

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

SUPERPLASTICIDAD EN LA ALEACIÓN Zn-22Al-2Cu (% en peso) COLADA EN MOLDE DE ARENA

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO MECÁNICO ELECTRICISTA

P R E S E N T A:

CÉSAR MACIEL ORTIZ

ASESOR: M. EN I. FELIPE DÍAZ DEL CASTILLO RODRÍGUEZ

CUAUTITLÁN IZCALLI, EDO. DE MÉXICO



Universidad Nacional Autónoma de México



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.

DEDICATORIA.

Quiero agradecer a Dios porque me ha permitido terminar la licenciatura de Ingeniero Mecánico Electricista y con esto alcanzar una de las metas que me he propuesto.

Igualmente quiero agradecer a mis padres Salvador Maciel Navarro y Rosa Martha Ortiz Ortiz (a quienes también dedico este trabajo) y que gracias al apoyo que me brindaron, a su amor, compresión, cariño y paciencia, he logrado tener una educación. Ellos han sido mi inspiración para terminar mi carrera, y gracias a los consejos que me han dado he logrado superar los momentos difíciles. Les agradezco que nunca me han dejado solo y cuando los he necesitado han estado conmigo.

De la misma forma quiero agradecer al resto de mi familia, a las personas que quiero y estimo y en general a todos aquellos que de una u otra manera influyeron en mi vida y me ayudaron a completar esta etapa de mi vida.

También agradezco a mi asesor de tesis, por el apoyo y la ayuda que me brindó, por el tiempo que dedicó a asesorarme en este trabajo, y finalmente quiero agradecer la ayuda que me brindo el Instituto de Investigación en Materiales de la Universidad Nacional Autónoma de México, al obtener los difractogramas que necesitaba para que este trabajo estuviera más completo.

ÍNDICE

	PÁ	G.
INTRODUCCIÓN	• • • • •	1

CAPÍTULO 1 LA ALEACIÓN ZN-22AL-2CU (% en peso), CARACTERÍSTICAS Y PROPIEDADES

1.1 BREVE HISTORIA DEL ZINALCO	. 4
1.2 ¿QUÉ ES EL ZINALCO?	13
1.3 PROPIEDADES DE LA ALEACIÓN Zn-22 Al-2 Cu (%EN PESO)	18
1.4 VENTAJAS DE LA ALEACIÓN Zn-22 Al-2 Cu (%EN PESO)	20
1.5 POSIBLES APLICACIONES DEL ZINALCO	21

CAPÍTULO 2 ¿QUÉ ES LA SUPERPLASTICIDAD?

2.1 ANTECEDENTES	23
2.2 CARACTERÍSTICAS DE UN MATERIAL SUPERPLÁSTICO 2	25
2.3 ASPECTOS MECÁNICOS DE LA SUPERPLASTICIDAD 2	27
2.4 FACTORES DE LOS QUE DEPENDE LA SUPERPLASTICIDAD 3	60
2.4.1 REGIÓN DE FLUJO SUPERPLÁSTICO 3	33
2.5 MODELOS DE DEFORMACIÓN SUPERPLÁSTICA 3	5
2.5.1 DESLIZAMIENTO Y DIFUSIÓN DEL LÍMITE DE GRANO	6
2.5.2 MODELOS DE DISLOCACIÓN 4	2
2.6 SUPERPLASTICIDAD A TEMPERATURA AMBIENTE 4	5
2.7 CAVITACIÓN 4	16
2.8 CONFORMADO SUPERPLÁSTICO 4	17
2.9 REFINAMIENTO DEL GRANO 4	18

CAPÍTULO 3 DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1 OBTENCIÓN DE LAS PROBETAS	50
3.1.1 OBTENCIÓN DEL MODELO	50
3.1.2 OBTENCIÓN DEL MOLDE DE ARENA	52
3.1.3 PROCESO DE COLADA	57
3.1.4 CORTE Y MAQUINADO DE LAS PROBETAS	59
3.2 TRATAMIENTO TÉRMICO DE LAS PROBETAS	59
3.3 ENSAYO DE TENSIÓN	60
3.4 MICROSCOPÍA ÓPTICA	61
3.5 DUREZA DE LAS MUESTRAS	63
3.6 ANÁLISIS MEDIANTE RAYOS X (DIFRACTOMETRÍA)	63

CAPÍTULO 4 RESULTADOS

4.1 PRUEBAS DE TENSIÓN	66
4.2 METALOGRAFÍA	68
4.3 DUREZA	73
4.4 DIFRACCIÓN DE RAYOS X	74

CAPÍTULO 5 DISCUSIÓN

DISCUSIÓN	95
CONCLUSIONES	97
BIBLIOGRAFÍA	98

APÉNDICE A	101
APÉNDICE B	103
APÉNDICE C	107

INTRODUCCIÓN

El presente trabajo tiene como objetivo presentar un estudio para tratar de establecer las condiciones que se necesitan, para la obtención de superplasticidad a temperatura ambiente, (qué es la capacidad que tienen algunos materiales de presentar grandes deformaciones antes de fracturarse) en un material que se conoce como Zinalco^{MR}, la cual según algunos reportes hechos por investigadores de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), podría presentarse también en la aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso), también conocida como Zinalco. Esta aleación es importante porque se desarrolló en la ciudad de México a finales de los años setentas del siglo pasado en los laboratorios de la UNAM por el investigador Dr. Gabriel Torres Villaseñor, además, cuenta con dos metales (zinc y cobre) que se encuentran en abundancia en suelos mexicanos; por otro lado estos materiales son de un costo no muy elevado, cuentan con buena resistencia a la corrosión y una baja densidad. De igual forma esta aleación goza de buenas propiedades: 1) buena resistencia mecánica, y 2) gran ductilidad; propiedades que pueden ser aprovechables y que podrían reducir las importaciones de algunos materiales de los que México carece, y aprovechar el uso de otros, cuya aplicación no está siendo explotada.

De acuerdo con estudios hechos previamente en la Universidad Nacional Autónoma de México, ciertos tratamientos térmicos ayudan al comportamiento superplástico de esta aleación a temperatura ambiente. Lo que se busca en este trabajo es la obtención de superplasticidad en probetas de Zinalco obtenidas por fundición en molde de arena por colada continua, mediante un tratamiento térmico, procurando mediante éste disminuir el tamaño del grano que, según estudios hechos anteriormente, es lo que ocasiona que el material (Zinalco) presente esta propiedad.

Este trabajo se presenta en cuatro capítulos, haciendo uso de ilustraciones, esquemas y gráficas para demostrar la teoría planteada en cada uno de ellos. En el primer capítulo, se mencionan las características de la aleación zinalco, la cual está compuesta por un 76% de zinc, un 22% de aluminio y un 2% de cobre. También se ven algunas formas de fundición mediante las que puede ser obtenida. Se tratan algunos procesos de

conformado a los que puede ser sometida. Se ve también las ventajas con que cuenta este material sobre otras aleaciones y por último algunos usos que se le podría dar.

En algunas investigaciones hechas previamente se ha observado que el Zinalco podría contar con una característica conocida como superplasticidad; tema que se desarrolla en el segundo capítulo del presente trabajo, en donde se mencionan las características con las que, según estudios recientes, se ha encontrado que debe contar un material para que presente superplasticidad. La superplasticidad es un fenómeno interesante que ocurre incluso en algunas aleaciones muy resistentes, como es el caso de la aleación Ti-6Al-4V, que está constituida principalmente por titanio, metal que se caracteriza por su dureza. La superplasticidad es una característica que presentan algunos materiales, generalmente a temperaturas que van de los 0.5 a los 0.75 T_m (temperatura de fusión) y que consiste en la elongación del material varias veces su tamaño original antes de fracturarse; dicho de otro modo, el material tiene la capacidad de desarrollar deformaciones permanentes muy grandes antes de romperse, esto bajo determinadas condiciones físicas; cualidad que permite fabricar metales que se puedan estirar más de lo normal antes de romperse, tendiendo a ser más livianos y resistentes a los esfuerzos, a la fatiga y a tolerar altas temperaturas sin perder sus cualidades, esto permite fabricar piezas de formas complejas a través de un proceso continuo de deformación.

Este es un fenómeno complejo, e inclusive aún no se sabe a ciencia cierta que lo ocasiona, pues nace de la elaborada dinámica de los átomos que conforman la aleación. Aunque estudios hechos recientemente sobre este fenómeno, han demostrado que los materiales que pueden presentar superplasticidad, son aquellos que cuentan con un tamaño de grano muy fino y con un arreglo de granos equiaxial.

Hoy en día la superplasticidad ha sido usada para desarrollar un nuevo tipo de conformado, conocido como conformado superplástico, el cual está revolucionando la industria de la transformación, pues estos materiales, mediante este proceso pueden conformarse en formas complejas al poder inyectar el material en estado cuasilíquido,

en un molde y replicar perfectamente la superficie y forma de este, de modo que pueden reducirse o incluso eliminarse muchos de los pasos de soldadura, corte, mecanizado y otros que representan más del 30% del coste de manufactura de la mayoría de los productos de acero.

Para comprobar experimentalmente la posible existencia de superplasticidad en este material, se necesitó de la fabricación de algunas probetas de medidas estandarizadas, el proceso para la obtención de estas probetas se explica en el capítulo tres. Aquí se presenta de forma detallada el proceso de fundición en molde de arena, el cual fue elegido para la fundición del metal por ser uno de los métodos más fáciles y de los que menos infraestructura requieren, aquí también se precisa la forma de tratamiento térmico al que fueron sometidas algunas de ellas, así como las pruebas de laboratorio que se les aplicaron a dichas probetas, para determinar su resistencia a la tención, su dureza, y su microestructura.

En el último capítulo, se presentan los resultados que arrojaron las pruebas de tensión, y de dureza. Así como también las fotomicrografías correspondientes tomadas a cada una de las muestras obtenidas de las probetas para poder observar las diferentes microestructuras que éstas presentan debido a los diferentes tiempos de permanencia de las probetas en el horno, durante el tratamiento térmico.

A final de este trabajo se presenta una pequeña discusión de lo que se logró experimentalmente según las pruebas de laboratorio, comparando esto con la teoría recabada y una conclusión general sobre los resultados obtenidos.

CAPÍTULO 1

LA ALEACIÓN Zn-22Al-2Cu (% en peso), CARACTERÍSTICAS Y PROPIEDADES

La aleación Zn- 22Al - 2Cu (% en peso) es mejor conocida como Zinalco^{MR.}, por lo que de aquí en adelante nos referiremos al material con cualquiera de las dos formas.

1.1.- Breve historia del Zinalco:

En la década de los 50's del siglo pasado, las aleaciones Zn-Al fueron desarrolladas en Alemania con el objetivo de sustituir al bronce, ya que el cobre se había escaseado. Algunas aleaciones obtenidas conteniendo del 10 al 30% de aluminio rivalizaron con el bronce.

El aluminio en México, como en la mayoría de los países latinoamericanos, es un producto de importación. Su uso es tan extenso que ha logrado ocupar, junto con el acero, un lugar vital en el desarrollo industrial.

En México existe un problema en la producción de aluminio, pues el país no dispone de bauxita y además la energía eléctrica tiene un alto costo. La carencia de bauxita en México, ha obligado al país a importar aluminio o alúmina para ser transformada en aluminio. Sin embargo, el aluminio obtenido a partir de alúmina resulta ser en promedio 22 por ciento más costoso que el importado, debido principalmente al alto costo de la electricidad. Por estos motivos se pensó en la posibilidad de sustituir las aleaciones ricas en aluminio por aleaciones ricas en zinc, en aquellos casos en donde la ligereza no es un factor importante, como lo son en aplicaciones para la industria de la construcción, las cuales consumen aproximadamente el 70 por ciento del aluminio.

El zinc, es un metal relativamente barato y muy abundante en México, del que se tienen excedentes importantes anualmente. Este material incluso puede considerarse contaminante y dañino para los seres humanos, pero cuando es combinado con el aluminio y el cobre, esta aleación adquiere ciertas características como son, una dureza similar a la del acero estructural, una buena resistencia a la corrosión, un bajo peso específico (35% más ligero que el acero) y gran ductilidad en piezas obtenidas directamente de fundición. Además, mediante tratamientos térmicos y mecánicos, se pueden ampliar la gama de características mecánicas, como lo es la presencia de superplasticidad.

La mayoría de las aleaciones Zn-Al estaban diseñadas para utilizarse sólo en fundición y fundición a presión, pero fueron la base para obtener el Zinalco, el cual puede ser extruído, laminado, o termoformado.

La aleación Zinalco está compuesta por zinc, aluminio y cobre. Surgió como producto de estudios básicos realizados sobre las propiedades del zinc y del cobre, y se le llamó Zinalco porque es una palabra compuesta por las primeras letras de los metales que la componen (*Zinc*, *al*uminio y *co*bre).

Las primeras investigaciones que darían origen al Zinalco comenzaron en 1972 año en que se realizaron investigaciones sobre el cobre, estando al frente de tales investigaciones el Dr. Gabriel Torres Villaseñor. Estas investigaciones se extendieron por cuatro años pero sus conclusiones no arrojaron más que resultados muy básicos y difícilmente aplicables a nivel industrial.

Después de realizar estos estudios con el cobre, se inició una nueva línea de investigación enfocada a perfeccionar el conocimiento sobre el zinc; el zinc se consideró como más importante respecto al cobre por su alto volumen de producción en México, aunque ambos son considerados como materias primas nacionales. El zinc es un metal pesado cuya única propiedad es su resistencia a la corrosión. Se usa para recubrir el acero y así lograr la famosa lámina galvanizada resistente a la corrosión.

Sin embargo, la influencia de los plásticos y el aluminio disminuyó la importancia del zinc.

Para este año, los países avanzados ya habían iniciado planes de sustitución de materias primas que les producían dependencia de otros países, como por ejemplo el cobre proveniente de Chile.

Los estudios básicos citados se mantuvieron con fondos del instituto hasta 1979, año en el que se recibieron recursos por parte de la Organización de los Estados Americanos (OEA), para el desarrollo de aleaciones a base de zinc que pudieran usarse en sustitución del aluminio, del cual México carece y tiene que importar.

En 1983 ya se contaba con un diseño de material con las propiedades adecuadas para competir con el aluminio. El diseño se basó en lograr un material que tuviese una relación de peso a resistencia mecánica igual a la de las aleaciones de aluminio de la serie 6000, las cuales son las más usadas en México. La densidad fue disminuida con aluminio y las propiedades mecánicas se ajustaron con la adición de cobre.

Las pruebas a nivel de laboratorio indican que el material podía utilizarse en todos los campos en los que se utilizaba el aluminio, como son la extrusión, forja y laminado, lo cual abría nuevos campos de aplicación del zinc no explotados a nivel mundial.

Lo que proseguía era la realización de pruebas a nivel industrial. Con la colaboración de la Dirección General de Desarrollo Tecnológico, creada por la Coordinación de Investigación Científica de la UNAM, se inició un proceso de gestión tecnológica encaminado a buscar una empresa nacional interesada en iniciar un proyecto en conjunto con la UNAM, para explorar la posibilidad de industrializar al Zinalco; esta búsqueda terminó con la firma de un contrato con la compañía Falmex, el 9 de febrero de 1984.

La compañía Falmex no tuvo muchos problemas para producir la aleación a nivel industrial; de hecho en todas las pruebas se buscaba la colaboración con la academia, sin embargo, como no contaba con equipo para extrusión, inició tratos con la compañía Cuprum de Monterrey y el 9 de abril de 1984 se concertó la realización de la primera prueba industrial de extrusión de Zinalco. Los lingotes fueron preparados en forma muy artesanal en Falmex y aunque no tenían la calidad requerida, se demostró en la primera prueba que era posible extruir Zinalco.

El primer perfil estaba rayado por las impurezas contenidas en el lingote y se deformó la figura, en virtud de que el dado no estaba preparado para el Zinalco. Después de esta primera prueba, se realizaron cuatro pruebas más, entre abril y septiembre del mismo año, las cuales brindaron mejores resultados y animaron a la compañía Cuprum a intentar realizar un contrato por separado con la UNAM, aunque esta última dejó establecido claramente que no estaba dispuesta a romper un compromiso contraído con una empresa, la cual se había arriesgado en un momento en el que Zinalco era sólo un producto de laboratorio y no un producto susceptible de ser industrializado,

La idea original consistía en iniciar la extrusión de perfiles arquitectónicos de Zinalco para fabricar ventanas. En esta época el kilo de aluminio costaba el doble que el kilo de zinc por lo que, en esas condiciones, perfiles idénticos de Zinalco y aluminio tenían el mismo costo, con la salvedad de que el Zinalco pesaría el doble por tener doble densidad, pero también con el doble de resistencia mecánica. Si se quisiera obtener idénticas propiedades, se debería disminuir el espesor de la pared a la mitad en el perfil de Zinalco y el resultado sería un perfil con idéntico peso y resistencia mecánica pero a mitad de precio.

En 1984, el precio del aluminio sufrió una disminución increíble, quedando casi a la par con el zinc, por lo que la ventaja del Zinalco frente al aluminio quedaba en

entredicho. Este precio se conservó hasta 1987, año en el que las condiciones volvieron a ser favorables para el Zinalco.

En junio de 1985, Falmex firmó un nuevo convenio de desarrollo para la extrusión de Zinalco con Cuprum, para hacer pruebas intensivas que permitieran comercializar el material en seis meses. En septiembre de 1985, al no haberse iniciado las pruebas en Cuprum, Falmex decidió iniciar tratos con la compañía Alcomex.

En noviembre de 1985, la compañía Falmex aplicó el Zinalco al moldeo por inyección con gran éxito, con esto, se descubrió una nueva aplicación que permitía iniciar una comercialización rápida. Esta aplicación no se había recomendado, porque desplazaba a otra aleación de zinc, llamada Zamak, que lleva un bajo contenido de aluminio (menor al 5%). Sin embargo, si se utilizara Zinalco se incrementaría el consumo de aluminio, ya que contiene más del 20% del mismo; no obstante, el panorama parecía ser promisorio, ya que aunque el precio resultaba ser el mismo que el del Zamak, las propiedades eran tres veces superiores. A pesar de ello, el proyecto no prosperó pues el productor prefiere, comercializar productos de vida útil reducida, a algo que tenga alta calidad. Durante este periodo de comercialización frustrante se continuaron realizando estudios sobre otras tecnologías aplicables al Zinalco, así que para fines de 1985 ya se había desarrollado una tecnología para laminarlo.

En enero de 1986, la compañía Nacobre se interesó en utilizar esta lámina en la producción de monedas, lo que parecía una excelente oportunidad. Para que la empresa Nacobre consiguiera el licenciamiento para la fabricación debía establecer contacto con Falmex, y así obtener un sublicensiamiento para realizar en conjunto el desarrollo industrial de este producto.

En la misma época, el Banco de México, en forma independiente, se interesó en el producto y empezó a explorar la posibilidad de usar Zinalco en las monedas, y con

esto se cerraba el círculo de productor-consumidor. En la primera semana de marzo, se inició la fabricación de lingotes para su extrusión y laminación en Nacobre.

Las pruebas de laminación siguieron en Nacobre hasta julio, mes en el que ya se tenía definido el método adecuado para obtener lámina de Zinalco en forma industrial. Por desgracia, el método requería la instalación de un horno de precalentamiento para los últimos pasos de laminación y esto suponía una nueva inversión para la empresa, que en esos momentos, su situación económica no se lo permitía, y menos aún tomando en cuenta que en las pruebas de acuñación de monedas, realizadas en la Compañía Productora de Cospeles de San Luís Potosí, se obtenía una moneda muy brillante recién acuñada, pero que se tornaba gris al cabo de cierto tiempo. Esto implicó el abandono del proyecto por parte de Nacobre, ya que se consideró que no habría demanda para un producto que perdía su atractivo en poco tiempo.

Desde el punto de vista del desarrollo industrial del Zinalco, los resultados eran positivos, pues ya había sido demostrado que el material podía laminarse industrialmente. Sin embargo a pesar de esto, Nacobre no hizo ningún esfuerzo para buscar o crear clientes para un producto con buenas propiedades y que su único inconveniente consistía en no ser usado en otras partes del mundo y poseer un color gris poco brillante. En contraste, Falmex demostró una confianza creciente en el producto y siguió adelante con las pruebas para "poner a punto" las otras tecnologías aplicables al Zinalco como la forja.

Para el desarrollo de la forja se estableció contacto con la compañía Helvex, quien aceptó hacer pruebas en otra compañía asociada, Funditec, situada en Querétaro. Con ellas las cosas salieron bien desde el principio, pues el material se comportó excelentemente en el forjado industrial con mejores cualidades que otros materiales como el latón muy usado en sus productos. Las ventajas se reflejaban en el ahorro de energía, ya que el proceso se realizaba a un tercio de la temperatura necesaria para forjar el latón; además, había ventajas económicas, ya que el kilo de Zinalco era más barato y, por su baja densidad, un tercio por abajo del latón, el rendimiento era mayor.

A pesar de estas consideraciones, la compañía Helvex no aceptó hacer uso del Zinalco, ya que su bajo peso podría hacer pensar a los clientes que era un producto débil y corriente.

Así pues desde el punto de vista del desarrollo industrial, las pruebas fueron positivas y demostraron la posibilidad de usar Zinalco, pero en procesos de forja, desde la óptica económica, no había aún clientes para iniciar el uso del Zinalco.

En Octubre de 1986, Falmex realizó un convenio con la Compañía Nacional de Extrusiones (CONESA) situada en Guadalajara Jalisco, de esta forma se iniciaron nuevamente los procesos de extrusión, esta vez las cosas salieron mejor y más rápidamente gracias a la experiencia adquirida en Cuprum.

A partir de este convenio, se iniciaron las ventas de perfiles sólidos de Zinalco y se idearon muchas aplicaciones. Aunque surgieron nuevos problemas, éstos fueron resueltos en el laboratorio y las soluciones se vieron retroalimentadas con la industria gracias a comités. Algunos de los problemas fueron graves, ya que causaron daños al equipo, pero al encontrar la falla, se demostró que era causada por un tipo de contaminación debida al mal manejo del material.

En Febrero de 1987, Falmex inició una nueva estrategia de comercialización del Zinalco consistente en no vender directamente el material como materia prima sino, intentar con la adquisición de maquinaria propia, penetrar en el mercado con productos terminados y enfrentar así a la competencia de los productos ya instituidos. Los avances fueron positivos, al grado de que se estableció una compañía con el nombre de "Zinalco S.A.", ésta afiliada a Falmex se encargaría de crear clientes y aplicaciones para este nuevo producto desarrollado en los laboratorios de la UNAM.

En este punto ya se tenían claras las posibilidades del Zinalco en extrusión, laminación e inyección y se consideraba la aplicación en arquitectura, construcción, cerrajería y en el control de fluidos. Esta última aplicación fue la que tuvo un mejor desempeño comercial y la que le dio mayor relevancia.

Falmex en su división Zinalco desarrolló unas nuevas válvulas para control de fluidos (en especial de gas), con la fabricación de tales válvulas se incursionó en una aplicación existente en la que se utiliza el bronce. Esta sería la primera forma en que se vería al Zinalco como un producto final en el mercado, adoptando así una forma definitiva, dando por terminado el "desarrollo experimental". Aunque hasta este punto las válvulas para tanques de gas eran fabricadas con bronce con ciertas características, estas podían ser superadas en calidad y precio con la utilización del Zinalco.

La introducción al mercado de las válvulas de Zinalco tuvo un fuerte impacto en esa rama industrial, la cual al igual que muchas otras, se integraba como una estructura de mercado oligopólica y cooperativa. Tanto los precios, como la materia prima y la calidad de las válvulas daban muestras de un alto grado de homogeneidad, y en la posición más poderosa de este oligopolio se encontraba la empresa IUSA. Así, si el mercado se veía afectado, la firma que lo resentiría más sería IUSA.

Las válvulas fabricadas con Zinalco tuvieron buena aceptación y poco a poco fueron ganando mercado por su menor precio y por su resistencia, ésta le daba una mayor duración y calidad. Las válvulas que fabricaba Falmex para 1993 ya representaban una competencia para las de IUSA. La relación calidad-precio explica la mayor parte de la penetración en el mercado de las válvulas, un factor que no debe perderse de vista en esta fase de la historia del Zinalco.

La inserción al mercado de las válvulas de Zinalco provocó una serie de medidas defensivas en el oligopolio de la rama industrial. Estas medidas generadas en la empresa líder del oligopolio se expresaron a través de una cámara industrial, que

organizó un ataque legal en contra de FALMEX a fin de sacar a la empresa del mercado. Las vías no fueron precisamente económicas, ya que económicamente las válvulas de Zinalco demostraron su rentabilidad.

Finalmente, después de una batalla en la cámara industrial se lograron acuerdos para que el Zinalco permaneciera en el mercado. Tales acuerdos deben entenderse como arreglos personales, en los que el peso de las instituciones funcionó como una expresión económica.

IUSA y FALMEX entraron en sociedad en 1994. Entre 1993 y 1994 IUSA compró el 60% de la compañía Falmex - obteniendo el control de la misma - justo cuando parecía empezar a consolidarse su producción de válvulas de tanques de gas hechas con Zinalco. En la nueva sociedad se invirtió inicialmente más de un millón de dólares, bajo la idea de que el Zinalco podía representar todo un mercado y no solamente un nicho. En esta etapa, se formaron comités de investigación con la Universidad para ahondar en las aplicaciones del Zinalco.

La fabricación de válvulas terminó y se iniciaron planes en los que la primera etapa sería la fundición básica. Se pensaba que la laminación podría representar muchas posibilidades y en los planes de IUSA se calculó que el mercado potencial para el Zinalco en productos extruidos, inyectados a presión y fundidos ascendería a 93,000 Ton. al año, y que tendrían un crecimiento de 4.5 % en los años subsecuentes.

Sin embargo, la sociedad con IUSA fue uno de los factores que terminó con la innovación Zinalco. Debe tomarse en cuenta que Falmex tenía la exclusividad en el uso del Zinalco desde 1984, así que cuando IUSA tuvo el control de esta compañía en 1994 adquirió también el control sobre esa exclusividad.

FALMEX cerró en 1994 cuando su director Ramón Galván murió. Como compañía IUSA decidió guardar la patente y continuar con la tradicional fabricación de válvulas

de bronce. El resultado agregado de este hecho y la muerte del dueño de Falmex fue el fin del desenvolvimiento favorable de la aleación en la industria.

Esta aleación, ha estado sujeta últimamente a estudios sobre sus propiedades, gracias a estas investigaciones se ha formado una imagen real acerca de las mismas. Pero la investigación básica que se debe realizar sobre esta aleación es todavía enorme, ya que muchos fenómenos, como la superplasticidad, no están totalmente clarificados.

1.2.- ¿Qué es el Zinalco?

El Zinalco es realmente la aleación Zn-Al, de composición eutectoide, a la que se le han añadido pequeñas cantidades de un tercer elemento que es el cobre, éste si bien no produce variantes en el comportamiento del material durante la solidificación, ni en las transformaciones en estado sólido del sistema, sí hace que se presenten pequeños desplazamientos de las temperaturas de reacción. Y desde el punto de vista microestrucutral, estudios realizados mediante dilatometría de alta velocidad y análisis térmico diferencial, acerca de la influencia de este tercer material en la aleación eutectoide Zn-Al han demostrado que la única diferencia en las aleaciones con cobre es la presencia de pequeños precipitados de segundas fases que han sido microanalizadas, resultando éstas con composición cercana al Zn-30%Cu, que corresponden a la fase beta, la cual es dura, y que por tal resulta benéfica a las propiedades mecánicas de la aleación binaria. Al parecer, el cobre permanece en solución sólida con el aluminio y el zinc, sin llegar a formar alguna fase intermedia. Esta adición de cobre, aumenta la dureza, resistencia, plasticidad y ductilidad del material, y además facilita el comportamiento superplástico del metal a temperatura ambiente.

La estructura de fundición la aleación Zn- 22 Al- 2 Cu (% en peso) está constituida por dendritas; cuyos componentes son $\alpha + \eta$ distribuidos ya sea en forma de láminas alternadas o bien en forma de gránulos, esto dependiendo de la rapidez de enfriamiento durante la solidificación. Los precipitados de segunda fase la cual es rica en cobre se encuentran segregados en el compuesto interdendrítico solidificado al final, el cual corresponde al eutéctico.

Como en todos los materiales, las propiedades del la aleación Zn- 22 Al- 2 Cu (% en peso) dependen de su microestructura. Las dos principales microestructuras que puede presentar son perlita y granos finos; éstas proporcionan una gran gama de propiedades mecánicas.

La microestrucutra la aleación Zn- 22 Al- 2 Cu (% en peso) en estado sólido, está constituido por una mezcla de dos fases; una fase alfa (α) con una estructura cúbica centrada en las caras (FCC), rica en aluminio que contiene menos del 1% de zinc; y una segunda fase eta (η), ésta cuenta con una estructura cristalina hexagonal compacta (HCP), rica en zinc y contiene un 0.5% de aluminio. El cobre está presente en las dos fases y se encuentra en solución en una cierta cantidad no muy bien determinada. Esta estructura bifásica (α + η) está constituida por dendritas (cristales que se ramifican en dos durante el crecimiento) con componentes α y η que se distribuyen en forma de láminas alternadas, o en forma de gránulos. Esta estructura aparece siempre en el metal a temperatura ambiente, no importando el tratamiento térmico previo, los cambios son más bien en la geometría de las fases.

Los tres metales aleantes, se unen para crear un material con mejores y nuevas características que las de sus componentes originarios. Este material está compuesto esencialmente por una mezcla de zinc al 76%, aluminio al 22% y cobre al 2%, aunque a veces también se modifica con pequeñas cantidades de magnesio, y a veces cadmio; lográndose con estos graduar sus propiedades, dependiendo de las aplicaciones a las que se vaya a destinar dicha aleación, que gracias a sus características físicas, químicas y mecánicas, ha sido considerado como un material estructural.

A la aleación binaria Zn-Al se le agregó 2% de cobre debido a que esta cantidad mejoraba sus propiedades, pues se observó que cantidades mayores de cobre, dan

como resultado la formación de una fase dura y frágil, que si bien aumenta la resistencia mecánica, también disminuye sensiblemente la ductilidad del material. Y por otro lado, cantidades menores al 1% de cobre son totalmente solubles en la aleación, aumentando su ductilidad a temperatura ambiente pero disminuyendo la resistencia mecánica.

Químicamente, el zinc cuenta con una estructura cristalina hexagonal compacta (HCP) y el aluminio con una estructura cristalina cúbica centrada en las caras (FCC). Estos compuestos tienden a formar soluciones sólidas sustitucionales. En este tipo de soluciones sólidas, los átomos de aluminio están sustituyendo átomos de zinc. Esto ocurre debido a que ambos compuestos químicos tienen un radio atómico semejante (0.133 nm para el zinc, 0.143 nm para el aluminio y 0.128 nm para el cobre).

Como se puede ver en el diagrama de fases de la figura 1.1, a una temperatura de 277 °C se presenta una reacción eutectoide, donde una fase sólida β (fase rica en Zn con una estructura FCC) forma dos fases sólidas α y η . Esta formación de las dos fases sólidas permite que se tenga un endurecimiento por dispersión, este tipo de endurecimiento se da cuando se añade suficiente elemento de aleación (Al) para exceder el límite de solubilidad, en este caso del aluminio en el zinc, permitiendo que se presente un incremento de la resistencia mecánica del material.



Figura 1.1. Diagrama de fases Al-Zn.

Las reacciones eutectoides conforman las bases de muchos tratamientos térmicos, y como se puede notar, este tipo de reacción está presente en esta aleación.

Durante la solidificación de la aleación Zn- 22 Al- 2 Cu (% en peso) ocurren grandes cambios en la composición del sólido sobre estrechos rangos de temperatura. La solubilidad de zinc en la fase α es de 4% de Zn a 100 °C y de 32.4% de zinc a la temperatura eutectoide. Arriba de los 277 °C, la solubilidad de zinc aumenta de 77.7% a 83.1% a la temperatura eutéctica.

La máxima solubilidad de aluminio en zinc es de 1.5% de Al, a la temperatura eutéctica, decreciendo a 0.7% a 277 °C.

La solución sólida supersaturada β es una solución sólida rica en zinc, con estructura cristalina *cúbica centrada en las caras* (FCC), que sólo se encuentra por arriba de los 277 °C, la cual puede retenerse a temperatura abajo del solvus en equilibrio. La descomposición de la solución sólida origina una serie de estructuras metaestables (compuestas de granos heterogéneos), tales como: Zonas GP (Guinier-Preston) esféricas y elipsoidales, que son zonas con una estructura desarrollada en las primeras etapas de la precipitación de la aleación Al-Cu; estos precipitados de estructura romboédrica, toman la forma de plaquetas coherentes con la matriz FCC (plaquetas que se mantendrán unidas con la matriz).

A temperaturas arriba de los 150 °C el precipitado coherente (precipitado que contiene las fases), crece rápidamente, con una estructura cristalina romboédrica. La formación de plaquetas romboédricas se determina por el solvus coherente y es independiente del tamaño de grano. Estas plaquetas coherentes podrían identificarse con la solución sólida FCC. El punto crítico del límite de solubilidad coherente es 40% de Zn a 324 °C.

Durante el enfriamiento rápido desde el estado líquido, las aleaciones de Zn-Al no forman fases simples de soluciones sólidas FCC más allá de la máxima solubilidad de equilibrio de zinc en aluminio. Sin embargo, la solubilidad de aluminio en zinc puede extenderse por solidificación rápida.

La temperatura tiene un gran efecto sobre las propiedades mecánicas de la aleación, ya que la fuerza de cohesión que une los granos del material decae muy rápidamente al aumentar la temperatura, esto se traduce en una fuerte disminución de la resistencia a la tensión y al mismo tiempo en un impresionante aumento de la ductilidad. Este comportamiento limita sus aplicaciones a aquellas en las que la temperatura de trabajo no sobrepase los 100 ° C.

Un tratamiento térmico de enfriamiento lento desde arriba de los 275 °C, da por resultado una estructura perlítica (microestructura eutectoide de dos fases) similar a la del acero. El temple desde una temperatura por encima de los 275 °C produce una estructura de granos finos equiaxiales. Esta microestructura de dos fases tiene una fuerza de cohesión (fuerza que une las moléculas de un cuerpo) relativamente baja, lo que provoca que el mecanismo de deformación sea por deslizamiento de una fase sobre otra, sin sufrir deformación plástica alguna de las fases. Este mecanismo que en los metales comunes se observa sólo cerca del punto de fusión, es el mecanismo principal con el que el Zinalco se deforma a temperatura ambiente. Dando como resultado una serie de fenómenos muy singulares, como el de no sufrir endurecimiento por deformación, efecto muy común en todos los metales.

La aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso) debe ubicarse dentro de la categoría de lo que se llaman *nuevos materiales*. Sus capacidades y características de desarrollo son las propias de un *material de diseño*.

1.3.- Propiedades de la aleación Zn-22 Al-2Cu (% en peso).

La aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso), posee la resistencia a la corrosión del zinc, es ligero como el aluminio, y con buenas propiedades mecánicas, éstas fueron ajustadas con la adición de cobre de entre 1 y 2%, facilitando estas cantidades el comportamiento superplástico de este metal a temperatura ambiente.

El material arriba mencionado puede ser fundido usando los procesos de molde de arena, molde permanente, por gravedad o por inyección a baja presión, puede ser extruido y laminado se puede inyectar permitiendo la fabricación de piezas elaboradas, pudiendo eliminarse pasos de transformación y ensamble. Y además, se le pueden dar los siguientes acabados superficiales: pintado electrostático, cobrizado, niquelado, cromado, anodizado y pavonado.

Debido a la alta resistencia a la corrosión atmosférica con que cuenta el material, también es útil para cualquier configuración arquitectónica y estructural. Con el estudio de sus propiedades y características, se pueden lograr aleaciones seguras, útiles, de bajo precio y con mayores ventajas que otros metales más caros y que en su mayoría son importamos.

El punto de fusión de la aleación Zn–22Al–2Cu (% en peso) se encuentra entre 421-481°C, dicho de otro modo, este es el rango de temperaturas en que la aleación se funde (cambia su estado de sólido a líquido). Este bajo punto de fusión que presenta, permite tratarlo de manera similar a algunos plásticos, pudiéndolo inyectar en moldes en estado cuasi líquido (proceso conocido como termoformado), y dado que la temperatura de fusión no es tan elevada como la de otros materiales, se logra una menor contracción durante la solidificación. La aleación Zn- 22Al- 2 Cu (% en peso) funde con el doble de rapidez que el aluminio y tres veces más rápido que el bronce, por lo que es necesario usar menos energía para lograr tal propósito, lo que conlleva un ahorro considerable de energía. La gráfica que se muestra en la figura 1.2 da una idea del consumo de energía requerido para fundir Zinalco y algunos otros materiales.



Figura 1.2. La curva Zn corresponde al Zinalco; la curva Al vol. muestra la energía requerida para fundir un volumen de aluminio equivalente a un kilogramo de Zinalco.

La densidad de esta aleación es de 5.4 g/cm³, por lo que es 18% más ligero que el Zamak, 30% más ligero que el hierro y 40% más ligero que el latón.

Su coeficiente de expansión térmica es similar a la del aluminio, siendo esta de 25 x 10^{-6} °K⁻¹ (este coeficiente es de importancia, en el caso de perfiles para ventanas o fundición de precisión).

Su módulo de elasticidad se encuentra en el rango de los 110-130 GPa.

Como última propiedad, esta aleación cuenta con una conductividad térmica y eléctrica del 37%, ésta debida a la cantidad de cobre agregada. La tabla 1.1 presenta a modo de resumen todas estas propiedades.

Tabla 1.1. Hopfedades fisicas de la alcación Eli-22Al-2Cu (78 eli peso)	
Temperatura de fusión:	421 a 481 °C
Densidad:	5.4 g/cm^3
Modulo de elasticidad:	110 a 130 GPa.
Coeficiente de expansión térmica:	25 x 10 ⁻⁶ micrómetros/ mm. °K
Conductividad térmica:	37% del cobre.
Conductividad eléctrica:	37% del cobre.
Color:	Blanco grisáceo.

Tabla 1.1. Propiedades físicas de la aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso).

Una de las propiedades más sorprendentes de esa aleación es su superplasticidad, gracias a la cual es posible moldearla a 250 °C con técnicas empleadas en los plásticos.

1.4.- Ventajas de la aleación Zn- 22 Al- 2 Cu (% en peso)

La aleación preferida para el proceso de moldeo por inyección ha sido el Zamak, éste es básicamente Zn en un 95% y el resto es Al, Cu y Mg. Las diversas cantidades de estos aleantes originan una familia de 5 aleaciones, para diferentes aplicaciones. Sin embargo, respecto al Zinalco las propiedades mecánicas de estas aleaciones son muy pobres y su alta densidad hace que su bajo precio se pierda, además dichas aleaciones son propensas a la corrosión, restándoles durabilidad. Por otro lado, el Zinalco puede ser inyectado en estado cuasi líquido, entre los 440 y 480 °C o totalmente líquido arriba de los 480 °C, esto es entre 40 y 100 °C por debajo de la temperatura requerida para el Zamak.

Otra aleación utilizada en el proceso de fundición a presión, es el aluminio 380 (Al-8.2Si-3.5Cu) cuya desventaja es requerir temperaturas relativamente altas, cercanas a los 650 °C, esto representa 250 °C más que para el Zamak, dando por resultado un deterioro mayor de los moldes debido a las altas temperaturas y al daño que ocasiona el aluminio en los moldes. Además, las propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión del Zinalco son superiores a las del aluminio, latón, hierro fundido.

A fines de la década de los 70's, la compañía canadiense productora de Zinc, "Noranda" dio a conocer una aleación de zinc con alto contenido de aluminio (27%) denominada ZA–27 la cual se presentó también como de alta resistencia mecánica. La diferencia esencial entre el Zinalco y la ZA–27 es que la segunda aleación fue creada para la fundición, mientras que el Zinalco puede ser tratado térmicamente, teniendo otras aplicaciones diferentes a la fundición, es decir puede ser forjado, laminado y extruido además de poderse moldear por inyección. De acuerdo a sus propiedades mecánicas y de resistencia, piezas de otros metales y aleaciones con un punto de fusión mayor como el latón, hierro o bronce, que generalmente se funden individualmente en moldes y que además resultan inadecuados para el moldeo por inyección, pueden llegar a ser sustituidas por Zinalco moldeado por inyección, esto hace del Zinalco una aleación más completa. También, mediante el moldeo por inyección, es posible sustituir piezas obtenidas mediante troqueles como lo son llaves o fichas.

1.5.- Posibles aplicaciones del Zinalco.

La aleación Zinalco, puede tener diversas aplicaciones dada su posibilidad de ser transformada tanto por procesos de fundición como por procesos de deformación plástica, permitiendo así que esta aleación pueda tener varias aplicaciones, entre ellas, aquellas en donde se requiera una buena resistencia a la corrosión.

La "facilidad de transformación" del Zinalco es alta, muy parecida a la del latón para maquinado rápido (Cu-33Zn-3.2Pb); esta propiedad le permite encontrar una gran variedad de aplicaciones, además de no formar par eléctrico ni con el aluminio ni con el acero, pudiéndose usar tanto en torres eléctricas como en el ensamblaje de ventanas.

La posibilidad de producir perfiles arquitectónicos con Zinalco abre una nueva perspectiva a la arquitectura e ingeniería, ya que estos perfiles tienen alta resistencia mecánica y pueden ser soldados para la fabricación de naves, bodegas o nuevas formas de ventanas. La lámina de Zinalco en su estado normal podría aplicarse a la fabricación de muebles de cocina, con la ventaja de resistir la corrosión, y la lámina en estado superplástico podría abrir nuevas técnicas en la fabricación de automóviles, a través de la producción de carrocerías sin soldaduras, semejantes a las de fibra de vidrio.

El cambio tecnológico básico introducido por el Zinalco fue con la fabricación de válvulas para el control de flujo mediante el método de fundición a presión, también conocido como moldeo por inyección, éstas tuvieron una explotación comercial real. El proceso consiste en inyectar el metal líquido o cuasi líquido en un molde metálico refrigerado por agua. Éste además, requiere del uso de aleaciones con bajo punto de fusión para mayor durabilidad de los moldes y las herramientas.

Entre las aplicaciones se pueden contar las siguientes:

- Perfiles arquitectónicos para intemperie
- Perfiles para ventanas
- Fabricación de piezas automotrices, carrocerías y engranes
- Componentes para torres eléctricas de transmisión
- Productos laminados para la construcción
- Elementos para cerrajería
- Transporte colectivo

Además de poder ser utilizada en todos los campos donde es utilizado el aluminio.

CAPÍTULO 2

¿QUÉ ES LA SUPERPLASTICIDAD?

2.1.- Antecedentes.

Observaciones de lo que parecía ser un comportamiento superplástico fueron hechas a finales de los años 20's del siglo pasado, obteniéndose elongaciones máximas del 360% para la aleación eutéctica Cd-Zn a 20 °C, con velocidades de deformación de ~ 10^{-8} ¹/s., y de 405% a 120 °C, con velocidades de deformación de ~ 10^{-6} ¹/s. También se reportaron elongaciones del 410% para la aleación eutéctica Pb-Sn a temperatura ambiente, pero con velocidades de deformación de ~ 10^{-6} ¹/s.

En el mundo occidental, había menor interés en estas observaciones, pues eran vistas más como una curiosidad de laboratorio. Algunos años más tarde, estudios llevados a cabo en la URSS, descubrieron el mismo fenómeno, y el termino superplasticidad fue inventado por Bochvar y Sviderskaya en 1945, para describir la amplia ductilidad observada en aleaciones de Zn-Al. La palabra superplasticidad se deriva del prefijo latino *super*, que significa exceso o excesivo, y de la palabra griega *plásticos*, que significa dar forma a; el término *sverhplastichnost* fue usado en artículos escritos por Bochvar, en el idioma ruso y posteriormente fue traducido como *superplasticidad*. En 1962, Underwood revisó algunos trabajos previos sobre superplasticidad y fueron estos trabajos, junto con el subsiguiente trabajo de Backofen y sus colegas reportado en 1964, los precursores del presente y expansionista interés científico y tecnológico sobre la superplasticidad.

Inicialmente la deformación superplástica fue considerada como un fenómeno único e inherente sólo para algunas aleaciones. Sin embargo, estudios sistemáticos mostraron su carácter más general en comparación con la deformación convencional. En realidad, este efecto puede ser observado no solamente en metales sino también en intermetaloides y cerámicos, éstos como es sabido, se caracterizan por su fragilidad a la fractura bajo condiciones comunes y no muestran características de flujo plástico.

La principal razón por la que algunos materiales pueden ser deformados superplasticamente y otros no, está relacionada en cómo estos materiales responden mecánicamente a los cambios en la velocidad de deformación.

Los materiales superplásticos son sólidos policristalinos, que tienen la capacidad de someterse a grandes deformaciones plásticas uniformes de entre unos cuantos cientos a unos cuantos miles por ciento, sin presentar estricción o formación de cuello (adelgazamiento local) antes de fallar, estos materiales, al ser deformados, se adelgazan de una manera muy uniforme en lugar de formarse un cuello. La formación de este cuello es la que conduce al material a la fractura. Algunos materiales muestran plasticidad adicional como resultado de cambios en la estructura cristalina. A esto se le llama plasticidad inducida por deformación, pero su origen es distinto al de la superplasticidad.

Elongaciones, en deformaciones uní-axiales a tensión, que exceden el 200% antes de fallar son usualmente indicación de superplasticidad, aunque muchos materiales pueden alcanzar elongaciones mayores al 1000%. Las mayores elongaciones reportadas son de 4850% y 7750% en aleaciones eutécticas de Pb-Sn y de 5500% y mayores a 8000% para aluminios al bronce. Inclusive, se ha podido observar superplasticidad en aleaciones de titanio, como la aleación Ti-6Al-4V; y en el caso de los materiales cerámicos, se han reportado elongaciones mayores al 400%. Estas elongaciones son pequeñas en comparación con las obtenidas comúnmente en materiales metálicos, pero mucho mayores que el 1 o 2% normalmente observadas en cerámicos estructurales. Una deformación del 180% a temperatura ambiente es suficiente para considerar a un material como superplástico.

Cabe mencionar que las aleaciones superplásticas que más futuro tienen, son las basadas en los metales más abundantes en la corteza terrestre como lo son el hierro y el aluminio, sin embargo, las más sencillas de fabricar son las basadas en el eutectoide zinc-aluminio como lo es el Zinalco, pudiendo estas aleaciones sustituir a los plásticos en diversas aplicaciones, con la ventaja de ser éstas cien por ciento reciclables.

Uno de los problemas básico en la deformación superplástica es la explicación del proceso mediante el cual se producen grandes deformaciones macroscópicas sin prácticamente ningún cambio en la forma de los granos.

Se ha observado que el fenómeno de la superplasticidad ocurre, tanto a velocidades de deformación, en las que la resistencia a la formación del cuello es significativa, como dentro de ciertos rangos de temperatura, que generalmente se encuentran dentro de un estrecho rango que se encuentra entre los $0.5 \text{ y} 0.75 \text{ T}_{\text{m}}$ (temperatura de fusión), y que además el material cuenta con una microestructura que consiste en granos ultra finos equiaxiales y uniformes, que se mantiene durante la deformación superplástica.

2.2.- Características de un material superplástico.

Para el comportamiento superplástico, el material debe ser capaz de ser procesado para obtener una estructura de grano fino equiaxial. El tamaño del grano de los materiales superplásticos debe de ser tan pequeño como sea posible, pero normalmente encontrarse dentro del rango de los 2 a los 10 μ m; aunque una cantidad limitada de superplastisidad se puede observar para materiales con un tamaño de grano de 20 μ m o inclusive mayor.

Desafortunadamente el solo hecho de conseguir un tamaño de grano fino no es suficiente para garantizar que el material presentará superplasticidad, debido a que se necesita que el tamaño de grano permanezca estable durante el proceso de deformación sin que se presente crecimiento de grano a la temperatura a la que se lleve a cabo ésta. Se ha observado que durante la deformación superplástica ha habido crecimiento del grano en ciertos materiales, con un entendimiento del tamaño de grano mayor en la parte deformada superplásticamente, que en las áreas no deformadas. Está claro que el crecimiento del grano promovido por la deformación es un extenso problema en la deformación superplástica.

Los materiales microduplex son materiales procesados termodinámicamente para dar un grano fino o una fase. El crecimiento del grano está limitado por tener una microestructura que consiste de proporciones ásperas iguales de dos o más fases químicas o estructuralmente diferentes. Este último grupo de materiales, incluye las aleaciones de titanio, aceros inoxidables, aleaciones de cobre, eutécticos (como el Zinalco) y algunos cerámicos. A la superplasticidad debida a un tamaño de grano fino equiaxial se le conoce como superplasticidad microestructural o de micrograno, ésta se presenta con un tamaño de grano usualmente menor a 10µm, deformándose generalmente a velocidades de entre 10^{-5} y 10^{-1} ¹/s, y a temperaturas mayores a $0.5T_m$. Aunque ha habido reportes de materiales que presentan superplasticidad a velocidades mayores y temperatura ambiente.

La deformación superplástica se caracteriza por esfuerzos a la fluencia bajos. Esto en combinación con la alta uniformidad de flujo plástico, ha llevado el conformado superplástico a un considerable interés, ya que usando técnicas similares a las desarrolladas por el conformado por inyección de termoplásticos, es posible el conformado de componentes.

En la superplasticidad, los límites de grano en la aleación deben permitir que los granos se deslicen con facilidad entre sí y giren cuando se aplica esfuerzo. Para que se presente el deslizamiento de límites de grano, es necesario que haya una temperatura adecuada y un tamaño de grano fino, ya que esto sucede por termofluencia.

La naturaleza física de este fenómeno es muy compleja. Se han sugerido muchas hipótesis plausibles sobre el origen micromecánico de la superplasticidad en materiales de grano fino, pero aún ninguna ha sido encontrada capaz de describir precisamente las características tanto mecánicas como microestructurales de la deformación superplástica; tan sólo recientemente, parece que la mayoría de la deformación superplástica puede explicarse mediante la operación de un mecanismo usual de deformación llamado, deslizamiento del límite de grano (o GBS por sus siglas en inglés), donde los granos que componen el metal se resbalan uno sobre otro, en lugar

de utilizar el mecanismo de dislocaciones clásico, mediante el cual los metales de uso ingenieril se deforman. Aquí también, las dislocaciones intragranulares se deslizan y hay difusión por deslizamiento, y no por los mecanismos convencionales de dislocación en el interior del grano. Sin embargo, los últimos datos han mostrado que este fenómeno es condicionado por la acción de un mecanismo específico de deformación-cooperativa de deslizamiento del límite de grano (o CGBS por sus siglas en inglés). La acción de este mecanismo de deformación, no depende del tipo de arreglo cristalino y de las dislocaciones presentes, sino más bien depende de longitud del área de dispersión y de la estructura de los límites de granos en un policristal. La contribución del deslizamiento del límite de grano a la deformación plástica es más substancial mientras más grande sea la superfície del límite de grano por unidad de volumen, debido a que la superfície del límite de grano es inversamente proporcional al tamaño de grano. Esto explica el porqué la contribución del deslizamiento del límite de grano es menos importante en materiales con granos de tamaño grande.

2.3.- Aspectos mecánicos de la superplasticidad.

La característica mecánica más importante de un material superplástico es la alta sensibilidad que tiene la resistencia a la fluencia, a la velocidad de deformación, se denota por m, y matemáticamente se define como:

$$\sigma = K \varepsilon^m \dots (2.1)$$

Donde: σ es el esfuerzo de fluencia, ε° es la velocidad de deformación, *K* es una constante proporcional del material que corresponde al esfuerzo necesario para obtener una velocidad de deformación de 1 ¹/s. y depende de la temperatura y la microestructura del material; y *m* es el factor de sensibilidad por esfuerzo (factor de sensibilidad a la velocidad de deformación).

La dependencia del esfuerzo σ y la sensibilidad a la velocidad de deformación *m*, sobre la velocidad de deformación se muestra en la figura 2.1, en donde se puede apreciar que el esfuerzo σ se incrementa más rápidamente que la sensibilidad a la velocidad de deformación *m* en respuesta a los cambios en la velocidad de deformación. Además, el

pico en la sensibilidad a la velocidad de deformación *m* ocurre en un régimen en el que el esfuerzo exhibe el cambio más pronunciado con el incremento de la velocidad de deformación. En este régimen es más probable que ocurra la superplasticidad.



Figura 2.1 Dependencia de la velocidad de deformación con (a) el esfuerzo(b) sensibilidad a la velocidad de deformación en una aleación eutéctica Zn-Al (tamaño del grano 10 μ m) probada a 350 °C.

Para el comportamiento superplastico, m debería ser mayor o igual que 0.5, aunque para la mayoría de materiales superplásticos, *m* se encuentra en el rango de 0.4 a 0.8. El factor de sensibilidad de la velocidad de deformación m es una medida de la oposición a la formación del cuello, que el material presenta durante la deformación Por lo tanto, la habilidad de un material a deformarse superplástica. superplásticamente está fuertemente relacionada con su resistencia a la formación del cuello durante el proceso de deformación. La presencia de la formación de cuello en un material sujeto a esfuerzos a tensión da por resultado una alta velocidad de deformación local y, para un valor alto de m, un incremento pequeño en la resistencia a la fluencia dentro de la región del cuello. Así, el cuello pasa por velocidades de deformación de endurecimiento, que inhiben su desarrollo posterior permitiendo que continúe la deformación uniforme. De este modo, una sensibilidad alta de velocidad de deformación otorga una alta resistencia a la formación del cuello y esto da como resultado grandes deformaciones por elongación, características de los materiales superplásticos. La figura 2.2 muestra esquemáticamente como un valor alto de m inhibirá la inestabilidad por la tensión (formación del cuello) y consecuentemente, aumentará la plasticidad ante la tensión. Si el material tiene un valor de m alto, esta inestabilidad será inhibida por los efectos de endurecimiento por esfuerzos localizados.



Figura 2.2 Representación esquemática de la deformación plástica a tensión con formación e inhibición de cuello.

La deformación continúa hasta concentrarse totalmente en el cuello con la consecuente reducción del área, esto debido a que el volumen debe permanecer constante, ocasionando finalmente la falla. La figura 2.3 muestra las dos trayectorias alternativas una vez pasado el máximo en la curva esfuerzo-deformación. De esta manera se puede concluir que la superplasticidad es el resultado de la inhibición de la formación del cuello, resultado de un valor de *m* alto.



Figura 2.3 Curvas Esfuerzo - Deformación de Ingeniería

2.4.- Factores de los que depende la superplasticidad.

La máxima ductilidad depende de la velocidad de deformación impuesta, de la temperatura y del tamaño inicial del grano. El comportamiento mecánico de los materiales superplásticos es bastante sensible, tanto a la temperatura como al tamaño de grano. En general, al incrementar la temperatura o al disminuir el tamaño de grano del material, se tiene un efecto parecido en la variación, al del esfuerzo de fluencia con la velocidad de deformación. La cantidad de deformación superplástica tiende a ser mayor con el incremento de la temperatura y con un tamaño de grano más pequeño; al incrementar la temperatura, disminuye el esfuerzo a la fluencia, particularmente a una velocidad de deformación baja. Se ha encontrado que la sensibilidad máxima a la velocidad de deformación m se incrementa al aumentar la temperatura, permitiendo esto incrementar la velocidad de deformación. Estos efectos de la temperatura y la velocidad de deformación (ϵ), con respecto al esfuerzo (σ) y a la deformación total $(\Delta L/L_0)$ se muestran en la figura 2.4. Estos datos corresponden a los de una aleación Zn-22Al. Los posibles efectos de la disminución del tamaño de grano y el incremento de la temperatura durante el esfuerzo y la sensibilidad a la velocidad de deformación están ilustrados en la figura 2.5. La ductilidad más alta, medida por la elongación, se encuentra usualmente a una velocidad de deformación intermedia. Incrementar la temperatura de deformación reduce el esfuerzo de fluencia y causa mayores velocidades de deformación entre las regiones I y II y II y III.



Figura 2.4 Dependencia de la deformación a tensión a la fractura y del esfuerzo a la velocidad de deformación.


Figura 2.5 (a) Comportamiento del esfuerzo-velocidad de deformación a esfuerzos bajos de un material el cual manifiesta superplasticidad. En las regiones I y III, la sensibilidad a la velocidad de deformación (figura (b)) es muy pequeña, mientras que es alta en la región II donde se observa superplasticidad. Como se indica en la figura (a), incrementos en la temperatura o disminuciones en el tamaño de grano cambiará la curva σ - ϵ ° en dirección hacia abajo y a la derecha. Los mismos cambios producen un valor de *m* algo mayor, como se muestra en la figura (b).

Las velocidades de deformación en las que se observa normalmente la superplasticidad se encuentran entre 10^{-5} y 10^{-1} ¹/s., aunque es más usual encontrarlas entre $2x10^{-4}$ y $2x10^{-3}$ ¹/s. Estas velocidades de deformación son menores que las usadas en los procesos convencionales de deformación en caliente.

Recientemente, la superplasticidad ha sido reportada a velocidades de deformación mayores que 1 1 /s., lográndose elongaciones de hasta 1000% a velocidades de deformación que se acercan a 10^{2} 1 /s. en aleaciones mecánicas de aluminio, y cerca de 500% a velocidades de deformación de 10 a 50 1 /s. en compositos a base de aluminio. En cada uno de los casos anteriores, y en otros, la deformación se llevó a cabo a temperaturas justo por debajo de la línea de solidus y hay evidencia que sugiere que la alta velocidad de deformación usada dio como resultado el calentamiento de la muestra de tal forma que la temperatura se elevó justo por encima de la línea de solidus, y ocurrió una fusión parcial en el limite de grano, permitiendo que el acomodo del flujo superplástico ocurriera en una capa líquida.

Si la relación entre esfuerzo σ y velocidad de deformación ε , se mide y se grafica logarítmicamente, se obtiene una curva sigmoidal (ver figura 2.6). Esta gráfica puede ser dividida en tres regiones. Las pendientes de la curva de la gráfica son iguales a la sensibilidad a la velocidad de deformación del esfuerzo a la fluencia *m*, dada por la ecuación 2.2, la cual cambia con la velocidad de deformación. En la práctica, muchos materiales superplásticos muestran una variación sigmoidal del esfuerzo a la fluencia con respecto a la velocidad de deformación y de aquí que la sensibilidad a la velocidad de deformación y de aquí que la sensibilidad a la velocidad de deformación y de aquí que la sensibilidad a la velocidad de deformación pase por un máximo de entre 0.6 y 1.0. Un valor de *m* mayor a 0.4 delinea el régimen superplástico, situado en la región II. Ambos rangos de velocidades de deformación (el alto y el bajo) presentan valores para *m* de 0.1 a 0.4.

$$m = \frac{\delta \log .\sigma}{\delta \log .\varepsilon} \dots \dots \dots (2.2)$$



Figura 2.6.- Gráfica logarítmica de la relación entre esfuerzo σ y velocidad de deformación ε ,

2.4.1.- Región de flujo superplástico.

A velocidades de deformación intermedias (región II), donde el material se deforma superplásticamente y se observan grandes cantidades de deformación uniforme; todavía no está totalmente entendida, la manera en la que ocurre el proceso de deformación, y aún mediante estudios experimentales no se ha podido identificar un mecanismo único de control de velocidad para tal. Sin embargo, hay un acuerdo en las características micorestructurales asociado a éste. La deformación es acumulada por el movimiento relativo de granos individuales o de grupos de granos con respecto a los demás, sucediendo esto mediante deslizamiento y giro de éstos. De modo que, el deslizamiento del límite de grano y la rotación del grano son los principales contribuyentes de la deformación total. En esta región se observa que los granos cambian sus alrededores y emergen a la superficie libre desde el interior. Durante la deformación los granos permanecen equi-axiales, y si no se encuentran equi-axiales antes de la deformación, se vuelven equi-axiales durante el flujo superplástico. Las texturas se vuelven menos intensas como resultado de la deformación en esta región. El movimiento de granos individuales depende tanto de los esfuerzos normales como cortantes, que actúan en los límites de grano, y por lo tanto es dependiente de la forma y la orientación de los granos. De este modo, la translación y rotación son estequiométricos (dependen de las proporciones de los componentes químicos de la aleación) por naturaleza, ocurriendo en diferentes direcciones, a diferentes grados y en diferentes ubicaciones.

En esta región, la sensibilidad a la velocidad de deformación es alta (m>0.5). La energía de activación medida para el flujo en la región II es frecuentemente similar a la de difusión del límite de grano y el esfuerzo a la fluencia es dependiente del tamaño del grano. En contraste con las otras regiones, aquí los granos conservan su estructura equiaxial ultrafina a pesar de la deformación; y los materiales que inicialmente presentaban grupos microestructurales desarrollan una microestructura equiaxial más uniforme. La capacidad de mantener una estructura de grano equiaxial depende de la movilidad de la interfase y del agrandamiento por deslazamiento del límite de grano. El papel más importante en la deformación superplástica lo juega el efecto del deslizamiento y la migración del límite de grano. Durante la deformación superplástica

ocurren cambios considerables en la textura de una aleación que son el resultado de esfuerzos acumulados por deslizamiento, gran deslizamiento del límite de grano, movimientos de dislocaciones, procesos de difusión y recristalización. Esta textura cristalográfica puede reducirse durante la deformación en esta región. Aumentar las dislocaciones causadas por una supersaturación de vacantes intersticiales producidas por el cambio de fases α - β contribuye a la deformación superplástica. Aunque el deslizamiento interfacial es la principal causa de la deformación superplástica, también puede dar surgimiento a la cavitación. Cabe mencionar que la superplasticidad no se observa en los regímenes I y III en los cuales la sensibilidad a la velocidad de deformación es baja.

Estudios de microscopía de transmisión de electrones han mostrado únicamente evidencia limitada de actividad de dislocación dentro de los granos de los materiales deformados superplásticamente.

En las regiones de alta y baja velocidad de deformación, (regiones III y I respectivamente), la sensibilidad de velocidad de deformación es baja (m=0.2 a 0.3). En la región III, la deformación se acumula por el deslizamiento de las dislocaciones dentro de los granos. El movimiento de estas dislocaciones es impuesto por la microestructura del material. La textura cristalográfica dentro del material se incrementa y ocurren elongaciones de grano significativas durante la deformación. La energía de activación para la fluencia en esta región es similar a la de difusión del arreglo, y la velocidad de deformación es relativamente insensible al tamaño del grano.

El origen del régimen de baja velocidad de deformación (régimen I), es hasta el momento desconocido. La evidencia experimental disponible es un tanto limitada, y a veces contradictoria. Ha sido sugerido que el descenso en la sensibilidad a la velocidad de deformación, con la velocidad de deformación es sólo aparente y resulta de un esfuerzo crítico de deformación, o de los efectos de inestabilidad microestructural (endurecimiento por crecimiento del grano). Otras investigaciones experimentales,

también han mostrado que a una velocidad de deformación baja, la sensibilidad de velocidad de deformación puede incrementarse, tomando valores cercanos a la unidad.

2.5.- Modelos de deformación superplástica.

La forma clásica en la que un metal se deforma plásticamente, es por medio del deslizamiento de planos atómicos uno sobre otro, tal como si fueran cartas de una baraja. La fuerza necesaria para que ocurra este deslizamiento, debe ser la requerida para vencer los enlaces atómicos que unen un plano con otro. Sin embargo, existen defectos en la estructura cristalina, que mueven a los átomos de su posición de equilibrio; con esto, basta con aplicar tan sólo una pequeña fuerza para que ocurra un deslizamiento de un plano sobre otro. A estos defectos se les conoce como dislocaciones. Los mecanismos normales de deformación basados en dislocaciones no permitirían la superplasticidad, ya que ésta se caracteriza por no generar endurecimiento en el metal al deformarse, efecto que si sucede en los metales normales.

Muchos de los esfuerzos hechos para encontrar un mecanismo que explique la superplasticidad involucran el acomodo del límite de grano por deslizamiento. Aquí, la deformación ocurre por deslizamiento de granos sobre granos, en lugar de planos atómicos sobre planos atómicos. Como con la deformación por tensión, el acomodo por deslizamiento en el límite de grano se lleva a cabo mediante flujo por difusión y/o, por mecanismos básicos de dislocación.

Al parecer, en la deformación superplástica, la materia que proviene del interior de la muestra emerge hacia la superficie, creando así una nueva superficie, la cual aumenta la longitud de la muestra al disminuir su diámetro. El efecto se repite en un gran número de sitios a lo largo de la superficie, provocando una deformación uniforme a la largo de la muestra sin presencia de endurecimiento por deformación, ni formación de "cuello" en el cuerpo de la muestra. Observaciones hechas con un microscopio electrónico en pruebas "*in situ*" a muestras de la aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso)

muestran que durante la deformación, algunos granos grandes de zinc son destrozados durante la deformación y nuevo material emerge a la superficie a llenar el hueco. Aquí se observan algunas bandas de deslizamiento en unos cuantos granos de zinc, formando un ángulo de 45° con respecto al eje de tensión. La microscopía por transmisión de electrones de los especimenes deformados, permite concluir que algunos granos duros de aluminio rompen granos de zinc y aluminio durante la deformación. De esta manera, los granos de aluminio pueden sobrepasar otros granos durante la deformación. Al chocar los granos de aluminio con los granos de zinc, producen una concentración de esfuerzos en el punto de contacto, ésta induce un sublímite de grano en el grano impactado; en otros casos el grano impactado se fractura. Mediante este tipo de mecanismo, un grano duro puede sobrepasar un obstáculo durante la deformación superplástica, la concentración de esfuerzos puede producir tanto la fractura del grano, como la activación de un plano de deslizamiento. Este mecanismo es muy probable que ocurra en las aleaciones de dos fases donde una fase es muy débil (fase rica en Zn) y la otra es una aleación endurecida por precipitados (fase rica en Al).

El mecanismo consiste en crear una superficie durante la deformación a base de materia que emerge del interior del sólido, en regiones que corresponden a intersecciones de granos o grietas formadas en la superficie. Este mecanismo sustituye el alargamiento que sufren los granos en un metal que se deforma exclusivamente por mecanismos de dislocaciones. En el caso antes mencionado, se ha observado la emergencia de material en grietas formadas por granos grandes de zinc; sin embargo, podría suceder en la frontera de los granos del material, que por su finura harían difícil la observación directa del fenómeno. Este mecanismo podría aplicarse también a la deformación a temperaturas altas.

2.5.1 Deslizamiento y difusión del límite de grano.

En la figura 2.7, se observa que se puede tener un desplazamiento cortante de los centros de los granos (Δ S), y por tanto una deformación macroscópica, no sólo por deslizamiento a lo largo del grano, sino también por rotación de un ángulo ω en la

frontera del grano. Si se llevan a cabo ambos procesos operando simultáneamente, se logrará un mayor desplazamiento cortante de los centros de los granos con menores cantidades de deslizamiento y rotación. Con este desplazamiento (Δ S), se puede lograr una deformación macroscópica ε , no sólo por el deslizamiento de una distancia *x* a lo largo del límite del grano, sino también por la rotación de un ángulo ω . Si ambos procesos se logra que actúen simultáneamente, un desplazamiento cortante del centro del grano determinado puede producirse con menores cantidades de rotación y deslizamiento. Por tanto, una determinada rapidez de deformación puede mantenerse para velocidades menores de deslizamiento del límite de grano y de aquí, menores esfuerzos. Más aún, al reducirse el tamaño del grano, para una rapidez de deformación se incrementará. De este modo, se espera que el deslizamiento en el límite de grano y la deformación superplástica se incremente progresivamente en materiales de granos más finos.



El fenómeno del deslizamiento en el límite de grano es importante. De hecho, se cree que la superplasticidad ocurre en gran parte por el deslizamiento en el límite del grano, dado que mediante este proceso, se evita la formación de micro grietas o micro huecos en la microestructura, debidos a la transferencia de masa asociada con la difusión del límite de grano o a la difusión por abultamiento, como sucedería sí el deslizamiento en el límite de grano ocurriera en un sistema de granos completamente rígidos. Debido a esto, la rapidez de difusión por deslizamiento, debe estar exactamente balanceada por la rapidez de deslizamiento del límite de grano para evitar que se generen grietas o vacantes, esto se ilustra en la figura 2.8. Aquí, se puede ver que la difusión por deslizamiento y el deslizamiento del límite de grano son procesos secuenciales, y la rapidez del deslizamiento será controlada por el proceso más lento de estos dos, esto es, si los procesos de acomodo son lo suficientemente rápidos a la temperatura de deformación, entonces el deslizamiento del límite de grano puede ser el mecanismo de control de velocidad. Alternativamente, si el deslizamiento del límite de grano fuese intrínsecamente rápido entonces el proceso de acomodo sería la limitante de la velocidad.



Figura 2.8 (a) cuatro granos en un arreglo hexagonal antes de la deformación por deslizamiento; (b) después de deformarse por deslizamiento por difusión, una dimensión del grano se incrementa y la otra decrece, y se forman "huecos" entre los granos; (c) los huecos son removidos por el deslizamiento del límite de grano. La extensión de el desplazamiento por deslizamiento, es cuantificado por la distancia Y'Y'', la cual es el desplazamiento a lo largo de la orilla de los granos 1 y 3 de la línea vertical inscrita originalmente XYZ. [De Evans y Langdon, 1976].

También se ha creído que la masa puede ser redistribuida por un flujo difusional, llevada a cabo por diferencias entre los esfuerzos dependientes del potencial químico en fronteras de los granos adyacentes en donde ocurriría el transporte de regiones de compresión a regiones de tensión. El acomodo se lleva a cabo por deslizamiento, éste conlleva un cambio gradual por difusión en la forma del grano al moverse la materia. La migración de la frontera del grano restaura la forma equiaxial original del grano pero sólo en una orientación por rotación. La retención de forma de un grano equiaxial es por tanto lograda en el modelo de Ashby y Verrall. Además, debido a un transitorio pero finito incremento en el área de la frontera de grano, resultado de un cambio en la forma, el modelo predice un esfuerzo inicial para el flujo superplástico.

Ashby y Verall (1973) propusieron el acomodo mediante flujo por difusión. Este usa un mecanismo de cambio del grano para explicar cómo la forma del grano se preserva durante la deformación superplástica. Esto se ilustra en la figura 2.9.



Figura 2.9 Mecanismo del cambio momentáneo del grano (grain switching) de Ashby y Verral: (a) estado inicial; (b) estado intermedio; (c) estado final.

En el modelo de cambio del grano, los granos en estado inicial, figura 2.9 a), pasan a un estado intermedio, en donde hay un incremento de área en el límite del grano (figura 2.9b)). Esto es seguido por un acomodo por difusión de cambio en la forma en la fase intermedia mediante abultamiento o por difusión del límite de grano (figura 2.10). Los mecanismos de difusión por abultamiento y de difusión del límite de grano se esquematizan en las figuras 2.11 y 2.12 respectivamente. El mecanismo de abultamiento del grano involucra un flujo de vacantes que producen un incremento neto de longitud en la dirección del esfuerzo de tensión aplicado, o una disminución de longitud en la dirección del esfuerzo de compresión. Dado que el esfuerzo aplicado excede el esfuerzo inicial requerido para la interrupción del grano, la velocidad de deformación para la interrupción del grano es considerablemente más grande que el requerido para la fluencia convencional.



Figura 2.10 Acomodo del estado intermedio en el cambio momentáneo del grano (grain switching) por abultamiento y difusión del límite de grano.



Figura 2.11 Ilustración esquemática de la difusión por abultamiento



Figura 2.12 Esquematización de la difusión por deslizamiento del límite de grano.

Gifkins ha señalado que el proceso de cambio del grano propuesto por Ashby & Verral debe ser modificado para tomar en cuenta la modificación del área debido al esfuerzo. El modelo propuesto por Gifkins es un modelo tridimensional el cual se ajusta a las observaciones hechas sobre la nueva superficie, la cual se crea durante la extensión del espécimen, pero el tamaño de grano permanece sin cambio. Un nuevo grupo de granos deslizantes adyacentes, abrirían una fisura en la superficie libre, al tiempo que la deformación continúa, nuevos granos emergen a la superficie para llenar los huecos. La migración del límite de grano ocurre al mismo tiempo que los granos emergen, para

restaurar los ángulos diedritos del límite del grano; esto da como resultado el redondeo de los granos que emergen y la curvatura de todos los otros limites de granos, el proceso es muy regenerativo para lograr grandes elongaciones.

Además, el acomodo de forma puede también ocurrir por el movimiento de la dislocación. De cualquier manera, ya que la actividad concentrada de dislocaciones generalmente no es observada durante la deformación superplástica, esta puede ocurrir como si fuera un mecanismo tradicional. Además, el proceso de movimiento-escalamiento de la dislocación (figura 2.13) (glide-climb), puede ocurrir adicionalmente al abultamiento del grano o al proceso de difusión del límite de grano, que preserva la forma durante la deformación superplástica.



Figura 2.13 Ilustración esquemática del proceso de deslizamiento y escalamiento de las dislocaciones

Frecuentemente, se asume que el deslizamiento del límite de grano ocurre como resultado del esfuerzo aplicado, y que el esfuerzo transitorio generado como consecuencia del intento de los granos por deslizarse se detiene por el re-arreglo físico de la materia. Siendo la rapidez a la cual se lleva acabo este último proceso, la que se cree que frecuentemente gobierna la velocidad a la cual la deformación se acumula.

Kim et al. (1995) han mostrado, que una alta velocidad de deformación superplástica puede ser explicada por un modelo que es análogo al modelo de deslizamiento del límite de grano de la capa del núcleo ("core mantle"), propuesto originalmente por Gifkins (1976). En este modelo, la camisa corresponde a la cubierta exterior de los subgranos, donde ocurre el acomodo por deslizamiento del límite de grano. Sin

embargo, no ocurre deformación en el núcleo interior de los subgranos, los cuales permanecen equiaxiales e invariantes con el esfuerzo.

Desafortunadamente, este mecanismo no explica satisfactoriamente otros hechos, como la forma en que depende la deformación de la rapidez de deformación; esto es, si la aleación se estira muy rápida o lentamente, la deformación total es pequeña. Existe sólo una rapidez de deformación para la cual ésta es máxima. Este tipo de comportamiento sugiere el concurso de dos mecanismos antagónicos que alcanzan un equilibrio en el valor $\dot{\varepsilon}$.

2.5.2 Modelos de dislocación.

Cuando el límite de grano se desliza, se desarrollan concentraciones de esfuerzos por todas partes en donde el deslizamiento se ve obstruido. La liberación de las concentraciones de esfuerzos mediante la emisión de dislocaciones de una frontera de grano y sus absorciones por otra frontera de grano puede ser limitada por la velocidad a la cual las dislocaciones son emitidas (fuente de control), por la velocidad a la que las dislocaciones pueden cruzar los granos (control del deslizamiento o del escalamiento del arreglo) o por la velocidad a la cual las dislocaciones son absorbidas dentro de las fronteras (control de escalamiento de la frontera de grano). Se ha asumido que el proceso de deslizamiento ocurre relativamente rápido en la superplasticidad debido a que hay una carencia de obstáculos fortalecedores o significantes efectos de arrastre de soluto dentro de los granos a la temperatura de deformación. Se cree que el choque de dislocaciones adyacentes a las fronteras de los granos desarrollan y proveen un esfuerzo de retroceso, contrario al que el deslizamiento del grano tendría que trabajar para emitir posteriores dislocaciones a lo largo de un plano de deslizamiento particular. El escalamiento de las dislocaciones guías del choque dentro de la frontera permitiría que otras dislocaciones fueran emitidas y que éstas permitieran un pequeño incremento del deslizamiento de la frontera de grano que se acumulen. Al permitir al borde de la frontera de grano actuar como fuente de dislocación, la magnitud absoluta de la velocidad de deformación predicha puede variar.

Una alternativa al acomodo por flujo de dislocación surge si el deslizamiento de la frontera de grano es acomodado por el movimiento-escalamiento de la dislocación dentro de la frontera de grano. Los choques entre las dislocaciones de la frontera del grano pueden formarse en las fronteras de los granos como puntos triples. Aquí, la velocidad de control del proceso podría estar dada, por dislocaciones hechas por la dislocación primaria dentro tanto del arreglo de red, como en la frontera, las cuales pudieran crear grietas en otras fronteras intersectando el punto triple.



Figura 2.14 Acomodo por movimiento-escalonamiento de la dislocación dentro de la frontera de grano.

Si la rotación del grano fuera aceptada como resultado de un sistema no balanceado de frontera de grano sometida a esfuerzos cortantes, entonces, no se observaría elongación del grano. Variaciones aleatorias en la dirección y magnitud de la rotación causarían un cambio de deslizamiento de un sistema de deslizamiento a otro. Cómo la rotación puede ser mayor de 30°, no sería aparente un cambio neto en la forma del grano.

Por otro lado, la rotación del grano sería una característica implícita del modelo de dislocación de la frontera del grano. De nuevo, el esfuerzo cortante que actúa en las fronteras del grano debería ser capas de mover las dislocaciones causando una torsión dentro de la zona frontera. El torque resultante en los granos debería re-orientar la red cristalina del grano y se observaría movimiento oscilatorio del grano.

Chen ha propuesto un modelo de mecanismo continuo de flujo superplástico basado en las teorías de transformación plástica de Eshelby. Se asume que un evento de cambio de grano similar al representado por Ashby y Verrall y otros fue el paso que produjo la deformación, pero que estos eventos ocurren de manera azarosa en lugar de simultáneamente en todos los puntos dentro de la microestructura. Fue asumido que los eventos de cambio de grano no sólo ocurren de manera aleatoria en espacio y tiempo, si no también con respecto a la dirección del flujo plástico. Ya que los eventos de cambio de grano fueron totalmente aleatorios, después de una repetición determinada de los eventos, no habría deformación neta, debido a que se cancelarían los efectos entre ellos mismos. De cualquier modo, siguiendo cada cambio de evento, los granos re-orientados aún tendrían que alcanzar dentro de las locaciones originales. Para acomodarse los granos ya cambiados, en su nueva configuración, una gran cantidad de deformaciones localizadas se desarrollarían en los alrededores de la matriz. Las deformaciones locales se eliminarán por el flujo plástico entre el cuerpo del material, y las direcciones de dichas eliminaciones de esfuerzo estarían basadas en el esfuerzo aplicado en la dirección del flujo macroscópico. La deformación local, generada por el evento de cambio de grano, se volvería a redistribuir y desaparecería, pero causaría un desplazamiento muy pequeño en las superficies exteriores del material en la dirección del flujo. La eliminación de esfuerzos locales producida por los subsecuentes eventos de cambio del grano, indiferente a su orientación, contribuirían un poco al flujo en la dirección del esfuerzo aplicado.

La interpretación continua no considera el detallado mecanismo del proceso de cambio de grano, debido a que la transformación por si misma no controla la rapidez a la que se acumula la deformación macroscópica. Ya que la deformación microscópica se acumula sólo a lo largo del rango de la eliminación de las deformaciones (o de los esfuerzos) generados por el evento del cambio, entonces la orientación de esos eventos es irrelevante. El cambio de grano puede ocurrir repetidamente hacia delante y hacia atrás en el mismo punto dentro de la microestructura y cada vez generar una pequeña deformación en la dirección del flujo plástico. El modelo, por lo tanto no sufre las mismas restricciones que sufre el modelo de Ashby & Verrall y el de Spingarn & Nix.

Evidencia de lo que se ha venido conociendo como micro-multiplicidad, ha sido provista por estudios in-situ de deformación superplástica, donde se ha observado que el proceso de deformación es altamente heterogéneo. En este proceso, muchos mecanismos de deformación aparentarían operar simultáneamente, o de forma secuencial, dentro de diferentes regiones de la microestructura. Desde luego, este provee como una explicación de la superplasticidad, una razón relativamente simple para las amplias divergencias en los valores reportados de sensibilidad a la rapidez de deformación, y energías de activación. De cualquier modo, el desarrollar un concepto dentro de una teoría totalmente cuantitativa del flujo superplástico sería excesivamente complejo.

2.6.- Superplasticidad a temperatura ambiente.

A temperatura ambiente la difusión es muy baja, al contrario de lo supuesto en el modelo propuesto para la superplasticidad a temperaturas altas. Al parecer el movimiento de los granos en su trayectoria hacia la superficie o en cualquier otra dirección, no se ve obstaculizado por otro grano, ya que un grano puede atravesar a otro concentrando su carga en un punto. Esta concentración de esfuerzos se libera con la formación de una subfrontera de grano, a través de la cual el cristal se fractura o desliza por el movimiento de las dislocaciones, dividiéndose en dos y permitiendo el paso del grano en movimiento. Cuando el cristal, que sirve de obstáculo, es de zinc y tiene una orientación adecuada (planos compactos haciendo un ángulo cercano a 45° con el eje de tensión) puede dejar el paso del grano en movimiento, deformándose plásticamente. En cualquier caso, el grano duro sobrepasará el obstáculo produciendo refinamiento de grano. Algunos cristales de la superficie se deforman plásticamente, por la presencia de huellas de deslizamiento en forma de líneas que aparecen después de iniciada la deformación. Sin embargo, estos cristales deformados plásticamente, que deberían aparecer con una alta densidad de dislocaciones, no se encuentran. En el caso de la aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso), esto podría deberse a que la temperatura de recristalización del zinc es inferior a la temperatura ambiente, con lo cual los granos sufren recristalización inmediatamente después de ser deformados, liberándose así de la mayor parte de las dislocaciones generadas por la deformación. Sin embargo las huellas superficiales no pueden ser eliminadas y son observadas en la superficie de los

granos haciendo un ángulo cercano a 45° con el eje de tensión, esto coincide con la posición del máximo esfuerzo cortante generado por el esfuerzo de tensión aplicado.

En las regiones donde los granos se mueven por deslizamiento del límite de grano o por grietas originadas dentro de la fase más frágil o producidas por impurezas, puede localizarse la iniciación de una fisura. El material, que llena estas fisuras entre los granos, no es únicamente un grano, como fue propuesto originalmente por Gifkins, sino que es un conglomerado de granos finos que se mueven a la superficie.

Una teoría formal de la superplasticidad aún no está disponible. Se ha propuesto un nuevo mecanismo, el cual es un modelo tridimensional que se ajusta a las observaciones de la creación de nuevas superficies durante la extensión del espécimen, pero con un tamaño de grano, el cual permanece siempre sin cambios. Un grupo de granos que se deslizan adyacentemente abrirían una fisura en la superficie que se llenaría con material que emerge de la capa de la superficie inferior. Sin embargo, todo parece indicar que no hay un sólo proceso que puede explicar completamente los aspectos mecánicos del flujo superplástico. El flujo superplástico, ni siquiera se puede explicar por los aspectos topológicos, a saber, el mantener una forma de grano equiaxial, una rotación del grano o una traslación. Intuitivamente, esto sería lo que se esperaría debido a que muchos procesos están operando simultáneamente dentro de una microestructura que está lejos de ser uniforme. No obstante, se ha demostrado que el deslizamiento de la frontera del grano se vuelve más significante en materiales de grano más fino.

2.7.- Cavitación

A la formación de huecos o cavidades, se le conoce como cavitación. Esta es causada por incompatibilidad de deformación de los granos adyacentes, que pueden conducir a la formación de microhuecos; o por la localización de flujo a lo largo del grano y entre los límites de las fases en el proceso de deslizamiento. Como el deslizamiento puede ser bloqueado con varias irregularidades, pero más efectivamente por partículas duras, que actúen como elevadores de la concentración de esfuerzos, esto puede llevar a la formación de grietas que pueden producir pequeñas vacantes íntergranulares. La cavitación se presenta bajo la acción combinada de esfuerzos y el deslizamiento de los límites de grano. A pesar de esto, muchos materiales superplásticos no cavitan. Aún cuando se observan huecos en materiales superplásticos, su distribución está lejos de ser homogénea, además, éstos se acomodarían al deslizarse los granos. La cavitación no es propiamente un mecanismo de acomodo, si no más bien es una actividad de difusión o dislocación.

La cavitación en los límites de grano, es uno de los mayores problemas en el conformado superplástico. Esto, da cómo resultado un deterioro de las propiedades mecánicas de las partes conformadas superplásticamente y por tanto una temprana fractura. La cavitación, puede limitar la ductilidad superplástica del material, así como, reducir las propiedades mecánicas finales de los componentes formados por operaciones de conformado superplástico.

2.8.- Conformado superplástico.

Debido a sus características el conformado superplástico es ideal para la producción de piezas complejas que de otra manera sería difícil de darles forma, gastando un mínimo de energía y evitando usar maquinaria costosa, logrando importantes ahorros de formadas superplásticamente producción. Las partes tienen muchos usos. particularmente en proyectos aeroespaciales, donde las técnicas de conformado superplástico están siendo cada vez más usadas para el conformado de propulsores complejos y partes del fuselaje. El conformado superplástico de aleaciones a base de níquel ha sido usado para formar discos de turbinas con álabes integrados, mientras que el conformado superplástico de aleaciones de titanio se utilizan para producir ventiladores y álabes de compresores para motores aéreos. Por otra parte, las aleaciones de aluminio pueden emplearse en la fabricación de superficies de control, en la estructura del avión y en pequeños elementos estructurales a escala, donde se requieren pesos bajos y alta rigidez. Algunas otras aplicaciones no aeroespaciales de aleaciones de aluminio pueden ser: contenedores con perfiles de superficies complejas, paneles decorativos para cubiertas internas y externas de construcciones.

Las relativamente bajas velocidades de deformación que se usan en el conformado superplástico dan como resultado velocidades bajas de producción y por lo tanto altos costos, pudiendo ser este un serio problema. No obstante, es importante hacer notar que el refinamiento del grano ha sido propuesto como un método para alcanzar altas velocidades de deformación durante el conformado superplástico. Algunos investigadores han mostrado que una alta velocidad de deformación en el conformado superplástico puede lograrse mediante un refinamiento microestructural con tamaño de grano de \sim 1 µm. o menor. La presencia de una alta velocidad de deformación superplástica en aleaciones de grano fino, tiene bastantes aplicaciones para la manufactura de partes mediante conformado superplástico con altos índices de producción. Es probable que el realce en los índices de producción se incrementarán más adelante, cuando las mejoras en las técnicas sean desarrolladas para los procesos de materiales con granos de tamaño nanométrico y sub-micrométrico.

2.9.- Refinamiento del grano.

Está bien establecido que es un pre-requisito esencial tener un tamaño fino de grano para que se presente la superplasticidad, por lo que un entendimiento de los principios básicos de la metalurgia sobre el refinamiento del grano y el crecimiento de éste es importante para el desarrollo de la superplasticidad en materiales que normalmente no serían superplásticos. Hay disponibles muchos métodos para el refinamiento del grano entre los que se incluyen la separación de fases, la transformación de fases y el trabajo mecánico con recristalización. Aunque, debería ser posible en principio desarrollar una microestructura de grano fino usando únicamente tratamientos térmicos.

Es muy posible darle un recocido a un material de dos fases, a una temperatura en donde sólo una fase sea estable. Mediante un templado, se llevará a cabo una transformación martensítica o una solución sólida supersaturada en la estructura

resultante de fase simple. Un recocido subsiguiente resultará en la separación de las dos fases en equilibrio de la microestructura metaestable. Si están disponibles suficientes sitios de nucleación, se producirá una microestructura de grano fino. Un ejemplo de refinamiento de grano por este método (separación de fases) es la del Zn-22%Al. Un enfriamiento lento de la aleación Zn-Al resultará en un producto de descomposición laminar eutectoide con muy pocas propiedades superplásticas. Si de cualquier manera, la aleación es templada a temperatura ambiente, una solución sólida supersaturada de Al en el Zn se formará, produciendo un grano muy fino, altamente superplástico.

A pesar de la amplia variedad de métodos disponibles para desarrollar una microestructura de grano fino, sólo una pequeña fracción de algo más de 100 aleaciones diferentes, y que muestran superplasticidad son o tienen el potencial de ser explotadas comercialmente. Entre éstas se incluyen aleaciones de aluminio endurecidas mediana o altamente, algunas aleaciones duplex de titanio y aceros inoxidables con gran contenido de carbono.

CAPÍTULO 3

DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este capítulo, se explica el procedimiento utilizado para la obtención de las 4 probetas, a las cuales se les hizo la prueba de tensión, también dichas probetas fueron seccionadas en tres partes para obtener tres muestras de cada una de ellas; estas muestras fueron observadas bajo el microscopio óptico y se obtuvo su dureza, esto para observar y medir algunas características de este material. Los procedimientos ordenados de forma cronológica, fueron los siguientes:

3.1.- Obtención de las probetas.

Como se menciona en el título de esta tesis, las cuatro probetas fueron obtenidas por el proceso de fundición en molde de arena. A estas probetas se les practicó la prueba de tensión para poder obtener su resistencia máxima, su resistencia a la cedencia, y lo más importante, su elongación máxima lograda antes de la ruptura, pues este dato será un indicador de la existencia de superplasticidad en las muestras.

3.1.1.- Obtención del modelo.

Como primer paso, se construyó un modelo para darle forma a la cavidad que llevaría en su interior el molde de arena, y la cual le daría la forma deseada al material al verterlo dentro del molde en estado líquido. Este modelo fue construido de madera de pino, constó de dos piezas unidas con pernos de centrado, estos pernos fueron fijados en una de dichas piezas, y a la otra pieza, se le hicieron un par de barrenos para que las piezas acoplaran de manera exacta. Con este molde se obtuvieron dos probetas cilíndricas por colada. Estas probetas tenían un diámetro de una pulgada y una longitud de seis y un cuarto de pulgada. Las dimensiones de dicho modelo se pueden ver en la figura 3.1.



Figura 3.1 Modelo para obtener las probetas para la prueba de tensión.

Dado que el material se contrae durante la solidificación y el enfriamiento, se tomó en cuenta un factor de contracción, siendo éste de 0.2 mm/cm aproximadamente, y por lo tanto, se construyó el modelo ligeramente más grande, además, las esquinas del modelo se redondearon para que no se rompieran con facilidad, y así dar un mejor acabado. También, se consideró un ángulo de salida para facilitar la extracción del modelo del molde (figura 3.2).



Figura 3.2 Vistas de frente y lateral del modelo.

3.1.2.- Obtención del molde de arena.

Una vez que se obtuvo el modelo, el siguiente paso fue la construcción de los moldes de arena. El molde es una cavidad donde se vierte el metal fundido para adquirir la forma del modelo.

Para la construcción del molde de arena se procedió de la siguiente manera: primero se preparó la mezcla de arena y otros elementos que posteriormente fueron vertidos en las semicajas y sobre los modelos. La preparación consistió en mezclar arena de mar, con bentonita y carbón mineral como aglutinantes, agregando a ésta un poco de agua para obtener la humedad requerida y así evitar que el molde se deshaga a la hora de verter el metal, pero teniendo cuidado de que la mezcla no contuviera mucha agua, pues ésta podría ocasionar problemas cuando la arena muy húmeda sea tocada por el metal caliente, produciendo vapor, y ocasionando defectos en la fundición.

Es importante mencionar que este tipo de fundición en molde de arena, tiene la desventaja de que el acabado resulta un tanto basto en la superficie, además, de carecer de exactitud dimensional.

Los principales componentes con que debe contar un molde de arena, se muestran en la figura 3.3 y se explican a continuación:

- Respiradero.- Orificio delgado que sirve para que no se quede aire atrapado al vaciarse el metal y por ahí salgan los gases.
- Rebosadero.- Sirve para evitar que queden huecos por falta de metal al solidificarse la pieza y actúa como una reserva de metal caliente compensando la contracción.
- Represa de vaciado.- Lugar que recibe el chorro de metal y sirve como embudo.
- Orificio de colada.- Conducto vertical que lleva el metal al nivel de la cavidad del molde.

Alimentador.- Conducto que une el orificio de colada con la cavidad del molde.
Se hace en la semicaja inferior y lleva trampas de escoria.



Figura 3.3 Corte de un molde mostrando sus principales componentes, incluyendo el modelo.

El procedimiento para hacer los moldes de arena fue el siguiente:

El molde se construyó en un recipiente llamado caja. Esta caja cuenta con una semicaja inferior y una semicaja superior (figura 3.4a)). Para la construcción del molde, se colocó una tabla en el suelo, y sobre dicha tabla la semicaja inferior con la mitad del modelo que contenía los barrenos dentro de ella, poniendo los orificios donde encajaría los pernos bocabajo, espolvoreando con talco la mitad del modelo para evitar que se pegara la arena y dejando espacio suficiente para los canales y rebosaderos (figura 3.4b)).

Posteriormente, se vertió la arena hacia la mitad del molde, con un tamiz cernidor hasta que quedó cubierta; después, el resto de la semicaja se cubrió con arena y se apisonó para dejarla sólida y con suficiente resistencia y rigidez (figura 3.4c)).

Luego, se niveló la altura de la arena con un rasador, que fue movido a través de las orillas de la semicaja como se ilustra en la figura 3.4d), se colocó una tabla sobre la arena enrasada de la semicaja inferior y se invirtió el molde para construir la semicaja superior (figura 3.4e)).

Para construir la semicaja superior, se posicionó ésta sobre la semicaja inferior, encajando los pernos guía de la semicaja superior en sus respectivos lugares en la semicaja inferior, y se procedió a unir la mitad restante del modelo de madera que contenía los pernos guía con la otra mitad del modelo, la cual quedó en la superficie de la semicaja inferior al voltear ésta.

Una vez unidas las dos partes (figura 3.4f)), se colocaron las estacas para el orificio de colada y rebosadero, éstas fueron hechas de madera y tenían una forma cónica (figura 3,4g)). Después de haber espolvoreado con talco la mitad, que ahora podríamos considerar como la parte superior del modelo, y las estacas, se procedió al vertido de arena a la semicaja superior hasta cubrir el modelo, usando al igual que para el vertido de la arena en la semicaja inferior y sobre la mitad del molde, un tamiz cernedor. E igual que para la mitad inferior, una vez cubierto la mitad del modelo, se vierte el resto de la arena hasta cubrir la semicaja, apisonándola y rasándola posteriormente (figura 3.4h)).

Después de haber perforado los respiraderos con una varilla, se procedió a la extracción de ambas partes del modelo, se tuvo sumo cuidado al separar la semicaja superior de la inferior y al extraer el modelo y las estacas (figura 3.4i)). Una vez separadas las semicajas, se hicieron los alimentadores en la semicaja inferior, y se dio forma de embudo a la parte superior del orificio de colada en la semicaja superior.

Hechos todos los pasos anteriores, se hizo una minuciosa inspección final y se quitó del molde cualquier partícula suelta de arena (figura 3.4j)).

Finalmente, se colocó la semicaja superior sobre la inferior con mucho cuidado, y con esto, quedó listo el molde para la colada (figura 3.4k)).





Figura 3.4i)





3.1.3.- Proceso de Colada.

Como es sabido, la palabra fundición se refiere a la fabricación de objetos por vaciado de metal en estado líquido en moldes de formas apropiadas. Una vez construido el molde como se vio en la sección anterior, se procedió al vaciado del material líquido en dicho molde. A este proceso de vaciado del material en el molde se le conoce como colada. La colada es el proceso de hacer entrar el metal, el cual obviamente se encuentra en estado líquido, en una cavidad llamada molde, dejando que este metal, se enfríe y solidifique dentro del molde y tome la forma de dicha cavidad; y siendo colada continua, cuando el material es vaciado en el molde directo del crisol, sin sufrir este un enfriamiento previo mediante algún procedimiento, antes de entrar al molde.

Antes de proceder a describir como se llevó a cabo el proceso de colada continua, es importante mencionar el procedimiento mediante el cual se fundió el material.

El material fue fundido usando un horno de piso, a una temperatura de 600 °C, haciéndose uso de un desgasificador. Para llevar el control de la temperatura a la que se encontraba el horno, se utilizó un termo par tipo "J" de material hierro-constantán, el cual se introdujo dentro de un tubo de cobre y se rellenó con un material aislante, para reducir las pérdidas de calor (figura 3.5), esto se hizo debido a que no se contaba con un pirómetro. Se hizo el uso de las gráficas fem-temperatura (figura 3.6) para materiales termopares que se muestran en dicha figura, y de un multímetro conectado al termo par, con su escala en mV, con esto se pudieron tomar las lecturas de la temperatura buscando el equivalente de temperatura a los milivolts leídos en el multímetro en las gráficas mencionadas anteriormente, teniendo cuidado de utilizar la línea que describe el comportamiento del material del que está hecho el termopar.



Figura 3.5 Termopar usado para censar la temperatura del caldo de fundición.



Figura 3.6 Relaciones fem-temperatura para diferentes materiales de termopares, incluyendo la fem térmica en milivolts absolutos.

Una vez que se alcanzó la temperatura deseada, se apagó el horno y se midió la temperatura del caldo de fundición introduciendo el extremo del termopar dentro de éste.

Como el punto de fusión de la aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso) se encuentra entre los 421 y los 481 °C, el rango de temperatura elegido fue de entre 500 y 600 °C, para asegurar el estado líquido del material, ya que esta aleación puede ser fundida hasta los 600 °C, sin temor de que cambie su composición química.

La medida equivalente para este rango de temperaturas, en mV fue de 30-33 mV. Una vez obtenida la temperatura, se agregó un desgasificador al caldo, con lo que hubo un ligero aumento de temperatura, debida a la reacción química entre el caldo y el

desgasificador. Dicha reacción duró un minuto. Se quitó la escoria del caldo, se procedió al vaciado del caldo, esto fue hecho en forma lenta para evitar tanto el flujo turbulento, como el desprendimiento de arena de las paredes del molde.

Una vez enfriados los moldes, fueron destruidos para sacar la pieza fundida.

3.1.4.- Corte y maquinado de las probetas.

Una vez obtenidas las piezas en bruto, fueron cortadas en piezas de forma cilíndrica con una sierra vertical, de este modo se obtuvieron dos piezas cilíndricas por molde. Dichas piezas cilíndricas, una vez cortadas, se maquinaron utilizando como base las dimensiones que dicta la norma ASTM B-557M para probetas de sección redonda. Las dimensiones de las probetas normalizadas se pueden ver en la figura 3.7.



Figura 3.7 Probeta normalizada para pruebas de tensión.

3.2.- Tratamiento térmico de las probetas.

De las cuatro probetas obtenidas, tres fueron tratadas térmicamente, esto con el propósito de obtener superplasticidad en caso de que el material no la presentase de antemano, y de poder observar los cambios en las propiedades del material con el tratamiento térmico, en caso de no presentarse la superplasticidad, y cuyas características se han explicado en el capítulo anterior. La otra probeta, a la cual llamaremos a partir de aquí probeta testigo, fue utilizada para observar las

características con las que contaba el material tal como fue obtenido del proceso de fundición en molde de arena, y para observar los cambios que el tratamiento térmico representa en éstas. A esta probeta no se le hizo tratamiento térmico alguno.

El tratamiento térmico consistió en calentar en un horno eléctrico, marca Thermolyne 1400, modelo FB1415M de la empresa Barnstead, tres de las muestras a 310 °C. Cada una de las muestras fue retirada tras cuatro, ocho y doce horas de permanecer en el horno a esa temperatura. Una vez retirada la muestra, se introdujo rápidamente en un balde con agua a temperatura ambiente, manteniendo la pieza sumergida y moviéndola dentro del balde describiendo ochos, hasta que se enfriara completamente. Cada una de las probetas fue secada y marcada una vez que era sacada del agua, esto con el fin de poderlas identificar y observar los cambios que el tratamiento térmico produjera en dichas probetas.

Una vez extraídas del horno y marcadas todas las probetas, estaban listas para realizarles la prueba de tensión. Es importante mencionar que después del tratamiento térmico, las probetas fueron introducidas en un congelador para reducir la posibilidad de que se presentara algún cambio de fase, durante el tiempo que se tardaba en hacérseles las pruebas de tensión a dichas probetas, pues estas pruebas no fueron realizadas inmediatamente después.

3.3.- Ensayo de tensión.

Posteriormente, las cuatro probetas fueron llevadas a un laboratorio de una empresa para que les hicieran los ensayos de tensión a cada una de ellas. Estos ensayos tienen como propósito, medir la resistencia de un material ante una fuerza (carga) estática o gradualmente aplicada. Cuando la carga se aplica gradualmente y se convierte en esfuerzo (esfuerzo=carga/área), se mide la elongación (deformación) de la probeta ante dicho esfuerzo; estos resultados pueden graficarse poniendo la deformación en el eje de las "x" y el esfuerzo en el eje de las "y", formándose una curva característica del material que relacionará el esfuerzo y la deformación.

A partir de esta prueba, se puede obtener información de la resistencia, la rigidez y ductilidad del material.

Estos ensayos fueron hechos en una máquina marca Instron modelo 4208, con capacidad máxima de 30,000 kg., la cual efectúa la prueba a una rapidez de ½ plg/min (12.7mm/min). El ensayo permitió obtener: la resistencia máxima, la resistencia a la fluencia y el porcentaje de elongación.

Cabe mencionar que esta máquina, cuenta con un software para generar la gráfica esfuerzo-deformación, por lo que da una lectura directa y no necesita que se ajuste previamente la carga.

3.4.- Microscopía óptica.

Una vez realizada la prueba de tensión, los restos de las probetas fueron cortadas y seccionadas a manera que quedaran tres muestras por cada probeta; cada una de ellas – las muestras - fueron marcadas, con el fin de poderlas identificar fácilmente, tal como sucedió con las probetas. Estas marcas consistieron en el número ó la letra t y un subíndice en números romanos en el rango de I al III. Como es de suponerse la t es para designar a las muestras obtenidas de la probeta testigo, y los números 4, 8 y 12 indicaban el tiempo en horas al que fue sacada cada probeta; los números romanos indicaban la sección de la muestra que fue tomada de dicha probeta.

Las probetas fueron cortadas en una cortadora marca Buehler. Una vez cortadas las muestras, una de las superficies de cada muestra fue preparada para poderse observar bajo el microscopio óptico. Dicha preparación consistió en lo siguiente:

Lijado de la superficie.- El lijado de la superficie, consistió en deslizar una de las caras de las muestras por lijas de agua, las lijas, fueron apoyadas en un pedazo de

vidrio, y periódicamente se les vertía agua para lubricarlas. Se utilizaron lijas de los números 220, 320, 400, 500, 600, 1200, 1500 y 2000; comenzando con la lija del número 220, y terminando con la lija del número 2000, cambiando de lija por una más fina cada que la cara lijada tenía un rayado unidireccional, uniforme y se observara en toda la cara trabajada. La muestra se rotaba 90° cada vez que se cambiaba de lija, para que el siguiente rayado quedara perpendicular al anterior, repitiéndose esto con cada número de lija conforme se iba avanzando.

Pulido mecánico.- Una vez que las muestras ya estaban lijadas, se siguió con el pulido mecánico, este se hizo con una pulidora mecánica Ecomet I de la marca Buelher; el procedimiento consistió en pulir la cara previamente lijada, colocándola, sobre un plato giratorio cubierto con un paño húmedo y sobre el cual caía un goteo continuo de agua, agregándosele una cierta cantidad de alumina con un tamaño de partícula de 5µm, cada que ésta hiciera falta y moviendo la muestra de forma radial al plato. El pulido se efectuaba hasta que la superficie no tuviera más rayas debidas al lijado y presentara un acabado tipo espejo.

Ataque Químico.- El último paso de la preparación de las superficies fue el ataque químico, este consistió en sumergir la superficie, ya pulida, en una solución conocida como nital, -esta consta de una solución de alcohol etílico y ácido nítrico al 2%-moviendo continuamente la pieza por diez segundos, enjuagándola posteriormente en un chorro de agua y limpiando la superficie con un algodón previamente humedecido con alcohol después de haberla enjuagado. El fin de este ataque químico es el de revelar la microestructura, mediante un proceso de corrosión selectiva.

Una vez hechos todos los procedimientos anteriores a cada una de las muestras, estas estaban listas para ser observadas bajo la lente del microscopio óptico. Estas muestras fueron observadas en un microscopio óptico marca Union, modelo MEC 8328, utilizando aumentos de 600x y 150x. Lo observado fue registrado en fotografías, tomadas con una cámara marca Mirax Laborec, modelo UNI-35M, la cual es capaz de acoplarse a dicho microscopio.

3.5.- Dureza de las muestras

La dureza de las muestras fue tomada con un durometro Rockwell marca Wilson Rockwel serie 500, modelo B504-R. Las mediciones se realizaron en cuatro puntos diferentes de la superficie y el centro de ésta; siendo la primera medición siempre la del centro de la muestra. Estas mediciones se hicieron utilizando un penetrador con punta de bola de 1/16 de pulgada con una carga 100 kg., dichas características corresponden a la prueba Rockwell B. Se utilizó esta escala ya que es la más adecuada para aleaciones no ferrosas, latones y aceros de baja resistencia. Posteriormente, se obtuvo el promedio de las cinco lecturas tomadas de cada muestra, y para disminuir el error se volvió a sacar el promedio del promedio de las tres secciones correspondientes a cada probeta, esto para observar si hubo un cambio en la dureza debido al tratamiento térmico.

3.6.- Análisis mediante rayos X (difractometría)

Una vez concluida la prueba de dureza, se obtuvieron cuatro muestras, una por cada tratamiento térmico diferente y una de la probeta testigo. A cada una de estas muestras se les practicó un análisis por difracción de rayos x por el método de polvos. Esto se hizo en el Instituto de Investigación de Materiales (IIM) de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM) con un difractómetro de polvos Bruker D8-advance con radiación de Cu K α y monocromador de grafito. También, se utilizó el software Diffplus B S y la base de datos del ICDD (PDF=Powder Diffraction File).

Para determinar los planos que causan difracción, se utiliza la Ley de Bragg cuya ecuación establece:

$$n\lambda = 2dsen\,\theta$$
.....(3.1)

Donde:

n= Orden de difracción.

 λ = Longitud de onda del rayo X.

d=Distancia entre planos.

 θ = Ángulo de difracción.

Si de la ecuación 3.1 se despeja d. Se puede calcular la distancia entre planos donde ocurre la difracción; y si n=1 se obtiene la siguiente ecuación:

$$d = \frac{(\lambda)}{2sen\theta}....(3.2)$$

Aquí, la magnitud del espacio interplanar (d), es una función directa de los índices de Miller para el plano. Para un sistema cúbico, la relación es algo simple. El espacio entre los planos adyacentes *hkl* es:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \dots \dots (3.3)$$

Donde *a* es el parámetro de red.

Para celdas unitarias de formas más complejas, la relación también es más compleja. Por ejemplo, para un sistema hexagonal tenemos:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{\frac{3}{4}(h^2 + hk + k^2) + l^2(a^2/c^2)}}.....(3.4)$$

Donde *a* y *c* son los parámetros de red.

La ley de Bragg (ecuación 3.1) es una condición suficiente pero no necesaria para la difracción. Esta define la condición de difracción para celdas unitarias *primitivas*, esto es, aquellas redes de Bravais con puntos reticulares situados únicamente en las esquinas de la celda unitaria, como una celda cúbica simple o tetragonal simple. Las estructuras cristalinas no primitivas tienen átomos en sitios reticulares adicionales localizados a lo largo de una arista, dentro de una cara, o en el interior de la celda

unitaria. Los centros de dispersión extras pueden causar que ocurran dispersiones fuera de fase en ciertos ángulos de Bragg. El resultado es que parte de la difracción que predice la ecuación 3.1 no ocurra. Un ejemplo de este efecto se da en la tabla 3.1, en la que se presentan las *reglas de reflexión* para las estructuras de metal más comunes. Esta muestra cuales grupos de índices de Miller no producen difracción, como la predice la ley de Bragg.

Estructura La difracción no ocurre La difracción ocurre cuando: Cristalina. cuando: Cúbica de cuerpo centrado h + k + l = números impares. h + k + l = número par. (BCC). Cúbica de cara centrada (FCC) h, k, l, números mezclados *h*, *k*, *l*, son todos números tanto pares como impares. impares o pares. Hexagonal compacta (HCP). (h+2k) = 3n, *l* es un número Cualquier otro caso. impar. (n es un entero)

Tabla 3.1 Reglas de difracción de rayos x para metales comunes.

CAPÍTULO 4 RESULTADOS

4.1.- Pruebas de tensión.

Los resultados obtenidos en la prueba de tensión (resistencia a la fluencia, resistencia máxima y porcentaje de elongación) se presentan en la tabla 4.1. Con los valores de dicha tabla, se obtuvieron las gráficas que se muestran en las figuras 4.1 y 4.2.

Tratamiento Térmico.	Resistencia a la fluencia (MPa/psi).	Resistencia máxima (MPa/psi).	% de elongación:
Testigo (sin tratamiento térmico).	218 / 31,620	324 / 46,970	1
4 horas.	219 / 31,740	269 / 39,040	1
8 horas.	240 / 34,790	277 / 40,120	1.5
12 horas.	269 / 39,030	346 / 50,170	10.0

Tabla 4.1 Resultados tomados de la computadora acoplada a la máquina Instron 4208 en que se realizaron las pruebas de tensión.


Figura 4.1 Gráfica de la variación de la resistencia a la fluencia y de la resistencia máxima en función del tratamiento térmico.



Figura 4.2 Gráfica de la variación del porcentaje de elongación máxima en función del tratamiento térmico.

4.2.- Metalografía.

Las figuras 4.3, 4.4, 4.5 y 4.6 muestran las micrografias de las probetas sin tratar y tratadas térmicamente.

Como se puede ver en la figura 4.3 (a), la estructura de la aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso) sin ningún tratamiento térmico está compuesta por dendritas y constituyente eutéctico en los espacios interdendríticos. En la figura 4.4, se observa que la estructura del material tratado térmicamente por cuatro horas ha experimentado formación de pequeñas cantidades de perlita extremadamente fina, conservándose el constituyente eutéctico. Para un tiempo de tratamiento de ocho horas, la figura 4.5 deja ver que la cantidad de perlita fina existente en la estructura ha aumentado de manera apreciable, pero el constituyente interdendrítico se ha conservado. Finalmente, la micrografía de la figura 4.6 muestra que se ha incrementado la cantidad de perlita fina, sin llegar a ser total dicha transformación, además, el constituyente eutéctico prácticamente no ha cambiado, debido a esto, se puede esperar un efecto negativo en la ductilidad del material.





Figura 4.3.- Micrografías obtenidas con microscopio óptico de la aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso) obtenida mediante colada en molde de arena sin tratamiento térmico. (a) 150x y (b) 600x





Figura 4.4.- Micrografías obtenidas con microscopio óptico de la aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso) obtenida mediante colada en molde de arena tratada térmicamente por cuatro horas a 583.15 °K (310 °C) y templada en agua. (a) 150x y (b) 600x





Figura 4.5.- Micrografías obtenidas con microscopio óptico de la aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso) obtenida mediante colada en molde de arena tratada térmicamente por ocho horas a 583.15 °K (310 °C) y templada en agua. (a) 150x y (b) 600x





(b)

Figura 4.6.- Micrografías obtenidas con microscopio óptico de la aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso) obtenida mediante colada en molde de arena tratada térmicamente por doce horas a 583.15 °K (310 °C) y templada en agua. (a) 150x y (b) 600x

4.3.- Dureza.

Los valores de dureza obtenidos para cada una de las muestras se presentan en la tabla 4.2, así como sus promedios respectivos; en la figura 4.7, se muestra gráficamente dicho comportamiento.

eta:	Lectura No.					edio or stra:	edio obeta:	ución eza:	
Prob	Prob	1	2	3	4	5	Prom pc mue:	Prom por pr	% de dismin de dur
	T _I	67.5	68.5	69	69	70	68.8		
Testigo.	Τ _{II}	65	69	65.5	69	68	67.3	66.1	_
-	Τ _{III}	61.5	60.5	63.5	62.5	63.5	62.3		
nto 4 hrs.	4_{I}	59	62.5	63.5	63	65	62.6		
atamier ico de ∠	4 ₁₁	61.5	63.5	64	65	61	63	63.4	4%
Tr térm	$4_{\rm III}$	62	66.5	65	65	65	64.7		
nto 8 hrs.	8 _I	58	56	57	55	54	56		
atamier ico de 8	8 ₁₁	60.5	60	60	55	56.5	58.4	58.2	11.9%
Tr térm	$8_{\rm III}$	58.5	57.5	60	64	62	60.4		
tto 2 hrs.	12 _I	57.5	61	61.5	59	59.5	59.7		
atamier co de 1	12 _{II}	57	53	54.5	55	56	55.1	58	12.2%
Tr térmi	12 _{III}	54.5	61	61.5	61.5	58	59.3		

Tabla 4.2 Lecturas tomadas del durómetro, junto con sus promedios por muestra y el promedio por probeta.



Figura 4.7 Variación de la dureza promedia en función del tiempo de tratamiento térmico.

En la gráfica mostrada, se puede observar la disminución de la dureza en función del tiempo de tratamiento térmico, comportamiento que no concuerda con los valores obtenidos para la resistencia a la fluencia y resistencia máxima en la prueba de tensión.

4.4.- Difracción de rayos x.

Los difractogramas obtenidos se muestran en las figuras 4.8, 4.9, 4.10, 4.11 y 4.12. Con la información que proporcionan las figuras 4.8, 4.9, 4.10 y 4.11, haciendo uso de la ley de Bragg, con la ayuda de la bibliografía consultada y el apéndice A, fue posible determinar los planos difractantes, así como las fases existentes en la aleación estudiada y construir las tablas 4.3, 4.4, 4.5 y 4.6.



T.T. - File: Wg-t-traw - Type: 2Th alone - Step: 0.020 * - Step time: 1.2 s - Temp.: 25 *C (Room) - WL1: 1.5406 - WL2: 1.54443 - Creation: 11/29/06 2:00:58 PM Operations: Smooth 0:100 | Import

Figura 4.8 Difractograma de la muestra de la aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso) sin tratamiento térmico colada en molde de arena.



4 HRS - File Wg-4h raw - Type: 2Th alone - Step: 0.020 * - Step time: 1.2 s - Temp: 25 *C (Room) - WL1: 1.5406 - WL2: 1.54443 - Creation: 11/29/06 3:22:34 PM Operations. Smooth 0.100 | import

Figura 4.9 Difractograma de la muestra de la aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso) colada en molde de arena y tratada térmicamente a 583.15 °K (310 °C) durante cuatro horas.



A 8 HRS - File: Wg-8h.raw - Type: 2Th alone - Step: 0.020 * - Step time: 1.2 s - Temp.: 25 °C (Room) - WL1: 1.5406 - WL2: 1.54443 - Creation: 11/30/06 11:06:28 AM Operations: Smooth 0.100 | Import

Figura 4.10 Difractograma de la muestra de la aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso) colada en molde de arena y tratada termicamente a 583.15 °K (310 °C) durante ocho horas.

- 77 -



1/30/06 12:28:04 PM Operations: Smooth 0.100 | Import

Figura 4.11 Difractograma de la muestra de la aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso) colada en molde de arena y tratada térmicamente a 583.15 °K (310 °C) durante doce horas.



- T.T File: Wg-t-traw Type: 2Th alone Step: 0.020 * Step time: 1.2 s Temp.: 25 *C (Room) WL1: 1.5406 WL2: 1.54443 Creation: 11/28/06 2:00:58 PM Operations: Smooth 0.100 | Import
- W + 15.0 mm 4 HRS File: Wg-4h.raw Type: 2Th alone Step: 0.020 * Step time: 1.2 5 Temp.: 25 *C (Room) WL1: 1.5406 WL2: 1.54443 Creation: 11/29/06 3:22:34 PM Operations: Smooth 0.100 | Import
- [J] Y + 30.0 mm 8 HRS File: Wg-8h.raw Type: 2Th alone Step: 0.020 * Step time: 1.2 s Temp.: 25 *C (Room) WL1: 1.5408 WL2: 1.54443 Creation: 11/30/06 11:06:28 AM Operations: Smooth 0.100 | Import
- W + 45.0 mm 12 HRS File: Wg-12h zaw Type: 2Th alone Step: 0.020 * Step time: 1.2 s Temp.: 25 *C (Room) WL1: 1.5406 WL2: 1.54443 Creation: 11/30/06 12:28:04 PM Operations: Smooth 0.100 | Import

Figura 4.12 Difractogramas de las cuatro muestras de la aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso).

Pico de difracción.	Ángulo 2θ (grados).	Distancia interplanar Å.	Plano de difracción.	Fase.	Estructura.	Intensidad de difracción.	% de intensidad de difracción.
1	36.461	2.4623	(0002)	η	НСР	850	46.5
2	38.574	2.33213	(111)	α	FCC	252	13.8
3	39.037	2.30551	$(10\overline{1}0)$	η	НСР	391	21.4
4	42.102	2.14451	(0002)	3	НСР	51.4	2.8
5	43.305	2.08768	$(10\overline{1}1)$	η	НСР	1829	100
6	44.244	2.0455	(110)	τ'	BCC	52.5	2.9
7	44.839	2.01974	(200)	α	FCC	135	7.4
8	54.509	1.68208	$(10\overline{1}2)$	η	НСР	256	14
9	65.247	1.42882	(202)	α	FCC	53.5	2.9
10	70.348	1.33718	$(11\overline{2}0)$	η	НСР	188	10.3
11	70.699	1.3314	$(11\overline{2}0)$	η_{m}	НСР	206	11.3

Tabla 4.3 Planos de difracción para la muestra sin tratamiento térmico.

Tabla 4.4 Planos de difracción para la muestra tratada térmicamente a 583.15 °K (310 °C) durante cuatro horas.

Pico de difracción.	Ángulo 2θ (grados).	Distancia interplanar Å.	Plano de difracción.	Fase.	Estructura.	Intensidad de difracción.	% de intensidad de difracción.
1	36.454	2.46274	(0002)	η	НСР	1029	62
2	37.001	2.42754	(0002)	η _m	НСР	343	20.7
3	38.691	2.32531	(111)	α	FCC	297	17.9
4	39.028	2.30606	$(10\overline{1}0)$	η	НСР	341	20.5
5	42.075	2.1458	(0002)	3	НСР	42.5	2.6
6	43.321	2.08695	$(10\overline{1}1)$	η	НСР	1660	100
7	44.244	2.04551	(110)	τ'	BCC	48.1	2.9
8	44.93	2.01586	(200)	α	FCC	133	8
9	54.524	1.68167	$(10\overline{1}2)$	η	НСР	181	10.9
10	65.407	1.42572	(202)	α	FCC	55.7	3.4
11	70.368	1.33685	$(11\overline{2}0)$	η	НСР	177	10.7
12	71.09	1.32504	$(11\overline{2}0)$	η_{m}	НСР	81.8	4.9

Pico de difracción.	Ángulo 2θ (grados).	Distancia interplanar Å.	Plano de difracción.	Fase.	Estructura.	Intensidad de difracción.	% de intensidad de difracción.
1	36.503	2.45955	(0002)	η	НСР	1257	77.3
2	37.066	2.42347	(0002)	η_m	НСР	240	14.7
3	38.68	2.32597	(111)	α	FCC	271	16.7
4	39.064	2.30399	$(10\overline{1}0)$	η	НСР	332	20.4
5	42.152	2.14205	(0002)	3	НСР	53.9	3.3
6	43.366	2.08485	$(10\overline{1}1)$	η	НСР	1626	100
7	44.281	2.04389	(110)	τ'	BCC	40.3	2.5
8	44.941	2.01541	(200)	α	FCC	118	7.3
9	54.549	1.68094	$(10\overline{1}2)$	η	НСР	187	11.5
10	65.338	1.42705	(202)	α	FCC	45.6	2.8
11	67.964	1.37817	$(11\overline{2}0)$	3	НСР	16.9	1
12	70.369	1.33683	$(11\overline{2}0)$	η	НСР	214	13.1
13	70.77	1.33024	$(11\overline{2}0)$	η_{m}	НСР	130	8

Tabla 4.5 Planos de difracción para la muestra tratada térmicamente a 583.15 °K (310 °C) durante ocho horas.

Tabla 4.6 Planos de difracción para la muestra tratada térmicamente a 583.15 °K (310 °C) durante doce horas.

Pico de difracción.	Ángulo 2θ (grados).	Distancia interplanar Å.	Plano de difracción.	Fase.	Estructura.	Intensidad de difracción.	% de intensidad de difracción.
1	36.506	2.45932	(0002)	η	НСР	1083	62
2	37.11	2.42069	(0002)	η _m	НСР	101	5.8
3	38.645	2.32798	(111)	α	FCC	244	14
4	39.107	2.30156	$(10\overline{1}0)$	η	НСР	387	22.2
5	42.158	2.14177	(0002)	3	НСР	57.4	3.3
6	43.366	2.08485	$(10\overline{1}1)$	η	НСР	1746	100
7	44.309	2.04266	(110)	τ'	BCC	48.4	2.8
8	44.891	2.01754	(200)	α	FCC	118	6.7
9	54.538	1.68125	$(10\overline{1}2)$	η	НСР	240	13.8
11	65.308	1.42763	(202)	α	FCC	54.2	3.1
12	67.997	1.37758	$(11\overline{2}0)$	3	НСР	15.7	0.9
13	70.356	1.33704	$(11\overline{2}0)$	η	НСР	239	13.7
14	70.805	1.32967	$(11\overline{2}0)$	η_{m}	НСР	163	9.3

Posteriormente, se graficaron la intensidad de difracción en por ciento, en función del tratamiento térmico; las gráficas resultantes, se muestran en las figuras: 4.13, 4.14, 4.15, 4.16 y 4.17.



Figura 4.13 Intensidad de difracción (en %) producida por la fase α en función del tratamiento térmico.



Tratamiento térmico

Figura 4.14 Intensidad de difracción (en %) producida por la fase η en función del tratamiento térmico.



Figura 4.15 Intensidad de difracción (en %) producida por la fase η_m en función del tratamiento térmico.



Tratamiento térmico

Figura 4.16 Intensidad de difracción (en %) producida por la fase ɛ en función del tratamiento térmico.



Figura 4.17 Intensidad de difracción (en %) producida por la fase τ' en función del tratamiento térmico

Finalmente, para el cálculo de los parámetros de red de las fases identificadas se despejó el parámetro de red a de las ecuaciones 3.3 y 3.4 obteniendo:

$$a = d \cdot \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$
(4.1)

у

$$a = d \cdot \sqrt{\left(\frac{4}{3}\left(h^{2} + hk + k^{2}\right)\right) + l^{2}\left(\frac{a^{2}}{c^{2}}\right)}....(4.2)$$

De esta manera se obtienen las tablas 4.7, 4.8, 4.9, 4.10 y 4.11, donde también se incluyen los parámetros de red de equilibrio de las fases identificadas [16]; y con esas tablas se construyeron las gráficas de las figuras 4.18, 4.19, 4.20, 4.21 y 4.22.

	Fase α (FCC)	
Tratamiento térmico	Parámetro de red a calculado (Å)	Parámetro de red de equilibrio (Å)
Sin tratamiento térmico.	4.039370	
4 horas	4.027555	4 049
8 horas	4.028699	4.049
12 horas	4.032180	
Promedio:	4.031951	

Tabla 4.7 Parámetros de red de la fase α .



Figura 4.18 Variación del parámetro de red \mathbf{a} de la fase α en función del tiempo de tratamiento térmico.

Fase η (HCP)						
Tratamiento térmico	Parámetro de red (Å)		Parámetro de red de equilibri (Å)			
	а	с	a	с		
Sin tratamiento térmico.	2.661841	4.924600				
4 horas	2.662476	4.925480	2 664	4.047		
8 horas	2.660086	4.919100	2.004	4.747		
12 horas	2.657280	4.918640				
Promedio:	2.660421	4.921955				

Tabla 4.8 Parámetros de red de la fase η.



Figura 4.19.- Variación de los parámetros de red \mathbf{a} y \mathbf{c} de la fase η en función del tiempo de tratamiento térmico.

	Fase η_m (HCP)					
Tratamiento térmico	Parámetro de red (Å)		Parámetro de red de equilibrio (Å)			
	a	с	а	с		
Sin tratamiento térmico.	2.662800					
4 horas	2.650080	4.855080	2 664	4 947		
8 horas	2.660480	4.846940	2.004	4.247		
12 horas	2.659340	4.841380				
Promedio:	2.658175	4.847800				

Tabla 4.9 Parámetros de red de la fase $\eta_{\rm rr}$







Figura 4.20.- Variación de los parámetros de red **a** y **c** de la fase η_m en función del tiempo de tratamiento térmico.

	Fase ϵ (HCP)					
Tratamiento térmico	Parámetro de red (Å)		Parámetro de red de equilibri (Å)			
	а	с	а	с		
Sin tratamiento térmico.		4.289020				
4 horas		4.291600	2.75	4.28		
8 horas	2.755995	4.284100	2.13	4.20		
12 horas	2.754816	4.283540				
Promedio:	2.7554055	4.287065				

Tabla 4.10 Parámetros de red de la fase ε .



Fase E parámetro a

Figura 4.21.- Variación de los parámetros de red **a** y **c** de la fase ε , en función del tiempo de tratamiento térmico.

Fase t' (BCC)							
Tratamiento térmico	Parámetro de red (Å)	Parámetro de red de equilibrio (Å)					
Sin tratamiento térmico.	2.892770						
4 horas	2.892789	2 805					
8 horas	2.890498	2.075					
12 horas	2.888758						
Promedio:	2.891204						

Tabla 4.11 Parámetros de red de la fase τ' .





Figura 4.22 Variación del parámetro de red **a** de la fase τ' en función del tiempo de tratamiento térmico.

De esta manera se puede establecer que para el intervalo de 20° a 75° considerado para el ángulo 2 θ , la difracción en los planos (111), (200) y (220) confirmaron la presencia de la fase α en todos los tiempos de tratamiento; los planos (0002), (1010), (1011) y (1012) confirmaron la presencia de la fase η igualmente en todas las muestras; también, la difracción en los planos (0002) y (1120) confirmaron la presencia de la fase η_m (fase metaestable) en las muestras tratadas térmicamente durante cuatro, ocho y doce horas. De igual forma, la presencia de la fase ϵ quedó establecida por los planos (0002) y (1120). Finalmente, el plano (110) confirmó la presencia de la fase τ' .

De esta forma, en la aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso) tal y como se obtuvo de fundición se encontraron las siguientes fases: la fase α rica en aluminio, con una estructura cúbica centrada en las caras; la fase η rica en zinc, con una estructura hexagonal compacta; también se encontró, la fase ϵ que es el compuesto intermetálico Cu-Zn₄ con una estructura hexagonal compacta; finalmente, se pudo detectar la presencia de la fase τ' que es el compuesto ternario Al₄-Cu₃-Zn y que posee una estructura cúbica de cuerpo centrado.

A las cuatro horas de tratamiento térmico, se detectó también la presencia de la fase metaestable η_m [17] y que se mantuvo presente durante los tiempos restantes de tratamiento térmico.

En cuanto a los parámetros de red, se puede decir que para la fase α el parámetro de red más grande detectado es de 4.03937 Å y el más pequeño es de 4.0275 Å, con un valor promedio de 4.031951 Å, lo que implica, que en todos los tiempos de tratamiento, el parámetro **a** siempre es más pequeño que el de equilibrio, que es de 4.049 Å. Para la fase η el parámetro de red **a** es muy parecido al de equilibrio, ya que el valor promedio de **a** es de 2.660421 Å y el de equilibrio es de 2.664 Å; y en lo que respecta al parámetro **c**, el valor más pequeño se observó a las doce horas de tratamiento térmico; esto significa que los planos basales siempre están más cercanos entre sí, ya que el parámetro de equilibrio es de 4.947 Å.

Para la fase ε , el parámetro de red mayor se detectó a las ocho horas de tratamiento térmico, con un valor de 2.7559 Å y el más pequeño a las doce horas, con un valor de 2.7548 Å, que es muy semejante al parámetro de red de equilibrio, el cual es de 2.75 Å. En lo que respecta al parámetro **c**, se puede decir que el valor promedio de 4.287065 Å es muy semejante al de equilibrio que es de 4.28 Å.

Para la fase τ ' el valor promedio del parámetro de red disminuye de 2.8927 Å en el material sin tratamiento térmico, a un valor de 2.8887 Å a las doce horas de tratamiento térmico; estos valores son apenas un poco menores que el parámetro de red de equilibrio, el cual es de 2.895 Å.

Finalmente, para la fase η_m , el parámetro de red **a** más pequeño es de 2.650080 Å para la muestra que fue tratada térmicamente por cuatro horas, y el parámetro mayor es de 2.662800 Å para la muestra que no fue tratada térmicamente, obteniéndose un valor de **a** promedio de 2.658175 Å; en cuanto al parámetro **c**, el menor valor se obtuvo a las doce horas de tratamiento térmico siendo éste de 4.841380 Å, y observándose un incremento en este valor llegando a ser de 4.855080 Å, para la muestra que fue tratada térmicamente por cuatro horas, no pudiéndose determinar el valor del parámetro **c** para la muestra sin tratamiento térmico. El promedio de este último parámetro fue de 4.847800 Å.

Lo cual significa que los planos basales siempre están más cercanos entre sí, comparando los valores calculados con el parámetro de equilibrio que es de 4.947 Å.

CAPÍTULO 5 DISCUSIÓN

Las imágenes en las micrografías obtenidas con ayuda del microscopio óptico, figuras 4.7a) y 4.7b) muestran que la estructura del material obtenido directamente de fundición está constituida fundamentalmente por dendritas equiaxiales debido a una velocidad de enfriamiento uniforme en toda la masa, así mismo, se aprecia una mezcla laminar en los espacios interdendríticos, predominando la existencia de la fase rica en zinc (zona obscura), a las cuatro horas de tratamiento, dentro de las dendrítas equiaxiales, se observó la formación de una mezcla laminar muy fina en pequeñas zonas, incrementándose de manera substancial a las ocho y doce horas de tratamiento térmico, lo cual muestra una tendencia clara a la formación de una estructura ideal para el fenómeno de superplasticidad, sin embargo, debe remarcarse el hecho de que los espacios interdendríticos prácticamente permanecen igual, esto contribuye de manera negativa a dicho fenómeno.

El análisis por difracción de rayos x, reveló los siguientes resultados: en el material recién colado, se determinó la presencia de las fases η , α , ε , τ' . En el material tratado térmicamente por cuatro horas, a 583.15 °K (310 °C) se detectó la presencia de la fase η_m , que es una fase metaestable con los planos basales muy cercanos entre sí, lo que proporciona una mayor resistencia al material. Determinándose a partir del análisis de intensidad de los picos de difracción en el intervalo analizado, que la presencia de η_m disminuye a las ocho y doce horas de tratamiento térmico, debido posiblemente a la descomposición de las otras fases.

En lo que se refiere a los resultados obtenidos en la prueba de tensión, pudo determinarse que la resistencia máxima y la resistencia a la fluencia se incrementaron en un 23.4% y 6.3% respectivamente, mientras que el porcentaje de elongación se incrementó de 1% en el material sin tratamiento térmico, al 10% a las doce horas de tratamiento térmico, esto se debe indudablemente a la formación de la perlita fina

observada en las micrografías. Se puede suponer que a mayor tiempo de tratamiento térmico se obtendrá un mayor porcentaje de deformación.

Finalmente, en lo que se refiere a la dureza del material, se pudo observar una disminución constante a mayor tiempo de tratamiento térmico, al pasar de un valor de $66.1R_B$ (Rockwell B) en la muestra sin tratamiento térmico a $58R_B$ en el material tratado durante doce horas a 583.15 °K. Estos valores, están relacionados con el aumento en la antes mencionada ductilidad del material, sin embargo, no corresponde al incremento en la resistencia del material.

CONCLUSIONES

Después del trabajo experimental realizado (microscopia óptica, mediciones de dureza, prueba de tensión y difracción de rayos x) a cada una de las muestras, se pueden establecer las condiciones siguientes:

1) La estructura de la aleación Zn-22Al-"Cu (% en peso) recién colada en molde de arena, está constituida por las fases α , rica en aluminio, la fase η rica en zinc y los compuestos intermetálicos ε y τ '.

2) Se detectó la presencia de la fase η_m dentro del sólido tratado a 583.15 °K (310 °C) a partir de las cuatro horas de tratamiento y hasta las doce horas que duró el mismo, observándose también una disminución gradual de la presencia de dicha fase.

3) La formación de la fase η_m se debe a la descomposición de las otras fases.

4) Se observó una reducción en la dureza del material del 12%.

5) La ductilidad del material se incrementó de manera sustancial al pasar del 1.5% al 10%.

6) Se puede establecer que la formación gradual de perlita fina es la causante del aumento de la ductilidad y disminución de la dureza.

7) Se asume que hicieron falta estudios a mayores tiempos de tratamiento que hicieran posible la total transformación de la estructura original en perlita fina, que es la que hace posible el fenómeno de superplasticidad.

BIBLIOGRAFÍA

- 1.- Askeland Donald R.. *Ciencia e ingeniería de los materiales*. Tercera edición, Internacional Thomson Editores.
- 2.- Bautista V., Noel. Endurecimiento de la aleación zinalco colado en molde permanente y trabajado en frío. Tesis de Licenciatura, México, 1998.
- 3.- Campos C., Rafael, Jesús Negrete S., Luís Hernández H. y G. Torres V. (compilador). "El efecto del recocido en las propiedades mecánicas de aleaciones Zn-Al". en *Metalurgia e Materiais presente e futuro*. VI Congreso de la Academia Nacional de Ingeniería. Río de Janeiro, Brazil, Publicación con fondos OEA, vol. 1, julio 1980, págs. 289-293.
- 4.- Carbellido O., Gabriel. Aleación Zn-22Al-2Cu (% en peso) colado en molde de yeso. Tesis de Licenciatura, México, 1999.
- 5.- Díaz del Castillo R. Felipe. *Estructura y propiedades mecánicas del Zinalco trefilado y tratado térmicamenente*, Tesis de Maestría, México, 1997.
- 6.- Flinn Richard A. y Paul K. Trojan.. *Materiales de ingeniería y sus aplicaciones*. McGraw Hill, México, 1985.
- 7.- Herrera A., A. Thomas y H. Salazar. "Propiedades mecánicas de algunas aleaciones Zinc-Aluminio". Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, vol. 5, N°. 2, 1985.
- 8.- Jastrzebski D. Zbingniew. *The Nature and Properties of Engineering Materials*. Third Edition, John Wiley & Sons, 1987.
- 9.- Lecona M. Hugo. *Envejecimiento artificial de la aleación Zn-22Al-2Cu preparada por colada continua*, extruida y trefilada, Tesis de Maestría, México, 2003.
- 10.- Mendoza L. Moisés., Cuitláhuac Osornio C. Gabriel Torrez V. (compilador) "Influencia de la duración del 'Tratamiento a Solución', sobre las propiedades mecánicas de Zn-22% p Al" en *Metalurgia e Materiais presente e futuro*. VII Congreso de la Academia Nacional de Ingeniería, Oaxaca, México, 1981, págs. 244-248.
- 11.- Merino M. José. *Tratamiento térmico de la aleación comercial zinalco en molde de arena*. Tesis de Licenciatura, México, 2000.
- 12.- Meyers Marc André, Krishan Kumar Charla. *Mechanical Behavior of Materials*. Prentice Hall Upper Saddle River, New Yersey 07458, 1999.
- 13.- Negrete S. Jesús y Gabriel Torres V. "Aleaciones Zn-Al como alternativa a las aleaciones ricas en Al", 1° CONGRESO DE ALAMET, Asociación Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, vol. 1, Rio de Janeiro, Brazil, 1988, págs. 182-186.

- 14.- Negrete J., L Valdés, G. y Torres Villaseñor (compilador) "Microestructure and Mechanical Properties of Zn-Al Alloys at Room Temperatura" en *Metallurgical Transactions A*, vol. 14^a, September 1983, págs. 1931-1934.
- 15.- Reed-Hill E. Robert, *Principios de Metalurgia Física*, Compañía editorial Continental, México, 1979.
- 16.- Reyes C. y Eusebio. Dureza y estructura de la aleación Zn-22Al-2Cu (porcentaje en peso) colada en molde permanente y tratada térmicamente. Tesis de Maetría, 2004
- 17.- Romo C. y Gonzalo Daniel. Propiedades mecánicas del zinalco colado en molde de arena. Tesis de Licenciatura, México, 1995.
- 18.- Saenz A. y J. Negrete S., L. Valdés H., G. Torres-Villaseñor, (compilador). "Propiedades Superplásticas a Temperatura Ambiente de la Aleación Zn-Al-Cu" en *Metalurgia e Materiais presente e futuro*, IV Encuentro de Investigación Metalúrgica, Noviembre 17, 18 y 19 de 1982, Saltillo Coah., México, págs. 185-198.
- 19.- Soboyejo Wolé. Mechanical Properties of Engineering Materials, Marcel Dekker Ink, 2003.
- 20.- Torres Villaseñor Gabriel. "Microestructura y propiedades mecánicas del zinalco", en *Ciencia*, No. 39, 1998, págs. 103-111.
- 21.- Torres Villaseñor Gabriel. "Superplasticidad y superelasticidad en aleaciones metálicas" en *Ciencia*, No. 33, 1982, págs. 135-144.
- 22.- Torres Villaseñor G. y J. Negrete. "Superplastic Behavior of Zn-22Al-2Cu at Room Temperature and Deformation Mechanisms", Superplasticity and Superplastic Forming, Edited by C.H. Hamilton and N. E. Paton, The Minerals, Metals & Materials Society, 1988, págs. 51-55.
- 23.- Torres V. Gabriel, Jesús Negrete S., y Luís A. Valdés H.. "Zinalco^{MR} El zinalco y su tecnología", *Instituto de investigación en materiales*, UNAM, México, 1990.
- 24.- Valdés H. Luís, Irma Estrada P., Jesús Negrete, Gabriel Torrez V. (compilador), "Efectos del Cu en la estructura y propiedades mecánicas de la aleación superplástica Zn-22% p Al" en *Metalurgia e Materiais presente e futuro*. VII Congreso de la Academia Nacional de Ingeniería, Oaxaca, México, 1981. págs. 259-262.
- 25.- Zhu H. Yao, Gabriel Torres V., Carlos Piña, "Complex Microestructural Changes in as Cast Eutectoid Zn-Al Alloy" en *Journal of Materials Science*, 1994. págs. 1549-1550.
- 26.- http://132.248.45.5/secss/docs/tesisfe/SampereLJC/segunda.pdf
- 27.- http://www.answers.com/topic/superplasticity
- 28.- http://www.gpm2.inpg.fr/axes/plast/SuperPlast/superplastuk.html
- 29.- http://www.imsp.da.ru/English/super_eng.html

- 30.- http://www.matsceng.ohio-state.edu/~daehn/carroll/
- 31.- http://www.mfg.uky.edu/c4m/publications/advman/advman15_1/marwan.html
- 32.- http://www.mse.mtu.edu/~drjohn/sp/
- 33.- http://www.ntu.edu.sg/mae/research/researchnews/adv-materials.pdf
- 34.- http://www.stormingmedia.us/keywords/superplasticity.html
- 35.- http://en.wikipedia.org/wiki/Main_Page

APÉNDICE A

ÍNDICES DE LOS PLANOS DE DIFRACCIÓN Y PARÁMETROS DE RED DE EQUILIBRIO

FAMILIA DE PLANOS	$(h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}$
{110}	1.414214
$\{2\ 2\ 0\}$	2.828427
{211}	2.449490
$\{2\ 2\ 0\}$	2.828427
{310}	3.162278
{222}	3.464101
{321}	3.741657
$\{4\ 0\ 0\}$	4
{330}	4.242641
{4 1 1}	4.242641
{420}	4.472136
{332}	4.690416

Tabla A1. Celda cúbica centrada en el cuerpo (BCC).

Tabla A2. Celda cúbica centrada en las caras (FCC).

FAMILIA DE PLANOS	$(\mathbf{h}^2 + \mathbf{k}^2 + \mathbf{l}^2)^{1/2}$
{111}	1.732051
$\{2\ 0\ 0\}$	2
$\{2\ 2\ 0\}$	2.828427
{311}	3.316625
{222}	3.464102
$\{4\ 0\ 0\}$	4
{3 3 1}	4.358899
{420}	4.472136

FAMILIA DE PLANOS	$(\mathbf{h}^2 + \mathbf{h}\mathbf{k} + \mathbf{k}^2)$
$\{0\ 0\ 0\ 2\}$	0
$\{1 \ 0 \ \overline{1} \ 0\}$	1
$\{1 \ 0 \ \overline{1} \ 1\}$	1
$\{1 \ 0 \ \overline{1} \ 2\}$	1
$\{1\ 1\ \overline{2}\ 0\}$	3
$\{1\ 1\ \overline{2}\ 2\}$	3
$\{2\ 0\ \overline{2}\ 0\}$	4
$\{0\ 2\ \overline{2}\ 0\}$	0
$\{0\ 2\ \overline{2}\ 1\}$	4

Tabla A3. Celda hexagonal compacta (HCP).
APÉNDICE B

DIAGRAMAS ESFUERZO DEFORMACIÓN DE INGENIERÍA



Displacement (in)

Figura B1.- Diagrama esfuerzo deformación de ingeniería correspondiente a la probeta sin tratamiento térmico.



Figura B2.- Diagrama esfuerzo deformación de ingeniería correspondiente a la probeta tratada térmicamente a 583.15 °K durante 4 horas



Figura B3.- Diagrama esfuerzo deformación de ingeniería correspondiente a la probeta tratada térmicamente a 583.15 °K durante 8 horas



Figura B4.- Diagrama esfuerzo deformación de ingeniería correspondiente a la probeta tratada térmicamente a 583.15 °K durante 12 horas

APÉNDICE C

En las siguientes páginas se presenta la documentación recibida que comprueba los resultados del análisis por difracción de rayos x que se solicitaron al Instituto de Investigaciones de Materiales, con la finalidad de conocer las fases que se presentan en cada una de las muestras con diferente tratamiento térmico.



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES / SECRETARIA TECNICA

OFICIO IIM/ST/439/2006.

ASUNTO: Entrega de resultados.

M.I. Felipe Díaz del Castillo Prof. Depto. de Ingeniería FES Cuatlitlán P r e s e n t e .

En relación a su escrito fechado el 9 de noviembre pasado, en el que nos solicitó apoyo económico para el alumno Cesar Maciel Ortiz, realizar análisis de Difracción de Rayos X a 4 muestras de Aleación Zn-22, anexo al presente el Informe de resultados.

Sin otro particular, quedo de usted

Atentamente "POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU" Cd. Universitaria, D.F., a 06 de Diciembre de 2006.

El Secretario Técnico Ing. José de Jesús Camacho S.

JJCS*tlr.

Circuito Exterior, Ciudad Universitaria México, D.F. Apartado Postal 70-360 Teléfonos (5) 550 09 86 Fax (5) 622 45 72



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES / SECRETARIA TECNICA

OFICIO IIM/ST/431/2006.

ASUNTO: Se envía cotización.

M.I. Felipe Díaz Del Castillo Rodríguez Prof. Depto. De Ingeniería FES-Cuatitlán P r e s e n t e .

En relación a su escrito de fecha 9 del mes en curso , en el que nos solicita apoyo económico para el alumno César Maciel Ortiz para realizar análisis de Difracción de Rayos X a 4 muestras de aleación Zn-22, por instrucciones del Dr. Luis Enrique Sansores Cuevas, Director de este Instituto, le informo que sí estamos en posibilidad de realizarlos sin costo alguno.

Sin otro particular, quedo de usted

A ten tamente "POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU" Cd. Universitaria, D.F., a 29 de noviembre de 2006.

El Secretario Técnico

10 Ing. José de Jesús Camacho S.

JJCS/tlr.

Circuito Exterior, Ciudad Universitaria México, D.F. Apartado Postal 70-360 Teléfonos (5) 550 09 86 Fax (5) 622 45 72



INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES / SECRETARIA TECNICA

OFICIO IIM/ST/438/2006

ASUNTO: Informe de resultados.

INFORME DE RESULTADOS

Difracción de Rayos X
FES CUATITLÁN
Т. Т 4Н, 8Н у 12Н
Difractómetro de polvos Bruker D8-advance, radiación de Cu K α monocromador de grafito, con el software Diffplus B_S y la base de datos del ICDD (PDF= Powder Diffraction File)
Método de polvos
Se adjuntan las muestras, las gráficas de difracción, las gráficas de comparación con ángulo rasante y los datos de distancias interplanares.

Cd. Universitaria, D.F., a 6 de diciembre de 2006.

Responsable

& Bandord

I.Q. Leticia Baños López

JJCS/tlr.

Circuito Exterior, Ciudad Universitaria México, D.F. Apartado Postal 70-360 Teléfonos (5) 550 09 86 Fax (5) 622 45 72 El análisis por **Difracción de Rayos X** por el método de polvos de las muestras del estudiante César Maciel Ortiz enviadas por el M. I. Felipe Díaz del Castillo Rodríguez de la FES Cuautitlán dio como resultado:

Muestra T. T Zinc PDF 4-831, Aluminio Zinc PDF 52-856, Cobre Zinc PDF 71-397, Óxido de Cobre y Aluminio PDF 77-2494, Cobre Zinc PDF 35-1152 y Aluminio Cobre PDF 65 1855.

Las **muestras 4H, 8H y 12H** presentan las mismas fases cristalinas que la muestra **T. T** mostrando solamente diferentes intensidades.

En las gráficas se nota que existe orientación de algunos planos cristalinos con respecto a los estándares.

El análisis se realizó con el difractómetro de polvos Bruker D8-advance, radiación de Cu K α , monocromador de grafito, con el software Diffplus B_S y la base de datos del ICDD (PDF= Powder Diffraction File).

También se realizó el análisis superficial con ángulo rasante mostrando solamente diferentes intensidades en las mismas fases encontradas.

Se adjuntan: las muestras, las gráficas de difracción, las gráficas de comparación con ángulo rasante y los datos de distancias interplanares.

Atentamente,

LQ. Leticia Baños L.