



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

**“CARACTERIZACIÓN SUPERPLÁSTICA DE LA
ALEACIÓN Zn-Al-Ag, EN FUNCION DE TRES
TRATAMIENTOS TÉRMICOS”**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERO MECÁNICO**

**P R E S E N T A N
ALVAREZ GUZMAN SERGIO ALBERTO
CRUZ ACEVEDO JOSE
MATA VARGAS IVAN NOE**

ASESOR: Dr. SAID ROBLES CASOLCO

MEXICO D.F.

FECHA: JULIO 2004





Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

Agradecimientos.

A la Universidad Nacional Autónoma de México, por brindarnos la oportunidad de superarnos personalmente y de adquirir los conocimientos necesarios para lograr la conclusión de este trabajo que es el preámbulo de nuestra vida profesional.

A la Facultad de Ingeniería y a los profesores que fueron participes de nuestra formación académica.

Al Instituto de Investigaciones en Materiales, por las facilidades e infraestructura prestadas para la realización de este trabajo.

Al Dr. Said Robles por su apoyo, paciencia y dedicación para la dirección de esta tesis, así como por los consejos y regaños que sabemos fueron con el único afán de impulsarnos a seguir adelante y no desfallecer.

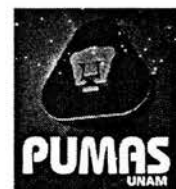
Al Dr. Gabriel Torres por permitirnos entrar a su grupo de trabajo y por las facilidades que como Jefe del Depto. de Metálicos y Cerámicos del IIM nos brindó.

Al proyecto NC-204 del CONACYT por el financiamiento de la materia prima utilizada en este trabajo.

A los miembros del jurado: Dr. Armando Ortiz, Dr. Arturo Barba e Ing. Alejandra Garza por sus valiosos comentarios que permitieron enriquecer este trabajo.

A los técnicos académicos del IIM: Ernesto Sánchez, Raúl Reyes, Leticia Baños, Carmen Vázquez y Alfredo Maciel, así como al personal encargado de los talleres del Instituto que colaboraron en la fabricación de las probetas utilizadas.

A nuestros amigos, de quienes no mencionamos nombres ya que sería una lista interminable y de la que no queremos omitir a nadie, pero que saben que siempre contarán con nuestra amistad, sea en los malos o buenos momentos como ellos nos la brindaron durante la carrera.



A mis padres, Juana y Marcelo, por estar conmigo en las buenas y en las malas, por sus enseñanzas, sus consejos, su dedicación, por todo el cariño y apoyo que de manera incondicional me han brindado durante toda la vida y, por brindarme la oportunidad de elegir mi camino. Hoy les puedo decir que este trabajo representa un logro del que ustedes son una parte muy importante.

A mis hermanos: Alan Alexis, Nancy Janet y Oscar, por ser una parte indispensable en mi vida, ya que con ustedes he vivido alegrías y tristezas, triunfos y desilusiones, sin que me dieran la espalda por difícil que fuera la situación; por ser participes de que hoy se cumpla uno de los sueños que tuvimos cuando éramos pequeños y por que gracias a ustedes tengo una familia única.

A mis amigos: Juan Manuel, Diana, Leonardo, Lilia, Sandra, Roberto y Juan Miguel, por brindarme su compañía y sobre todo su amistad, ya que juntos vivimos momentos inolvidables y porque cada uno de ustedes le puso un toque especial y una característica diferente al grupo que formamos al iniciar la carrera, mismo que me gustaría continúe unido, a pesar del tiempo.

De manera muy especial, quiero dedicar este trabajo a todos los escépticos, a todos aquellos que alguna vez dudaron que pudiera lograr llegar hasta aquí, ya que si no hubiese sido por ellos, no tendría hoy la firme convicción de luchar contra cualquier obstáculo que se me presente hasta lograr lo que me proponga.

A mis padres:

JUANA ACEVEDO y ELEUTERIO CRUZ,

quien con su ejemplo de honradez y dignidad sacrificaron todo por la educación de sus hijos con cariño, ternura y agradecimiento.

A mis hermanos:

José Gpe., Silvia, Lourdes, Alicia, Gabriel, Arturo, Guillermo.

que siempre me estuvieron apoyando.

A mis sobrinos:

Andrea, Estefanía, Jessica, Israel, Sofía, Raquel, Omar, César, Diego, Mónica.

A:

Miriam Verónica Noriega Rojas

que durante toda mi carrera universitaria estuvo a mi lado en las buenas y en las malas.

A mis padres Fernando y Martha Roxana por el apoyo incondicional en todo momento, por enseñarme el camino recto de la vida, por su afecto, cariño y confianza que me han brindado, por la libertad de pensamiento y decisión que siempre me han otorgado.

Muchas gracias.

A mis hermanos Itzel y Jonathan por su apoyo, por ser unos hermanos ejemplares, por ser comprensivos y por confiar en mí.

Muchas gracias.

A mis tíos les doy las gracias por haberme dado su confianza, gracias por ese apoyo moral, por esos buenos consejos, por animarme a seguir adelante y guiarme por el camino de la seguridad y confianza.

A todos ustedes gracias.

A mis amigos les doy las gracias por haberme brindado su apoyo, su amistad y su confianza. A todas a aquellas personas que me han brindado su amistad a lo largo de la vida hago extensivo mi más sincero agradecimiento.

Mil gracias.

A mi asesor Said por su constante apoyo, por sus acertadas contribuciones, por sus valiosas sugerencias y su plena colaboración durante el desarrollo de este trabajo, así como la confianza depositada en mí.

A Addy, Guadalupe y Nancy que me dieron fortaleza y convicción, por enseñarme que no hay límites, que lo que me proponga lo puedo lograr y que solo depende de mí, por permitirme soñar y crecer.

Gracias las quiero mucho.

ÍNDICE

Índice de tablas y figuras.....	iii
Prólogo.....	vii

CAPITULO I “SUPERPLASTICIDAD”

1.1 Antecedentes históricos.....	2
1.2 Tipos de superplasticidad.....	3
1.3 Características de la superplasticidad.....	4
1.4 Índice de sensibilidad a la rapidez de deformación " <i>m</i> ".....	17

CAPITULO II “MODELOS DE DEFORMACIÓN SUPERPLÁSTICA”

2.1 Ecuaciones empíricas.....	19
2.2 Futuro de la superplasticidad.....	29
2.3 Diagrama de fases binario del sistema Zinc-Aluminio.....	30

CAPITULO III “MATERIALES Y DESARROLLO EXPERIMENTAL”

3.1 Composición de las aleaciones.....	36
3.2 Laminación.....	37
3.3 Fabricación de las probetas.....	37
3.4 Tratamientos térmicos.....	38
3.5 Ensayo de tracción a temperatura ambiente.....	39
3.6 Ensayo de dureza (HRF).....	39
3.7 Metalografía.....	39
3.8 Análisis de difracción de rayos X.....	41
3.9 Análisis térmico diferencial de barrido (DSC).....	41

CAPITULO IV	<u>“ANÁLISIS DE RESULTADOS”</u>	
4.1	Microestructuras en el estado de fundición.....	42
4.2	Influencia de la laminación en los tratamientos térmicos.....	47
4.3	Durezas en el proceso de laminación.....	48
4.4	Resultados del ensayo de tracción con tratamiento térmico de recocido a temperatura ambiente.....	51
4.5	Microestructuras de las muestras después del ensayo de tracción.....	59
4.6	Durezas después del ensayo de tracción.....	63
4.7	Resultados del Análisis Térmico Diferencial de Barrido (DSC).....	66
4.8	Resultados del Análisis de Rayos X (R-X).....	67
CAPITULO V	<u>“CONCLUSIONES”</u>	72
	<u>“REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS”</u>	74

ÍNDICE DE FIGURAS

CAPITULO I

Figura 1.1 La afamada fotografía publicada por Pearson en 1934: Bi-Sn, 1950%.....	2
Figura 1.2 Fotografía publicada por Backofen en 1964... ..	3
Figura 1.3 Curvas características del comportamiento superplástico.....	6
Figura 1.4 Curva esfuerzo vs. Deformación para materiales a) superplásticos y b) para materiales convencionales.....	8
Figura 1.5 Refinamiento de grano por trabajo mecánico con recristalización.....	11
Figura 1.6 Efecto de la rapidez de deformación.....	13
Figura 1.7 Efecto de la temperatura y tamaño de grano.....	14
Figura 1.8 Falla por flujo inestable (arriba) y falla por cavidades (abajo).....	15
Figura 1.9 Formación de cavidades.....	15
Figura 1.10 Efectos del índice de sensibilidad a la rapidez de deformación y el coeficiente de endurecimiento.....	18
Figura 1.11 Curva típica entre m y la elongación.....	18

CAPITULO II

Figura 2.1 Niveles de estudio del fenómeno superplástico.....	21
Figura 2.2 Modelos de flujo difusivo: a) estado inicial, b) estado final.....	23
Figura 2.3 Modelo de Gifkins de "Centro y Manto".....	25
Figura 2.4 Modelo de emersión de granos de Gifkins.....	27
Figura 2.5 Diagrama de equilibrio del sistema Zn-Al.....	31
Figura 2.6 Diagrama de fases (Zn-Al) propuesto.....	33
Figura 2.7 Sección isotérmica (a 350°C) del diagrama ternario de equilibrio Zn-Al-Ag.....	35

CAPITULO III

Figura 3.1 Probeta utilizada para la prueba de tracción.....	38
Figura 3.2 Microscopio Electrónico de Barrido (MEB).....	40

Figura 3.3 Equipo utilizado para realizar los análisis de Rayos X (R-X).....	41
Figura 3.4 Equipo utilizado para realizar los análisis de calorimetría (DSC).....	41

CAPITULO IV

Figura 4.1 (A, B, C y D) Microestructuras de las aleaciones después de la fundición; A) Zinag 1, B) Zinag 2, C) Zinag 3 y D) Zinag 4.....	42
Figura 4.2 (a, b, c y d) Microestructuras de las aleaciones después del tratamiento térmico de recocido; a) Zinag 1, b) Zinag 2, c) Zinag 3 y d) Zinag 4.....	44
Figura 4.3 (e, f, g y h) Microestructuras de las aleaciones después del tratamiento térmico de normalizado; e) Zinag 1, f)Zinag 2, g) Zinag 3 y h) Zinag 4.....	45
Figura 4.4 (i, j, k y l) Microestructuras de las aleaciones después del enfriamiento rápido; i) Zinag 1, j) Zinag 2, k) Zinag 3 y l) Zinag 4.....	46
Figura 4.5 (m, n, o y p) Microestructuras de las aleaciones después de la laminación m) Zinag 1, n) Zinag 2, o) Zinag 3 y p) Zinag 4.....	47
Figura 4.6 Evaluación del tamaño de grano en las aleaciones en estudio.....	48
Figura 4.7 Durezas Rockwell (HRF) en el proceso de laminación de la aleación Zinag 1...48	
Figura 4.8 Durezas Rockwell (HRF) en el proceso de laminación de la aleación Zinag 2...49	
Figura 4.9 Durezas Rockwell (HRF) en el proceso de laminación de la aleación Zinag 3...50	
Figura 4.10 Durezas Rockwell (HRF) en el proceso de laminación de la aleación Zinag 4.50	
Figura 4.11 Muestras de las aleaciones después de haber realizado el ensayo de tracción con tratamiento térmico de recocido.....	52
Figura 4.12 Resultados de las cuatro aleaciones sometidas al ensayo de tracción en muestras recocidas. Esfuerzo vs. Rapidez de deformacion y Deformación vs. Rapidez de deformación.....	53
Figura 4.13 Muestras de las aleaciones después de haber realizado el ensayo de tracción con tratamiento térmico de normalizado.....	54
Figura 4.14 Resultados de las cuatro aleaciones sometidas al ensayo de tracción en muestras normalizadas. Esfuerzo vs. Rapidez de deformacion y Deformación vs. Rapidez de deformación.....	55
Figura 4.15 Muestras de las aleaciones después de haber realizado el ensayo de tracción sometidas a un enfriamiento rápido.....	56

Figura 4.16 Resultados de las cuatro aleaciones sometidas al ensayo de tracción en muestras enfriadas rápidamente. Esfuerzo vs. Rapidez de deformacion y Deformación vs. Rapidez de deformación.....	57
Figura 4.17 Muestras de las aleaciones después de haber realizado el ensayo de tracción en estado de laminación.....	58
Figura 4.18 Resultados de las cuatro aleaciones sometidas al ensayo de tracción en muestras en estado de laminación. Esfuerzo vs. Rapidez de deformacion y Deformación vs. Rapidez de deformación.....	59
Figura 4.19 Muestra las regiones de la probeta donde se realizó la MEB.....	60
Figura 4.20 (A, B, C y D) con tratamiento térmico de recocido en la region A; A) Zinag 1, B) Zinag 2, C) Zinag 3 y D) Zinag 4.....	60
Figura 4.21 (A, B, C y D) con tratamiento térmico de normalizado en la region A; A) Zinag 1, B) Zinag 2, C) Zinag 3 y D) Zinag 4.....	61
Figura 4.22 (A, B, C y D) con enfriamiento rápido en la region A; A) Zinag 1, B) Zinag 2, C) Zinag 3 y D) Zinag 4.....	62
Figura 4.23 (A, B, C y D) son microestructuras en estado de laminación en la region A; A) Zinag 1, B) Zinag 2, C) Zinag 3 y D) Zinag 4.....	63
Figura 4.24 Muestra las zonas de la probeta en donde penetra el indentador del durómetro.....	64
Figura 4.25 Dureza de las muestras después del ensayo de tracción con tratamiento térmico de recocido.....	64
Figura 4.26 Dureza de las muestras después del ensayo de tracción con tratamiento térmico de normalizado.....	65
Figura 4.27 Dureza de las muestras después del ensayo de tracción enfriadas rápidamente.....	65
Figura 4.28 Dureza de las muestras después del ensayo de tracción en estado de laminación.....	66
Figura 4.29 Difractogramas de fases presentes en estado de laminación.....	68
Figura 4.30 Difractogramas de fases presentes en las aleaciones con tratamiento térmico de recocido.....	68

Figura 4.31 Difractogramas de fases presentes en las aleaciones con tratamiento térmico de normalizado.....	69
Figura 4.32 Difractogramas de fases presentes en las aleaciones sometidas a un enfriamiento rápido.....	69

ÍNDICE DE TABLAS

CAPITULO III

Tabla 3.1 Composición de la aleación (valores en porcentaje en peso).....	36
Tabla 3.2 Dimensiones de la probeta según la norma ASTM E8M-8.....	38
Tabla 3.3 Condiciones empleadas del MEB.....	40

CAPITULO IV

Tabla 4.1 Valores de temperatura de cambio de fase obtenidos mediante análisis de calorimetría.....	66
Tabla 4.2 Muestras de Zinag 1, con los diferentes tratamientos y valores de los picos de mayor intensidad de las fases presentes en los difractogramas presentados.....	70
Tabla 4.3 Muestras de Zinag 2, con los diferentes tratamientos y valores de los picos de mayor intensidad de las fases presentes en los difractogramas presentados.....	70
Tabla 4.4 Muestras de Zinag 3, con los diferentes tratamientos y valores de los picos de mayor intensidad de las fases presentes en los difractogramas presentados.....	70
Tabla 4.5 Muestras de Zinag 4, con los diferentes tratamientos y valores de los picos de mayor intensidad de las fases presentes en los difractogramas presentados.....	71

Prólogo

Las aleaciones Zn22%-Al eutéctoides, han sido de gran interés en los anteriores décadas debido a sus aplicaciones estructurales, al análisis de su comportamiento microestructural y a su controvertido diagrama de fases que aún está en estudio. Se ha demostrado que las aleaciones Zn-Al (ZA) superan las características de las aleaciones tradicionales de Zinc. Las aleaciones de ZA se han utilizado satisfactoriamente por décadas en casos en los cuales se aplican bajos esfuerzos, y donde se requieren las ventajas de la fundición a presión.

El desarrollo de nuevos materiales y tecnologías en nuestro país, es de gran importancia debido a la necesidad de mejorar las aplicaciones científicas, industriales y comerciales existentes utilizando materiales que presenten buenas características tanto físicas como mecánicas, que resulten ser mas baratos que los actuales. En este trabajo nos enfocaremos en el desarrollo de un nuevo material estructural que es denominado Zinag®.^[1] Esta es una aleación que combina a tres elementos metálicos Zinc (Zn), Aluminio (Al) y Plata (Ag). El concepto del desarrollo de la aleación en este trabajo se basa en su antecesor, la aleación Zn-Al-Cu. El principal argumento para realizar la modificación del tercer elemento de cobre por plata, fue que la temperatura de fusión de la plata es menor en cuanto al cobre, las propiedades físicas y químicas de la misma son mejores, así como sus propiedades mecánicas, aunado a la excelente ductilidad característica de este elemento. Un punto desfavorable se puede pensar que es el costo de la plata para la fabricación de esta aleación, sin embargo, en este estudio se considera un rango de cantidad en peso de 0.5 a 4% de plata, este elemento da un valor agregado al material que consiste en la mejora de las propiedades a la corrosión, la aparición de un factor aún más importante es el intermetálico $AgZn_3$ como elemento refinador del grano y a altas temperaturas y rapidez de deformación efectúa un fenómeno llamado alta rapidez de deformación superplástica que disminuye los costos de conformado.

El comportamiento mecánico se analizó en la caracterización superplástica de las aleaciones a temperatura ambiente, considerando a la plata como un elemento cuya naturaleza es maleable, al igual que presenta una gran ductilidad, que modificará la

aleación base ZA produciendo efectos favorables al comportamiento superplástico, y así poder emplear criterios justificados para asegurar con gran confiabilidad que se empleará un material con óptimas condiciones mecánicas. Para tener un mejor comportamiento mecánico establecimos cuatro aleaciones teóricas en estudio con composiciones diferentes de plata que son de 0.5 %, 1.0%, 2.14% y 4.24% en peso de plata modificando la aleación eutectoide ZA.

La estructura de la tesis es la siguiente:

- a) En el capítulo uno se plantearán los antecedentes y las características de la superplasticidad.
- b) En el capítulo dos se presentarán los diferentes modelos existentes, que describen el fenómeno superplástico, así como el sistema binario Zn – Al en el que se basa el presente trabajo.
- c) Los materiales empleados para la obtención de las cuatro aleaciones y el desarrollo experimental se explicará en el capítulo tres.
- d) El capítulo cuatro se presentarán y analizarán los resultados, así como la información generada a partir de estos.
- e) En el capítulo cinco se darán las conclusiones que se derivan directamente de los resultados obtenidos del análisis del capítulo anterior.

OBJETIVOS

- Analizar la aleación Zinag[®] (Zn-Al-Ag) variando el diagrama eutectoide ZA en cuatro composiciones incrementando el contenido de plata y determinar las propiedades mecánicas de acuerdo a la composición usada.

- Conocer a la aleación Zinag[®] al variar la microestructura y su comportamiento mecánico en el ensayo de tracción a temperatura ambiente al variar la rapidez de deformación con el propósito de obtener una composición adecuada y una condición dependiente de los tratamientos térmicos, sabiendo que no existe transformación de fase en los tratamientos térmicos empleados.

HIPOTESIS

La variación de la composición en peso del tercer elemento (Ag) en las aleaciones Zinag proporciona mejoras en las propiedades mecánicas de la aleación base Zn-Al, dichas propiedades dependen además de diferentes tratamientos térmicos.

"No temas ni a la prisión, ni a la pobreza, ni a la muerte. Teme al miedo."
Giacomo Leopardi

"Quien de verdad sabe de qué habla, no encuentra razones para levantar la voz."
Leonardo Da Vinci

"Dime y lo olvido, enséñame y lo recuerdo, involúcrame y lo aprendo."
Benjamin Franklin

¡MÉXICO, PUMAS, UNIVERSIDAD!

CAPITULO I. “SUPERPLASTICIDAD”

1.1 Antecedentes Históricos.

La superplasticidad es un fenómeno que ha despertado interés en las últimas décadas por las enormes ventajas que ofrece. Se podría pensar que es un fenómeno descubierto recientemente cuyo origen se remonta al siglo XX. Sin embargo, existe la posibilidad de que las primeras aplicaciones de este fenómeno tuvieran lugar siglos atrás. La referencia más antigua se sitúa en la edad de bronce, 2000 AC, en Turquía, en este sitio se usaron bronce con 10% de arsénico que pudieron presentar comportamiento superplástico.^[2] Posteriormente se encuentran los famosos aceros de Damasco, 300 AC hasta finales del siglo XIX, cuyo material de fabricación fue acero con 1.6-1.9 % carbono, que también pudo tener las características propias de un material superplástico^[3]. Después hay un gran salto hasta la edad moderna donde se inició formalmente el estudio de la superplasticidad.

Pearson^[4] 1934 trabajó con la aleación Bi-Sn, con la que logró deformaciones de 1950% (fig 1.1), en su estudio afirma que la superplasticidad se origina por estructura fina en materiales de dos fases.

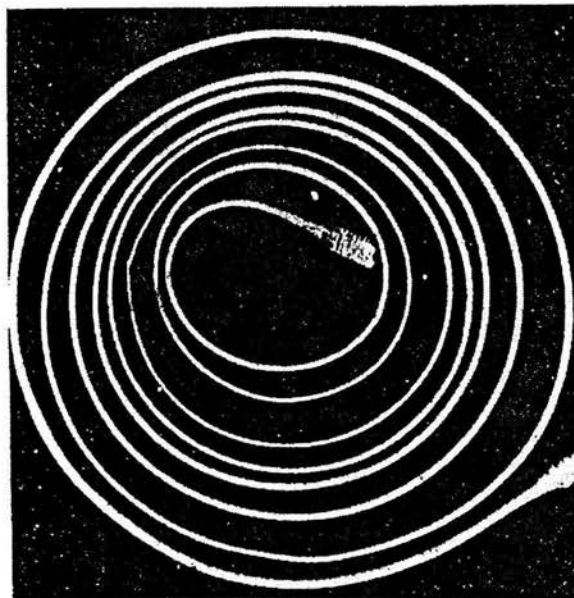


Fig. 1.1 La afamada fotografía publicada por Pearson en 1934. Bi-Sn, 1950%

En la década de los cuarenta Sauerwald^[5], afirmó que aleaciones en base aluminio y zinc exhiben buena ductilidad. También patentó algunas aleaciones superplásticas. Bochvar y Sviderskaya^[6] en 1945, acuñan el nombre de *sverhplastichnost* (plasticidad ultra alta). Sus trabajos fueron la base para estudios posteriores. En 1947 Lozinky y Simeonova^[7] usaron por primera vez el término superplasticidad en inglés en los Chemical Abstracts, pero fue hasta 1959 cuando el término apareció de forma definitiva en artículos.

Underwood^[8], en 1962 trabajó con la aleación monotectoide Zn-Al, logró 650% de elongación a 250⁰C. Demostró que solamente con un proceso de templado se puede lograr propiedades superplásticas. Backofen^[9] en 1964, al trabajar con aleaciones Zn-Al y Pb-Sn, demostró que los materiales superplásticos se pueden deformar en formas prácticas con simple presión de aire, la foto que publicó se muestra en la fig 1.2.

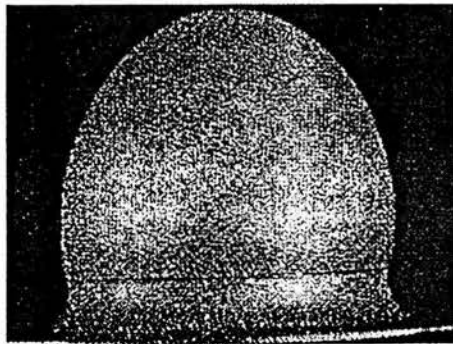


Fig. 1.2 Fotografía publicada por Backofen en 1964.

Sin lugar a dudas las investigaciones de Backofen marcaron la pauta para un estudio intenso del fenómeno superplástico. En las últimas décadas han surgido un sinnúmero de publicaciones y se han logrado nuevos alcances. A partir de los setentas se han conformado materiales empleando propiedades superplásticas. También se ha logrado el comportamiento superplástico en materiales que tradicionalmente eran considerados frágiles como las cerámicas y los intermetálicos.

1.2 Tipos de superplasticidad.

La superplasticidad es la capacidad de ciertos materiales de presentar grandes deformaciones uniformes en tracción (sin formación de cuellos), antes de fracturarse.^[10] Si

se presentan elongaciones mayores a 150 % se puede considerar a una aleación con comportamiento superplástico.^[11] Existen dos tipos de superplasticidad que se presentan en sólidos cristalinos:

- a) Superplasticidad estructural o de microgranos
- b) La superplasticidad de esfuerzos internos.

En la superplasticidad estructural, es necesario que el material tenga una estructura fina, es decir, el tamaño de grano debe ser pequeño con un valor alrededor de 10 μm y debe permanecer estable durante la deformación.^[12] Este tipo de superplasticidad generalmente se logra a una temperatura alrededor de $0.5 T_m$, (T_m es la temperatura de fusión del material en valor absoluto) y rapidez de deformación situadas entre 10^{-5} hasta 10^{-1}seg^{-1} . En este tipo de superplasticidad el mecanismo de deformación se lleva a cabo principalmente por deslizamiento en la frontera de grano.

La superplasticidad de esfuerzos internos se logra a una temperatura cercana a la de fusión, $0.9 T_m$, y para que se presente es necesario realizar previamente en el material ciclos térmicos cercanos a un cambio de fase para que generen esfuerzos internos y de esta manera permitir una deformación plástica alta cuando se someten cargas externas pequeñas. El mecanismo de deformación es básicamente por actividad de dislocaciones por lo que el grano fino no es una condición necesaria.^[13] La superplasticidad estructural es la más importante comercialmente y ha recibido mucho más atención que la superplasticidad de esfuerzos internos.

1.3 Características de la Superplasticidad.

La observación más espectacular relacionada con superplasticidad ha sido en el sentido de las deformaciones extremas que se obtienen y que en ocasiones alcanzan altos porcentajes de deformación. Una de las características más importantes de los materiales superplásticos es el alto valor del índice de sensibilidad a la rapidez de deformación definido mediante el cálculo de la pendiente de la curva rapidez de deformación vs.

Esfuerzo en escala logarítmica. En esta curva de tipo logarítmica se distinguen claramente tres regiones:

Región I

Es la zona de baja rapidez de deformación. El valor del índice de sensibilidad m se encuentra entre 0.1 hasta 0.3. La evidencia experimental en esta región es limitada y en ocasiones contradictoria. Se ha sugerido que el valor bajo de m en esta región solo es aparente y resulta de un esfuerzo umbral o por los efectos de inestabilidad microestructural (endurecimiento por el crecimiento de grano). Otras investigaciones indican que a bajas rapidezces de deformación, el valor de m aumenta alcanzando valores cercanos a la unidad, por lo que se podría establecer que los mecanismos dominantes de deformación son los difusivos^[14].

Región II

En esta zona se localiza el régimen superplástico. El valor de m es mayor a 0.3 por lo que se observa una deformación uniforme. No se ha encontrado un mecanismo único de deformación. No obstante, se afirma que el deslizamiento en las fronteras de grano es el proceso que contribuye en mayor medida. Los granos se mantienen equiaxiales y la actividad de dislocaciones es limitada. La temperatura y tamaño de grano juegan un papel importante. En la región II el esfuerzo de fluencia es pequeño y el endurecimiento por deformación es despreciable.

Región III

Es la zona de alta rapidez de deformación, en donde el mecanismo de deformación es por la actividad de dislocaciones. El valor de m es bajo y se encuentra entre 0.1 y 0.3. En esta zona se ha observado crecimiento de grano. Como resultado del continuo deslizamiento de dislocaciones sobre planos limitados, el grano se alarga en dirección paralela al eje de tracción. El deslizamiento en las fronteras de grano en esta región es un

mecanismo con poca contribución a la deformación total. En esta región, la rapidez de deformación es independiente del tamaño de grano.^[15]

La curva que es importante para describir el comportamiento superplástico de un material es la de rapidez de deformación vs. esfuerzo, ya que en ella se observan las tres regiones y el valor del índice de sensibilidad a la rapidez de deformación máximo. Sin embargo, existen otras gráficas que se emplean en el estudio superplástico de un material, por ejemplo aquella que relaciona a la rapidez de deformación y el porcentaje de deformación, y la que relaciona a la rapidez de deformación y al índice de sensibilidad. Como se observa en la figura 1.3 se detallan tres curvas representativas en el estudio del fenómeno.

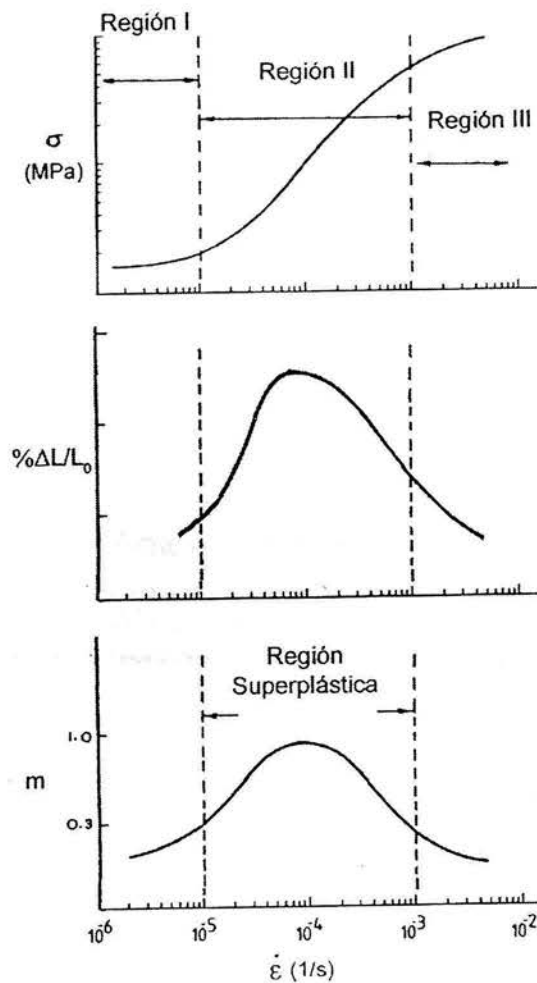


Fig. 1.3 Curvas características del comportamiento superplástico.

Para tener una idea sobre el estudio de la plasticidad es necesario tener claro la diferencia entre plasticidad y superplasticidad ^[16]:

En superplasticidad:

- El comportamiento es inelástico con alto valor de m .
- El efecto de endurecimiento es secundario.
- No hay texturizado, es decir, no hay orientación preferencial de los granos.
- La deformación es principalmente por deslizamiento en la frontera de grano con acomodo por dislocaciones y difusión.
- La deformación reduce anisotropía.
- Fractura por formación de cavidades o inestabilidad en el flujo plástico.

En plasticidad:

- El esfuerzo aumenta por efectos de endurecimiento.
- Hay texturizado (los granos se orientan en la dirección del flujo plástico).
- La deformación se origina por movimiento de dislocaciones. Los granos no se mueven, siempre tienen los mismos vecinos.
- Fractura por formación de cavidades e inestabilidad (cuello).

En deformación plástica tradicional, las dislocaciones se mueven a través de los planos de deslizamiento, se deslizan y ascienden hasta llegar a las fronteras, ahí se apilan otras dislocaciones y por consiguiente se aumenta el esfuerzo (el material se endurece). En la superplasticidad, las dislocaciones solo actúan como acomodadores para mantener continuidad de granos. En la figura 1.4 se observa el comportamiento de materiales superplásticos y de los materiales convencionales.

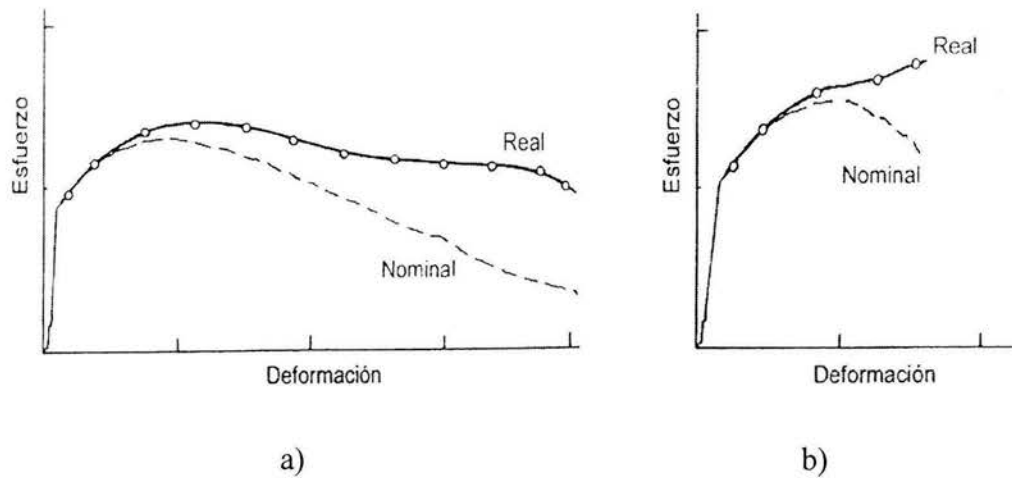


Fig. 1.4 Curva esfuerzo vs. Deformación para materiales a) superplásticos y b) para materiales convencionales.

También es importante señalar la diferencia entre termofluencia y superplasticidad. En termofluencia suceden tres mecanismos de deformación: movimiento de dislocaciones, deslizamiento en las fronteras de grano y flujos difusivos. Todos actúan independientemente, sin embargo en algunos casos uno permite el acomodo de otro.^[17]

Hay quienes consideran el fenómeno superplástico como un caso particular del de termofluencia. Sin embargo, la superplasticidad se ha estudiado como un fenómeno por sí mismo por las características únicas que presenta. Para empezar, el fenómeno de termofluencia sucede a altas temperaturas ($0.9 T_m$), el proceso de deformación dominante es a través de difusión y dislocaciones, las velocidades de deformación son muy bajas y es independiente del tamaño de grano. En cambio el fenómeno superplástico sucede a temperaturas menores ($0.5 T_m$), y el mecanismo de deformación dominante es por deslizamiento en la frontera de granos, aunado a que el tamaño de grano juega un papel importante.

1.3.1 Requisitos para Superplasticidad.

Para que un material presente comportamiento superplástico es necesario que cumpla una serie de condiciones, entre las más importantes se enumeran las que se

relacionan con el tamaño de grano, la presencia de una segunda fase y las fronteras de grano.

Tamaño de grano.

El tamaño de grano debe ser pequeño, generalmente menor que 10 μm . Si el tamaño de grano disminuye, la rapidez de deformación aumenta, lo que se expresa a través de:^[18]

$$\dot{\epsilon} \propto d^p \quad (1.1)$$

Donde:

$\dot{\epsilon}$ = Rapidez de deformación. [seg^{-1}]

d = Tamaño de grano [μm]

p = 2 ó 3.

Por lo tanto, reduciendo el tamaño de grano se pueden conseguir rapidezces de deformación altas lo cual es de gran interés para los procesos comerciales. La forma de los granos debe ser equiaxial y deben estar distribuidos uniformemente.

Segunda fase.

La presencia de una segunda fase es muy importante para los materiales superplásticos, es difícil encontrar comportamiento superplástico en materiales de una sola fase debido a que presentan crecimiento de grano con mayor facilidad a las temperaturas de deformación. Por otra parte, las propiedades mecánicas relativas entre ambas fases, (la matriz y la segunda fase), son un parámetro importante para controlar la formación de cavidades durante la deformación plástica. La resistencia de la segunda fase debe ser similar a aquella de la matriz. Si la segunda fase es mucho más dura que la matriz, entonces no se presentará superplasticidad debido al surgimiento de cavidades.

En la interfase entre la matriz y la segunda fase o entre la matriz y la partícula la deformación no es homogénea, en estos sitios existen concentradores de esfuerzos que pueden provocar falla prematura.

Fronteras de grano.

Los ángulos entre los granos deben ser altos y desordenados. Entre más desorden en la estructura atómica en la frontera, se presentará menor resistencia para el deslizamiento de granos. La composición química en la frontera de grano juega también un papel importante en el deslizamiento. Si la composición difiere entre los dos granos, la facilidad para el deslizamiento es mayor, mientras que para granos adyacentes con composición similar, el deslizamiento sucede con mayor dificultad. Es decir, el deslizamiento entre granos de distinta fase es mucho mayor que el deslizamiento entre granos de la misma fase.^[19]

La movilidad de las fronteras de grano es de vital importancia, ya que si éstas no tienen la capacidad para migrar y relajar los esfuerzos que se presentan durante la deformación, la fractura se presentará prematuramente.

1.3.2 Refinamiento de grano.

El tamaño de grano es de suma importancia en la superplasticidad, el refinamiento de granos es necesario para lograr que los materiales que en principio no son superplásticos presenten este comportamiento. Los materiales en los que se logra producir más fácilmente una microestructura fina son aquellos de composición eutéctica o eutectóide, por ejemplo Pb-Cd, Zn-Al, Cd-Zn y Al-Cu entre otros. Existen varios métodos para lograr una estructura con granos finos, entre ellos se puede mencionar: separación de fase, transformación de fase, técnicas avanzadas de deformación plástica severa y trabajo mecánico con recristalización; de este último se dará una breve explicación por ser el que mejor representa el fenómeno en el cual se basa este trabajo.

1.3.2.1 Trabajo mecánico con recristalización.

En aleaciones de más de una fase se puede lograr una microestructura fina si se realiza trabajo en caliente a temperaturas cercanas a $0.5 T_m$. Después del trabajo en caliente se realiza trabajo en frío. Como las fases tienen diferentes propiedades mecánicas, el trabajo mecánico fragmenta a la fase dura y deforma a la fase dúctil. En la fase suave se infiltra y separa la fase dura. Después las fases recristalizan y con ello se forma una microestructura fina. (ver figura 1.5)

Entre las aleaciones que se pueden tratar con este proceso se pueden mencionar: algunos eutécticos como Cd-Zn, Pb-Sn y Bi-Sn, algunas aleaciones base Ti, aceros inoxidable y aceros con alto contenido de carbono.

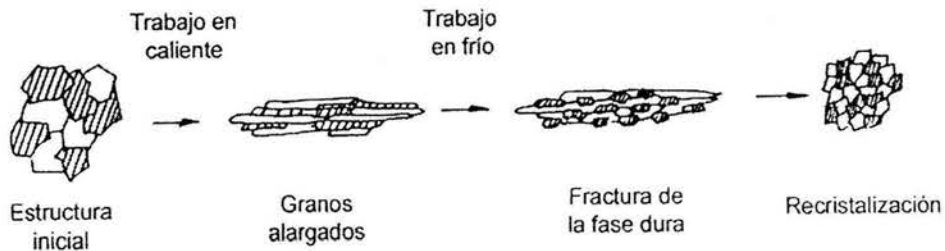


Fig. 1.5. Refinamiento de grano por trabajo mecánico con recristalización.

En aleaciones de una sola fase cuya microestructura contiene precipitados se aplica trabajo en frío y recristalización para lograr la estructura fina. Estos materiales consisten casi en su totalidad de una matriz dúctil con una fracción volumétrica de precipitados menor a 10%. Las aleaciones que contienen partículas pequeñas desarrollan una microestructura fina durante los primeros pasos de la deformación superplástica por recristalización *in situ*. En algunas aleaciones base Al este proceso es muy común. La alta densidad de dislocaciones que se forman por el trabajo mecánico introduce dentro de la microestructura un número elevado de sitios potenciales para el proceso de nucleación por recristalización subsecuente.

1.3.3 Variables de deformación.

El tamaño de grano y la temperatura son las dos variables independientes más importantes, mientras que el esfuerzo, la rapidez de deformación, la deformación y el índice de sensibilidad son las variables dependientes de mayor importancia.

Esfuerzo de fluencia.

A diferencia de los materiales convencionales, en los materiales superplásticos el esfuerzo de fluencia decrece al disminuir el tamaño de grano^[20]:

$$\sigma \propto d^a \quad (1.2)$$

Donde:

σ = Esfuerzo de fluencia. [Pa]

d = Tamaño de grano. [μm]

a = Constante con valores de 0.5 a 3.0.

El esfuerzo disminuye al aumentar la temperatura o al incrementar el ángulo entre las fronteras de grano.

Rapidez de deformación.

La deformación uniforme aumenta al disminuir el tamaño de grano, como lo muestra la siguiente relación^[21]:

$$\dot{\epsilon} \propto \frac{1}{d^b} \quad (1.3)$$

Donde:

$\dot{\epsilon}$ = Rapidez de deformación. [seg^{-1}]

d = Tamaño de grano. [μm]

b = Constante con valores de 1 hasta 5.

En general, si se mantiene constante la temperatura y el tamaño de grano, al aumentar la rapidez de deformación las propiedades superplásticas disminuyen como se aprecia en la fig 1.6.

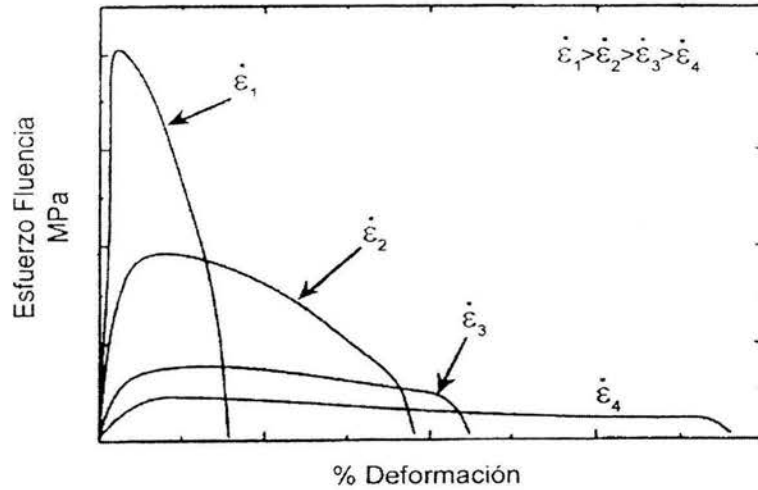


Fig. 1.6 Efecto de la rapidez de deformación

Por otra parte, al aumentar la temperatura la rapidez de deformación se incrementa, es decir, la curva rapidez de deformación vs. esfuerzo se desplaza hacia la derecha.

Índice de sensibilidad a la rapidez de deformación (m).

El valor de m depende de factores como el tamaño de grano y la temperatura. Al disminuir el tamaño de grano el índice de sensibilidad aumenta mientras que al elevar la temperatura el valor de m se incrementa. La rapidez de deformación óptima generalmente corresponde a aquella donde se presenta el valor máximo de m .

Los efectos de la temperatura en m son más significativos en región II, que en la región I o la región III. Es decir, en la región II el material es más sensible al efecto de la temperatura.

Temperatura

La dependencia de la rapidez de deformación y el esfuerzo de fluencia con la temperatura se muestra con las expresiones^[22]:

$$\dot{\epsilon} \propto \exp\left(\frac{-Q_{\sigma}}{KT}\right) \quad (1.4)$$

$$\sigma \propto \exp\left(\frac{-Q_f}{KT}\right) \quad (1.5)$$

Donde:

Q = Energía de activación.

K = Constante de Boltzman.

T = Temperatura a la que se lleva a cabo la deformación.

El efecto de la temperatura se observa en la fig 1.7.

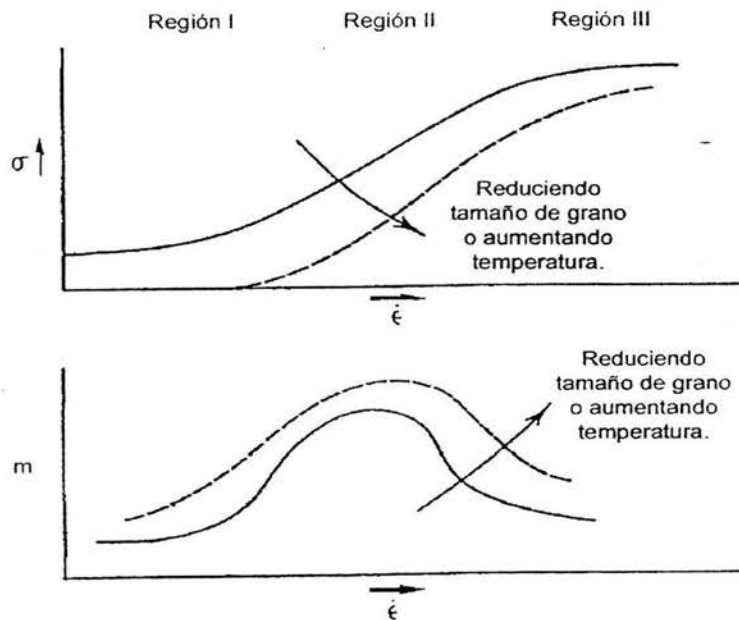


Fig. 1.7 Efecto de la temperatura y tamaño de grano.

1.3.4 Ductilidad y fractura en materiales superplásticos.

Cuando una material superplástico falla durante la deformación se debe a dos mecanismos, por una parte se involucra un proceso macroscópico relacionado con flujo plástico inestable (formación de cuello) y por otro lado existe la formación microscópica de cavidades en el interior de la muestra.^[23]

Cuando la fractura sucede por la formación de microcavidades, la falla es más abrupta, mientras que cuando la falla es por flujo inestable, el material alcanza un adelgazamiento muy fino, (ver fig 1.8).

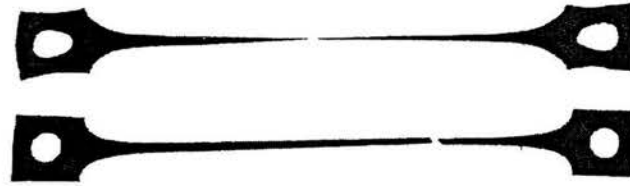


Fig. 1.8 Falla por flujo inestable (arriba) falla por cavidades (abajo)

En muchos materiales con propiedades superplásticas la falla generalmente sucede por nucleación, crecimiento y coalescencia de cavidades (figura 1.9). -

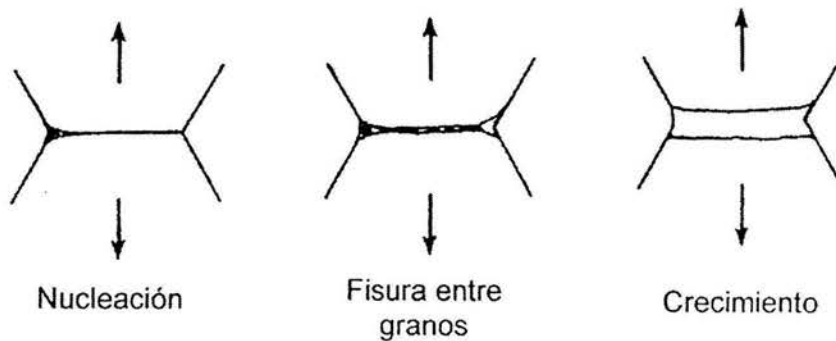


Fig. 1.9 Formación de cavidades.

Nucleación.

La formación de cavidades entre los granos está íntimamente ligada al mecanismo de deformación. En los materiales superplásticos, cuando el proceso de acomodo del deslizamiento en las fronteras de grano no es suficientemente rápido para relajar los esfuerzos que impone la rapidez de deformación, se originan concentraciones de esfuerzos y por consiguiente las cavidades *nucléan*. Los factores que influyen en la nucleación son aquellos relacionados con la microestructura del material como el tamaño de grano, la fracción volumétrica y distribución de partículas duras dentro del material. La proporción y

propiedades de las fases y aquellos relacionados con las condiciones de deformación tales como rapidez de deformación, temperatura y estado de esfuerzos.

La presencia de partículas duras aumentan significativamente la formación de cavidades, esto se debe a que estas partículas tiene una capacidad limitada para contribuir en el proceso de acomodo del deslizamiento de granos. También el tamaño de grano influye, si el tamaño es grande, las cavidades surgen más fácilmente y por último, al aumentar la temperatura o reducir rapidez de deformación se minimiza la formación de cavidades.

El crecimiento de cavidades.

En la mayoría de los materiales superplásticos que son deformados en condiciones óptimas, el crecimiento de las cavidades en un principio se da por flujo de vacancias a lo largo de las fronteras de granos hacia la cavidad. Sin embargo, cuando las cavidades alcanzan un radio entre 0.5 y 1.5 μm , el crecimiento de éstas es por deformación plástica de la matriz que las rodea. En el crecimiento por plasticidad las cavidades son elípticas (eje mayor en dirección de esfuerzo). Mientras que cuando es el crecimiento por difusión las cavidades son circulares.

Coalescencia

Después del crecimiento empieza el proceso de coalescencia. La coalescencia de cavidades origina cavidades más grandes y su volumen se incrementa mucho más rápido del que lo haría cada una de sus constituyentes. La coalescencia aumenta la tasa de crecimiento de las cavidades. La unión de cavidades es el paso previo a la fractura.

La forma en que las cavidades se desarrollan depende de la rapidez de deformación, es decir, la región en donde se lleva a cabo la deformación (región I, II o III) determina la forma de las cavidades.^[24]

En la región I, las cavidades son pequeñas y alargadas, orientadas paralelamente al eje de tensión. La unión de cavidades no es muy común.

En la región de transición de la región II a la III, las cavidades son mayores en tamaño, más uniformemente distribuidas y sin orientación.

En la región de transición de la región I a la II, donde la elongación es máxima, las cavidades son más grandes, con una distribución más uniforme y aleatoriamente distribuida.

En la región III, se aprecia crecimiento de grano y las cavidades son grandes y circulares. En esta región las cavidades son numerosas. El crecimiento y unión de cavidades es muy importante, ya que la fractura final es por unión de éstas.

1.4 Índice de sensibilidad a la rapidez de deformación (m).

El parámetro más importante en la superplasticidad es el índice de sensibilidad a la rapidez de deformación. El valor de m indica la facilidad para lograr una deformación uniforme y no localizada.^[25]

El valor de m está estrechamente relacionado con la ductilidad de un material superplástico, un valor alto nos indica que se presenta un comportamiento superplástico en el material en estudio. Si el valor de m es bajo, representa que se tienen bajas elongaciones.

Las bases del flujo superplástico se encuentran en el alto índice de rapidez de deformación, para materiales convencionales el valor de m es menor a 0.2, para los materiales superplásticos se encuentra por arriba de 0.3 y para un comportamiento viscoso ideal m es igual a la unidad.^[26] En los materiales superplásticos se desprecia el endurecimiento por deformación, es decir, el valor de n es cero.

Para entender mejor el papel que desempeña el índice de sensibilidad a la rapidez de deformación m y el índice de endurecimiento n se puede observar la figura 1.10.

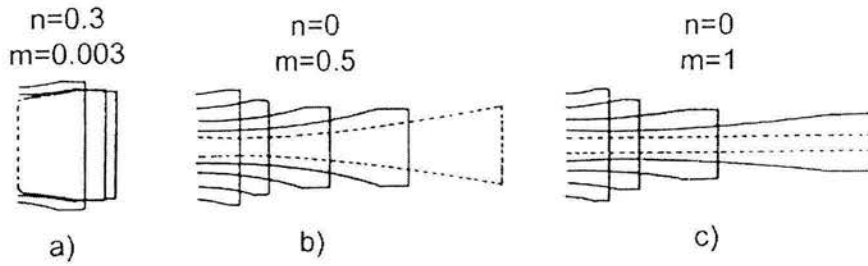


Fig. 1.10 Efectos del índice de sensibilidad a la rapidez de deformación y el coeficiente de endurecimiento.

En la figura 1.10 se muestra la geometría de diferentes muestras después de ser deformadas en a) se observa la respuesta de un material convencional, $n=0.3$ y $m \approx 0$; en b) la de un material superplástico, $n=0$ y $m=0.5$; y en c) la de un material superplástico ideal, $n=0$ y $m=1$.

Existe una relación estrecha entre la elongación total que se consigue antes a de la falla y el índice de sensibilidad. Generalmente, cuando hay un valor máximo de m también se logra la máxima elongación. La relación entre m y elongación se muestra en figura 1.11.

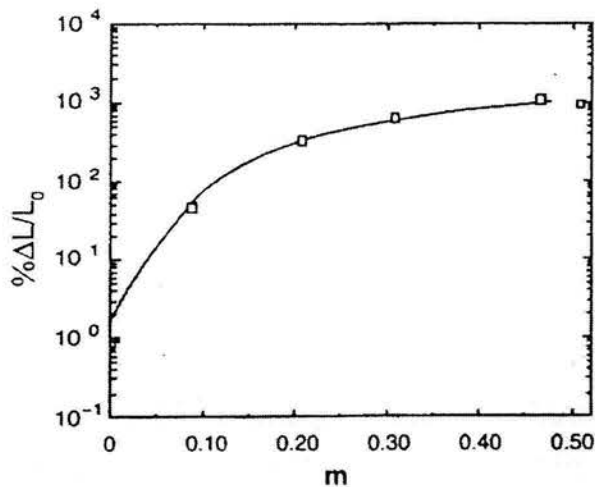


Fig. 1.11 Curva típica entre m y la elongación.

CAPITULO II. "MODELOS DE DEFORMACIÓN SUPERPLASTICA"

2.1 Ecuaciones empíricas.

Uno de los puntos clave en el estudio del fenómeno superplástico es generar ecuaciones empíricas, semi-empíricas o teóricas que relacionen el esfuerzo, la deformación y la rapidez de deformación tomando en cuenta la temperatura y variables estructurales como el tamaño de grano. Estas ecuaciones se llaman ecuaciones constitutivas o ecuaciones de estado.

En un principio, el esfuerzo se consideró función de la deformación, rapidez de deformación y temperatura, es decir:

$$\sigma = f(\dot{\epsilon}, \epsilon, T) \quad (2.1)$$

Algunos experimentos revelaron que la relación 2.1 no existe si se permiten cambios en la temperatura, entonces para condiciones isotérmicas se estableció:

$$\sigma = f(\dot{\epsilon}, \epsilon) \quad (2.2)$$

La primera de dos formas explícitas de la ecuación 2.2 fue:

$$\sigma = K \epsilon^n \dot{\epsilon}^m \quad (2.3)$$

Donde:

K , n y m son constantes.

Posteriormente se estableció:

$$\sigma - \sigma_0 = K_1 \epsilon^n \dot{\epsilon}^m \quad (2.4)$$

donde:

σ_0 = Esfuerzo umbral

K_1 = Otra constante.

En ambos casos " m " y " n " dependen de las condiciones experimentales, deformación, rapidez de deformación, temperatura y tamaño de grano.

Para deformaciones a temperaturas por debajo de $0.4 T_m$ los efectos por el endurecimiento por deformación son los que dominan, por lo tanto m tiende a 0 y n usualmente se encuentra en un rango entre 0.1 y 0.3. Entonces la ecuación 2.4 se reduce a:

$$\sigma = K \varepsilon^n \quad (2.5)$$

Para un material con flujo newtoniano, $m=0$, $n=0$ y $m=1$, y la ecuación 2.4 se convierten en:

$$\sigma = K \dot{\varepsilon} \quad (2.6)$$

En el caso de la deformación superplástica, n es muy pequeño o cero, y el esfuerzo σ_0 puede ser despreciado, m se encuentra entre 0.3 y 0.9, por lo que la ecuación empírica del fenómeno superplástico que describe la relación entre el esfuerzo y la rapidez de deformación de manera adecuada es:

$$\sigma = K \dot{\varepsilon}^m \quad (2.7)$$

Sin embargo, la ecuación general del comportamiento superplástico que incluye los efectos de la temperatura y el tamaño de grano es^[27]:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{AGb}{KT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n D_0 \exp\left(\frac{-Q}{KT}\right) \quad (2.8)$$

Donde:

d = Tamaño de grano.

b = Vector de Burgers.

σ = Esfuerzo de fluencia.

G = Módulo cortante.

D_0 = Coeficiente de difusión.

Q = Energía de activación.

K = Constante de Boltzman.

T = Temperatura en grado Kelvin.

A = Constante que depende del mecanismo de deformación.

n = Exponente del esfuerzo con valor típico de 2.

p = Exponente del tamaño de grano con valor entre 2 y 3.

Se han propuesto diversas teorías para explicar el origen del fenómeno superplástico. Sin embargo, ninguna ha sido capaz de describir las características mecánicas y microestructurales del fenómeno en su totalidad.

Para desarrollar una teoría que explique satisfactoriamente el fenómeno de la superplasticidad se ha recurrido a diferentes niveles de estudio: macroscópico, mesoscópico y microscópico, como se indica en la figura 2.1.

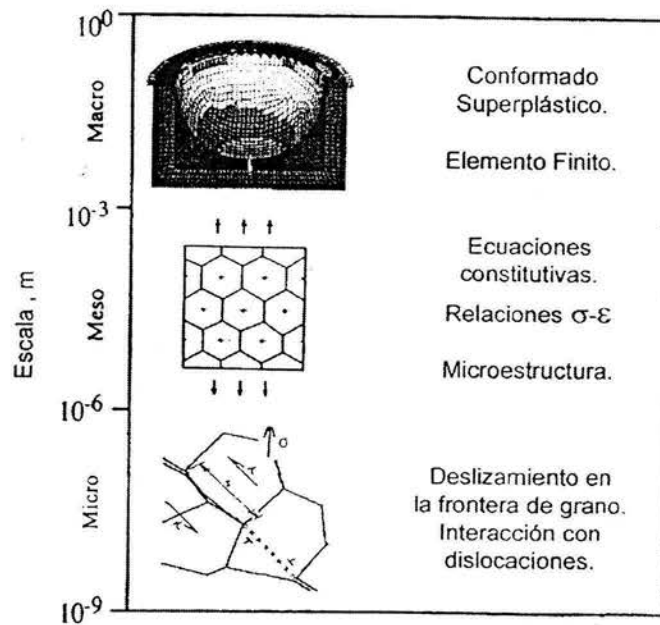


Fig. 2.1 Niveles de estudio del fenómeno superplástico.

Nivel macroscópico: su límite es hasta 10^{-3} m. En este nivel la mecánica del medio continuo es de gran utilidad. Se consideran sólo propiedades globales del material y su macroestructura.

Nivel mesoscópico: se encuentra en el rango 10^{-6} hasta 10^{-3} m. En este nivel se estudian grupo de granos.

Nivel microscópico: su escala se encuentra entre 10^{-9} hasta 10^{-6} m. Se estudian los defectos cristalinos (vacancias, dislocaciones, fronteras de grano), en este nivel no se puede relacionar directamente a las propiedades microscópicas con las macroscópicas del material.

2.1.2 Modelos geométricos de deformación superplástica.

Se han realizado grandes esfuerzos para formular una teoría única que explique en su totalidad el fenómeno superplástico, se han propuesto una serie de modelos, de los que se considera como mas importantes a los siguientes:

- Modelo Nabarro-Herring y Coble
- Modelo de Ashby & Verral
- Modelo de Spingarn & Nix
- Modelo de Gifkins “Centro y Manto”
- Modelo de Ball & Hutchison
- Modelo de Valiev & Langdon
- Modelo de Gifkins “Elevación de granos”
- Modelo de Astanin & Kaibyshev.

Algunos se basan en el fenómeno de termofluencia, otros consideran deslizamiento de las fronteras de grano con acomodo difusional o deslizamiento de granos con acomodo de dislocaciones, también se ha propuesto elevación de granos y deslizamiento de grupo de granos o una combinación de todos ellos. A continuación se exponen los que mejor representan el comportamiento de las aleaciones en estudio.

2.1.2.1 Modelo de Nabarro-Herring y Coble.

En un principio se buscó explicar el fenómeno de la superplasticidad en términos del fenómeno de termofluencia, en este sentido resaltan los modelos de Nabarro & Herring^[28] y el de Coble^[29] por ser los modelos en los que se basaron los estudios posteriores del comportamiento superplástico.

En ambos modelos sólo existe difusión entre los granos como mecanismo de deformación. La temperatura necesaria para el fenómeno es de $0.9 T_m$, donde T_m es la temperatura absoluta de fusión del material, ya que en estas condiciones la movilidad de

átomos es rápida. Los granos deben ser pequeños para propiciar que el proceso difusivo se desarrolle más rápidamente.

Los esfuerzos cambian el potencial químico de los átomos en las fronteras de granos, de esta manera hay flujo de vacancias de las zonas de tracción a las de compresión mientras que el flujo de átomos surge en la dirección opuesta y esto conduce al alargamiento de granos^[30]. En ambos modelos existen tres hechos fundamentales:

1. Los granos se alargan y sufren aproximadamente la misma deformación que la muestra.
2. No hay movilidad en los granos, es decir, los granos no cambian de vecinos.
3. El número de granos en el área seccional (área paralela al eje de tracción) se mantiene constante.

La diferencia entre ambos modelos es la trayectoria que siguen los átomos durante la difusión. En el modelo de Nabarro-Herring, el transporte de materia es por difusión a través de la red cristalina, mientras que en el modelo de Coble, el flujo de materia no es por la red cristalina sino por las fronteras de grano. La representación esquemática de ambos modelos se observa en la figura 2.2.

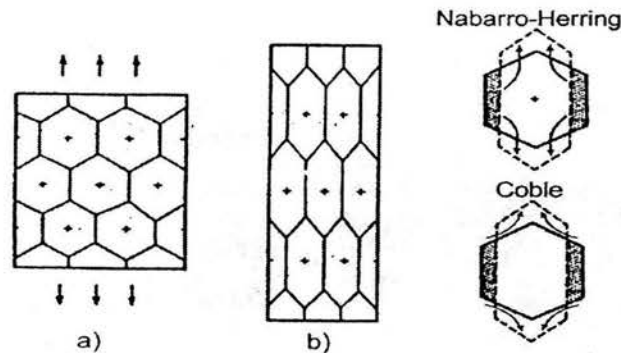


Fig. 2.2 Modelos de flujo difusivo, a) estado inicial, b) estado final.

Se ha encontrado evidencia experimental que indica que los modelos anteriores son inadecuados por las siguientes razones:

- Nabarro-Herring predicen rapidezces de deformación demasiado bajas por varios órdenes de magnitud. Por su parte el modelo de Coble predice correctamente rapidezces de deformación para algunas aleaciones, mientras que para otras, la aproximación es pobre.
- En ambos modelos el índice de rapidez de deformación es independiente de la rapidez de deformación y tiene el valor de la unidad, contrario a lo que se ha observado experimentalmente.
- Ambos modelos consideran alargamiento de granos. Sin embargo, este hecho no se observa experimentalmente.
- No pueden explicar la rotación de granos que se observa durante el flujo superplástico.
- Si se considera el alargamiento de granos entonces las trayectorias de difusión aumentan por lo que estos procesos son auto limitantes y por ende no pueden dar origen a deformaciones superplásticas.

Los modelos anteriores están basados en un proceso netamente difusivo y con rapidezces de deformación muy lentas, ambos distan mucho de explicar en su totalidad el mecanismo de deformación en la superplasticidad, más bien estos modelos son comúnmente empleados para explicar el fenómeno de termofluencia.

2.1.2.2 Modelo de Gifkins "Centro y manto".

Este modelo de Gifkins^[31] pertenece a aquellos que consideran al movimiento de dislocaciones como parte fundamental para lograr grandes deformaciones sin alargamiento aparente de los granos.

Gifkins propuso que los granos se pueden dividir en dos regiones, la parte central del grano que llamó "*centro*" (ó núcleo), en donde el comportamiento es el de un cristal normal y por otro lado, la periferia del grano que nombró "*manto*", donde el proceso de acomodo del deslizamiento de las fronteras de grano ocurre por movimiento de dislocaciones. Los espesores de ambas partes, el interior y exterior, varían según las condiciones experimentales. La región de la periferia es de extrema importancia en el comportamiento de materiales con granos muy finos, y su espesor decrece al mejorar las condiciones experimentales con lo que se favorece el deslizamiento de granos. Si los granos se consideran hexagonales, entonces el espesor de la región exterior es de aproximadamente 0.07 veces el diámetro del grano, en un material superplástico típico tendría un espesor de 30 a 70 nm.

El movimiento de dislocaciones en la región "*manto*" acomoda el deslizamiento de granos durante la deformación superplástica. Las dislocaciones en la frontera de grano se agrupan en puntos triples. Las concentraciones de esfuerzos en estos puntos provocan una disociación de estas dislocaciones en la red cristalina. El deslizamiento y ascenso de éstas últimas alrededor de las fronteras adyacentes relajan los esfuerzos. Algunas de las dislocaciones se aniquilan o se recombinan para formar nuevas dislocaciones en la frontera de grano. La representación esquemática del modelo se muestra en la figura 2.3.

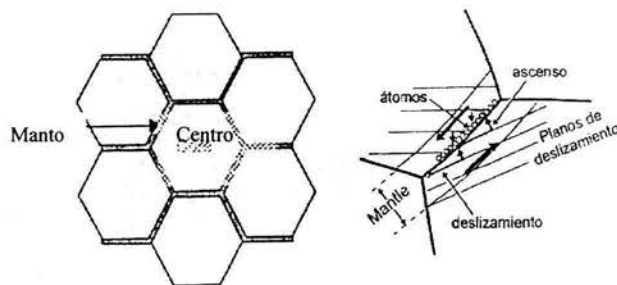


Fig. 2.3 Modelo de Gifkins de "Centro y Manto"

El deslizamiento de los granos ocurre en la región externa, en la zona cercana a la frontera de grano. La deformación plástica se puede considerar producto de dos procesos independientes en materiales con granos finos. En un proceso, el deslizamiento de grano con acomodo por deslizamiento de dislocaciones ocurre en la región externa (*manto*); y en

el otro proceso, el deslizamiento de las dislocaciones ocurre en la región central (*centro*). Cuando el primer proceso domina, entonces el comportamiento superplástico se manifiesta y cuando el segundo proceso domina entonces se espera una ductilidad normal.

La interacción entre dislocaciones en el "*centro*" y el "*manto*" puede ser despreciada y por lo tanto no existe endurecimiento por deformación. Este modelo se puede aplicar bien en la zona de bajo esfuerzo del régimen superplástico.

Como en el caso de los modelos difusivos, en esta teoría también se encuentran algunas críticas, por ejemplo:

- La corroboración experimental del modelo se basa por el ajuste de curvas. Por lo tanto las buenas aproximaciones que se logran no se atribuyen al modelo en sí, más bien se debe el ajuste correcto de valores experimentales. Inclusive Gifkins señala en este modelo, que los valores numéricos que predice el modelo no concuerdan totalmente con los experimentos a menos que se consideren otros procesos de deformación.
- No se establece claramente la aplicación de este modelo en las tres regiones de deformación superplástica.
- El valor que se fija en algunas variables no tiene bases experimentales.
- El espesor del *centro* y el *manto* se usan como parámetros de ajuste, esto es, dependen de las condiciones experimentales.
- El modelo no explica claramente la orientación de granos.

2.1.2.3 Modelo de Gifkins (Elevación de granos).

Este nuevo modelo propuesto por Gifkins^[32] trata de explicar las características de deformación superplástica que se observan experimentalmente asumiendo que los granos se

mueven uno con respecto a otro sin cambio significativo en su forma. La mayoría de los modelos de deformación superplástica son en dos dimensiones, Gifkins propone un modelo en tres dimensiones en donde el deslizamiento en las fronteras es acomodado por la elevación de granos de capas inferiores. Gifkins también considera rotación de granos involucrando flujo plástico en la zona cercana a las fronteras. Una característica importante del modelo de Gifkins, es que los granos no tienen que ser uniformes y regulares para lograr el comportamiento superplástico.

Conforme el deslizamiento de granos comienza a formar vacíos, granos de capas inferiores emergen para cubrir esos huecos. En el nuevo modelo propuesto por Gifkins no se crean vacíos entre granos. Al inicio se genera una pequeña fisura, pero conforme ésta va creciendo, los granos de la capa siguiente llenan el vacío. Sin embargo, esto involucra un proceso inestable en las fronteras, así como migración para ajustar los diedros, lo que origina que las fronteras de grano se curven, tanto en el grano que emerge como en los granos originales como se muestra en la figura 2.4.

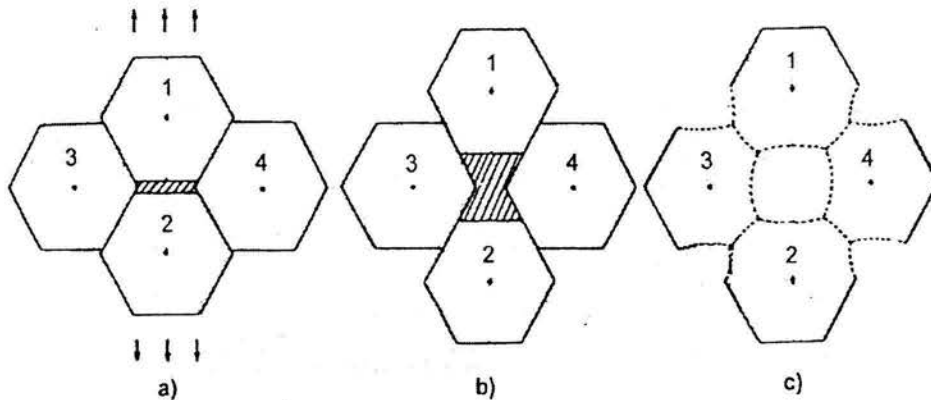


Fig. 2.4 Modelo de emersión de granos de Gifkins.

En la figura anterior se observa la evolución de los granos durante la deformación, en a), se forma una fisura intergranular al estirar la muestra; en b) la fisura se alarga y a medida que aumenta la deformación se va rellenando con un grano que emerge de la superficie; finalmente en c), se ajustan las fronteras de granos para mantener correctamente los ángulos entre los diedros.

Cabe señalar que el patrón de deformación final (granos curvados) se ha observado cuando se logran deformaciones pequeñas o grandes, exceptuando aquellas demasiado pequeñas en donde apenas empieza el proceso de formación de fisuras. Es decir, a deformaciones pequeñas o grandes, el patrón geométrico de deformación está presente; no es un modelo que se limite a un rango durante la deformación.

Aunque las características de este modelo de Gifkins difieren considerablemente de aquél propuesto anteriormente por él en la famosa teoría de "*centro - manto*", el mecanismo de acomodo sigue siendo en la región exterior. En la emersión de granos, donde el deslizamiento de las fronteras de grano es el mecanismo dominante de deformación, también son necesarios algunos procesos dislocativos para relajar completamente los esfuerzos.

Este modelo explica algunas observaciones experimentales que se han efectuado, por ejemplo:

- El deslizamiento en la frontera de grano es el único mecanismo que produce deformación.
- Existe interacción del deslizamiento de granos y rotación de granos con otros procesos: emersión de granos y acomodo de dislocaciones.
- Los granos que emergen son pequeños y con forma circular.
- Los granos forman fronteras curvadas para mantener ángulos apropiados con respecto a los granos que emergen.
- El espesor de la región "*manto*", en donde ocurre el proceso de acomodo, es de 0.07 el tamaño de grano.
- El proceso es continuo, es decir, no hay deformación crítica donde el modelo pierda su validez.

2.2 Futuro de la superplasticidad.

Aunque la superplasticidad ofrece grandes ventajas a la industria de la transformación por la facilidad de conformado y la baja energía que se requiere, todavía no se ha logrado el desarrollo espectacular que se esperaba en el terreno industrial. Actualmente el conformado superplástico es una tecnología que ha incursionado en diversas áreas como la aeroespacial y automotriz con una viabilidad comprobada, sin embargo existen diversos factores que restringen su aplicación comercial en los artículos de uso cotidiano. Por una parte se encuentran los factores económicos y por otra aquellos que se involucran en el proceso de diseño.

El problema real es que se deben llevar a cabo grandes retos técnicos para cambiar de la tecnología tradicional a la superplástica. Por ejemplo, no hay datos suficientes acerca de los procesos de conformado superplástico, es decir, no se ha desarrollado un estado del arte apropiado. Por otro lado, se debe reorientar la investigación en la comunidad científica y empezar a estudiar procesos de manufactura que tomen ventaja de las propiedades superplásticas y darle la misma importancia que se le ha dado al desarrollo de nuevos materiales.

Aparte de la mejora en los procesos de conformado existen otras líneas de investigación del fenómeno superplástico para lograr mayores aplicaciones comerciales, entre ellas se pueden mencionar:

- Superplasticidad a alta rapidez de deformación (HSRS por sus siglas en inglés), cada vez más rápida y a temperaturas más bajas.
- Mejorar superplasticidad en materiales cerámicos, intermetálicos, compuestos y materiales nanoestructurales.
- Desarrollar nuevas aleaciones y crear nuevos métodos para refinar el grano.

- Encontrar una ecuación constitutiva general y con ello mejorar los modelos computacionales.

De todas las anteriores a la que se le ha dado más importancia es a la primera.

Sin lugar a duda, muchos artículos que hoy se fabrican de plástico, cuya resistencia mecánica es pobre, o de metales pesados, que requieren grandes cantidades de energía para su producción, se podrán hacer con el metal superplástico más resistente y más liviano.

2.3. Diagrama binario del sistema Zinc-Aluminio.

La aleación nombrada Zinag, parte de una aleación eutectoide de Zn-22%p. Cuando se modifica con otro elemento (Plata), la aleación tiene una semejanza microestructural de dicha aleación y con ciertas propiedades mecánicas que estarán asociadas directamente con la microestructura análoga a algunas propiedades mecánicas de la aleación eutectoide Zn-Al. Al admitir este hecho es importante analizar a el diagrama de equilibrio de la aleación Zn-Al.

El diagrama Zn-Al, ha generado grandes controversias en las últimas cuatro décadas, por lo tanto, es importante realizar una aclaración, ya que existen dos diagramas de equilibrio. El primero de los diagramas brinda una fase de composición variable no formada peritéticamente, por lo que se explicó la existencia de una reacción eutectoide (ver fig. 2.5)

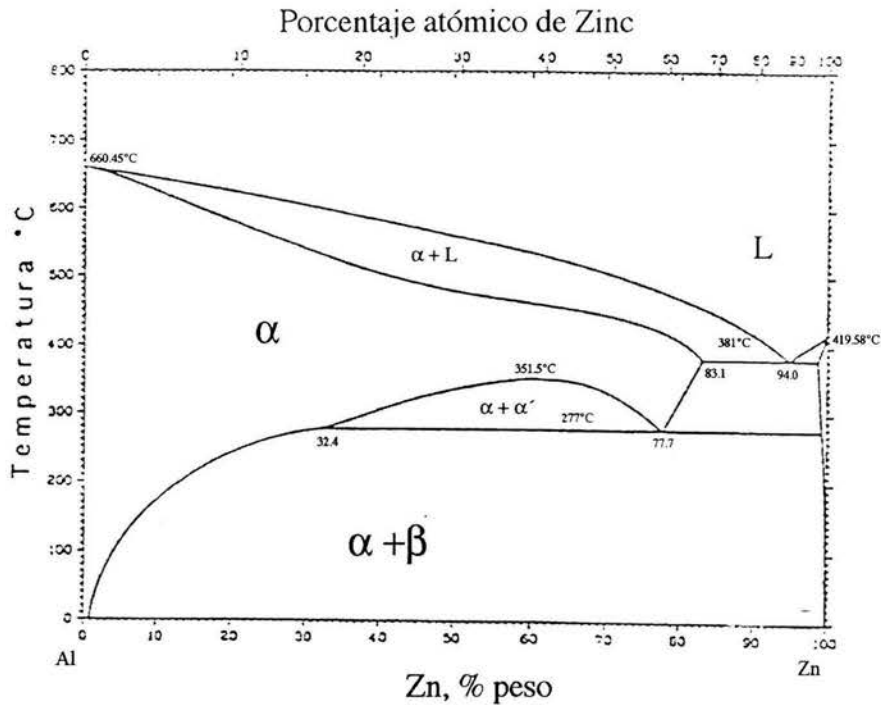
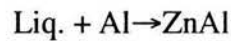


Fig. 2.5. Diagrama de equilibrio del sistema Zn-Al.

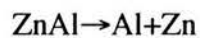
De acuerdo a las referencias históricas del diagrama de equilibrio, se publicó la segunda versión del diagrama. En este diagrama se tiene la evidencia de una reacción peritética a 72%p Zn y 716°K, por lo cual dicha reacción esta dada por :



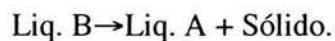
A 94.9%p. Zn y 665°K, se reporta en este diagrama la siguiente reacción eutéctica.



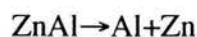
El resultado de esta reacción es la descomposición eutectoide; dado que el punto eutectoide se encuentra a 78%p y a una temperatura de 548°K, definido por la siguiente reacción.



De igual forma el diagrama presenta una reacción monotéctica. Esta reacción esta presentada por la siguiente forma:

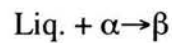


Finalmente se presenta la última transformación espinodal formada por:



Considerando las anteriores reacciones mencionadas se determina que las aleaciones Zn-Al en la zona rica en Zinc está constituida básicamente por dos fases terminales. La primera fase denominada α es una solución sólida rica en aluminio cuya estructura cristalina se basa en la estructura de éste, cúbica centrada en las caras (ccc). La segunda fase β , es una solución sólida rica en zinc basada en la estructura cristalina del zinc que es hexagonal compacta (hcp). (ver fig 2.6). En dicho diagrama aparece en la región rica en Zinc (>60%p) sólo las fases sólidas α , β y η . Las fases β se descompone de manera isotérmica bajo condiciones de equilibrio en las fases α , α , η , a la temperatura de 275°C, a esta reacción eutectoide $\beta \rightarrow \alpha + \eta$ es muy importante en la definición de las microestructuras presentes en la formación de las aleaciones Zn-Al.

Como se mencionó con anterioridad la presencia de la reacción peritética durante la solidificación de la aleación Zn-Al tiene modificaciones si tiene altos contenidos de Zn, por lo cual esta reacción se expresa de la siguiente forma:



Se lleva a cabo a una temperatura de 443°C de acuerdo a la figura 2.6, la cual provoca en las aleaciones con contenidos mayores del 60% peso, la presencia de la fase α primaria que se encuentra segregada en el centro de las dendritas de fase β . Esta fase α primaria es difícil de eliminar, dado que para homogenizar la composición química debe de aumentar su contenido de zinc tomando gran parte de la fase η , dado a esta circunstancia como ambas fases se encuentran separadas por un cerco de fase $\alpha + \eta$ en equilibrio, que provienen de la composición eutectoide de la fase β , las distancias que deben moverse los átomos para homogenizar la composición química son demasiados grandes.

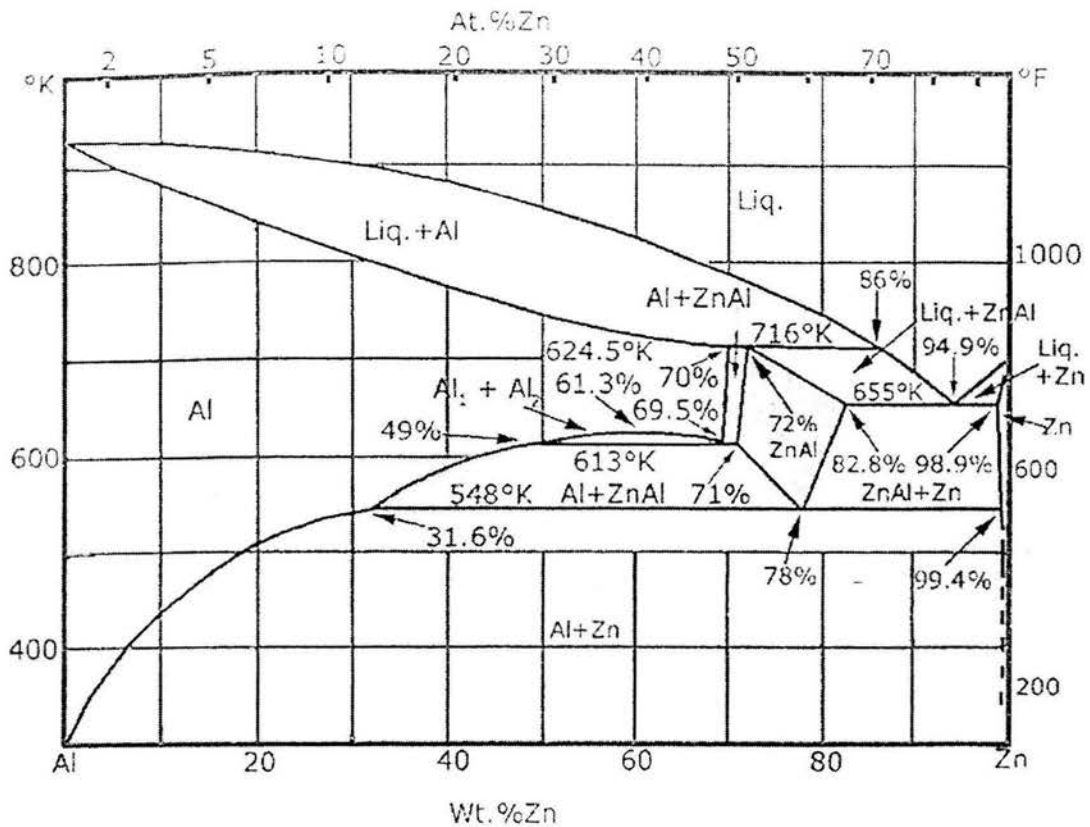
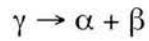


Fig. 2.6 Diagrama de fases (Zn-Al) propuesto.

2.3.1 Descomposición eutectoide.

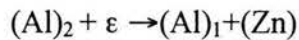
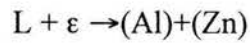
Los tratamientos térmicos en la aleación Zn-Al, aceleran las reacciones que dan lugar a los cambios de microestructuras conocidas, de tal forma que se pueden eliminar la diferencia en la concentración. Las reacciones sólido – sólido que tienen lugar en las reacciones Zn-Al son las reacciones celulares, la descomposición espinodal y la descomposición eutectoide. Las reacciones celulares se presentan en las aleaciones Zn-Al sobresaturadas; la descomposición espinodal es característica de aleaciones hipoeutectoides y la transformación eutectoide es particular de ese punto.

La descomposición eutectoide es una reacción en el estado sólido, es similar a la precipitación discontinua, excepto que las fases α y β resultantes son diferentes a la fase original γ , la reacción está dada por:



2.3.2 Diagrama de fase ternario Zn-Al- Ag.

De acuerdo al diagrama de fases ternario Zn-Al-Ag (fig. 2.7) se determina que existe solamente una solución sólida llamada ϵ (AgZn_3), con una estructura hexagonal compacta, siguiendo con la descripción del diagrama ternario se tiene que las condiciones de equilibrio, se establecen de acuerdo por la composición química y por la temperatura. De esta forma se localizan dos reacciones de equilibrio reportadas, estas reacciones son las siguientes:



Para las aleaciones en estudio se tiene que a cantidades mayores de 0.5%p se presenta la solución sólida ϵ , la presencia de esta fase tiene su origen inducido por el proceso de fundición y principalmente porque durante la solidificación de las aleaciones en composición mayor a 0.5%p de plata se mantuvo una alta velocidad de enfriamiento, que provocó que la última porción del líquido solidificara como un eutéctico ternario formado por las fases $\alpha + \eta + \epsilon$ y que la fase ϵ , se formara a temperatura ambiente como fase metaestable.

Malla en porcentaje atómico
Ejes en porcentaje en peso

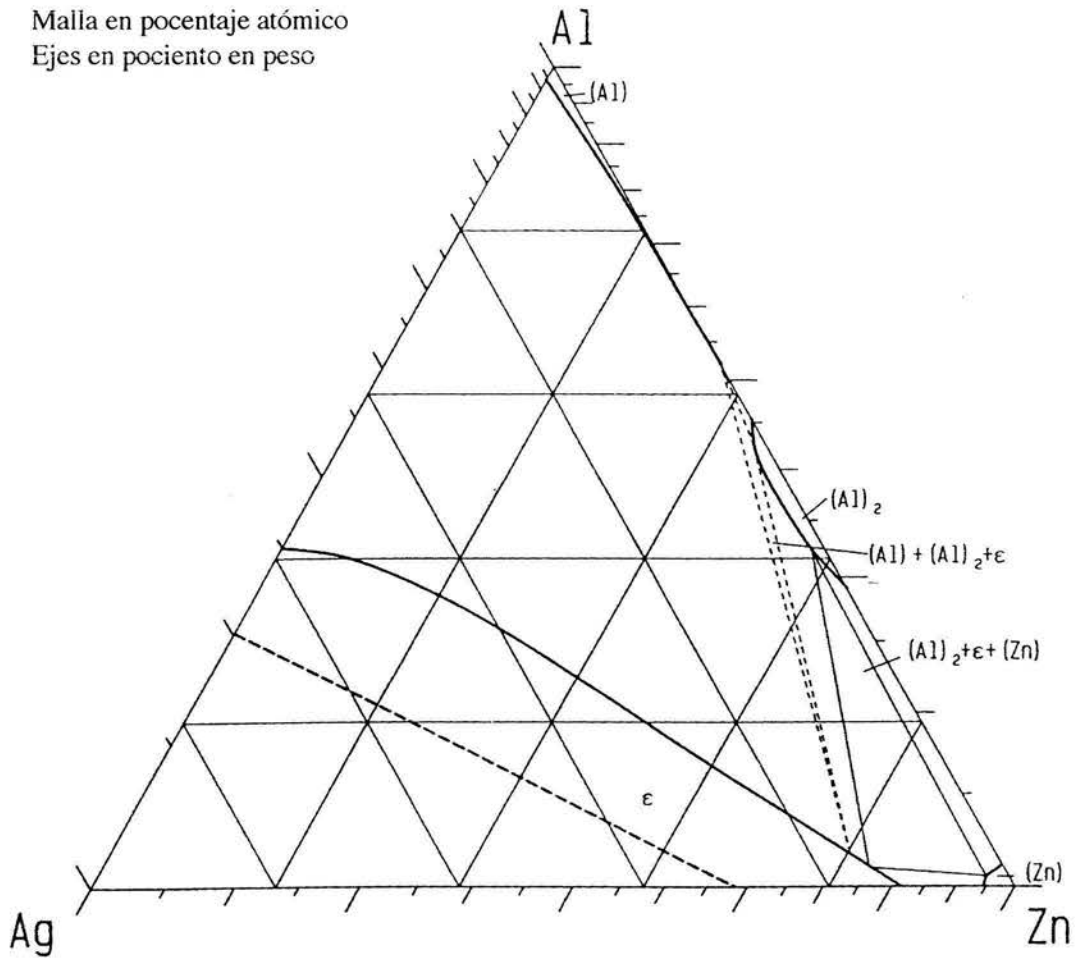


Fig. 2.7. Sección isotérmica (a 350°C) del diagrama ternario de equilibrio Zn-Al-Ag.

CAPITULO III “MATERIALES Y DESARROLLO EXPERIMENTAL”

3.1 Composición de las aleaciones.

Los materiales utilizados para obtener las aleaciones en estudio fueron Zinc, Aluminio y Plata teniendo un peso en masa total de 99.99%. Estas aleaciones están basadas en el eutectoide Zinc-Aluminio (ZA) y se han modificado con Plata, agregando de este elemento 0.05, 1.0, 2.14 y 4.24% en peso. En la tabla 3.1 se muestran las composiciones patrón requeridas para realizar el proceso de fundición, así como también la denominación de las mismas por su contenido de plata. Esta denominación se hizo de acuerdo a estudios anteriores realizados en el Instituto de Investigaciones en Materiales, UNAM.

Tabla 3.1 Composición de la aleación (valores en porcentaje en peso).

	ZINAG-1 (%p)	ZINAG-2 (%p)	ZINAG-3 (%p)	ZINAG-4 (%p)
Zinc (Zn)	77.43	77.04	76.17	74.54
Aluminio (Al)	22.04	21.93	21.68	21.21
Plata (Ag)	0.5	1.0	2.14	4.24

Una vez que se tuvieron los porcentajes en peso de los materiales a utilizar, se realizó el proceso de fundición a 750 °C, utilizando un horno de inducción de atmosfera libre.

A continuación se realizó el vaciado de la mezcla en una lingotera precalentada a una temperatura de 300 °C por un tiempo de 10 minutos; después de esto, se procede a la colada de la aleación. Finalmente, se realizó un enfriamiento rápido pero sin agitación, con la finalidad de que los rechupes se concentren en la parte superior del lingote, dándonos como resultado un lingote macizo, así como mantener una estructura de grano fino.

Cuando ya se tiene la aleación solidificada, se realiza un análisis por microsonda W.D.S por sus siglas en inglés (Wave Dispensor Spectroscopy.) para obtener la concentración final de las aleaciones.

3.2 Laminación.

El proceso de laminación se realizó partiendo de un lingote con un espesor inicial de 20 mm, el cual fue laminado en caliente a una temperatura de 350°C, ya que existe un refinamiento en el grano producido por recristalización y el porcentaje final deformado fue del 90% llegando hasta un espesor final de 1.1mm. Los pasos finales de laminación se hicieron a temperatura ambiente para evitar el crecimiento de grano, recordando que para las aleaciones su microestructura debe ser homogénea y de grano fino por ser éstas características fundamentales de un material superplástico siendo éste el motivo del presente estudio. Además, un factor importante en el proceso es realizar un giro de 90 ° por cada paso de la laminación, así se obtuvieron laminas de la aleación sin orientación preferencial de los granos.

3.3 Fabricación de las Probetas.

Las probetas que se utilizaron en el ensayo de tracción se fabricaron como se establece en la norma ASTM E8M-8, las cuales fueron troqueladas en los talleres del IIM-UNAM, de las laminas de cada aleación de acuerdo a su composición; después del proceso de troquelado, se desbastaron con lija de grado 600, con la finalidad de eliminar defectos del proceso realizado que pudieran ocasionar alguna propagación de grieta inducida por la deformación ténsil. Las medidas estandarizadas por la norma se muestran en la tabla 3.2, que corresponden a la figura 3.1.

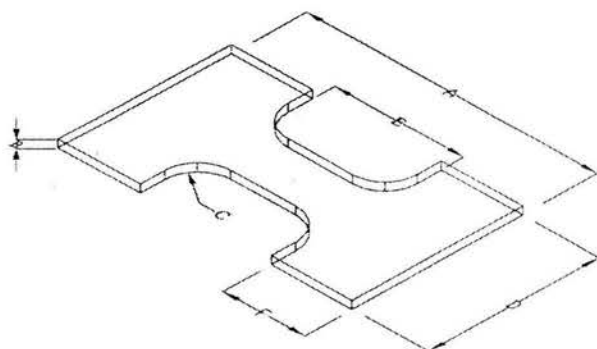


Tabla 3.2 Dimensiones de la probeta según la norma ASTM E8M-8.

Nomenclatura	Dimensiones [mm]
LONGITUD TOTAL (A)	36.0
ESPESOR (B)	1.0
RADIO DE CURVATURA (C)	4.0
ANCHO (D)	21.0
ÁREA DE DEFORMACION TOTAL (E)	16.0
DIMENSION DE SUJECION (F)	10.0

Figura 3.1 Probeta utilizada para la prueba de tracción.

3.4 Tratamientos Térmicos.

Las probetas obtenidas de cada aleación se colocaron dentro de un horno de resistencia eléctrica elevando su temperatura a 350°C dejándolas por una hora dentro del mismo a temperatura constante, con objeto de que al final se de un tratamiento térmico específico para poder analizar sus características microestructurales. A cada una de las aleaciones se le sometió a diferentes tratamientos térmicos:

3.4.1 Recocido.

Este proceso se realiza con la finalidad de modificar la microestructura de laminación que fue de grano fino debido a la recristalización. La modificación consistió en elevar la temperatura de las probetas a 350 °C durante una hora, después se apagó el horno y las probetas se sacaron del mismo al día siguiente.

3.4.2 Normalizado.

Al igual que en el proceso anterior la temperatura de las probetas se incrementó hasta los 350 °C pero esta vez se sacaron del horno después de una hora y se dejaron enfriar al aire libre hasta llegar a la temperatura ambiente.

3.4.3 Enfriamiento rápido.

En este proceso se elevó la temperatura de las probetas a 350 °C durante una hora en el horno, posteriormente se sacaron del mismo para sumergirlas en agua.

3.5 Ensayo de Tracción a Temperatura Ambiente.

El ensayo de tracción se realizó en una Máquina de Ensayos Universales modelo Instron 1125, el equipamiento está integrado de la siguiente forma: un sistema servoneumático conectado a un sistema de adquisición de datos que se envían finalmente a

un programa instalado en una PC donde se analizan los resultados. En la fig 3.1 se muestra la probeta utilizada para este ensayo. El procedimiento a seguir fue el siguiente:

- 1.- Calibración del equipo.
- 2.- Sujeción por medio de mordazas de las probetas a ensayar.
- 3.- Realización del ensayo de tensión a las probetas a temperatura ambiente en el rango de rapidez de deformación de 1×10^{-6} a $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

3.6 Ensayo de Dureza.

Se realizaron mediciones de dureza de las cuatro aleaciones en estudio. El procedimiento a seguir para la toma de lecturas de dureza fue: a) determinar la escala de dureza de acuerdo al material, la escala más indicada fue la Rockwell F, b) utilizar un indentador tipo esfera de 1/16", c) establecer el tiempo de penetración (30 seg), d) la carga utilizada de acuerdo a la escala de dureza empleada fue de 60 Kg.

3.7 Metalografía.

La metalografía ayudó a estudiar las características microestructurales de las aleaciones en estudio. De esta forma se pudieron observar los cambios estructurales así como la distribución de las fases presentes en las aleaciones.

3.7.1 Preparación de Muestras Metalográficas.

Finalizados los procesos de laminación, los tratamientos térmicos y el ensayo de tracción, se seleccionaron las muestras que tuvieron resultados repetitivos de cada aleación. Se prepararon las muestras metalográficas mediante un pulido intermedio, utilizando lijas desde grado 180 hasta grado 1000. Finalmente se realizó un pulido fino, el cual permite dejar la superficie plana libre de ralladuras, utilizando como abrasivo alumina de 0.05 a 1 μm , para que al final la muestra tenga un acabado espejo. Al terminar el pulido fino se limpiaron las muestras con un ultrasonido sumergiéndolas en un baño con alcohol etílico por un período de 5 minutos cada una para eliminar los residuos de los abrasivos utilizados.

3.7.2 Microscopía Electrónica de barrido (MEB)

Con el objetivo de determinar la microestructura de las aleaciones antes y después del ensayo de tracción, se realizó un análisis con Microscopio Electrónico de Barrido (MEB), en la figura 3.2 se muestra el equipo mencionado. Las condiciones utilizadas se muestran en la tabla 3.3.

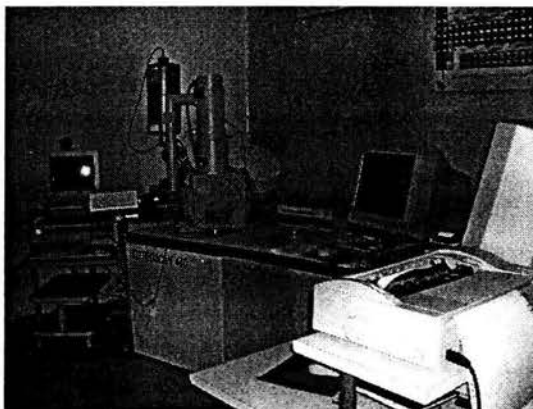


Figura 3.2 Microscopio Electrónico de Barrido (MEB).

Tabla 3.3 Condiciones empleadas del MEB.

Condición	Descripción
EHT = 20.00 kV	Se refiere al voltaje requerido para acelerar los electrones.
WD = 25 mm	Distancia de trabajo: distancia entre el haz de electrones y la muestra.
PROBE = 750 pA	Corriente generada por el haz de electrones.
Detector = QBSD	Detector de electrones retrodispersados (Back Scatering Detector).

3.8 Análisis de Difracción de Rayos X.

Para analizar las fases presentes en las probetas de las cuatro diferentes aleaciones, se utilizó un análisis de difracción de rayos X, después del ensayo de tracción.

La figura 3.3 A corresponde a una imagen general del equipo de difracción de rayos X utilizado y la figura 3.3 B corresponde a un acercamiento del mismo.

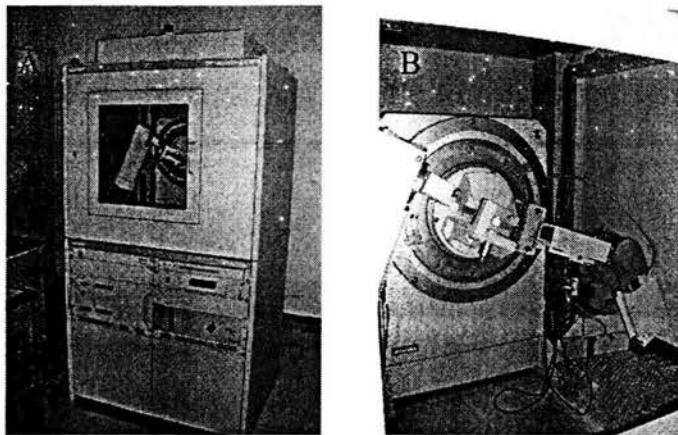


Figura 3.3 Equipo utilizado para realizar los análisis de Rayos X (R-X).

3.9 Análisis Térmico Diferencial de Barrido (DSC).

Este análisis térmico de las muestras de las distintas aleaciones permite determinar a que temperaturas se presentan los cambios de fase de las aleaciones y si estas temperaturas sufren variaciones significativas con los diferentes contenidos de plata. El equipo utilizado se muestra en la figura 3.4, el rango de temperatura que se establecio fue de 20 °C hasta 500 °C y con una rapidez de calentamiento de 20°C/min. consecutivamente el tiempo de enfriamiento se determino a 20°C. Se analizaron muestras después del ensayo de tracción para las cuatro composiciones.



Figura 3.4 . Equipo utilizado para realizar los análisis de calorimetría (DSC).

CAPITULO IV. “ANALISIS DE RESULTADOS”

4.1 Microestructuras en el estado de fundición.

En la figura 4.1 (A, B, C y D) se muestran las microestructuras de las cuatro aleaciones de Zinag después del proceso de fundición. Se observa que al solidificarse la mezcla de zinc, aluminio y plata con distintas composiciones se forman fases dendríticas, en donde se aprecia un crecimiento de dendritas de fase α con una aleación interdendrítica rica en zinc. Para el caso de la figura 4.1 A) la fase interdendrítica tiene una forma globular, donde las ramificaciones de las dendritas no se aprecian muy desarrolladas, sin embargo en las figuras B), C) y D) a medida que aumenta el contenido de plata se supone que este actúa como formador de las ramificaciones interdendríticas, a su vez, se aprecia una formación mayor de la mezcla de fases $\alpha + \eta$ que son las zonas negras de las microestructuras.

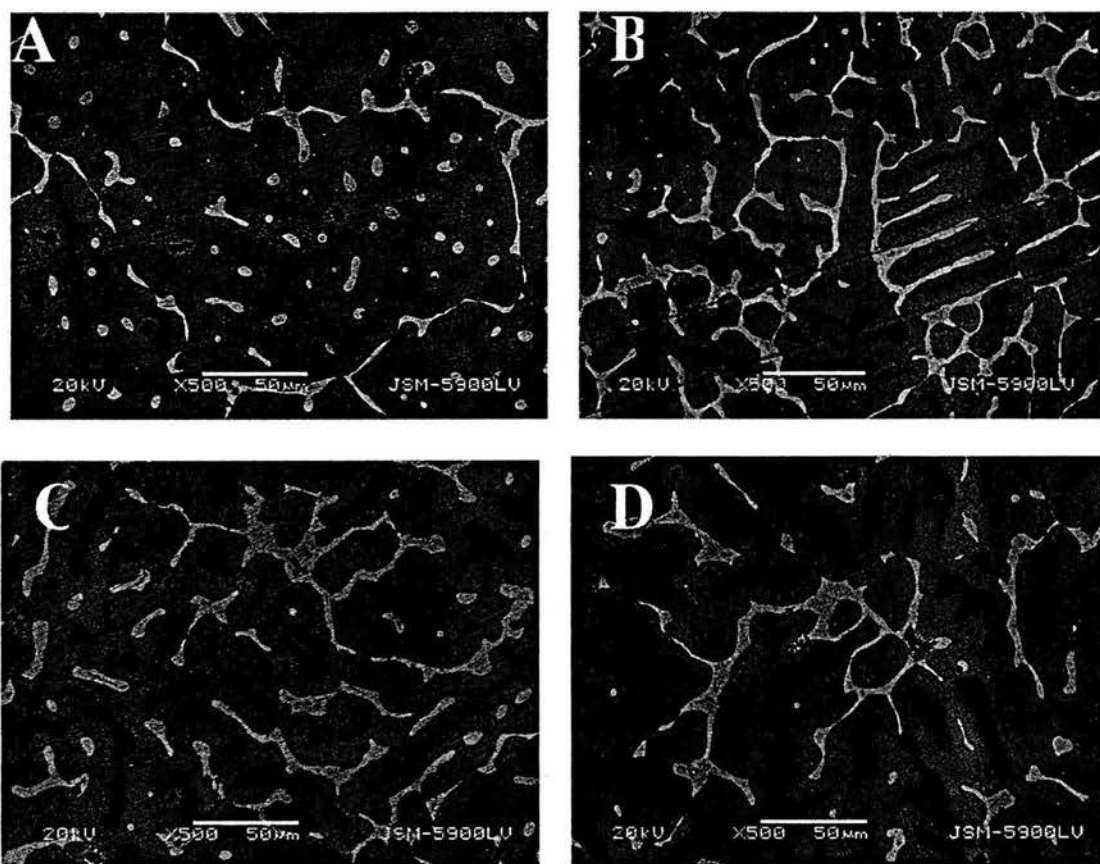


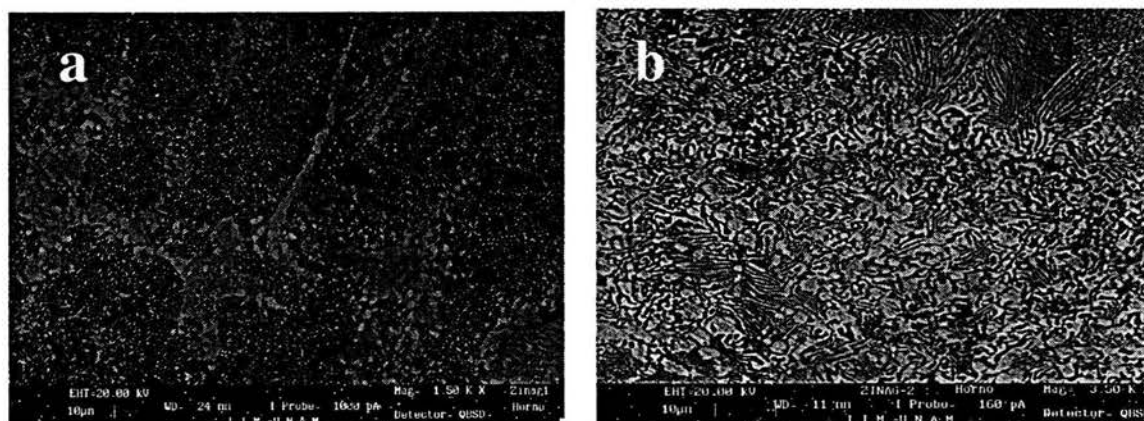
Figura 4.1 (A, B, C y D) Microestructuras de las aleaciones después de la fundición; A) Zinag-1, B) Zinag-2, C) Zinag-3 y D) Zinag-4.

4.1.1 Análisis de las Microestructuras con tratamientos térmicos.

A continuación se determinarán las modificaciones microestructurales que se presentaron después de realizar los tratamientos térmicos, por lo que se describirán las microestructuras de las aleaciones antes de la deformación, con lo que se pretende tener un punto de comparación entre la morfología del estado inicial y los cambios microestructurales que se presenten después del ensayo de tracción, por esta razón, se presentarán sólo las microestructuras que se consideren como representativas de los cambios antes mencionados.

4.1.1.1 Recocido. (Enfriamiento lento dentro del horno).

En la figura 4.2 (a, b, c y d), se muestran las microestructuras obtenidas después del tratamiento térmico de recocido realizado a las cuatro aleaciones en estudio. En la aleación Zinag 1, se distingue una estructura laminar de las fases $\alpha+\beta$, en la que se presentan zonas claras que son regiones ricas en zinc donde no se transformó completamente la estructura de grano fino por una mezcla homogénea de $\alpha+\eta$. Para la aleación Zinag 2, se observa a esta ampliificación una estructura de perlita laminar mezclada con regiones granulares. En Zinag 3, se distinguen regiones ricas en zinc que no tuvieron la oportunidad de mezclarse en las fases $\alpha+\eta$, lo que toma la apariencia de ser fronteras de granos, que es visible a esta ampliificación (2500 x), sin embargo, la estructura laminar es predominante. Finalmente en Zinag 4, se muestran regiones laminares y dos fases retenidas una rica en zinc que presenta el color gris oscuro y otra rica en aluminio como se muestra con la letra A.



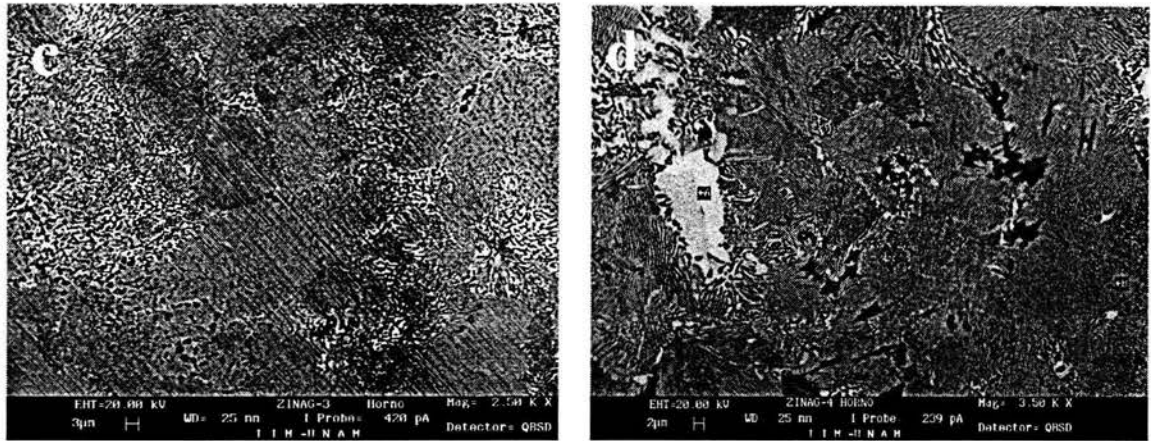
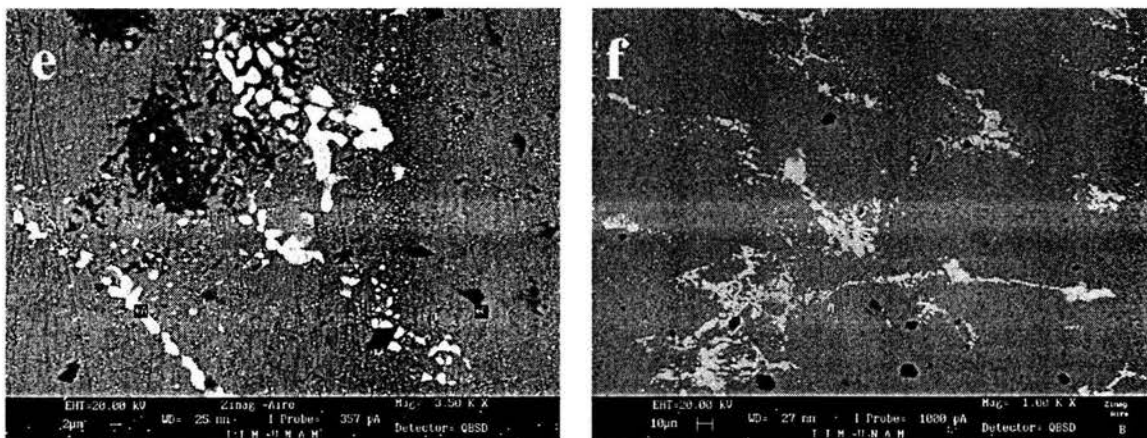


Figura 4.2 (a, b, c y d) Microestructuras de las aleaciones después del tratamiento térmico de recocido; a) Zinag-1, b) Zinag-2, c) Zinag-3 y d) Zinag-4.

4.1.1.2 Normalizado. (Enfriamiento al aire).

En la figura 4.3 (e, f, g y h) se muestran las microestructuras de las cuatro composiciones de Zinag con tratamiento térmico de normalizado, que se mantuvo una hora dentro del horno a una temperatura de 350 °C y después se enfrió en condiciones de convección natural de aire a temperatura ambiente. El efecto de la composición al modificar el tercer elemento se distingue claramente en el refinamiento de grano, dado que se considera que la fase de alta temperatura homogeniza la estructura final. Cabe destacar que la figura 4.3e), tiene la particularidad de que a esta composición las fases α y η no transformaron completamente después del tratamiento térmico ya que a 350°C no se presenta un cambio de fase, aunado a que la deformación plástica no fue la más eficiente



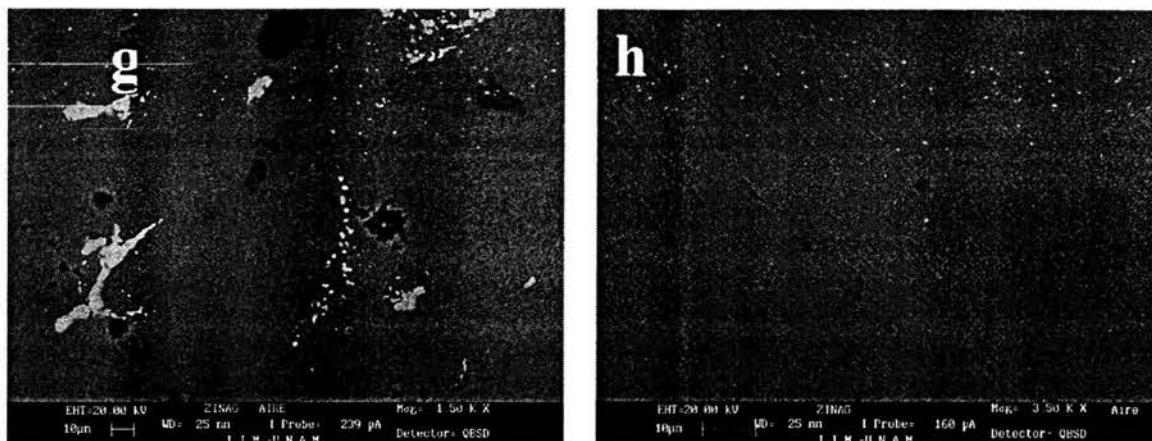
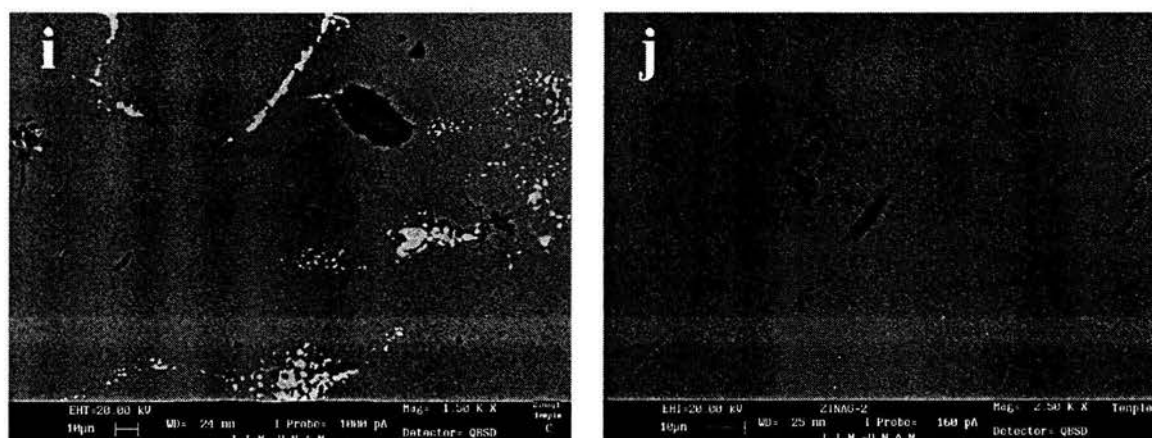


Figura 4.3 (e, f, g y h) Microestructuras de las aleaciones después del tratamiento térmico de normalizado; e) Zinag-1, f) Zinag-2, g) Zinag-3 y h) Zinag-4.

4.1.1.3 Enfriamiento rápido.

En la Figura 4.4 (i, j, k y l), se muestran las microestructuras después de haber realizado un enfriamiento rápido. Este enfriamiento hace que la estructura se transforme en granos más finos de las fases $\alpha + \eta$, en i) Zinag-1 y j) Zinag-2 solo se observa la estructura fina de las fases $\alpha + \eta$ pero en k) Zinag-3 se muestra claramente la fase η de alta temperatura la cual esta retenida, al aumentar la plata, (l) Zinag-4), las zonas ricas en zinc aumentan su porcentaje de acuerdo a la microestructura mostrada en esta figura, por lo que se puede distinguir una homogenización de esta fase de alta temperatura.



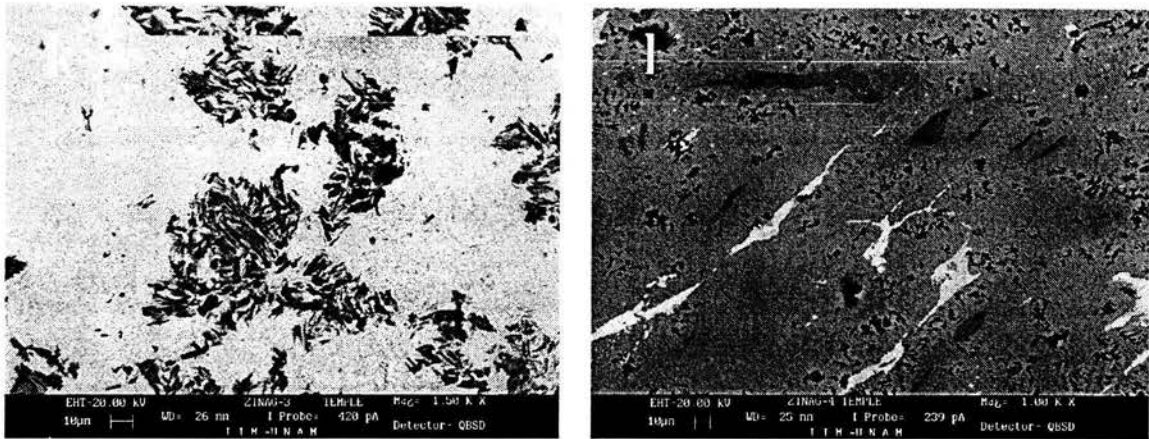
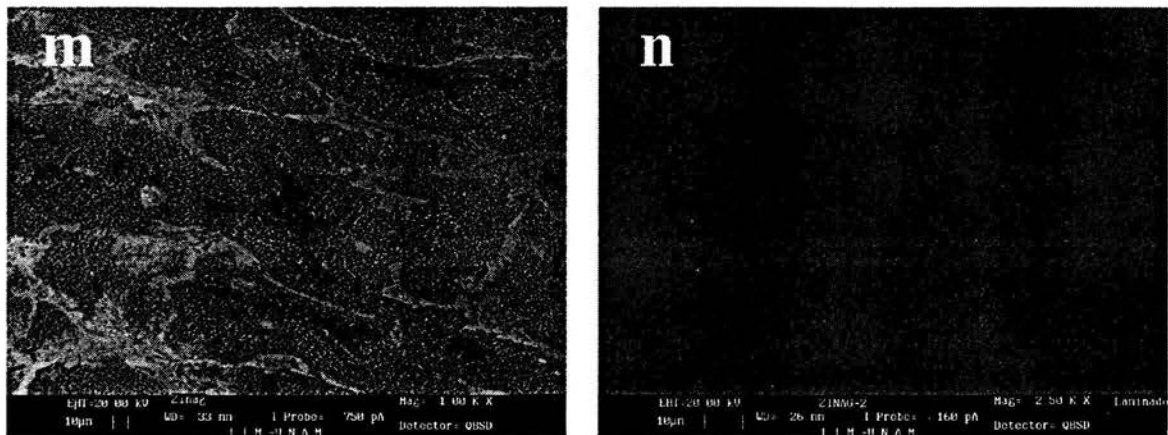


Figura 4.4 (i, j, k y l) Microestructuras de las aleaciones después del enfriamiento rápido; i) Zinag-1, j) Zinag-2, k) Zinag-3 y l) Zinag-4.

4.1.1.4 Laminado.

En la figura 4.5 (q, r, s y t), se observan las microestructuras obtenidas después del proceso de laminación de las cuatro composiciones en estudio. La laminación se realizó en caliente, donde se observa una ligera orientación de los granos en dirección de la laminación. El cambio de la estructura inicial de fundición es significativa de acuerdo a la transformación de estructura dendrítica a una estructura final de grano fino menor a $5\mu\text{m}$, donde la microestructura a gran ampliación presenta granos equiaxiales característico de las aleaciones Zinag, al ser tratadas termomecánicamente. En general para las 4 composiciones es importante distinguir a las dos fases existentes (α y η).



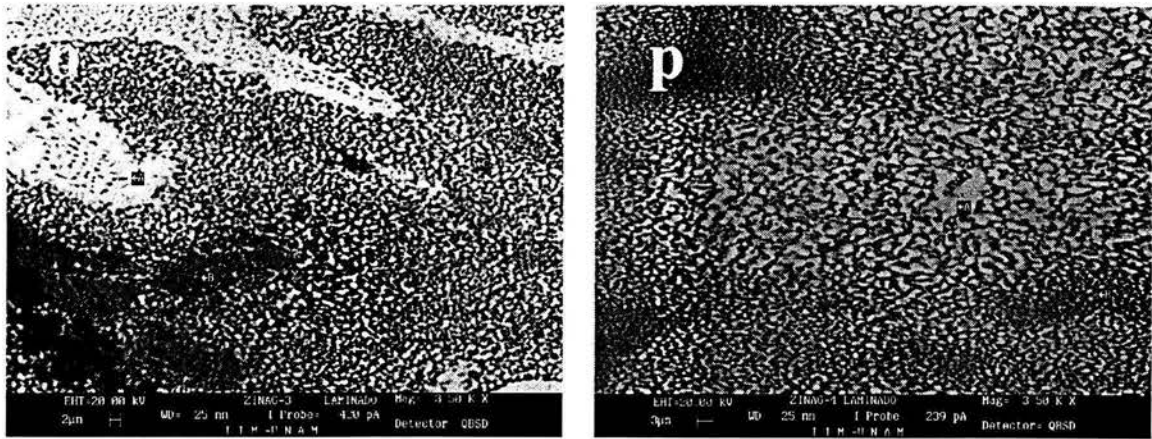


Figura 4.5 (q, r, s y t) Microestructuras de las aleaciones después de la laminación; m) Zinag-1, n) Zinag-2, o) Zinag-3 y p) Zinag-4.

4.2 Influencia de la laminación en los tratamientos térmicos.

Las aleaciones Zn-Al retienen fases metaestables de alta temperatura, las cuales experimentan transformaciones a fases de equilibrio de baja temperatura, con el tiempo. Adicionalmente, soluciones sólidas ricas en Zn y Al, formadas a temperatura elevada, necesitan una velocidad de enfriamiento más lenta para alcanzar el equilibrio por la precipitación del exceso de aluminio. La fase ϵ en estas aleaciones es también inestable a temperatura ambiente. Sin embargo, las reacciones toman lugar muy lentamente a temperatura ambiente y la velocidad de transformación de fase aumenta rápidamente conforme la temperatura se eleva. Las propiedades de tracción, resistencia al impacto y dureza se afectan por estos cambios en la microestructura, además de que algunas reacciones están acompañadas por cambios volumétricos.

4.2.1. Obtención del tamaño de grano.

La medición del tamaño de grano se basó en la norma ASTM E-112, y el procedimiento fue el siguiente:

En una microfotografía, se trazaron dos segmentos de recta de igual longitud (vertical y horizontal) en la zona donde se consideró que existía un tamaño de grano proporcional en todas direcciones, para que los valores obtenidos sean representativos; y se contaron los granos oscuros que intersectaban a las líneas.

Los valores calculados se muestran en la siguiente gráfica, donde el eje de las abscisas representa el tratamiento térmico al que se sometió cada aleación, para este caso, el número 1 simboliza el tratamiento térmico de recocido, el numero 2 corresponde al normalizado, el numero 3 al temple y por último, el número 4 al laminado.

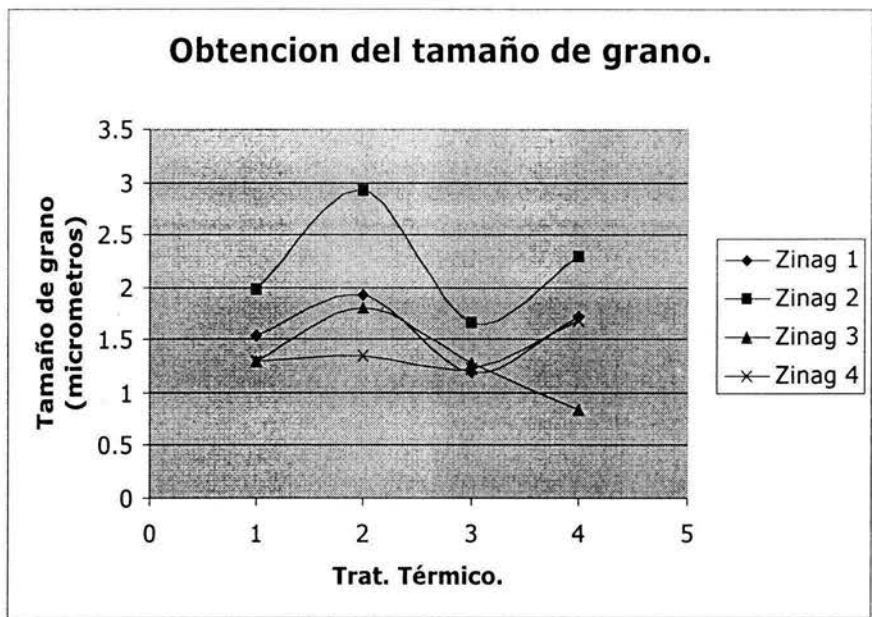


Fig. 4.6 Evaluación del tamaño de grano en las aleaciones en estudio.

4.3 Durezas en el proceso de laminación.

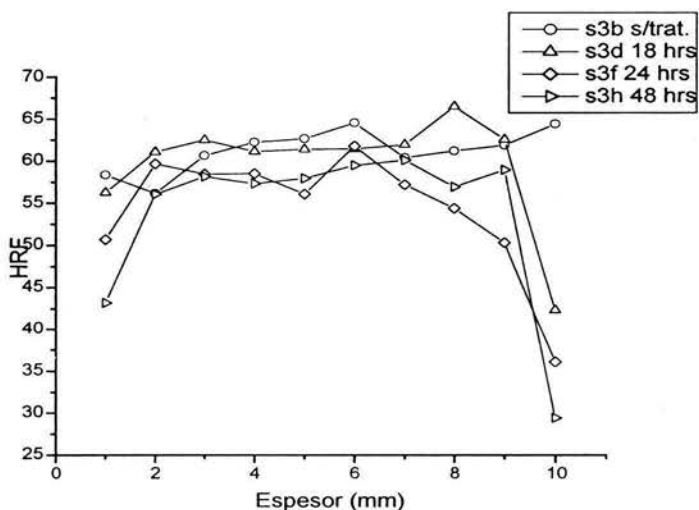


Figura 4.7 Durezas Rockwell (HRF) en el proceso de laminación de la aleación Zinag-1

En la figura 4.7 se muestra esquemáticamente el comportamiento de la no recristalización del material, por lo tanto, es de esperarse que el material presente un comportamiento constante en el trabajo mecánico, asumiendo que la laminación es en caliente, por tal motivo, si se analiza la secuencia de puntos en función del adelgazamiento de las probetas, solamente se vera afectado ligeramente al variar los tiempos de permanencia en el horno; el efecto final de la grafica 4.7 en la caída de la dureza es consecuencia de los últimos pasos de laminación que se realizaron en frío, para estos casos la dureza más baja se obtuvo a 24 y 18 hrs.

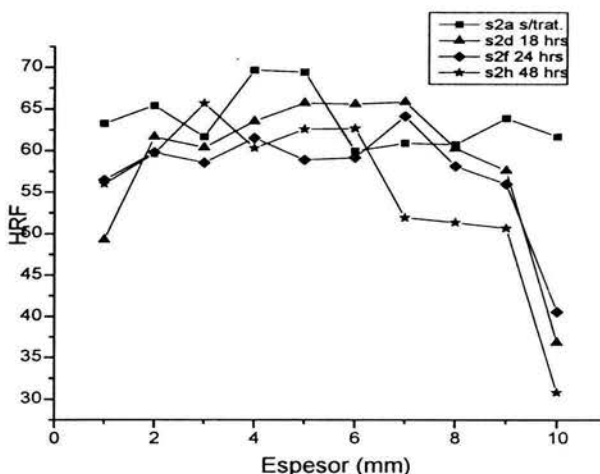


Figura 4.8 Durezas Rockwell (HRF) en el proceso de laminación de la aleación Zinag-2

La figura 4.8 muestra el comportamiento semejante a la aleación Zinag-1 asumiendo que la dureza más baja se obtiene a los tiempos de permanencia en el horno mayores, y la dureza en los pasos intermedios se mantiene constante, si se observa la trayectoria de la curva para la aleación sin tratamiento térmico, puede considerarse que en el espesor 4 y 6 puede existir un ligero endurecimiento; cabe destacar que para estos dos puntos en particular se puede considerar como un error experimental. En general, para los demás tratamientos térmicos, la dureza presenta valores semejantes.

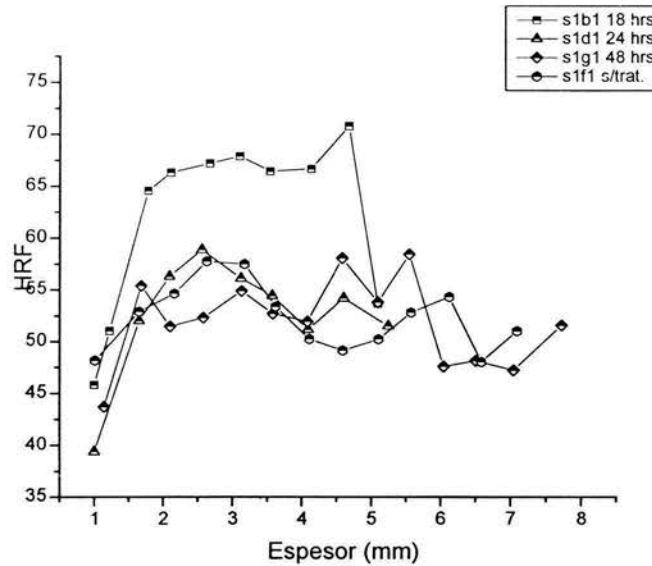


Figura 4.9 Durezas Rockwell (HRF) en el proceso de laminación de la aleación Zinag-3

En la figura 4.9 se observan las diferentes durezas de la aleación Zinag-3 al variar los tiempos de permanencia en el horno, considerando que a 18 hrs., la condición de laminación aumenta su dureza, en un orden de magnitud donde a esta composición y tratamiento térmico, presenta un valor alto de endurecimiento.

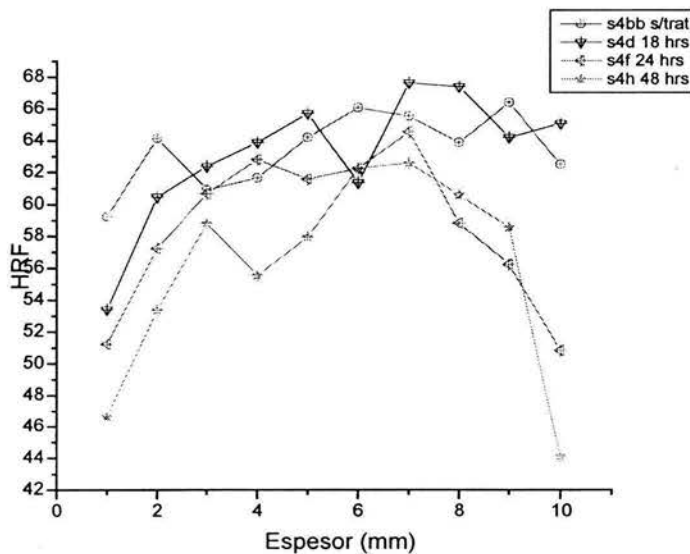


Figura 4.10 Durezas Rockwell (HRF) en el proceso de laminación de la aleación Zinag-4

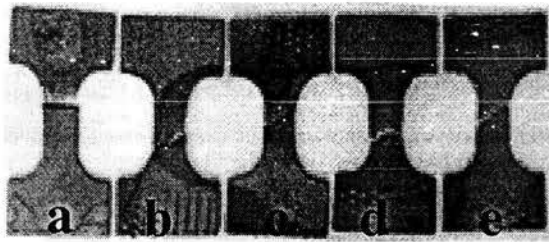
En la figura 4.10 se observan diferentes cambios producidos por el intermetálico $AgZn_3$, donde aparentemente la influencia del mismo se ve reflejada en pasos o etapas, los

cuales son reacomodamientos debidos a la homogenización del intermetálico en las fases α y η , que como se mencionó en los casos anteriores, a mayores tiempos de permanencia en el horno, la dureza disminuye. Para este caso en particular se considera que al aumentar la cantidad de plata en el eutectoide zinc – aluminio, el comportamiento termomecánico en función de la permanencia en el horno provoca una disminución en la dureza.

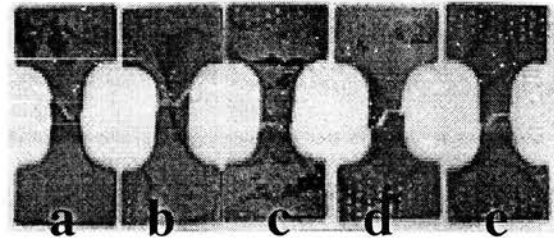
En general y de acuerdo a J. Ambriz^[33], el aumento y disminución de la dureza en función del espesor es consecuencia de la textura del material final; dicho comportamiento esta en estudio actualmente considerando que este trabajo se analizará con mas detalle con la técnica de OIM (Microscopia de Orientación de Imágenes, por sus siglas en inglés), la relación del estudio de Ambriz con estos resultados considerará un mecanismo de evaluación para este comportamiento mecánico de las aleaciones en estudio.

4.4 Resultados del ensayo de tracción con tratamiento térmico de recocido a temperatura ambiente.

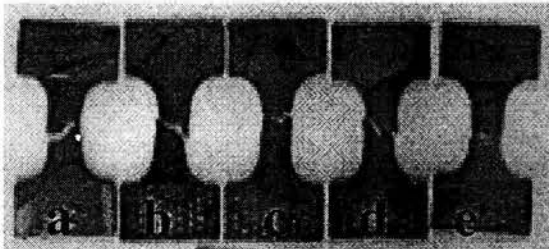
Las probetas de cada aleación ensayadas a temperatura ambiente con tratamiento térmico de recocido se muestran en la figura 4.11, en esta figura se muestra esquemáticamente la secuencia al variar la rapidez de la deformación, para poder comparar la deformación total de las probetas, donde se observó una fractura con un ángulo cercano a 45° a consecuencia de la presencia del inicio de grieta y de la propagación de la fractura, la cual dependerá de la rapidez de deformación. También se observó alguna probeta con un corte semirrecto que da origen a una fractura del tipo frágil sin ninguna deformación aparente.



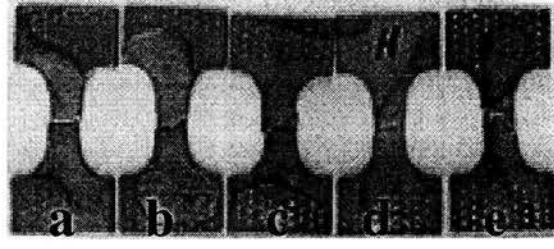
a)Zinag-1



b)Zinag-2



c)Zinag-3



d)Zinag-4

Figura 4.11. Muestras de las aleaciones después de haber realizado el ensayo de tracción con tratamiento térmico de recocido.

En la figura 4.12 se encuentran las curvas de deformación contra la rapidez de deformación de las cuatro aleaciones de Zinag y así como también la curva de esfuerzo contra la rapidez de deformación. Al analizar esta gráfica se observa que la aleación Zinag-3 tiene una deformación mayor en comparación con las aleaciones Zinag-1, Zinag-2 y Zinag-4.

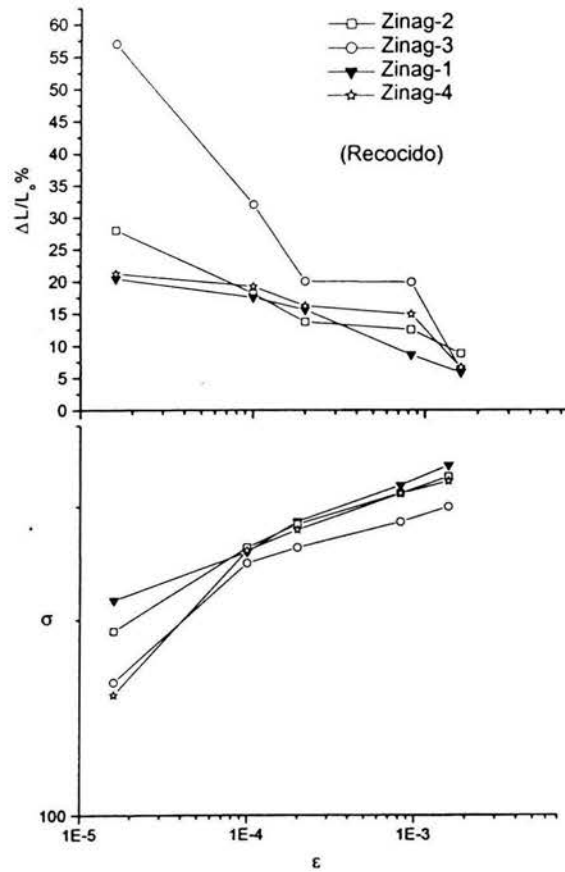


Figura 4.12. Resultados de las cuatro aleaciones sometidas al ensayo de tracción en muestras recocidas. Esfuerzo vs. Rapidez de deformación y Deformación vs. Rapidez de deformación

El cálculo de las pendientes de estas curvas nos indican los valores del índice de sensibilidad superplástico (m). Los valores para este tratamiento térmico son: en la región II para la aleación Zinag-1 $m = 0.36$, Zinag-2, $m = 0.61$, Zinag-3 $m = 0.89$ y Zinag-4 $m = 1.03$. En la región III, para la aleación Zinag-1, $m = 0.44$, Zinag-2, $m = 0.36$, Zinag-3, $m = 0.27$ y Zinag-4, $m = 0.30$.

4.4.1 Resultados del ensayo de tracción a temperatura ambiente con tratamiento térmico de normalizado.

Las probetas de cada aleación ensayadas a temperatura ambiente con tratamiento térmico de normalizado se muestran en la figura 4.13. Con el normalizado la deformación es menor; el efecto superplástico tiende a ser nulo, por la estructura final del tratamiento térmico. Al realizar un análisis visual no existe cambio aparente. Lo importante es observar que el tipo de fractura que presenta es la de un material frágil como se puede apreciar en Zinag-1, Zinag-2 y Zinag-3. Las probetas de la aleación Zinag-4 presentan en su mayoría fracturas con un ángulo aproximado a 45°.

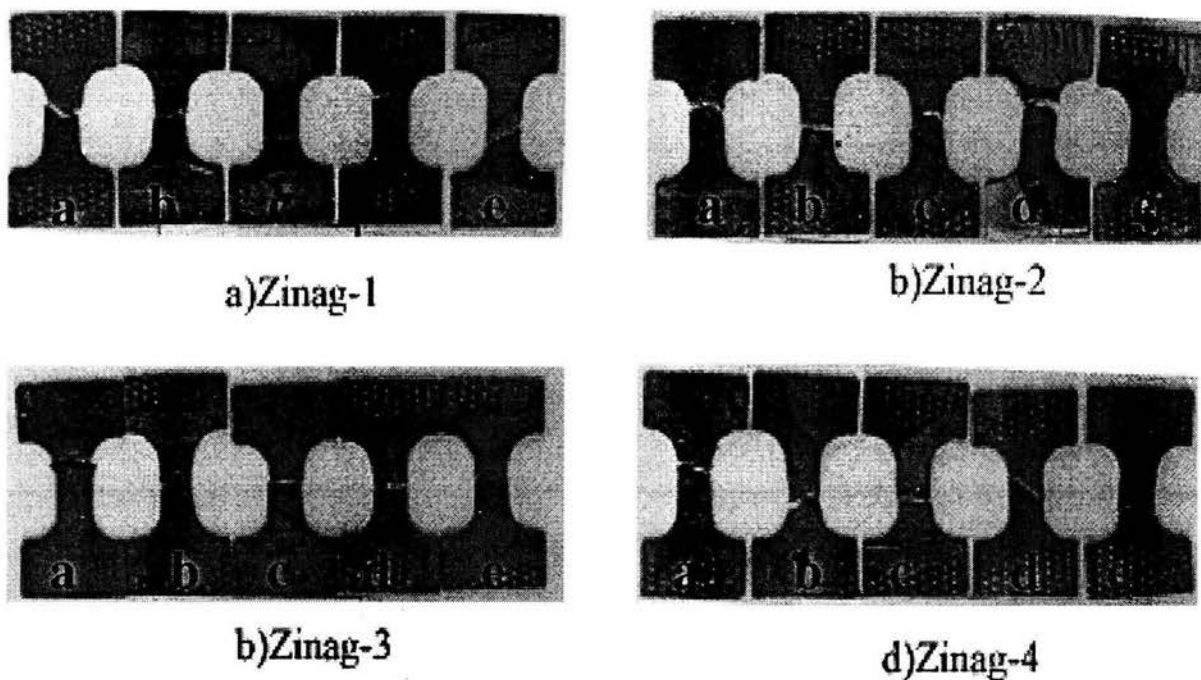


Figura.4.13. Muestras de las aleaciones después de haber realizado el ensayo de tracción con tratamiento térmico de normalizado.

En la figura 4.14 se presentan las curvas de deformación contra la rapidez de deformación de las cuatro aleaciones de Zinag y así como también la curva de esfuerzo contra la rapidez de deformación. En la gráfica deformación contra rapidez de deformación, se observa que la curva correspondiente a la aleación Zinag-4 es la que tiene el máximo valor de deformación de las cuatro aleaciones. Lo que implica que la plata esta ayudando

al deslizamiento y movimiento de límites de grano, permitiendo que se tenga una mayor deformación.

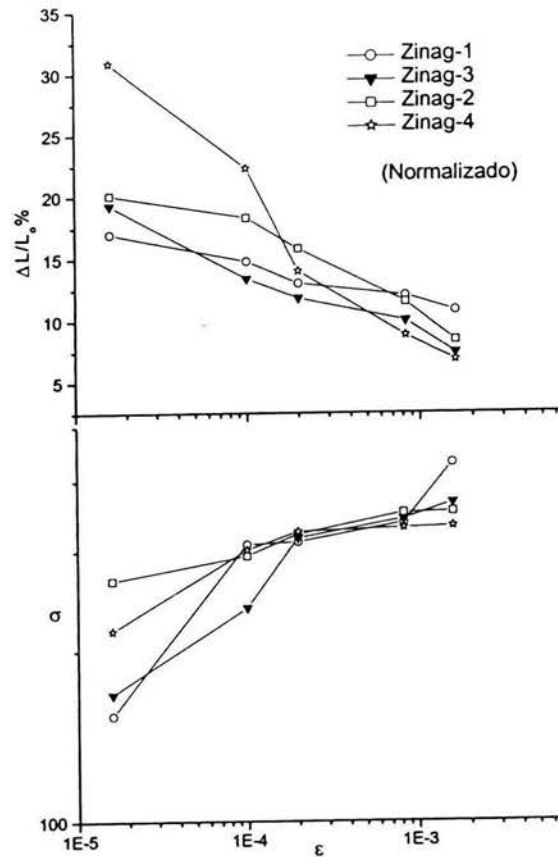


Figura 4.14. Resultados de las cuatro aleaciones sometidas al ensayo de tracción en muestras normalizadas. Esfuerzo vs. Rapidez de deformación y Deformación vs Rapidez de deformación.

Como en el caso anterior, los valores obtenidos del índice de sensibilidad superplástico (m) son: En la región II, para la aleación Zinag-1 $m = 0.93$, Zinag-2, $m = 0.25$, Zinag-3, $m = 0.86$ y Zinag-4, $m = 0.54$.

En la región III, para la aleación Zinag-1 $m = 0.52$, Zinag-2, $m = 0.17$, Zinag-3, $m = 0.25$ y Zinag-4, $m = 0.085$.

4.4.2 Resultados del ensayo de tracción a temperatura ambiente después de realizar un enfriamiento rápido.

Las probetas de cada aleación ensayadas a temperatura ambiente después de realizar un enfriamiento rápido se muestran en la figura 4.15. Se observa que las probetas de las cuatro aleaciones con una deformación mayor tienen como detalle un encuellamiento. Esto ocurre por efecto del enfriamiento rápido al que fueron sometidas las probetas de las cuatro aleaciones de Zinag.

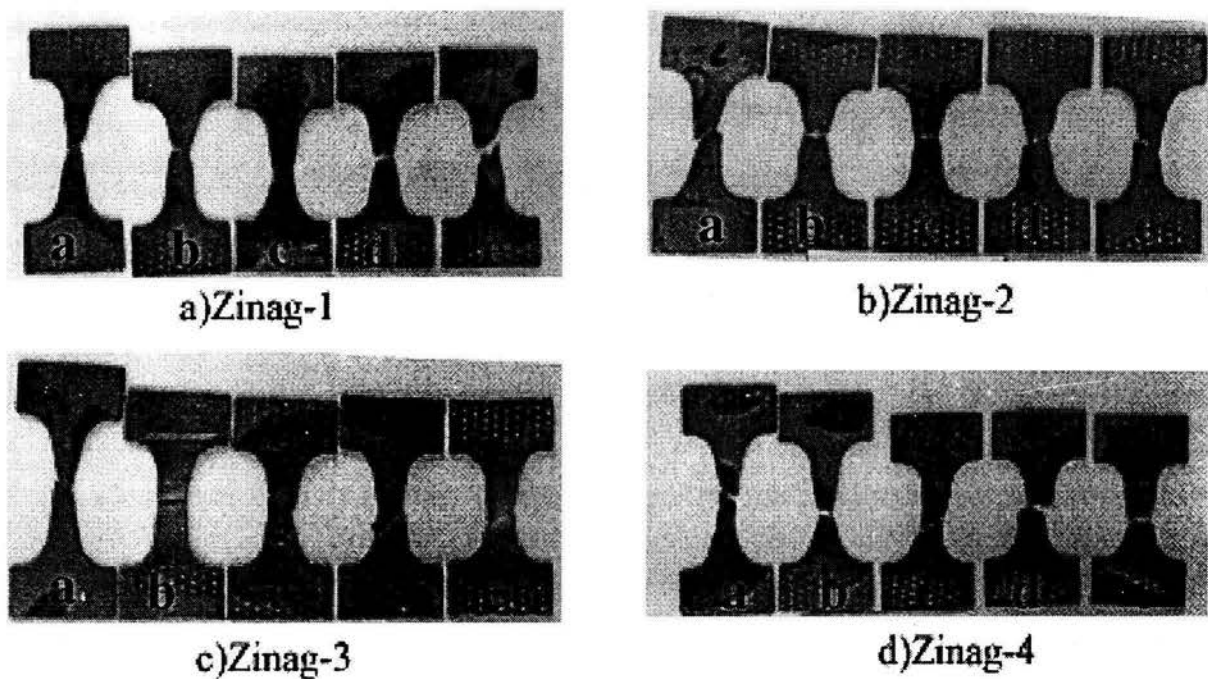


Figura 4.15. Muestras de las aleaciones después de haber realizado el ensayo de tracción sometidas a un enfriamiento rápido.

En la figura 4.16 se encuentran las curvas de deformación contra la rapidez de deformación de las cuatro aleaciones de Zinag, así como también la curva de esfuerzo contra la rapidez de deformación. En la parte superior de esta figura se encuentra la curva de deformación contra rapidez de deformación. Se observa que la aleación que tiene la mayor deformación es Zinag-4.

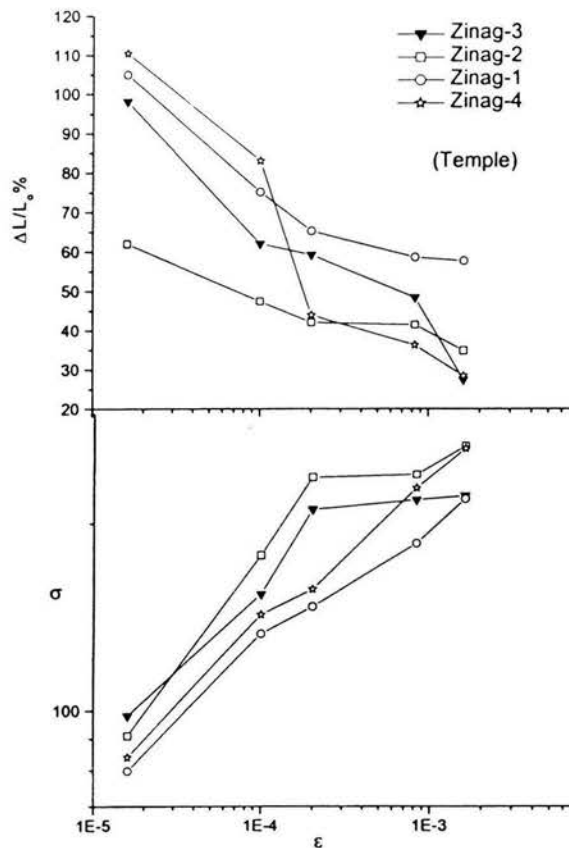


Figura 4.16. Resultados de las cuatro aleaciones sometidas al ensayo de tracción en muestras enfriadas rápidamente. Esfuerzo vs Rapidez de deformación y Deformación vs Rapidez de deformación .

Los valores del índice de sensibilidad superplástico (m) son: para la aleación Zinag-1 $m = 0.79$, Zinag-2, $m = 0.83$, Zinag-3, $m = 0.64$ y Zinag-4, $m = 0.83$. cabe señalar que únicamente se obtienen valores en la región II, considerando que el material solo presenta ese comportamiento inducido por la rapidez de deformación a la que se realizó el ensayo.

4.4.3 Resultados del ensayo de tracción a temperatura ambiente en estado de laminación.

Las probetas de cada aleación ensayadas a temperatura ambiente en estado de laminación se muestran en la figura 4.17. Las probetas de las cuatro aleaciones con una

mayor deformación tienen un detalle muy característico que consiste en el encuellamiento en función de la deformación y la rapidez de deformación.

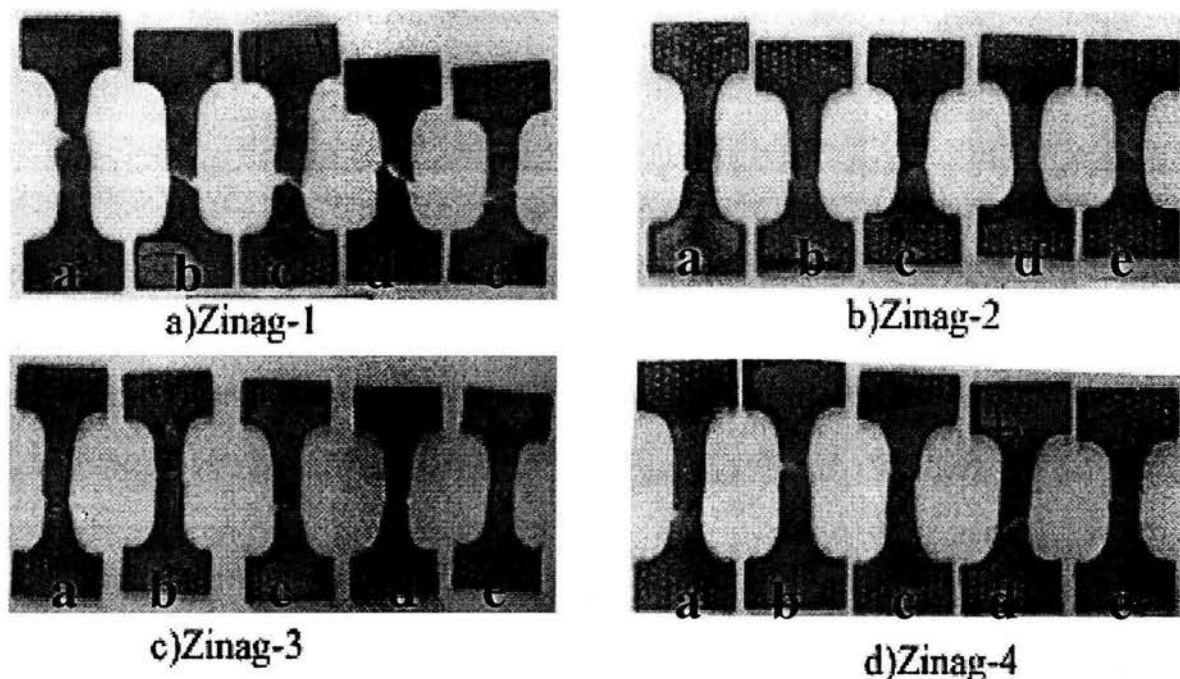


Figura.4.17. Muestras de las aleaciones después de haber realizado el ensayo de tracción en estado de laminación.

En la figura 4.18 se encuentran las curvas de deformación contra la rapidez de deformación de las cuatro aleaciones de Zinag, así como también la curva de esfuerzo contra rapidez de deformación. En la parte superior se encuentra la curva deformación contra rapidez de deformación; la aleación Zinag-1 muestra el mayor porcentaje de deformación comparado con las otras aleaciones. Sin embargo, las aleaciones Zinag-2 y Zinag-4 muestran un comportamiento similar, y la de menor deformación es la aleación Zinag-3.

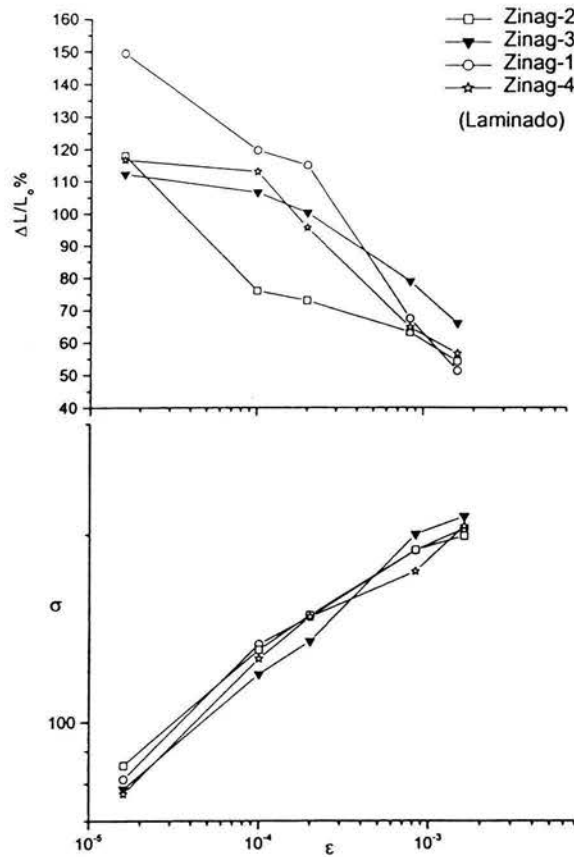


Figura 4.18. Resultados de las cuatro aleaciones sometidas al ensayo de tracción en muestras en estado de laminación. Esfuerzo vs Rapidez de deformación y Deformación vs Rapidez de deformación.

Los valores del índice de sensibilidad superplástico (m) son: para la aleación Zinag-1 es de $m = 0.70$, Zinag-2 $m = 0.67$, Zinag-3 $m = 0.81$ y Zinag-4 $m = 0.76$.

Como en el caso anterior, solo se obtuvieron valores de la región II ya que, como se observa claramente en la grafica, el material solo presenta este comportamiento.

4.5 Microestructuras de las muestras después del ensayo de tracción.

Después de realizar el ensayo de tracción, se seleccionaron las probetas de cada tratamiento térmico que presentaron mayor deformación para analizarlas con la ayuda del

Microscopio Electrónico de Barrido; en la figura 4.19 se muestran las zonas o regiones en las que se tomaron las microfotografías.

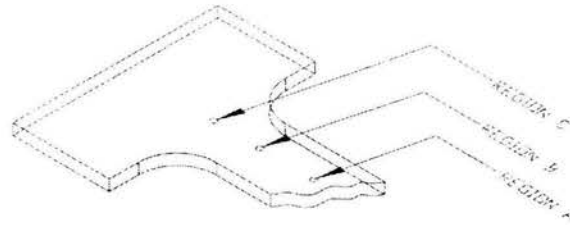


Figura 4.19 Muestra las regiones de la probeta en donde se realizó la MEB.

Cabe destacar que a continuación solo se presentan las microfotografías de la región A, ya que se consideró que la región de interés era la de la fractura, para saber que cambios microestructurales se habían presentado.

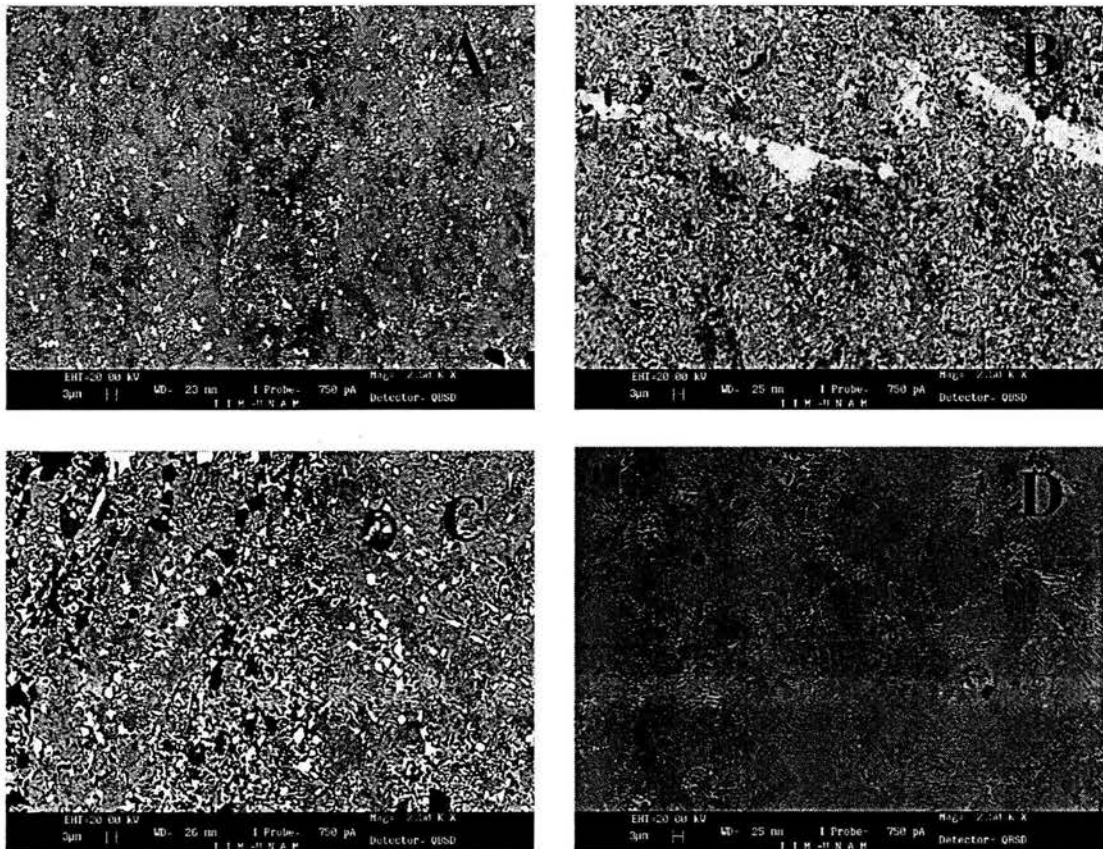


Figura 4.20 (A, B, C, y D) con tratamiento térmico de recocido en la Región A; A) Zinag-1, B) Zinag-2, C) Zinag-3 y D) Zinag-4.

En la figura 4.20 se observa la microestructura que presentan las aleaciones propuestas de Zinag, con tratamiento térmico de recocido. La estructura presenta un porcentaje considerable de perlita fina, así como la fase $\alpha + \beta$ en pequeña proporción en la figura D se distinguen claramente colonias de perlita fina con orientación preferencial, pero también se observa la fase $\alpha + \beta$ que no alcanzó a transformarse a perlita fina durante el tratamiento. Esto puede ser debido a que se requiere más tiempo para transformar la estructura $\alpha + \beta$ a $\alpha + \eta$, lo que se observa en las figuras A, B y C, lo cual puede ser un inconveniente. Además en la figura B, se observan zonas blancas que se presentan debido a que se sufrió una deformación en la dirección de la laminación.

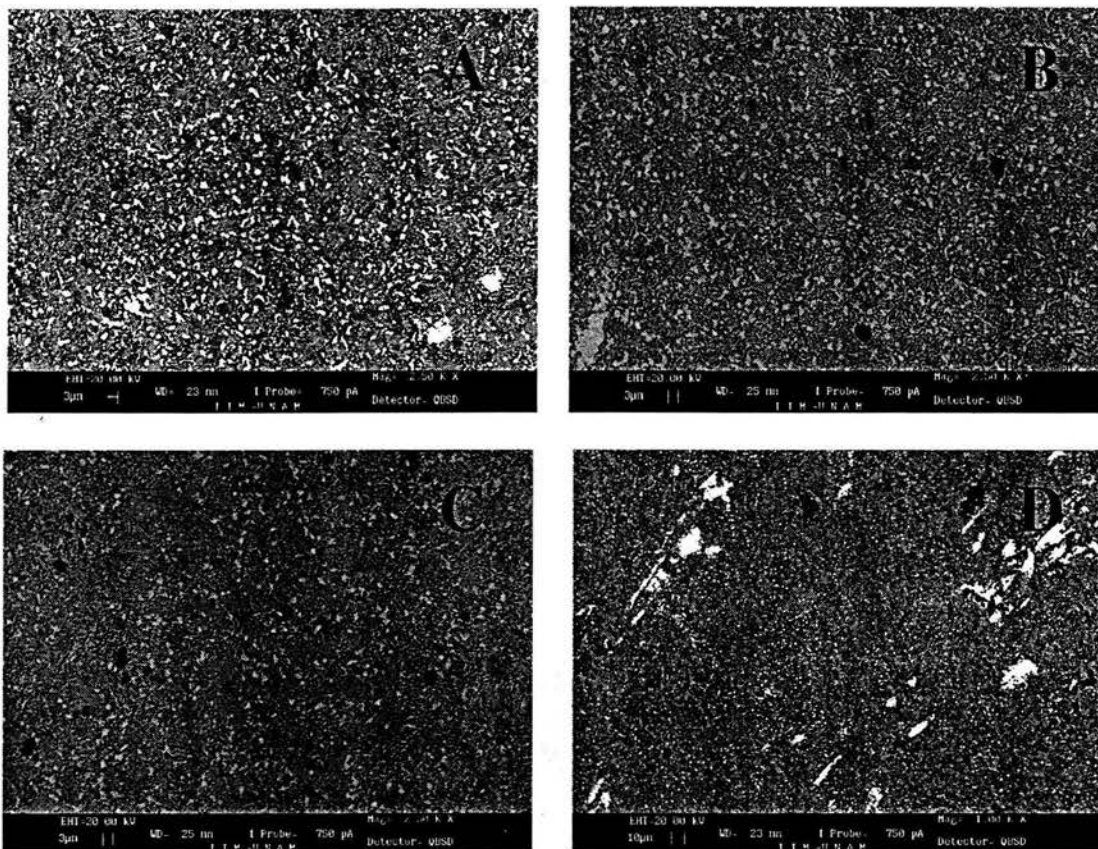
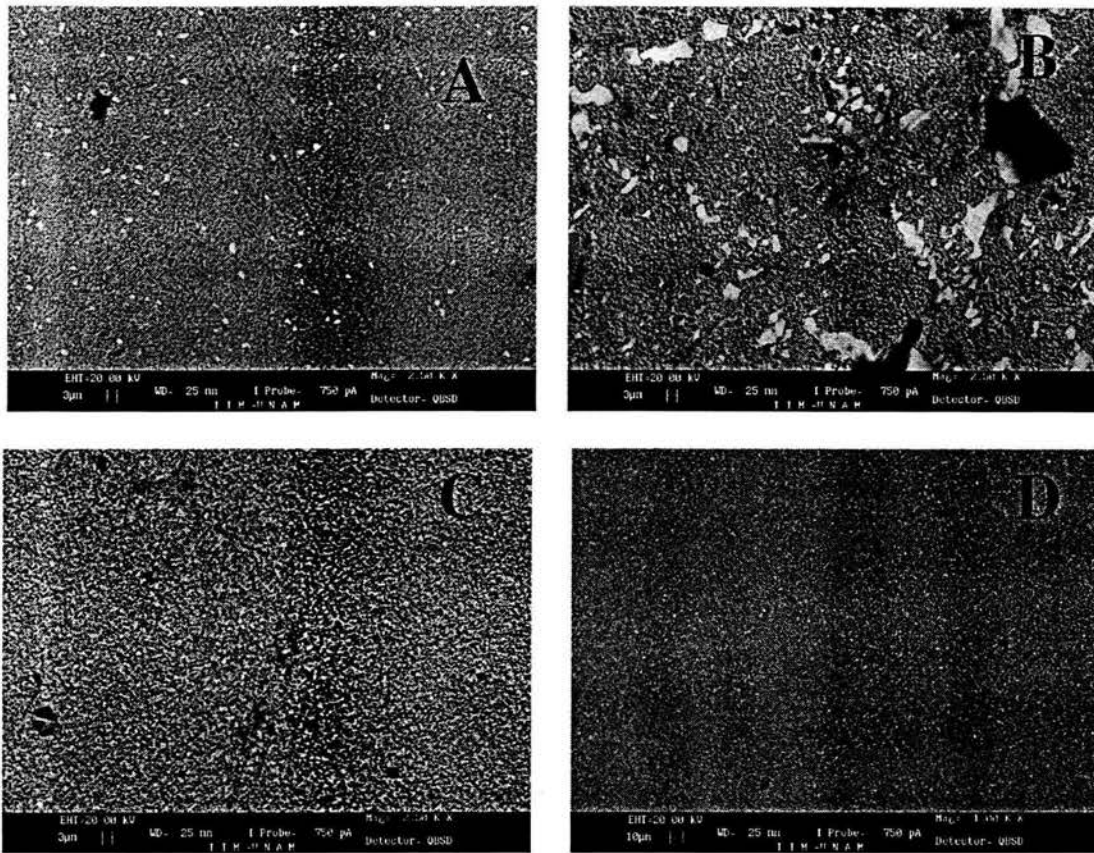


Figura 4.21 (A, B, C, y D) con tratamiento térmico de normalizado en la Región A.
A) Zinag-1, B) Zinag-2, C) Zinag-3 y D) Zinag-4.

En la figura 4.21 se muestran las microestructuras con tratamiento térmico de normalizado. La microestructura tiene una apariencia de granos equivalentes de las fases $\alpha + \eta$, y se presenta de forma granular fina y dispersa en la matriz, esto sucede porque al laminar en caliente, se fraccionan en partes y adquiere una configuración esferoideal. Los

precipitados contenidos en la fase η adquieren una forma mas alargada orientada en sentido de la laminación. El zinc distribuido en la superficie de la matriz forma precipitados de fase η , disminuyendo la concentración de este elemento en la matriz realizándose una transformación al campo de las fases de equilibrio $\alpha + \eta$.



*Figura 4.22 (A, B, C, y D) con enfriamiento rápido en la Región A;
A) Zinag-1, B) Zinag-2, C) Zinag-3 y D) Zinag-4.*

En la figura 4.22 se muestra una microestructura que esta compuesta por las fases $\alpha + \eta$, la forma de las fases es granular (perlita granular), con un tamaño de grano promedio menor a $3 \mu\text{m}$. La presencia de las fases $\alpha + \eta$ en forma granular se debe a que la descomposición de la fase α se presenta a temperaturas de deformación menores a $\approx 20^\circ \text{C}$, las cuales son fáciles de alcanzar al enfriar en agua las aleaciones en estudio desde una temperatura de 350°C . En la estructura que se observa en las figuras A, C y D se muestran algunos remanentes de la fase α primaria y del constituyente eutectico. En B se observa la presencia de una mayor retención de α y de η donde se orientan en dirección de la deformación.

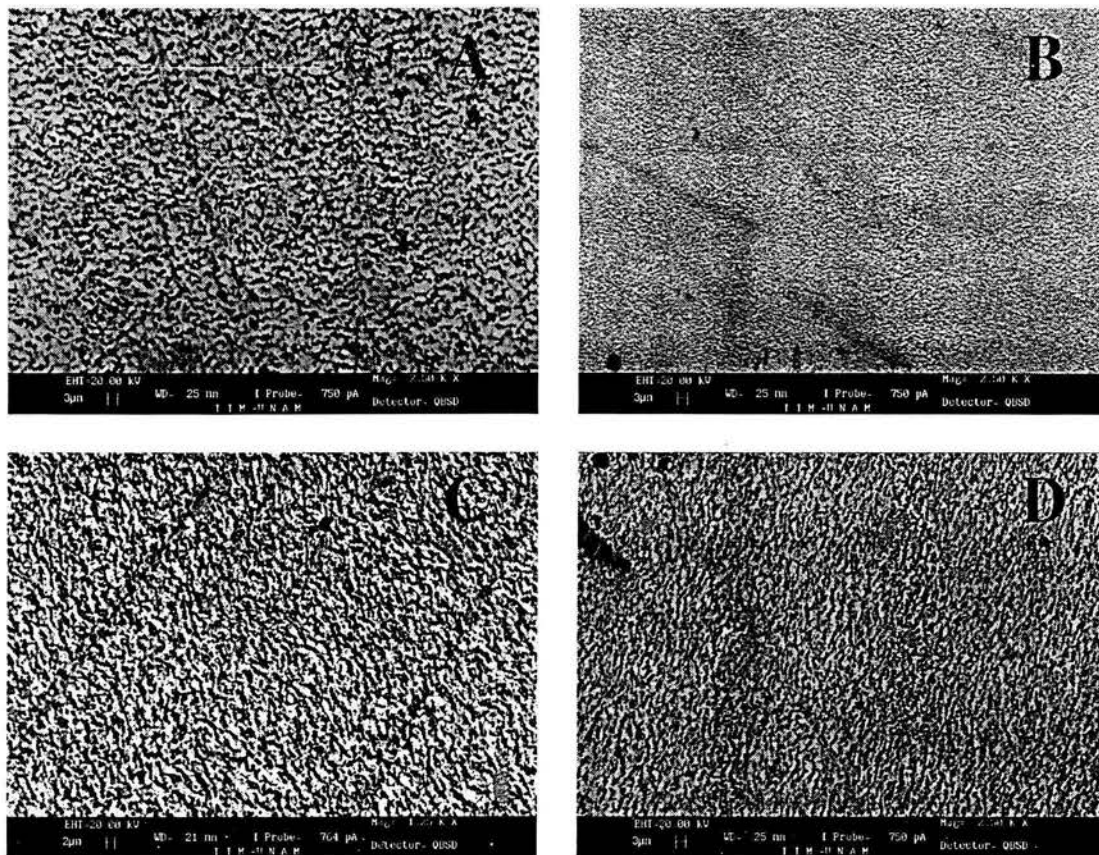


Figura 4.23 (A, B, C, y D) son microestructuras es estado de laminación en la Región A; A) Zinag-1, B) Zinag-2, C) Zinag-3 y D) Zinag-4.

En la figura 4.23 se observa como la estructura sufre una modificación, debido al que hubo una recrystalización de la fase $\alpha + \eta$, donde el tamaño de grano promedio se encuentra por debajo de $3\mu\text{m}$. Además se observa el efecto plástico de la deformación en la microestructuras A, B, C y D, donde se ve una homogenización de la microestructura de laminado. Así como también se presenta una orientación preferencial de la laminación, y como la plata es uno de los elementos que es benéfica, ya que ayuda a la transformación de fase y al aumento en el refinamiento de grano.

4.6 Durezas después del ensayo de tracción.

Después de realizar los tratamientos térmicos y el ensayo de tracción, se hizo la medición de la dureza de las mismas. Las gráficas presentadas a continuación son promedios de los valores de dureza correspondientes a las probetas en estudio. La figura 4.24 Muestra las tres distintas zonas en las que se hicieron las mediciones.

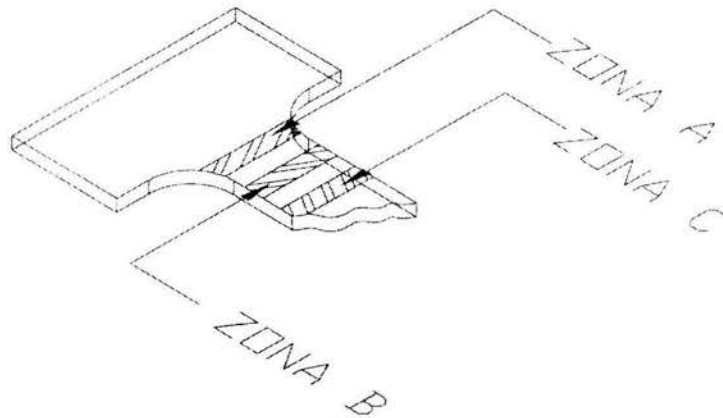


Figura 4.24 Muestra las zonas de la probeta en donde penetra el indentador del durómetro.

En la figura 4.25 en la zona B es donde se produce el mayor endurecimiento por deformación; la aleación de mayor dureza resulta ser la Zinag-2 y la de menor dureza es Zinag-4, mientras que Zinag-1 y Zinag-3 tiene un comportamiento similar en esta zona. Todas empiezan de una dureza menor en la zona A, pasan a una mayor en la zona B y tienden a bajar en la zona C.

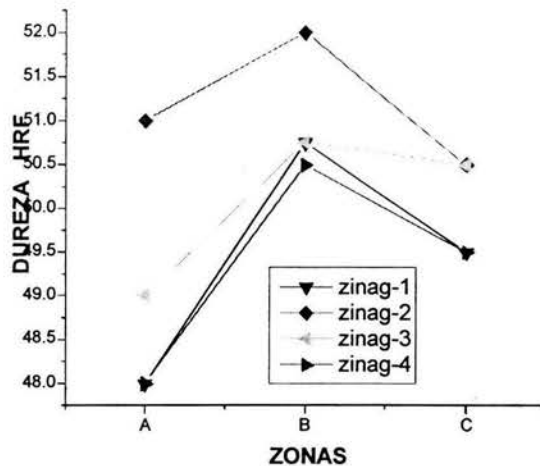


Figura 4.25 Dureza de muestras después del ensayo de tracción de con tratamiento térmico de recocido

En la figura 4.26 se muestra los valores de dureza obtenidos de las probetas con tratamiento térmico de normalizado, la aleación que presenta la mayor dureza es Zinag-3 y la de menor es Zinag-4, donde la aleación Zinag-1 en la zona B y zona C se mantuvo constante.

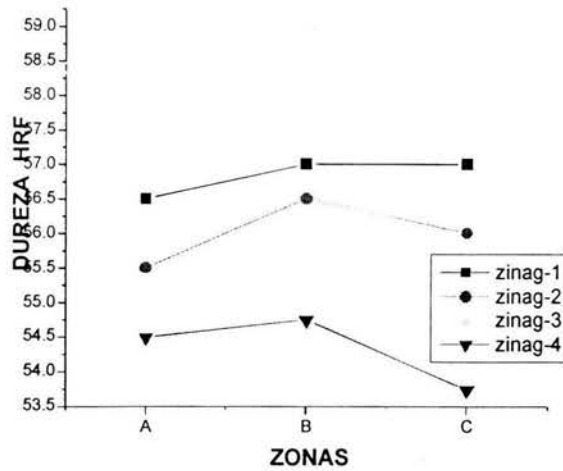


Figura 4.26 Dureza de muestras después del ensayo de tracción con tratamiento térmico de normalizado.

En la figura 4.27 se muestran los valores de dureza de las probetas enfriadas rápidamente, donde se observa que la aleación que presenta mayor dureza es Zinag-2 y la de menor dureza es Zinag-3 al igual que Zinag-1. Cabe destacar que contrario a lo que sucede en las aleaciones ferrosas, las muestras que tienen menor valor de dureza Rockwell (HRF), son las que fueron sometidas a un enfriamiento rápido, comparándolas con las de recocido y normalizado, que en este caso presentan valores mayores de dureza.

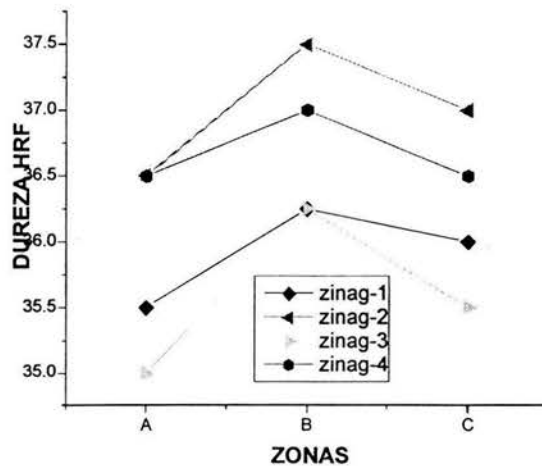


Figura 4.27 Dureza de muestras después del ensayo de tracción enfriadas rápidamente.

La figura 4.28 son los valores de dureza de las probetas en estado de laminación después de haber realizado el ensayo de tracción. En la zona A, las aleaciones Zinag-1 y

Zinag-3 presentan un comportamiento similar, mientras que en la misma zona, Zinag-2 es menor a Zinag-4. En la Zona B la dureza mayor la presenta Zinag-3, y la menor Zinag-4. En la zona C se mantiene el mismo comportamiento que en la zona B.

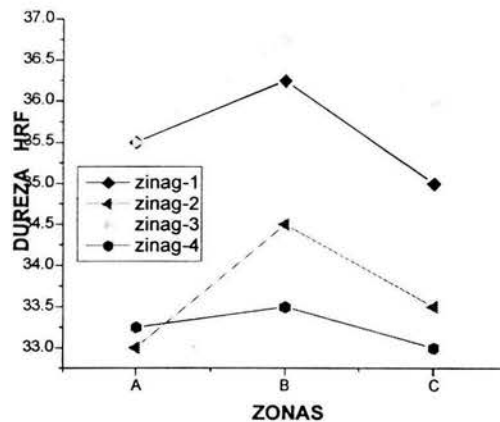


Figura 4.28 Dureza de muestras después del ensayo de tracción en estado de laminación.

4.7 Resultados del Análisis Térmico Diferencial de Barrido (DSC).

En la tabla se presentan los valores de temperatura a los cuales se presentan las reacciones endotérmicas y exotérmicas de las muestras de cada aleación. Para este ensayo los tiempos de calentamiento y análisis se determinaron por intervalos de 10 °C tomando valores cada minuto, considerando que el tiempo total es de 1 hr con 40 minutos. De los resultados obtenidos para cada composición existen ligeras variaciones de temperatura, que van de 1 a 5 °C.

Tabla 4.1. Valores de temperatura de cambio de fase obtenidos mediante análisis de calorimetría.

Zinag-1

EXOTÉRMICA [°C]	FASE	ENDOTÉRMICA [°C]	FASE
232.13	AlZn+Zn	448.27	ZnAl+liquido
375.55	ZnAl+liquido	288.21	AlZn+Zn
471.89	Edo. Liquido		

Zinag-2

EXOTÉRMICA [°C]	FASE	ENDOTÉRMICA [°C]	FASE
237.1	AlZn+Zn	449.13	ZnAl+liquido
380.86	ZnAl+liquido	295.92	AlZn+Zn
396.79	ZnAl+liquido		
469.61	Edo. Liquido		

Zinag-3

EXOTÉRMICA [°C]	FASE	ENDOTÉRMICA [°C]	FASE
235.37	AlZn+Zn	448.6	ZnAl+liquido
378.59	ZnAl+liquido	292.69	AlZn+Zn
470.37	Edo. Liquido		

Zinag-4

EXOTÉRMICA [°C]	FASE	ENDOTÉRMICA [°C]	FASE
234.62	AlZn+Zn	456.33	ZnAl+liquido
377.94	ZnAl+liquido	392.48	AlZn+Zn
470.37	Edo. Liquido	292.8	AlZn+Zn

De este análisis se puede comentar que los valores de temperatura obtenidos son muy cercanos a los que se tienen en el sistema binario Zn-Al, es decir, la plata no modifica sustancialmente las temperaturas de cambio de fase, solo en algunos casos siendo las variaciones máximas de aproximadamente 24°C.

4.8 Resultados del Análisis de Rayos X (R-X).

Ahora se presentan los resultados del análisis de rayos X, mismos que permitirán verificar los datos aportados por la Microscopia Electrónica de Barrido. Los difractogramas proporcionados por este análisis se muestran en las siguientes 4 gráficas, que se agruparon de acuerdo a los tratamientos térmicos realizados a las muestras, con la finalidad de observar las modificaciones que sufre la red cristalina de cada composición en particular. Cabe señalar que para este estudio se confinaron los difractogramas en un ángulo de 2θ de 30 a 60°, considerando que en este rango se encuentran las reflexiones más importantes de las aleaciones y que después de los 60° se encuentran repeticiones del rango anterior pero con menor intensidad, asumiendo que la escala real es de 0 a 120°; así mismo, se verificó la existencia de la fase ϵ en función del contenido de plata.

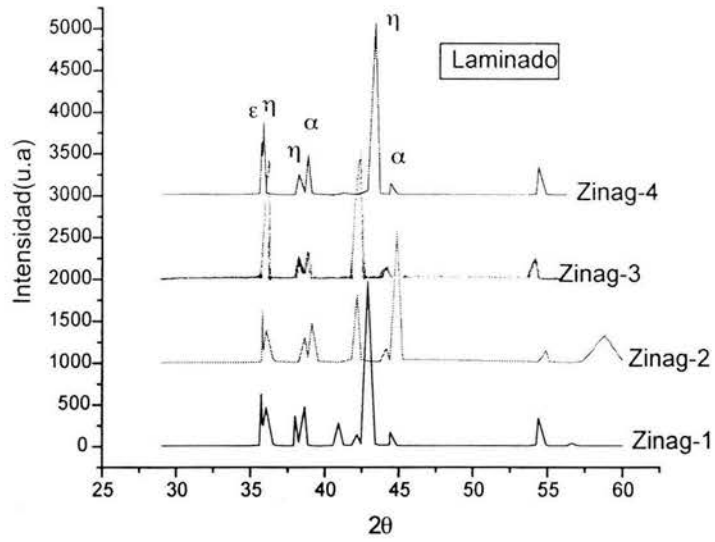


Figura 4.29. Difractogramas de fases presentes en estado de laminación

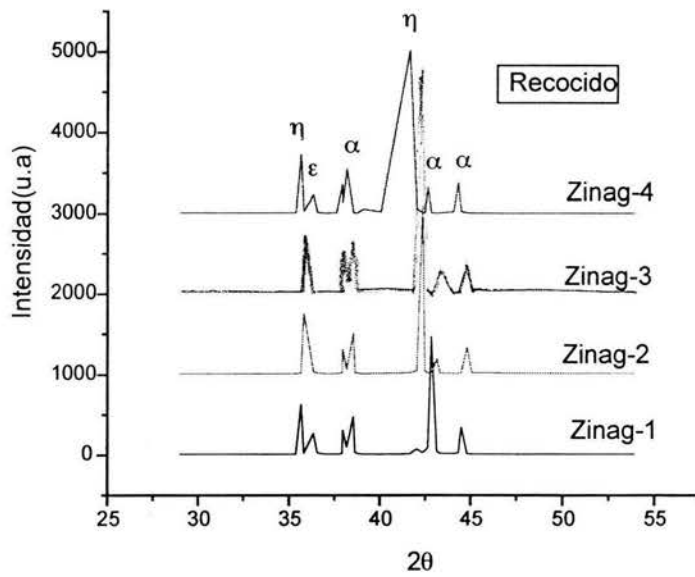


Figura 4.30. Difractogramas de fases presentes en las aleaciones con tratamiento térmico de recocido.

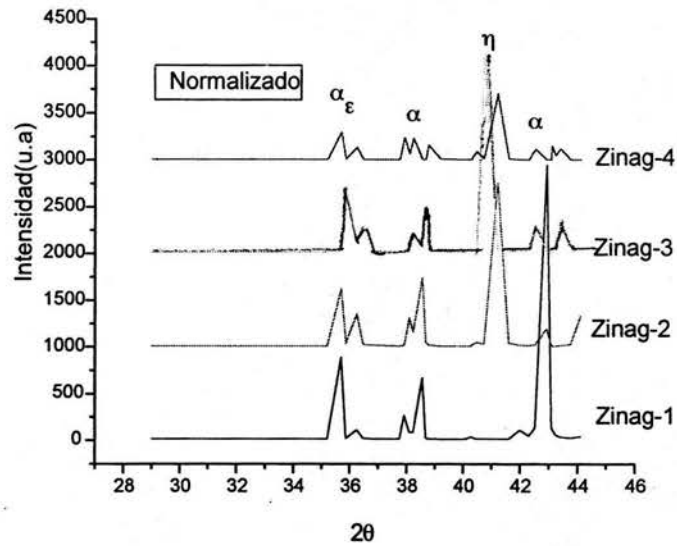


Figura 4.31. Difractogramas de fases presentes en las aleaciones con tratamiento térmico de normalizado.

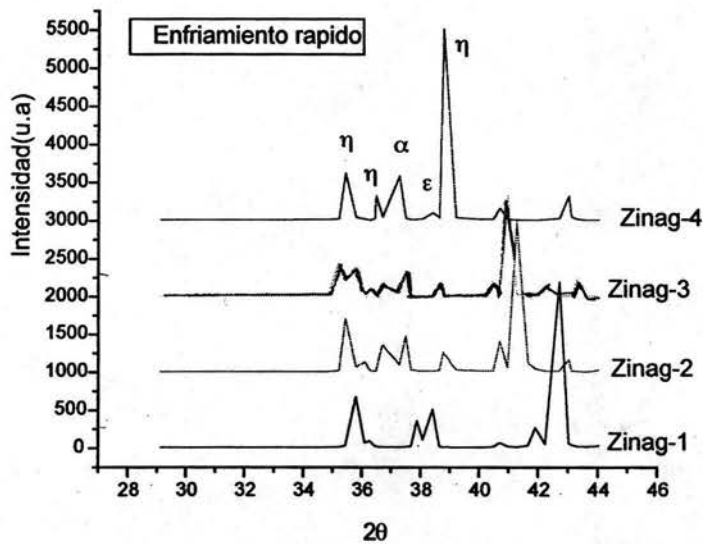


Figura 4.32. Difractogramas de fases presentes en las aleaciones sometidas a un enfriamiento rápido.

A continuación se presentan los valores mas representativos del análisis de rayos X realizado a las aleaciones en estudio, en los que además se indica el ángulo y el plano cristalografico en el que se da la difracción.

Tabla 4.2 Muestras de Zinag-1 con los diferentes tratamientos de los picos de mayor intensidad de las fases presentes en los difractogramas presentados.

Zinag-1	Elemento	Angulo 2 _θ	Plano (hkl)
Recocido	Zn	44.933	(101)
	Al	47.027	(200)
	AgZn3	36.914	(100)

Zinag-1	Elemento	Angulo 2 _θ	Plano (hkl)
Normalizado	Zn	43.31	(101)
	Al	44.952	(200)
	AgZn3	42.57	(101)

Zinag-1	Elemento	Angulo 2 _θ	Plano (hkl)
Templado	Zn	43.261	(101)
	Al	38.554	(111)
	AgZn3	42.511	(101)

Zinag-1	Elemento	Angulo 2 _θ	Plano (hkl)
Laminación	Zn	43.377	(101)
	Al	44.92	(200)
	AgZn3	36.683	(100)

Tabla 4.3 Muestras de Zinag-2 con los diferentes tratamientos y valores de los picos de mayor intensidad de las fases presentes en los difractogramas presentados.

Zinag-2	Elemento	Angulo 2 _θ	Plano (hkl)
Recocido	Zn	43.22	(101)
	Al	38.599	(111)
	AgZn3	41.843	(101)

Zinag-2	Elemento	Angulo 2 _θ	Plano (hkl)
Normalizado	Zn	43.241	(101)
	Al	44.902	(200)
	AgZn3	42.57	(101)

Zinag-2	Elemento	Angulo 2 _θ	Plano (hkl)
Templado	Zn	43.386	(101)
	Al	44.903	(200)
	AgZn3	41.364	(002)

Zinag-2	Elemento	Angulo 2 _θ	Plano (hkl)
Laminación	Zn	43.334	(101)
	Al	44.885	(200)
	AgZn3	41.34	(002)

Tabla 4.4 Muestras de Zinag-3 con los diferentes tratamientos y valores de los picos de mayor intensidad de las fases presentes en los difractogramas presentados.

Zinag-3	Elemento	Angulo 2 _θ	Plano (hkl)
Recocido	Zn	43.332	(101)
	Al	44.913	(200)
	AgZn3	41.498	(002)

Zinag-3	Elemento	Angulo 2 _θ	Plano (hkl)
Normalizado	Zn	43.302	(101)
	Al	38.6	(111)
	AgZn3	42.57	(101)

Zinag-3	Elemento	Angulo 2 _θ	Plano (hkl)
Templado	Zn	43.412	(101)
	Al	38.701	(111)
	AgZn3	36.628	(100)

Zinag-3	Elemento	Angulo 2 _θ	Plano (hkl)
Laminación	Zn	43.377	(101)
	Al	44.866	(200)

Tabla 4.5 Muestras de Zinag-4 con los diferentes tratamientos y valores de los picos de mayor intensidad de las fases presentes en los difractogramas presentados

Zinag-4	Elemento	Angulo 2 _θ	Plano (hkl)
Recocido	Zn	43.191	(101)
	Al	44.803	(200)
	AgZn ₃	36.809	(100)

Zinag-4	Elemento	Angulo 2 _θ	Plano (hkl)
Normalizado	Zn	43.382	(101)
	AgZn ₃	41.408	(002)

Zinag-4	Elemento	Angulo 2 _θ	Plano (hkl)
Templado	Zn	43.338	(101)
	Al	38.634	(111)
	AgZn ₃	42.599	(101)

Zinag-4	Elemento	Angulo 2 _θ	Plano (hkl)
Laminación	Zn	43.385	(101)
	Al	44.927	(200)
	AgZn ₃	36.636	(100)

CAPITULO V “CONCLUSIONES”.

En este capítulo se presenta una síntesis de los resultados más relevantes de la experimentación realizada:

1. Se analizaron las microestructuras presentes en las aleaciones sometidas a los tratamientos térmicos de recocido, normalizado y enfriamiento rápido, así como en el estado de laminación, donde se identificaron las dos fases principales presentes (α y η), considerando que la fase AgZn_3 , no se presentó en ninguna de las microestructuras analizadas antes y después de la deformación, a consecuencia de que esta fase está en solución sólida en las fases α y η .
2. Con la finalidad de relacionar uno de los modelos matemáticos y geométricos propuestos en el capítulo II, fue muy importante medir el tamaño de grano para cada composición y tratamiento térmico, haciendo la consideración de que el modelo que mejor representa el comportamiento a la deformación es el modelo de Gifkins de elevación de granos, esto se ve reflejado notablemente en la estabilidad de la microestructura después de realizado el ensayo de tracción ya que el mecanismo de Gifkins, se manifiesta en la ductilidad normal del material que a su vez se verifica con los resultados de la deformación analizados en la sección 4.4.
3. El análisis del proceso de laminación bajo diferentes tratamientos térmicos mostró que, para que exista una estructura de grano fino en las aleaciones, solo se requiere realizar un laminado en caliente para tener las condiciones de tamaño de grano fino y equiaxial característicos de un material superplástico, ya que en otras condiciones de trabajo termomecánico la presencia de una textura diferente en el material modifica su comportamiento mecánico
4. De acuerdo a los resultados obtenidos en el ensayo de tracción de las aleaciones Zinag, se determinó que las mejores propiedades mecánicas superplásticas se presentan en el estado de laminación, considerando que de acuerdo a la sección 4.1 donde se evaluó el tamaño de grano se obtiene un grano fino y equiaxial y menor a $5\mu\text{m}$; obteniendo la aleación Zinag 1 una deformación del 150%; mientras que las demás aleaciones están en el rango de 120% de deformación; el factor que permite considerar un comportamiento superplástico es que en las probetas ensayadas se presentan grandes deformaciones sin formación de cuellos a temperatura ambiente,

esto se puede explicar considerando que la plata homogeniza la microestructura de cada una de las aleaciones dependiendo del contenido de la misma, efecto que ayuda a mejorar la deformación del eutectoide Zn-Al; por otra parte los esfuerzos requeridos para máximas deformaciones son menores a 100 MPa (Enfriamiento rápido y laminación), contrariamente a lo observado en recocido y normalizado donde las deformaciones son bajas y los esfuerzos altos.

5. Para el tratamiento térmico de temple se observaron cambios en la deformación asumiendo que la aleación Zinag 4 tiene la mayor elongación, semejante a la aleación Zinag 1, este fenómeno está relacionado al refinamiento de grano de alta temperatura de la fase AgZn_3 (ϵ).
6. Para el tratamiento térmico de recocido la evolución microestructural es muy importante, ya que en la aleación Zinag 3 se obtiene la mayor deformación, esto se debe a que el proceso de laminación para esta composición en particular rompió a la mayor parte de las estructuras iniciales (dendríticas), por tal motivo al realizar el recocido se obtiene una estructura perlítica homogénea y en general muy fina, mientras que en los otros casos la perlita tiene mayor grosor, por lo que el mecanismo de deformación se ve frenado, por este fenómeno las deformaciones son bajas.
7. Los resultados obtenidos del ensayo de dureza después de la deformación mostraron que la posición de mayor endurecimiento es la región anterior a la propagación de la grieta, esto se observó para todas las composiciones y los diferentes tratamientos térmicos. Este comportamiento requiere futuros estudios por lo cual este punto en especial origina investigaciones orientadas al análisis de fractura de las muestras después del ensayo de tracción, así como análisis de orientación de imágenes (OIM) y rayos X.
8. Al analizar los resultados de calorimetría (DSC), se identificó un ligero cambio en la temperatura de transformación de las fases al variar los contenidos de plata, esto a su vez está confirmado con los análisis de rayos X en los que se determinó que no existe alguna aparición de una nueva fase o reorientación de planos cristalográficos inducidos por la deformación o los tratamientos térmicos.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS..

- [1] Solicitud de patente No 200202030, titulada " Procedimiento de fabricación y conformado superplástico de las aleaciones Zn-Al-Ag "
- [2] O.D. Sherby, J. Wadsworth. "Observations on Historical and Contemporary Developments in Superplasticity" 1990. pp 3-14.
- [3] D.W. Kum, T. Oyama, O.D. Sherby, J. Wadsworth. "Superplastic Ultrahigh Carbon Steels", en Superplasticity, pp 32-42, ed. S. Agrawal, ASM Technical Publications No. 8401-002, ASM, Metals Park, OH, 1984.
- [4] C.E. Pearson, "Viscous Properties of Extruded Eutectic Alloys of Pb-Sn and Bi-Sn", J. Inst. Metals, 54 (1934) pp 111-123.
- [5] F. Sauerwald, "Über den Hochductilen Zustand von Legierungen auf Aluminium-Zink Basis", Archiv. Metallkunde, 3 (5) (1949), pp 165-175.
- [6] AA Bochvar and ZA Sviderskaya, "Superplasticity in Zinc-Aluminum Alloys", Izv. Akad. Nauk SSSR, Otdel. Tekh. Nauk, 9, (1945), pp 821-827.
- [7] M.G. Lozinsky, I.S. Simeonova, "Superhigh Plasticity of Commercial Iron under Cyclic Fluctuations of Temperature", Acta Metall. 7 (1959), pp 709-715.
- [8] E.E. Underwood, "A Review of Superplasticity and Related Phenomenon ", J. Metals , 14, (1962), pp. 914-919.
- [9] WA Backofen, I.R. Turner, y O.H. Avery , "Superplasticity in an Al-Zn Alloy", Trans. ASM, 57 (1964), pp 980-990.
- [10] Nieh, T.G. ; Wadsworth, J. ; Sherby, O.D. "Superplasticity in Metals and Ceramics". England, Cambridge University Press, 1996, p. 22.
- [11] Pilling, J.; Ridley, N.; "Superplasticity in Crystalline Solids"; Inglaterra, The Institute of Metals, 1989, p. 1.
- [12] Nieh, T.G. ; Wadsworth, J. ; Sherby, O.D. Op. Cit., p. 23.
- [13] Ibid., p28.
- [14] Pilling, J.; Ridley, N.; "Superplasticity in Crystalline Solids"; Inglaterra, The Institute of Metals, 1989, p. 6.
- [15] Pilling, J.; Ridley, N.; "Superplasticity in Crystalline Solids"; Inglaterra, The Institute of

Metals, 1989, p. 68.

[16] Rajagopal K R; Chandra N. ; "A Thermodynamic Framework for Superplastic Response of Materials"; Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-2000, Orlando, USA, editado por Chandra N., Trans Tech Publications, 2000, p. 261-272.

[17] Nieh, T.G. ; Wadsworth, J. ; Sherby, O.O. "Superplasticity in Metals and Ceramics". England, Cambridge University Press, 1996, p. 32.

[18] Nieh, T.G. ; Wadsworth, J. ; Sherby, O.D. "Superplasticity in Metals and Ceramics". England, Cambridge University Press, 1996, p. 22.

[19] Ibid., p26.

[20] Padmanabhan, K A; Davies, G. J.; "Superplasticity. Mechanical and Structural Aspects, Environmental Effects, Fundamentals and Applications"; Alemania, Springer-Verlag, 1980, p 65.

[21] Ibid., p.66.

[22] Ibid. p. 71.

[23] Nieh, T.G. ; Wadsworth, J. ; Sherby, O.D. "Superplasticity in Metals and Ceramics". England, Cambridge University Press, 1996, p. 189.

[24] Padmanabhan, K A; Davies, G. J.; "Superplasticity. Mechanical and Structural Aspects, Environmental Effects, Fundamentals and Applications"; Alemania, Springer-Verlag, 1980, p.125.

[25] Pilling, J.; Ridley, N.; "Superplasticity in Crystalline Solids"; Inglaterra, The Institute of Metals, 1989, p. 4.

[26] Smirnov M. O. ; "Superplasticity of Metals: Phenomenology Based on Rheological Properties and Structural Dynamics"; Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-1997, Bangalore, India, editado por Atul H., Chokshi, Trans Tech Publications, 1997, p. 443-452.

[27] Higashi K; " Recent Advances and Future Directions in Superplasticity"; Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-2000, Orlando, USA, editado por Chandra N., Trans Tech Publications, 2000, p. 345-356.

[28] C. Herring, J. Appl. Phys., vol. 21, p. 437,1950.

[29] R L. Coble, J. Appl. Phys., vol. 34, p. 1679, 1963.

[30] Padmanabhan, K A; Davies, G. J.; "Superplasticity. Mechanical and Structural Aspects, Environmental Effects, Fundamentals and Applications"; Alemania, Springer-Verlag, 1980.

[31] R.C. Gifkins, Metall. Trans. , 7 A (1976) 1125.

[32] R.C. Gifkins; J. Mater. Sci., 13 (1978) 1926.

[33] Ambriz Anaya, Jesús. Tesis de Maestría , “Análisis de la textura de la aleación Zinag deformada plásticamente”. Tecnológico de Michoacán (en proceso).