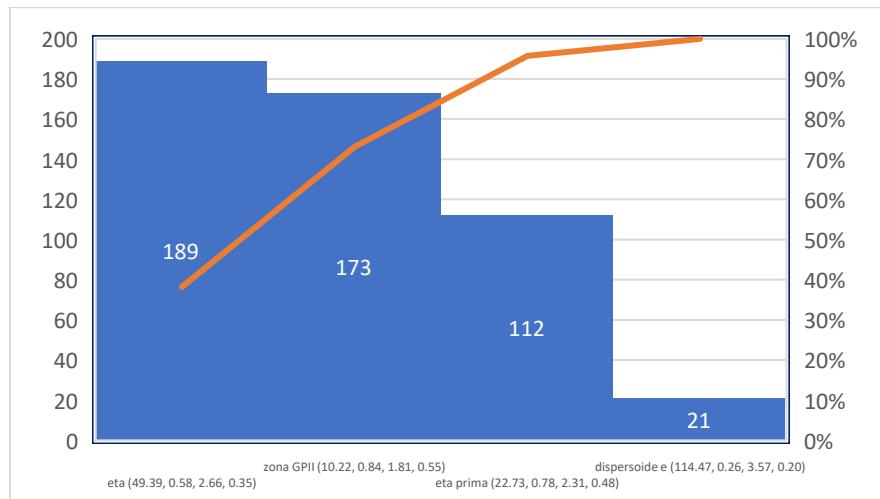


Figura 37: Diagrama de distribución de los precipitados bajo el primer paso del segundo envejecido (las dimensiones que se muestran por imagen son diámetro en nm, factor de forma, razón de aspecto y redondez)

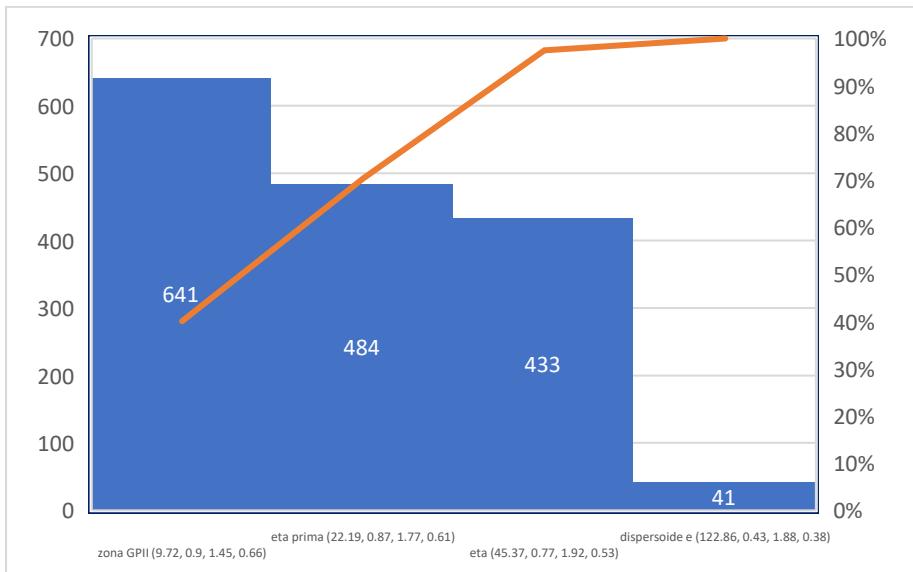


Figura 38: Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T3t2 (las dimensiones que se muestran por imagen son diámetro en nm, factor de forma, razón de aspecto y redondez)

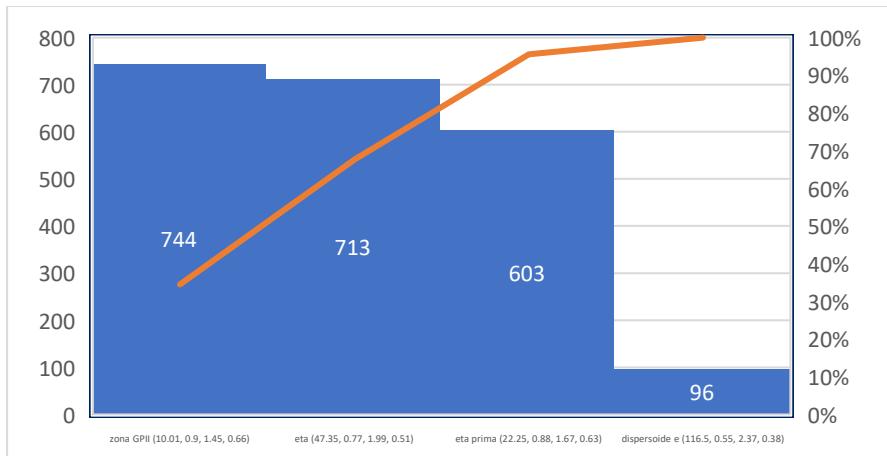


Figura 39: Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T1t3 (las dimensiones que se muestran por imagen son diámetro en nm, factor de forma, razón de aspecto y redondez)

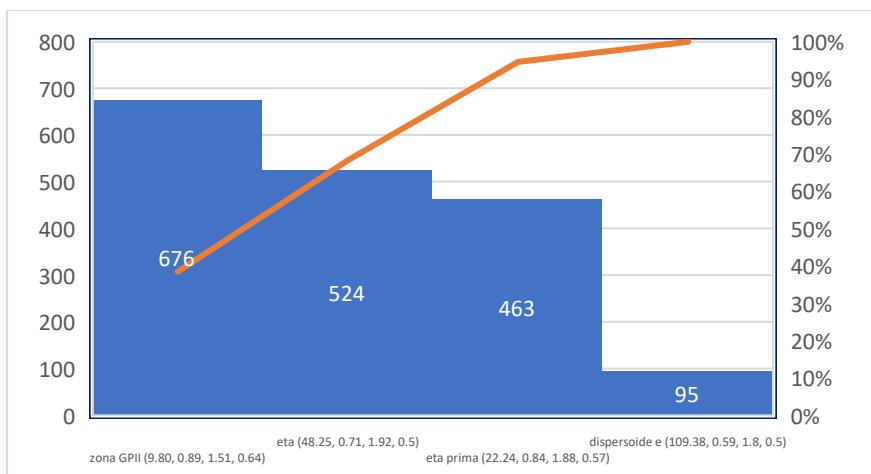


Figura 40: Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T2t3 (las dimensiones que se muestran por imagen son diámetro en nm, factor de forma, razón de aspecto y redondez)

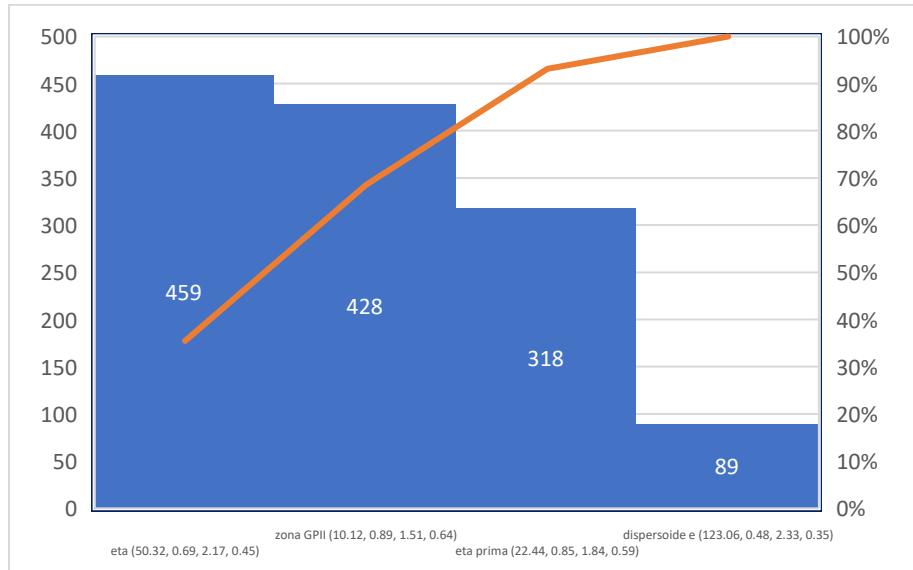


Figura 41: Diagrama de distribución de los precipitados bajo RRA T3t3 (las dimensiones que se muestran por imagen son diámetro en nm, factor de forma, razón de aspecto y redondez)

Modelo lineal general: Promedio dureza vs. Tiempo, temperatura

Método

Codificación (-1, 0, de factores +1)

Información del factor

Factor Tipo Niveles Valores

Tiempo	Fijo	3	2, 32, 62
temperatura	Fijo	3	180, 210, 240

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC	MC	Valor	Valor
		Ajust.	Ajust.	F	p
Tiempo	2	250.689	125.345	3.40	0.137
temperatura	2	95.871	47.935	1.30	0.367
Error	4	147.396	36.849		
Total	8	493.956			

Resumen del modelo

S	R- cuadrado	R- cuadrado(ajustado)	R- cuadrado	
			(pred)	
6.07033	70.16%	40.32%	0.00%	

Coeficientes

Término	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	Valor FIV
Constante	85.3111	2.02344	42.16	0.000	
Tiempo					
2	5.2456	2.86158	1.83	0.141	1.33
32	1.9756	2.86158	0.69	0.528	1.33
temperatura					
180	4.5622	2.86158	1.59	0.186	1.33
210	-1.6744	2.86158	-0.59	0.590	1.33

Ecuación de regresión

$$\begin{aligned}
 \text{Promedio} = & 85.31 + 5.25 \text{ Tiempo_2} \\
 \text{dureza} = & + 1.98 \text{ Tiempo_32} - 7.22 \text{ Tiempo_62} \\
 & + 4.56 \text{ temperatura_180} - \\
 & 1.67 \text{ temperatura_210} - \\
 & 2.89 \text{ temperatura_240}
 \end{aligned}$$

Figura 42: Análisis estadístico ANOVA de la distancia entre vecinos con las condiciones de tratamiento térmico

Modelo lineal general: Promedio ND vs. Tiempo, temperatura

Método

Codificación (-1, 0, de factores +1)

Información del factor

Factor	Tipo	Niveles	Valores
Tiempo	Fijo	3	2, 32, 62

temperatura Fijo 3 180,
210,
240

Análisis de Varianza

Fuente	SC GL	MC		Valor F	Valor p
		Ajust.	Ajust.		
Tiempo	2	207.7	103.8	0.92	0.469
temperatura	2	312.0	156.0	1.38	0.349
Error	4	451.1	112.8		
Total	8	970.8			

Resumen del modelo

S	R- cuadrado	R- cuadrado cuadrado(ajustado)	R- cuadrado (pred)
10.6200	53.53%	7.06%	0.00%

Coeficientes

Término	Coef	EE del coef.	Valor		Valor FIV
			T	p	
Constante	98.28	3.54	27.76	0.000	
Tiempo					
2	-3.38	5.01	-0.68	0.536	1.33
32	-3.41	5.01	-0.68	0.533	1.33
temperatura					
180	-1.60	5.01	-0.32	0.765	1.33
210	-6.28	5.01	-1.25	0.278	1.33

Ecuación de regresión

$$\begin{aligned}
 \text{Promedio} &= 98.28 - 3.38 \text{ Tiempo}_2 - 3.41 \text{ Tiempo}_32 \\
 \text{ND} &+ 6.79 \text{ Tiempo}_62 - 1.60 \text{ temperatura}_180 \\
 &- 6.28 \text{ temperatura}_210 \\
 &+ 7.88 \text{ temperatura}_240
 \end{aligned}$$

Figura 43: Análisis estadístico ANOVA de la dureza con las condiciones de tratamiento térmico

Comparaciones para Promedio ND

Comparaciones por parejas de Tukey: Tiempo

Agrupar información utilizando el método de Tukey y una confianza de 95%

Tiempo N Media Agrupación

Tiempo	N	Media	Agrupación
62	3	105.070	A
2	3	94.893	A
32	3	94.867	A

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Comparaciones por parejas de Tukey: temperatura

Agrupar información utilizando el método de Tukey y una confianza de 95%

temperatura N Media Agrupación

temperatura	N	Media	Agrupación
240	3	106.153	A
180	3	96.677	A
210	3	92.000	A

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Figura 44: Análisis estadístico post hoc Tukey de comparación de medias de la distancia entre vecinos con las condiciones de tratamiento térmico

Comparaciones para Promedio dureza

Comparaciones por parejas de Tukey: Tiempo

Agrupar información utilizando el método de Tukey y una confianza de 95%

Tiempo N Media Agrupación

Tiempo	N	Media	Agrupación
2	3	90.5567	A
32	3	87.2867	A
62	3	78.0900	A

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Comparaciones por parejas de Tukey: temperatura

Agrupar información utilizando el método de Tukey y una confianza de 95%

temperatura	N	Media	Agrupación
180	3	89.8733	A
210	3	83.6367	A
240	3	82.4233	A

Las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes.

Figura 45: Análisis estadístico post hoc Tukey de comparación de medias de la distancia entre vecinos con las condiciones de tratamiento térmico

Modelo lineal general: Promedio dureza, Proporción del total de preci_2 vs. Tiempo, temperatura

Información del factor

Factor	Tipos	Niveles	Valores
Tiempo	Fijo	3	2, 32, 62
temperatura	Fijo	3	180, 210, 240

Análisis de varianza para Promedio dureza, utilizando SC ajustada para pruebas

Fuente	GL	SC	SC	MC		
		Sec.	Ajust.	Ajust.	F	P
Tiempo	2	250.69	250.69	125.34	3.40	0.137
temperatura	2	95.87	95.87	47.94	1.30	0.367
Error	4	147.40	147.40	36.85		
Total	8	493.96				

Resumen del modelo

R- R-
S cuadrado cuadrado(ajustado)

6.07033 70.16% 40.32%

**Análisis de varianza para Proporción del total de preci_2, utilizando SC
ajustada para pruebas**

Fuente	GL	SC		MC		F	P
		SC	Sec.	Ajust.	Ajust.		
Tiempo	2	0.000033	0.000033	0.000017	0.01	0.988	
temperatura	2	0.002494	0.002494	0.001247	0.88	0.481	
Error	4	0.005652	0.005652	0.001413			
Total	8	0.008179					

Resumen del modelo

R- R-
S cuadrado cuadrado(ajustado)

0.0375895 30.90% 0.00%

Pruebas MANOVA para Tiempo

Criterio	Estadística de prueba	GL			P
		F	Núm	Denom	
De Wilks	0.28271	1.321	4	6	0.362
Lawley- Hotelling	2.53422	1.267	4		0.412
De Pillai	0.71812	1.120	4	8	0.411
De Roy	2.53305				

$s = 2$ $m = -0.5$ $n = 0.5$

Análisis de valores y vectores propios para Tiempo

Valor propio 2.5331 0.00116

Proporción 0.9995 0.00046

Acumulada 0.9995 1.00000

Vector propio 1 2

Promedio dureza 0.1037 0.0045

Proporción del total de 9.6070 13.7288
preci_2

Pruebas MANOVA para temperatura

Criterio	Estadística de prueba	F	GL		P
			Núm	Denom	
De Wilks	0.26615	1.408	4	6	0.337
Lawley- Hotelling	2.70437	1.352	4		0.389
De Pillai	0.74793	1.195	4	8	0.383
De Roy	2.68466				

$s = 2$ $m = -0.5$ $n = 0.5$

Análisis de valores y vectores propios para temperatura

Valor propio 2.6847 0.01971

Proporción 0.9927 0.00729

Acumulada 0.9927 1.00000

Vector propio	1	2
Promedio dureza	0.0952	0.041
Proporción del total de preci_2	14.6398 -	8.152

Figura 46: Análisis estadístico MANOVA de la dureza con la proporción de precipitados n' con las condiciones de tratamiento térmico

Modelo lineal general: Dureza, ND promedio vs. Tiempo, temperatura

Información del factor

Factor	Tipo	Niveles	Valores
Tiempo	Fijo	3	2, 32, 62
temperatura	Fijo	3	180, 210,

Análisis de varianza para Dureza, utilizando SC ajustada para pruebas

Fuente	SC GL Sec.	SC Ajust.	MC Ajust.	F	P
Tiempo	2	856.4	540.9	270.45	4.02 0.021
temperatura	2	3268.4	3268.4	1634.18	24.28 0.000
Error		95	6395.1	6395.1	67.32
Total		99	10519.9		

Resumen del modelo

S	R- cuadrado	R- cuadrado(ajustado)
8.20470	39.21%	36.65%

Observaciones inusuales de Dureza

Obs	Dureza	EE de		Residuo		Residuo estándar
		Ajuste	ajuste	Residuo	Residuo	
15	31.70	91.73	1.74	-60.03	-7.49	R

R denota una observación con un residuo estandarizado grande.

Análisis de varianza para ND promedio, utilizando SC ajustada para pruebas

Fuente	SC GL Sec.	SC Ajust.	MC Ajust.	F	P
Tiempo	2	3292	3704	1852	1.68 0.192
temperatura	2	2573	2573	1286	1.16 0.316
Error		95	104944	104944	1105
Total		99	110808		

Resumen del modelo

S	R- cuadrado	R- cuadrado(ajustado)
33.2366	5.29%	1.30%

Observaciones inusuales de ND promedio

Obs	ND	Ajuste	EE de	Residuo	Residuo
-----	----	--------	-------	---------	---------

	promedio		ajuste		estándar	
39	228.73	107.09	6.26	121.64	3.73	R
51	155.96	88.21	7.53	67.75	2.09	R
82	212.98	101.57	7.50	111.41	3.44	R
87	222.85	101.82	7.74	121.03	3.74	R
104	228.41	104.28	7.75	124.13	3.84	R

R denota una observación con un residuo estandarizado grande.

Pruebas MANOVA para Tiempo

Criterio	Estadística de prueba	F	GL		P
			Núm	Denom	
De Wilks	0.89236	2.754	4	188	0.029
Lawley- Hotelling	0.11897	2.766	4	186	0.029
De Pillai	0.10912	2.741	4	190	0.030
De Roy	0.10292				

$$s = 2 \quad m = -0.5 \quad n = 46$$

Análisis de valores y vectores propios para Tiempo

Valor propio 0.1029 0.01606

Proporción 0.8650 0.13495

Acumulada 0.8650 1.00000

Vector propio 1 2

Dureza 0.011034 0.005886

ND promedio - 0.002742
0.001418

Pruebas MANOVA para temperatura

Criterio	Estadística de prueba	F	GL		P
			Núm	Denom	
De Wilks	0.65057	11.271	4	188	0.000
Lawley-	0.53331	12.399	4	186	0.000

Hotelling

De Pillai 0.35191 10.143 4 190 0.000

De Roy 0.52607

$s = 2$ $m = -0.5$ $n = 46$

Análisis de valores y vectores propios para temperatura

Valor propio 0.5261 0.00724

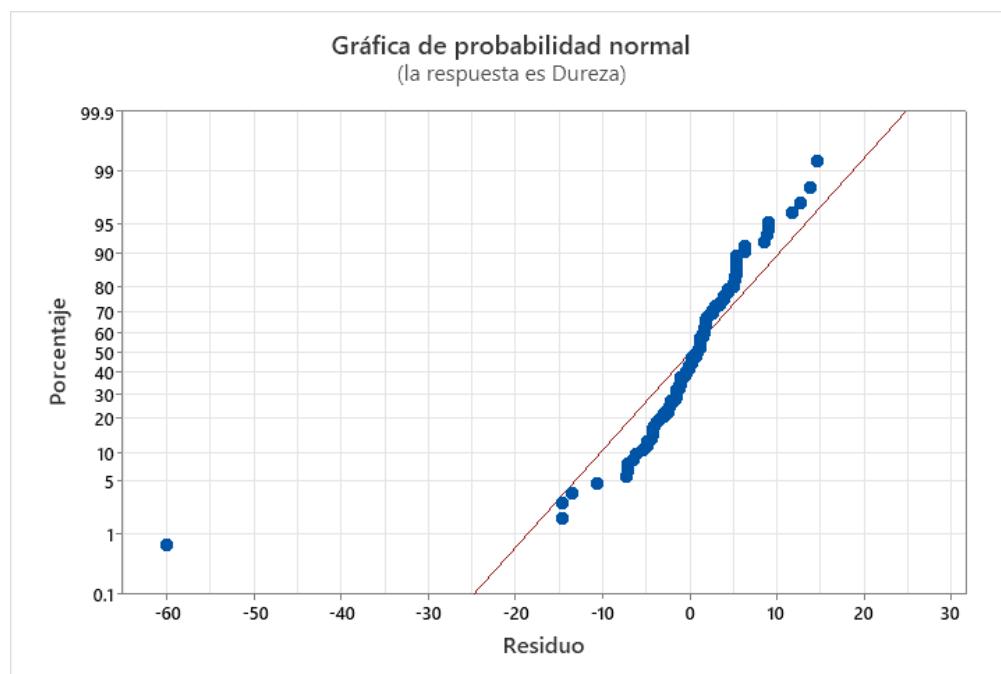
Proporción 0.9864 0.01358

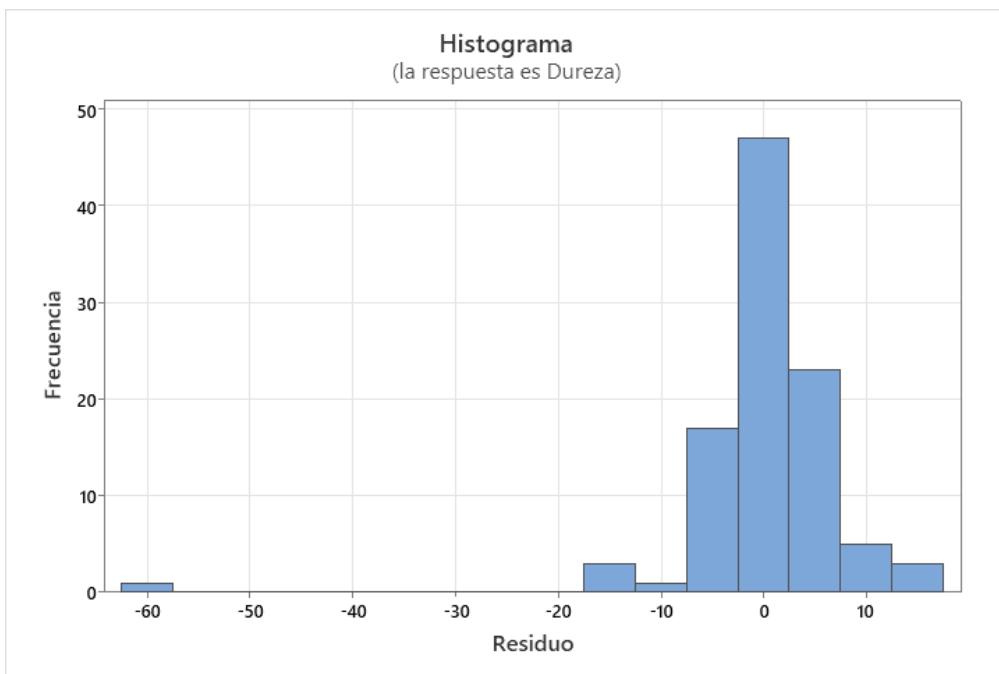
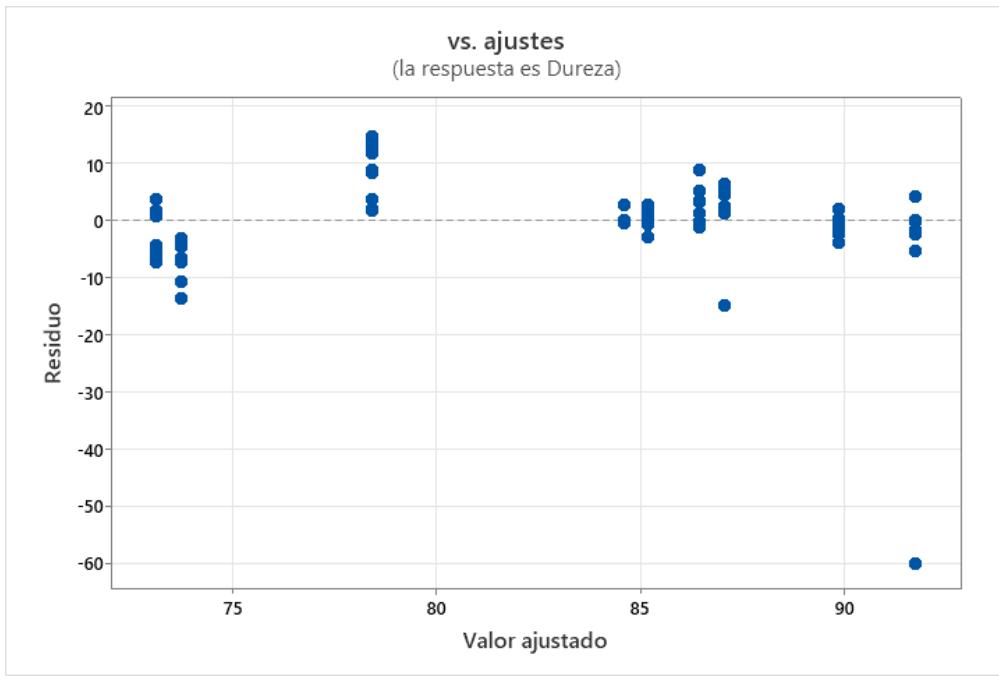
Acumulada 0.9864 1.00000

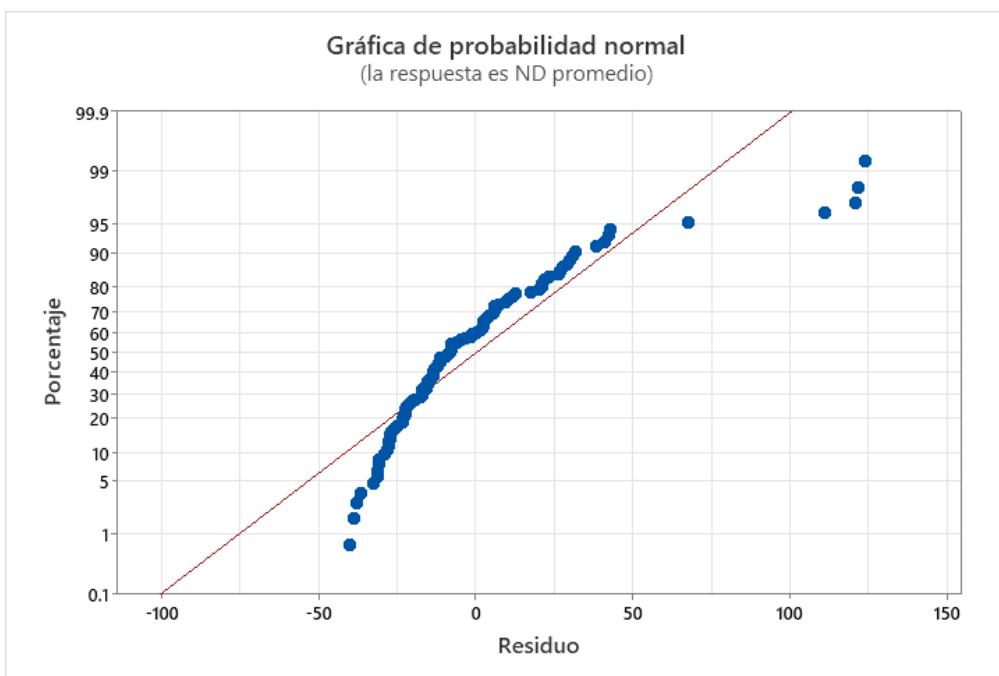
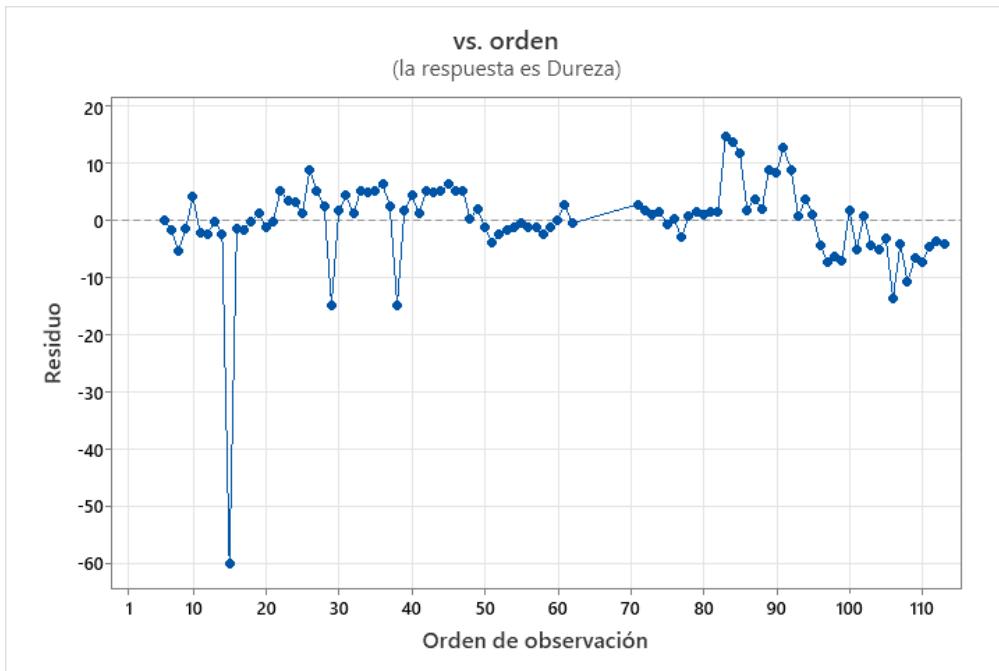
Vector propio 1 2

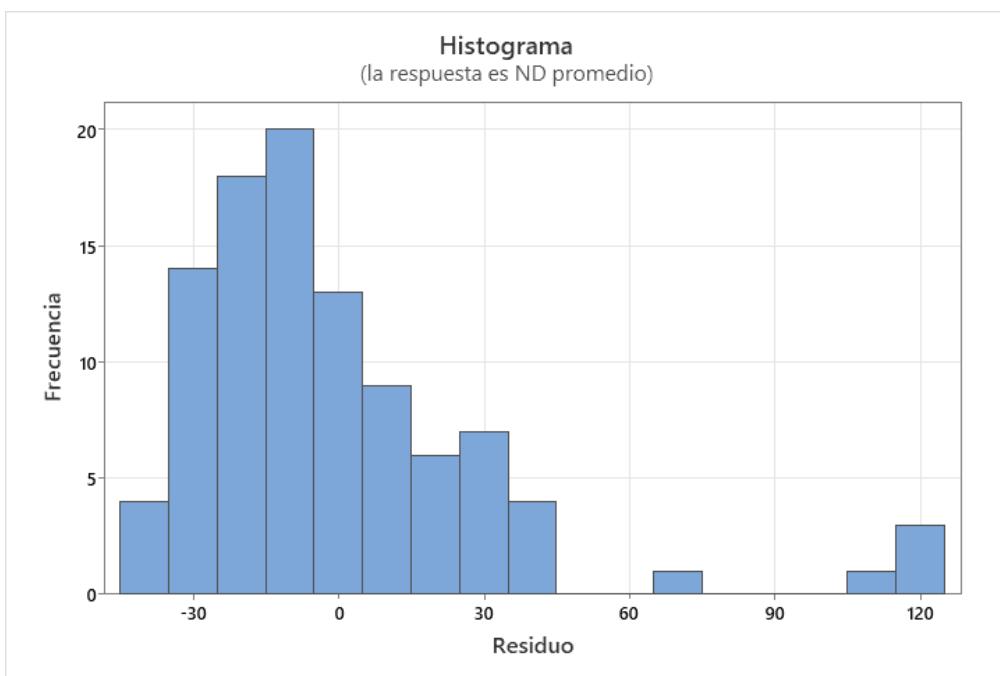
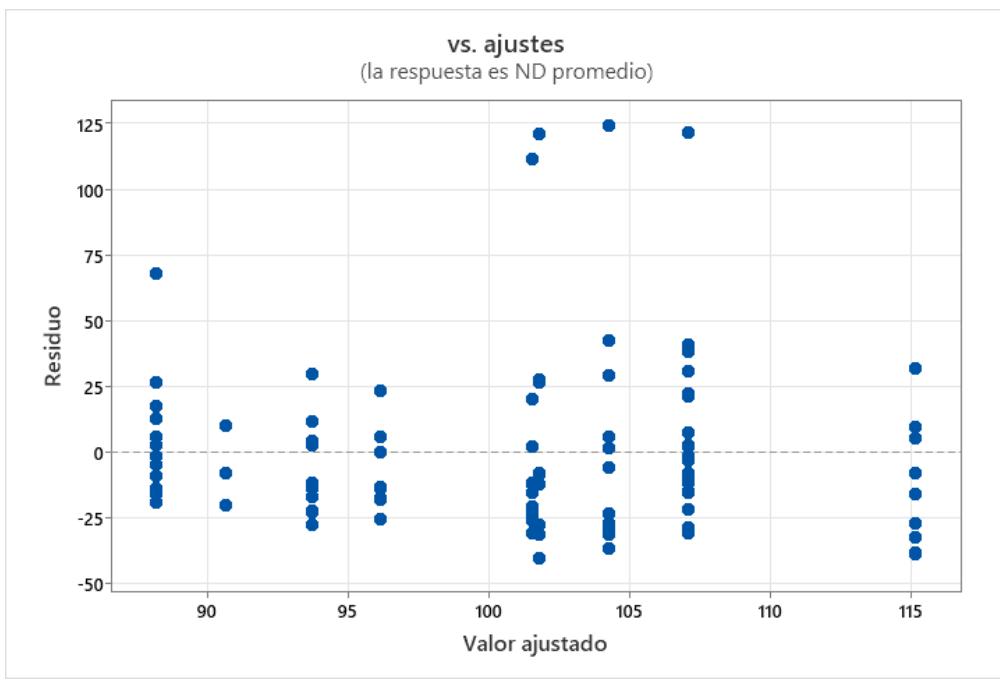
Dureza 0.012296 0.002282

ND promedio - 0.003042
0.000525









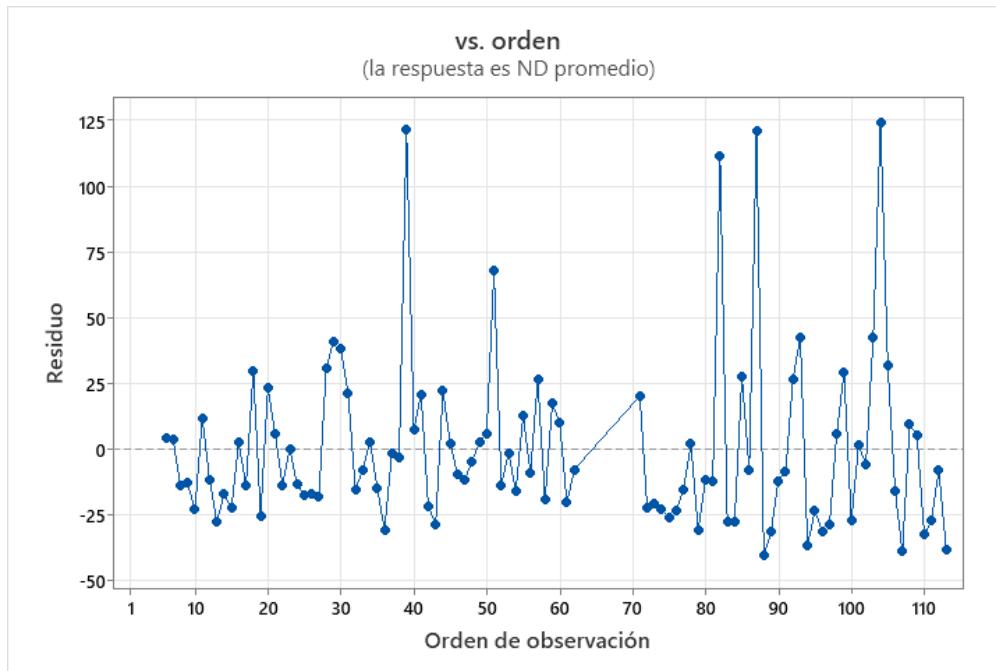


Figura 47: Análisis estadístico MANOVA de la dureza con la distancia entre vecinos con las condiciones de tratamiento térmico

Modelo lineal general: Dureza, Diámetro promedio_1, ND promedio_1 vs. Tiempo, temperatura

* ADVERTENCIA * No todas las variables de respuesta tienen el mismo patrón de valores faltantes. Obtendrá resultados univariantes diferentes si ejecuta este comando por separado para cada una de estas variables de respuesta.

Información del factor

Factor	Tipo	Niveles	Valores
Tiempo	Fijo	3	2, 32, 62
temperatura	Fijo	3	180, 210, 240

Análisis de varianza para Dureza, utilizando SC ajustada para pruebas

Fuente	GL	SC	SC	MC	F	P
		Sec.	Ajust.	Ajust.		
rugosidad	1	741.88	256.97	256.97	13.57	0.063
Redondez_2	1	107.61	290.11	290.11	14.03	0.048

Redondez_3	1	639.15	128.26	128.258	1.78	0.186
Diámetro	1	11.49	40.75	40.754	0.57	0.454
promedio_3						
Diámetro	1	278.34	80.41	80.413	1.12	0.294
promedio_2						
Form factor	1	16.56	0.44	0.437	0.01	0.938
Aspect ratio	1	10.75	0.39	0.386	0.01	0.942
Tiempo	2	711.71	517.91	258.953	3.60	0.032
temperatura	2	1566.70	1566.70	783.351	10.88	0.000
Error		76	5469.80	5469.80	71.971	
Total		87	9554.00			

Resumen del modelo

S	R- cuadrado	R- cuadrado(ajustado)
8.48357	42.75%	34.46%

Coeficientes

Término	Coef	SE Coef	T	P
Constante	114.6	40.9	2.80	0.006
rugosidad	-0.000772	0.000409	-1.89	0.063
Redondez_2	-68.1	33.9	-2.01	0.048
Redondez_3	32.0	24.0	1.33	0.186
Diámetro	-0.212	0.281	-0.75	0.454
promedio_3				
Diámetro	0.876	0.828	1.06	0.294
promedio_2				
Form factor	-0.9	11.6	-0.08	0.938
Aspect ratio	-0.61	8.33	-0.07	0.942

Observaciones inusuales de Dureza

Obs	Dureza	EE de Ajuste			Residuo		
		Ajuste	ajuste		Residuo	estándar	
10	31.70	87.32	2.39		-55.62	-6.83	R
43	90.19	89.05	8.24		1.14	0.56	X

R denota una observación con un residuo estandarizado grande.

X denota una observación cuyo valor *X* le concede gran apalancamiento.

Análisis de varianza para Diámetro promedio_1, utilizando SC ajustada para pruebas

Fuente	GL	SC Sec.	SC	MC	Ajust.	F	P
			Ajust.				
rugosidad	1	9.791	4.786	4.78631	1.40	0.241	
Redondez_2	1	4.335	2.874	2.87392	0.84	0.363	
Redondez_3	1	1.329	1.891	1.89141	0.55	0.460	
Diámetro promedio_3	1	4.291	5.200	5.20042	1.52	0.222	
Diámetro promedio_2	1	0.311	0.032	0.03233	0.01	0.923	
Form factor	1	0.714	4.938	4.93823	1.44	0.234	
Aspect ratio	1	3.396	4.312	4.31182	1.26	0.266	
Tiempo	2	2.423	2.817	1.40857	0.41	0.665	
temperatura	2	5.723	5.723	2.86166	0.83	0.438	
Error		76	260.516	260.516	3.42785		
Total		87	292.830				

Resumen del modelo

S	R-	R-
	cuadrado	cuadrado(ajustado)
1.85144	11.03%	0.00%

Coeficientes

Término	Coef	SE Coef	T	P
Constante	11.76	8.93	1.32	0.192
rugosidad	-	0.000089	-	0.241
	0.000105		1.18	

Redondez_2	-6.78	7.40	-	0.363
			0.92	
Redondez_3	3.88	5.23	0.74	0.460
Diámetro	-0.0756	0.0614	-	0.222
promedio_3			1.23	
Diámetro	-0.018	0.181	-	0.923
promedio_2			0.10	
Form factor	3.03	2.52	1.20	0.234
Aspect ratio	2.04	1.82	1.12	0.266

Observaciones inusuales de Diámetro promedio_1

Obs	Diámetro promedio_1	EE de Ajuste		Residuo			Residuo estandar
		ajuste	ajuste	-4.44	-2.62	R	
1	6.04	10.48	0.75	-4.44	-2.62	R	
6	18.80	11.68	0.58	7.11	4.05	R	
41	7.80	11.68	0.59	-3.88	-2.21	R	
43	12.16	11.80	1.80	0.36	0.81	X	
64	16.46	11.26	0.54	5.20	2.94	R	

R denota una observación con un residuo estandarizado grande.

X denota una observación cuyo valor X le concede gran apalancamiento.

Análisis de varianza para ND promedio_1, utilizando SC ajustada para pruebas

Fuente	GL	SC		MC			P
		SC	Sec.	Ajust.	Ajust.	F	
rugosidad	1	10163	5369	5369	0.07	0.794	
Redondez_2	1	255665	86996	86996	1.11	0.296	
Redondez_3	1	3184	28991	28991	0.37	0.545	
Diámetro	1	822462	955623	955623	12.19	0.001	
promedio_3							
Diámetro	1	40524	20995	20995	0.27	0.606	
promedio_2							
Form factor	1	17341	52974	52974	0.68	0.414	
Aspect ratio	1	115736	112245	112245	1.43	0.235	

Tiempo	2	323923	359446	179723	2.29	0.108
temperatura	2	123578	123578	61789	0.79	0.458
Error	76	5959185	5959185	78410		
Total	87	7671760				

Resumen del modelo

S	R- cuadrado	R- cuadrado(ajustado)
280.018	22.32%	11.08%

Coeficientes

Término	Coef	SE Coef	T	P
Constante	-125	1351	-	0.927
			0.09	
rugosidad	-	0.0135	-	0.794
	0.0035		0.26	
Redondez_2	1179	1119	1.05	0.296
Redondez_3	481	791	0.61	0.545
Diámetro	-32.43	9.29	-	0.001
promedio_3			3.49	
Diámetro	14.1	27.3	0.52	0.606
promedio_2				
Form factor	313	381	0.82	0.414
Aspect ratio	329	275	1.20	0.235

Observaciones inusuales de ND promedio_1

Obs	ND promedio_1		EE de Ajuste		Residuo	
			ajuste	ajuste	Residuo	estándar
13	1701	508	91	1193	4.50	R
39	1598	872	118	727	2.86	R
43	214	172	272	43	0.64	X
79	1647	571	91	1076	4.06	R
96	1245	703	139	542	2.23	R

R denota una observación con un residuo estandarizado grande.
X denota una observación cuyo valor *X* le concede gran apalancamiento.

Pruebas MANOVA para rugosidad

Criterio	Estadística de prueba	F	GL		
			Núm	Denom	P
De Wilks	0.92746	1.929	3	74	0.132
Lawley-Hotelling	0.07822	1.929	3	74	0.132
De Pillai	0.07254	1.929	3	74	0.132
De Roy	0.07822				

s = 1 *m* = 0.5 *n* = 36

Matriz SSCP (ajustada) para rugosidad

	Diámetro	ND	
Dureza	promedio_1	promedio_1	
Dureza	256.97	35.071	1174.54
Diámetro	35.07	4.786	160.30
promedio_1			
ND	1174.54	160.298	5368.50
promedio_1			

Matriz SSCP (ajustada) para error

	Diámetro	ND	
Dureza	promedio_1	promedio_1	
Dureza	5469.80	-211.23	104
Diámetro	-211.23	260.52	5565
promedio_1			
ND	103.58	5564.57	5959185
promedio_1			

Correlaciones parciales para la matriz SSCP de error

	Diámetro	ND	
Dureza	promedio_1	promedio_1	
Dureza	1.00000	-0.17695	0.00057
Diámetro	-	1.00000	0.14123
promedio_1	0.17695		

ND	0.00057	0.14123	1.00000
promedio_1			

Análisis de valores y vectores propios para rugosidad

Valor propio 0.07822 0.00000 0.00000

Proporción 1.00000 0.00000 0.00000

Acumulada 1.00000 1.00000 1.00000

Vector propio	1	2	3
---------------	---	---	---

Dureza	-0.01201	-	0.00666
		0.000557	

Diámetro	-0.03962	-	-
promedio_1		0.009782	0.04879

ND promedio_1	-0.00001	0.000414	0.00000
---------------	----------	----------	---------

Pruebas MANOVA para Redondez_2

Criterio	Estadística de prueba	GL		
		F	Núm	Denom P
De Wilks	0.91271	2.359	3	74 0.078
Lawley- Hotelling	0.09563	2.359	3	74 0.078
De Pillai	0.08729	2.359	3	74 0.078
De Roy	0.09563			

s = 1 m = 0.5 n = 36

Matriz SSCP (ajustada) para Redondez_2

	Diámetro	ND	
Dureza	290.11	28.875	-5023.8
promedio_1	28.87	2.874	-500.0
ND	-	-500.020	86996.4
promedio_1	5023.81		

Análisis de valores y vectores propios para Redondez_2

Valor 0.09563 0.00000 0.00000

propio

Proporción 1.00000 0.00000 0.00000

Acumulada 1.00000 1.00000 1.00000

Vector propio 1 2 3

Dureza	-0.01140	0.005577	0.00527
Diámetro	-0.03440	0.007737	-
promedio_1			0.05294

ND promedio_1 0.00019 0.000367 0.00000

Pruebas MANOVA para Redondez_3

Criterio	Estadística de prueba	GL		
		F	Núm	Denom P
De Wilks	0.96212	0.9713	74	0.411
Lawley- Hotelling	0.03937	0.9713	74	0.411
De Pillai	0.03788	0.9713	74	0.411
De Roy	0.03937			

s = 1 m = 0.5 n = 36

Matriz SSCP (ajustada) para Redondez_3

	Diámetro ND		
	Dureza	promedio_1	promedio_1
Dureza	128.26	15.575	1928.3
Diámetro	15.58	1.891	234.2
promedio_1			
ND	1928.29	234.166	28990.8
promedio_1			

Análisis de valores y vectores propios para Redondez_3

Valor propio 0.03937 0.00000 0.00000

Proporción 1.00000 0.00000 0.00000

Acumulada 1.00000 1.00000 1.00000

Vector propio 1 2 3

Dureza	-0.01174	-	0.00613	
		0.00368		
Diámetro	-0.03372	-	-	
promedio_1		0.01900	0.05048	

ND promedio_1 -0.00011 0.00040 0.00000

Pruebas MANOVA para Diámetro promedio_3

Criterio	Estadística de prueba	GL			
		F	Núm	Denom	P
De Wilks	0.84868	4.398	3	74	0.007
Lawley- Hotelling	0.17831	4.398	3	74	0.007
De Pillai	0.15132	4.398	3	74	0.007
De Roy	0.17831				

s = 1 m = 0.5 n = 36

Matriz SSCP (ajustada) para Diámetro promedio_3

	Diámetro	ND	
Dureza	promedio_1	promedio_1	
Dureza	40.75	14.56	6241
Diámetro	14.56	5.20	2229
promedio_1			
ND	6240.64	2229.27	955623
promedio_1			

Ánálisis de valores y vectores propios para Diámetro promedio_3

Valor propio 0.1783 0.00000 0.00000

Proporción 1.0000 0.00000 0.00000

Acumulada 1.0000 1.00000 1.00000

Vector propio 1 2 3

Dureza	0.003354	0.007911	0.01072
Diámetro	0.015461	0.053904	-
promedio_1			0.03002

ND promedio_1 0.000374 -0.000177 0.00000

Pruebas MANOVA para Diámetro promedio_2

Criterio	Estadística de prueba	F	GL		
			Núm	Denom	P
De Wilks	0.98211	0.4493	74		0.718
Lawley- Hotelling	0.01822	0.4493	74		0.718
De Pillai	0.01789	0.4493	74		0.718
De Roy	0.01822				

$s = 1$ $m = 0.5$ $n = 36$

Matriz SSCP (ajustada) para Diámetro promedio_2

	Diámetro ND		
	Dureza	promedio_1	promedio_1
Dureza	80.41	-1.6125	1299.3
Diámetro promedio_1	-1.61	0.0323	-26.1
ND promedio_1	1299.33	-26.0547	20994.7

Análisis de valores y vectores propios para Diámetro promedio_2

Valor propio	1	2	3
Dureza	-0.01218	-	-
		0.00624	0.00126
Diámetro promedio_1	-0.00094	-	-
		0.01058	0.06272
ND promedio_1	-0.00018	0.00037	0.00000

Pruebas MANOVA para Form factor

Criterio	Estadística de prueba	F	GL		
			Núm	Denom	P

De Wilks	0.97574	0.6133	74	0.609
Lawley- Hotelling	0.02486	0.6133	74	0.609
De Pillai	0.02426	0.6133	74	0.609
De Roy	0.02486			

$s = 1$ $m = 0.5$ $n = 36$

Matriz SSCP (ajustada) para Form factor

	Diámetro	ND	
Dureza	promedio_1	promedio_1	
Dureza	0.437	-1.468	-152.1
Diámetro promedio_1	-1.468	4.938	511.5
ND promedio_1	-	511.465	52973.8
	152.094		

Análisis de valores y vectores propios para Form factor

Valor propio 0.02486 0.00000 0.00000

Proporción 1.00000 0.00000 0.00000

Acumulada 1.00000 1.00000 1.00000

Vector propio 1 2 3

Dureza	-0.00119	-	0.013650	
		0.00106		
Diámetro promedio_1	-0.05085	-	0.004059	
		0.03799		
ND promedio_1	-0.00020	0.00036	0.000000	

Pruebas MANOVA para Aspect ratio

Criterio	Estadística de prueba	F	GL		
			Núm	Denom	P
De Wilks	0.96979	0.7683	74		0.515
Lawley- Hotelling	0.03115	0.7683	74		0.515
De Pillai	0.03021	0.7683	74		0.515

De Roy 0.03115

$s = 1$ $m = 0.5$ $n = 36$

Matriz SSCP (ajustada) para Aspect ratio

	Diámetro	ND	
Dureza	promedio_1	promedio_1	
Dureza	0.386	-1.290	-208
Diámetro	-1.290	4.312	696
promedio_1			
ND	-	695.687	112245
promedio_1	208.158		

Análisis de valores y vectores propios para Aspect ratio

Valor propio 0.03115 0.00000 0.00000

Proporción 1.00000 0.00000 0.00000

Acumulada 1.00000 1.00000 1.00000

Vector propio 1 2 3

Dureza	-0.00089	-	0.013650
		0.00132	
Diámetro	-0.03988	-	0.004084
promedio_1		0.04939	

ND promedio_1 -0.00028 0.00030 0.000000

Pruebas MANOVA para Tiempo

Criterio	Estadística de prueba	GL		
		F	Núm Denom	P
De Wilks	0.85860	1.954	6	148 0.076
Lawley-Hotelling	0.15883	1.932	6	146 0.079
De Pillai	0.14643	1.975	6	150 0.073
De Roy	0.10064			

$s = 2$ $m = 0$ $n = 36$

Matriz SSCP (ajustada) para Tiempo

	Diámetro	ND	
Dureza	promedio_1	promedio_1	
Dureza	517.91	-38.081	-2492
Diámetro	-38.08	2.817	106
promedio_1			
ND	-	106.171	359446
promedio_1	2492.48		

Análisis de valores y vectores propios para Tiempo

Valor propio 0.1006 0.05820 0.00000

Proporción 0.6336 0.36640 0.00000

Acumulada 0.6336 1.00000 1.00000

Vector propio	1	2	3
Dureza	-	-0.003197	-
	0.01255		0.00461
Diámetro	0.00673	0.013672	-
promedio_1			0.06176
ND promedio_1	0.00012	-0.000397	-
		0.00001	

Pruebas MANOVA para temperatura

Criterio	Estadística de prueba	GL		
		F	Núm Denom	P
De Wilks	0.72537	4.295	6	148 0.001
Lawley- Hotelling	0.37151	4.520	6	146 0.000
De Pillai	0.27978	4.066	6	150 0.001
De Roy	0.35130			

s = 2 m = 0 n = 36

Matriz SSCP (ajustada) para temperatura

	Diámetro	ND	
Dureza	promedio_1	promedio_1	
Dureza	1566.70	94.668	-2425

Diámetro	94.67	5.723	-128
promedio_1			
ND	-	-127.629	123578
promedio_1	2424.92		

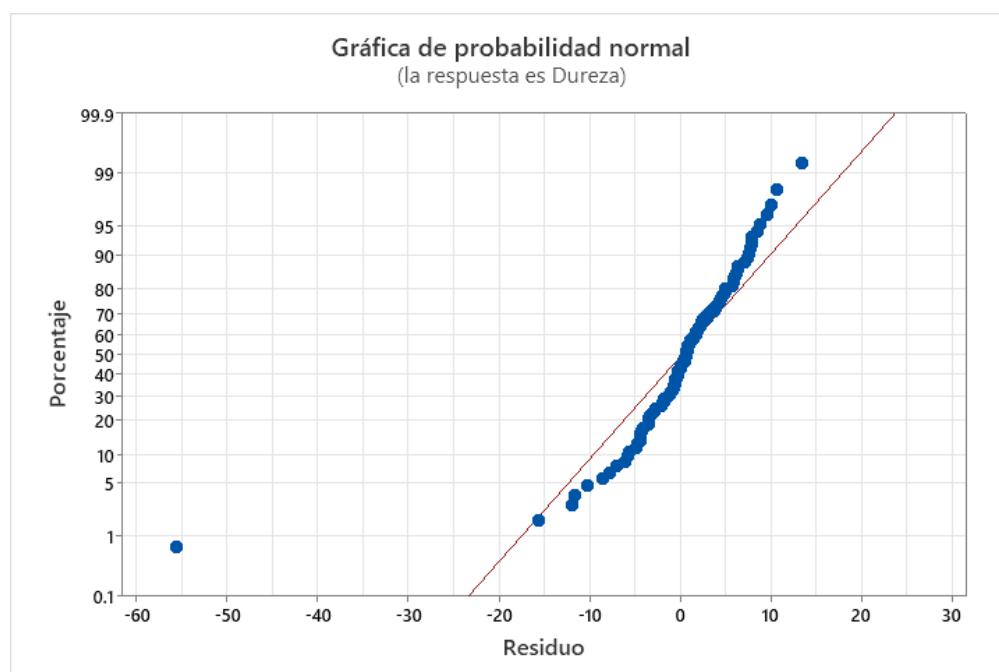
Análisis de valores y vectores propios para temperatura

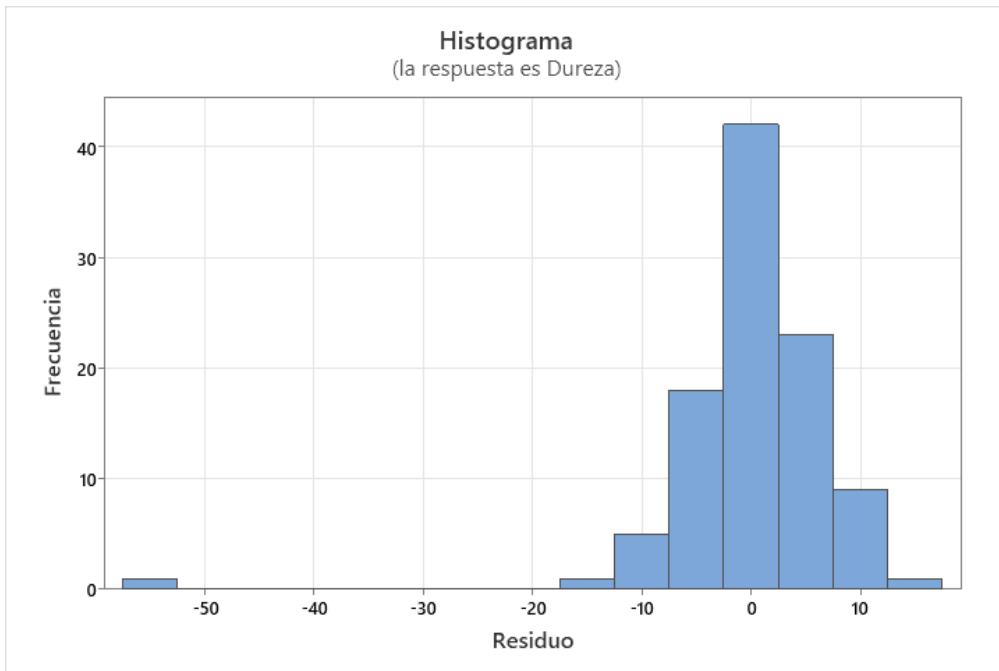
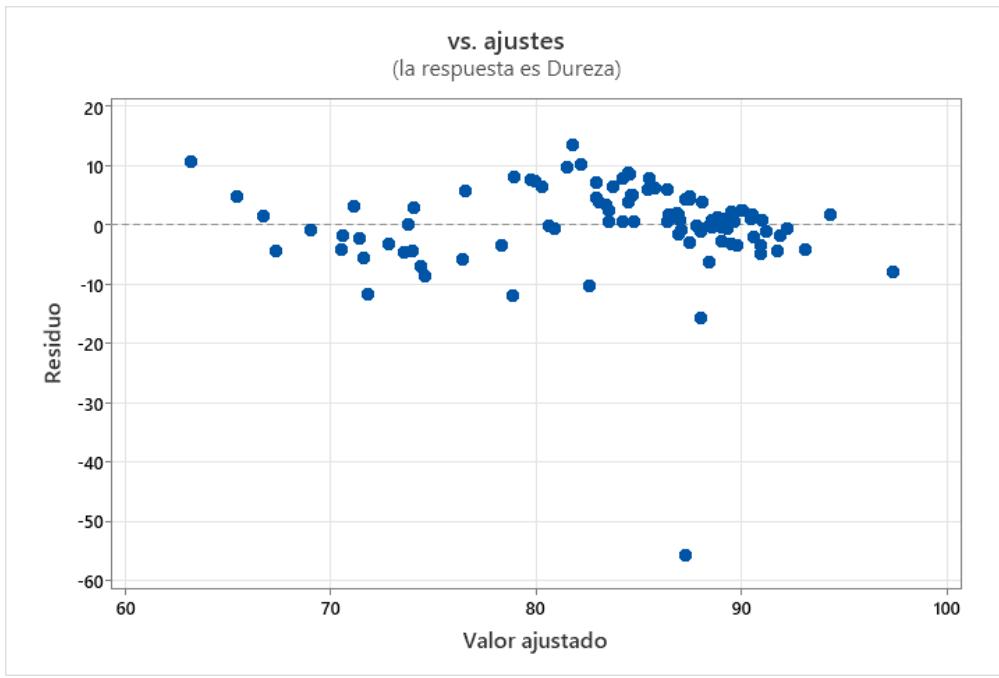
Valor propio 0.3513 0.02021 0.00000

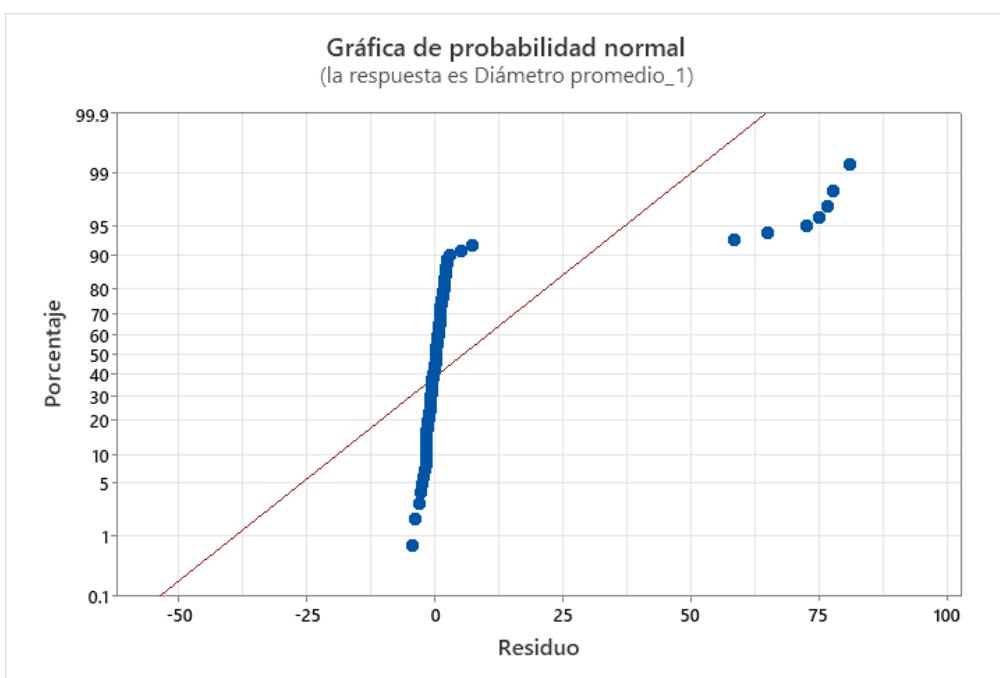
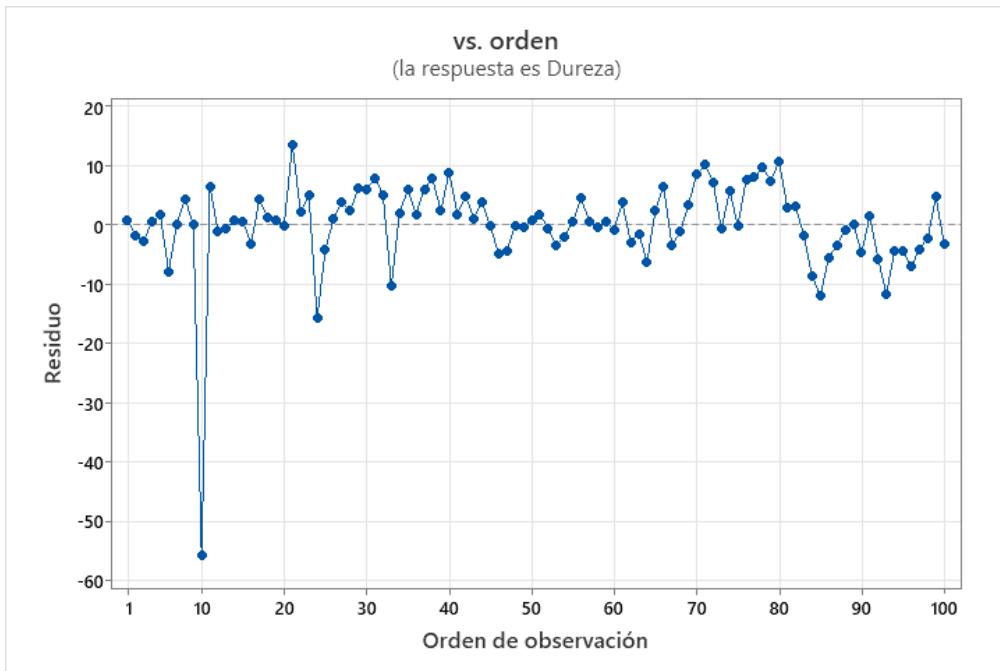
Proporción 0.9456 0.05440 0.00000

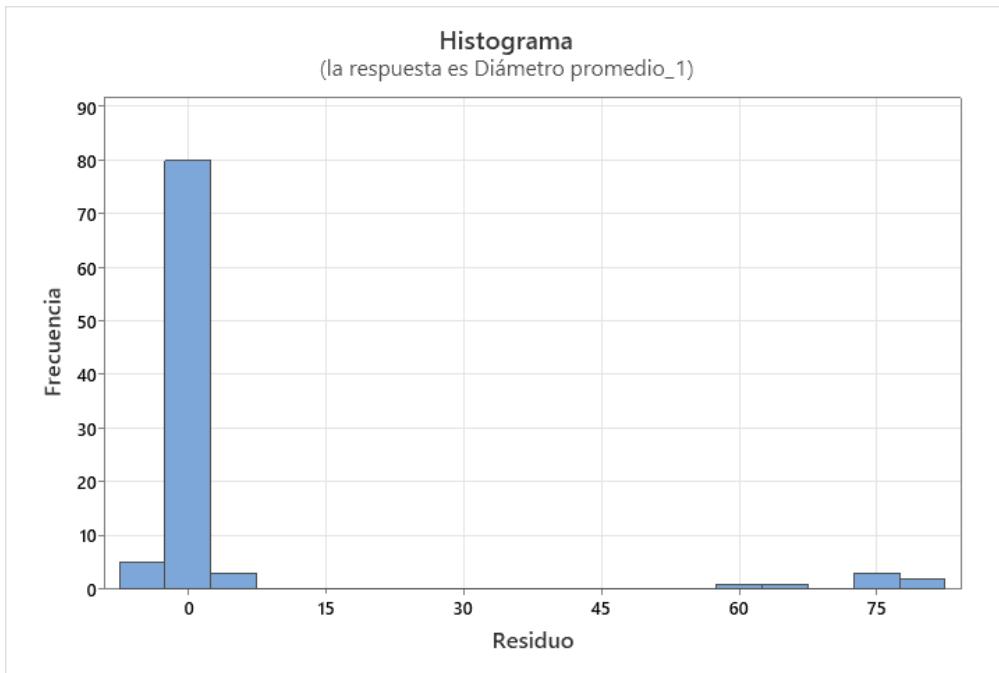
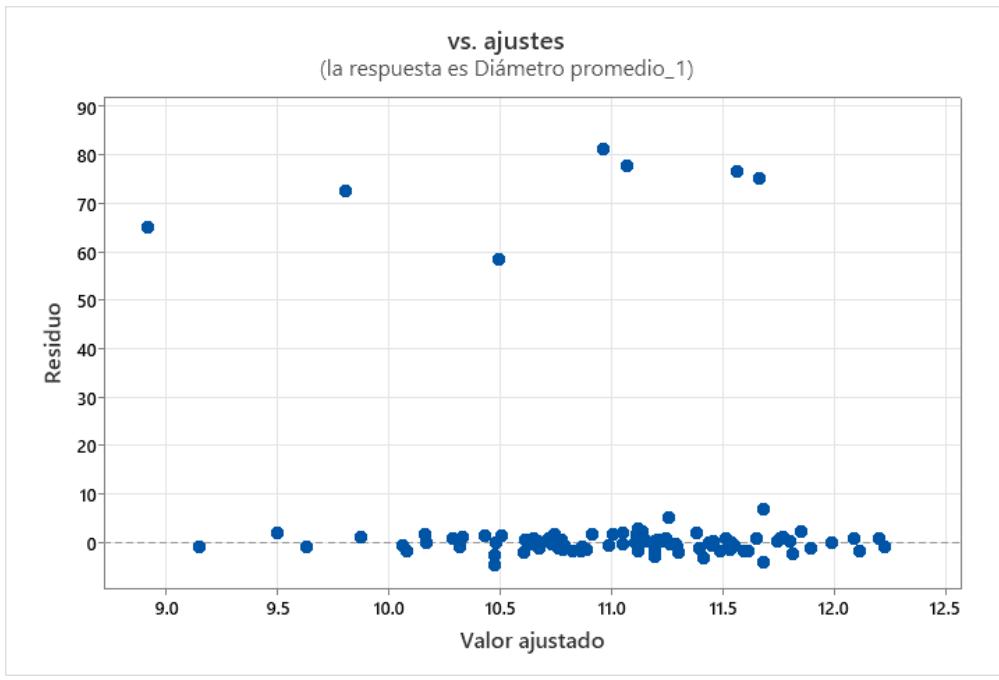
Acumulada 0.9456 1.00000 1.00000

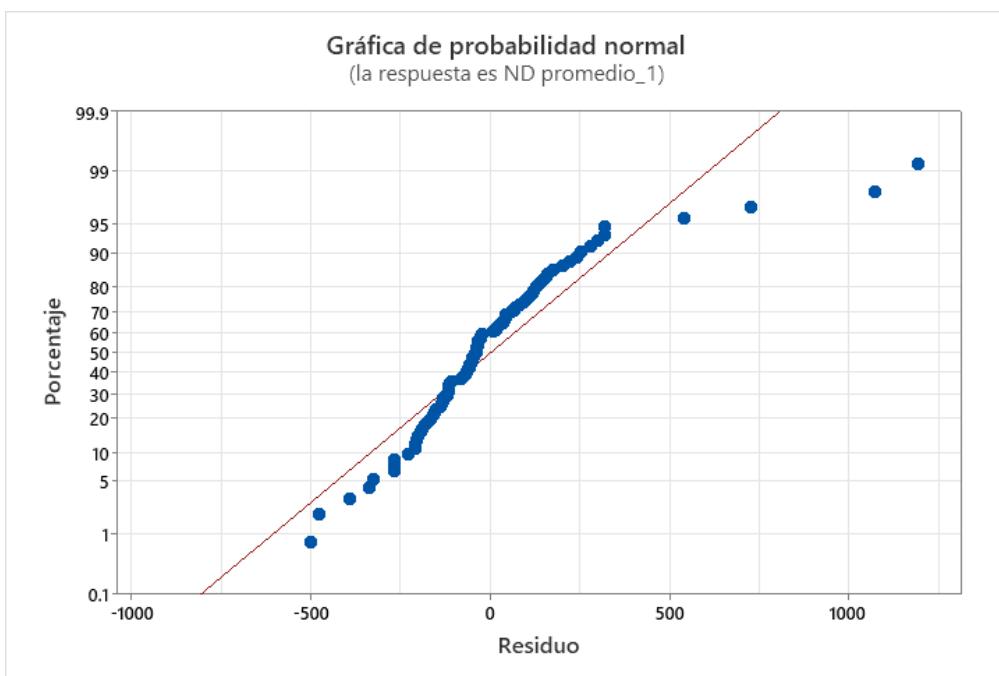
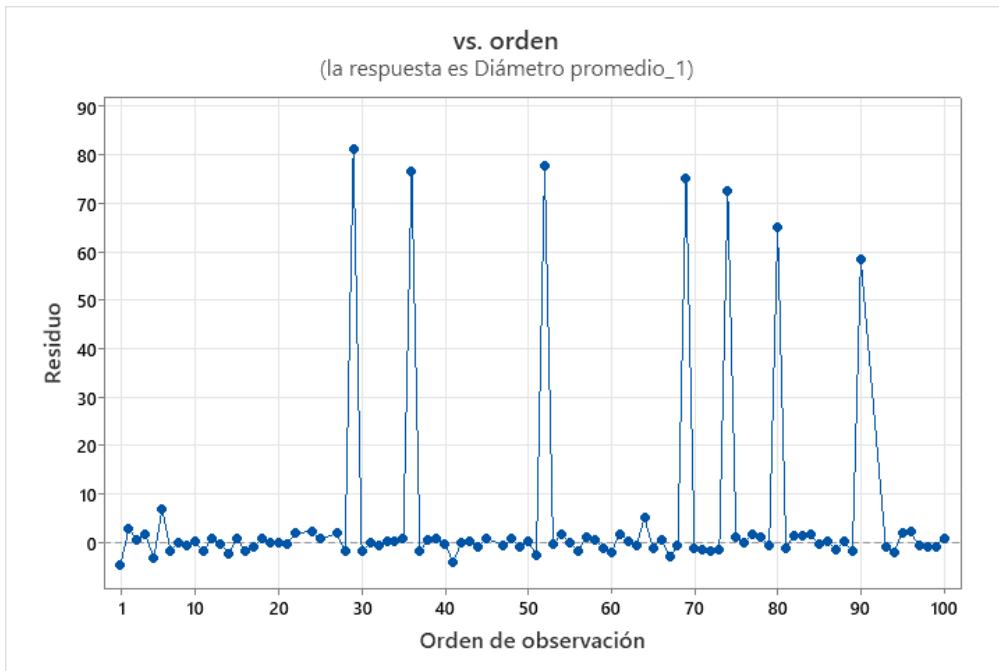
Vector propio	1	2	3
Dureza	-	-0.001021	0.00348
	0.01326		
Diámetro	-	0.004938	-
promedio_1	0.02719		0.05729
ND promedio_1	0.00005	-0.000411	0.00001

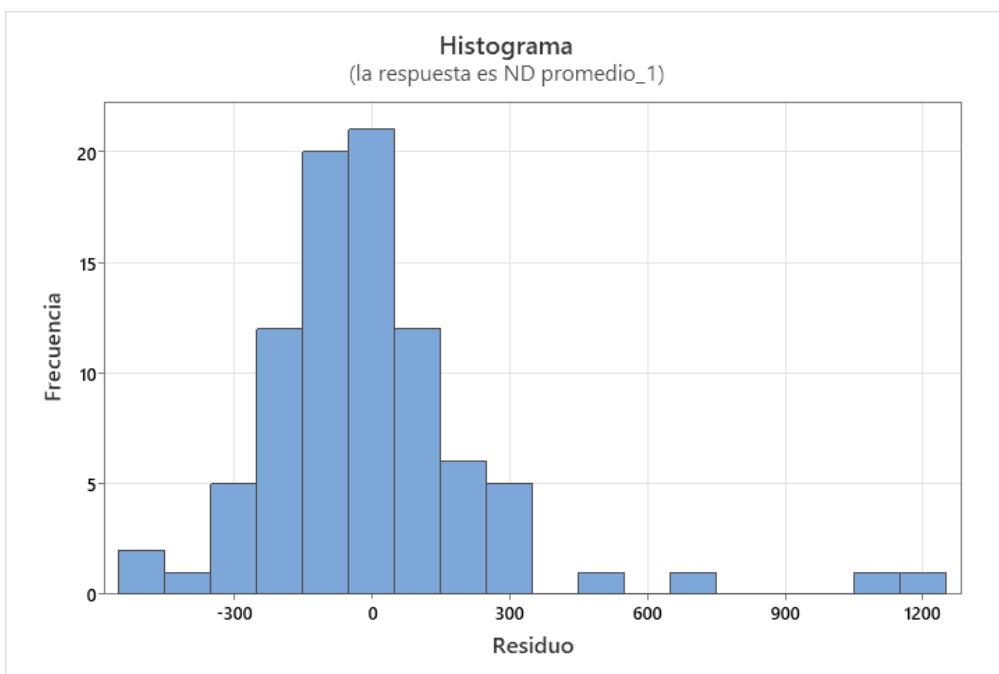
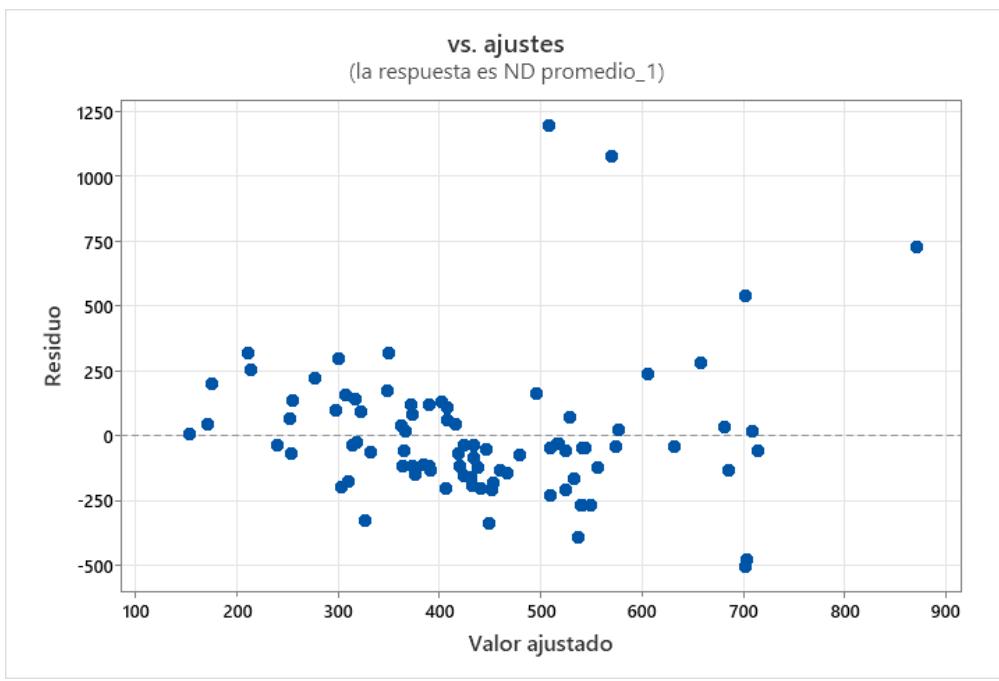












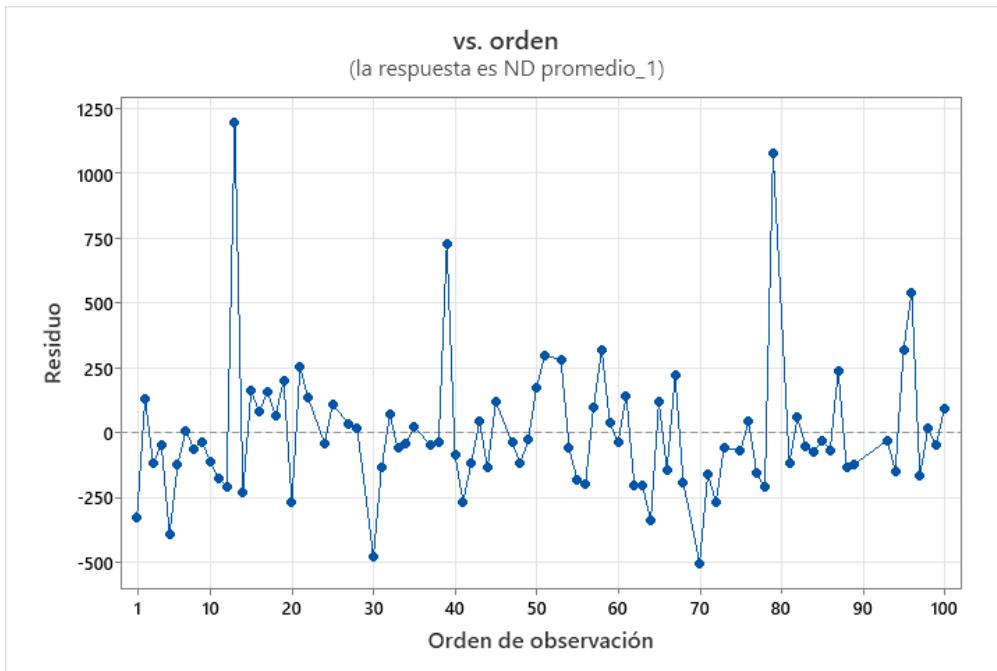


Figura 48: Análisis estadístico MANOVA de la dureza con la distancia entre vecinos con las condiciones de tratamiento térmico, evaluando las características morfológicas como covariables