



POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

CINÉTICA DE APARICIÓN DE NUEVOS GRANOS
EN MUESTRAS SUPERPLÁSTICAS DE CADMIO-ZINC

T E S I S

PARA OBTENER EL GRADO DE

MAESTRO EN CIENCIA
E INGENIERÍA DE MATERIALES

P R E S E N T A

LIC. FIS. RICARDO MÉNDEZ OLVERA

Tutor: Dr. Jorge A. Montemayor Aldrete

México, D. F. a 28 de noviembre del 2011



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.

Título: Cinética de aparición de nuevos granos en muestras superplásticas de Cadmio-Zinc.

Tesista: Lic. Fis. Ricardo Méndez Olvera.

COMITÉ

Dr. Marcelo del Castillo Mussot

PRESIDENTE

Dr. Carlos González Rivera

PRIMER VOCAL

Dr. José Javier Cervantes Cabello

SEGUNDO VOCAL

Dr. Jorge Antonio Montemayor Aldrete

TERCER VOCAL

Dr. Francisco Javier Rodríguez Gómez

SECRETARIO

Agradecimientos

Agradezco a mis padres Pedro Méndez y Juana Olvera por su infinita paciencia, apoyo, dedicación y por estar siempre conmigo; a mis parientes y amigos por su amistad incondicional.

También agradezco a todos los profesores que han contribuido a mi formación profesional y personal, en especial a mis asesores de tesis y de estancia de investigación, al Dr. Jorge Antonio Montemayor Aldrete y Dr. Gabriel Torres Villaseñor, por su constante colaboración.

Por último, agradezco al organismo CONACYT por el apoyo económico otorgado.

Índice general

Resumen	1
Introducción	3
1. Superplasticidad	5
2. Ecuaciones que describen la cinética de aparición de nuevos granos durante la deformación superplástica	25
3. Preparación de las muestras superplásticas de Cd-Zn eutéctico	27
4. Resultados experimentales y discusión	37
5. Conclusiones	63
6. Referencias	65

Resumen

Se estudia la evolución de los granos, con respecto a la deformación superplástica de una aleación eutéctica de Cadmio-Zinc, mediante los conceptos definidos por la cinemática clásica y mediante la representación del mapeo de flujo granular. Esta aleación es de especial importancia por las características que tiene, como son su fácil producción y su bajo costo, con muchas aplicaciones en las áreas automotriz, aeroespacial y militar. La aleación eutéctica es preparada mediante laminado, maquinado y marcado, para obtener probetas con dimensiones de uso en el microscopio electrónico de barrido (SEM). Durante la deformación, se observaron granos que conservaban su forma, desplazados entre sí, debido al movimiento de las dislocaciones intergranulares (GBS de Rachinger). De los resultados obtenidos, se prevé la acumulación de granos contiguos, con fronteras de grano comunes de baja energía, moviéndose como una entidad. Por otra parte, se encontró un tiempo crítico para el cual, las fisuras que crecen exponencialmente, pueden evolucionar en dos posibles direcciones: la primera, a disminuir su velocidad, permitiendo el afloramiento de granos y la segunda, donde la grieta continua creciendo exponencialmente hasta fracturar la muestra.

Introducción

La deformación superplástica ocurre por el deslizamiento de granos; se presenta como el deslizamiento de fronteras contiguas entre granos individuales, mediante este fenómeno los granos se mueven relativamente con respecto a sus vecinos, con muy pocos cambios de forma durante el proceso de deslizamiento. Estadísticamente los granos no cambian de forma y de tamaño [1,2]. Existen algunos problemas abiertos en superplasticidad, no solo en el campo teórico, sino también en el campo experimental; en particular pocos estudios se han hecho para determinar los diagramas de flujo granular; hasta donde sabemos los únicos trabajos de investigación que se han llevado a cabo en esta dirección, corresponden a experimentos de la aleación Zinc-Aluminio-Cobre, a temperatura ambiente [3-5]. Cabe destacar que en la técnica utilizada, se puede estudiar la deformación plástica en tres niveles: macroscópico (correspondiente al volumen total de la probeta de tracción), mesoscópico (a nivel del movimiento cooperativo de granos, considerando el estudio de muchos granos a la vez) y microscópico (a nivel del deslizamiento de las fronteras de grano entre granos individuales).

El objetivo de este proyecto, es el estudio experimental de la cinética de granos que aparecen en la superficie externa de una aleación eutéctica de Cadmio-Zinc (los cuales vamos a llamar de aquí en adelante granos nuevos). Esta aleación es observada en un microscopio electrónico de barrido y a través del uso del mapeo de flujo granular, con la finalidad de conocer la evolución de los granos nuevos durante la deformación superplástica y así profundizar sobre los mecanismos que explican dicho fenómeno.

Este trabajo es de especial importancia por las características que tiene la aleación eutéctica como son su fácil producción y su bajo costo, con muchas aplicaciones en las áreas automotriz, aeroespacial y militar. Las propiedades de esta aleación superplástica se emplean en piezas galvanizadas para protegerlas ante la corrosión, así como de la producción de soldadura, baterías, cojinetes, piezas de semiconductores y superconductores. Por su parte el cadmio tiene aplicaciones en baterías, barras de control para la fisión nuclear y en recubrimiento metálicos, mientras que el zinc se emplea en baterías, acero galvanizado y en piezas de automotores.

En 1973, Ashby y Verral aportaron un esquema cualitativo del flujo granular durante la deformación superplástica, al presentar un diagrama de flujo basado en un modelo de emulsión de aceite. La técnica provee un sistema de coordenadas inscrito en el centro de la superficie de la

muestra, el cual permite hacer una localización geométrica de algún punto de interés sobre la superficie bajo deformación plástica. Con el uso de esta nueva técnica, se pueden estudiar los siguientes problemas: el estudio de nueva superficie externa que aparece durante la deformación de la muestra, la posibilidad de estudiar más de cerca algunos aspectos no homogéneos de deformación superplástica a nivel mesoscópico. Por ejemplo, el papel cinemático del deslizamiento de bloques de grano durante la deformación.

Una ventaja de este proyecto es el bajo costo en los materiales (económico-experimental), pues para su fabricación no se requiere de la compra de equipo nuevo, únicamente de la utilización del equipo actualmente disponible en las instalaciones universitarias. Además, las labores de búsqueda y del estudio bibliográfico requerido, pudo llevarse a cabo de manera eficiente debido a las facilidades con que se cuenta en la UNAM.

Capítulo 1

Superplasticidad

La superplasticidad es el proceso de deformación plástica que produce muy grandes elongaciones libres de formación de cuello, con porcentajes de deformación ingenieril mayores a doscientos o trescientos por ciento para materiales metálicos [6]. En condiciones superplásticas, los materiales durante torsión, compresión y ante pruebas de indentación, presentan altas ductilidades. Estos materiales se caracterizan por su muy baja resistencia mecánica; sin embargo se busca la producción de pequeñas variaciones de composición química para garantizar que las propiedades mecánicas a temperatura de aplicación o de uso sean muy resistentes ante esfuerzos mecánicos.

Otra característica importante de los materiales superplásticos, es la excepcional estabilidad que muestran durante su deformación en tensión uniaxial. Esto conduce a elongaciones extremadamente grandes (mucho mayores del 100 %), sin llegar a la fractura, mientras que para materiales normales, valores equivalentes son usualmente menores del 50 %. Tal comportamiento inusual es de gran interés ya que el fenómeno tiene importantes aplicaciones industriales para el laminado en caliente.

A continuación presentamos una breve síntesis de algunos resultados experimentales en superplasticidad, los cuales marcaron aportaciones o contribuciones importantes en el desarrollo de las investigaciones de este fenómeno. En 1920, Rosenhain, Haughton y Bingham fueron los primeros en observar la superplasticidad mientras experimentaban con una aleación eutéctica ternaria de Zinc, Aluminio y Cobre; en donde obtuvieron elongaciones del orden de 60 %.

Posteriormente en 1934, Pearson realizó estudios con aleaciones eutécticas de Pb-Sn y Bi-Sn. Deformaciones del 650 % fueron registradas para cargas constantes y de 1950 % para esfuerzos constantes. Para mantener la carga constante, se usó un mecanismo que reducía la carga a intervalos regulares y así compensar la disminución de la sección transversal.

Este sensacional resultado fue largamente ignorado tanto por los científicos como por los ingenieros cerca de 30 años, pero volvió a tomar interés por las publicaciones hechas sobre el tema en una revista rusa junto con los trabajos de Backofen y sus colaboradores en E. U. A. Desde entonces ha existido un gran interés tanto científico como comercial en el fenómeno, produciéndose así una amplia variedad de aleaciones superplásticas.

La superplasticidad es un fenómeno considerado como “lento” ya que ocurre normalmente en intervalos de rapidez de deformación de 10^{-4} a 10^{-3} seg^{-1} , para acelerar el fenómeno es posible hacer dos cosas: una es disminuir el tamaño de grano y la otra es aumentar la temperatura experimental de prueba.

Dos resultados importantes han surgido de las investigaciones efectuadas en superplasticidad, estas son:

1.- A diferencia de los materiales convencionales que muestran endurecimiento por deformación (desarrollo de cuello), las propiedades mecánicas de los materiales superplásticos tienen una excepcional sensibilidad al esfuerzo máximo de fluencia y a la rapidez de deformación.

2.-La superplasticidad surge en condiciones bien definidas, tales como: una microestructura característica que es estable durante las pruebas de tensión. Deben darse unas condiciones ambientales especiales durante la deformación.

Existen dos tipos de superplasticidad: estructural y ambiental. El primer grupo requiere de materiales con tamaños de grano estables, equiaxiales y finos, deformados aproximadamente arriba de la mitad del punto de fusión $\geq 0.5 T_M$ (en Kelvin). Y el segundo grupo (superplasticidad medioambiental), que requiere de condiciones especiales, como ciclado térmico a través del cambio de fases.

En tanto, las tres condiciones principales necesarias para que nuestro material sea superplástico, son:

1. La microestructura tiene granos finos, uniformes y equiaxiales menores a $10\mu m$.
2. La temperatura experimental de trabajo es cercana a la mitad de la temperatura de fusión ($0.5 T_m$), donde T_m está dada en grados kelvin.
3. El fenómeno es altamente dependiente de la rapidez de deformación y es característica principal de este material.

Prueba de tensión

La prueba uniaxial de tensión de una muestra, se utiliza ampliamente para evaluar el comportamiento mecánico de los materiales. En el caso más general, la elongación de una muestra bajo carga, posee tres contribuciones: a) una deformación elástica casi instantánea, recuperable al remover la carga, b) una deformación elástica dependiente del tiempo, la cual es recuperable al remover la carga y c) una deformación plástica irreversible que puede contener dependencia del tiempo y contribuciones independientes del mismo.

En general, los factores que controlan las deformaciones recuperables a) y b) son entendibles. La situación, sin embargo, es muy diferente para la componente plástica. Para la región plástica, las deformaciones y esfuerzos se definen como lo siguiente:

$$s_n = \frac{P}{A_o}, \quad (1.1)$$

$$e_n = \frac{l - l_o}{l_o}, \quad (1.2)$$

$$\sigma = \frac{P}{A}, \quad (1.3)$$

$$\epsilon = \int_{l_o}^l \frac{dl}{l} = \ln(l/l_o), \quad (1.4)$$

donde s_n es el esfuerzo nominal o ingenieril, P es la carga, A es el área de la sección transversal original, $l - l_o$ es el cambio en la longitud, l_o es la longitud original, e_n es la deformación nominal o ingenieril, σ es el esfuerzo verdadero y ϵ es la deformación verdadera.

Puede mostrarse fácilmente que

$$\sigma = s_n(1 + e_n), \quad (1.5)$$

y

$$\epsilon = \ln(1 + e_n) \quad (1.6)$$

donde la rapidez de deformación nominal y verdadera deben de ser evaluadas en las derivadas de tiempo $\dot{\epsilon}$ y $\dot{\sigma}$ respectivamente.

Durante la deformación elástica ocurre un pequeño cambio en el volumen de la muestra, sin embargo para la región plástica el volumen se mantiene aproximadamente constante, es decir $A_o l_o = A_i l_i = \text{constante}$. Para grandes deformaciones en pruebas de tensión, la reducción en área es considerable y el alargamiento de la muestra es grande, por ello, la deformación ingenieril y el esfuerzo ingenieril ya no representan exactamente la deformación de la muestra

y por ello se debe definir el esfuerzo verdadero y la deformación verdadera, las cuales se basan en las dimensiones instantáneas de la muestra bajo deformación.

La deformación plástica es mucho mayor que las deformaciones elásticas y anelásticas, por lo cual estas pueden ser despreciadas, lo mismo ocurre para el caso de las deformaciones superplásticas. Para este caso se han desarrollado ecuaciones empíricas, semi-empíricas o teóricas, que correlacionan el esfuerzo, la deformación y la rapidez de deformación, en cualquier temperatura posible y con variables estructurales como el tamaño de grano. Estas ecuaciones son conocidas como ecuaciones mecánicas de estado o relaciones constitutivas. La ecuación empírica, que describe la relación entre el esfuerzo y la rapidez de deformación para materiales superplásticos [6], es la siguiente:

$$\sigma_T = K\dot{\epsilon}^m \quad (1.7)$$

donde σ_T es el esfuerzo de flujo a temperatura constante, $\dot{\epsilon}$ es la rapidez de deformación, K es una constante que depende de la microestructura, la temperatura y de los defectos del material y m es el índice de sensibilidad a la rapidez de deformación del material, con valores en el intervalo de (0.3, 0.9).

La prueba de tensión es el método que comúnmente se utiliza para evaluar las propiedades mecánicas de los materiales, consiste en estirar el material, en una maquina mecánica con velocidad fija del cabezal. La aplicación de un esfuerzo inicial con baja deformación, regularmente produce un estado estacionario y se refleja este comportamiento en las curvas de esfuerzo vs. deformación. El uso de un esfuerzo máximo de tracción, se le asocia a la formación de un primer cuello, sin embargo la naturaleza de este máximo, evita el proceso de una fractura casi instantanea.

La limitaciones que poseen las pruebas con rapidez de deformación constante, es la formación de varios cuellos difusos, debido a la concentración de esfuerzos en sitios particulares de la muestra. Por otra parte, existe el pequeño o nulo endurecimiento por deformación, debido al crecimiento de grano y a su refinamiento.

Los resultados experimentales muestran que el endurecimiento por deformación, esta dado por el crecimiento de grano, mientras que para baja deformación, es a través del refinamiento de grano y/o cambio morfológico. Un ejemplo de esto, se muestra en una curva de la Fig (1.1). También se ha reportado que la deformación superplástica es cuasi-viscosa, debido al retraso que existe en el comienzo de un estado estacionario.

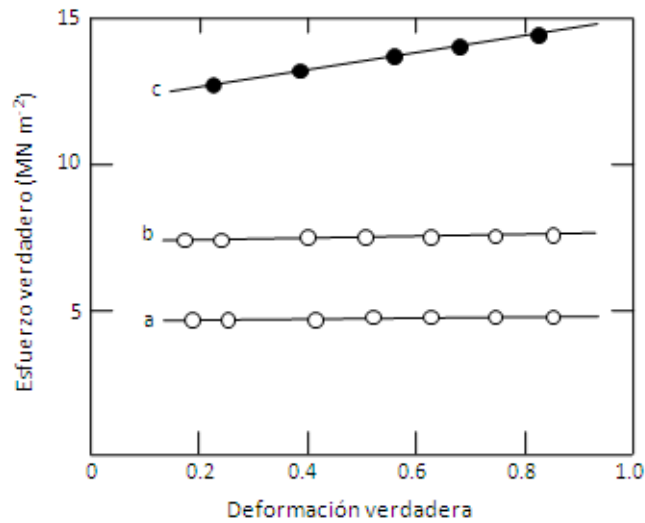


Figura 1.1: Comportamiento del esfuerzo verdadero vs. deformación verdadera para Pb-Sn eutéctico deformado superplásticamente en pruebas de tensión con rapidez de deformación verdadera constante: a) $\dot{\epsilon}_t = 9,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, no elongación, prueba de temperatura 303 °K. b) $\dot{\epsilon}_t = 1,9 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, no elongación, prueba de temperatura 303 °K. c) $\dot{\epsilon}_t = 2,0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, 20% de elongación, prueba de temperatura 273.5 °K (Baudalet y Suery).

Variaciones de esfuerzo de tensión vs. rapidez de deformación

El flujo continuo de materiales estructurales superplásticos, muestran un incremento en el esfuerzo de flujo, cuando incrementa la rapidez de deformación. Su curva es de forma sigmoideal y esta dividida en tres regiones designadas por I, II y III, como se observa en la Fig. (1.2).

Las deformaciones superplásticas se presentan en la región II, conteniendo los máximos porcentajes de deformación y el más alto valor del índice m . En donde m es el índice de sensibilidad a la rapidez de deformación y se define como la pendiente de la gráfica de esfuerzo contra la rapidez de deformación. Para la aleación Cd-17.4%Zn, se tiene un valor experimental de $m=0.3$ en la región superplástica.

Bajas y altas rapidezces de deformación, se obtienen en las regiones I y III respectivamente. La región III representa la fluencia lenta, mediante dislocación intergranular. Para la región I, existen impurezas en las fronteras de grano, que se manifiestan por su interacción con las fronteras de dislocación. La región I puede ser eliminada con el uso de materiales de alta pureza.

El porcentaje de deformación (ϵ_m) y el esfuerzo máximo de fluencia (σ_m), graficados con respecto a la rapidez de deformación ($\dot{\epsilon}$), para la aleación Cd-17.4% Zn, se muestran en la Fig. (1.2a-b). El porcentaje de deformación aumenta a medida que disminuye la rapidez de deformación, hasta alcanzar un máximo, despues de este punto, la deformación máxima disminuye conforme aumenta más la rapidez de deformación. Para el caso del esfuerzo máximo,

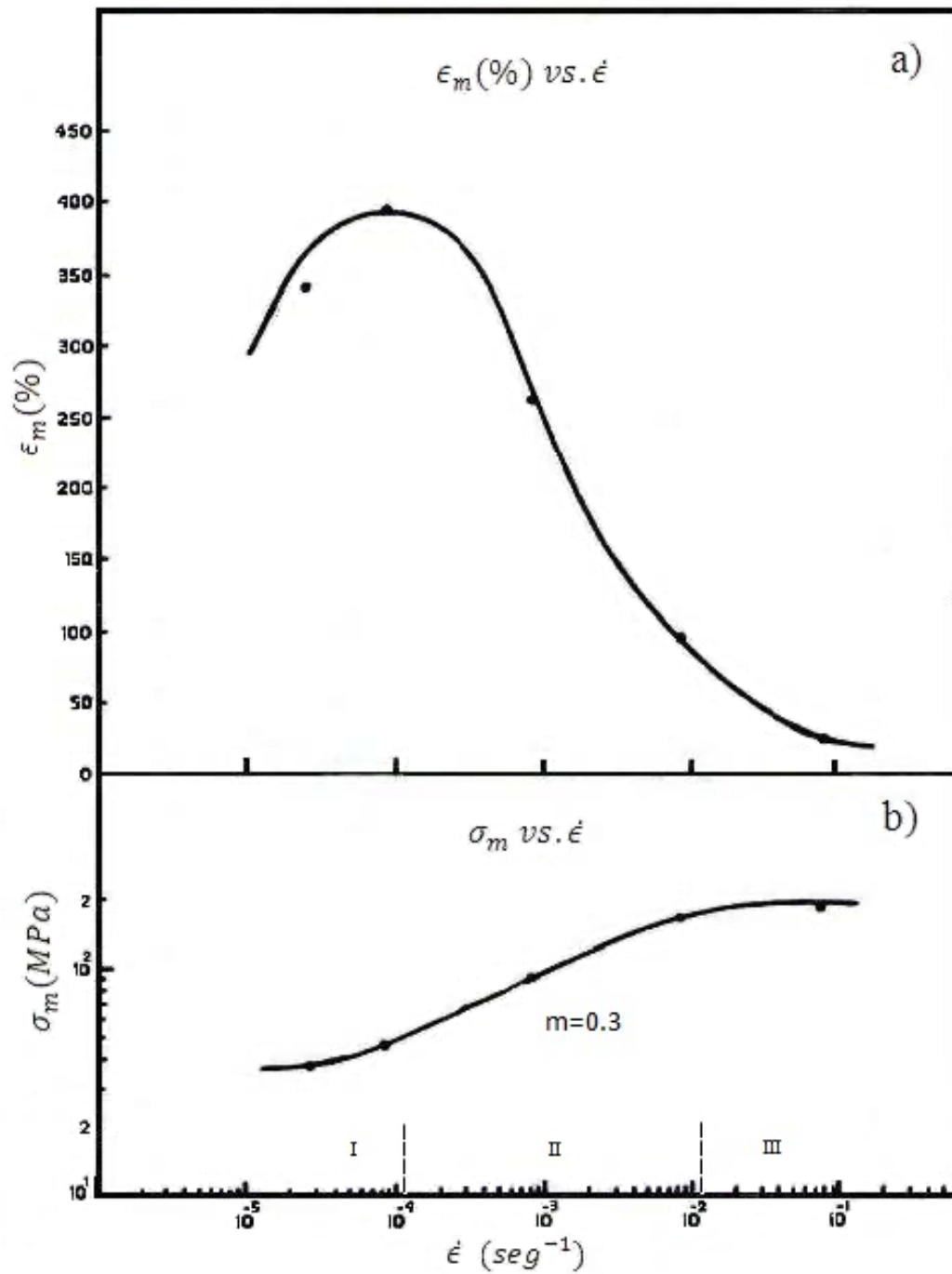


Figura 1.2: Porcentaje de deformación (ϵ) y esfuerzo máximo de fluencia (σ_m) vs. rapidez de deformación ($\dot{\epsilon}$) para la muestra Cd-17.4%Zn.

este aumenta junto con la rapidez de deformación. La máxima pendiente de la curva de esfuerzo, esta presente en la región II, también llamada región superplástica y se caracteriza por la máxima elongación de la muestra.

Para el caso de materiales cerámicos, la curva de esfuerzo de flujo contra la rapidez de deformación, es de forma lineal [15].

Deslizamiento por fronteras de grano

El deslizamiento de las fronteras de grano (GBS) es un mecanismo importante de deformación a altas temperaturas, en particular para el flujo superplástico. Durante la deformación, los granos se deslizan unos sobre otros, con sus fronteras de grano comunes, debido a la acción de los esfuerzos externos. La existencia de GBS en un material, fue inferido por primera vez, por Rosenhain y sus colaboradores [8-9], hace más de noventa años, cuando realizaban observaciones cualitativas en fronteras de grano de muestras policristalinas. Después, Moore *et.al* [10]. fue el primero en emplear marcas lineales en superficies sujetas a deformación y observó sus cambios de forma en una aleación de Pb-2%Sn, con sitios donde las marcas lineales interceptaban a las fronteras de grano.

Las marcas lineales son impresas en superficies previamente pulidas, son muy pequeñas y son usadas para incrementar la exactitud de las mediciones en las fronteras de grano. Por otra parte, la técnica de marcas lineales, explica a su vez, el cooperativo deslizamiento de las fronteras de grano (CGBS).

Experimentos cuidadosos muestran que el deslizamiento en las fronteras de grano estimadas mediante marcas en la superficie, explican esencialmente toda la deformación bajo condiciones óptimas superplásticas [17]. De acuerdo a Padmanabhan [6], la observación más sorprendente en superplasticidad ha sido la retención de formas de grano aparentemente equiaxiales de grano, durante una elongación plástica extrema. Como termodinámicamente los granos tienden a crecer, se han usado diversas técnicas para retardar su crecimiento durante la deformación [13].

Existen dos mecanismos de GBS [56]. El primer tipo de GBS llamado Rachinger, se refiere al desplazamiento relativo de granos adyacentes, los granos retienen su forma, su tamaño original y se desplazan entre si. Este tipo de GBS ocurre en condiciones de fluencia lenta, donde existe un incremento neto en el número de granos en la superficie de la muestra sujeta a esfuerzos de tensión.

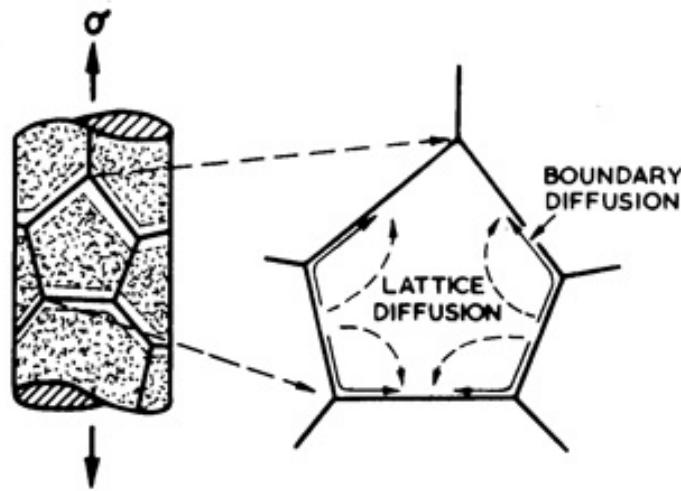


Figura 1.3: Movimiento del mecanismo Lifshitz para la difusión por fluencia lenta, con granos representados por celdas poligonales, los cuales se alargan en la dirección del eje de esfuerzos y se acortan en la dirección perpendicular de esfuerzos.

El segundo tipo de GBS [56], ocurre exclusivamente en la difusión por fluencia lenta de Nabarro-Herring y Coble y se refiere al crecimiento o compensación de frontera debido a la difusión de esfuerzos sobre las vacancias. Este tipo de GBS es también nombrado como deslizamiento Lifshitz y es esquemáticamente ilustrado en la Fig. (1.3). Donde los granos de la muestra son representados por celdas de forma poligonal. Después de aplicar un esfuerzo de tensión en el eje vertical de la muestra, los granos se alargan. Por otro lado, en las fronteras perpendiculares al eje de esfuerzos, los granos se acortan y se juntan.

El proceso GBS de Rachinger y GBS de Lifshitz, son mecánicamente diferentes, porque el deslizamiento Rachinger es el reacomodo por resbalamiento intergranular, mientras que el deslizamiento Lifshitz, es un proceso de reacomodo por difusión de fluencia lenta. A pesar de esta clara distinción, ambos procesos producen similares efectos en marcas lineales sobre las fronteras de grano. En el deslizamiento Rachinger, los granos retienen su forma original, pero en el deslizamiento Lifshitz, los granos se vuelven agrandados o estirados, a lo largo del eje de tensión.

Bajo condiciones de fluencia lenta del tipo Nabarro-Herring o Coble, las vacancias se difunden desde las fronteras transversales del eje de tensión hacia las fronteras longitudinales. El movimiento de los átomos ocurre desde las fronteras longitudinales hacia las fronteras transversales. La difusión por fluencia lenta permite la compensación de materia en los granos representados en la Fig. (1.3). Por otra parte, en el deslizamiento Lifshitz no existe incremento total en el número de granos medidos en la superficie paralela al esfuerzo de tensión.

Las observaciones microestructurales durante la deformación superplástica a muy grandes

elongaciones muestran un número predominante de granos con formas equiaxiales. Esto sugiere que el mecanismo de Rachinger juega un papel importante en superplasticidad, en donde los granos se deslizan unos sobre otros sin estirarse a lo largo del eje de tensión.

A lo largo de muchos años, se han elaborado procedimientos confiables y reproducibles, para la estimación de GBS en la deformación total. La deformación total lograda bajo condiciones de fluencia lenta, ϵ_t puede ser expresada de la siguiente forma:

$$\epsilon_t = \epsilon_g + \epsilon_{gbs} + \epsilon_{dc} \quad (1.8)$$

donde ϵ_g es el deslizamiento de dislocaciones intergranulares, ϵ_{gbs} es la deformación del mecanismo Rachinger, la cual incluye el reacomodo por resbalamiento intergranular y ϵ_{dc} es la deformación por difusión de fluencia lenta, dado por el mecanismo de Lifshitz. En la práctica, los experimentos de fluencia lenta son realizados bajo condiciones en que el termino de la difusión por fluencia lenta es despreciable frente a las contribuciones de los otros mecanismos y por tanto la ecuación (1.8) se reduce a la forma

$$\epsilon_t = \epsilon_g + \epsilon_{gbs} \quad (1.9)$$

Bajo condiciones de flujo de estado estacionario, la rapidez de deformación, se expresa de forma general, como:

$$\dot{\epsilon} = \frac{ADGb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \quad (1.10)$$

donde A es una constante adimensional, D es el coeficiente de difusión, G es el módulo de corte, b es el módulo del vector de Burgers, k es la constante de Boltzman, T es la temperatura absoluta, d es el tamaño de grano, σ es el esfuerzo y p , n son constantes experimentales propias de cada material [16].

La ecuación 1.10 es la más apropiada para tratar los datos experimentales en superplasticidad. Las investigaciones registran generalmente un exponente de esfuerzo de $n \approx 2$, un exponente inverso del tamaño de grano de $p \approx 2$ y una energía de activación que incluye la difusión en la frontera de grano, representado con el coeficiente de difusión D_{gb} . Por lo tanto la ecuación de GBS para tamaños de grano muy pequeños ($d < \lambda$), está dada por

$$\dot{\epsilon}_{gbs}(d < \lambda) = \frac{\acute{A}D_{gb}Gb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^2 \left(\frac{\sigma}{G}\right)^2 \quad (1.11)$$

donde \acute{A} es una constante adimensional con valor experimental cercano a ~ 10 .

Para el caso del mecanismo Rachinger con rasgos de fluencia lenta, se tiene un exponente de esfuerzos de $n_{gbs} \approx 3$, un exponente inverso para el tamaño de grano de $p_{gbs} \approx 1$ y una energía de activación similar a la autodifusión de la celda. En la ecuación para la rapidez, puede incluirse la dependencia de temperatura mediante el valor D_l . Por lo tanto la rapidez de deformación para el mecanismo de Rachinger, cuando el tamaño del grano es más grande que el subgrano, está dada por

$$\dot{\epsilon}_{gbs}(d > \lambda) = \frac{\ddot{A}D_lGb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right) \left(\frac{\sigma}{G}\right)^3 \quad (1.12)$$

donde \ddot{A} es una constante adimensional.

El rol del GBS en la difusión por fluencia lenta

La participación del deslizamiento Lifshitz en la deformación por difusión de fluencia lenta, puede variar en el intervalo de 0 a 100 %, dependiendo únicamente de las precisas definiciones del deslizamiento Lifshitz y de las elongaciones de grano debido al flujo de vacancias.

Un modelo unificado para GBS en fluencia lenta y superplasticidad

Existen dos versiones distintas para el mecanismo Rachinger [56]. La primera, cuando el tamaño de grano es más grande que el tamaño del subgrano, durante la fluencia lenta del material ($d > \lambda$, se forman subgranos). Mientras que en la segunda versión, el tamaño de grano es más pequeño que el tamaño del subgrano, el flujo ocurre por superplasticidad y no se forman subgranos. En particular, las fronteras de los granos tienen tamaños de pocos diámetros atómicos y permanecen casi de la misma forma al aplicar esfuerzos de origen elástico. Las fronteras de los subgranos con bajo ángulo de orientación contienen un arreglo simple de dislocaciones. Las fronteras de los subgranos son menos visibles y tienen menos energía a comparación de las fronteras de grano.

Es razonable asumir que el mecanismo de Rachinger ocurre de manera similar tanto para fluencia lenta, como para superplasticidad. Existen resultados experimentales que muestran la cantidad total de deslizamiento, la cual varía de punto a punto a lo largo de alguna frontera de grano seleccionada, ello sugiere que el deslizamiento de Rachinger ocurre por movimiento de dislocaciones extrínsecas a lo largo de las fronteras. Como se mencionó anteriormente, el mecanismo de Rachinger requiere del reacomodo a través del movimiento de dislocaciones intergranulares, tal que las dislocaciones se muevan a granos adyacentes y ocurran apilamientos en el primer obstáculo. Dos ejemplos de este proceso se ilustran esquemáticamente en la figura 1.4. En la fluencia lenta convencional con tamaños grandes de grano $d > \lambda$, con Fig. (1.4a), se muestra la concentración de esfuerzos en el punto triple A, esta situación produce resbalamiento intergranular en el grano adyacente y haya apilamiento de dislocaciones en las fronteras de los subgranos B. Por contraste en superplasticidad, no se forman subgranos, Fig. (1.4b), la

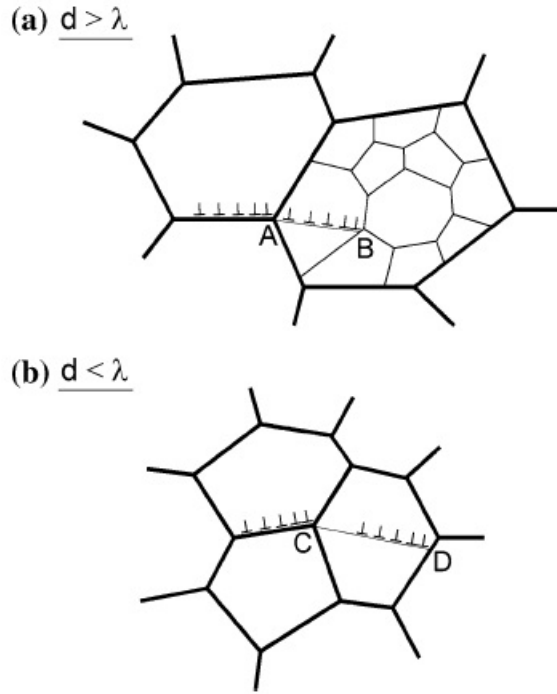


Figura 1.4: Modelo unificado para el mecanismo de Rachinger bajo condiciones de a) fluencia lenta convencional con $d > \lambda$ y b) condiciones superplásticas, con $d < \lambda$.

concentración de esfuerzos en el punto triple de C conduce al resbalamiento intergranular en el grano opuesto y las dislocaciones entonces se apilan en la frontera opuesta del grano D.

Durante la deformación superplástica, aumenta la superficie externa de la muestra con respecto a la deformación por tensión. El deslizamiento en las fronteras de grano producen la formación de cavidades, cuando estos se separan durante la deformación. Las trayectorias de tales cavidades, se dirigen con alguna inclinación hacia el interior de la muestra, de tal forma, que el grano en el fondo de la cavidad aparece en el mismo nivel de grano ocupado por sus vecinos. Esta situación ha sido frecuentemente observada por Edington, Villaseñor y Mukherjee [3, 18, 19]. Y se sabe que este hecho experimental ha sido usado como modelo por primera vez en 1978, por Gifkins [20].

Investigaciones recientes [23], han revelado la importancia estructural de las fronteras de grano, tanto en el deslizamiento, como en la formación de cavidades y de otros fenómenos intergranulares relacionados. El deslizamiento de fronteras de grano es difícil entre granos que tienen fronteras comunes de bajo ángulo; pues estas fronteras son de baja energía y tienden a permanecer unidas durante la acción de los esfuerzos de corte locales, mientras que este deslizamiento es fácil para fronteras de grano con gran ángulo de desorientación [23, 24]. Por otra parte, la fractura intergranular y la cavidadación ocurren en fronteras de ángulos grandes y que muestran deslizamientos grandes durante la deformación. [23, 25].

Existe un considerable volumen de artículos tanto teóricos como sobre todo experimentales, que tienen por objeto el estudio de diversas características de las cavidades formadas durante la deformación durante el flujo superplástico en diferentes materiales [12, 26, 32]. La evolución de las cavidades consta de dos etapas. la nucleación de las mismas y el proceso posterior de su crecimiento. El mecanismo exacto de nucleación en la cavidad, ha sido difícil de aclarar [23]. Por otro lado, existe fuerte evidencia de que el crecimiento de cavidad durante el flujo superplástico, se debe principalmente al flujo plástico [11, 34, 35].

Para plasticidad controlada por el crecimiento de cavidades, existe una función fenomenológica que relaciona la fracción volumetrica de las cavidades con la deformación, según:

$$\phi = \phi_0 \exp(R\varepsilon) \quad (1.13)$$

donde R es el parámetro de rapidez de crecimiento de la cavidad y el termino ϕ_0 es el valor correspondiente de ϕ en $\varepsilon = 0$, el cual se encuentra en el intervalo de 10^{-4} a 2×10^{-5} [34].

La ecuación anterior, esta de acuerdo con muchos resultados experimentales. Sin embargo, de acuerdo a investigaciones por Ma y Langdon [38], algunas aleaciones metálicas tienden a exhibir pequeña o ninguna cavidad, por ejemplo Pb-Sn eutéctico y Ti- 6%Al- 4%V. Tomando en cuenta los datos experimentales previamente mostrados, la más simple forma de entender los datos experimentales en Pb-Sn eutéctico y Ti- 6%Al- 4%V de manera física, es la siguiente: el cambio total de la fracción de volumen en la cavidad $d\phi/dt$, durante la deformación, viene dado por:

$$\frac{d\phi}{dt} = \frac{d\phi^+}{dt} - \frac{d\phi^-}{dt} \quad (1.14)$$

donde el primer termino de la derecha en la Eq. (1.14) es la rapidez de creación de la cavidad y el segundo término es la rapidez en que tales cavidades son llenadas (en fracción de volumen) por granos vecinos situados en otras capas de granos.

Para el caso reportado por Ma y Langdon [31], la Eq. (1.14) se denota como:

$$\left(\frac{d\phi}{dt} \right)_{s.s} = 0 \quad (1.15)$$

En principio, es posible alcanzar un equilibrio mecánico entre la rapidez de creación de la cavidad y la rapidez de llenado de tales cavidades a través de la deformación plástica. La tendencia de alcanzar tales condiciones de estados estacionarios son cualitativamente apoyados por algunas evidencias experimentales, las cuales muestran que la ecuación (1.13) no se cumple [39-42].

Por ejemplo, en Zn-20.2%Al-1.8%Cu deformado a temperatura ambiente a velocidad del cabezal constante $v_c = 0,1$ mm/min, no presenta cavidades, sugiriendo algun cooperativo

deslizamiento de las fronteras de grano (CGBS). El CGBS fue estudiado por Raj y Ashby en 1971 de manera teórica y después reportado experimentalmente, por Dingley en muestras de Pb-Sn [47-48]. Artículos recientes de algunos investigadores [49-51] consideran la probable participación del CGBS, en la deformación superplástica, al moverse grupos de granos como una entidad. Sin embargo por otro lado, no está claro, si el CGBS, es un mecanismo fundamental en las condiciones óptimas superplásticas.

La información experimental disponible sugiere que tal mecanismo de deformación, juega un papel significativo, en las siguientes condiciones: i) a temperaturas más bajas que las temperaturas óptimas de la deformación superplástica, ii) a esfuerzos más pequeños que los esfuerzos óptimos de la deformación superplástica, iii) para muy altas deformaciones (en el rango superplástico) en donde el material incrementa su probabilidad de obtener una mayor proporción de granos, que formen conjuntos de granos con fronteras de bajo ángulo (i.e. fronteras comunes fuertemente amarradas), iv) para materiales cerámicos con gran aglomeración de micro-granos.

Mapeo del Flujo Granular

En 1973, Ashby y Verral [52] presentan de una manera cualitativa, el diagrama de flujo granular para la deformación superplástica, basándose en un modelo de emulsión de aceite. Sin embargo, recientemente se han usado nuevas técnicas [43, 53, 54], que han permitido la obtención de los diagramas de flujo granular de una manera experimental. En esta sección, se hace una breve síntesis de tales técnicas y se presentan algunos de los principales resultados experimentales reportados a la fecha. La determinación experimental de los diagramas de flujo granular, durante la deformación, requiere del estudio cuantitativo de la deformación plástica en tres diferentes niveles microestructurales. Estos niveles son: macroscópico (el volumen total deformado), mesoscópico (a nivel del movimiento de los grupos de grano) y microscópico (estudio del deslizamiento de las fronteras de grano entre granos individuales).

La técnica consiste en el uso de un sistema de coordenadas a nivel mesoscópico, el cual se imprime sobre la superficie de la muestra. Este sistema de coordenadas se imprime cuando es posible mediante el uso de un microdurómetro vickers. En muchas ocasiones se borran las huellas Vickers, debido a la gran deformación que sufre la muestra; en estos casos se pueden aprovechar los pequeños precipitados de las fases duras como son los compuestos inter metálicos, que en general están presentes en una aleación. Estos precipitados son más duros que la matriz y por tanto no se deforman y pueden servir como un sistema generalizado de referencia. Por medio de esta técnica, es posible hacer una localización geométrica de cualquier punto de interés sobre el material, durante cualquier instante de la deformación superplástica.

El mapeo del flujo granular puede ayudar a describir el desplazamiento de los granos, a través del cual retienen estadísticamente su tamaño y su forma (mecanismo de Rachinger). Durante su movimiento, los granos cambian localmente su forma adecuándose a los esfuerzos locales; dichas adecuaciones ocurren por la combinación de flujos de vacancias y deslizamientos locales en las dislocaciones con zonas cercanas a las fronteras de grano. Pasadas las zonas locales de altos esfuerzos de compresión, los granos vuelven a adquirir su forma aproximada hexagonal. Se puede afirmar la relación observada entre esfuerzo vs. rapidez de deformación del material superplástico por medio de los rasgos microestructurales.

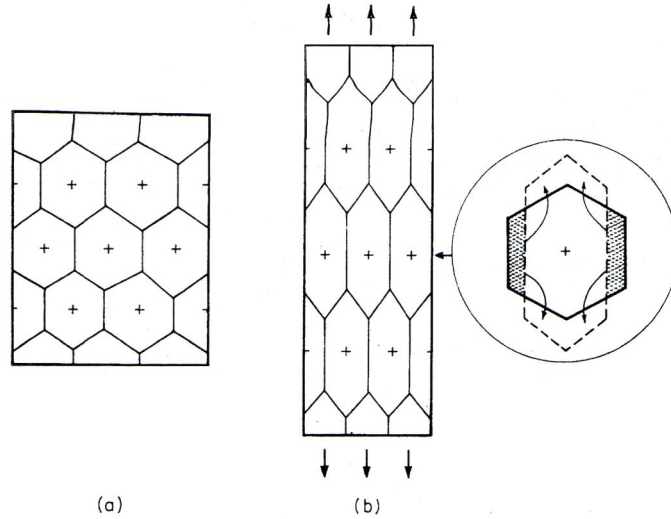


Figura 1.5: Flujo cuasi-uniforme. a) Un grano sufre aproximadamente el mismo cambio de forma como la muestra entera y no cambian sus granos vecinos. b) Dislocación de fluencia lenta, rasgo de fluencia lenta expuesta por Nabarro-Herring y Coble.

Los dos tipos de flujo que se pueden estudiar con el mapeo de flujo granular son:

Flujo cuasi-uniforme

Cuando una muestra policristalina es deformada en tensión uniaxial, los granos sufren de manera aproximada, la misma deformación como aquella impuesta sobre toda la muestra. El flujo es cuasi-uniforme, porque aún cuando en una escala comparable con el espaciamiento de las líneas de deslizamiento, la deformación no es uniforme, pero sí lo es a una escala comparable con los tamaños de grano. Desde un punto de vista matemático, la deformación es cuasi-uniforme, porque todos los puntos dentro del cristal sufren la misma transformación. En particular, de acuerdo con el modelo de Ashby y Verrall presenta de manera aproximada y solo cualitativamente, sobre el cambio de coordenadas que sufren los centros de masa de los granos y estos a su vez elongados, Fig.(1.5), sin embargo en la realidad los granos mantienen estadísticamente su forma hexagonal.

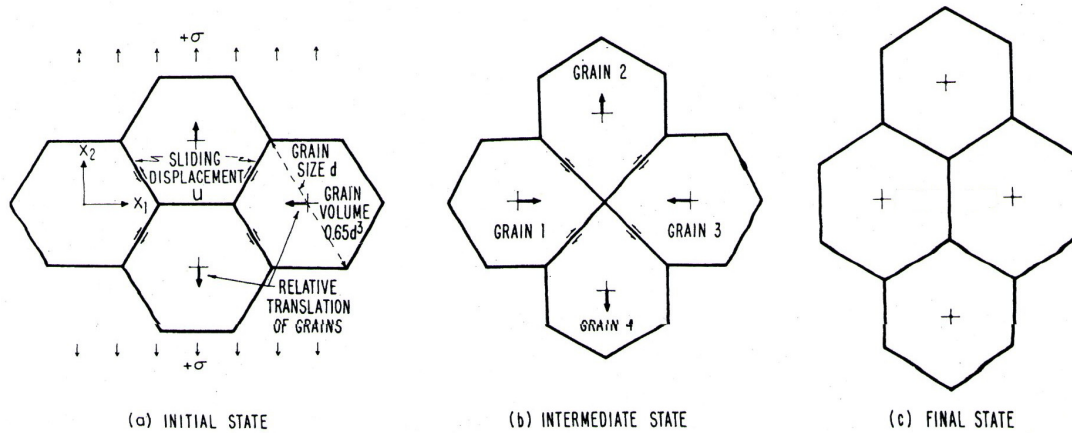


Figura 1.6: Elementos unitarios del proceso de deformación. Un grupo de cuatro granos se mueven del estado inicial, a través del estado intermedio hasta el estado final. Los estados inicial y final, son idénticos termodinámicamente, aunque sufren una deformación verdadera $\epsilon_0=0.55$. En tanto interactúan, los granos sufren deformación por acomodo y traslado, pasando entre si, por deslizamiento en sus fronteras.

Flujo no-uniforme

Para este flujo, los granos no sufren la deformación general que sufre toda la muestra y solo se desplazan cambiando de vecinos. Lo anterior puede verse cualitativamente mediante el uso de una emulsión de aceite. Si el aceite mineral es agitado junto con un detergente para teñir (15% de sulfato de amonio), una estructura consistiendo de “granos” de aceite separados por “fronteras de grano” muy delgadas, son compuestas mayoritariamente por la solución del detergente.

De manera estructural, el flujo alcanza un estado estacionario, en donde la deformación transitoria de los granos tiende a regresarlos a su forma previa antes de comenzar la deformación. La deformación de la muestra se debe a la traslación relativa de granos los cuales pasan unos sobre otros, de esta manera el número de granos a lo largo de la dirección de la muestra se incrementa y a lo largo de la dirección perpendicular al eje de tracción disminuye en número. Durante el evento de cambio de vecinos, los granos adyacentes siguen trayectorias perpendiculares; como se muestra en la Fig. (1.7).

En condiciones constantes de temperatura, presión y esfuerzo de tensión, los estados inicial y final son iguales, como se observa en la fig. (1.6). Todas las variables de estado son las mismas, incluyendo la entropía de la muestra. Con la excepción del estado, que presenta un incremento en la superficie externa de la muestra durante la deformación. El trabajo realizado por un esfuerzo positivo ($+\sigma$), provoca procesos irreversibles, como son: la difusión, la reacción interfacial, el deslizamiento intergranular y la fluctuación local y periódica del área en la frontera de grano. Cuando todas las variables de estado son constantes (estado estacionario), la entropía de la muestra no cambia con el tiempo; sin embargo debido a la naturaleza irreversible del

proceso de deformación plástica la entropía se incrementa en los alrededores de la muestra bajo deformación. Si un proceso irreversible produjo entropía en la muestra, toda la energía disipada, se libera en forma de calor. Es decir:

$$T\Delta S_{irreversible} = -\Delta Q \quad (1.16)$$

donde T es la temperatura absoluta, $-\Delta Q$ es la cantidad de calor que sale de la muestra y $\Delta S_{irreversible}$ es la cantidad de entropía producida por el proceso irreversible.

Entonces hasta aquí hemos visto dos flujos posibles de materia que ocurren debido a dos mecanismos de deformación; y con el análisis termodinámico anterior vemos que ocurren tanto flujos de materia como flujos de energía o de calor durante la deformación superplástica. La Fig. (1.7), muestra esquemáticamente el movimiento en los centros de cada grano durante el flujo cuasi-uniforme, las trayectorias son localmente paralelas. En un flujo no uniforme, las trayectorias de los granos sufren cambios de dirección, que en ocasiones son localmente perpendiculares, a la dirección de los esfuerzos de tracción. La Fig. (1.7) muestra el trazado final de las trayectorias de grano en el modelo de emulsión de aceite, abarcando una deformación cercana al 0.1. En la deformación de una estructura tridimensional, los granos que están en un momento dado, bajo la superficie pueden aparecer en la superficie o desaparecer en el interior, aunque la tendencia predominante es que surgan granos de las capas inferiores hacia las superficie externa durante la deformación superplástica.

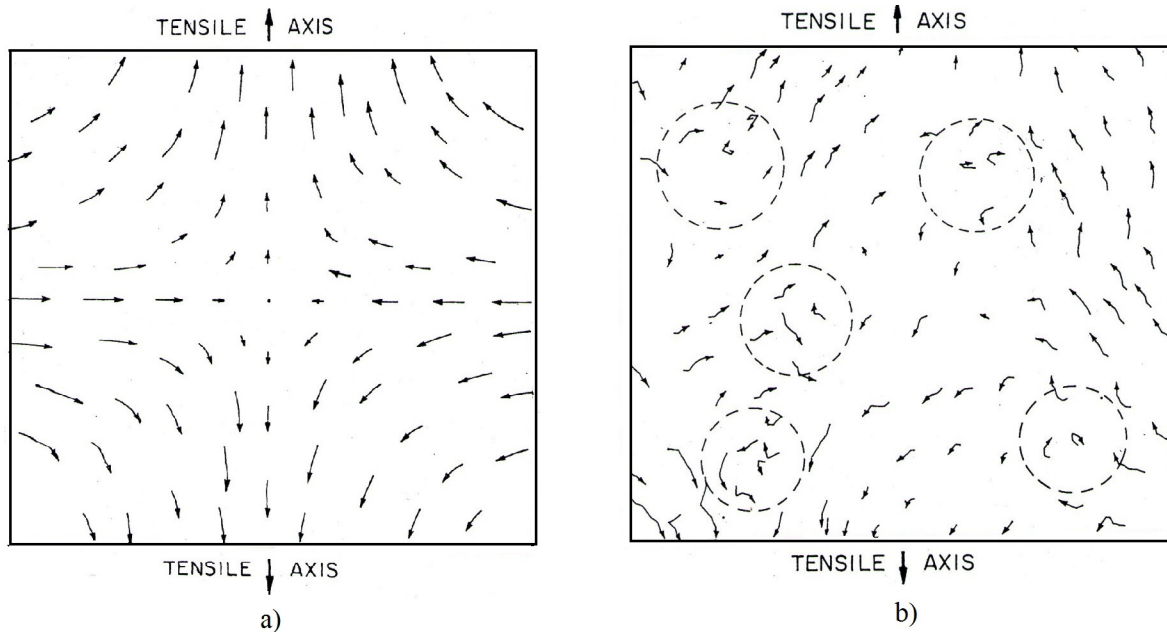


Figura 1.7: a) Las trayectorias de los centros de cada grano, durante la deformación en tensión cuasi-uniforme, las trayectorias son localmente paralelas, b) las trayectorias de los centros de cada grano, con el modelo de emulsión de aceite, en donde las trayectorias son localmente ortogonales, este es un método para identificar el flujo no-uniforme.

Modelo de deslizamiento propuesto por R. C. Gifkins

En este modelo, cuando se da el deslizamiento de granos, estos comienzan a moverse desde la capa próxima inferior para llenar una brecha o fisura. Esto involucra una frontera de grano inestable con una migración posterior para ajustar a dihedros (o según sean las formas supuestas de los granos) lo que origina una curvatura en las fronteras de grano. Si toda la muestra se considera hecha por unidades repetitivas de una sola clase de granos, la configuración final podría ser tipificada por la figura (1.8) tal como lo propone R. C. Gifkins y Ashby-Verral.

- a) Formación de una pequeña fisura intergranular al estirar la muestra.
- b) La fisura se va agrandando a medida que aumenta la deformación y se va rellenando con un grano que emerge a la superficie.
- c) Ajuste de las fronteras de grano, que mantienen correctamente los ángulos entre los dihedros.
- d) La unidad de cinco granos se toma como un patrón, pero no se requiere una simetría perfecta.

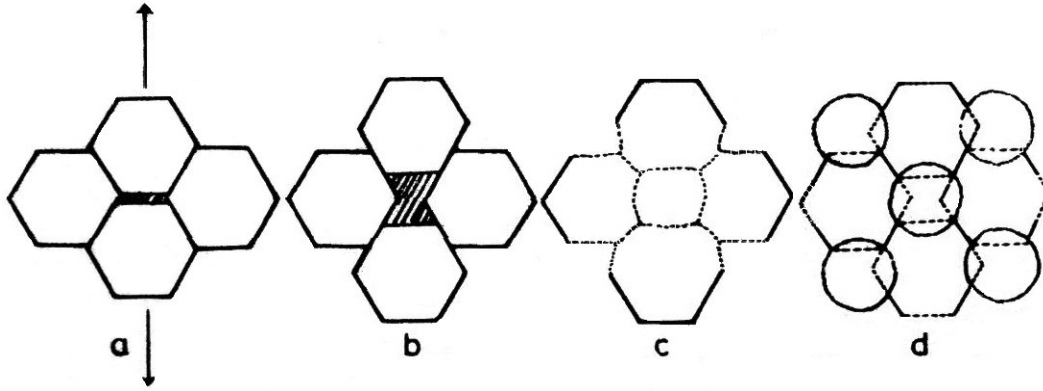


Figura 1.8: Diagrama para el modelo de deslizamiento propuesto por R. C. Gifkins.

Energía libre de Gibbs por unidad de volumen y tamaño de grano del material

Al considerar granos esféricos de diámetro d y radio r , se tiene que la superficie de cada grano es $4\pi r^2$, y su volumen total es $4/3N\pi r^3$. Empleando la función de energía de Gibbs, definida como:

$$G = U - TS \quad (1.17)$$

donde G es la energía libre de Gibbs, U es la energía interna, T es la temperatura y S es la entropía del sistema.

Para nuestro caso, tenemos:

$$G_{superficie-interior} = \gamma(4N\pi r^2) - TS \quad (1.18)$$

donde γ es la energía por unidad de superficie de las fronteras de grano y tienen los valores de $\gamma \geq 0$. En un primer análisis, sólo para averiguar el efecto del tamaño de grano, γ se considerara constante.

Mediante el uso de la segunda ley de la termodinámica, se establece la tendencia de nuestro sistema a evolucionar hacia el equilibrio termodinámico o a un estado de mayor desorden, dado por:

$$\frac{dG}{dt} \leq 0 \quad (1.19)$$

Lo anterior implica que el número de granos en la probeta o muestra, evolucionan de acuerdo con la siguiente desigualdad.

$$\frac{dN}{dt} \leq 0 \quad (1.20)$$

y por tanto el radio medio de los granos sigue la siguiente desigualdad.

$$\Rightarrow \frac{dr}{dt} \geq 0 \quad (1.21)$$

Usualmente se buscan aleaciones eutécticas o la dispersión de precipitados finos que dificulten el crecimiento de los granos durante la deformación superplástica, de manera que las condiciones óptimas para deformación superplástica se conserven durante toda la deformación.

Efecto de la desorientación entre dos granos contiguos sobre la deformación superplástica

Además del efecto anterior, tenemos que incluso para tamaños de grano constantes, la energía libre de Gibbs esta en función del ángulo medio de desorientación entre dos granos vecinos (θ). De acuerdo con la siguiente ecuación, válida para tiempos diferentes:

$$G = E(\theta) - TS_{configuracional} \quad (1.22)$$

La energía es una función monótona creciente del ángulo θ por unidad de volumen, $E(\theta) = \gamma(\theta)(4N\pi r^2)/\text{unidad de volumen}$ y $TS_{configuracional}$ es constante.

Como consecuencia de la segunda ley de la termodinámica obtenemos que la energía libre de Gibbs $G(\theta)$ se reduce con el paso del tiempo, Ec. (1.19). El ángulo de deformación θ tiende a disminuir con el tiempo, es decir la energía libre de Gibbs tiende al equilibrio termodinámico (la tensión superficial entre granos disminuye).

Hasta donde sabemos, para este último fenómeno, no se ha encontrado una técnica experimental que pueda obstaculizar su tendencia termodinámica. Esto limita finalmente, la deformación que puedan alcanzar los materiales superplásticos y se puedan formar "bloques de granos" más grandes que el tamaño del grano original. De manera física se comportan ante los esfuerzos aplicados como si fueran granos más grandes, disminuyendo la rapidez de deformación local y aumentando las concentraciones de esfuerzos locales. Se promueve la formación de micro grietas, muchas de las cuales pueden evolucionar a fracturas grandes que resultan en la falla total del material. Ver ecuación (1.10).

Capítulo 2

Ecuaciones que describen la cinética de aparición de nuevos granos durante la deformación superplástica

La evolución de cada grano emergiendo en la superficie de la muestra, se estudió con la ayuda de comparaciones con ecuaciones definidas por la cinemática clásica, estas son enunciadas a continuación.

Ecuaciones para el cambio porcentual de área y perímetro, cuyas formas son las siguientes:

$$\frac{\Delta A}{A} = \frac{A_{granok(t_{i+1})} - A_{granok(t_i)}}{A_{granok(t_i)}}, \quad \frac{\Delta P}{P} = \frac{P_{granok(t_{i+1})} - P_{granok(t_i)}}{P_{granok(t_i)}} \quad (2.1)$$

donde $A_{granok(t_{i+1})}$, $P_{granok(t_{i+1})}$, $A_{granok(t_i)}$ y $P_{granok(t_i)}$ son el área y el perímetro experimental para un grano, a un tiempo antes y después de cierta deformación.

Ecuaciones para la rapidez de crecimiento en área y perímetro para cada uno de los granos, cuyas ecuaciones son las siguientes:

$$\mathbf{V}_A = \frac{\Delta A}{\Delta t} = \frac{A_{granok(t_{i+1})} - A_{granok(t_i)}}{t_{i+1} - t_i}, \quad \mathbf{V}_P = \frac{\Delta P}{\Delta t} = \frac{P_{granok(t_{i+1})} - P_{granok(t_i)}}{t_{i+1} - t_i}. \quad (2.2)$$

De manera similar se establecen las ecuaciones para la rapidez de crecimiento junto con el inverso de área y de perímetro, con la forma siguiente:

$$\frac{1}{A} \frac{\Delta A}{\Delta t}, \quad \frac{1}{P} \frac{\Delta P}{\Delta t}. \quad (2.3)$$

Al derivar cada una de las rapidezces de crecimiento con Ec. (2.2), obtenemos su respectiva aceleración, que tiene la forma general de:

$$a = \frac{\Delta \mathbf{V}}{\Delta t}, \quad (2.4)$$

donde \mathbf{V} es el rapidez de crecimiento, tanto en área como de perímetro.

Por definición obtenemos la sumatoria de las rapidezces de crecimiento para áreas y perímetros, a un tiempo determinado. Su forma es la siguiente:

$$\sum \frac{\Delta A}{\Delta t} = \frac{\Delta A_{granok(t_1)}}{\Delta t_1} + \frac{\Delta A_{granok(t_2)}}{\Delta t_2} + \dots + \frac{\Delta A_{granok(t_n)}}{\Delta t_n}. \quad (2.5)$$

Esta ecuación describe la rapidez promedio de todos los granos de una región, en varios intervalos de tiempo.

Por otra parte, cuando se divide el área de un círculo, junto con su respectivo perímetro, se obtiene un radio equivalente teórico, dado por:

$$\frac{A}{P} = \frac{\pi r^2}{2\pi r} = \frac{r_{eq}}{2}. \quad (2.6)$$

Si se sustituye nuestra área experimental ($A_{granok(t_i)}$) en la ecuación para del radio de un círculo, obtenemos:

$$r_{eq} = \sqrt{\frac{A_{granok(t_i)}}{\pi}} = C_1, \quad (2.7)$$

donde C_1 y C_2 son constantes obtenidas de los cálculos. Podemos encontrar un radio equivalente usando el área y el perímetro experimental para cada grano en un tiempo dado ($A_{granok(t_i)}$ y $P_{granok(t_i)}$ respectivamente), de la manera siguiente:

$$r_{exp} = \frac{A_{granok(t_i)}}{P_{granok(t_i)}} = C_2, \quad (2.8)$$

Obtenemos como resultado, un radio equivalente experimental, que puede ser comparado con el radio equivalente teórico:

$$r_{exp} = \frac{C_2}{C_1} r_{eq}. \quad (2.9)$$

Capítulo 3

Preparación de las muestras superplásticas de Cd-Zn eutéctico

El material empleado en nuestra investigación (Cadmio, 17.4%Zinc), se obtuvo a partir de cantidades controladas de cadmio, zinc. Ciertas cantidades de dichos elementos químicos se colocaron en un crisol y fueron calentados en un horno de atmosfera libre. El procedimiento que se llevó a cabo es el siguiente: se funde el cadmio y el zinc a una temperatura aproximada de 550°C, después se vacía la composición en una lingotera de cobre, se deja enfriar a temperatura ambiente y por último, se le aplica una homogenización a una temperatura de 180°C. Esto último, se hace con el fin de evitar la propagación de grietas durante el laminado por la presencia de dentritas.

Después, el material fue laminado a temperatura ambiente y se aplicaron tres pasos de laminación con una reducción de 0.25 *cm* en cada paso y a una rapidez de 4.57 *m/seg*. Una vez laminado el material, se prepararon las probetas para las pruebas de tracción (en el taller del Instituto de Investigación en Materiales de la UNAM). La probetas tienen forma estandar y sus dimensiones se muestran en la fig. (3.2 a).

Nuestra aleación de Cd-Zn eutéctica, es una solución homogénea sustitucional, puesto que cumple con las reglas dadas por Hume-Rothery [5]. La aleación eutéctica constituye la última porción de líquido que solidifica y no sufre transformaciones de fase durante la deformación superplástica a temperatura ambiente. Cabe destacar, que los metales cadmio y zinc, no fueron deformados antes de ser fundidos, no se produjeron procesos de: recuperación, recristalización y/o crecimiento de grano. Únicamente se aplicó un recocido para el ablandamiento del material, previo a su laminación.

Las probetas fueron pulidas con lijas de números: 600, 800, las cuales se les añadió alúmina de 0.25 micras y posteriormente fueron pulidas con lijas de 1200 y 1600, junto con pasta de diamante. Por último, cuando se terminó de pulirlas, fueron limpiadas con etanol y agua.

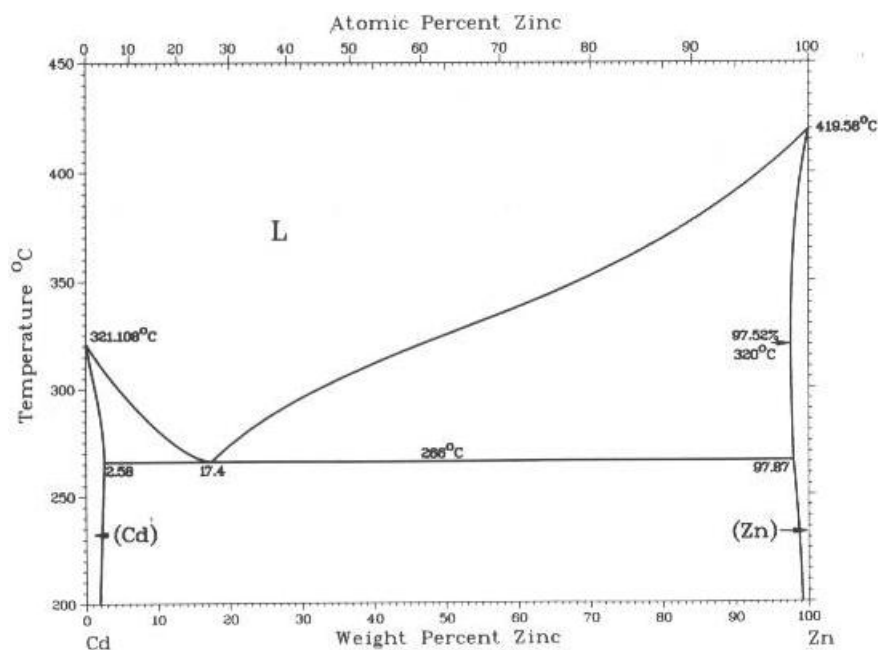


Figura 3.1: Diagrama de fases para la aleación Cd-Zn.

Para la elaboración de marcas pequeñas o lineales, se empleó un micro durómetro Vickers, con una carga del disco interno de 10 *grs* y con punta de diamante de forma piramidal, a un tiempo de 5 segundos; este tiempo fue controlado por un mecanismo automático de liberación de carga.

Se realizaron indentaciones que formaron tres conjuntos de forma rómbica, fig. (3.2 b), las distancias de separación entre cada una de las marcas, fueron de 50 μm , 100 μm y 200 μm . Con estas marcas se elaboró un sistema de coordenadas cartesianas. La deformación de las probetas fue lo bastante grande, que desdibujó rápidamente las huellas piramidales e inutilizó el sistema de coordenadas realizado por las indentaciones, por lo que se decidió elegir una impureza propia e inherente del material, como origen de un sistema de coordenadas.

Después de formar las indentaciones, se ejecutaron las pruebas de tensión en una platina de tracción y las observaciones de microscopía se llevaron a cabo en un microscopio electrónico de barrido (SEM) modelo Jeol T20, que permite realizar ampliaciones desde 35X hasta 35000X, con un poder de resolución de 100 Å. Las muestras fueron estiradas hasta la fractura.

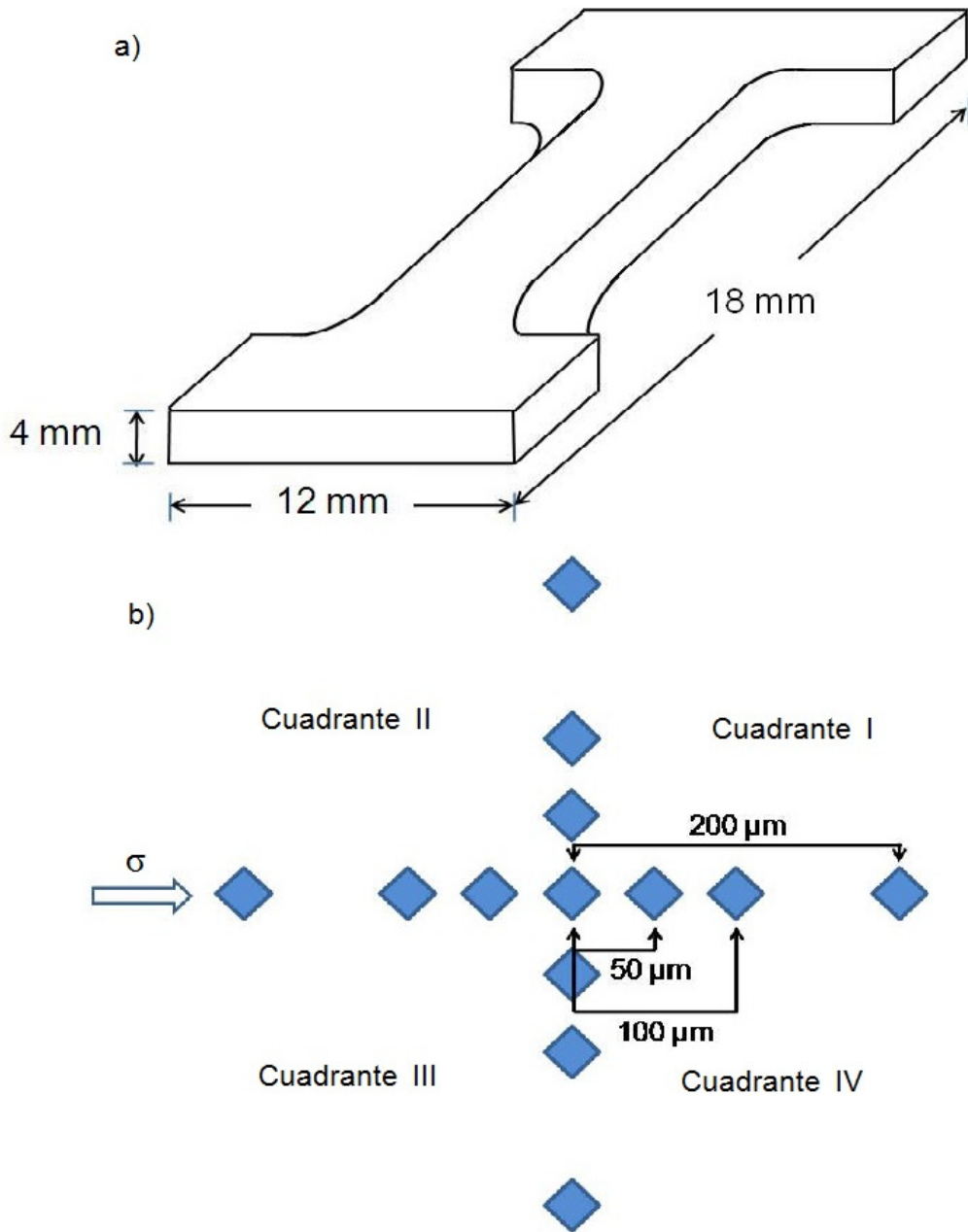


Figura 3.2: a) Geometría y tamaño de la muestra diseñada para las pruebas de tensión, b) cuadrantes y dirección del esfuerzo, sobre el arreglo de las indentaciones hechas por el microdurometro.

Fotografías del SEM, para la muestra superplástica de Cd-17.4%Zn

El fenómeno que ocurre en la microestructura de nuestro material, es el deslizamiento por fronteras de grano (GBS) y el cual ya ha sido descrito anteriormente.

Las muestras deformadas a temperatura ambiente en el SEM, fueron estudiadas en los cuatro cuadrantes, con la dirección de esfuerzo hacia el sistema de coordenadas, mostrado por la figura (3.2 b). Transcurrieron 498 segs. para que emergieran los primeros granos a lo largo de la muestra. Se estudió la evolución de los granos contenidos en los cuadrantes I y II. En el primer y segundo cuadrante, se estudiaron siete granos, en siete etapas de deformación (t_i , $i=1, \dots, 7$).

Se observaron los granos antes y después de la deformación. Las fotografías obtenidas, se muestran en las figuras que van de la 2.3 a la 2.12. Se tomaron las fotografías de la manera siguiente: las figuras 2.3 y 2.8, muestran el surgimiento de micro estructura a una deformación de 0.75 mm, de los cuadrantes I y II respectivamente. Se aprecia el surgimiento de granos muy finos rodeados de perlita nodular en ciertas regiones.

Las fotografías (2.7 y 2.12), muestran la deformación final de la micro estructura, se siguen observando las estructuras perlíticas nodulares y las fronteras de grano, con tamaños y formas más visibles.

Cabe aclarar, que los granos observados en las fotografías, se estudian en su proyección plana, es decir, no se considera el relieve, son observados de manera perpendicular sobre la superficie de la muestra.

Una observación importante en nuestra muestra, es la gran cantidad de granos con forma equiaxial, desplazados arriba y abajo de la superficie original, observandose por ello un pequeño desenfoque en las fotografías.

La fractura del material eutéctico, fue de forma dúctil, tuvo aspecto fibroso, debido a que la muestra estuvo sometida a un estado de esfuerzos triaxiales. Durante el inicio de la deformación, se observaron cavidades pequeñas de formas aproximadamente redondas, posteriormente se observó la unión de huecos durante la deformación, los cuales crecieron y eventualmente uno de ellos dió lugar al crecimiento rápido de una grieta. La falla en la probeta de tracción, ocurrió en su región central, en dirección perpendicular al eje de esfuerzos.

Durante la deformación superplástica, los granos rotan y sus fronteras de grano se curvan y se vuelven onduladas, debido a la presencia de la fase sólida $\alpha + \beta$, en la aleación eutéctica. La resistencia mecánica de las fases α y β durante la solidificación, permite que existan inhomogeneidades en la distribución de los esfuerzos internos y se obtengan fronteras de grano con gran desorientación y con alta energía elástica local.

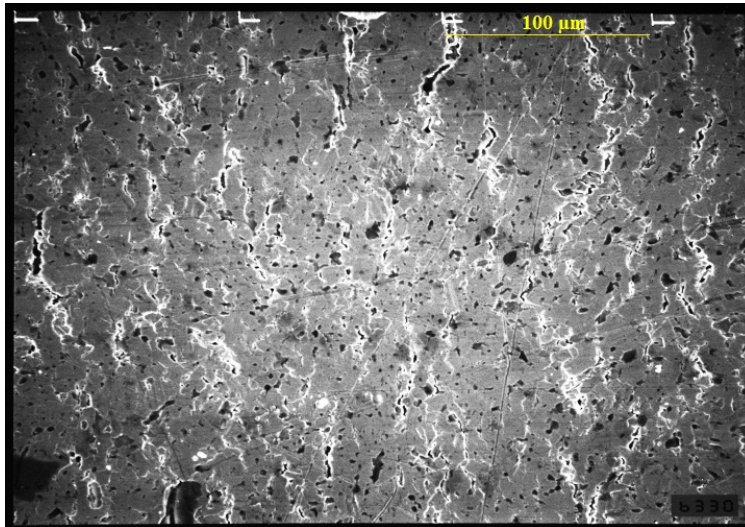


Figura 3.3: Cuadrante I, micro estructura de la muestra Cd-17.4%Zn con 0.75 mm de deformación. Se observa un poco de estructura perlítica nodular y aparecen pequeños granos en la superficie (Amp. 350X).

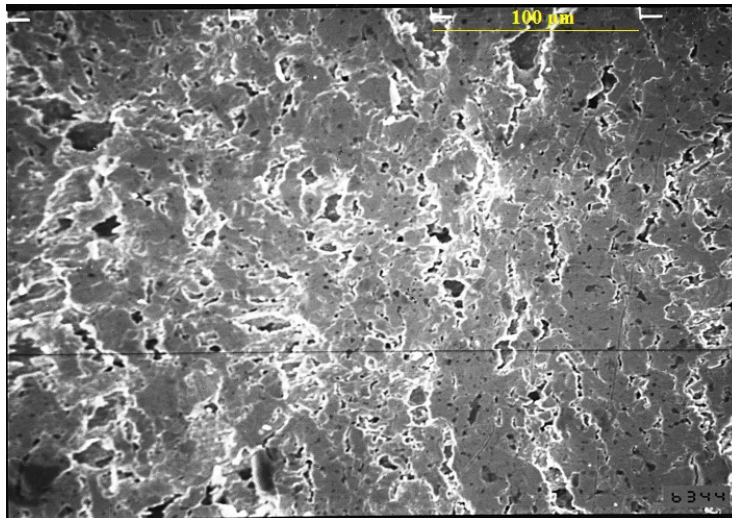


Figura 3.4: Cuadrante I, micro estructura de la muestra Cd-17.4%Zn con 1.25 mm de deformación. Se obtiene una estructura perlítica nodular y a medida que aumenta la deformación se observan pequeñas fisuras (como consecuencia del deslizamiento de los granos) por las que emergen algunos granos a la superficie (Amp. 350X).

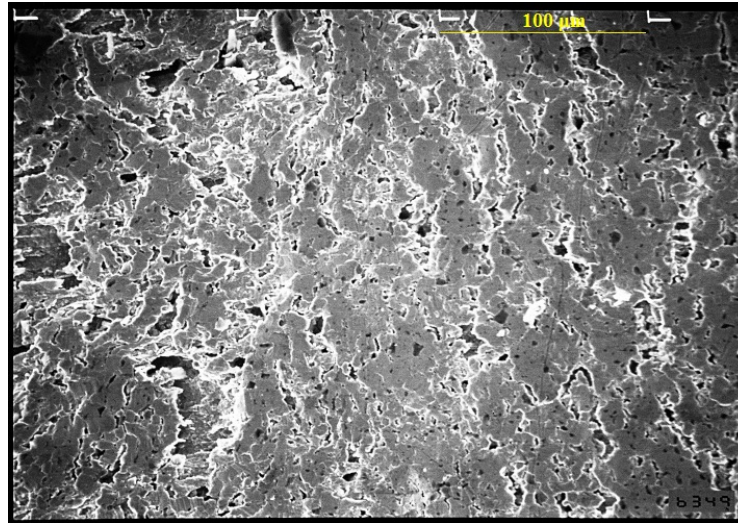


Figura 3.5: Cuadrante I, micro estructura de la muestra Cd-17.4%Zn con 1.375 mm de deformación. Las fronteras de grano se hacen mas visibles (Amp. 350X).

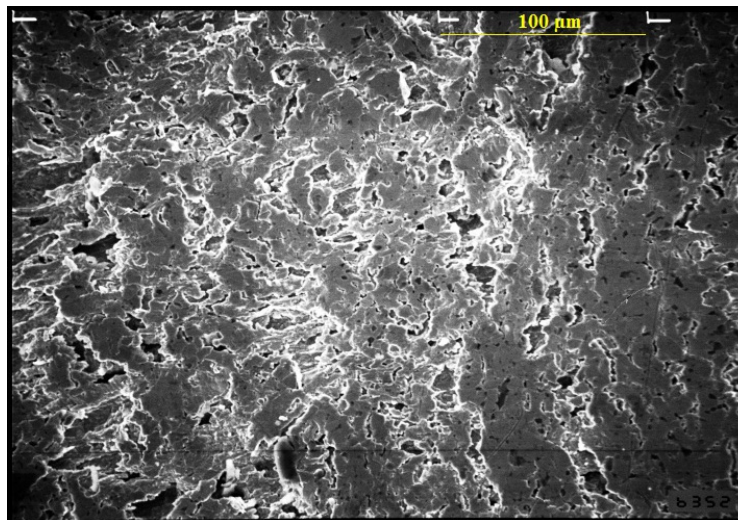


Figura 3.6: Cuadrante I, micro estructura de la muestra Cd-17.4%Zn con 1.5 mm de deformación. Aumento en el crecimiento de las fronteras de grano (Amp. 350X).

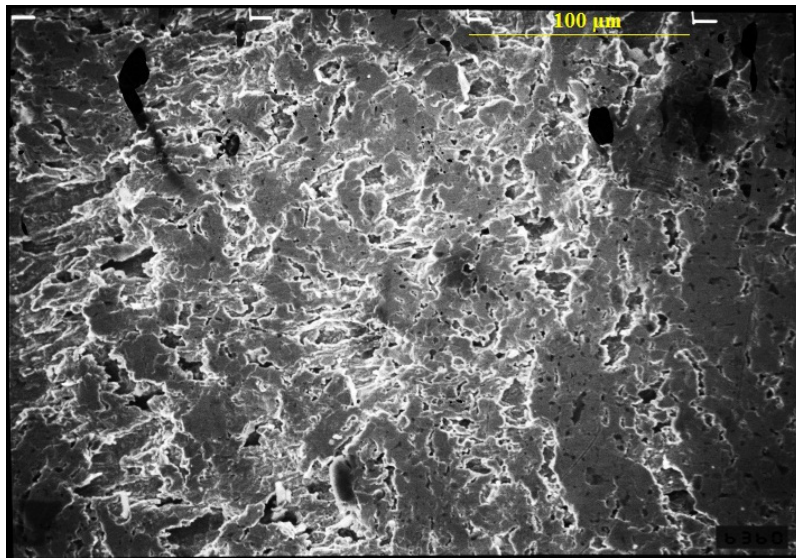


Figura 3.7: Cuadrante I, micro estructura de la muestra Cd-17.4 %Zn con 1.9 mm de deformación. Crecimiento final de las fronteras de grano (Amp. 350X).

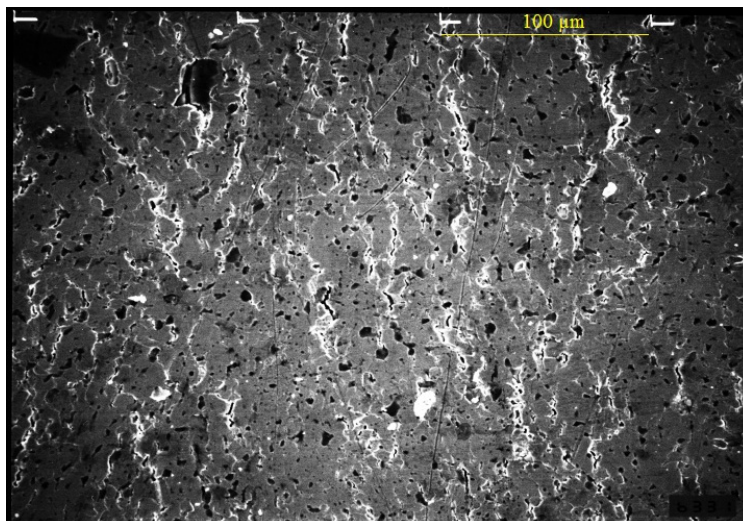


Figura 3.8: Cuadrante II, fotografía de la muestra Cd-17.4%Zn con 0.75 mm de deformación. Se observa un poco de estructura perlítica nodular y aparecen pequeños granos en la superficie (Amp. 350X).

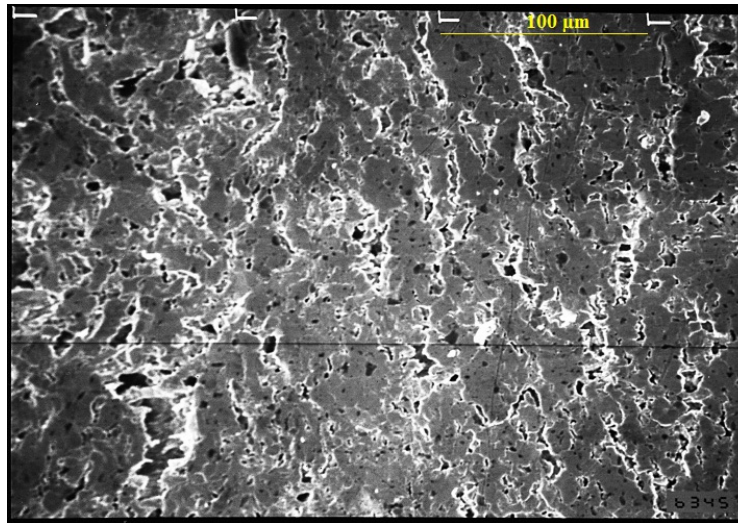


Figura 3.9: Cuadrante II, fotografía de la muestra Cd-17.4%Zn con 1.25 mm de deformación. Se obtiene una estructura perlítica nodular y a medida que aumenta la deformación se observan pequeñas fisuras (como consecuencia del deslizamiento de los granos) por las que emergen algunos granos a la superficie (Amp. 350X).

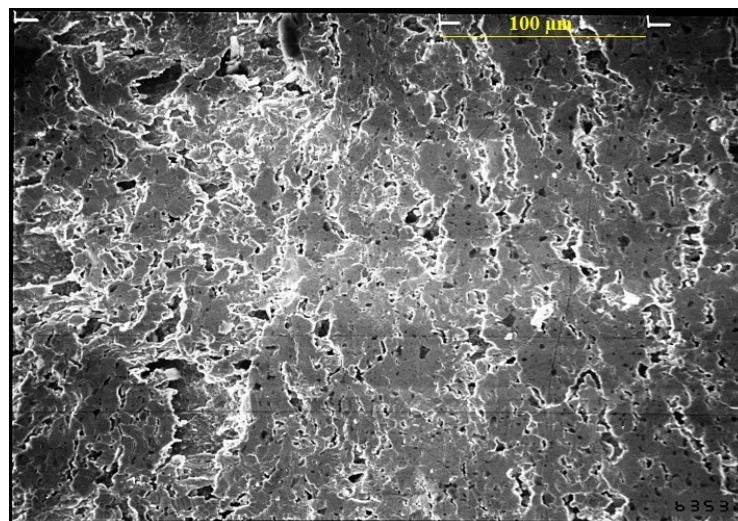


Figura 3.10: Cuadrante II, fotografía de la muestra Cd-17.4%Zn con 1.5 mm de deformación. Las fronteras de grano se hacen mas visibles (Amp. 350X).

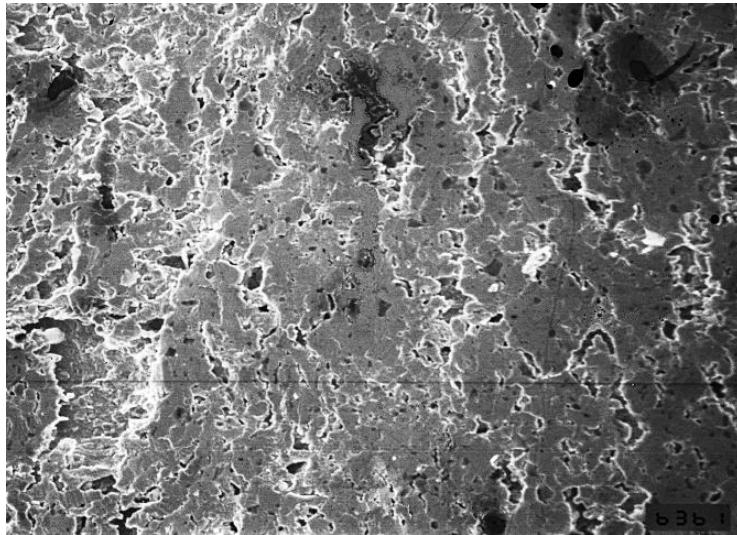


Figura 3.11: Cuadrante II, fotografía de la muestra Cd-17.4%Zn con 1.9 mm de deformación. Crecimiento final de las fronteras de grano (Amp. 350X).

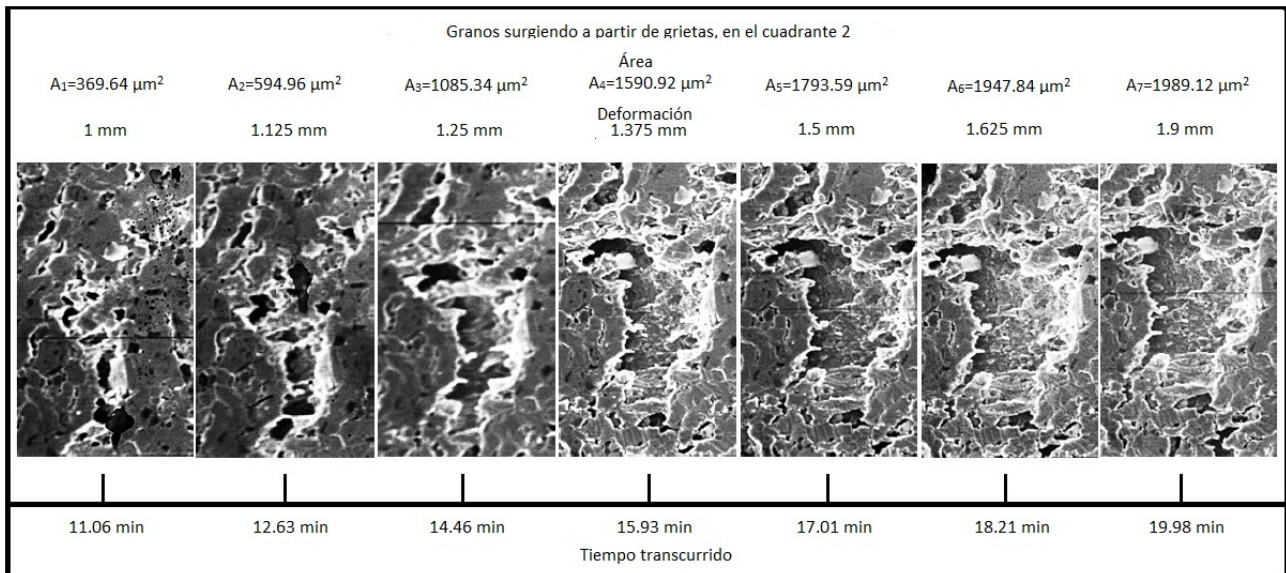


Figura 3.12: Cuadrante II, evolución de los granos surgiendo a partir de una grieta, para la muestra Cd-17.4%Zn (Amp. 350X).

Capítulo 4

Resultados experimentales y discusión

Las pruebas de deformación en la muestra Cd-17.4%Zn, se llevaron a cabo en el microscopio electrónico de barrido, con una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg , se obtuvieron los resultados siguientes: el mecanismo de deformación más relevante es el deslizamiento de granos y se aprecia que hay emergimiento de granos en la superficie. Dichos granos emergen por fisuras intergranulares, que se forman en la muestra a medida que la deformación aumenta, tal como se muestran en las fotografías (3.3-3.12).

Estas fisuras aparecen por lo general en las fronteras de los granos a causa de su deslizamiento, tal como describe el modelo propuesto por R. C. Gifkins, figura (1.8) y de manera similar por Ashby-Verral, fig. (1.6). Dado el tamaño de las fisuras, cada una de ellas se rellena posteriormente con varios granos que emergen a la superficie provenientes de las capas inferiores más próximas. Al principio del experimento, se tiene una estructura perlítica nodular y es difícil apreciar el contorno de los granos y subgranos, pero a medida que la deformación aumenta, el contorno de los granos entre ellos se aprecia mejor, teniendo al final las fronteras de grano bien visibles rodeadas de perlita nodular, tal como se observa en las fotografías de las figuras (3.7 y 3.12).

Dos tipos de poblaciones emergentes se hallaron durante el proceso de deformación, estas son: granos con forma equiaxial y granos surgiendo a partir de grietas o fisuras, (de forma angosta y alargada). Estas poblaciones presentan propiedades diferentes en su evolución temporal. Los resultados numéricos obtenidos de la micro estructura, se muestran en las figuras (4.1-4.2), en donde se a graficado el área de los granos durante el proceso de deformación, contenidos en los cuadrantes I y II, mientras que en las figuras (4.3-4.4) se a graficado el perímetro de los granos a lo largo de su evolución.

Los cambios porcentuales de área y de perímetro ($\Delta A/A$, $\Delta P/P$), se presentan en las figuras (4.5-4.8), con granos surgiendo a partir de una grieta o fisura, para los cuadrantes I y II. Los cambios porcentuales de área y de perímetro, para los granos equiaxiales contenidos en los

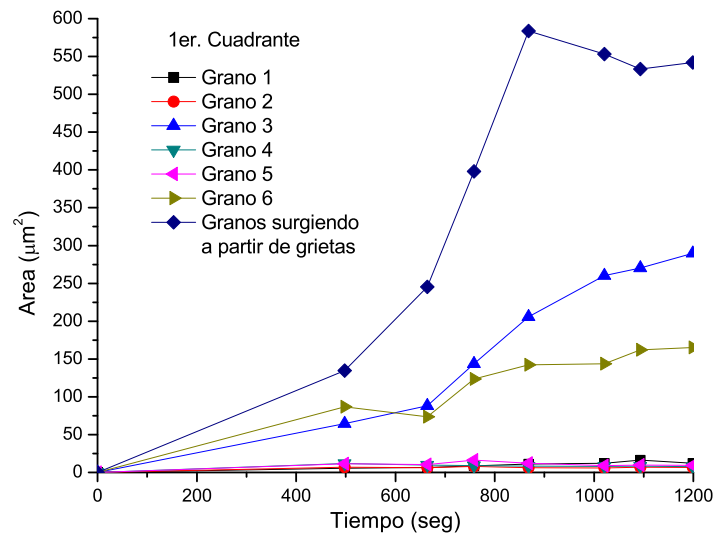


Figura 4.1: Área vs. tiempo de deformación, para el cuadrante I, de la muestra Cd-17.4%Zn. Se indica la evolución de granos hacia la superficie, a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

cuadrantes I y II se presentan en las figuras. (4.9-4.12).

Las gráficas (4.13-4.18), muestran la rapidez de crecimiento de área ($\Delta A/\Delta t$), para cada grano equiaxial individual presentes en el cuadrante I, mientras que en la figura (4.19) se reúnen estas gráficas en una sola.

La rapidez de crecimiento de área y de perímetro, para los granos surgiendo a partir de fisuras, se observan en las gráficas (4.20-4.23), para los cuadrantes I y II.

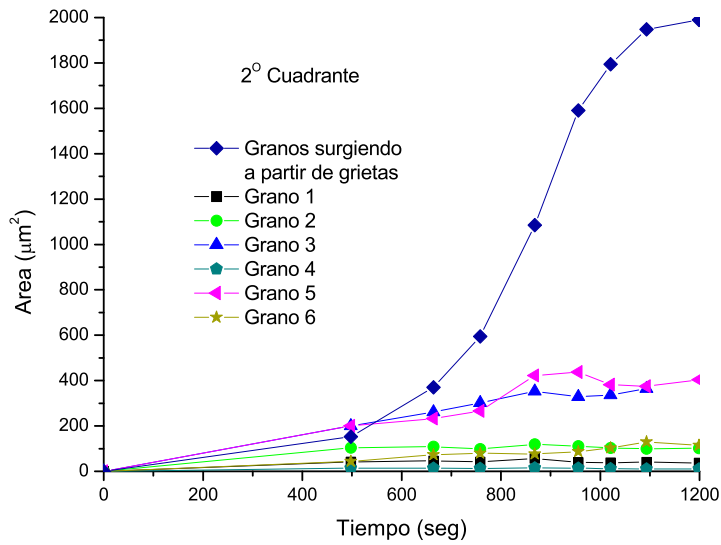


Figura 4.2: Área vs. tiempo de deformación, para el cuadrante II, de la muestra Cd-17.4%Zn. Se indica la evolución de granos hacia la superficie, a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg .

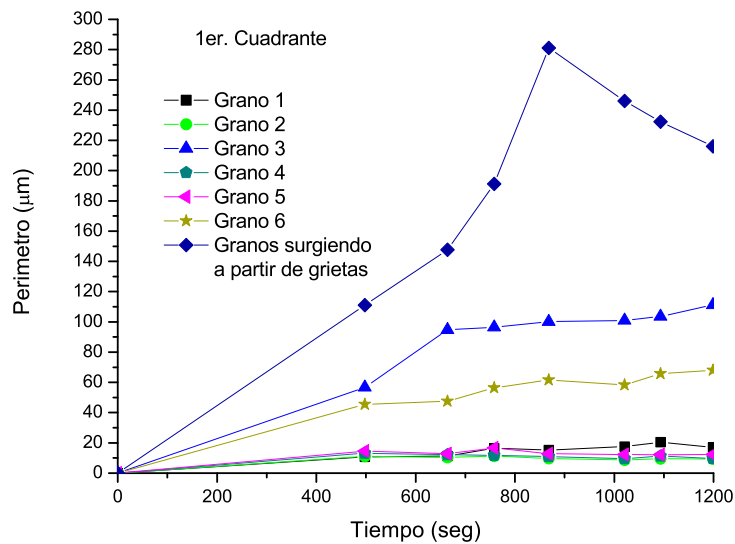


Figura 4.3: Perímetro vs. tiempo de deformación, para el cuadrante I, de la muestra Cd-17.4%Zn. Se indica la evolución de granos hacia la superficie, a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg .

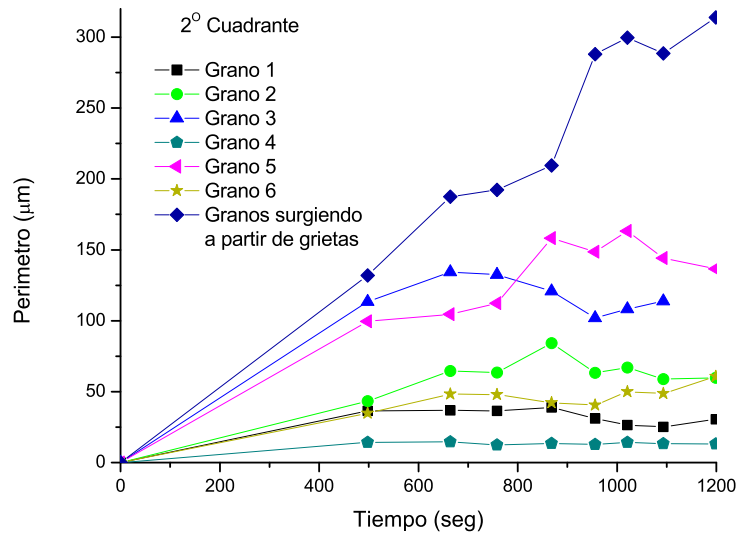


Figura 4.4: Perímetro vs. tiempo de deformación, para el cuadrante II, de la muestra Cd-17.4%Zn. Se indica la evolución de granos hacia la superficie, a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

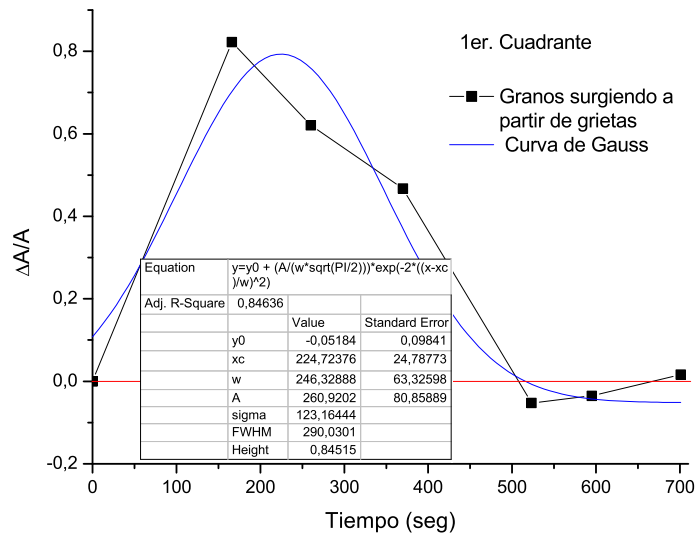


Figura 4.5: Cambio porcentual de área ($\Delta A/A$) vs. tiempo de deformación, para el cuadrante I, de la muestra Cd-17.4%Zn. Se indica el surgimiento de granos hacia la superficie, a partir de una fisura o grieta, a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

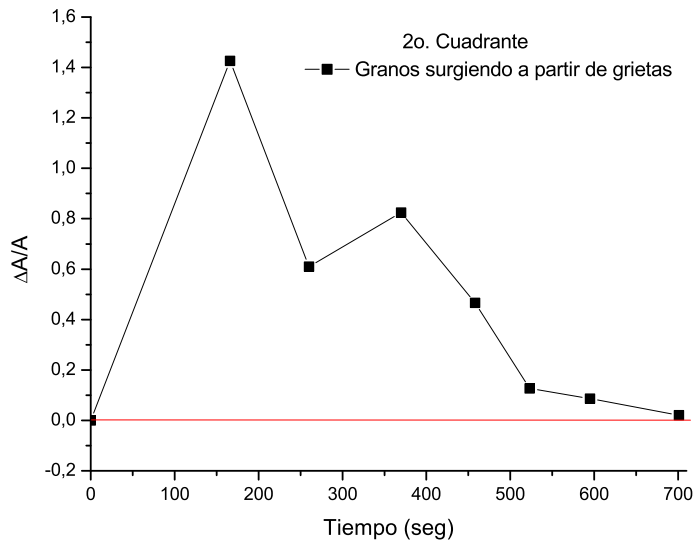


Figura 4.6: Cambio porcentual de área ($\Delta A/A$) vs. tiempo de deformación, para el cuadrante II. Se indica el surgimiento de granos hacia la superficie, a partir de una fisura o grieta, para la muestra Cd-17.4%Zn y a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

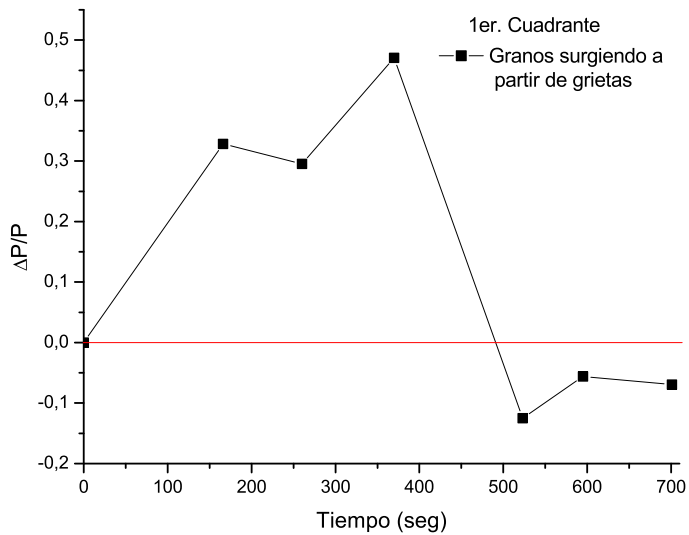


Figura 4.7: Cambio porcentual de perímetro ($\Delta P/P$) vs. tiempo de deformación, para el cuadrante I. Se indica el surgimiento de granos hacia la superficie, a partir de una fisura o grieta, para la muestra Cd-17.4%Zn y a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

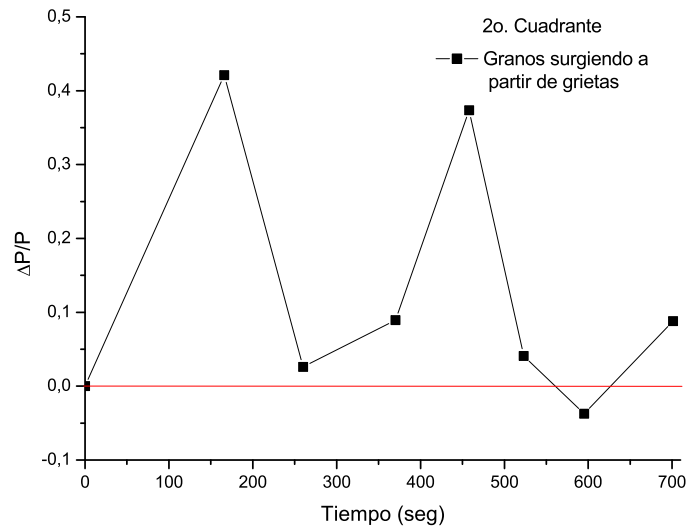


Figura 4.8: Cambio porcentual de perímetro ($\Delta P/P$) vs. tiempo de deformación, para el cuadrante II. Se indica el surgimiento de granos hacia la superficie, a partir de una fisura o grieta, para la muestra Cd-17.4%Zn y a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

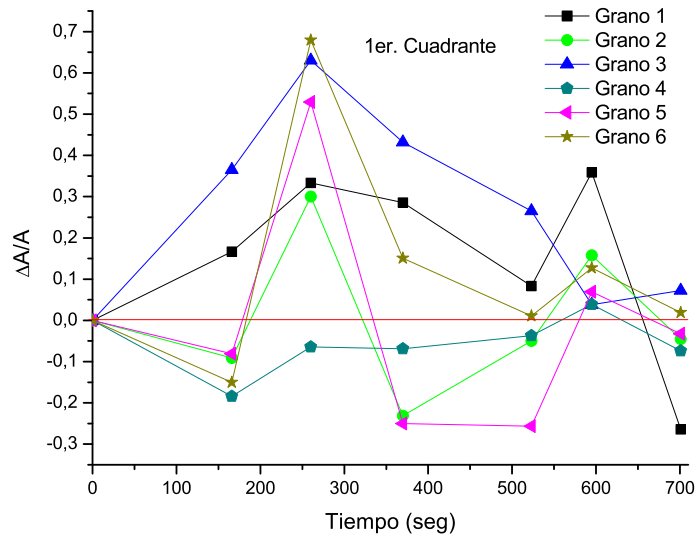


Figura 4.9: Cambio porcentual de área ($\Delta A/A$) vs. tiempo de deformación, para el cuadrante I. Se indican los granos con forma equiaxial, para la muestra Cd-17.4%Zn y a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

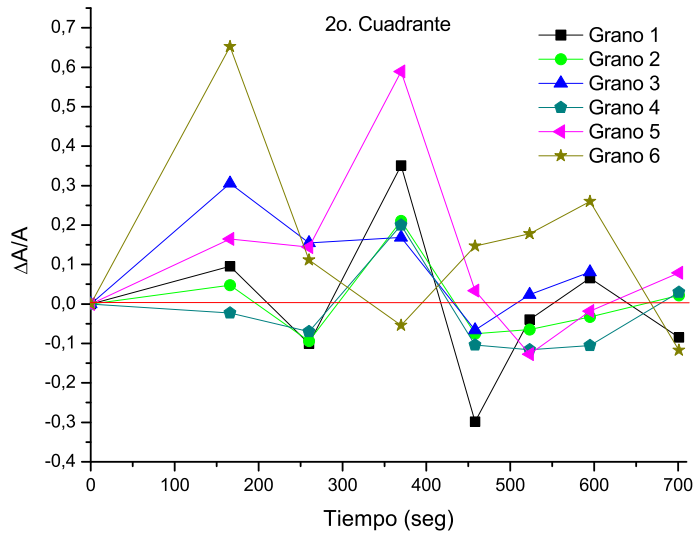


Figura 4.10: Cambio porcentual de área ($\Delta A/A$) vs. tiempo de deformación, para el cuadrante II. Se indican los granos con forma equiaxial, para la muestra Cd-17.4%Zn y a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

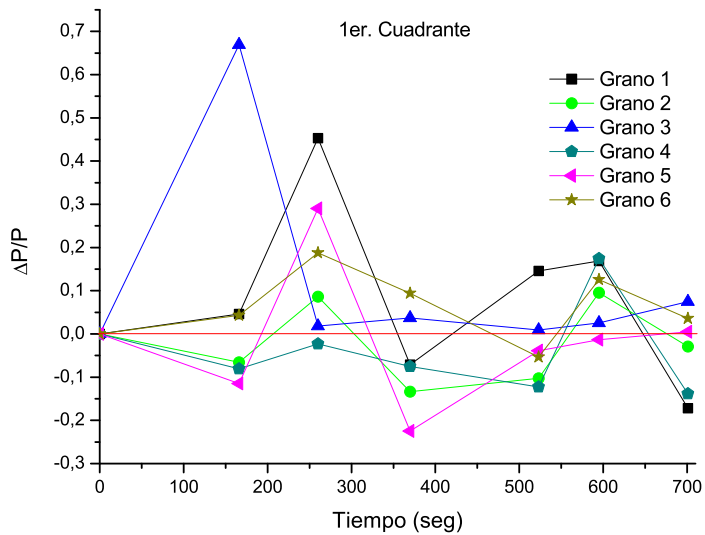


Figura 4.11: Cambio porcentual de perímetro ($\Delta P/P$) vs. tiempo de deformación, para el cuadrante I, se indican los granos con forma equiaxial, para la muestra Cd-17.4%Zn y a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

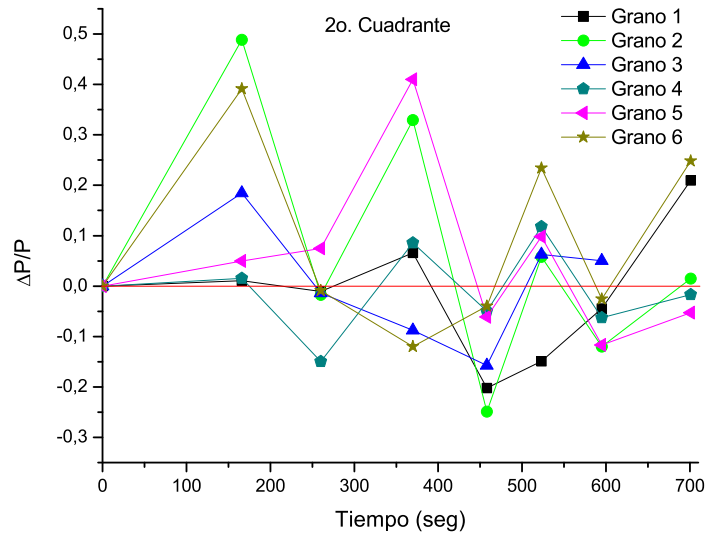


Figura 4.12: Cambio porcentual de perímetro ($\Delta P/P$) vs. tiempo de deformación, para el cuadrante II. Se indican los granos con forma equiaxial, para la muestra Cd-17.4%Zn y a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg .

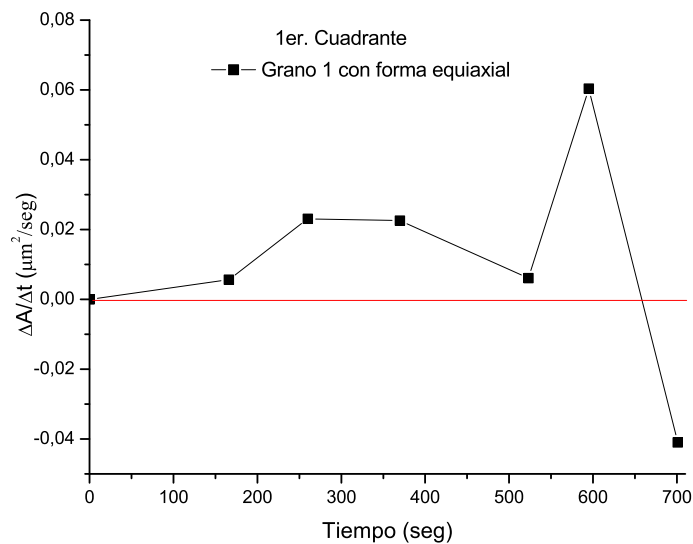


Figura 4.13: Rapidez de crecimiento en área ($\Delta A/\Delta t$) para el grano 1 con forma equiaxial, presente en el cuadrante I. De la muestra Cd-17.4%Zn y con velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg .

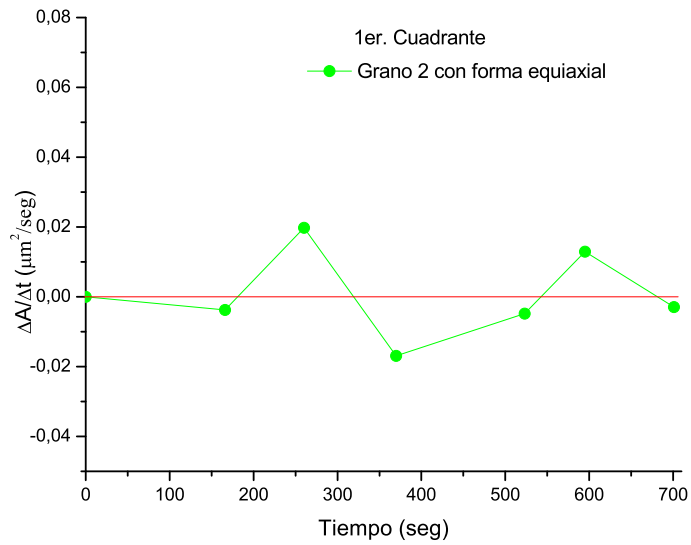


Figura 4.14: Rapidez de crecimiento de área ($\Delta A/\Delta t$) para el grano 2 con forma equiaxial, presente en el cuadrante I. De la muestra Cd-17.4%Zn y con velocidad de deformación promedio de 0.015 *mm/seg*.

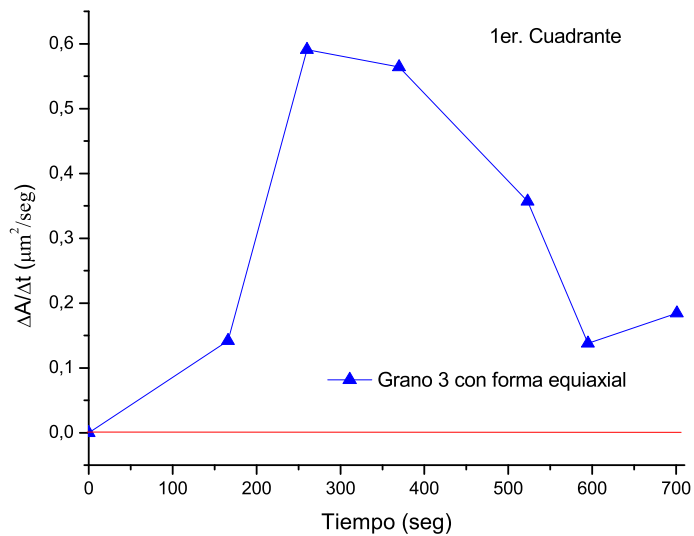


Figura 4.15: Rapidez de crecimiento en área ($\Delta A/\Delta t$) para el grano 3 con forma equiaxial, presente en el cuadrante I. De la muestra Cd-17.4%Zn y a una velocidad de deformación promedio de 0.015 *mm/seg*.

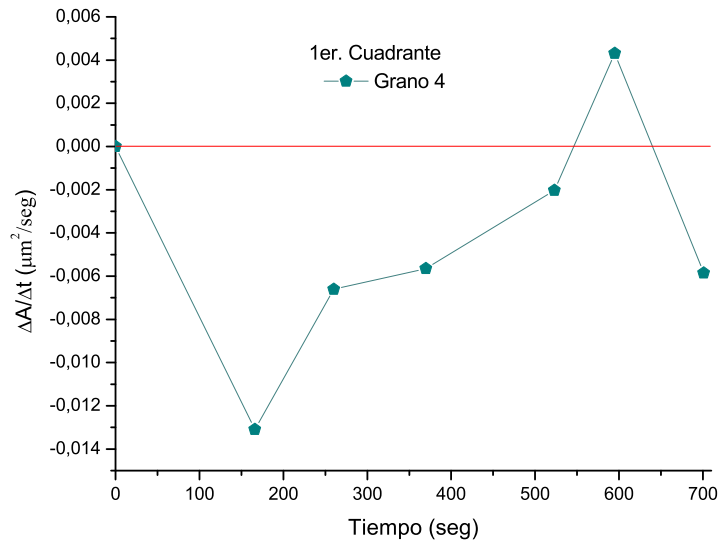


Figura 4.16: Rapidez de crecimiento en área ($\Delta A/\Delta t$) vs. tiempo de deformación, para el grano 4 con forma equiaxial, presente en el cuadrante I. De la muestra Cd-17.4%Zn y a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

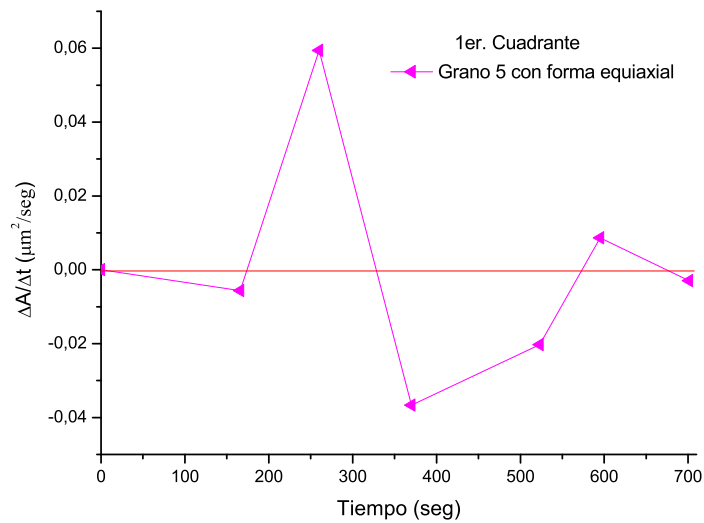


Figura 4.17: Rapidez de crecimiento en área ($\Delta A/\Delta t$) vs. tiempo de deformación, para el grano 5 con forma equiaxial, presente en el cuadrante I. De la muestra Cd-17.4%Zn y a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

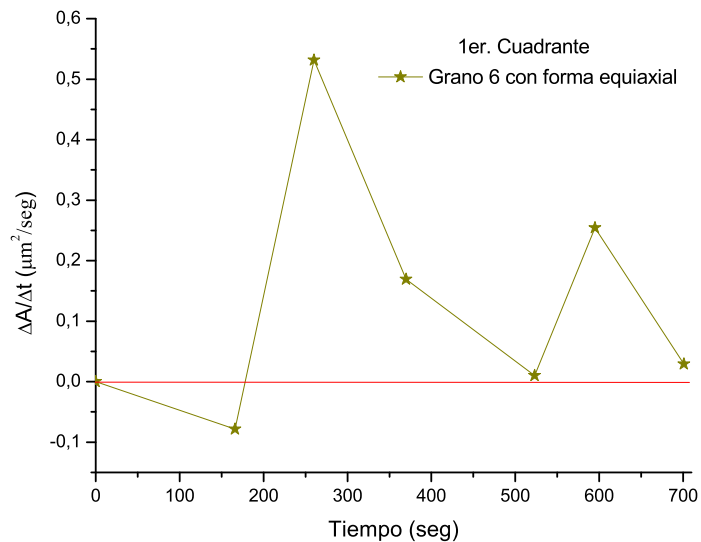


Figura 4.18: Rapidez de crecimiento en área ($\Delta A/\Delta t$) vs. tiempo de deformación, para el grano 6 con forma equiaxial, del cuadrante I. De la muestra Cd-17.4%Zn y con velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

Las gráficas (4.24-4.26), muestran los radios (r_{eq}) de los granos equiaxiales, así como también para los granos surgiendo de grietas o fisuras, estos valores oscilan alrededor de un valor equiaxial de área y de perímetro, para el caso de un círculo ideal.

La sumatoria de las rapidezces de crecimiento en área y perímetro para los granos surgiendo de grietas, se muestran en las Figs. (4.27-4.28), con los cuadrantes reunidos I y II. Las Figs. (4.29-4.30) exhiben la rapidez de crecimiento total para granos equiaxiales, junto con sus respectivas aceleraciones, Fig. (4.31-4.32).

Las rapidezces porcentuales de cambio en área y de perímetro ($1/A\Delta A/\Delta t$, $1/P\Delta P/\Delta t$), para los granos surgiendo a partir de grietas, se observan en las figs. (4.32-4.35) con los cuadrantes I y II. Las áreas representan el sentido físico y está relacionadas con las fuerzas impulsoras de grano.

Por último, las rapidezces porcentuales de cambio en área y de perímetro, para los granos equiaxiales, en los cuadrantes I y II, se observa en las figs. (4.36-4.39).

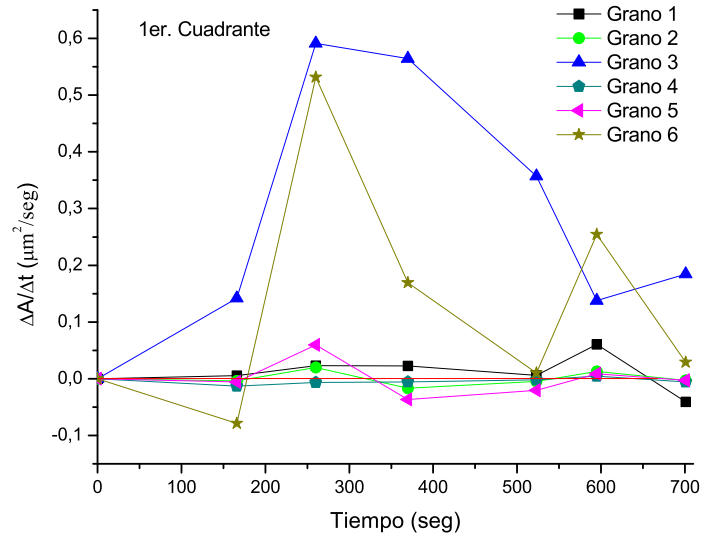


Figura 4.19: Rapidez de crecimiento en área ($\Delta A/\Delta t$) vs. tiempo de deformación, para el cuadrante I. Se indican los granos con forma equiaxial, para la muestra Cd-17.4%Zn y con velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

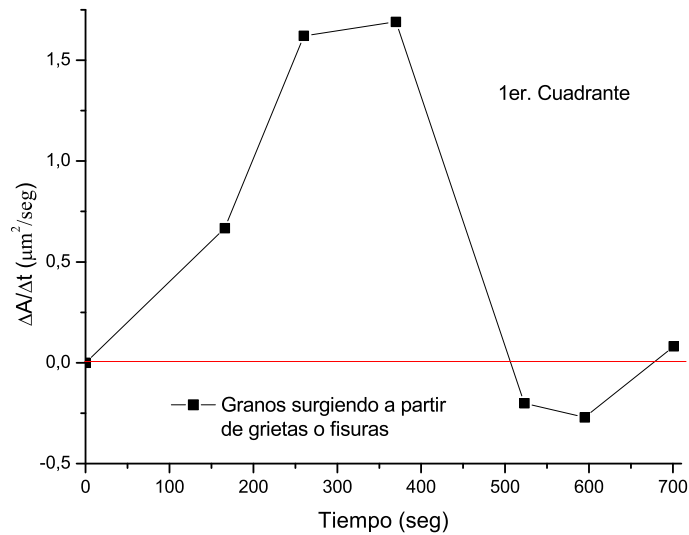


Figura 4.20: Rapidez de crecimiento en área ($\Delta A/\Delta t$) vs. tiempo de deformación, del conjunto de granos surgiendo a partir de una fisura o grieta, en el cuadrante I. Con muestra Cd-17.4%Zn y a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

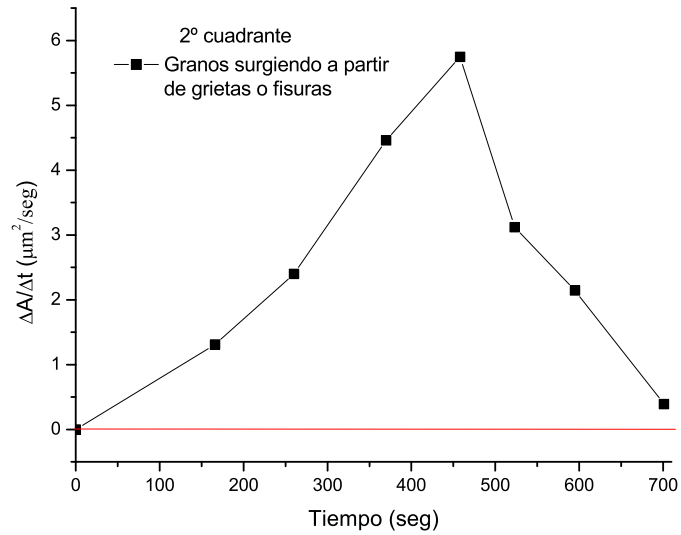


Figura 4.21: Rapidez de crecimiento en área ($\Delta A/\Delta t$) vs. tiempo de deformación, presente en el cuadrante I. Se indica el conjunto de granos surgiendo a partir de una fisura o grieta, para la muestra Cd-17.4%Zn y a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

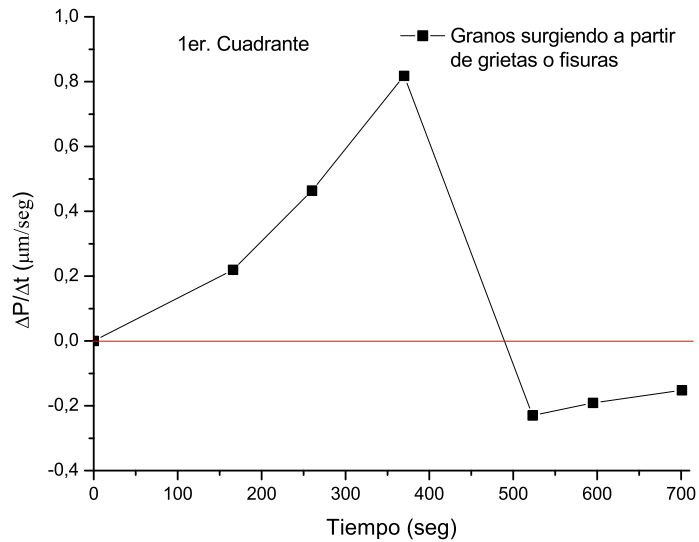


Figura 4.22: Rapidez de crecimiento en perímetro ($\Delta P/\Delta t$) vs. tiempo de deformación, presentes en el cuadrante I. Se indica el conjunto de granos surgiendo a partir de una fisura o grieta, para la muestra Cd-17.4%Zn y a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

Discusión de los resultados

Desde el punto de vista molecular, en el movimiento de las fronteras de grano, existen muchos obstáculos, tales como baches, precipitados, impurezas y dislocaciones de frontera de grano. Un obstaculo de un grano, detiene el movimiento de otro granos vecinos. El esfuerzo aplicado es concentrado en este sitio. Los granos se difunden hacia afuera sobre las fronteras de grano, para poder liberar los esfuerzos y existe suficiente auto difusión, el movimiento de los granos es posible.

Las identaciones hechas en la muestra, no efectaron el movimiento total de los granos, durante las pruebas de tensión. En la muestra pulida no existieron fronteras de grano, las identaciones impresas fueron de poca profundidad, debido a la aplicación mínima de carga por parte del microdurometro Vickers [57]. El efecto de las identaciones hechas, pudo alterar el volumen de alguna frontera de grano, durante el comienzo de la zona plástica, pudo producir un efecto ligero en la nucleación de dislocación o transferir energía de la dislocación, hacia el siguiente grano, como se puede ver en las curvas de los granos surgiendo a partir de grietas, con gráficas 4.1-4.4.

Como se mencionó en los capítulos anteriores, la energía de las fronteras de grano en la muestra estudiada, esta en función de su orientación relativa (esto involucra tres grados de libertad), así como de la orientación propia de la superficie en la frontera de los granos (dos grados adicionales de libertad) [58]. Por lo tanto en general, las fronteras de grano tienen cinco grados de libertad. Los granos con fronteras de ángulo bajo de desorientación, se mueven en conjunto o como una entidad, estas permanecen en un mismo plano de deslizamiento, de acuerdo a un arreglo simple de dislocaciones durante la deformación superplástica.

Los límites de grano aumentan la resistencia de los metales, porque actúan como barreras en el movimiento de las dislocaciones. Durante la deformación plástica, las dislocaciones se mueven a lo largo de un determinado plano de deslizamiento, no pueden seguir una línea recta al pasar de un grano a otro, puesto que cambian de dirección en los límites de grano. Es decir, cada grano tiene su propio conjunto de dislocaciones en sus propios planos de deslizamiento y con orientación distinta a la de sus granos vecinos.

A medida que las dislocaciones atraviesan el grano, se produce la deformación plástica. Para nuestra aleación superplástica, el tamaño de grano es muy pequeño, el movimiento de las dislocaciones se redujo y el material se vuelve más resistente.

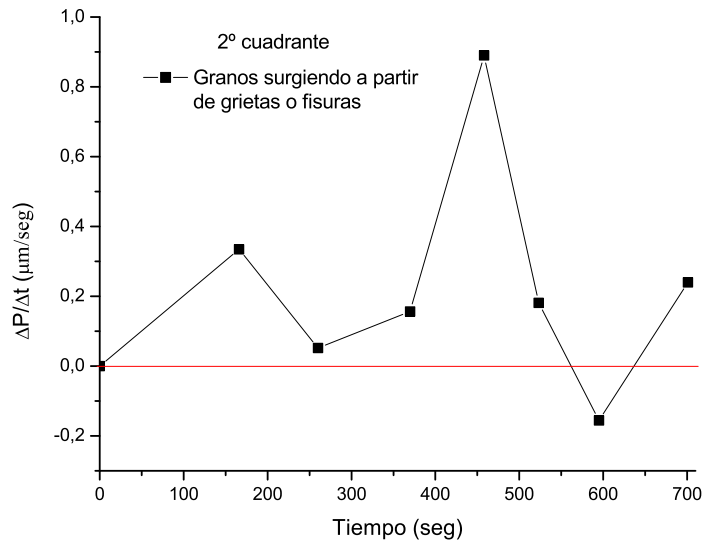


Figura 4.23: Rapidez de crecimiento en perímetro ($\Delta P/\Delta t$) vs. tiempo de deformación, para el conjunto de granos surgiendo a partir de una fisura o grieta, presentes en el cuadrante II. Para la muestra Cd-17.4%Zn y a una velocidad de deformación promedio de $0.015 \text{ mm}/\text{seg}$.

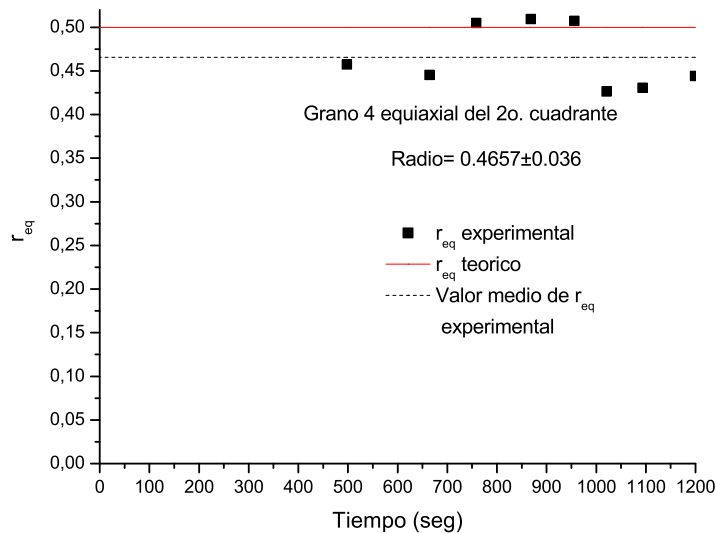


Figura 4.24: Radio equivalente experimental (r_{eq}) vs. tiempo de deformación, para el grano 4 con forma equiaxial, presente en el cuadrante II. Para la muestra Cd-17.4%Zn y con velocidad de deformación promedio de $0.015 \text{ mm}/\text{seg}$.

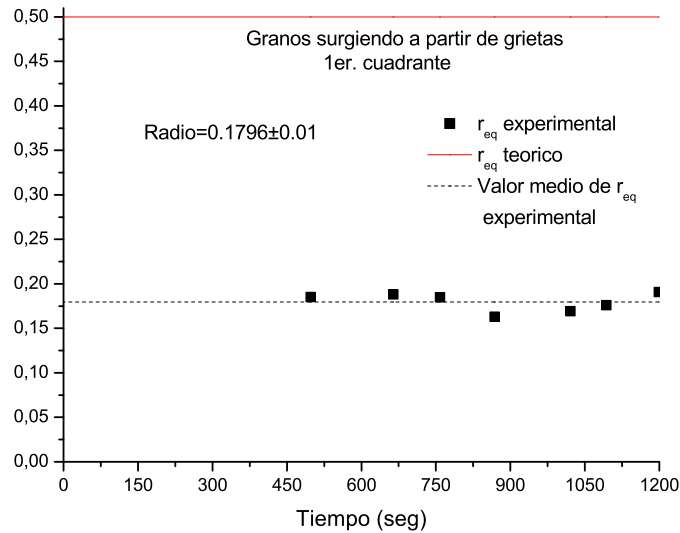


Figura 4.25: Radio equivalente experimental (r_{eq}) vs. tiempo de deformación, del conjunto de granos surgiendo a partir de fisuras o grietas, presentes en el cuadrante I. Para la muestra Cd-17.4%Zn y con velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

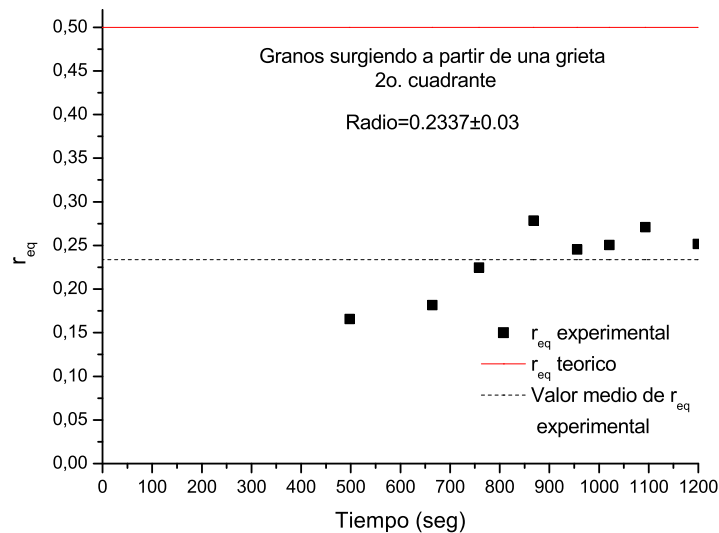


Figura 4.26: Radio equivalente experimental (r_{eq}) vs. tiempo de deformación, del conjunto de granos surgiendo a partir de fisuras o grietas, presentes en el cuadrante II. Para la muestra Cd-17.4%Zn y con velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

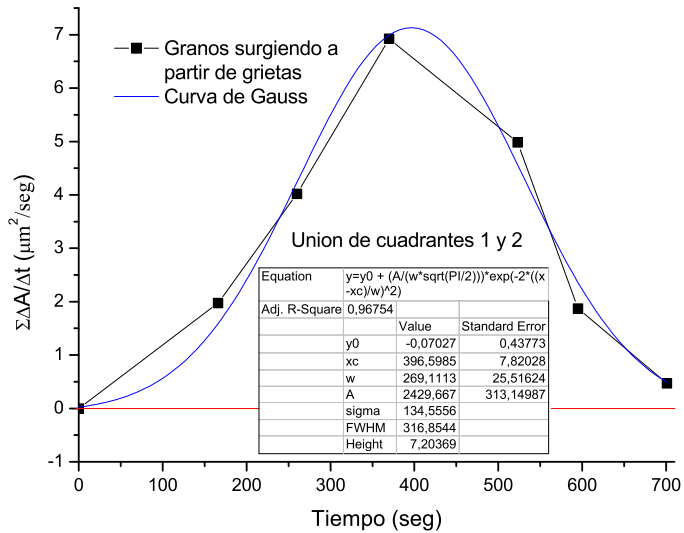


Figura 4.27: Sumatoria de las rapidezces de crecimiento en área ($\sum \Delta A/\Delta t$) vs. tiempo de deformación, para los granos surgiendo a partir de grietas, presentes en el cuadrante I y II. Para la muestra Cd-17.4%Zn y con velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

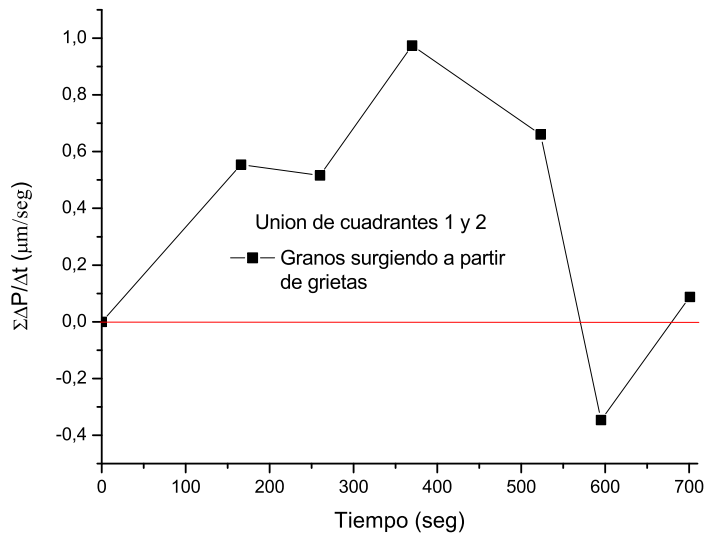


Figura 4.28: Sumatoria de las rapidezces de crecimiento en perímetro ($\sum \Delta P/\Delta t$) vs. tiempo de deformación, para el conjunto de granos surgiendo a partir de una fisura o grieta, presentes en el cuadrante I y II. Para la muestra Cd-17.4%Zn y con velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

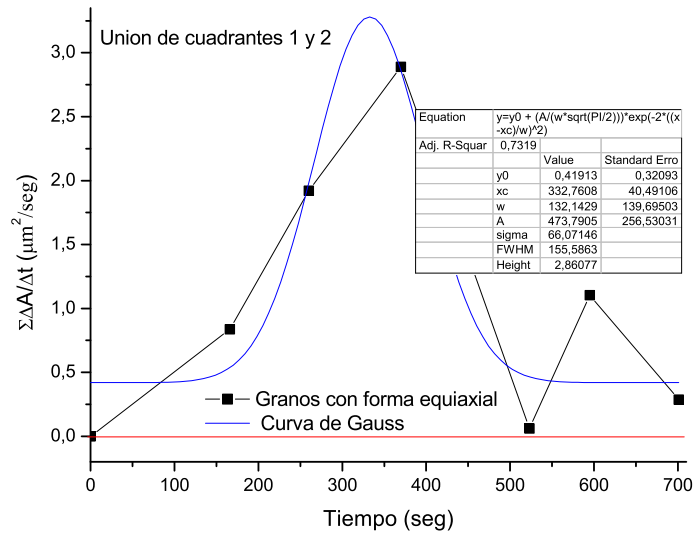


Figura 4.29: Sumatoria de las rapidezces de crecimiento en área ($\sum \Delta A/\Delta t$) vs. tiempo de deformación, para los granos equiaxiales, presentes en el cuadrante I y II. Para la muestra Cd-17.4%Zn y con velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

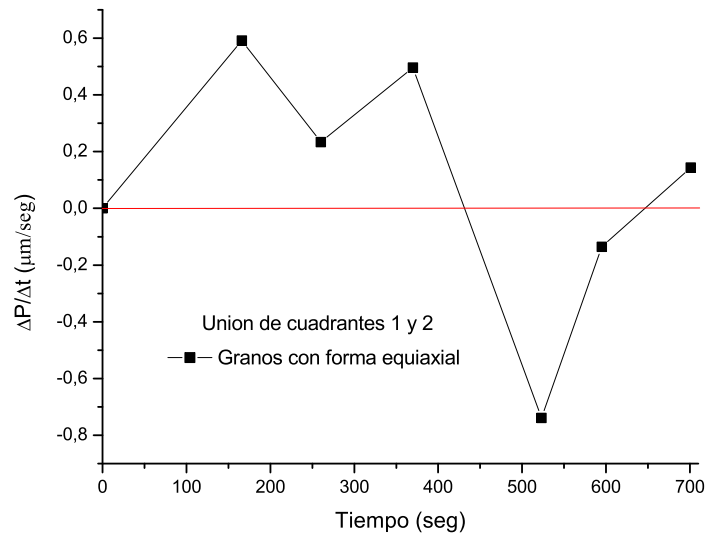


Figura 4.30: Sumatoria de las rapidezces de crecimiento en perímetro ($\sum \Delta P/\Delta t$) vs. tiempo de deformación, para los granos equiaxiales, presentes en el cuadrante I y II. Para la muestra Cd-17.4%Zn y con velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg.

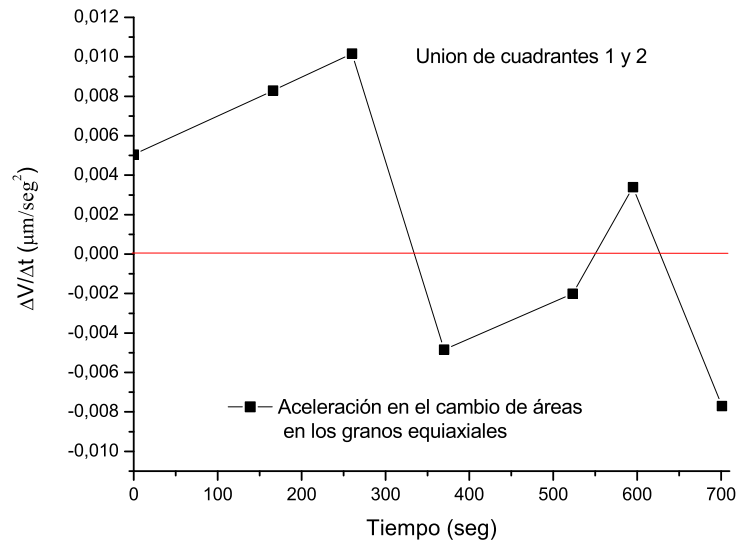


Figura 4.31: Aceleración en el cambio de área ($\Delta V/\Delta t$) vs. tiempo de deformación, para los granos equiaxiales, con los cuadrantes reunidos I y II. Para la muestra Cd-17.4%Zn y con velocidad de deformación promedio aplicada de 0.015 mm/seg.

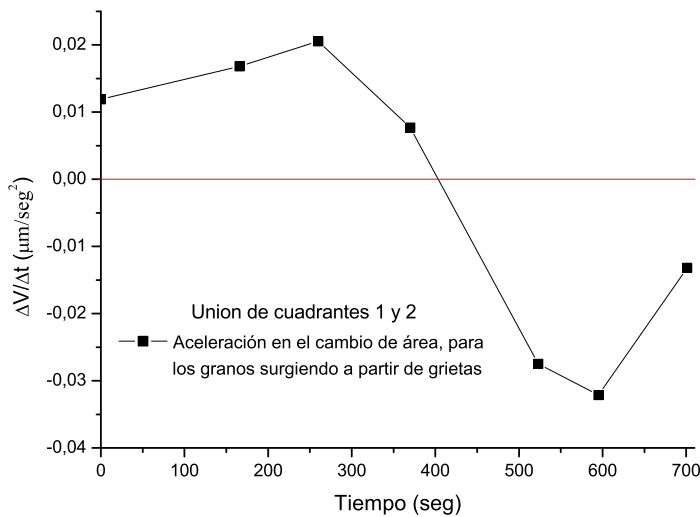


Figura 4.32: Aceleración en el cambio de área ($\Delta V/\Delta t$) vs. tiempo de deformación, para los granos surgiendo a partir de grietas, con los cuadrantes reunidos I y II. Para la muestra Cd-17.4%Zn y con velocidad de deformación promedio aplicada de 0.015 mm/seg.

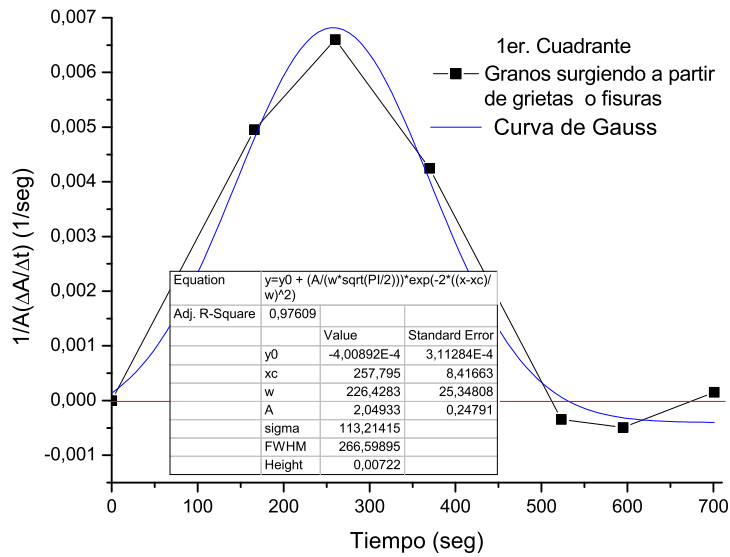


Figura 4.33: Rapidez porcentual de cambio en área ($1/A\Delta A/\Delta t$), para los granos surgiendo a partir de grietas que afloran hacia la superficie y con dada velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg . Para los granos presentes en el cuadrante I, de la muestra Cd-17.4 %Zn.

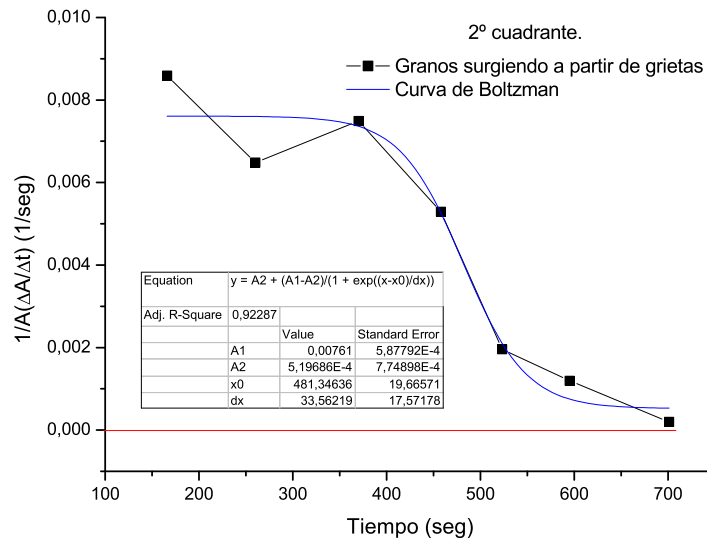


Figura 4.34: Rapidez porcentual de cambio en área ($1/A\Delta A/\Delta t$), para los granos surgiendo a partir de grietas y que afloran hacia la superficie. A una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg . Para los granos presentes en el cuadrante II, de la muestra Cd-17.4 %Zn.

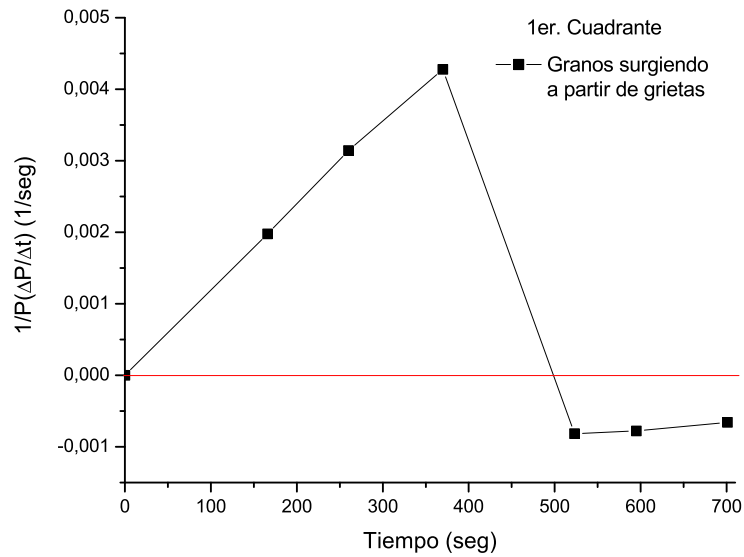


Figura 4.35: Rapidez porcentual del cambio en perímetro ($1/P\Delta P/\Delta t$), para los granos surgiendo a partir de grietas y que afloran hacia la superficie. A una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg . Para los granos presentes en el cuadrante I, de la muestra Cd-17.4%Zn.

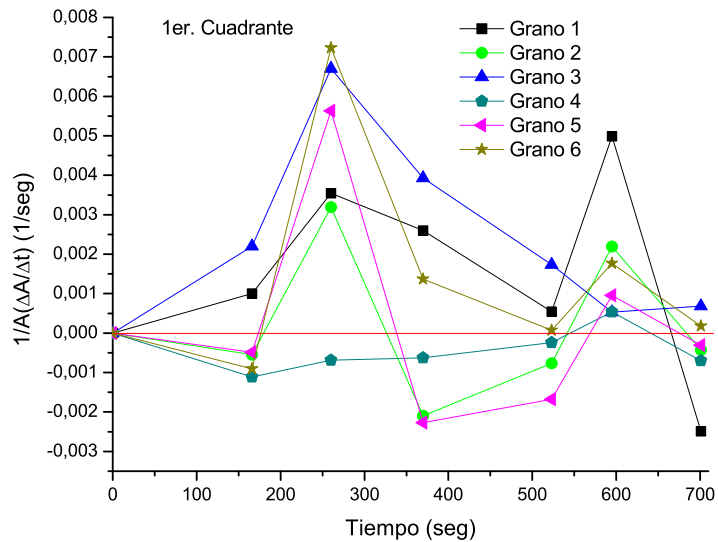


Figura 4.36: Rapidez porcentual de cambio en área ($1/A\Delta A/\Delta t$), para los granos equiaxiales que afloran hacia la superficie, a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg . Para los granos presentes en el cuadrante I, de la muestra Cd-17.4%Zn.

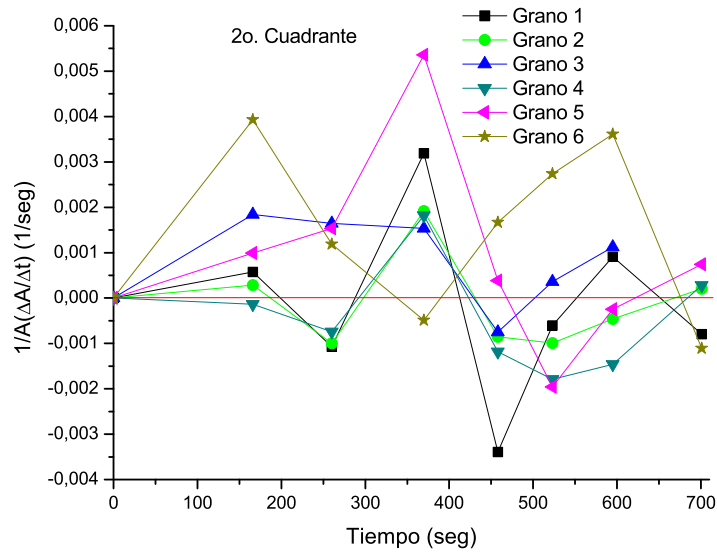


Figura 4.37: Rapidez porcentual de cambio en área ($1/A\Delta A/\Delta t$), para los granos equiaxiales que afloran hacia la superficie, a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg . Para los granos presentes en el cuadrante II, de la muestra Cd-17.4%Zn.

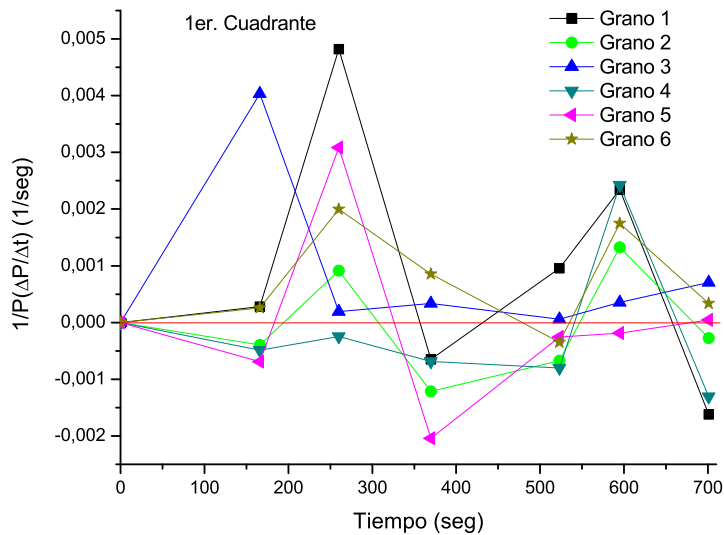


Figura 4.38: Rapidez porcentual de cambio en perímetro ($1/P\Delta P/\Delta t$), para los granos equiaxiales que afloran hacia la superficie en función del tiempo, a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg . Para los granos presentes en el cuadrante I, de la muestra Cd-17.4%Zn.

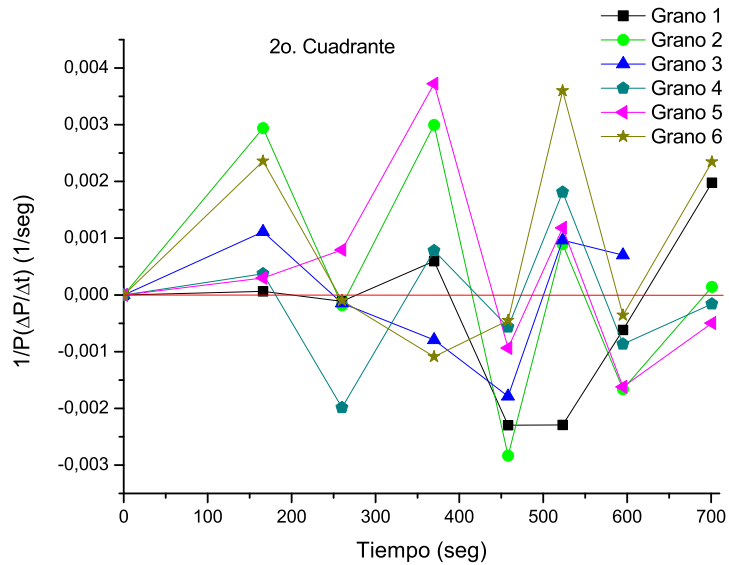


Figura 4.39: Rapidez porcentual de cambio en perímetro ($1/P\Delta P/\Delta t$), para los granos equiaxiales que afloran hacia la superficie, a una velocidad de deformación promedio de 0.015 mm/seg . Para los granos presentes en el cuadrante II, de la muestra Cd-17.4%Zn.

De las gráficas exhibidas anteriormente, se pudo analizar lo siguiente:

En el análisis de todos los resultados experimentales, se considera que por limitaciones físicas, se tuvo que detener la deformación plástica por varios minutos mientras se tomaban las fotos de la micro estructura. Esto pudo haber dado lugar a cambios y movimientos menores de los granos observados, producto de la relajación de esfuerzos locales. Hay que tomar en cuenta, que el grano observado no está aislado, tiene granos vecinos que interactúan con él y todos tratan de moverse en dirección de disminuir los esfuerzos locales que actúan sobre ellos; dando lugar a los comportamientos observados.

Para el caso de las gráficas 4.9-4.12 que presentan el cambio porcentual ($\Delta A/A$), estas tienden al valor cero, cuando ya no existe crecimiento, ni decrecimiento de la curva, los nuevos granos ya no surgen de la superficie.

Para las gráficas 4.5-4.8, cuando una fisura o grieta superficial comienza a evolucionar por la acción de esfuerzos externos; es señal de que durante la deformación del material, se han venido acumulando granos contiguos con fronteras de grano comunes de baja energía (es decir, están muy amarradas y con poca energía para su deslizamiento relativo). En estas condiciones los granos se mueven como una entidad, al emerger como conjunto, los vemos juntos apareciendo desde el fondo de una grieta. Cuando son muchos los granos vecinos que tienen fronteras de baja energía, la resistencia al deslizamiento en sus fronteras, crecerá mucho y eventualmente

una de esas grietas será el origen de una fractura que romperá la muestra bajo deformación.

Para el caso de granos equiaxiales, con Figs. 4.13-4.19, se observan las evoluciones o surgimientos de granos, con un comportamiento distinto dependiendo de la interacción con sus vecinos, sin embargo todos tienden a dejar de cambiar sus dimensiones aparentes en el corto plazo al terminar de surgir.

Las gráficas que muestran la rapidez de crecimiento, gráficas 4.20-4.23, muestran la evolución de la grieta y el afloramiento de los granos hacia la superficie externa de la muestra, en donde la rapidez de cambio porcentual del área tiende a cero; si estuviera creciendo de manera exponencial con el tiempo, estaríamos en presencia de que la grieta rompería la muestra.

Por otra parte, se determinó un tiempo crítico (gráfica 4.27) para el cual las fisuras que crecen exponencialmente pueden evolucionar en dos posibles direcciones: primera a disminuir su velocidad y aflorar granos a la superficie. Segunda a continuar creciendo exponencialmente como una grieta que da lugar a la fractura bajo la acción de esfuerzos. Para nuestros experimentos este tiempo crítico es del orden de 425 segundos. La fractura de la muestra ocurrió a 1200 segundos, después de estar sometida a una velocidad media de deformación de 0.015 mm/seg .

La aceleración en el cambio de áreas para los granos equiaxiales, (Fig. 4.31), da como resultado granos que van surgiendo y que incrementan la superficie exterior de la muestra, experimentan en el comienzo, una fuerza neta positiva, lo que muestra una aceleración, al aumentar el área de dichos granos, después desaceleran en tamaño, por lo que se encogen en el transcurso de la deformación, hasta que por último, terminan de emerger. También se muestra su oscilación alrededor del valor cero, para dicha fuerza neta sobre este conjunto de granos. La raíz de las oscilaciones reside en reajustes de los granos nuevos durante el deslizamiento en etapas posteriores de deformación. Con la ayuda de la gráfica 4.31, se tiene la posibilidad real de medir la fuerza entre los granos sobre la superficie durante la deformación superplástica.

Si bien tenemos mucha dispersión en los datos, el ajuste matemático para la gráfica (4.34), se ajusta a una curva de Boltzman, permite apreciar claramente que los datos experimentales indican la evolución o aproximación hacia el equilibrio, en donde terminó de aflorar los granos en la superficie de la muestra.

El radio equivalente experimental de los granos surgiendo a partir de grietas, es muy diferente al caso particular de un círculo, solo los granos equiaxiales poseen aproximadamente una forma circular en varios lapsos de deformación.

El cambio porcentual de área en los granos surgiendo a partir de grietas Fig. (4.5-4.6), tienen curvas similares, alcanzan un máximo valor en un intervalo de tiempo de 200 segundos. Las curvas para sus cambios porcentuales en perímetro son muy diferentes, debido al cambio en el contorno de los granos, conservando sus mismas áreas.

Las curvas para el cambio porcentual en área para los granos equiaxiales, Fig. (4.9-4.12), muestran una serie de oscilaciones pequeñas, del orden de decimas, en donde cada una de las curvas, corresponden a las interacciones que tienen lugar en las fronteras de grano. Por ejemplo en la gráfica 4.9, se muestra un grano con forma equiaxial, denotado por el número 1, para el primer cuadrante, el cual redujo su tamaño, en el intervalo final de 700 segundos, debido a su interacción con otros granos vecinos, que limitaron su emergimiento y por tanto la observación de su tamaño final.

Las gráficas para la rapidez de crecimiento en área, de los granos con forma equiaxial (Fig. 4.19), muestran una aceleración en su crecimiento y justifica los resultados dados para las áreas en cada instante de la deformación (Fig. 4.1). Por otra parte, las rapidezces de crecimiento en área para los granos surgiendo a partir de grietas (Fig. 4.20-4.21), tienen similares comportamientos y tienden a disminuir a cero.

La sumatoria de las rapidezces de crecimiento en área, para los granos equiaxiales presentes en los cuadrantes I y II (Fig. 4.29), muestran que en forma general, todos los granos alcanzaron una rapidez máxima de crecimiento en área de $2.8 \mu m/seg^2$ y una rapidez mínima cercana a $0 \mu m/seg^2$. Mientras que para el caso de la sumatoria de las rapidezces de crecimiento en perímetro de los granos equiaxiales, estas presentan mayores oscilaciones, Fig (4.31).

Por último, la rapidez porcentual de cambio en área, para los granos surgiendo a partir de grietas, alcanzaron un máximo valor de $0.067 1/seg$, en un intervalo de tiempo de 250 segundos, con comportamiento similar a la gráfica 4.57. Para el caso de los granos equiaxiales presentes en los cuadrantes I y II, se obtuvieron oscilaciones en las curvas, que son similares a las gráficas 4.9-4.12.

Conclusiones

El material Cd-Zn eutéctico superplástico, deformado a temperatura ambiente, muestra la aparición de nuevos granos hacia la superficie, mediante el deslizamiento por fronteras de grano (GBS). Durante la deformación, se observan granos que retienen su forma y tamaño original, con incremento neto en el número de granos (mecanismo de Rachinger).

La muestra tuvo una deformación total del 205 %, en donde la mayor parte de la superficie de la muestra fue cubierta por el deslizamiento de bloques de grano. Este comportamiento reside en el deslizamiento de granos contiguos con fronteras de grano comunes de baja energía, es decir, se encuentran muy amarradas y poseen poca energía para su deslizamiento relativo. Las curvas de Gauss y de Boltzman se ajustan al comportamiento de los granos observados y muestran su evolución hacia un estado de equilibrio.

El mapeo de flujo granular permite localizar de manera aproximada, cada grano sobre la superficie de la muestra, durante la deformación superplástica. La técnica permite medir la evolución en área y perímetro, así como los cambios en su crecimiento y de aceleración. Mediante la generación de mapas de flujo granular es posible obtener datos, que en principio permiten el estudio de la cinética de nuevos granos y su utilidad en el estudio de las fuerzas que producen sus movimientos (dinámica).

La técnica experimental se puede emplear con diferentes materiales, en particular para aquellos con esfuerzo de fluencia del mismo orden que los materiales superplásticos y sirve de herramienta para entender el cooperativo deslizamiento en las fronteras de grano.

La técnica también puede emplearse para materiales con tamaños de grano extremadamente pequeños (materiales nanoestructurados), obtenidos a partir de una deformación plástica severa. Estos materiales contienen una alta densidad de dislocaciones y poseen fronteras de grano de configuración no uniforme, en donde las dislocaciones favorecen al desarrollo de GBS. Es por ello que esta técnica puede contribuir al estudio de los mecanismos relacionados con el deslizamiento por fronteras de grano.

A través de la generación de mapas de flujo granular, con enfoque cinemático, es posible obtener nuevos datos que permiten el desarrollo de modelos más realistas para la deformación super-

plástica. Se sugiere el desarrollo de pruebas de tensión, tomando en cuenta diferentes temperaturas y con registros de varios instantes de tiempo.

Referencias

- [1] Langdon T. G., y Wadsworth J. (1991), Superplasticity in Advanced Materials, editado por S. Hori, M. Tokizane y N. Furushiro (The Japan Society for Research on Superplasticity, Osaka) p. 847.
- [2] Davies G. J. Edington J. W., Cutler C. P. y Padmanabhan K. A. (1970) *J. Mater. Sci.* **5**, 1091.
- [3] Edington J. W., Melton K. N. y Cutler C. P. (1976) *Progress in Mater. Sci.* **21**, 61.
- [4] Taplin D. M. R., Dunlop G. L. y Langdon T. G. (1979) *Ann. Rev. Mater. Sci.* **9**, 151.
- [5] Mukherjee K. (1979) *Ann. Rev. Mater. Sci.* **9**, 191.
- [6] Padmanabhan K.A. y Davies G. J. (1980) *Supersplasticity*, Springer-Verlag.
- [7] Yavari P. y Langdon T. G. (1983) *Mater. Sci. Eng.* **57**. 55.
- [8] W. Rosenhain and D. Ewen, *J. Inst. Metals* **8** (1912) 149.
- [9] W. Rosenhain and J. C. W. Humfrey, *J. Iron Steel Inst.* **87** (1913) 119.
- [10] H. F. Moore, B. B. Betty and C. W. Dollins, University of Illinois Engineering Experimental Station Bulletin, **32** (1935) 23.
- [11] Ridley N. and Wang Z. C. (1994) en: Superplasticity in Advanced Materials, T. G. Langdon Ed., *Trans. Tech. Publications Materials Science Forum* **170**, 177.
- [12] Jiang X.G., Earthman J. C. y Mohamed F.A. (1994) *J. Mater. Sci.* **29**, 5499.
- [13] Ma Y. y Langdon T. G. (1993) *Mater Sci. Eng.* **A168**, 225.
- [14] Valiev R. Z. y Kaibyshev O. A. (1983) *Acta Metall.* **31**, 2121.
- [15] Sakuma T. (1997) *Materials Science Forum* Vols. **243-245**, 327.
- [16] Mohamed F. A., Shei S.A. y Langdon T. G. (1975) *Acta Metall.* **23**, 1443.
- [17] Langdon T. G. (1994) *Mater. Sci. Eng.* **A174**. 225.
- [18] Torres-Villaseñor G. y Negrete J. (1988) en Superplasticidad y Formado Superplástico, editado por C. H. Hamilton y N. E. Paton. The Minerals, Metals & Materials Society, p. 51.

-
- [19] Zelin M. G., Yang H. S., Valiev R. Z. y Mukherjee A.K. (1992) *Metall. Trans.* **24A**, 417.
- [20] Gifkins R. C. (1978) *J. Mater. Sci.* **13**, 1926.
- [21] Van Riet C. y De Meester P. (1985) *Scripta Metall.* **19**, 795.
- [22] Blandin J. J. y Suéry M. (1998) en Superplasticidad y Formado Superplástico, Editado por C. Hamilton y N.E. Paton. The Minerals, Metals & Materials Society, p. 191.
- [23] Watanabe T. (1997) en Superplasticidad en Materiales Avanzados ICSAM-97, editado por A. H. Chokshi. Trans. Tech. Publications. *Materials Science Forum* **243-245** p. 21.
- [24] Valiev R. Z. (1988) en Superplasticidad y Formado Superplástico, editado por C.H. Hamilton y N. E. Paton. The Minerals, Metals & Materials Society p. 45.
- [25] Watanabe T. (1983) *Metall. Trans.* **14A**. 531.
- [26] Stowell M. J. (1982), en Formado de Superplasticidad de aleantes estructurales, editado por C. H. Hamilton y N. E. Paton. (TMS, AIME, Warrendale, PA) p. 321
- [27] Chokshi A. H. y Mukherjee A. K., (1988) en Superplasticidad y Formado Superplástico, editado por C. H. Hamilton y N. E. Paton. The Minerals, Metals & Materials Society, p. 171.
- [28] Chokshi A. H. y Mukherjee A. K. (1989) *Acta Metall.* **37**, 3007.
- [29] Perevezentev V. N., Rybn V. V. y Chuvildeev V. N. (1992) *Acta Metall.* **40**, 915.
- [30] Ridley N. y Wang Z. C. (1994) en Superplasticidad en Materiales Avanzados ICSAM-94, editado por T. G. Langdon, Trans. Tech. Publications. *Material Science Forum*, **170-172**, p. 177.
- [31] Ma Y. y Langdon T. G. (1996). *Metall. & Mater. Trans.* **27A**, 873.
- [32] Iwasaki H., Mori T., Mabuchi M. y Higashi K. (1998) *Mater. Sci. Eng.* **A242**, 32.
- [33] Gosh A. K. y Bae D. H. (1997) en Superplasticidad en Materiales Avanzados ICSAM-97, editado por A.H. Chokshi. Trans. Tech. Publications, *Materials Science Forum* **243-245**, 89.
- [34] Zaki M. (1996) *Metall. & Mater. Trans.* **27A**, 1043.
- [35] Kaunau K. y Hamilton C. H. (1998) *Scripta Mater.* **38**, 299.
- [36] Stowell M. J. (1980) *Met. Sci.* **14**, 267.
- [37] Cocks A. C. K. y Ashby M. F. (1982) *Met. Sci.* **16**, 465.
- [38] Ma Y. y Langdon T. G. (1996) *Metall & Mater. Trans.* **27A**, 873.
- [39] Chandra T., Jonas J. y Taplin D. M. R (1978) *J. Mater. Sci.* **13**, 2380.
- [40] Stowell M. J., Livesey D. W. y Ridley N. (1984) *Acta Metall.***32**, 35.
- [41] Cáceres C. H. y Wilkinson D. S. (1984) *Acta Metall.* **32**, 423.
-

-
- [42] Kovacs-Csetenyi E., Torma T., Griger A. Turmezey T. y Cziráki A. (1991), *Scripta Metall & Mater.* **25**, 2815.
- [43] Muñoz-Andrade J. D., Mendoza-Allende A., Torres-Villaseñor G. y Montemayor-Aldrete J. A. (2000), *Extended Abstract for ICSAM (2000)*, p.251.
- [44] Cannon W. R. y Nix W. D. (1973) *Philos. Mag.* **27**, 9.
- [45] Raj R. y Ashby M. F. (1971) *Metall Trans.* **2A**, 1113.
- [46] Dingley D. J. (1970) *Proc. 3^o. Annual Scanning Electron Microscope Symposium* p. 239.
- [47] Dingley D. J (1973) *Trends in Physics (European Physics Soc. Geneva)* p. 319.
- [48] Astanin V. V., Kaibyshev O. A. y Faizova S. N (1991) *Scripta Metall & Mater* **25**, 2663.
- [49] Zelin M. G. y Mukherjee A. K. (1993) *Philos. Mag.* **68**, 1183.
- [50] Zelin M. G. Dunlap M. R., Rosen R. y Mukherjee A. K. (1993) *J. Appl. Phys.* **74**, 4972.
- [51] Zelin M. G. y Mukherjee (1996) *Mater. Sci. Eng.* **A208**, 210.
- [52] Ashby M. F., y Verral R. A. (1973) *Acta Metall.* **21**, 149.
- [53] Muñoz-Andrade J. D. (1996) "Propiedades Mecánicas de una Aleación Zn-Al-Cu Laminada a Temperatura Ambiente", Magister Scientiarum en Metalurgia y Ciencia de los Materiales, Thesis. Tutors: J. A. Montemayor-Aldrete, G. Torres-Villaseñor y E. S. Puchi-Cabrera, Universidad Central de Venezuela, Caracas, Venezuela.
- [54] Muñoz-Andrade J. D., A. Mendoza-Allende, G. Torres-Villaseñor y J. A. Montemayor-Aldrete, (Accepted for publication June 26, 2000) *J. Mater. Sci.* (JM3077-98).
- [55] Sydney H. Avner, *Introducción a la metalurgia física*, 2a. edición, Mc. Graw Hill.
- [56] Terence G. Langdon, Grain boundary sliding revisited: developments in sliding over four decades, *J. Mater Sci*, (2006), 597-609.
- [57] F. Muktepavela, G. Bakradze, V. Sursaeva, Micromechanical properties of grain boundaries and triple junctions in polycrystalline metal exhibiting grain-boundary sliding at 293 K, *J. Mater Sci*, (2008) 43:3848-3854.
- [58] Dislocation Models of crystal grain boundaries, W. T. Read and W. Shockley, *Physical Review*, **78**, (1950).
- [59] B Saatçi and H Pamuk, *J. Phys. Condens. Matter*, **18**, (2006), 10143-10155.