

00347



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO

4
2ej

FACULTAD DE CIENCIAS
DIVISION DE ESTUDIOS DE POSGRADO

TRANSFORMACIONES DE FASE
INDUCIDAS POR TENSION EN
ALEACION BASE ZN-AL

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL GRADO ACADEMICO DE
MAESTRA EN CIENCIAS
(CIENCIA DE MATERIALES)
P R E S E N T A :
FIS. JULIETA TORRES GONZALEZ

DIRECTOR DE TESIS: DR. YAO HUA ZHU ZUN.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

266023



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Gracias Dios Mío,

por dejarme sentir tu presencia en cada momento de mi vida.

A mis padres

Áleximo y Nía. De los Angeles

por su amor, su presencia, apoyo;

por enseñarme la disciplina y darme la libertad para actuar ...

A mi hermano

Ulises Adrián,

por los momentos que pasamos juntos,

sabes que siempre contarás conmigo ...

A mis primos

Irma y Jorge Reyes

por su cariño, por estar conmigo ...

A Octavio por su cariño, paciencia y apoyo ...

A, Bren, Sara, Lupita, Roberto, Jacinto, Pedro;
por su ayuda, su apoyo y por soportar mis momentos difíciles ...

A todas y cada una de las personas que sin estar en contacto diario me brindaron de alguna manera su apoyo y me dieron palabras de ánimo.

AGRADECIMIENTOS

Muy especialmente al Dr. Yao Hua Zhu, por dirigir esta tesis, por su paciencia, por transmitirme sus conocimientos y sobre todo por enseñarme el camino para hacer bien las cosas.

A todos los miembros del jurado por su tiempo, sus comentarios y sugerencias para mejorar este trabajo.

En particular al Dr. Huanosta por sus orientaciones. Gracias por compartir tus conocimientos.

Al I.Q. Alfredo Maciel por su ayuda en la realización de las pruebas mecánicas.

A I.Q. Leticia Raños por su invaluable ayuda y asesoría en la técnica de Rayos X.

Al Sr. Caballero por su apoyo en el trabajo fotográfico.

A la Sra. Rosario, por darme todas las facilidades para terminar mi trabajo.

A todo el personal del Instituto por su apoyo para llevar a buen término este trabajo.

Al Instituto de Investigaciones en Materiales.

A DGAPA-UNAM; por la beca otorgada para la realización de mis estudios de maestría a través del proyecto IN503797

Índice

Resumen	I
Introducción	II
I. Consideraciones Teóricas	1
I.1 Propiedades del Zn	2
I.2 Sistema Zn-Al	3
I.3 Propiedades Mecánicas del Sistema	5
I.4 Transformaciones de Fases	6
I.5 Estado Extruido	7
I.6 Transformaciones de Fase Inducidas por Deformación	9
II. Pruebas y Propiedades Mecánicas	12
II.1. Esfuerzo y Deformación	13
II.2 Deformación Elástica	16
II.3 Deformación Plástica	17
II.4 Cedencia	18
II.5 Ductilidad	19
II.6 Dislocaciones	20
II.7 Fractura	21
III. Técnicas y Desarrollo Experimental	25
III.1 Difracción de Rayos-X	26
III.1.1 Método de Polvos	29

<i>III.1.2 Asignación de los Índices de Miller</i>	30
<i>III.2 Microscopía</i>	30
<i>III.2.1 Microscopía Electrónica</i>	31
<i>III.2.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)</i>	31
<i>III.3 Desarrollo Experimental</i>	32
<i>III 3.1 Preparación de Muestras</i>	33
<i>III 3.2 Tratamientos Térmicos</i>	33
<i>III.3.3 Rayos-X</i>	34
<i>III.3.4 Microscopía</i>	34
<i>IV. Resultados</i>	36
<i>VI.1 Comportamiento Tensil</i>	37
<i>IV.1.1 Difracción de Rayos-X para la Prueba de Tensión</i>	38
<i>IV.1.2 Microestructura Inducida por Tensión</i>	40
<i>IV.2 Muestra Homogeneizada a 350 °C por 4 Días</i>	43
<i>IV.2.1 Difracción de Rayos-X</i>	44
<i>IV.2.2 Tratamientos de Envejecimiento</i>	46
<i>V Discusión</i>	50
<i>V.1 Transformaciones de Fase Inducidas por Esfuerzo de Tensión</i>	51
<i>V.2 Cambios Microestructurales Inducidos por Deformación</i>	53
<i>Conclusiones</i>	55
<i>Bibliografía</i>	57

RESUMEN

Se estudiaron las transformaciones de fase así como los cambios microestructurales para una aleación eutéctica Zn-76% Al-22% Cu (en peso) solubilizada durante los procesos térmico y termo-mecánico (tensión) a una temperatura de 150 °C, para lo cual se utilizaron técnicas de difracción de rayos-X y microscopía de barrido.

La muestra tuvo una deformación de 51.81% con un esfuerzo instantáneo de 48.17 MPa. Se observa en ambos casos que la estructura perlítica gruesa de la fase β cambia a una estructura de grano fino. Para el caso tensil, se ve claramente que la fractura se propaga a través de la estructura de grano fino mientras que la perlita fina constituida por la fase α permanece sin cambio. Además se encuentra la presencia de dos tipos de precipitados que corresponden a las fases T' y η , también que la descomposición de la fase metaestable ϵ y la transformación de cuatro fases $\alpha + \epsilon \rightarrow T' + \eta$ ocurren durante el proceso de deformación y que esta última se acelera por la aplicación del esfuerzo.

INTRODUCCION

En el campo de la ciencia de materiales, la metalurgia ha sido y continua siendo una de las áreas en que mayor cantidad de esfuerzo ha invertido el hombre en su afán de conocer cómo y porque los materiales se comportan de tal o cual forma. Si en sus inicios se desarrolló prácticamente en torno a los compuestos del Fe, actualmente existe una diversificación que involucra a una amplia variedad de metales, entre los cuales está el Zn. En particular las aleaciones del sistema Zn-Al adicionadas con pequeñas cantidades de Cu, están siendo consideradas como una excelente opción para sustituir otras aleaciones que resultan caras o difíciles de obtener.

Con base esto, uno de los proyectos de investigación que ha cobrado importancia es la evolución microestructural inducida por esfuerzo^[31,32]. En particular, la aleación eutéctode Zn-76% Al-22% Cu-2% (en peso) se ha estudiado ampliamente para caracterizar las transformaciones de fase y sus propiedades durante procesos termomecánicos. El interés en estudiar el proceso de enfriamiento lento es porque esta aleación muestra, de una manera fácil y clara, lo que sucede en procesos avanzados como la atomización, codeposición, colada continua, debido a que en estos procesos se tiene un enfriamiento lento que es difícil seguir punto a punto.

Por lo tanto, el objetivo del presente trabajo es estudiar el comportamiento tensil de la aleación eutéctode Zn-76% Al-22% Cu-2% y las transformaciones de fase y cambios microestructurales inducidos por un esfuerzo de tensión.

Para esta aleación se han reportado^{114, 25, 31-34} estudios de molienda, aleación mecánica y tensión (ésta para una aleación extruída), en donde se obtuvieron estructuras perlíticas compuestas de las fases α y ϵ , para finalmente tener una estructura de grano fino. Además de que se establece que la transformación $\alpha + \epsilon \rightarrow T' + \eta$ se presenta durante dichas pruebas de donde se puede ver que la transformación es acelerada por la aplicación de un esfuerzo, este comportamiento se observa, para esta misma aleación, que ocurre de manera mucho más lenta bajo tratamientos de envejecimiento a la misma temperatura.

CAPITULO I

ANTECEDENTES

1.1 Propiedades del Zn.

El zinc es un material dúctil que presenta una estructura hcp^{*}. En ésta, cada átomo de Zn tiene 12 vecinos pero 6 están a una distancia de 0.2665 nm y 6 a 0.2907 nm. Morgan^[5] menciona que los enlaces atómicos en el plano basal son apreciablemente más fuertes que los enlaces entre otros planos; esto explica el comportamiento del metal bajo deformación y su anisotropía. El sistema tiene una relación teórica $c/a = 1.633$, si la relación es mayor a este valor, el deslizamiento se lleva a cabo en el plano basal y si es menor ocurrirá en otros planos.

El Zn tiene una resistencia baja a la termofluencia y es muy maleable a temperatura ambiente, si se le adicionan pequeñas cantidades de Ti y Cu, su resistencia aumenta a la termofluencia y a la corrosión atmosférica. Estas características resultan extraordinariamente ventajosas en la industria.

El Zn es soluble en Al en un 80% (% peso), en Cu es de 39% y en Fe es del 20%, en otros elementos tiene un grado menor de solubilidad. El Au y la Ag se disuelven en el Zn en un 10%, lo que se utiliza para extraer a estos metales del Pb^[5]. El Al aumenta la resistencia mecánica del Zn y ayuda a refinar el grano en el proceso de fundición, esto es una razón suficiente para ocuparse de este tipo de aleaciones.

* Estructura hexagonal compacta con índices (hkil)

1.2 Sistema Zn-Al

El diagrama de fases Zn-Al, Fig. 1.1, muestra 3 fases sólidas en estado de equilibrio: la fase α rica en Al, presenta una estructura fcc en un intervalo de composiciones entre Al-90% Zn-10% y Zn-70% Al-30% para temperaturas entre los 100°C y los 600°C ; β es una fase rica en Zn con estructura fcc para composiciones de Zn-70% Al-30% y Zn-79.9% Al-21% a temperaturas entre los 275°C y los 430°C y la fase η es rica en Zn con estructura hcp para composiciones Zn-70% Al-29% Cu-1% y Zn-98% Al-1% Cu-1%.

Presenta 3 reacciones :

Una eutéctica, $L \leftrightarrow \beta + \eta$ en una composición Zn-95% Al-5% (% peso) a 382 °C;

una eutectoide, $\beta \leftrightarrow \alpha + \eta$. en esta composición se presentan propiedades superplásticas, Zn-78% Al-22% (% peso) a 275 °C;

y una peritética, $L + \alpha \leftrightarrow \beta$, con una composición Zn-73% Al-27% (% peso) a 470°C, esta reacción se utiliza actualmente en fundiciones a presión.

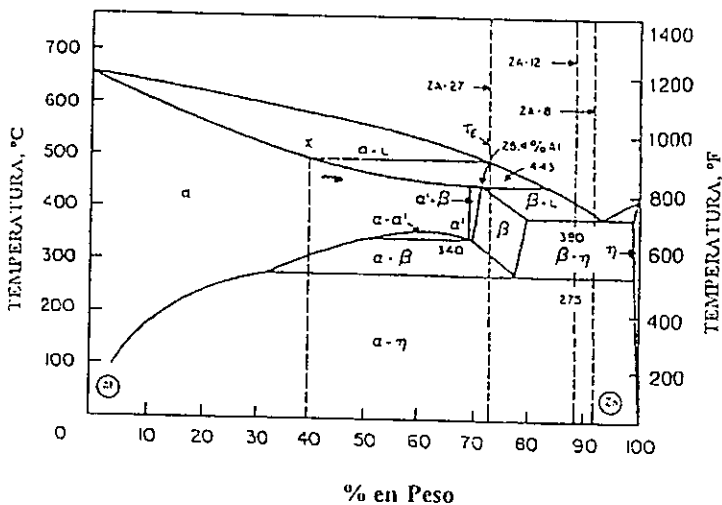


Fig. 1.1 Diagrama de fases del sistema Al-Zn, tomado de F. Porter Zinc Handbook (1991) pág. 51.

En la Tabla I se presentan las fases estables y metaestables involucradas en los procesos de las transformaciones.

Tabla I Lista de fases en equilibrio y no-equilibrio.

Equilibrio

- α - fase rica en Al
 - β - fase rica en Zn
 - ϵ - fase CuZn_4
 - η - fase rica en Zn
 - T' - fase rica en Cu
 - σ - fase rica en Si
-

No equilibrio

- α'_s - fase supersaturada
 - β'_s - fase supersaturada
 - α'_T - fase terminal eutectoide rica en Al derivada desde α'_s , o β'_s , por descomposición espinodal
 - α''_m - la primera transición de fase
 - α'' - la fase de la matriz rica en Al en equilibrio con α''_m
 - α'_m - la segunda transición de fase
 - α' - fase de la matriz rica en Al en equilibrio con α'_m
 - α_f - fase estable final rica en Al
 - η - fase rica en Zn
 - ϵ - fase CuZn_4
 - T' - fase rica en Cu
 - σ - fase rica en Si
-

1.3 Propiedades Mecánicas del Sistema

J. Hallen *et al.*^[6] realizaron un estudio sobre las propiedades mecánicas (resistencia y elongación) en una aleación Zn-Al-Cu. En las Fig. 1.2a y 1.2b se muestra el cambio de estas propiedades para microestructuras globular o grano fino y perlítica. De aquí se observa que la estructura globular es más resistente a temperatura ambiente que la perlítica ; conforme aumenta la temperatura disminuye la resistencia de la globular llegando alrededor de 15.7 MPa a 200 °C y la perlítica a 86 MPa.

Los autores reportan que, la estructura globular presenta una elongación pequeña a bajas temperaturas que se va incrementando con la temperatura teniendo valores de alrededor del 90% a una temperatura de cercana a los 500 °C. A bajas temperaturas, la estructura perlítica presenta una mayor elongación que la globular. Sin embargo al aumentar la temperatura, la estructura perlítica sólo alcanza una elongación máxima de casi el 40%.

De aquí se puede observar que para una misma aleación que presenta dos microestructuras diferentes, se obtienen propiedades mecánicas totalmente diferentes^[6].

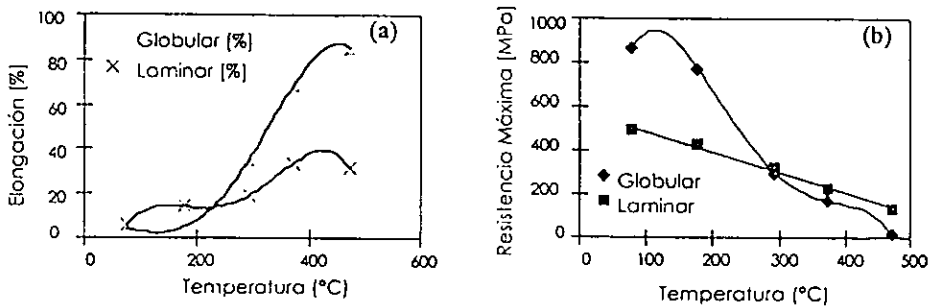


Fig. 1.2 a) Elongación vs. Temperatura , b) Resistencia vs. Temperatura .

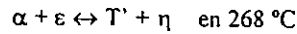
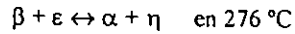
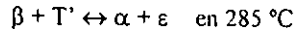
Para pruebas de tensión en una aleación Zn-Al-Cu con estructuras globular y perlítica .

J. Hallen *et al.* Recent Advances in Science , Technology and Applications of Zn-Al Alloys

(1994) pág. 51

1.4 Transformaciones de Fases

Se ha reportado^[12, 13] para los sistemas Zn-Al-Cu y Zn-Al-Cu-Si que las relaciones de fase en estado sólido son las siguientes:



La microestructura que se presenta después del envejecido térmico es eutectoide con laminillas alternadas de las fases α y η . Hay dos tipos de estructuras perliticas en esta aleación: perlitica fina y perlitica gruesa. La primera se debe a la reacción eutectoide de la fase β_2' , la segunda se debe a la precipitación discontinua de la fase α_2' , aunque ocurren a la misma temperatura, la gruesa presenta una mayor difusión de Zn en Al.

En la Fig. 1.3 se presenta el diagrama ternario Zn-Al-Cu a 350 °C de donde se puede observar la zona trifásica α , T' y η que son las fases en estado de equilibrio y debido a la composición de nuestra aleación, Zn-76% Al-22% Cu-2%, son las fases que se presentan en nuestro caso.

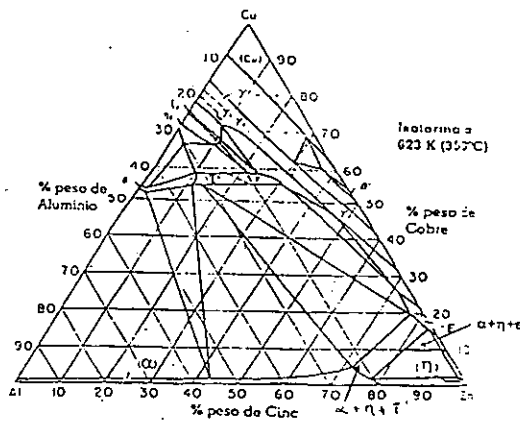


Fig. 1.3 Diagrama ternario Zn-Al-Cu, isoterma a 350 °C, Zhu and Murphy, Chin. J.

Met. Sci. Technol. Vol 2 (1986) 105.

1.5 Estado Extruido

En un trabajo previo^[10] se encontró para esta aleación, Zn-76% Al-22% Cu-2%, que en el estado extruido (después de la extrusión) se presentan 3 fases α , T' y $\eta_{E'S}$. En la tabla II se dan los datos de los picos de difracción de las fases mencionadas y en la figura 1.4 se muestran los difractogramas que se obtuvieron en este proceso.

La composición de la aleación eutectoide está dentro de un campo de tres fases abajo de los 268 °C, de acuerdo al diagrama de fases del sistema. Por lo tanto la fase ϵ es el resultado de la fase descompuesta β_S y de la fase η_S que "desapareció" abajo de los 250 °C de extrusión, esto porque se presentó una transformación de 4 fases, $\alpha_r + \epsilon \leftrightarrow T' + \eta$.

Tabla II Características de las fases α y $\eta_{E'S}$ en el estado extruido.

Fase	(hkl)	Distancia(\AA)	2θ
α	(111)	2.3239	38.7°
	(200)	2.0163	44.9°
$\eta_{E'S}$	(0002)	2.4330	36.9°
	(1010)	2.3010	39.1°
	(1011)	2.0870	43.3°

* La comilla se usará para indicar que es una fase metaestable y el subíndice nos indica el tipo de proceso que se utilizó, en este caso la E corresponde a extruido y el subíndice S indica una fase saturada.

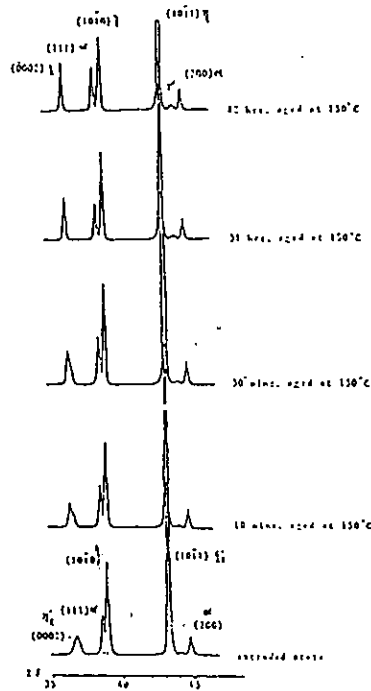


Fig. 1.4 Difractogramas de rayos-x de la aleación Zn-Al eutectoide extruída durante envejecimientos a 150°C, Zhu, Recent Advances in Science , Technology and Applications of Zn-Al Alloys (1994) pág. 77.

La microestructura que se presenta en este caso^[10], permite observar a las partículas oscuras aisladas de la fase α , la fase $\eta_{E'}$ aparece dispersada en la región de la descomposición de la fase β_s' . Los diferentes tratamientos térmicos y termo-mecánicos inducen varias fases supersaturadas con diferente composición química. En otras palabras, disolviendo Al y Cu en Zn, la fase η cambia las dimensiones de la celda unitaria de la estructura cristalina. La tabla III contiene los datos de los parámetros de red de las fases ϵ , η_s' , $\eta_{E'}$ y η presentes en el proceso de extrusión, así como la relación c/a .

Tabla III Parámetros de red de las fases ϵ , η_s' , η_e' y η

Fase	a (nm)	c (nm)	c/a
ϵ (estable)	0.2767	0.4289	1.550
η_s' (metaestable)	0.2668	0.4842	1.815
η_e' (metaestable)	0.2663	0.4872	1.829
η (estable)	0.2671	0.4946	1.852

1.6 Transformaciones de Fase inducidas por Deformación

Se sabe que la deformación mecánica puede inducir cambios estructurales en aleaciones metálicas, tal es el caso de las transformaciones martensíticas en los aceros. Para las aleaciones con base Zn-Al, se han llevado a cabo estudios recientes de tensión en una aleación extruída, molienda mecánica y aleación por procesos mecánicos [14, 25, 31-34], en donde se reporta que la estructura perlítica pasa a una estructura de grano fino y que la descomposición de la fase η' y la reacción $\alpha + \epsilon \rightarrow T' + \eta$ ocurren durante el proceso que se esté llevando a cabo. Estas reacciones se ven aceleradas por la aplicación del esfuerzo mecánico aplicado.

En el proceso de aleado mecánico, se ha observado que se tienen las fases de equilibrio α , T' y η , y la fase ϵ precede a la formación de la fase T' . En este caso se han obtenido estructuras nanométricas pero sin llegar a obtenerse amorfos. En el caso de la molienda mecánica se observa un cambio de estructura perlítica a grano fino después de 100 h de molienda. Finalmente se obtiene una nanoestructura constituida por las fases de equilibrio α , T' y η . También se reporta que la descomposición de las fases η'_{FC} y η'_E a la fase de equilibrio η y la transformación de cuatro fases $\alpha + \epsilon \rightarrow T' + \eta$ ocurren durante el proceso, de una manera más rápida que por un tratamiento térmico [14, 25, 31, 32].

Experimentos de tensión en una aleación eutectoide Zn-6% Al-22% Cu-2% extruida^[29], revelan que en la zona del cuello, la microestructura perlítica cambia parcialmente a grano fino; este cambio disminuye conforme nos alejamos de la zona del cuello. La microestructura se muestra en las figuras 1.5a, antes de la prueba de tensión y 1.5b después del ensayo en tensión.

La estructura de grano fino permite la propagación de fisuras más que la estructura perlítica ya que permanece sin cambio.

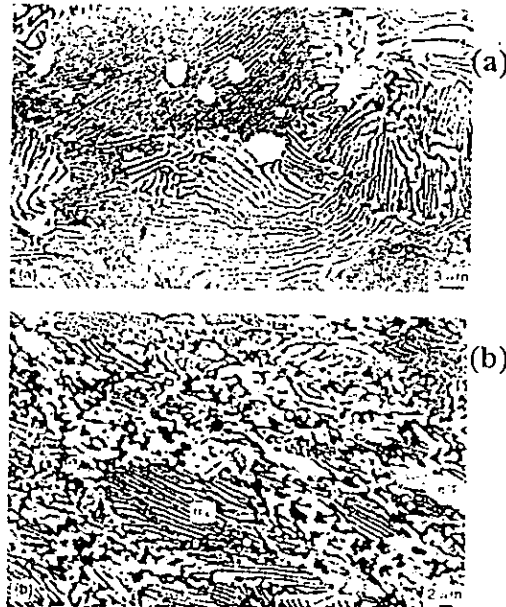


Fig. 1.5 Microestructura de la aleación eutectoide Zn-6% Al-22% Cu-2% extruida
a) antes y b) después de un ensayo de tensión, Zhu, J. Mat. Sci. Let. (1996) 1888.

En la figura 1.6 se muestra el patrón de difracción de esta aleación en la etapa antes de la prueba 1.6a y después de realizado el experimento, figura 1.6b.

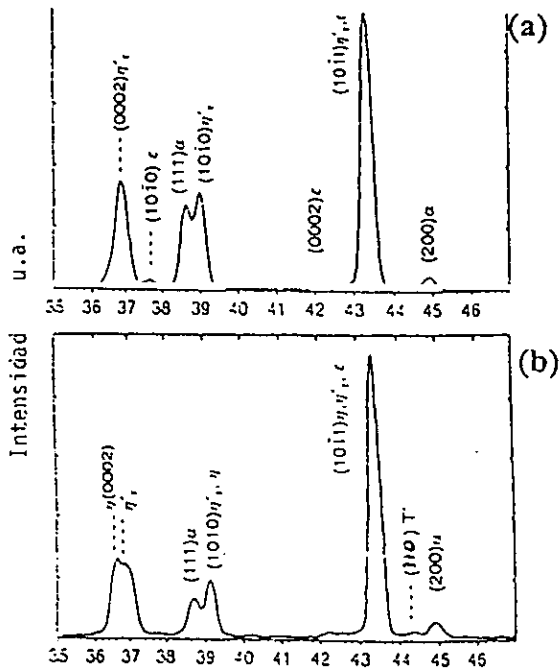


Fig. 1.5 Difractogramas de la aleación eutectoide Zn-76% Al-22% Cu-2% extruida a) antes y b) después de un ensayo de tensión, Zhu, J. Mat. Sci. Let. (1996) 1888.

CAPITULO II

ASPECTOS TEORICOS

En este trabajo se seleccionan materiales para diversos componentes y aplicaciones, tratando de hacer compatibles las propiedades del material a las condiciones de servicio requeridas. El primer paso en el proceso de selección es analizar la aplicación de las características más importantes que el material debe poseer ya que durante la aplicación. El material puede estar sujeto a todo tipo de esfuerzos, tensión, compresión o torsión. El comportamiento mecánico de un material refleja la relación esfuerzo-deformación del materia. Las propiedades mecánicas importantes son la resistencia, la dureza, la ductilidad y la rigidez^[1,2].

II.1. Esfuerzo y Deformación.

Si una carga se encuentra estática o cambia lentamente con el tiempo y es aplicada uniformemente sobre una sección transversal de un componente, el comportamiento mecánico puede ser descrito de manera simple por una prueba de esfuerzo-deformación. Principalmente hay tres maneras de aplicar una carga; tensión, compresión y corte.

Una de las pruebas mecánicas más comunes y que es de nuestro particular interés es la de tensión. Esta mide la resistencia de un material a una fuerza estática o aplicada lentamente. Usualmente una muestra es deformada hasta la fractura, con un incremento gradual en la carga de tensión que está aplicada uniaxialmente a lo largo de la muestra. La máquina diseñada para las pruebas de tensión, alarga la muestra con velocidad constante, además de que mide continua y

simultáneamente la carga instantánea aplicada ^[1,2]. En la figura 2.1 se ilustra una muestra típica sujeta a una prueba de tensión.

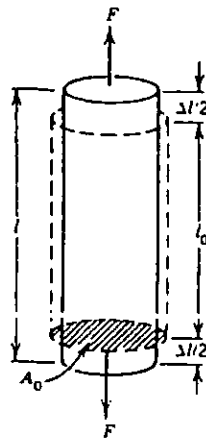


Fig. 2.1 Una carga tensil produce un alargamiento y una deformación lineal positiva
Las líneas punteadas representan la forma antes de la deformación,
las líneas sólidas después de la deformación. ^[1]

Los datos que se obtienen en este tipo de pruebas son el esfuerzo aplicado, la deformación del material y la velocidad de la deformación. La fuerza aplicada dividida entre el área transversal nos da *el esfuerzo ingenieril* y del incremento en el alargamiento obtenemos *la deformación ingenieril*.

Esfuerzo Ingenieril $= \sigma = F/A_0$. Donde A_0 es el área transversal antes de la prueba.

Deformación Ingenieril $= \epsilon = (l - l_0) / l_0$. Con l_0 , la longitud inicial y l la longitud final.

Con estos datos se obtiene la curva de esfuerzo-deformación ^[2].

En la figura 2.2 se resumen las características más importantes de un ensayo de tensión. En este esquema se ilustran las diferentes etapas de la curva esfuerzo-deformación utilizando un empaquetamiento compacto de átomos en la etapa inicial. En la etapa elástica, el arreglo atómico permanecería invariante al retirar el esfuerzo aplicado. Mientras que sobreviene la deformación plástica y eventualmente la fractura si el esfuerzo continua aplicándose. Adelante se explicará un poco más la fenomenología involucrada.

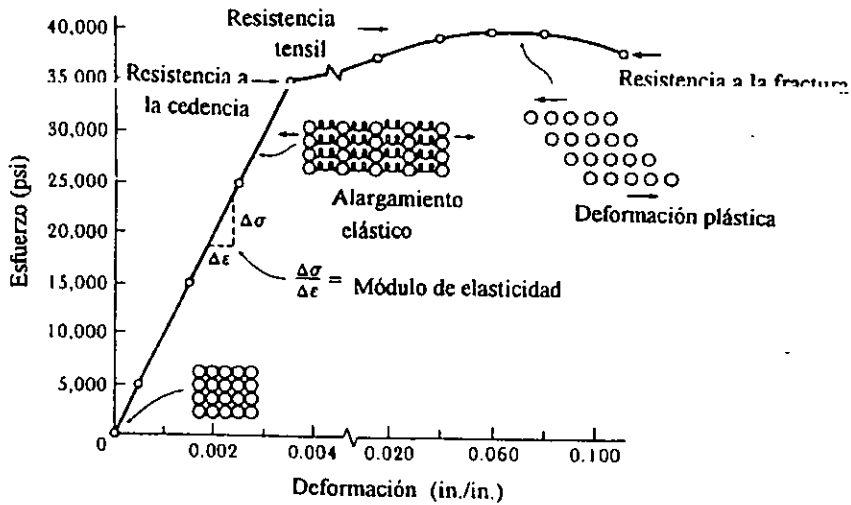


Fig. 2.2 La curva Esfuerzo-Deformación para una aleación de Al ^[2].

En estas expresiones utilizamos el área original A_0 . Sin embargo, el cálculo no es preciso ya que el área continuamente cambia, por lo que definimos *esfuerzo verdadero* y *deformación verdadera* como sigue:

Esfuerzo verdadero = $\sigma_t = F/A$; donde A es el área en cada momento.

Deformación verdadera = $\epsilon = \int dl/l = \ln(l/l_0) = \ln(A_0/A)$

Estas expresiones rara vez se utilizan, ya que la diferencia entre las curvas se manifiesta cuando se presenta el cuello y en este punto el material ya está deformado, por lo que para efectos prácticos podemos utilizar las ecuaciones anteriores.

II.2 Deformación Elástica

El grado de la deformación depende de la magnitud del esfuerzo aplicado. En la mayoría de los metales probados a bajos niveles de tensión, el esfuerzo y la deformación son proporcionales a través de la relación:

$$\sigma = E\varepsilon$$

que es conocida como la ley de Hooke, donde E es el módulo de elasticidad o módulo de Young. Para metales típicos, este valor está entre 4.5×10^4 MPa para el Mg y 40.7×10^4 MPa para el W.

La aplicación de un esfuerzo a un metal puede causar cualquiera de los siguientes cambios^[9]:

- **Deformación Elástica**, en la cual, la deformación aparece o desaparece, cuando se aplica o se retira el esfuerzo, respectivamente, i.e., no es permanente. Dado que la deformación es proporcional al esfuerzo, se tiene una relación lineal cuya pendiente corresponde al módulo elástico.

Deformación Anelástica, es la componente de la deformación elástica que depende del tiempo; y se caracteriza en que la deformación continúa después de que el esfuerzo es aplicado y cuando se libera la carga, se requiere un tiempo para la recuperación total, lo cual se debe a procesos atómicos y microscópicos dependientes del tiempo que acompañan a la deformación, para metales normalmente es tan pequeña que se desprecia. En materiales poliméricos, el comportamiento está relacionado con el término de *comportamiento viscoelástico*

- Deformación Plástica, ocurre simultáneamente con la aplicación del esfuerzo, pero no desaparece si el esfuerzo es retirado.

Este es el contenido físico descrito en la figura 2.2.

11.3 Deformación Plástica

Para la mayoría de los materiales metálicos, la deformación elástica persiste sólo para deformaciones menores al 0.005. Cuando el material se deforma más allá de este punto, el esfuerzo deja de ser proporcional a la deformación y entonces la ley de Hooke deja de ser válida, ocurre la deformación plástica. Esto se ilustra en la figura 2.3. La transición de la zona elástica a la plástica es gradual para la mayoría de los metales.

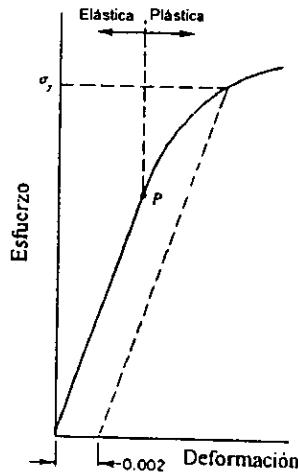


Fig. 2.3 Comportamiento típico esfuerzo-deformación para un metal que muestra las deformaciones elástica y plástica; el límite P y el esfuerzo de cedencia σ_y se determinan con el método de 0.2 % de deformación. (1)

Desde el punto de vista atómico, la deformación plástica tiene que ver con el rompimiento de enlaces entre los átomos o grupos de átomos vecinos originales y se establecen con nuevos conglomerados vecinos. Así cuando el esfuerzo se retira, los átomos no regresan a sus posiciones iniciales ^[1,2,3].

El mecanismo de deformación es diferente para materiales cristalinos y para amorfos; para los cristalinos el proceso tiene lugar por deslizamiento, que involucra el movimiento de dislocaciones; en cambio para los amorfos (así como líquidos), el fenómeno es por medio del movimiento de flujos viscosos ^[1,2].

II.4 Cedencia

En general, en este trabajo es conveniente asegurarnos de que sólo ocurra la deformación elástica, por lo que es importante conocer el nivel de esfuerzo en el que la deformación plástica comienza, en otras palabras, cuándo inicia el fenómeno de *cedencia*.

Este punto se puede determinar en la curva esfuerzo-deformación, como la desviación de la linealidad. No siempre es fácil obtener el punto donde se observa que el material cambia de la zona elástica a la plástica, como en el caso de I a figura 2.3. Se determina un intervalo de cedencia por convención; seguidamente se construye una línea paralela a la porción elástica y considerando un 0.2% de deformación permanente; el esfuerzo correspondiente a la intersección de esta línea con la curva, en la región plástica, se le llama *límite de cedencia* σ_y . Fig 2.3.

Después de la cedencia, el esfuerzo necesario para continuar la deformación plástica en metales se incrementa hasta un máximo, punto M, Fig. 2.4. que después decrece eventualmente hasta llegar a la fractura, punto F. La resistencia tensil es el esfuerzo máximo que puede soportar una estructura en tensión, si este esfuerzo se aplica y se mantiene, viene la fractura; en este punto de máximo esfuerzo comienza la formación del cuello. Debido a que hay concentración de

esfuerzos, la fractura se da en este punto. La fractura o resistencia a la ruptura corresponde al esfuerzo de fractura.

En la figura 2.4 se ilustra un experimento de tensión en una probeta típica, nótese el proceso de formación de cuello en la etapa de altas deformaciones.

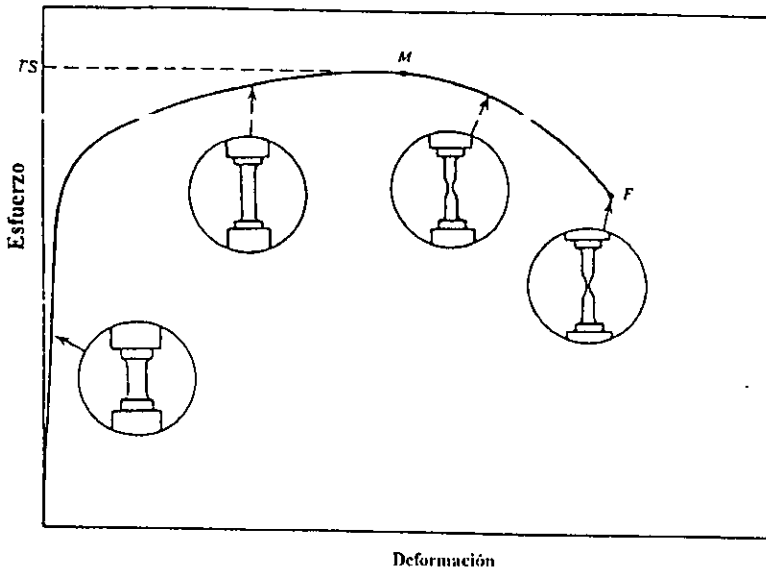


Fig. 2.4 Comportamiento esfuerzo-deformación ingenieril típico para fractura, punto F, el punto M es la resistencia tensil TS. Se ve la geometría de la muestra deformada en varios puntos de la curva. ⁽¹⁾

II.5 Ductilidad

Esta propiedad mecánica está asociada con la medida del grado de deformación plástica que soporta una muestra en la fractura. Un material que casi no presenta deformación plástica se

llama *frágil*. La ductilidad se puede expresar como el *porcentaje de alargamiento* o *porcentaje de reducción de área*.

$$\%EL = [(l_f - l_0)/l_0] \times 100 \quad \text{y} \quad \%AR = [(A_0 - A_f)/A_0] \times 100 \quad \text{respectivamente.}$$

La importancia de la ductilidad radica en dos razones:

- 1) Indica el grado de deformación plástica de una estructura, antes de la fractura.
- 2) Especifica el grado de deformación permitida durante las operaciones de fabricación.

La figura 2.5 muestra un esquema de la curva esfuerzo-deformación de materiales frágiles y dúctiles que son llevados hasta la fractura, en donde se puede ver que para un material dúctil se presenta una zona plástica grande mientras que para el frágil la zona plástica es pequeña ⁽¹⁾.

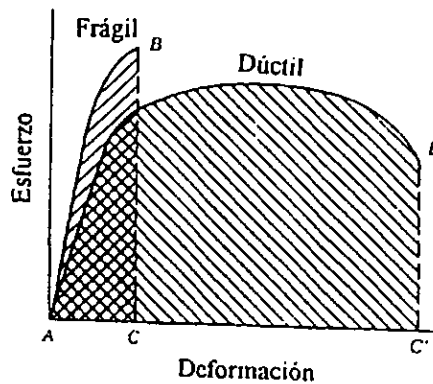


Fig. 2.5 Esquema del comportamiento esfuerzo-deformación para materiales frágiles y dúctiles, llevados hasta la fractura. ⁽¹⁾

11.6 Dislocaciones

La deformación plástica corresponde al movimiento neto de un gran número de átomos como respuesta a la aplicación de un esfuerzo. Durante este proceso, los enlaces interatómicos se

rompen y los átomos se acomodan. Sin embargo, otros fenómenos involucrados son los movimientos de las dislocaciones y los defectos cristalinos.

Existen fundamentalmente, dos tipos de dislocaciones: de borde y de tornillo. La primera se debe a un plano de átomos extra en la red, lo cual define la línea de dislocación. La segunda se debe al resultado de un esfuerzo de corte y la línea de dislocación pasa a través del centro de una espiral. En muchos casos se puede tener la combinación de ambas.

El proceso para producir la deformación plástica por el movimiento de dislocaciones se llama *deslizamiento*, el plano por donde atraviesa la línea de dislocación se llama *plano de deslizamiento* ^[1].

Generalmente, todos los materiales cuasi-cristalinos contienen algunas dislocaciones que se generan durante alguna de las etapas de solidificación, deformación plástica o como una consecuencia de los esfuerzos térmicos que se producen durante la solidificación rápida. Es posible también eliminar las dislocaciones sometiendo el material a tratamientos térmicos, una muestra de metal deformado puede disminuir su densidad de dislocaciones de 10^5 a 10^6 mm^{-2} ^[1,2].

II.7 Fractura

La fractura simple es la separación en dos o más piezas como respuesta a un esfuerzo estático aplicado, es decir constante o con una variación muy pequeña en el tiempo y a temperaturas relativamente bajas respecto de la temperatura de fusión del material ^[2].

Los esfuerzos aplicados pueden ser tensiles, compresivos, de corte o de torsión. En el presente trabajo se utiliza el esfuerzo tensil, para el cual los modos posibles de fractura son frágil y dúctil. Lo cual depende de la habilidad del material para sufrir una deformación plástica. Los materiales dúctiles presentan, típicamente, un gran intervalo de deformación plástica substancial con una gran absorción de energía antes de la fractura, en cambio, un material frágil, presenta

una deformación plástica pequeña y en algunos casos nula, además de que se tiene una baja absorción de energía.

La ductilidad de un material se mide en términos del porcentaje de alargamiento y el porcentaje de área reducida, y es función de la temperatura del material, la velocidad de deformación y del esfuerzo aplicado.

Cualquier fractura involucra los pasos de la formación y la propagación de fisuras. Para un material dúctil, la propagación de fisuras ocurre muy lentamente y se dice que la fisura es *estable*; en un material frágil las fisuras pueden propagarse extremadamente rápido, por lo que se dice que la fisura es *inestable* y la propagación de éstas, una vez iniciada, continuará espontáneamente sin necesidad de incrementar el esfuerzo aplicado. El modo de fractura depende fuertemente del mecanismo de propagación de fisuras ^[2].

En los casos de aplicación se prefiere la fractura dúctil sobre la frágil por dos razones:

- 1) La fractura frágil ocurre de manera repentina y catastrófica; en cambio, en la fractura dúctil la presencia de la deformación plástica permite conocer que la fractura es inminente, por lo que se pueden tomar medidas preventivas.
- 2) Se requiere una mayor cantidad de energía para la deformación e inducir la fractura, en vista de que los materiales dúctiles generalmente son más resistentes. Bajo la acción de un esfuerzo de tensión, la mayoría de las aleaciones metálicas son dúctiles, mientras que los cerámicos son notablemente frágiles y los polímeros pueden exhibir los dos tipos de fractura.

La figura 2.6 ilustra los tipos de fractura que dependen del material ya sea frágil o dúctil. La fractura dúctil se caracteriza por la presencia de un cuello, la cual en los materiales altamente dúctiles la reducción de área transversal puede ser del 100% , Fig. 2.6a y b. Después de que se forma el cuello, el proceso ocurre en varias etapas; formándose en el interior microcavidades, las cuales se extienden mientras continúa la deformación. Posteriormente dichas cavidades se juntan

hasta formar una fisura elíptica cuyo eje es perpendicular a la dirección del esfuerzo y finalmente ocurre la fractura.

La fractura conocida como *taza y cono* entra en este tipo de fractura. La figura 2.7 ilustra el proceso de propagación de las fisuras hasta la fractura. Además de que en la fractura frágil, la propagación de fisuras es muy rápida, ésta ocurre perpendicular al esfuerzo aplicado y se produce una fractura relativamente plana fig. 2.6c. Para la mayoría de los materiales cristalinos frágiles, la propagación de fisuras corresponde al rompimiento sucesivo y repetido de enlaces atómicos a lo largo de planos cristalográficos específicos. Este proceso se llama *clivaje*. Este tipo de fisura se dice que es *transgranular* porque las fisuras pasan a través de los granos. En algunas aleaciones, la propagación de fisuras ocurre a lo largo de las fronteras de grano, por lo que se le llama *intergranular* ^[1,2].

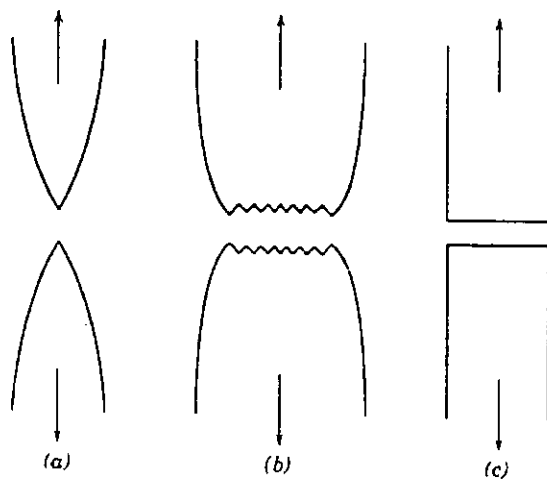


Fig. 2.6 a) Fractura altamente dúctil, el cuello de la muestra termina en punta, b) Fractura moderadamente dúctil, presenta poco cuello, c) Fractura frágil sin deformación plástica ^[1].

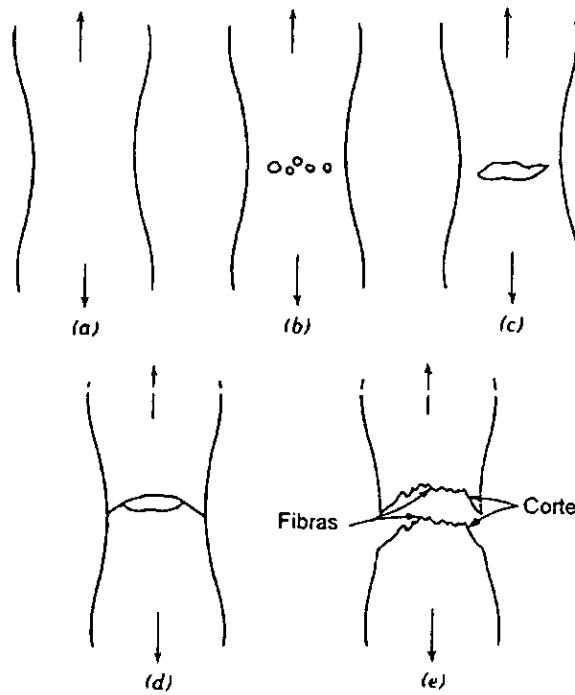


Fig. 2.7 Etapas de la fractura taza-cono. a) Inicio del cuello, b) Formación de una pequeña cavidad, c) Coalescencia de cavidades para formar la fisura, d) Propagación de fisuras, e) Fractura final ^[1].

CAPITULO III

TECNICAS Y DESARROLLO EXPERIMENTAL

Todos los cambios microestructurales que presenta el material durante cualquier proceso de investigación son analizados mediante técnicas estándares como son la difracción de rayos X y la microscopía electrónica, lo cual nos permite explicar y entender el comportamiento del material.

III.1 Difracción de Rayos X

La difracción de rayos X es una técnica de análisis que permite caracterizar y determinar la estructura de un material. Esta técnica, en el presente estudio, se usa con el objeto de conocer y determinar la evolución de las fases presentes en el material al ser sometido a un proceso mecánico y a tratamientos térmicos.

Ya que un cristal es un arreglo regular tridimensional de celdas unitarias, éste puede ser considerado por los rayos X como una rejilla tridimensional. Las direcciones de los rayos difractados dependen de las dimensiones de la celda unitaria y sus intensidades son función de la naturaleza y disposición de los átomos dentro de ella.

Por analogía con los elementos de una rejilla es posible tomar puntos correspondientes, uno en cada celda unitaria del cristal y obtener de esta manera una fila de puntos de red y analizar la disposición angular de los rayos difractados.

Laue estableció que si tenemos un haz incidente de rayos X el cual forma un ángulo ϕ y el rayo difractado forma un ángulo ψ con la fila de puntos de la red, lo cual se muestra en la figura 3.1; la condición para la interferencia constructiva debe ser que la diferencia en la trayectoria recorrida por los rayos sea un múltiplo de entero de la longitud de onda λ utilizada; además, si consideramos una red tridimensional con ejes no-coplanares, las ecuaciones para cada una de las tres traslaciones de la red se expresan como :

$$h\lambda = a (\cos \phi_a - \cos \psi_a)$$

$$k\lambda = a (\cos \phi_b - \cos \psi_b)$$

$$l\lambda = a (\cos \phi_c - \cos \psi_c)$$

Donde a, b, c son las distancias de repetición dentro de la red y h, k, l son los números enteros de longitudes de onda que determinan la diferencia de recorrido entre los rayos difractados desde puntos consecutivos de la red a lo largo de las tres filas de la misma. Estas ecuaciones deben satisfacerse de manera simultánea.

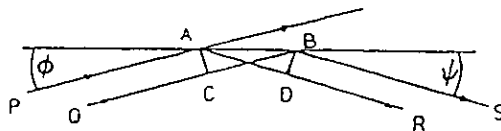


Fig. 3.1 Disposición angular de los rayos X incidente y difractado ^[16].

Bragg utilizó el método para determinar el arreglo de los átomos dentro de los cristales. Dedujo una ecuación que trata el fenómeno de la difracción como equivalente a la reflexión por los planos dentro de la red cristalina. La ecuación de Bragg se expresa como :

$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

donde $n\lambda$ es la diferencia de trayectoria, d es la distancia interplanar tal que $\lambda \leq d$ con lo cual, los rayos X tendrán diferentes caminos ópticos, y θ es el ángulo entre el plano reflejante y los haces incidente y reflejado que junto con la normal a los planos, son mutuamente coplanares.

Para el trabajo de cristalografía de rayos X, generalmente se selecciona la radiación K_{α} del Cu con longitud de onda $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$, la cual es monocromada por filtros de Ni.

En la figura 3.2 se puede ver que todos los planos reflejados desde cualquier plano están en fase y no hay diferencia de trayectoria. Sin embargo, parte del rayo incidente pasa hasta planos más internos de la red, en donde sufre el mismo proceso de reflexión. Los rayos difractados de esta manera provienen de una familia o grupo de planos (hkl) con una distancia interplanar $d(hkl)$, que viajan distancias diferentes. Si estas diferencias de trayectoria no son múltiplos de números enteros de la longitud de onda, estas ondas interferirán en forma destructiva al menos de manera parcial dando por resultado una interferencia destructiva total sobre el cristal completo. Para la interferencia constructiva aparece un pico de intensidad, mientras que la destructiva se anula.

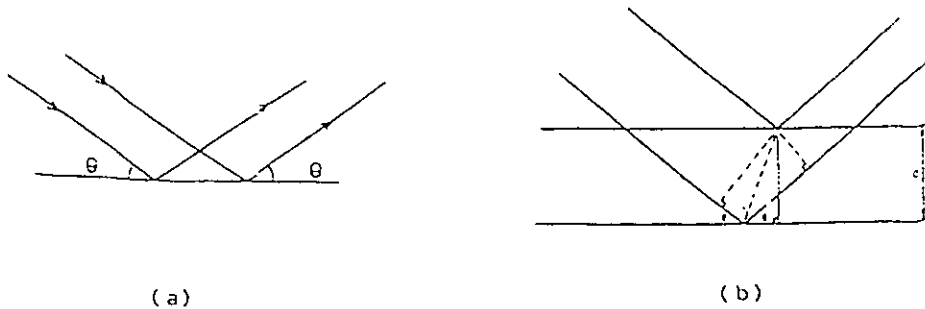


Fig. 3.2 Esquema de la Ley de Bragg.

- a) Rayos X sin diferencia de trayectoria, b) Rayos X con diferencia de trayectoria produciendo interferencia destructiva

Existen tres métodos para determinar la estructura cristalina de un material, Método de Laue, Método del Cristal Móvil y Método de Polvos. En el presente estudio se utiliza el método de polvos.

III.1.1 Método de Polvos

En la figura 3.3 se presenta la disposición del difractómetro que consta de un sistema de portamuestras plano en el que se coloca la muestra que puede ser polvo o un bloque del material en estudio. En este estudio se usa una muestra en bloque. El portamuestras gira con velocidad angular en torno a su eje, el haz de rayos X es colimado por una rejilla y la radiación monocromática puede obtenerse utilizando laminillas de elementos metálicos apropiados, para los cuales la frontera de absorción caiga entre las líneas características K_{α} y K_{β} de los rayos X provenientes del material del blanco utilizado. El haz difractado incide sobre la ventana de un contador de radiaciones. La muestra recorre un ángulo de θ , mientras que el detector recorre 2θ . Las condiciones en las cuales se va a hacer el análisis se registran en la computadora, como la velocidad de barrido, el intervalo (ángulos) de barrido, la escala de las intensidades, el nombre de la muestra y los datos de preparación de la muestra como la temperatura y el tipo de proceso al cual fue sometido.

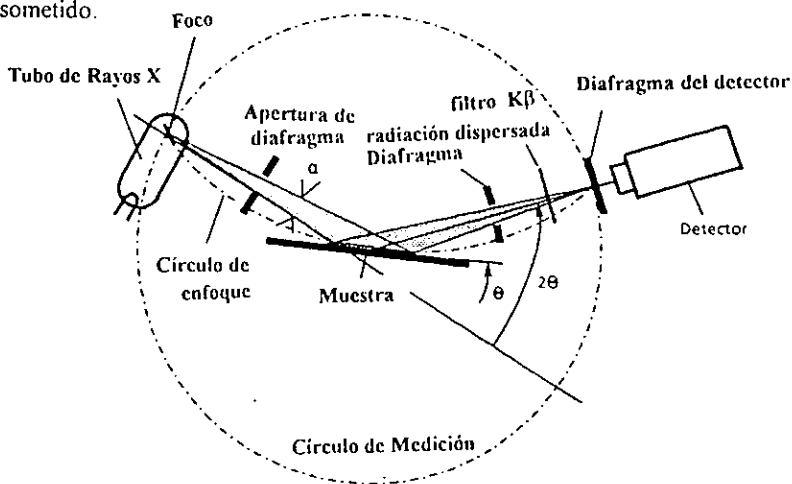


Fig. 3.3 Esquema del difractómetro empleado en el análisis de muestras por el método de polvos

Partiendo del hecho de que se sabe cuales son los componentes del material de estudio, se observa un difractograma y se analizan los máximos de difracción, tanto en su posición como en su intensidad relativa. De aquí se determina que tipo de fases están presentes en la muestra analizada y se limita a hacer una comparación con las fichas JCPDS, las cuales se encuentran en un banco de datos de la computadora del equipo. El análisis se completa al establecer las distancias interplanares del mismo difractograma utilizando la ley de Bragg; y a partir de éstas se pueden determinar tanto los índices de Miller, como los parámetros de la celda. Una vez que se han determinado los parámetros de celda de todos los componentes de la muestra, es posible hacer un análisis de la variación de dichos parámetros como función de la composición de la serie de fases presentes, para poder establecer si corresponde, dado el proceso realizado, a lo que se espera [20,22,23]

III.1.2 Asignación de los Índices de Miller

Una vez que se tiene el difractograma de la muestra, se procede a asignar índices de Miller. Un programa de computadora asigna a los máximos de difracción las distancias interplanares, una vez con esto la gráfica se compara con los patrones ya existentes de elementos, fichas JCPDS, que posiblemente contenga el material, los cuales ya están bien caracterizados. La comparación se hace entre las distancias interplanares de los máximos de difracción, los patrones ya caracterizados se encuentran catalogados y tienen ya asignados los índices de Miller, de tal manera que sólo tenemos que ver las distancias en nuestro difractograma y encontrar una correspondencia en los patrones ya definidos, así, esta distancia, correspondiente a un máximo de difracción tendrá los mismos índices, este procedimiento se hace de manera manual.

III.2 Microscopía

Los microscopios ópticos y electrónicos son muy comunmente utilizados en microscopía. Estos instrumentos se usan en la investigación de características microestructurales de los diferentes tipos de materiales (metales, cerámicos, y polímeros). La mayoría de estas técnicas

emplean equipo fotográfico integrado al microscopio, la imagen obtenida se le llama fotomicrografía.

III.2.1 Microscopía Electrónica

La microscopía electrónica es particularmente útil para realizar estudios minuciosos sobre los materiales, debido a su gran resolución (arriba de 2000x). Esta técnica esencialmente proporciona información sobre la microestructura del material como defectos, deformaciones, inclusiones, precipitados o la presencia de diferentes fases.

Una imagen de la estructura de la muestra bajo investigación se forma usando un haz de electrones en lugar de luz. De acuerdo al Principio de D'Broglie, un electrón tendrá una longitud de onda asociada, la cual es inversamente proporcional a su velocidad. Cuando un electrón se acelera a través de altos voltajes, se puede lograr que los electrones tengan longitudes de onda del orden de 0.003 nm (3 pm). Como consecuencia de la longitud de onda corta del haz de electrones, los microscopios electrónicos tiene altas energías y alto poder de resolución para los microscopios. El haz de electrones se enfoca por medio de lentes magnéticas y la imagen se forma en una pantalla fluorescente. La geometría de los componentes del microscopio electrónico es semejante a que se tiene en los ópticos¹³.

III.2.2 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Esta técnica consiste en que la superficie de una muestra por analizar, es barrida con un haz de electrones, y el haz de electrones reflejado (o retrodispersado) se colecta y se muestra con la misma velocidad de barrido en un tubo de rayos catódicos (monitor). La imagen que aparece en la pantalla, - que puede ser fotografiada - representa la superficie característica de la muestra. La superficie de la muestra puede estar o no pulida y atacada químicamente, dependiendo de cuales sean los intereses (resaltar fases, fronteras de grano fractografía, etc. además de limpiar la superficie), pero debe ser eléctricamente conductora^{13,20}. Si la muestra no es conductora, se

recubre con una película que generalmente es oro, puede ser carbón; ya sea por evaporación o con pintura.

III.3 Desarrollo Experimental

En este trabajo se utilizó una aleación base Zn-Al de composición eutéctica. Se hicieron pruebas de tensión y de envejecimiento de manera paralela.

Para la prueba de tensión, la muestra fue preparada en barras de 20 mm de diámetro a 250 °C, la cual fue maquinada en probetas estándar ¹²⁶¹ de 10 mm de diámetro y 50 mm de longitud. Inicialmente la muestra fue solubilizada a 350 °C por 4 días. La prueba de tensión se llevó a cabo a una temperatura de 150 °C en una máquina INSTRON con velocidad de cabezal de 0.7×10^{-3} mm/s hasta que se produjo la falla, después de lo cual, una de las partes de la probeta rota se cortó para poder obtener muestras que se pudieran analizar por rayos X y por microscopía de barrido.

Las muestras se tomaron de las diferentes zonas afectadas de la probeta, como son de la base, zona de cuello y zona de la fractura. Estas muestras se obtuvieron haciendo primeramente un corte transversal de la parte de interés, teniendo especial cuidado de la punta. Posteriormente se hicieron cuatro cortes más para tener muestras pequeñas de cada una de las zonas de interés, como se muestra en la figura 3.4

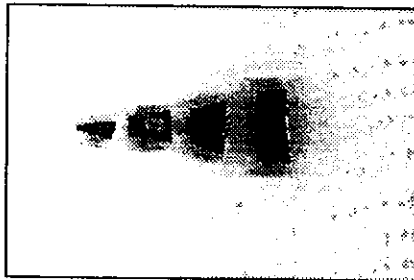


Fig. 3.3 Muestras cortadas de las diferentes zonas

III.3.1 Preparación de las muestras

Inicialmente se selecciona una muestra representativa del material que se quiere analizar, la cual será cortada de la pieza original. La superficie elegida será desbastada y pulida para revelar la microestructura.

Durante el corte, la estructura de la aleación es dañada hasta una profundidad de 1 mm aproximadamente, ésta dependerá del tipo de cortador empleado, la velocidad de corte y la dureza del material; esta última disminuye en buena medida la profundidad del daño. Posteriormente la capa dañada se remueve mediante desbaste.

El desbaste se realiza mediante lijas, inicialmente del número 320 seguido por lijas del número 400 y 600; cada papel disminuye la rugosidad del inmediato anterior.

El pulido de las muestras, generalmente involucra un pulido grueso y un pulido fino. En el pulido grueso se emplea un paño que se impregna con un abrasivo que inicialmente es alumina disuelta en agua ($H_2O + Al_2O_3$ de 0.5 mm apróx.), el paño se coloca en una pulidora, la cual tiene un motor de velocidad variable. Finalmente se hace el pulido fino con pasta de diamante de 0.5 y 0.3 μm . Se coloca la muestra sobre el paño, en lugar de usar agua o alcohol, se usa aceite para no disolver la pasta, y se gira en sentido contrario al giro del disco, sin ejercer mucha presión y teniendo cuidado de que el paño no se contamine con polvo para no rayar la superficie de la muestra.

III.3.2 Tratamientos térmicos

Primeramente la muestra fue solubilizada a 350 °C por 4 días. El tratamiento de envejecido se lleva a cabo térmicamente mediante un horno de alta temperatura (mufla) aplicando 150 °C durante un cierto tiempo que inicialmente es de 10 min. Cada vez que la muestra es expuesta

térmicamente se extrae y se lleva a analizar a los rayos X y se le toman micrografías de barrido para registrar el proceso.

III.3.3 Rayos-X

En cada paso del proceso de envejecimiento se obtuvo un difractograma correspondiente, de manera que se tuvo la secuencia de la transformación de la muestra. El equipo que se utiliza es un Difractómetro Kristalloflex D-5000 y un D-500, (ambos equipos se trabajan bajo las mismas condiciones) los cuales cuentan con un filtro de Ni para la radiación K_{α} proveniente del Cu^{*}.

Para el análisis de rayos X se utilizó una velocidad de barrido de 1 grad/min, para un ángulo de 2θ en un intervalo de 35° a 47° , este fue el intervalo de interés por que es donde está la información representativa de las fases presentes. Como el material de estudio es cristalino, se utilizó un voltaje de 30 KV y una corriente de 20 mA.

Para obtener los índices de Miller de nuestros patrones, se hicieron comparaciones con los patrones del Zn, Al, y Cu de las fichas JCPDS, esta comparación se hizo de manera manual. Este procedimiento se describió en los puntos III.2 y III.3.

III.3.4 Microscopía

Para tener detalles finos de la microestructura se utilizó un microscopio electrónico de barrido Leica 400, con el cual se obtuvieron imágenes con ampliaciones de 2500x. Se trabajó con electrones retrodispersados (más energéticos) para tener la información de la microestructura, estos penetran la muestra y salen con un ángulo apróx de 90° . Se utilizó un voltaje de 20 KeV, variando la corriente desde 150 pA hasta 600 pA. El contraste se obtiene debido al peso atómico de los componentes del material; los elementos de bajo peso atómico son "más blandos" y

* El espectro de radiación del Cu presenta dos máximos de difracción K_{α} y K_{β} (que corresponden a decaimientos de los niveles L y M respectivamente, al nivel K del átomo) y el filtro de Ni elimina la contribución del pico menos intenso. Debido a que es un patrón muy simple es fácilmente identificable.

dispersan menos que los que tienen un peso atómico mayor. Los elementos “blandos” se observan oscuros y los “duros” se observan brillantes. Para el material de estudio solo necesita pulirse a “espejo” , ya que presenta una buena definición de las fases presentes. Para las micrografías se utiliza un rollo en formato 120 con ASA 400.

CAPITULO IV

RESULTADOS

IV.1 Comportamiento Tensil.

La figura 4.1 muestra la curva esfuerzo-deformación a 150 °C. El esfuerzo tensil último y el esfuerzo de prueba de 0.2% de la muestra fueron de 144.5 y 109.5 MPa respectivamente. La muestra falló cuando se alcanzó el 51.81% de deformación con un esfuerzo tensil instantáneo de 48.17 MPa. El desplazamiento en el pico y en la fractura fueron de 1.430 y 9.066 mm respectivamente.

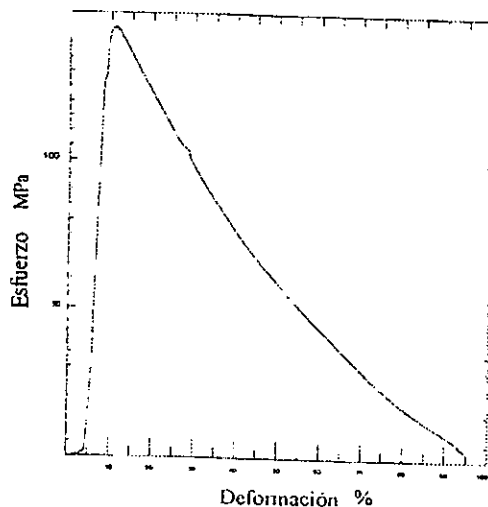


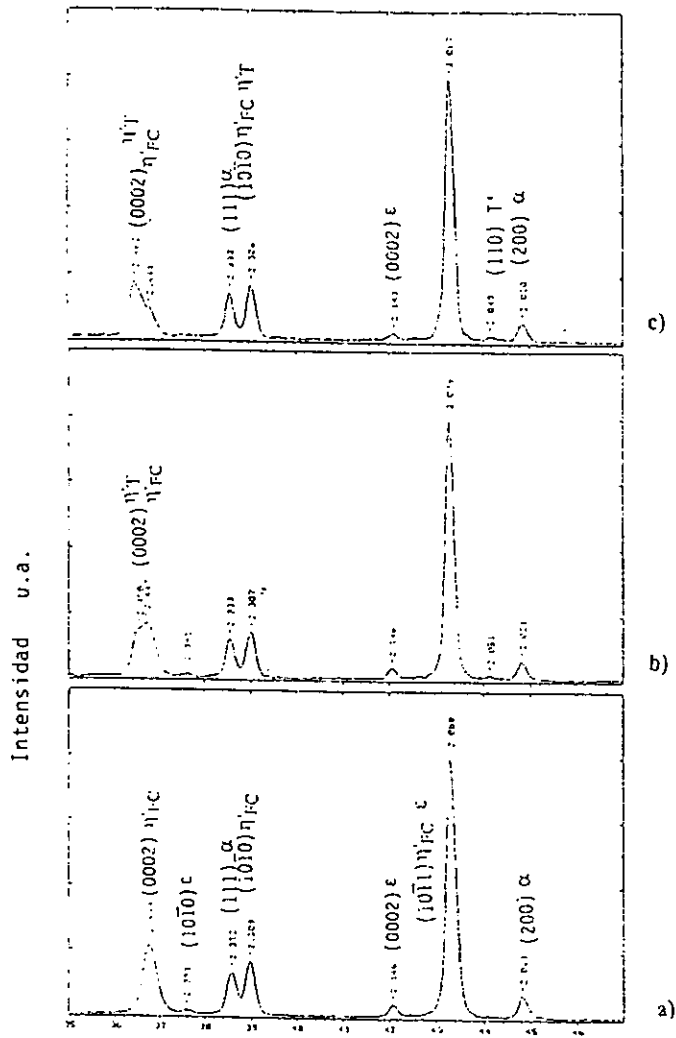
Fig.4.1 Gráfica de la curva esfuerzo-deformación para la aleación Zn-76% Al-22% Cu-2% durante la prueba de tensión a 150 °C.

IV.1.1 Difracción de rayos-X para la prueba de tensión.

En este trabajo se reportan en la figura 4.2 a, b y c, los difractogramas de la parte gruesa (sin deformación plástica), la zona del cuello y de la zona de la fractura después de la prueba de tensión a 150 °C. La parte gruesa muestra la presencia de las fases α , ϵ , η'_{FC} (designación de la fase η para la muestra envejecida), donde la fase α es la fase fcc rica en Al; ϵ es la fase hcp del CuZn_4 y la fase η'_{FC} es una fase metaestable rica en Zn con estructura derivada de la fase η'_E que se presenta en aleaciones eutectoides Zn-Al extruidas. La fase η'_T se observa en la zona del cuello y de la fractura y es la fase terminal (más estable) rica en Zn.

Para la prueba de tensión, la intensidad de los picos de difracción que pertenecen a los planos cristalográficos (0002) de la fase η'_{FC} se reacomoda gradualmente hacia ángulos 2θ mayores de 36.7 a 36.8, es decir, la distancia interplanar pasa de 2.444 Å a 2.441 Å de la zona gruesa a la zona de la fractura. Por otro lado el plano (10 $\bar{1}$ 1) permanece prácticamente sin cambio en 43.3° con 2.088 Å y el plano (10 $\bar{1}$ 0) pasa de 39° a 39.1° con unas distancias 2.309 y 2.306 Å y el pico correspondiente al plano (0002) de la fase η'_{FC} decrece mientras que el (0002) de la η'_T crece. El pico de difracción del plano (10 $\bar{1}$ 0) de la fase ϵ decrece hasta anularse en la zona de la fractura mientras que el (0002) persiste a lo largo de la prueba. En la zona del cuello se hace evidente la transformación de la fase η'_{FC} a la fase η'_T debido a que se tiene la coexistencia de ambas fases.

Se observa también que hacia la zona de la punta aparece el pico de la fase T' , lo que sugiere una reacción del tipo $\alpha + \epsilon \rightarrow T' + \eta$. Este tipo de transformación ocurre en esta prueba y se ha reportado en otros trabajos de molienda, envejecido y termofluencia para este tipo de aleación [10, 14, 29].



20

Fig. 4.2 Difractogramas de las diferentes partes de la aleación Zn-76% Al-22% Cu-2% después de la prueba de tensión a 150 °C. a) Parte gruesa, b) Zona del cuello, c) Zona de fractura

IV.1.2 Microestructura Inducida por Tensión

La Fig. 4.3 muestra la microestructura de la zona de la fractura donde se puede ver que consta de la estructura perlítica fina y de grano fino con un tamaño de partícula menor a $3\mu\text{m}$. La zona brillante es la fase η'_T con pequeños precipitados de la fase T'. Se puede ver que la fractura se da a través del grano fino y no de la perlita.

Las Figs. 4.4 a, b y c son micrografías tomadas de la zona del cuello; se observa que cuando nos acercamos a la zona de la fractura se presenta una mayor cantidad de grano fino que rodea a la fase ϵ y cerca de la zona gruesa se tiene más perlita tanto fina como gruesa además de una orientación de la fase η'_T en la dirección del esfuerzo aplicado.

Las Figs. 4.5 a y b muestran la microestructura de la zona gruesa donde se ve la perlita gruesa y fina sin la presencia de grano fino, también se ve que la fase ϵ se encuentra prácticamente libre de precipitados.

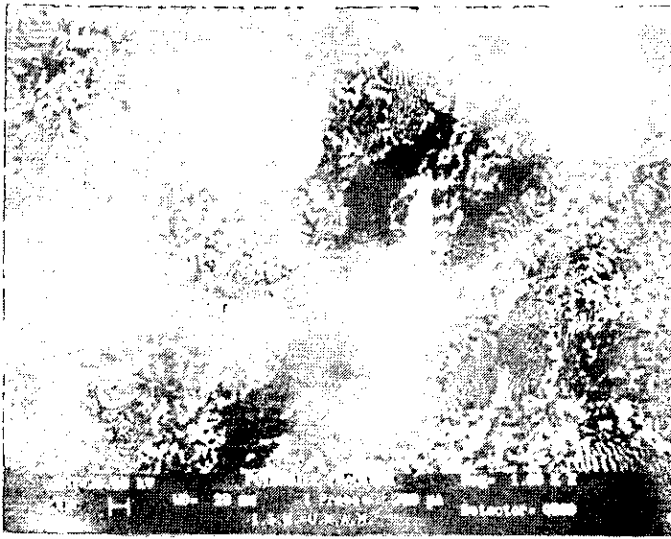


Fig. 4.3 Micrografía de la zona de la fractura 1000x

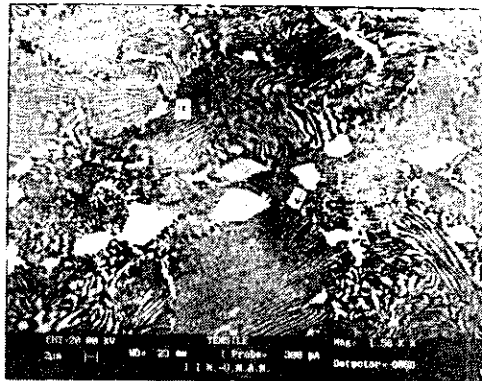
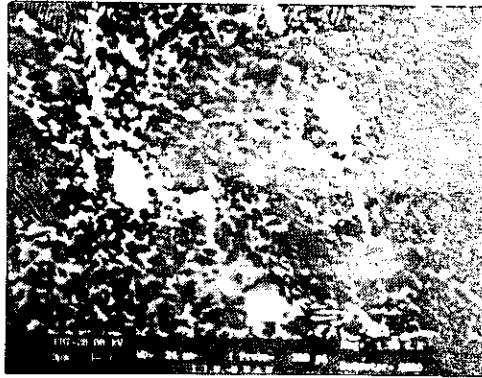
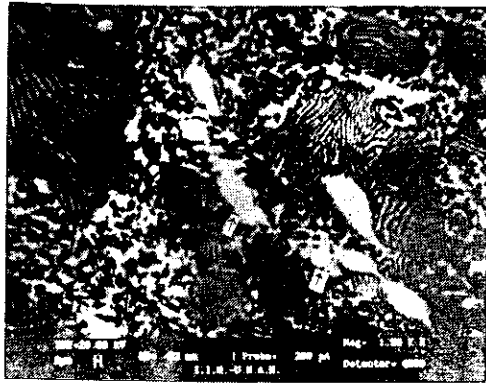
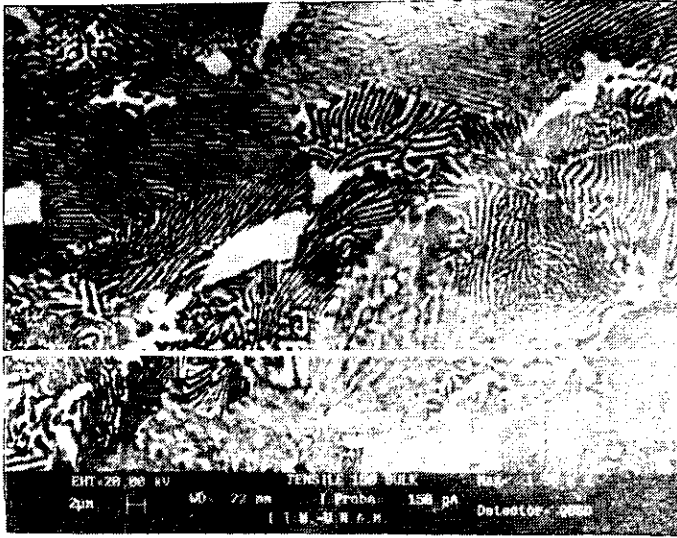
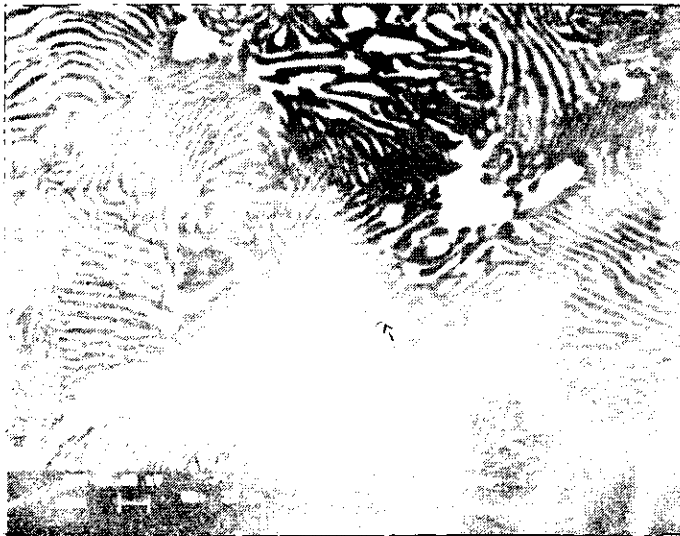


Fig. 4.4 Micrografias de la zona del cuello 1500x



(a)



(b)

Fig. 4.5 Micrografías de la zona gruesa o base a) 1500x b) 2500x

IV.2 Muestra Homogeneizada a 350 °C por 4 días.

La microestructura de la muestra homogeneizada consiste de las estructuras perlítica fina y gruesa. La fase α corresponde a la perlita fina y aparece en color oscuro y la fase η en color claro, la perlita gruesa corresponde a la fase β . La zona de la fase ϵ tiene pequeños precipitados de la fase η que provienen de la estructura perlítica gruesa. Fig. 4.6.

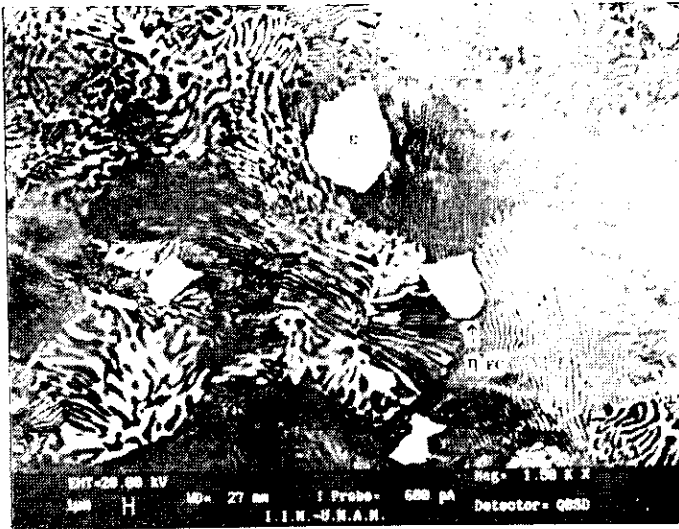


Fig. 4.6 Micrografía de la aleación Zn-76% Al-22% Cu-2% homogeneizada a 350 °C por 4 días, 1500x.

IV.2.1 Difracción de Rayos-X

Los difractogramas de la muestra homogeneizada y envejecida se presentan en la Fig. 4.7. La etapa inicial consiste de 4 fases α , ϵ , η'_{FC} y η'_T y se puede ver que se inicia con la coexistencia de las fases η'_{FC} y η'_T ; la intensidad de difracción de los planos (0002) de ambas fases aparecen traslapados, así como el plano (10 $\bar{1}$ 0) de las fase η'_{FC} y ϵ . El plano (200) de la fase α desaparece a las 15 h de tratamiento térmico mientras que el pico de la fase T' empieza a crecer y en 30 h la fase α ya ha desaparecido completamente y sólo tenemos la fase T' en 44.4 °; por otro lado la intensidad del plano (111) de esta fase decrece y la distancia interplanar pasa de 2.333 a 2.322 Å

La intensidad del plano (0002) de la fase ϵ decrece y se espera que finalmente desaparezca completamente y su parámetro pasa de 2.146 Å a 2.136 Å en ángulos de 42.1° y 42.3° respectivamente, mientras que el plano (10 $\bar{1}$ 0) desaparece después de 310 h; sus parámetros pasan de 2.390 a 2.379 Å y en ángulos de 37.6 y 37.8°.

La intensidad del plano (10 $\bar{1}$ 0) de la fase η'_{FC} se mantiene prácticamente sin cambio y sus distancias interplanares pasan de 2.308 a 2.379 Å con ángulos de 39 y 39.3°. El plano (0002) de esta fase se presenta con una distancia de 2.438 Å en un ángulo de 36.9°; después de 15 h se observa que se transforma a la fase η'_T que inicialmente tiene una distancia interplanar de 2.449 Å y pasa a 2.454 Å con ángulos de 36.7 y 36.58°. Esto sugiere que la transformación es del tipo $\alpha + \epsilon \rightarrow T' + \eta$ que se menciona anteriormente.

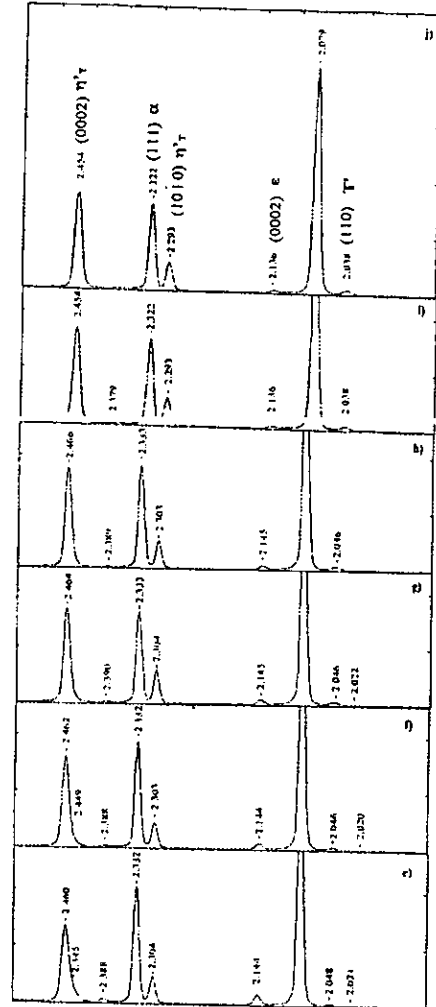
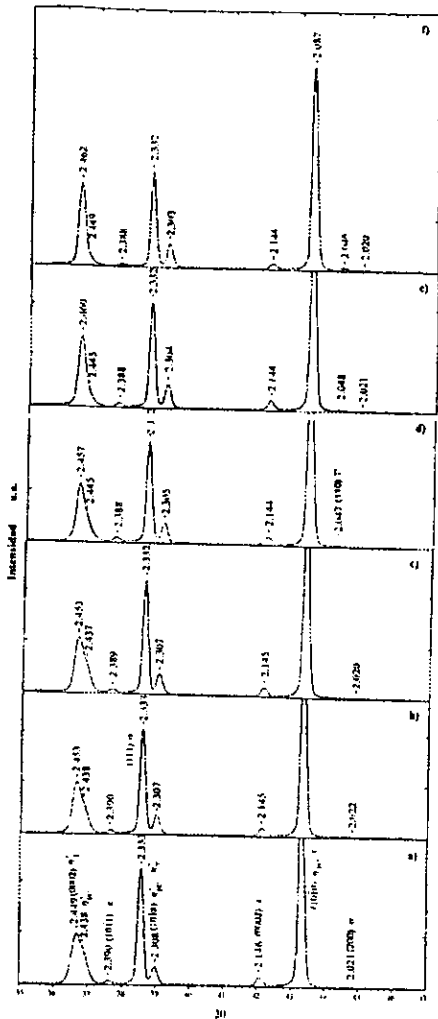


Fig. 4.7 Difractogramas de la aleación eutectoide Zn-76% Al-22% Cu-2%, durante el proceso de envejecimiento a 150°C.

- a) Muestra Homogeneizada
- b) 40 min
- c) 1 h 40 min
- d) 15 h

- e) 30 h
- f) 80 h
- g) 120 h
- h) 190 h
- i) 280 h
- j) 310 h

IV.2.2 Tratamientos de Envejecimiento.

La microestructura obtenida de la muestra por tratamientos térmicos a 150 °C fue perlita. A las 2 h de tratamiento, la figura 4.8 muestra la aparición de un tipo de precipitado, que se observan como partículas oscuras y corresponden a la fase η que provienen de la fase perlítica. Para 5 h de tratamiento térmico, la figura 4.9 muestra en gris claro la presencia de precipitados que corresponden a la fase T' que se encuentra en las orillas de la fase. En 30 h de tratamiento la figura 4.11 muestra claramente los dos tipos de precipitados y después de 120 h se observa que los precipitados han crecido significativamente, como lo muestran las figuras 4.12 y 4.13.

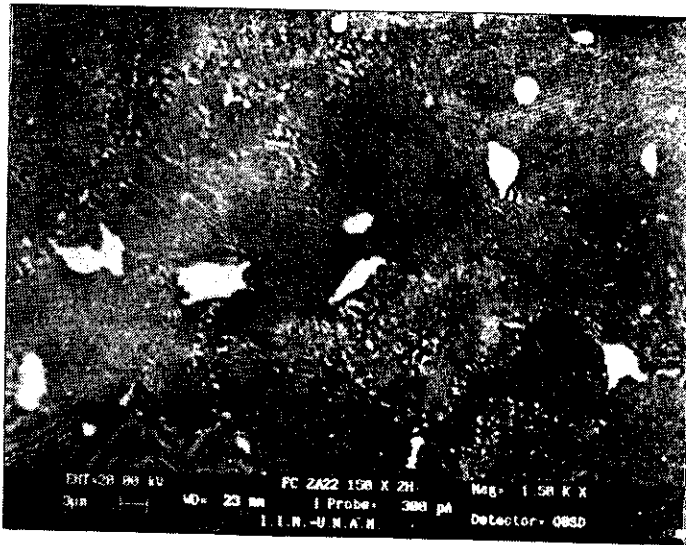


Fig. 4.8 Micrografía de la alcación con 2 h de tratamiento a 150 °C 1500x.

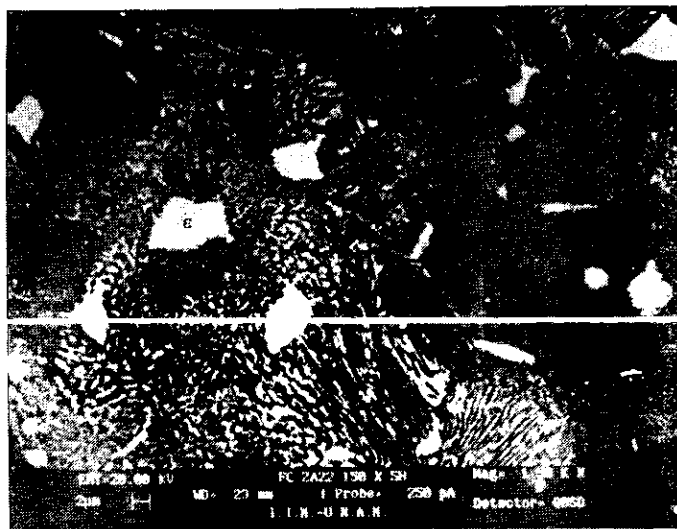


Fig. 4.9 Micrografía de la muestra con 5 h. de tratamiento a 150 °C 1500x

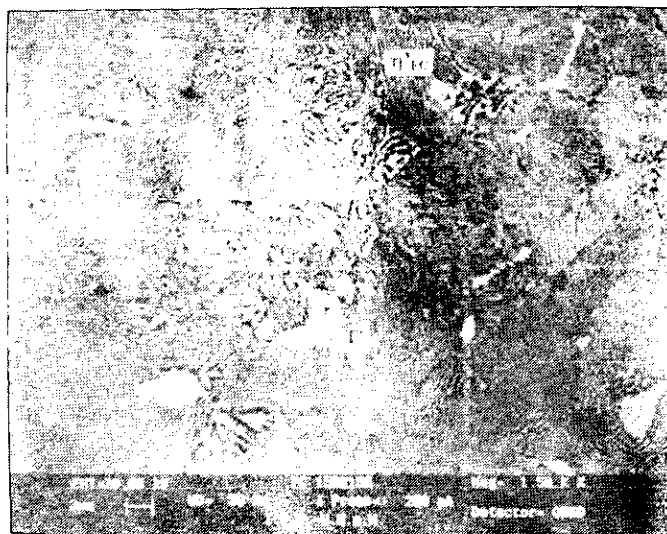


Fig. 4.10 Micrografía de la muestra con 15 h de tratamiento 2500x

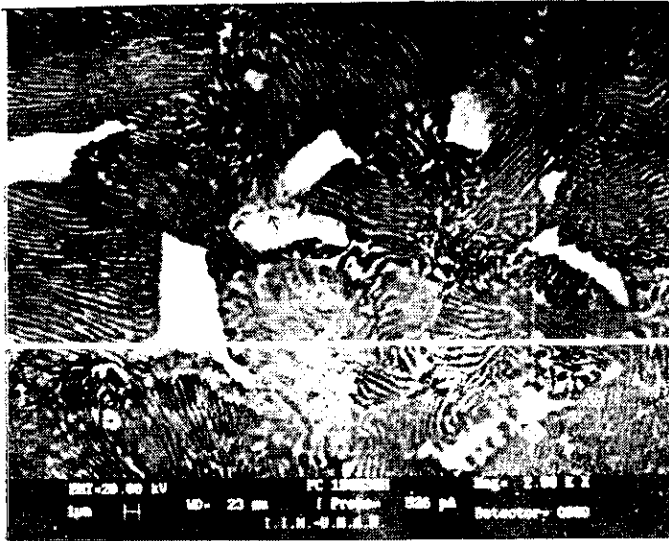


Fig. 4.11 Micrografía de la muestra con 30 h a 150 °C 2500x.

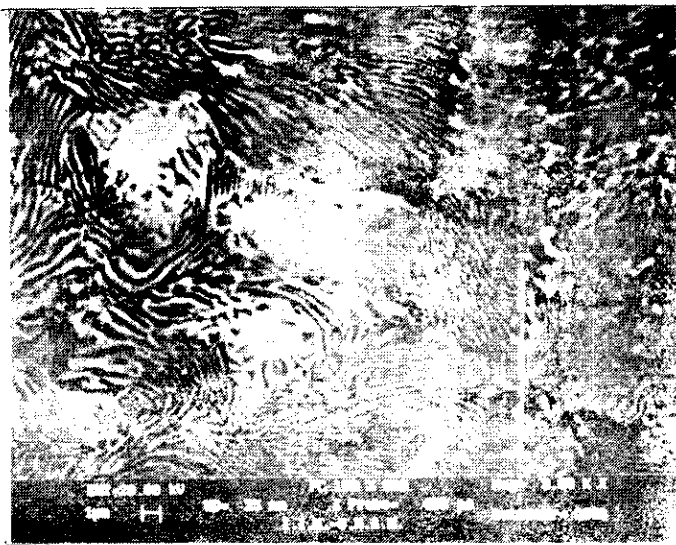


Fig. 4.12 Micrografía de la muestra con 50 h a 150 °C, 3000x.

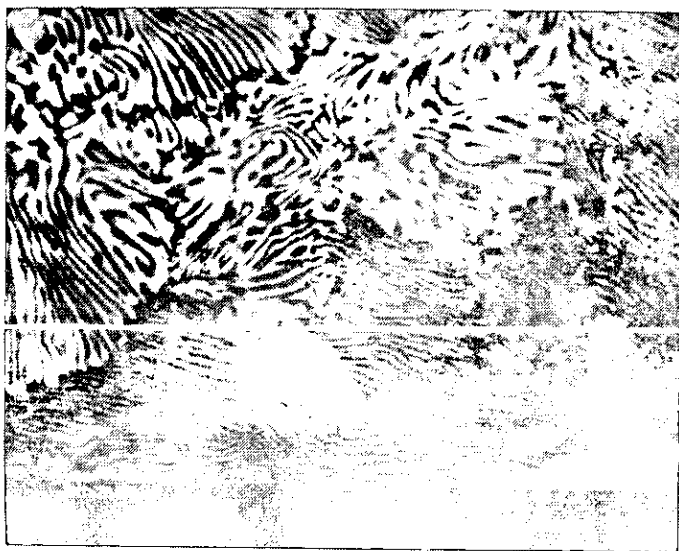


Fig. 4.13 Micrografía de la muestra con 120 h a 150 °C, 3000x

CAPITULO V

DISCUSION

V.1 Transformaciones de Fases Inducidas por Esfuerzo de Tensión

Durante la prueba de tensión a 150 °C, la parte gruesa de la muestra solamente sufre un tratamiento térmico, es decir, un envejecimiento, mientras que las zonas de cuello y de fractura sufren un tratamiento termo-mecánico, o sea, un envejecimiento con un esfuerzo.

Se observa que ocurren dos transformaciones de fase durante la prueba. La primera transformación consiste en la descomposición de la fase η'_{FC} hacia la fase η'_T que es más estable; esto se ve claramente en los difractogramas de la muestra envejecida. Este tipo de transformación se ha observado anteriormente en aleaciones Zn-Al-Cu eutéctoides en pruebas de molienda, tensión y de termofluencia ^[14, 18, 25].

La transformación de la fase η'_{FC} se lleva a cabo por precipitación discontinua que es similar a la descomposición de la fase β'_s en tratamiento de solución y en las aleaciones base Zn-Al eutéctoides fundidas ^[10, 17, 18, 24]. También se determinó que la descomposición ocurre de la siguiente manera: $\eta'_{FC} \rightarrow \eta + \alpha + T'$ lo que corresponde a la reacción $\alpha + \epsilon \rightarrow T' + \eta$ a 268 °C ^[18].

En la literatura ^[4] se reporta que si la relación de los parámetros reticulares c/a es mayor a 1.633, solamente ocurre deslizamiento en el plano basal (0001). Para la fase η se han reportado

valores de c/a de 1.82 y 1.86 ^[10, 22, 29], que son mayores a 1.633, por lo tanto el deslizamiento ocurre en el plano basal. Al ocurrir esta transformación, el eje c aumenta, lo cual significa que al perder Al de la solución sólida, η aumenta el valor de c . Esto implica que la atracción entre planos basales es más débil y por tanto el fenómeno de deslizamiento es más fácil, esto quiere decir que posiblemente la fuerza motriz para que ocurra la transformación es proporcionada por la facilidad para llevar a cabo la deformación plástica en una fase más favorable para el deslizamiento.

La segunda es la descomposición de la fase ϵ , comparando los difractogramas de la zona gruesa y de la fractura, se observa que el pico de la fase ϵ decrece en intensidad acompañado de un incremento en el pico de la fase T' . Esto implica que la transformación de ϵ a T' ocurre durante la prueba de tensión por una transformación de fases $\alpha + \epsilon \rightarrow T' + \eta$, lo cual se ha reportado en trabajos de envejecimiento en aleaciones base Zn-Al eutectoides y monotectoides ^[10, 13, 17]. Esta transformación se acelera en las zonas de cuello y fractura por el esfuerzo aplicado, ya que la prueba de tensión dura varios minutos y este tipo de transformación ocurre por un proceso de envejecimiento prolongado ^[4, 17], lo cual se pudo corroborar en la muestra envejecida.

Zhu y Murphy ^[12] proponen un modelo termodinámico para explicar que a partir de la reacción de equilibrio $\alpha + \epsilon \rightarrow T' + \eta$, se llega a las fases estables α , T' y η por medio de la disminución de temperatura, o sea, para que la reacción se lleve a cabo, la energía libre de la fase ϵ debe crecer más que la de las otras fases. Fig. 5.1.

De esta manera se puede tratar de explicar la transformación de fase inducida por esfuerzo, considerando que si se deforma la muestra plásticamente, hay un incremento en la entalpía de todo el sistema y entonces la energía libre de todas las fases, dada como $G=H-TS$, debe aumentar. Por lo que, la energía libre de la fase ϵ debe incrementarse más que la de las otras ^[30] favoreciendo la ocurrencia de la transformación.

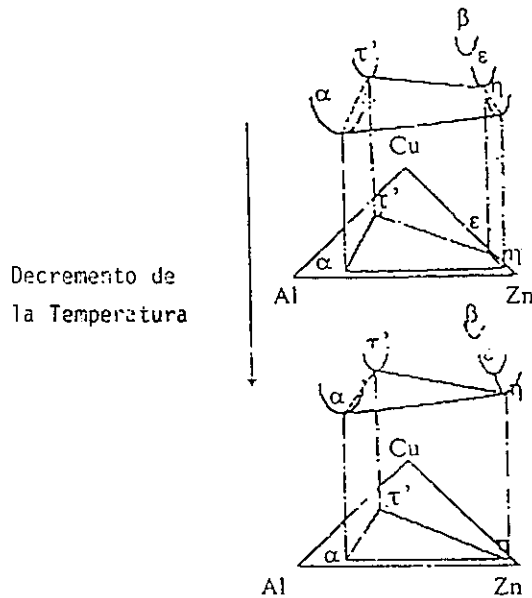


Fig. 5.1 Diagramas de energía libre de las fases α , T' , ϵ y η , durante la precipitación de la fase T' por decremento de la temperatura ^[12].

V.2 Cambios Microestructurales Inducidos por Deformación

Las micrografías de la muestra fallada por tensión muestran que la estructura perlítica gruesa que se tiene en la base de la muestra, cambia a una estructura de grano fino hacia la zona de la fractura, con un tamaño de grano menor a $3\mu\text{m}$ y en la zona de la fractura se tienen los precipitados de la fase η'_{FC} . La zona de cuello y de fractura sufren una gran deformación durante la prueba que hacen que aumente la energía interfacial y produce los cambios microestructurales de estructura perlítica gruesa a grano fino, mientras que la estructura perlítica fina permanece sin cambios. El grano fino contribuye a un alargamiento y mayor ductilidad del material, facilitando el desplazamiento individual de los granos a través de la migración de las fronteras de grano ^[18].

Comparando con la muestra envejecida, los primeros precipitados de la fase α se obtienen después de 2 h de tratamiento a 150 °C y los de la fase T' después de 5 h de tratamiento, por lo que se puede decir que las transformaciones son aceleradas por el esfuerzo aplicado.

CONCLUSIONES

-
- 1) El proceso termo-mecánico permite seguir el desarrollo de las transformaciones de fase inducidas por esfuerzo en la aleación eutécticoide Zn-76% Al-22% Cu-2%.
 - 2) La fase metaestable rica en Zn η'_{FC} se transforma por precipitación discontinua como, $\eta'_{FC} \rightarrow \eta + \alpha + T'$, durante un proceso termo-mecánico como deformación tensil a 150 °C
 - 3) La transformación de fases, $\alpha + \epsilon \rightarrow T' + \eta$, se acelera por alta deformación durante el proceso de tensión. Esta misma transformación se lleva a cabo, por un tiempo prolongado, en un proceso de envejecido.
 - 4) La estructura perlítica gruesa, fase β , se transforma a una estructura de grano fino durante la deformación tensil, lo que es importante en el alargamiento además de que se tiene mayor ductilidad en el material. La estructura perlítica fina, fase α , permanece sin cambio durante el proceso.
 - 5) La muestra envejecida a 150 °C presenta dos tipos de precipitados después de 5 h de tratamiento; el primero proviene de la fase β , perlítica gruesa; y el segundo de la fase T' rica en Zn. Este tipo de precipitados no se ha reportado en la literatura.
 - 6) La fractura se propaga a través de la estructura de grano fino rodeando a la estructura perlítica.

BIBLIOGRAFIA

-
- [1] William D. Callister, Jr, *Materials Science and Engineering. An Introduction* (Tercera edición) 1994, John Wiley and Sons, Inc. , págs. 107-218.
- [2] Donald R. Askeland, *The Science and Engineering of Materials*, 1984, Brooks/Cole Engineering Division, págs. 121-143.
- [3] Bruce Chalmers, *Physical Metallurgy* 1962, John Wiley and Sons, Inc. , págs. 139-140, 194-220.
- [4] D.A. Porter, *Phase Transformations in Metals and Alloys.*, 1984, K.E. Easterling. Van Nostrand Reinhold (UK) Co. Ltd. 60-91, 186-300.
- [5] Frank Porter, *Zinc Handbook, Properties, Processing and Use in Design*, 1991, págs. 51-52.
- [6] J. Hallen, J.L. González, A. Mosqueda, J. García y E. Orozco, *Recent Advances in Science, Technology and Applications of Zn-Al Alloys.* (Proceedings of the 3rd international Conference on Zn-Al Alloys). IIM-UNAM, (1994) 51-58.
- [7] Y.H. Zhu, G. Torres-Villaseñor, C. Piña. *J. Materials Science* 29 (1994) 1549-1552.

-
- [8] Y.H. Zhu, B. Yan, W. Huang. *Recent Advances in Science, Technology and Applications of Zn-Al Alloys*. (Proceedings of the 3rd international Conference on Zn-Al Alloys). IIMUNAM. (1994) 31-39.
- [9] M. Durman, S. Murphy. *Recent Advances in Science, Technology and Applications of Zn-Al Alloys*. (Proceedings of the 3rd international Conference on Zn-Al Alloys). IIMUNAM. (1994) 59-67.
- [10] Y.H. Zhu. *Recent Advances in Science, Technology and Applications of Zn-Al Alloys*. (Proceedings of the 3rd international Conference on Zn-Al Alloys). IIMUNAM. (1994) 77-87.
- [11] A.A. Presnyakov, Y.A. Gotban and V.V. Cherpyakova, *Russian Journal of Physical Chemistry*, **35**, 6, (1990) 623.
- [12] Y.H. Zhu. and S. Murphy, *Chin. J. Met. Sci. Technol.* **2**, (1986) 105-115.
- [13] Y.H. Zhu. and S. Murphy, *Chin. J. Met. Sci. Technol.* **3**, (1987) 261-269.
- [14] Rodríguez Hernández, Juan Carlos, Tesis (Maestría) ESIQIE-IPN, 1997.
- [15] Anthony R. West, *Solid State Chemistry and Its Applications*, 1985, J. Wiley and Sons.
- [16] B.D. Cullity, *Elements of X-ray Diffraction*. Addison-Wesley, 1967. págs. 1-25.
- [17] Y.H. Zhu, *Chin. J. Met. Sci. Technol.* **6**, (1990) 125.
- [18] Y. H. Zhu and J. Torres, *Z. Metallkd.* **88** (1997) 4.
- [19] Y. H. Zhu and J. Torres, *J. Materials Processing Technology* (1997) 123.

-
- [20] Y. H. Zhu and F. E. Goodwin, *J. Mater. Res.* **8**, 12 (1993) 590
- [21] B. K. Prasad, A. K. Patwardan, A. H. Yegneswaran., *J. Mat. Sci.* **31** (1996) 6317-6324.
- [22] Y. H. Zhu; *J. Mater. Res.* **11**, 3 (1996) 593-598.
- [23] Y. H. Zhu, *Chi. J. Met. Sci. Technol.* **5** (1989) 120.
- [24] Y. H. Zhu, B. Yan and W. Huang *25è Conférence Annuelle des Métallurgistes, (1986)* Toronto, Canadá, editado por G.P. Lewis, R. J. Barnhurst y C. A. Loong, Pág. 23.
- [25] Y. H. Zhu, E. Orozco and J. Torres, *Materials Transactions, JIM*, **38**, 6 (1997) 521-525.
- [26] *Metals Handbook* ASM, **8**, 20-33
- [27] Torres González Julieta, Tesis (Licenciatura) FC-UNAM, 1997.
- [28] Terence G. Langdon, *Recent Advances in Science, Technology and Applications of Zn-Al Alloys*. (Proceedings of the 3rd international Conference on Zn-Al Alloys). IIMUNAM. (1994) 177-182.
- [29] Y.H. Zhu, *Journal of Mat. Sci. Letters* (1996) 1888-1889.
- [30] Herbert B. Callen, *Thermodynamics and an Introduction to Thermostatistics*, 2a. edición, Editorial Wiley, págs. 27, 147.
- [31] Y. H. Zhu, V. M. López Hirata and M. Saucedo Muñoz, *Z. Metallkd.* **88** (1997) 12.
- [32] V. M. López Hirata, Y. H. Zhu, M. Saucedo Muñoz, F. Hernández, *Z. Metallkd.* **89** (1998) 3.

[33] Ahmet Türk, Mehmet Durman and E. Sabri Kayali, Z. Metallkd.89 (1998) 5.

[34] Mehmet Durman, Z. Metallkd.89 (1998) 6.