



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

“CINTAS DE Bi-Cd OBTENIDAS POR SOLIDIFICACIÓN RÁPIDA PARA
PRUEBAS SUPERPLÁSTICAS”

TESIS
QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:
MAESTRO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

PRESENTA:
ING. OSCAR EDGAR OCHOA DE JESÚS

TUTOR:
DR. GABRIEL JORGE TORRES VILLASEÑOR
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

COMITÉ TUTOR:
DR. IGNACIO ALEJANDRO FIGUEROA VARGAS
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES
DR. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ REYES
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

MÉXICO, D.F.

ENERO 2015



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo es la carta de presentación de dos años de trabajo dentro del IIM; en cada sección se encuentra la aportación de muchas personas, a las cuales agradezco su apoyo. Gracias a todas las personas que, de alguna u otra manera, aportaron algo a este proyecto y que, por espacio, no pude enumerar ni poner nombres.

Estoy profundamente agradecido, y contento, que este trabajo escrito lo haya podido realizar con la paciencia y guía del Dr. Gabriel Torres Villaseñor. No puedo ocultar el orgullo que siento al recordar esto.

Por supuesto que poseen una parte fundamental de mi trabajo mis hijos, Fabián y Arlet, y mi novia, Martha, sin la presión que ellos ejercieron este trabajo sería otro de menor audacia; mis padres y hermanos que me arroparon en los días difíciles.

A los consejos oportunos de mi comité tutor y de los sinodales que revisaron y corrigieron este trabajo escrito: Dr. I. Figueroa, Dr. G. González, Dra. M. Rivera, Dr. M. García, Dr. D. Hernández y Dr. A. Prado.

Con respeto y humildad, agradezco al IIM por dar siempre todas las facilidades para trabajar. Al personal administrativo y al personal técnico, Dr. Gabriel Lara, M. en C. Adriana Tejeda, Dr. Omar Novelo.

Y por último, pero no menos importante, agradezco al conacyt por la beca otorgada, que me permitió dedicarme de tiempo completo a la maestría.

RESUMEN

La superplasticidad es un fenómeno fascinante y un reto para la teoría de materia condensada porque el micro-mecanismo de deformación que hace que los materiales sólidos se comporten, en muchos aspectos, como fluidos, sin perder su estructura sólida, sigue en discusión. No obstante que existe un gran número de aleaciones que registran comportamiento superplástico, en muchos casos el obtener dichas aleaciones, y sus condiciones de trabajo, son costosas, es por ello que es importante desarrollar nuevas aleaciones con las mismas características superplásticas pero que permita disminuir costos de producción; además, la mayor parte de estas aleaciones tiene como base materiales que escasean en México: Al, Ti, Mg, Mn, etc. Por otro lado, el Bi y el Cd son materiales con fuerte presencia en México y con un punto de fusión bajo, lo que permite reducir costos.

La aleación Bi-Cd, en su composición eutéctica, es decir Bi-40 wt Cd, fue procesada mediante la técnica de solidificación rápida por disco rotatorio, los parámetros físicos y geométricos con los que se trabajó el equipo de solidificación rápida se obtuvieron de forma empírica. Como resultado de la solidificación rápida, se obtuvieron cintas metálicas de diferentes dimensiones físicas, estas dimensiones varían según el valor de la velocidad de rotación del disco. Las cintas seleccionadas, gracias a una inspección con microscopía óptica, presentaron una estructura de grano fino y equiaxial, menor a 10 μm , este cambio de estructura se ha nombrado “eutéctico anómalo” y es explicado con ayuda de la teoría de Jackson and Hunt modificada y con los estudios de Rayos X. Las cintas obtenidas fueron sometidas a ensayos de tracción, dichos ensayos se realizaron a temperatura ambiente y con diferentes valores de rapidez de deformación: 10^{-4} s^{-1} , 10^{-3} s^{-1} , 10^{-2} s^{-1} y 10^{-1} s^{-1} . Con los resultados obtenidos de los ensayos de tracción se calculó el valor del índice de sensibilidad a la rapidez de deformación $m=0.47$. La mayor deformación se obtuvo con un valor de rapidez de deformación de 10^{-3} s^{-1} , 140 % dicha deformación presenta considerable deslizamiento por frontera de grano en toda la muestra, con marcada influencia de los granos que emergen desde el interior de la muestra, esto se pudo afirmar con la ayuda de estudios de SEM. Para una rapidez de deformación de 10^{-4} s^{-1} se notó la presencia de micro superplasticidad, este fenómeno se explica con la ayuda del modelo de Gifkins, en el que divide un grano en “corazón” y “manto”.

Así, con la evidencia experimental, SEM, Rayos X, ensayos de Tracción, se afirmó en este trabajo que la aleación Bi-Cd, solidificada rápidamente, presenta el fenómeno de superplasticidad a temperatura ambiente. Asimismo, el efecto de este comportamiento permitió notar que la historia térmica del material influye en mecanismo de deformación.

Contenido

1. Introducción	5
2. Marco Teórico	8
2.1 Superplasticidad	8
2.1.1 Desarrollo Histórico.....	8
2.1.2 Estado del Arte	8
2.1.3 Aspectos estructurales de la deformación superplástica.....	15
2.1.4 Modelos de deformación Superplástica.....	22
2.2. Solidificación Rápida.....	27
3. Desarrollo Experimental.....	30
3.1. Obtención de la aleación Eutéctica	31
3.2. Obtención de Cintas Metálicas	33
3.3. Caracterización Mecánica de las Cintas	34
4. Resultados y discusión	35
4.1. Caracterización de la Aleación de Fundición.....	35
4.1.1. Difracción de Rayos X.....	35
4.1.2. Pruebas de micro dureza.....	42
4.2. Caracterización de las Cintas Metálicas	43
4.2.1. Microestructura de las Cintas	46
4.2.2. Difracción de rayos X a cintas metálicas.	50
4.3. Resultados de Pruebas Mecánicas	53
4.3.1 Análisis Microestructural.....	55
4.4. Discusión.....	65
4.4.1. Efecto de la solidificación Rápida.....	65
4.4.2. Mecanismo de Deformación Superplástica.	68
5. Conclusiones.....	73
6. Referencias.....	74

1. Introducción

La superplasticidad es un fenómeno físico que se presenta en materiales policristalinos y permite obtener deformaciones de más de 100 %, y en muchas ocasiones de miles por ciento hasta la fractura. Esta alta deformación se logra con condiciones de prueba muy específicas: una alta temperatura de ensayo y una rapidez de deformación relativamente lenta, lo que da como resultado un valor bajo de esfuerzo; este bajo valor de esfuerzo, combinado con una alta uniformidad en el flujo plástico, han permitido que la superplasticidad haya podido pasar de los laboratorios de investigación a las aplicaciones industriales, desde las de usos en sistemas aeroespaciales hasta las de uso comercial. Es un fenómeno fascinante y un reto para la teoría de materia condensada porque el micro-mecanismo de deformación que hace que los materiales sólidos se comporten, en muchos aspectos, como fluidos, sin perder su estructura sólida, sigue en discusión. La mayor deformación registrada es de 8000% en un bronce comercial [1].

Los primeros reportes sobre superplasticidad, de índole científico, datan de 1912 [2] y desde esta fecha se tiene un registro claro del avance y evolución del estudio del fenómeno superplástico y de sus técnicas de conformado. Del lado de la base teórica, lo primero en haber sufrido cambios es la definición del fenómeno mismo, ya que la primera definición se contemplaba sólo para materiales metálicos, y hoy se sabe que los cerámicos, materiales compuestos e intermetálicos son capaces de presentar deformaciones superplásticas, incluso, el concepto de superplasticidad ha sido propuesto como mecanismo de deformación para materiales geológicos. Durante este tiempo también se han desarrollado múltiples modelos que permitan entender el mecanismo de deformación. Otro punto que el estudio teórico ha permitido entender son los requisitos mínimos que los materiales deben poseer para que se obtengan deformaciones superplásticas.

Del lado del conformado superplástico, fue en 1964, con el trabajo del Dr. Backofen, en el MIT, que se vislumbró el potencial que los materiales superplásticos [3] tienen en el conformado industrial, siendo hoy una alternativa real para la industria. Obtención de formas complejas de una sola pieza; utilización de técnicas de conformado aplicables al vidrio o termoplásticos; bajo consumo de energía para el conformado, son algunas de las propiedades que hacen atractivo al conformado superplástico.

Las aleaciones superplásticas más estudiadas y con mayor desarrollo son aquellas que tienen como base al Aluminio, Titanio y Magnesio, ver **Tabla 1-1** y **Tabla 1-2**. A pesar de los grandes avances en el tema y de que actualmente los materiales superplásticos son una opción viable de conformado, el mecanismo fundamental que controla la rapidez de deformación aún no ha sido identificado con precisión y, en su mayoría, todos los esfuerzos para desarrollar modelos que se apliquen a la deformación superplástica han tenido resultados contradictorios [4]. No hay duda de que el GBS (deslizamiento por frontera de grano, en inglés) es un mecanismo primordial en la deformación superplástica pero los resultados experimentales muestran que también hay presencia de fluencia por difusión y deslizamiento intragranular, y que varían su aporte de una aleación a otra; es con esto, que no hay una única teoría que pueda tomar en cuenta todas las características de la SP, por lo que existen diversos modelos propuestos para explicarla [5]–[7].

Continuando con las **Tabla 1-1** y **Tabla 1-2** se tiene que: las principales aleaciones investigadas internacionalmente son de aluminio, magnesio o titanio, materiales que escasean en México; para que se presente el flujo superplástico se requiere que el material tenga una estructura de grano fino, menor a 10 μm y que la temperatura de prueba sea 0.5 temperatura de fusión (T_m), pero estos requisitos son difíciles de compaginar en la práctica, ya que a ese valor de temperatura, comienza el crecimiento de grano, es por ello, como se ve en estas tablas, que los materiales que mejor presentan el fenómeno de superplasticidad (SP) son bifásicos, con lo que se puede impedir el crecimiento de grano.

Tabla 1-1 *Materiales superplásticos típicos* [8].

Material	Def (%)	Referencia
<i>Al-33 Cu eutectic</i>	1300	<i>Rai and Grant</i>
<i>Al-6 Cu-0,5 Zr</i>	~2000	<i>Grimes et al</i>
<i>Al-10,7 Zn-0,9Mg-0,4 Zr</i>	>1500	<i>Matsuki and Yamada</i>
<i>Bi-44 Sn eutectic</i>	1950	<i>Pearson</i>
<i>Cu-2,8 Al-1,8 Si-0,4 Co</i>	380	<i>Shei and Langdon</i>
<i>Cu-9,5 Al-4 Fe</i>	~800	<i>Dunlop and Taplin</i>
<i>Mg-33 Al eutectic</i>	2100	<i>Lee</i>
<i>Mg-6 Zn-0,6 Zr</i>	1700	<i>Backofen et al</i>
<i>Pb-18 Cd eutectic</i>	1500	<i>Chaudhari and Mader</i>
<i>Pb-62 Sn eutectic</i>	>4850	<i>Ahmed and Langdon</i>
<i>Ti-6 Al-4 V</i>	>1000	<i>Lee and Backofen</i>
<i>Zn-22Al eutectoid</i>	2900	<i>Ishikawa et al</i>

Tabla 1-2 *Materiales superplásticos comercialmente disponibles* [3]

<i>Titanio</i>	<i>Ti-6Al-4V Ti6Al2Sn4Zr2Mo Ti3Al-2.5V SP700</i>
<i>Aluminio</i>	<i>SP2004 (Supral100) SP7475 SP5083 SP2195</i>
<i>Magnesio</i>	<i>AZ31B ZK10</i>
<i>Otros</i>	<i>INCO718 IN744 NAS65</i>

A diferencia de los materiales mostrados en las tablas 1-1 y 1-2, el Bismuto y el cadmio son materiales que existen en el territorio mexicano. Para 2013 México se colocó 2° y 5° como productor a nivel mundial de Bi y Cd, respectivamente [9]. La aleación Bi-Cd ha llamado la atención en el ámbito internacional debido a su bajo punto de fusión en el punto eutéctico, su morfología quasi-regular y sus propiedades termoeléctricas [10].

Algunos trabajos realizados sobre la aleación Bi-Cd se han enfocado al crecimiento unidireccional y el efecto que el espacio interlamilar genera en el valor de la dureza [11]; al cambio de morfología, de placas a rodillos, que surge con el cambio de subenfriamiento aplicado [10]; y la influencia que la concentración de Cd y la corriente directa tienen en la estructura de la aleación [12]; no existen reportes de que la aleación Bi-Cd haya sido procesado con una técnica de solidificación rápida y que se hayan realizado pruebas mecánicas que permitan identificar algún modelo de deformación superplástica.

El antecedente directo se tiene es en el grupo de trabajo del Dr. Gabriel Torres Villaseñor, en el Instituto de Investigaciones en Materiales, donde se intentó obtener un estructura de grano fino en la aleación Bi-Cd mediante laminación, sin embargo, la placa de Bi-Cd se fragiliza al ser laminada. No obstante, se observó que la lámina presentaba un proceso de fluencia ejercida por su propio peso. Sabiendo esto, es que se pretende buscar otro proceso que permita refinar la estructura de la aleación Bi-Cd.

OBJETIVOS

General: Obtener la aleación Bi-Cd con propiedades superplásticas.

- Desarrollar la aleación eutéctica Bi-Cd a partir de elementos de alta pureza y cumpliendo las condiciones de control necesarias.
- Obtener cintas de Bi-Cd procesadas con la técnica de solidificación rápida por disco giratorio
- Realizar pruebas de tracción que permitan evaluar el comportamiento superplástico de la aleación Bi-Cd a temperatura ambiente.

2. Marco Teórico

2.1 Superplasticidad

2.1.1 Desarrollo Histórico

El término superplasticidad hace referencia a materiales que, bajo condiciones de prueba muy específicas (bajos valores de rapidez de deformación y altas temperaturas), son capaces de presentar altas ductilidades, deformaciones que frecuentemente superan 1000 %. El primer reporte con datos de altas ductilidades se la atribuye a Benjoug, que en 1912 registró una deformación mayor al 160 % en un latón, a una temperatura de prueba de 700 °C. De forma aislada e independiente, el siguiente trabajo que se encuentra en la literatura científica se presentó en 1928 cuando Jenkins obtuvo deformaciones de entre 300-400 % en aleaciones Cd-Zn y Pb-Sn, este trabajo presenta las primeras fotografías del fenómeno superplástico.

1962, Underwood escribió un artículo de revisión de los trabajos que la URRS estaba realizando sobre SUPERPLASTICIDAD. Este trabajo lo toma el Dr. Backofen, y dos años más tarde muestra la facilidad de conformado de un material con propiedades superplásticas, ya que con sólo presión de aire logró obtener una pieza útil. El trabajo del Dr. Backofen fue el punto clave para el desarrollo de la Superplasticidad, ya que la facilidad con la que se logró obtener una forma útil (bajo costo) llamó la atención de la industria del conformado. Entonces, si la industria requiere poner en uso el conformado superplástico la parte científica necesita entender el fenómeno, desarrollar más aleaciones y mejorar las condiciones de deformaciones superplásticas. A partir de aquí se intensifican los trabajos en investigación, aplicación y desarrollo de los materiales superplásticos: se desarrollan modelos que ayuden a entender el fenómeno, se editan libros específicos sobre la superplasticidad; se muestra que los materiales cerámicos son susceptibles al comportamiento superplástico; se reportan distintas aleaciones con dicho comportamiento; se realiza la primera conferencia internacional sobre superplasticidad en San Diego, California (1981).

Antes de comentar el estado actual de las investigaciones y aplicaciones que la Superplasticidad ha logrado, se comentará un dato “curioso”: en 1975 el Dr. Wadsworth y el Dr. Sherby desarrollaron un acero con alto contenido de carbono, 1-2.1 % C, capaz de deformarse superplásticamente a temperatura ambiente, lo curioso es que tiempo después, 1980, los autores notan que esos aceros son similares, especialmente en el contenido de carbono, a los aceros de Damasco [13]. De forma personal, me atrevo a decir que este “dato curioso e intrigante” [14] le puedo asignar un tinte metafísico, que, usando las palabras de Nietzsche en su libro *La Gaya Ciencia*, es manejado como EL RETORNO PERENE “*esta vida, como tú ahora la vives y la has vivido, deberás vivirla aún otra vez e innumerables veces...*”

2.1.2 Estado del Arte

En 1969 Mukherjee *et al* dieron a conocer una ecuación que puede describir el comportamiento que los materiales policristalinos presentan al ser deformados plásticamente a altas temperaturas, la ecuación, en su forma general, se puede escribir [15]:

$$\dot{\epsilon}_s = A \frac{Dgb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \quad (1)$$

Donde $\dot{\epsilon}$ es la rapidez de deformación, D es el coeficiente de difusión indicado (a través de la estructura cristalina, lattice, o por la frontera de grano , grain boundary), G es el módulo de corte, b es el vector de Burger, k es la constante de Boltzman, T es la temperatura de prueba, d es el tamaño de grano (típicamente 10 μm), p es el exponente del tamaño de grano, σ es el esfuerzo aplicado, y n es el exponente del esfuerzo aplicado.

De la ecuación anterior se puede ver que la rapidez de deformación superplástica es inversamente proporcional al tamaño de grano d , eso quiere decir que si los materiales superplásticos presentan una estructura de granos muy finos se puede obtener dicho comportamiento a altos valores de rapidez de deformación. Con esto se puede lograr que el nivel de producción de piezas conformadas superplásticamente sea mayor.[16] Dos de las técnicas de mayor uso en la actualidad para obtener grano ultrafino se describen a continuación:

ECAP

Extrusión en Canal Angular: en la actualidad, mediante la aplicación de deformación plástica severa se pueden lograr materiales sólidos con un tamaño de grano de entre 3 – 5 μm . Aunque existen varias técnicas para lograrlo, las dos más usadas son ECAP (extrusión en canal angular constante) y la otra HPT (torsión de alta presión). El método de ECAP consiste en hacer pasar una probeta a través de un dado que contiene dos canales que se intersectan y que poseen la misma sección transversal. El hecho de que la probeta tenga la misma sección transversal al entrar y salir del dado hace la diferencia entre ECAP y otros método tradicionales como el laminado y la extrusión, ver Figura 2-1 a) [17]

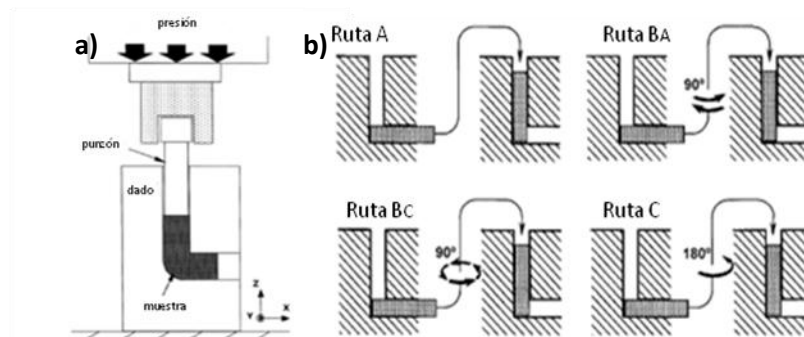


Figura 2-1 a), esquema de la configuración del equipo utilizado para ECAP [17] ; b), esquema de las 4 posibles rutas de deformación [18].

En la práctica, se distinguen cuatro posibles rutas para procesar las probetas a través del dado, Figura 2-1 b), la diferencia entre las cuatro rutas reside en la presencia o no de una rotación de la probeta cada vez que entra al dado, cada una de estas rutas produce un esfuerzo de corte diferente, por lo tanto, las distorsiones microestructurales son diferentes [18]. La Figura 2-2 muestra la evolución de en la transformación de la microestructura de una probeta de Zinalco

después de tres pasos de extrusión con condiciones de temperatura 300°C y orientación de deformación fijas 90°, y una ruta de procesado Bc, dicho trabajo se desarrollo en el IIM, UNAM [19].

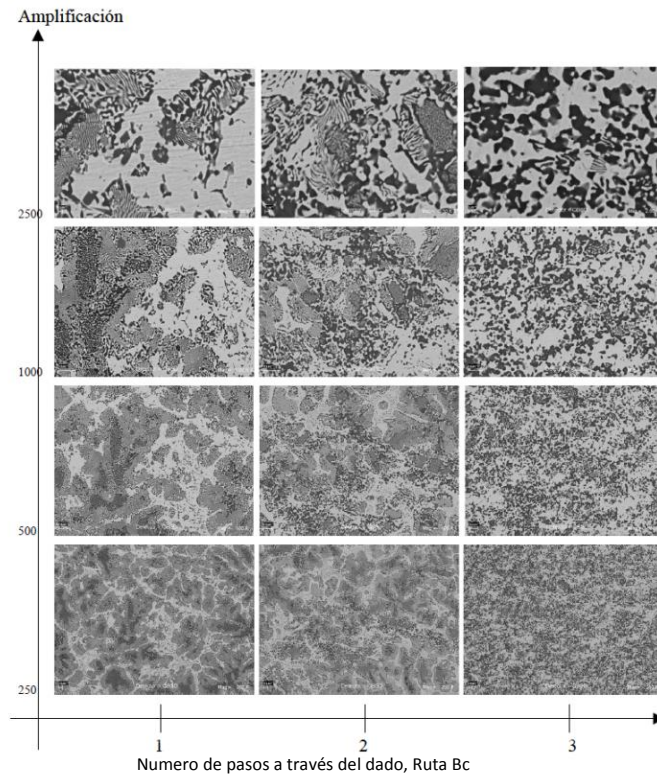


Figura 2-2 Metalografías presentadas en forma matricial donde se puede distinguir la evolución de la microestructura [19].

HPT

La técnica de alta presión torsional (HPT por sus siglas en inglés) está basada en el trabajo reportado por Birdgam. En esta técnica los probetas son discos delgados de aproximadamente 10-20 mm de diámetro, éstas muestras son colocadas entre dos yunques y son sometidas a una presión longitudinal y a una deformación torsional, simultáneamente, el esquema de la técnica se muestra en la **Figura 2-3** [20].

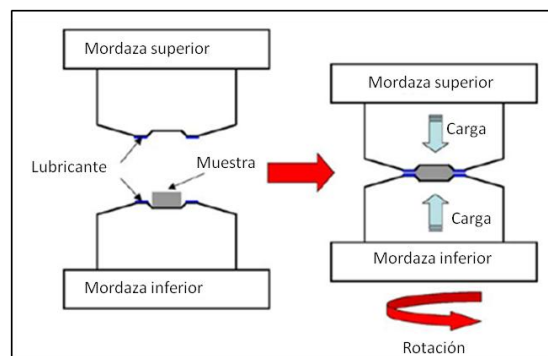


Figura 2-3 Esquema del equipo HPT para y sus principales elementos [20].

En la práctica, la técnica de ECAP es más fácil de procesar y reproducir en un laboratorio, no obstante, se tiene evidencia de que con la técnica de HPT se logra un refinamiento de microestructura mayor que con ECAP, como se observa en la Figura 2-4. Además de que se induce una mayor cantidad de fronteras de grano de alto ángulo. También se demostró que una microestructura con granos de 300 nm, producida por ECAP en Ti puro, puede ser refinada nuevamente si se aplica HPT, obteniendo granos de 200 nm [21].

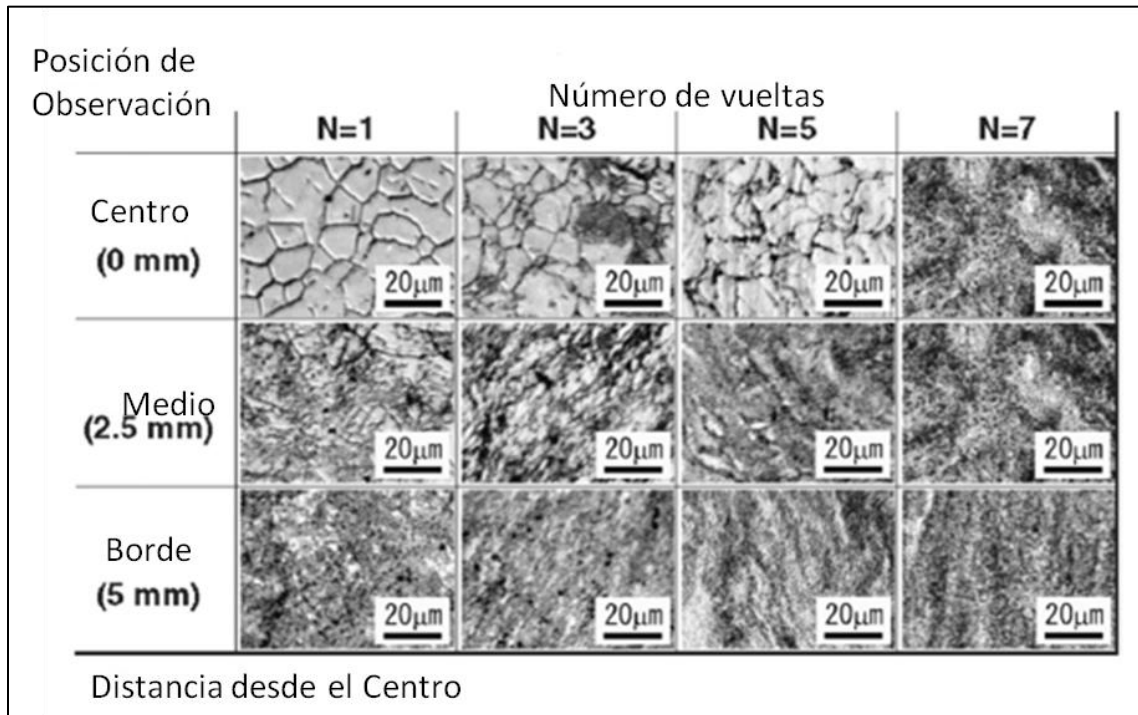


Figura 2-4 Cambios en la microestructura dependiendo del número de vueltas [21].

Superplasticidad en materiales diferentes a aleaciones metálicas convencionales

Existe ya una amplia literatura donde se demuestra que los materiales que comúnmente se consideran frágiles, como los cerámicos o intermetálicos, son capaces de presentar altas deformaciones superplásticas. Estos estudios se iniciaron en la década de los 80's cuando se reportó una deformación de 100% en un material cerámico itria tetragonal. Para entender la deformación superplástica en este tipo de materiales se ha tomado como punto de partida lo que ya se ha establecido para la superplasticidad en metales y se han comparado las condiciones en las que el flujo superplástico se presenta [22].

Para el caso de los cerámicos, las diferencias más importantes son:

- El tamaño de grano en los cerámicos es $<1 \mu\text{m}$, mientras que en los metales es del orden de 2 a $5 \mu\text{m}$.
- El valor del índice a la rapidez de deformación m es de 0.5 a 1.0 para los cerámicos, en metales es ~ 0.5 .
- La rapidez de deformación óptima para los cerámicos es cercana a 10^{-4} s^{-1} . Éste es un valor menor que en los metales.

La diferencia del comportamiento superplástico entre cerámicos y metales está conectada con el hecho de que los materiales cerámicos presentan una fase líquida o amorfa en las fronteras de grano durante la deformación [23].

Además de los cerámicos, se tienen datos de comportamiento superplástico en aleaciones formadas mecánicamente, materiales compuestos, intermetálicos. Todos ellos forman un campo de investigación muy importante y con gran potencial [24]

El concepto de deformación superplástica también se ha propuesto como mecanismo de deformación en materiales geológicos, que van desde las capas de hielo superficiales hasta el manto inferior de la tierra. Se ha especulado que el deslizamiento por fronteras de grano es el principal mecanismo de deformación; las microestructuras de algunas rocas deformadas muestran una dependencia de la rapidez de flujo respecto al esfuerzo y al tamaño de grano; es con estas similitudes que se plantea tal posibilidad. Los trabajos actuales tienden a demostrar que estos materiales puede presentar largas deformaciones típicas de la superplasticidad [25].

La información anterior puede resultar sólo un ápice en la vasta literatura que actualmente se tiene sobre la superplasticidad. Sin embargo, puede ser suficiente para ondear en la idea que Kaibyshev [23] propone “la deformación superplástica parece ser mas general que el mecanismo de deformación convencional, ya que bajo condiciones normales de prueba las cerámicas no presentan ninguna evidencia de flujo plástico, en cambio, bajo condiciones superplásticas su deformación puede superar el 100%”. Aún más, si este argumento se entrelaza con el “intrigante” hecho de que los aceros de Damasco presentan una estructura similar a los aceros superplásticos, el argumento de Nietzsche puede estar más que fundamentado.

Aplicaciones industriales de la superplasticidad

Las aleaciones con características superplásticas se emplean en la industria mediante diversas técnicas de conformado superplástico (SPF, por sus siglas en inglés), la técnica más usada es el conformado mediante presión de aire. Algunas de las ventajas de utilizar el SPF son [26]:

- Se pueden obtener piezas de formas altamente complejas.
- Se eliminan muchas restricciones en el diseño de piezas.
- El proceso se logra en una sola operación, lo cual reduce costos.
- El SPF puede replicar la forma de los molde con bastante precisión.
- Las bajas presiones de conformado que se utilizan alargan la vida de los moldes y herramientas.

Algunas desventajas son: la alta temperatura que se utiliza en el conformado; el limitado número de aleaciones comercialmente disponibles y su costo de producción. Para el año 2007, se contaban con 13 aleaciones comercialmente disponibles, principalmente, a base de aluminio y titanio [3].

Se cuenta con varias técnicas de conformado y diversas industrias que han optado por el SPF como una opción real. En las siguientes páginas mostraré de forma gráfica algunas aplicaciones que considero son relevantes, con su respectiva referencia para futuros trabajos.

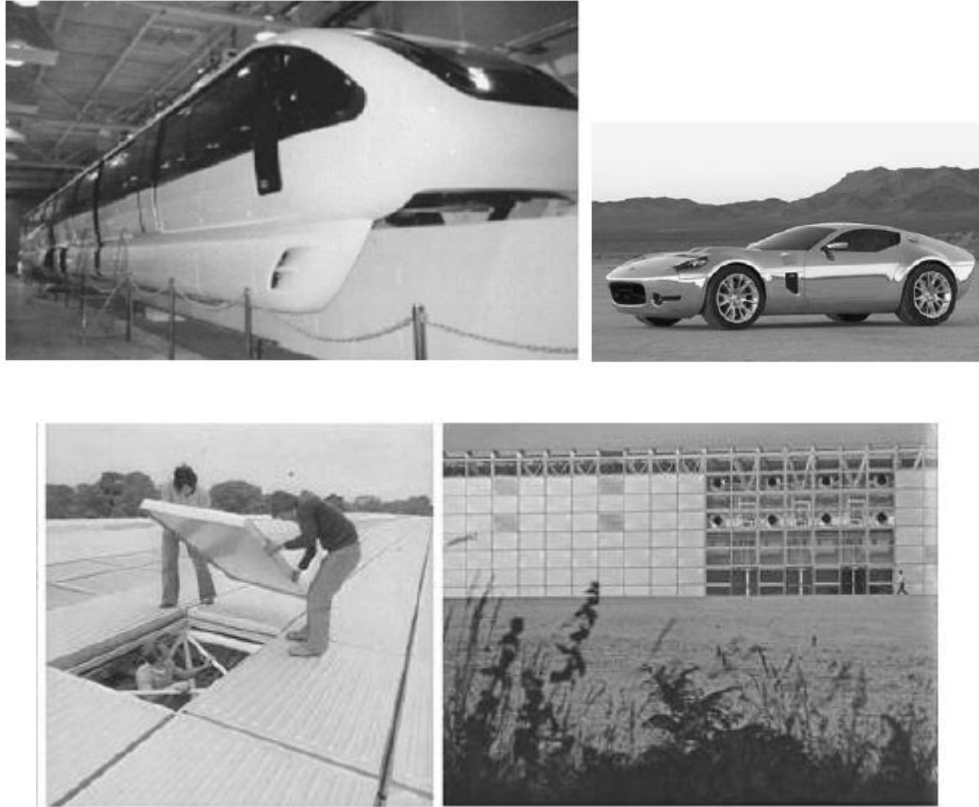


Figura 2-5 a) paneles ligeros que recubren el monorraíl de Las Vegas; b) automóvil cuyo cuerpo es totalmente construido de aluminio superplástico, 2005; c) estructura construida con más de 4000 paneles de la aleación superplástica denominada Supral 150, 1977 [3]

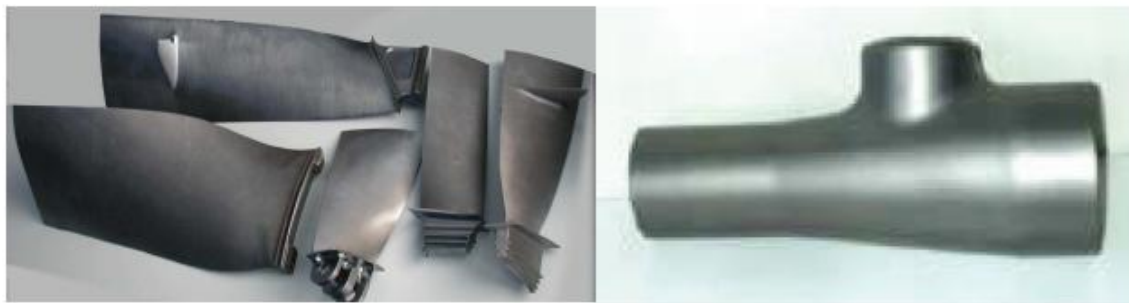


Figura 2-6 Componentes de turbinas tales como a) aspas de turbina, b) tuberías de escape, fabricados con aleaciones base Titanio. Estos elementos han sido probados en turbinas de la firma Rolls Royce [27]

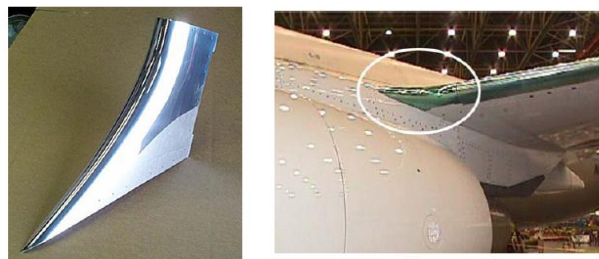


Figura 2-7 a) pieza de aluminio superplástico 5083 de aproximadamente 61 X 30 cm; b) ubicación de dicha pieza, es la pieza que enlaza el frente del avión con el ala. Esta pieza ha sido montada en la nueva generación de aviones Boeing 737 [28]



Figura 2-8 Algunas de la piezas obtenidas en el IMSP, en Rusia, a) ala de un avión BT6 fabricada en titanio; b) punteros de palos de golf.



Figura 2-9 a) salpicadera de un modelo de la marca Bentley, fabricado con la aleación AMAG TopForm SPF (AlMgMn); la misma aleación es utilizada para fabricar las puertas abatibles del Mercedes Benz; c) cajuela fabricada para Cadillac STS [29].

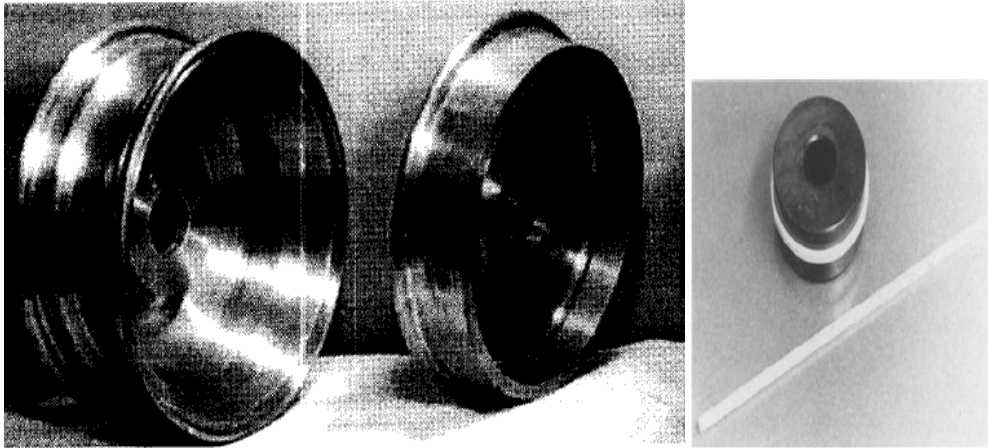


Figura 2-10 Izquierda, llanta fabricada de un compuesto de aluminio (similar a 2124/SiC/20w) [30]; derecha, anillo para pistón fabricado con una cerámica de ZrO_2 estabilizado con Y_2O_3 , llamado Y-TZP [22]

2.1.3 Aspectos estructurales de la deformación superplástica.

Fluencia a alta temperatura

Fluencia hace referencia a un proceso de deformación que ocurre en sólidos cristalinos sujetos a un esfuerzo constante aplicado durante un lapso de tiempo largo, la carga aplicada es baja, lo que evita que el material se fracture de inmediato. El proceso de fluencia es controlado por difusión y cobra importancia a temperaturas superiores a $0.4 T_m$.

La rapidez de deformación en estado estacionario que actúa en el proceso de fluencia a alta temperatura es dependiente del esfuerzo aplicado, de la temperatura absoluta y del tamaño de grano del material. Esta relación se da mediante la ecuación que Dorn y sus colaboradores desarrollaron en la década de los 50's [31]:

$$\dot{\epsilon}_s = A \frac{Dgb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \quad (2)$$

De esta ecuación se ve que la $\dot{\epsilon}$ varía con respecto al σ a una potencia de n .

Un procedimiento estándar que se utiliza en para evaluar el comportamiento de los materiales en fluencia de alta temperatura es graficar, en escala logarítmica, la $\dot{\epsilon}$ contra el σ , como se ve en la Figura 2-11: la gráfica muestra una zona de valores intermedios de esfuerzo (σ) donde la pendiente de la gráfica es $n = 3-5$. En esta zona el flujo está controlado por el movimiento intragranular de dislocaciones, movimiento que combina el deslizamiento y la subida de dislocaciones.

A valores elevados de σ se presenta un punto de inflexión en la relación lineal entre $\dot{\epsilon}$ y σ . Es una transición del régimen controlado por difusión, asociado a altas temperaturas, a un régimen térmicamente activado, análogo al flujo a bajas temperaturas.

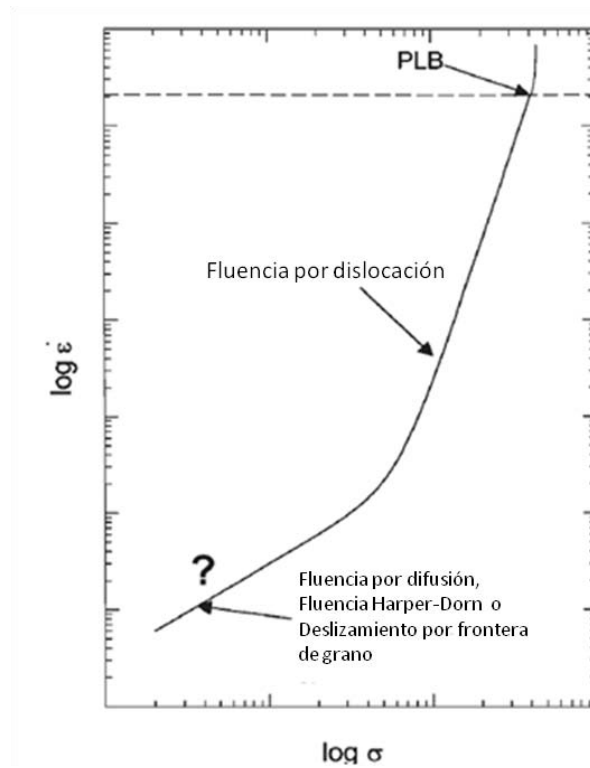


Figura 2-11 Gráfica $\log \dot{\epsilon}$ - $\log \sigma$ que ejemplifica los cambios en los mecanismos de deformación [32].

La situación se torna compleja a bajos valores de σ , donde $n < 3$. Aunque no se ha entendido claramente el origen preciso de este cambio de régimen, es atribuido a la llegada de un nuevo mecanismo de fluencia tal como fluencia por difusión o fluencia por deslizamiento por frontera de grano (GBS) [32].

Bajo condiciones en las que la rapidez de deformación es razonablemente rápida el movimiento intragranular de dislocaciones es el mecanismo que tiene mayor importancia. Este movimiento de dislocaciones involucra dos pasos secuenciales: deslizamiento y subida a través de la red cristalina, siendo el proceso más lento el que controlará la rapidez del flujo plástico [33]. Para el caso de un material policristalino, las fronteras de grano se comportan como un obstáculo atérmico y es ahí donde se genera un apilamiento de las dislocaciones que se deslizaron intragranularmente. Estando en condiciones de alta temperatura, es posible que se activen planos de deslizamiento que en condiciones de baja temperatura no estaría activo, con esto, la concentración de esfuerzos que es generada por el apilamiento de las dislocaciones se puede liberar por la “subida” de una dislocación a un plano paralelo.

El tipo de fluencia por difusión hace referencia al flujo de sitios vacantes como consecuencia de un gradiente de concentración de sitios vacantes. Bajo la acción de un esfuerzo externo, aquellas fronteras de grano que se encuentren más o menos alineadas de forma paralela al eje de carga sufrirán un aumento en la cantidad de sitios vacantes presentes; por el contrario, las fronteras de grano que se encuentren perpendiculares a dicho eje sufrirán una disminución en el número de sitios vacantes. El flujo de sitios vacantes tiene por objetivo restablecer la condición de equilibrio.

Inherente al flujo de sitios vacantes está el flujo de materia, teniendo como consecuencia un alargamiento del cristal en sentido paralelo al eje de tracción. El flujo de sitios vacantes se puede llevar a cabo a través de la red cristalina [34] o a lo largo de las fronteras de grano [35], matemáticamente cada uno de estos caminos lleva valores diferentes de las variables de fluencia.

El deslizamiento por fronteras de grano (GBS: grain boundary sliding) hace referencia al desplazamiento relativo de un par de granos por un movimiento de cizalla en su interfase común [36]. Durante el deslizamiento se generan tensiones internas en los sitios donde la frontera de grano no es plana o en los puntos triples. Para que se tenga un proceso de deformación en condiciones estacionarias es necesario que esas tensiones sean liberadas, en consecuencia, es el proceso de relajación lo que determina la rapidez de deformación.

La forma unificada en la que se detecta el deslizamiento mutuo de los granos es a través de “líneas marcadoras”. Después de la deformación, estas líneas ya no son continuas, presentan separaciones. Se sabe que existen dos diferentes tipos de GBS, aunque ambos presentan separación en las líneas marcadoras presentan diferencias significativas, estos mecanismos se muestran en la Figura 2-12.

-Rachinger: los granos retienen su forma original y existe un aumento neto en el número de granos en la superficie. Debido a la forma irregular de los granos, el proceso de acomodo de los granos es el deslizamiento intragranular de dislocaciones.

- Lifshitz: La separación de las líneas marcadoras se da como consecuencia de un cambio en la forma de los granos, cambio originado por un flujo de sitios vacantes, es decir el flujo de sitios vacantes es el mecanismo de acomodo en el GBS Lifshitz.

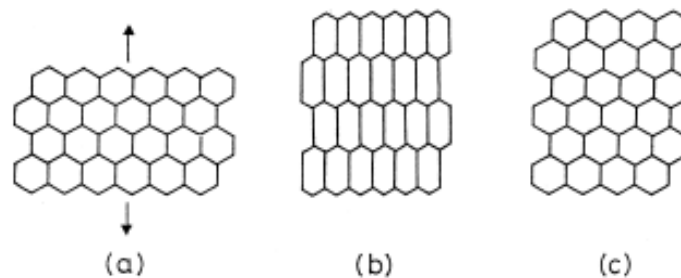


Figura 2-12 Esquema del deslizamiento por frontera de granos (GBS): a) microestructura inicial; b) deslizamiento de granos propuesto por Lifshitz; c) deslizamiento de granos según Rachinger [37].

Superplasticidad.

Existen dos diferentes tipos de superplasticidad:

- Superplasticidad debida a esfuerzos internos.
- Superplasticidad estructural.

Tendremos por tanto superplasticidad debida a tensiones internas cuando realizamos ciclos térmicos a altas temperaturas. La superplasticidad de estructura fina tendrá lugar en los materiales compuestos con pequeño tamaño de grano. El objetivo de esta tesis es sobre materiales superplásticos con estructura fina, por tanto, sólo se profundizará en dicho tema.

La superplasticidad es un fenómeno que ocurre en el régimen de alta temperatura, es por ello que, para evaluar el comportamiento de un material superplástico, es un procedimiento estándar determinar el valor del índice de sensibilidad m a partir de la gráfica en doble escala logarítmica del σ - $\dot{\epsilon}$ [38].

La expresión matemática que se ha utilizado para este fenómeno es:

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m \epsilon^\gamma \quad (3)$$

Donde: σ es el esfuerzo al flujo a temperatura constante; $\dot{\epsilon}$ es la rapidez de deformación; ϵ es la deformación; K es una constante que depende de la microestructura, la temperatura y los defectos del material; m es el índice de sensibilidad del material; γ factor de endurecimiento por deformación [39].

En la deformación superplástica se asume que no existe un crecimiento de grano y con ello se puede ignorar el endurecimiento por deformación, de hecho, el crecimiento de grano conduce a lo que se ha llamado “endurecimiento por flujo” [40]. Con estas consideraciones la ecuación 2 se escribe:

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m \quad (4)$$

Si el flujo superplástico es considerado un tipo de fluencia la ecuación 3 puede ser escrita como:

$$\dot{\epsilon} = K' \sigma^n \quad (5)$$

Donde n es el exponente del esfuerzo $n = 1/m$ [41]. De la ecuación 3 se ve que si los valores medidos de σ y $\dot{\epsilon}$ son graficados logarítmicamente la pendiente de la curva es igual al índice m .

Históricamente el ensayo de tracción es la forma más común de estudiar el comportamiento mecánico de un material en condiciones de flujo superplástico, no obstante, se han reportado resultados de pruebas como torsión, compresión o la técnica de análisis mecánico dinámico DMA, técnica que originalmente está pensada para evaluar polímeros [42]. En la práctica muchos materiales superplásticos presentan una relación sigmoideal entre el esfuerzo y la rapidez de deformación que va de acuerdo al valor de m , dicha gráfica se puede dividir en tres zonas: Región I con el valor más bajo de m , se presenta una dependencia débil respecto al tamaño de grano; Región II donde m tiene un valor típico entre 0.3-0.5 y la dependencia del tamaño de grano es fuerte; en la Región III el material presenta los más altos valores de esfuerzo y es casi independiente del tamaño de grano y presenta un valor bajo de m [43]. Las grandes elongaciones en los ensayos de tracción requieren de un alto valor de m , por lo tanto, las máximas deformaciones se presentan en la Región II, es decir, la máxima de deformación se alcanza con el máximo valor de m , tal comportamiento se presenta en todos los materiales metálicos con

condiciones superplásticas, la diferencia solo es observada en el valor cuantitativo de m y ε y también en el intervalo de $\dot{\varepsilon}$ [44].

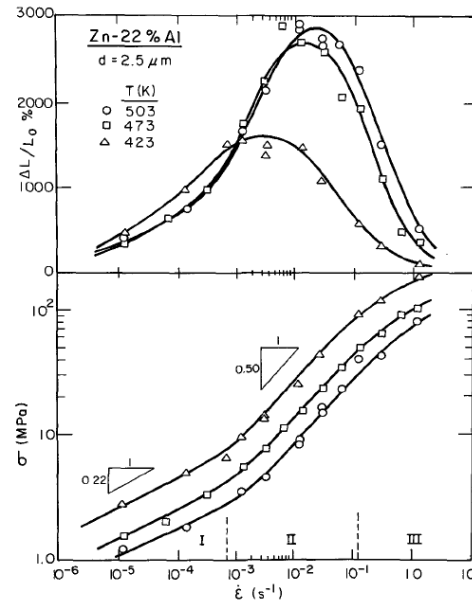


Figura 2-13 Gráfica deformación hasta la fractura (arriba) y esfuerzo de flujo (abajo) contra rapidez de deformación inicial para una aleación típicamente superplástica Zn-22Al [8]

La Figura 2-13 muestra una gráfica típica de un material superplástico, en ella se puede distinguir la división en tres distintas regiones de flujo: Región I, Región II y Región III. Los resultados muestran que la máxima ductilidad que presenta la aleación en turno, Zn-22Al, depende fuertemente de las condiciones experimentales. Por ejemplo, la elongación hasta el punto de fractura a una temperatura de prueba de 503 °K está muy por arriba de 2000 % cercana a una $\dot{\varepsilon}$ inicial de $10^{-2} s^{-1}$, pero este valor de deformación cae hasta 100 % si el valor de $\dot{\varepsilon}$ aumenta o disminuye por dos órdenes de magnitud.

Otra característica que se puede ver en la Figura 2-13 es la dependencia de la temperatura de prueba: el óptimo comportamiento superplástico, representado en la gráfica superior de la Figura 2-13, ocurre a una menor $\dot{\varepsilon}$ si la temperatura disminuye, el punto óptimo se desplaza a la izquierda de la gráfica si la temperatura disminuye. Por lo tanto, estos resultados experimentales demuestran que un alto valor de m es un requisito necesario pero no suficiente para obtener grandes ductilidades en ensayos de tracción [45].

Características de deformación.

De forma matemática, se mostró que los materiales superplásticos presentan una relación σ - $\dot{\varepsilon}$ del tipo sigmoideal, dividida en tres regiones, y que cada región está regida por un valor de m diferente; estas regiones también representan tres diferentes mecanismos de deformación. Mediante el análisis de la evidencia experimental se ha podido determinar que la energía de activación adquiere diferentes valores en las tres diferentes regiones:

- En Región III la energía de activación tiene un valor alto y se asemeja al valor reportado para auto difusión.
- La energía de activación en la región dos adquiere un valor menor al de la región III y es cercano al valor de la energía de activación para difusión en frontera de grano.
- La evidencia experimental indica que en la región I nuevamente se eleva el valor de Q , energía de activación.

Otro medio del cual se han valido los grupos de investigación ha sido medir la actividad de las dislocaciones en las tres diferentes regiones mediante técnicas de TEM (microscopía electrónica de transmisión). Las conclusiones indican que el movimiento intragranular de dislocaciones es bastante menor en la región I y II, pero que adquiere una vital importancia, y probablemente es el proceso dominante, en la región III [45].

Otra técnica que se ha usado es la de “líneas marcadoras”, son líneas paralelas al eje de carga que se inscriben en la superficie de la material antes de ser deformado. A lo largo del proceso de deformación, las líneas marcadoras dejan ver que se genera en ellas una discontinuidad debida a la separación de dos granos contiguos.

Conjuntando la falta de actividad en el movimiento intragranular de dislocaciones, el valor de Q (cercano al de difusión por frontera de grano) y la separación en las líneas marcadoras, es como se ha podido afirmar que el principal, no así el único, mecanismo de deformación en la región superplástica, región II, es el deslizamiento por frontera de grano (GBS); en la región tres predomina el movimiento intragranular de dislocaciones (IDS) y en la región I predominan los efectos de la difusión (DC), los datos se muestran en la gráfica de la Figura 2-14. El consenso general indica que el aporte del deslizamiento por frontera de grano al total de la deformación en la región II está entre 50-75 %, disminuye su aporte en el total de la deformación tanto en la región I como en la región II [44][2][46]. En la región II el aporte de IDS es mínimo pero al aumentar o disminuir el valor de $\dot{\epsilon}$ el porcentaje de IDS aumenta. El hecho de que el aporte de IDS disminuya en la región II se puede explicar si se considera que en la región II existe un mayor número de sistemas de deslizamiento que operan alternativamente, la direccionalidad del deslizamiento disminuye y el IDS tiene un carácter predominantemente de acomodo. En general, en la región II, bajo condiciones de flujo superplástico, el deslizamiento por frontera de grano, GBS, opera en estrecha interconexión con IDS y DC.

La interconexión entre GBS-IDS-DC se puede explicar a nivel microscópico a través de la interacción que las dislocaciones de la red tienen con la frontera de grano, siendo esta interacción la que genera el deslizamiento; mientras que los procesos de difusión promueven la suave eliminación de micro rugosidades en el plano de la frontera de grano. La menor contribución la tiene el DC, aún a bajos valores de $\dot{\epsilon}$ su aporte no supera el 20 %.

Sabiendo todo lo anterior, es posible asumir que en cada una de las regiones de la relación $\sigma - \dot{\epsilon}$ predomina un diferente mecanismo de deformación; la región II es la región donde se presentan las altas deformaciones mediante el flujo superplástico, teniendo al mecanismo de deslizamiento

por frontera de grano como mecanismo predominante; en la región III predomina el movimiento de dislocaciones y en la región I los procesos difusivos [47][41].

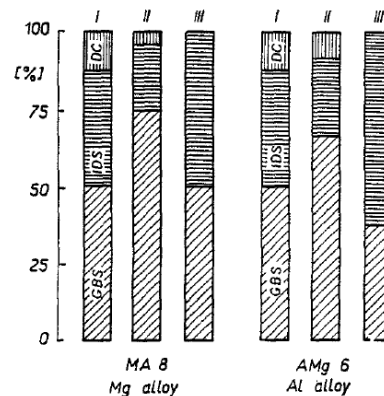


Figura 2-14 Contribución de los tres diferentes mecanismos de deformación, GBS, IDS y DC, al total de la deformación para dos diferentes aleaciones [44].

Observaciones Microestructurales del Flujo Superplástico

En las secciones anteriores se dieron las bases sobre las cuales se afirma que el principal mecanismo de deformación durante el flujo superplástico es el deslizamiento por frontera de granos, también se dijo que existen dos diferentes tipos de deslizamiento por frontera de granos, tipo Lifshitz y tipo Rachinger. El efecto que producen estos dos tipos de GBS es similar, una separación y discontinuidad en la "línea marcadora" sin embargo, el origen de cada uno de ellos es diferente. El deslizamiento Lifshitz se produce por un cambio en la forma de los granos mientras que Rachinger se distingue porque los granos retienen su forma.

Termodinámicamente el tamaño de grano tiende a aumentar respecto al tiempo, sin tomar en cuenta la temperatura; si aumentamos la temperatura aceleramos el crecimiento de grano. No obstante esta consideración termodinámica, una característica sorprendente de la deformación superplástica es el mínimo crecimiento y retención de forma original de grano, aún cuando las deformaciones alcanzadas son de 1000 % [48]. Los granos retienen su forma durante todo el proceso de flujo superplástico, es decir, es el deslizamiento tipo Rachinger el que se presenta en la deformación superplástica, los granos cambian de vecinos.

Durante el proceso de deformación, la superficie externa de la muestra aumenta al aumentar el porcentaje de formación. Entonces, es claro que la única forma por la cual el deslizamiento por fronteras de grano, de granos individuales, puede contribuir al total de la deformación es que en algunos lugares dos granos se separen, creando así una cavidad entre los granos. Este movimiento ocurre de tal forma que el grano que se encuentra en el fondo de la cavidad eventualmente emerge a la superficie al mismo nivel de los dos granos originales [49]. Es decir, el fenómeno de cavitación puede ser considerado inherente al fenómeno de deslizamiento por fronteras de grano. Existe evidencia de que las cavidades tienden a crecer, coalescer y formar una discontinuidad en el material y finalmente generar la fractura.

Nuevamente, con la ayuda de la técnica de líneas marcadoras se ha podido observar que los granos rotan durante el proceso de deformación. Los estudios metalográficos que se realizan a las muestras deformadas indican que los granos no giran más de 45° y que cambian su sentido de giro durante la deformación. La rotación de los granos no contribuye al total de la deformación pero puede dar libertad adicional para facilitar el re arreglo de los granos durante la deformación [45].

Se ha visto que el proceso de GBS requiere de un proceso de reacomodo, y se cree que la rapidez de deformación está controlada por la rapidez a la cual ocurre el proceso de reacomodo. Como se mencionó anteriormente, la interacción entre GBS-IDS se da teniendo en cuenta que el IDS puede ser uno de los posibles procesos de reacomodo; otros posibles mecanismos para este fenómeno son movilidad de las fronteras de grano, dislocaciones en el interior y frontera del grano, difusión en el grano y su frontera, zonas parcialmente fundida [1].

Requisitos para el flujo superplástico

Convencionalmente, los siguientes requisitos se deben satisfacer para observar el fenómeno superplástico:

1. La superplasticidad requiere que el material posea una estructura de grano fino y equiaxial, típicamente $<10\ \mu\text{m}$.
2. Ya que el proceso de deformación es un fenómeno controlado por difusión, se requiere un temperatura de prueba del orden de $0.5T_m$, donde T_m es la temperatura de fusión del material en °K [49].
3. Con estas condiciones el crecimiento de grano es rápido, por lo tanto, para mantener la estructura de grano fino se requiere de una segunda fase o partículas en las fronteras de grano [14].
4. La superplasticidad se presenta solo en un rango delimitado de rapidez de deformación, usualmente entre 10^{-5} a $10^{-1}\ \text{s}^{-1}$.
5. El intervalo óptimo de rapidez de deformación está definido empíricamente por el valor del índice a la rapidez de deformación m , el valor de m debe ser ≥ 0.3 en la región II. El valor m indica la resistencia que presenta el material a la formación de un cuello localizado, lo que resulta en grandes deformaciones [50].
6. Las fronteras de grano deben ser de alta energía (ángulo alto, desorden) ya que el GBS es un mecanismo esencial [14].

Las condiciones nombradas arriba son de diferente naturaleza: la primera es microestructural; la segunda y tercera hacen referencia a las condiciones externas bajo las cuales se realiza el proceso de deformación; la cuarta es una propiedad mecánica.

2.1.4 Modelos de deformación Superplástica.

No hay duda de que el GBS es un mecanismo primordial en la deformación superplástica no obstante, los resultados experimentales muestran que también hay presencia de fluencia por difusión y deslizamiento intragranular de dislocaciones, y que varían su aporte a la deformación total de una aleación a otra. A pesar de la aparente simplicidad geométrica del proceso, no hay una única teoría que pueda tomar en cuenta todas las características de la superplasticidad, por lo

que existen diversos modelos propuestos para explicarla. Hay evidencia experimental que, parcialmente, confirman cada uno de los mecanismos propuestos, sin embargo, no hay una simple teoría la cual pueda tomar en cuenta las diferencias que se presentan según la aleación que se analiza. Los modelos propuestos tienen sus bases teóricas ya sea en la fluencia por difusión, en el deslizamiento por frontera de grano o en el deslizamiento de dislocaciones [7]; también, se puede considerar aquellos modelos que aplican para granos individuales y los que asumen que los granos se mueven en grupos [6].

En las secciones anteriores se indicó cada una de las regiones en las que está dividida la relación $\sigma - \dot{\epsilon}$: en la Región I predomina los efectos de fluencia por difusión y en la región III el movimiento de dislocaciones es el que controla la rapidez de deformación. La controversia se da en la región II al intentar describir el mecanismo mediante el cual se logra el deslizamiento por frontera de grano.

Un mecanismo para explicar el fenómeno superplástico debe tomar en cuenta los efectos de:

- Temperatura.
- Endurecimiento/ablandamiento por deformación.
- Crecimiento de grano (estático o dinámico).
- Cavitación.

Modelos basados en difusión.

Las condiciones sobre las cuales se pueden lograr deformaciones superplásticas, es decir, un valor moderado de esfuerzo y temperatura, junto con una estructura de grano fino, también se ajustan al régimen de fluencia por difusión, principalmente al modelo de difusión por las fronteras de grano propuesto por Coble [35]. Sin embargo, la inspección de la muestra junto con el análisis de los resultados indican que el comportamiento esperado para un material sujeto al modelo de Coble no es el mismo que la deformación superplástica: matemáticamente, el valor que n y $\dot{\epsilon}$ adquieren son menores a los que se obtiene experimentalmente, además de que el mecanismo predice una elongación de los granos la cual no es frecuente en la deformación superplástica.

Para corregir el valor que n mostró en el modelo de Coble, Asbhy & Verral introdujeron el concepto de “esfuerzo umbral”, que se origina por las fluctuaciones en las fronteras de grano, un valor de esfuerzo por debajo del esfuerzo umbral no permitirá la fluencia del material.

Matemáticamente, los modelos basados en fluencia por difusión presentan los mismos valores de n , p y Q para la ecuación 1. La diferencia se presenta en el valor que adquiere la constante de proporcionalidad A , cuyo origen es si el arreglo geométrico permite o no que los granos cambien de vecinos. En la Figura 2-15 se esquematiza el proceso de propuesto por Asbhy & Verral, donde es claro que los granos cambian de vecinos, sin embargo, este modelo requiere que el material presente este arreglo de cuatro granos idénticos y de manera repetitiva, es decir, el proceso solo podría ocurrir una sola vez y produciría una deformación de 0.55. Con estas ideas, Spingarn & Nix generan un modelo que puede ser aplicable a una matriz infinita de granos hexagonales.

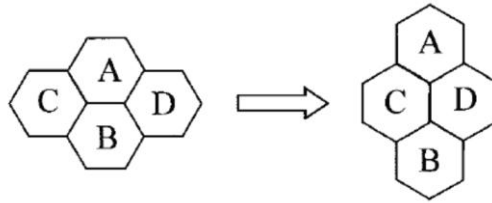


Figura 2-15 Configuración inicial y final de un grupo de granos que cambian de vecinos según el modelo propuesto por Ashby and Verrall.

Mecanismos Basados en dislocaciones.

Se han propuesto varios modelos de deformación basados en el movimiento de dislocaciones, es decir, la rapidez de deformación está controlada por la rapidez a la cual las dislocaciones pueden relajar esfuerzos generados mediante el proceso de subida. Hay diversas variaciones en este tema, las más citadas son:

- El modelo de Ball & Hutchinson: en él, el deslizamiento por frontera de grano es bloqueado en un punto triple y liberado por dislocaciones de la red cristalina las cuales se apilan en la frontera de grano opuesta al punto triple.
- Modelo propuesto por Mukherjee: en este modelo el obstáculo que se opone al deslizamiento en la frontera de grano es un límite de grano, de igual forma, la concentración de esfuerzo se presenta cuando las dislocaciones de la red cristalina se deslizan en el interior del grano y se apilan en la frontera opuesta.
- Langdon: este modelo se propone con el objetivo de que se unifique el modelo de fluencia y el de superplasticidad, cuya diferencia radica en el tamaño de grano. La concentración de esfuerzos que se genera en puntos triples o límites de grano se libera cuando las dislocaciones se deslizan al interior del grano, pero en el régimen superplástico se apilan en una frontera de grano y en el régimen de fluencia se apilan en la frontera de un subgrano.
- Gifkins: en este modelo se propone que los granos se pueden dividir en dos regiones, la parte central a la que llamó "core" y cuyo comportamiento es el de un cristal normal; la región externa, "mantle". Es en esta última región donde se presenta el deslizamiento de dislocaciones.

El análisis de estos modelos puede ser similar y referirse a la Figura 2-16 propuesta por Todd [5], en ellos, la rapidez de deformación se escribe a $\dot{\epsilon} = b\tau^2 L^2$ y se predicen los valores típicos de n y p . De acuerdo al modelo que se tenga en mente el coeficiente de difusión cambia; referenciados a la ecuación 1, cada uno de estos modelos asume una constante de proporcionalidad diferente; el valor de $m=0.5$ se mantiene fijo [1]. Con estas condiciones el valor que se predice para la rapidez de deformación frecuentemente presenta mejor ajuste con los valores experimentales que los modelos basados en difusión.

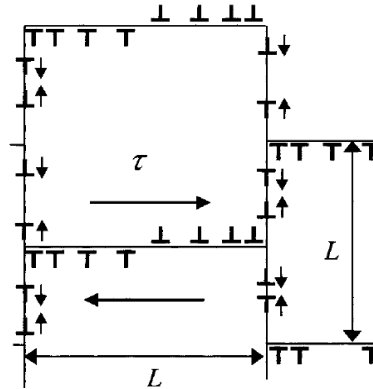


Figura 2-16 Geometría general de modelos basados en el movimiento de dislocaciones.

A pesar de la gran mejora, ninguno de estos modelos predice la inhomogeneidad en la deformación a nivel microscópico, provocada por la distribución del tamaño de grano y su particular orientación, diferentes tipos de estructura de frontera de grano y su energía.

Modelo de CGBS

Kaybishev [4] propone un modelo a escala mesoscópica en el que establece que el flujo superplástico es realizado por el corte a lo largo de una banda de deformación. Dichas bandas consisten de varias fronteras de grano y, generalmente, no son lisas. El desarrollo de una banda requiere una alineación de varias fronteras de grano en un plano común bajo la acción de dos mecanismos, ver el esquema de la Figura 2-17:

1. Migración local de las fronteras de grano.
2. Atravesar un grano por una banda mediante deslizamiento intragranular.

Los deslizamientos de los primeros granos surgen en aquellas fronteras donde se requieren los esfuerzos más pequeños, es decir, que se encuentran en una orientación favorable respecto al esfuerzo externo aplicado. En esta primera etapa de deformación se genera gran cantidad de dislocaciones dentro de los granos y, subsecuentemente estas son absorbidas en las fronteras de grano, facilitando el deslizamiento.

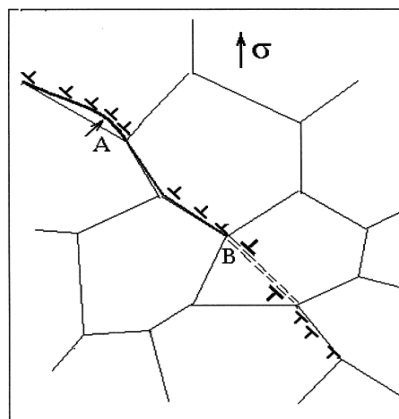


Figura 2-17 Esquema del desarrollo del CGBS: (A) migración local de las fronteras; (B) movimiento dislocación intragranular [4].

En este punto, se observa que el análisis realizado por Montemayor y Torres [49] aplica al total de los modelos propuestos y que se deben tener en cuenta los siguientes puntos:

1. La escala más apropiada para describir el fenómeno superplástico aún no ha sido identificada claramente, ya que hay modelos que se han desarrollado a escala de un grano, para unos cuantos grano, a escala mesoscópica y, como se presenta la sección siguiente, recientemente a escala atómica.
2. La mayoría de los modelos no consideran la relación entre el arreglo de los granos y la deformación de la muestra como un todo.
3. Esencialmente, todos los modelos son aproximaciones en dos dimensiones.
4. Varios modelos numéricos de la deformación superplástica permite describir algún tipo de evidencia experimental en particular, además de que las ecuaciones requieren determinar un gran número de variables, que en ocasiones no es trivial.

Estudio de la estructura de las fronteras de grano.

Ya que aún existe discrepancia entre la evidencia experimental y los modelos propuestos, ya sea basado en difusión o aquellos basados en el movimiento de dislocaciones, varios autores han propuesto enfocar el estudio a la estructura de las fronteras de grano, ya que todos los atributos de la deformación superplástica están asociados a ellas. Este estudio lo han desarrollado como modelos atómicos apoyándose en la simulación dinámica molecular. Las fronteras de grano han podido ser modeladas con bastante precisión y ha sido observado que el deslizamiento por frontera de grano es siempre acompañado por una aparente migración [1].

2.2. Solidificación Rápida

Solidificación rápida es un concepto que está “vagamente” definido en la literatura científica como la rápida extracción de energía térmica, que incluye tanto la energía de sobrecalentamiento como el calor latente, durante la transición de un estado líquido, a altas temperaturas, a un material sólido, a temperatura de laboratorio o ambiente. La extracción rápida de calor puede provocar subenfriamientos de hasta 100 °C o más, antes de iniciar la solidificación. Esto se compara directamente con los pocos grados obtenidos para el caso de colada convencional, cerca de 1 °C o menos por segundo. Para que un proceso sea considerado dentro de régimen de solidificación rápida, el valor de la rapidez de enfriamiento debe ser mayor a 10^4 K/s. El tiempo de contacto a altas temperaturas es de milisegundos, seguido por un enfriamiento rápido a temperatura ambiente. La alta velocidad de enfriamiento se traduce en una significativa cantidad de subenfriamiento que es propicia para la aparición de varios efectos metaestables que se pueden clasificar como constitucional o microestructural [51]. La rápida extracción de la energía térmica que ocurre durante la solidificación rápida permite grandes desviaciones del equilibrio, las cuales tiene ciertas ventajas:

- a) Una extensión de la solubilidad, frecuentemente por varios órdenes de magnitud.
- b) Formación de fases metaestables o de no equilibrio.
- c) Una reducción tanto en tamaño como en número de fases segregadas.
- d) Retención de estructuras con desorden cristalino.
- e) Intrínsecos (esencial) efectos microestructurales incluyen uno o la combinación de ellos: cambios en morfología de granos, refinamiento de algunas características tal como el tamaño y forma de granos.

Por supuesto, es probable que no todas estas ventajas se produzcan al mismo tiempo.

Los primeros estudios relacionados con el enfriamiento rápido de metales y sus aleaciones se deben al profesor Paul Duwez. Su primer reporte, en 1960, marcó una nueva era en la metalurgia física mediante la identificación de nuevos efectos microestructurales y constitucionales que se lograban con la solidificación rápida. A partir de ese momento, se han desarrollado varias técnicas o métodos con los cuales se pueden producir altas velocidades de solidificación:

- a) Los métodos de aspersión que involucran la fragmentación o atomización de un flujo de metal fundido.
- b) Colada de un flujo de metal fundido.
- c) Fundición *in-situ* y solidificación rápida que se presenta en la superficie de un sumidero.

De la gran variedad de procesos disponibles, son tres los que más se utilizan para materiales ferrosos y no ferrosos: 1) atomización, 2) colada de cinta o papel y c) deposición de material fragmentado.

La técnica de enfriado rápido por disco giratorio ("melt-spinning") hace posible la producción de cintas largas y angostas, las cuales, bajo las condiciones favorables, pueden enfriarse a una velocidad tan alta como 10^6 K/s. Esta técnica es ampliamente usada en estudios de solidificación rápida ya que:

- Es fácil de ejecutar.
- La velocidad de enfriamiento es comparable de forma favorable con las otras técnicas disponibles.

La **Figura 2-18** muestra un esquema de la técnica de enfriado rápido por disco giratorio: en ésta un pequeño chorro de material fundido es direccionado contra la superficie externa de una rueda de enfriamiento que se gira rápidamente. Durante este proceso, el material fundido se propaga y solidifica al impactar en la superficie del substrato. Llevando a cabo un cuidadoso control de las variables involucradas en el proceso, es posible estabilizar un pequeño charco de material fundido en el punto de impacto, esto permite que un producto solidificado se pueda extraer del interior del charco. El mecanismo esencial que gobierna esta técnica es complejo. Al principio, el problema es de dinámica de fluidos para poder obtener un chorro de metal fundido que sea estable al ser inyectado. Subsecuentemente, la rapidez a la cual se esparce y forma el charco de metal fundido en la superficie del disco en movimiento debe ser controlado por una compleja interacción de dinámica de fluidos, capilaridad y un fenómeno de transferencia de calor.

Sin embargo, esta técnica tiene varias limitaciones que surgen del hecho de que el metal fundido es expulsado a través de un orificio muy fino, lo que limita las dimensiones de las cintas obtenidas, generalmente se registra un ancho de cinta de 3 mm e incluso menores cuando la velocidad de enfriamiento es mayor. En general, un problema notable está asociado con el uso del orificio de inyección, que generalmente es menor a 1 mm de diámetro, y que puede ser fácilmente bloqueado por alguna inclusión en el metal. Usando esta técnica, se pueden obtener un refinamiento de estructura y, frecuentemente, fases metaestables; se generan altas velocidades de extracción de calor lo que permite hacer que la importancia de los efectos del subenfriamiento y rapidez de enfriamiento sea menor. Otra limitación importante se debe a la fuerte dependencia que la estructura y las propiedades físicas de las cintas obtenidas presentan respecto a su historia térmica, que a su vez, es función de los parámetros del proceso de enfriamiento.

La distancia del orificio de inyección a la superficie del disco de enfriamiento debe ser lo suficientemente corta para lograr un chorro de metal estable, pero lo suficientemente grande para evitar que exista alguna interacción entre el crisol y el charco de metal fundido. Dependiendo de la distancia que existe entre el punto final del crisol y del la superficie del disco, esta técnica se puede dividir en dos modificaciones: CBMS (chill block melt-spinning) involucra distancias de varios milímetros mientras que PFC (planar flow casting) presenta distancias menores a 1 mm.

En la técnica de disco giratorio (CBMS), que es ampliamente utilizada para procesar pequeñas cantidades de material (10^0 a 10^3 g), la relación entre los parámetros del proceso y la microestructura de la cinta obtenida está basada principalmente en reglas empíricas y la experiencia [52]. Ha sido mostrado que muchas propiedades físicas de las cintas obtenidas por disco giratorio dependen de los valores de los parámetros del proceso, tales como: V velocidad del disco; P presión de inyección; T temperatura de fundición; g distancia entre el crisol y el disco. A su vez, también se ha establecido que las variaciones de estos parámetros cambian las dimensiones geométricas y principalmente el espesor de la cinta, d . Se debe resaltar que, por muchas razones, el espesor es el parámetro más importante de las cintas obtenidas y su valor determina la rapidez de enfriamiento.

Sin duda, la forma más correcta para controlar la historia térmica de las cintas obtenidas por disco giratorio es la medición directa de la rapidez de enfriamiento durante el proceso. Sin embargo, el estudio experimental de esta historia térmica se dificulta en la práctica debido tanto al tiempo corto de solidificación como a las altas velocidades del disco de enfriamiento. Una técnica desarrollada por [53] permitió establecer que la rapidez de enfriamiento durante el proceso de enfriado rápido en disco giratorio se encuentra en el rango de 4×10^4 a 5×10^6 K/s, y depende principalmente de la velocidad de rotación del disco de enfriamiento, mientras que las variaciones a los valores de P y T no ejercen un efecto que pueda ser observado en \dot{T} [53].

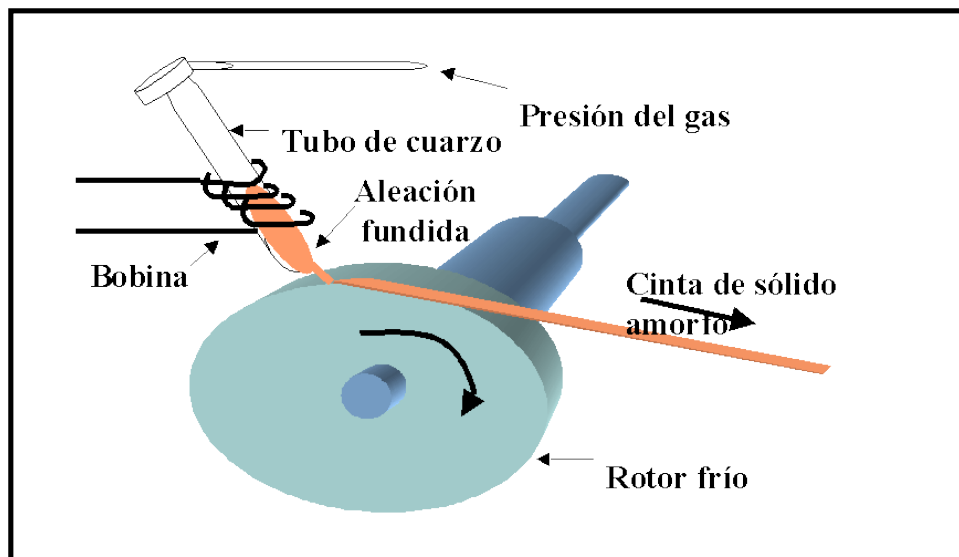


Figura 2-18 Esquema de la técnica de solidificación rápida por disco giratorio

3. Desarrollo Experimental

El objetivo de este trabajo es evaluar el comportamiento de la aleación eutéctica Bi-40 wt Cd bajo condiciones superplásticas, por tanto, es necesario recordar y cumplir los requisitos básicos para que la deformación plástica de un material se considere superplástica: el material debe presentar una estructura de grano fino y equiaxial, $<10 \mu\text{m}$; la temperatura de prueba debe ser $>0.5T_m$; preferentemente, el material debe tener una segunda fase que ayude a frenar el crecimiento de grano; el valor del índice a la sensibilidad a la rapidez de deformación típicamente es >0.3

El proceso que se diseñó para cubrir los cuatros requisitos se esquematiza en el diagrama de flujo siguiente, Figura 3-1:

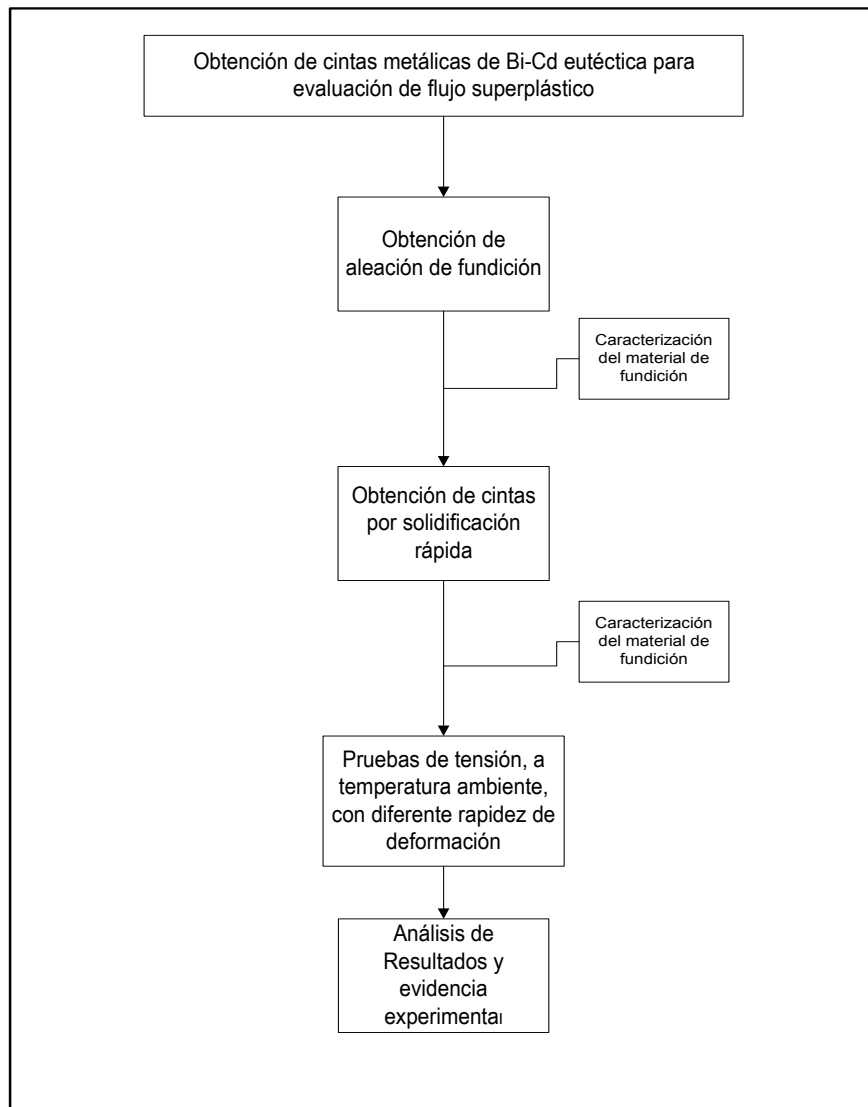


Figura 3-1 Diagrama de flujo que liga las actividades a seguir para cumplir los objetivos planteados.

3.1. Obtención de la aleación Eutéctica

La aleación eutéctica Bi-Cd se preparó usando metales con un alto grado de pureza, aproximadamente 99.99 %. Se eligió el punto eutéctico como punto de partida, es decir Bi-40 wt Cd, según se indica en el diagrama de fases Bi-Cd representado por la Figura 3-2 [54]. Las porciones en peso de cada metal se colocaron en un crisol de pyrex, es decir 12 g de Cadmio por 18g de Bi, que posteriormente fue sellado al vacío, para poder obtener lingotes de 30 g; la temperatura de fundición fue de 320 °C y se utilizó una mufla de laboratorio [11] [55].

Después de 15 minutos a la temperatura indicada el material está fundido y se realiza una agitación de aproximadamente 5 segundos. El crisol se introduce nuevamente a la mufla, se deja que se estabilice la temperatura y se apaga el horno; se deja enfriar dentro del horno.

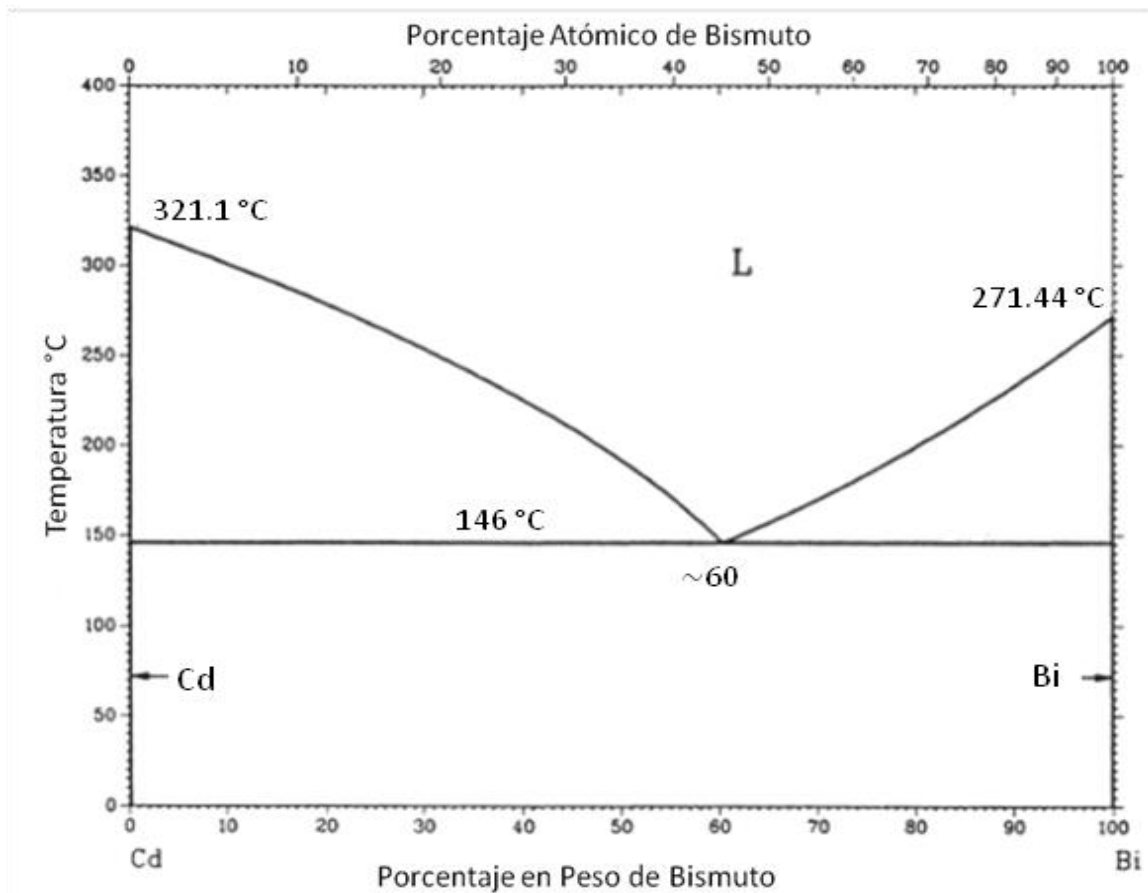


Figura 3-2 Diagrama de fases del sistema eutéctico Bi-Cd [56]

Para caracterizar el material en estado de fundición se realizaron:

- Metalografías: necesaria para observar la microestructura del material en estado de fundición, para ello se utilizó un microscopio electrónico de barrido de la marca Jeol, modelo JSM-7600F. Del material solidificado se cortó un disco que fue sometido a un pulido. La secuencia de pulido fue la siguiente: se inició con lijas del número 320, 400, 800

y 1000. Posteriormente se utilizó alúmina de 0.5 μm y finalizó con alúmina de 0.3 μm . El paso final fue una limpieza de la muestra con un equipo de ultrasonido.

- Difracción de rayos X: se realizó en un difractómetro Bruker . Se realizó un refinamiento por el método de Rietveld con el programa Topas.
- Se utilizó el método de intersección para determinar el espesor interlamina de la estructura [11] [57]. Se trazaron 5 líneas aleatoriamente, y se cuentan los bordes de grano que cortan a la línea trazada, los segmentos al final de la línea de ensayo que penetran dentro de un grano, son anotados como media intersección.

Para determinar el diámetro promedio de los granos es necesario realizar lo siguiente:
Calcular la constante de calibración

$$k = (n_p/n_r) * u_p \quad (6)$$

Donde: n_p número de divisiones de la escala patrón.
 n_r número de divisiones de la referencia en la línea trazada.
 u_p unidad de la escala patrón.

- Determinar el valor medio del número de granos dado la cantidad de líneas trazadas \bar{n} .
- Determinar la longitud que la línea trazada tiene sobre la imagen.

$$l = L * k \quad (7)$$

- El cociente $\frac{\bar{n}}{l}$, expresado en μm^{-1} , es la cantidad promedio de bordes de grano por unidad de longitud. El valor inverso de esta cantidad nos proporciona el diámetro promedio grano.
- Dureza: se realizaron ensayos de dureza Vickers a una muestra del mismo lingote obtenido, la muestra primeramente fue pulida a espejo con la secuencia de lijas descrita anteriormente. El equipo utilizado fue un microdurómetro digital marca Shimadzu, modelo HMV-G21D, controlado por un software de la misma marca versión HMV-WIN 1.05. Las condiciones de prueba fueron, Tabla 3-1 [11]:

Tabla 3-1 Condiciones de pruebas de dureza

Software utilizado	HMV-WIN Ver1.05
Microdurómetro tipo	HMV-G21D
Tipo de indentador	Vickers
Carga para prueba [11]	HV0.025 (245.2mN)
Duración de la carga	20
Numero de indentaciones	15
Forma de la superficie de la muestra	Plana

3.2. Obtención de Cintas Metálicas

El comportamiento superplástico de los materiales policristalinos tiene una fuerte dependencia del tamaño y forma del grano, un grano equiaxial y con un diámetro $<10 \mu\text{m}$ es lo idóneo. Para lograr esto existen varias técnicas termomecánicas con las que se puede “romper” la microestructura original y obtener granos finos, una de ellas es la técnica de laminación. El Dr. Gabriel Torres Villaseñor ya tiene el antecedente del comportamiento frágil de la aleación eutéctica Bi-Cd procesada mediante laminación, es por ello que se optó por una técnica de solidificación rápida que permitiera obtener la estructura requerida.

Las cintas metálicas de Bi-Cd eutéctico fueron fabricadas en un equipo de solidificación rápida de laboratorio. El equipo está armado con un solo disco de enfriado, fabricado de cobre y colocado dentro de una cámara de acero inoxidable para controlar la atmósfera; la velocidad de rotación del disco es controlada con un motor de corriente directa y monitoreada por medio de un tacómetro portátil.

La configuración geométrica con la que se obtuvieron las cintas metálicas se muestra en la Figura 3-3, la presión de argón fue de 2 psi, el gap fue de 4 mm, $\alpha = 90^\circ$, $\omega = 1300 \text{ rpm}$. La definición de estos parámetros fue experimental (prueba y error); la bibliografía revisada indica que el parámetro que mayor influencia tiene en la geometría final de las cintas es la velocidad de rotación del disco. Con este dato, se eligieron tres velocidades de rotación, manteniendo el resto de las variables constantes.

Se introducen 15 g de aleación sólida en el respectivo crisol de cuarzo, se utilizó gas argón a presión para eyectar la aleación ya fundida. Una resistencia eléctrica fue utilizada para lograr la fundición del material a una temperatura $\sim 10^\circ\text{C}$ superior al punto de fusión. Como se comentó, para obtener las cintas se realizaron varias pruebas, y no es trivial comentar, que entre prueba y prueba se debe tener cuidado con:

- La temperatura del disco de Cu: se observó que al término de una prueba la temperatura del disco se eleva $\sim 10^\circ\text{C}$, por tanto, es necesario permitir que el disco se enfríe.
 - Limpieza de la superficie externa del disco.
 - Limpieza del crisol de cuarzo y su respectivo orificio.
-
- Caracterización de las cintas obtenidas: Mediante microscopía óptica y electrónica se realizó la inspección de la cinta obtenida, y por el método de intersección descrito anteriormente se determinó el tamaño de grano de las cintas obtenidas. Se llevó a cabo difracción de rayos X a las cintas obtenidas para determinar la estructura cristalina de las fases presentes.

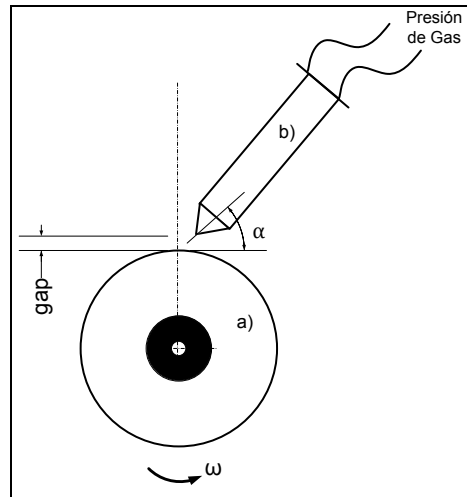


Figura 3-3 Esquema del equipo de solidificación rápida utilizado: a) disco giratorio fabricado en cobre; b) crisol de pyrex.

3.3. Caracterización Mecánica de las Cintas

Se realizaron ensayos de tracción a segmentos de cintas de 30 mm de longitud con cuatro diferentes $\dot{\epsilon}$, a temperatura ambiente para los cuatro casos, se empleó una máquina universal para ensayos mecánicos Shimadzu AGS-X y el software Trapezium X para la obtención de datos. Con el objetivo de evaluar el comportamiento superplástico se realizaron pruebas a cuatro diferentes rapidezces de formación. El cambio de esfuerzo de flujo respecto al cambio en la rapidez de deformación, $\dot{\epsilon}$, permite obtener el índice de sensibilidad a la rapidez de deformación, m .

Las mismas técnicas utilizadas para caracterizar el material en estado de fundición se utilizaron para caracterizar las cintas metálicas obtenidas, antes y después de las pruebas de tensión:

- Imágenes en microscopio electrónico de barrido
- Difracción de rayos X

4. Resultados y discusión

Los resultados obtenidos se presentan con la secuencia mostrada en el diagrama de flujo, figura 3-1.

4.1. Caracterización de la Aleación de Fundición

El sistema Bi-Cd es un clásico sistema eutéctico que se caracteriza porque sus elementos son solubles en la fase líquida, en cualquier concentración, pero en el estado sólido la solubilidad es bastante limitada, o nula, tanto del Bi en Cd como de Cd en Bi. Otra característica de este tipo de sistemas es que la adición de cualquier elemento, A o B (en nuestro caso Bi o Cd) reduce el punto de fusión, dando como resultado que la respectiva línea de *liquidus* presente un valor mínimo de temperatura a una composición determinada, llamado punto eutéctico [58].

En este trabajo se evaluó el comportamiento de la aleación Bi-Cd, con la composición eutéctica, con el objetivo de tener dos fases presentes (α y β) que pudiesen cumplir con el requisito que marca el fenómeno superplástico. Este sistema presenta una relación facetado/no facetado entre sus elementos presentes (Bi y Cd respectivamente; la entropía de fusión del Bi es mayor), no obstante, su microestructura se dice que es quasi-regular gracias al alto grado de regularidad que presenta. Este grado de regularidad se atribuye al hecho de que la matriz la constituye el Bi, la fase facetada [10], [59].

La Figura 4-1 muestra la microestructura de la aleación Bi-Cd eutéctica en condición de fundición en tres diferentes zonas, pero a la misma amplificación (500X). Dicha estructura está compuesta de placas y/o fibras, de la fase no-facetada, Cadmio, dentro de la matriz de la fase facetada. Hay zonas, señaladas con flecha roja dentro de la imagen, donde las quasi-placas pierden continuidad y se generan fibras o rodillos. Las microestructuras de la Figura 4-1 también muestran que el ancho de las placas o fibras de Cadmio son bastante variados, esta situación se atribuye a la anisotropía [60] que presenta el Bismuto. Con el método descrito anteriores, los valores del espacio interlaminar son:

- Espacio interlaminar promedio es de 2.89 μm .

4.1.1. Difracción de Rayos X

El perfil de difracción de rayos X para la aleación eutéctica Bi-Cd se presenta en la Figura 4-2. Como se mencionó en la sección anterior, la solubilidad en estado sólido es bastante restringida o virtualmente nula, por ello, el perfil de difracción muestra la presencia de dos fases, Bi y Cd, confirmando la microestructura de las imágenes de la Figura 4-1.

La Figura 4-2 también contiene un perfil de difracción refinado mediante el método de Rietveld. Con este refinamiento se puede confirmar que:

- la composición de la aleación es la mencionada en el punto eutéctico.
- que el Bismuto tiene una estructura romboédrica y el Cadmio una estructura hexagonal. La tabla 4-1 resume los parámetros de red de ambas fases.

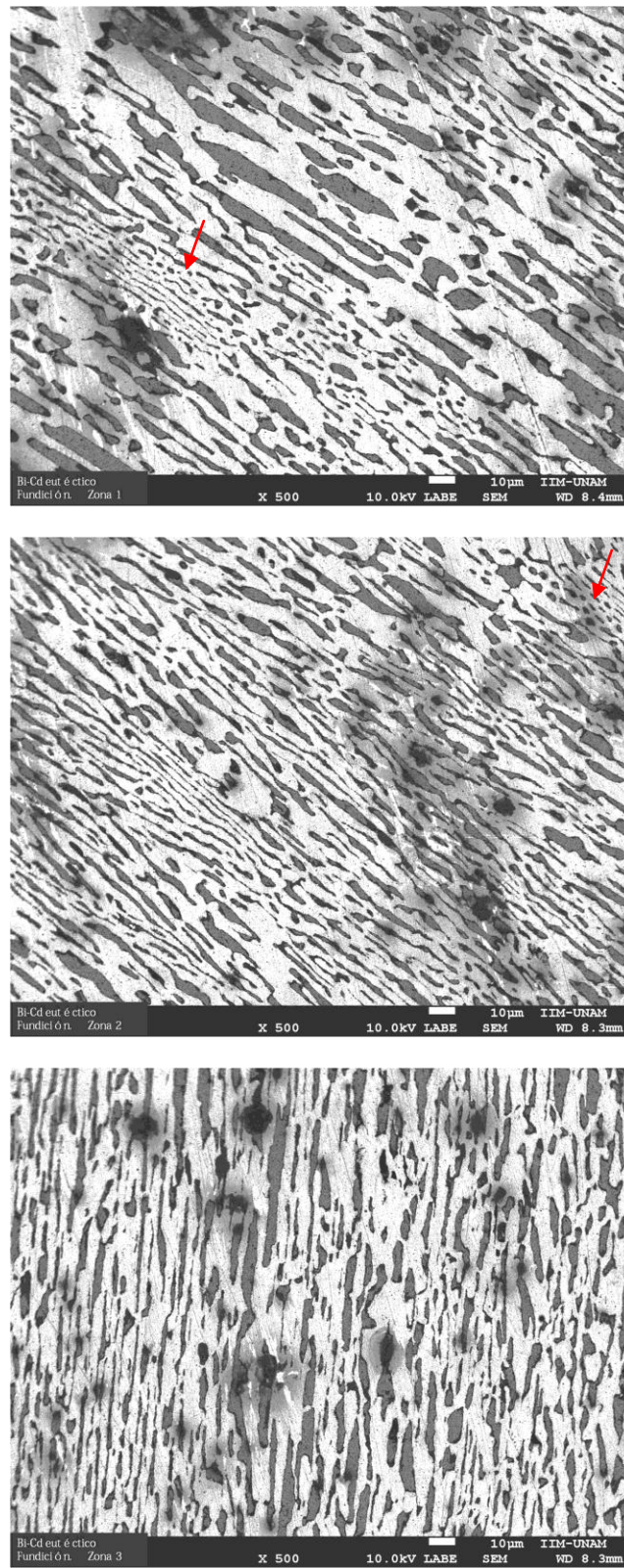


Figura 4-1 Imágenes obtenidas de tres diferentes zonas pero a la misma amplificación 500 X.

Tabla 4-1 Parámetros de las redes cristalinas del Bi- y del Cd.

Fase	Grupo espacial	Parámetros de Red					
		a (nm)	b (nm)	c (nm)	α	β	γ
Bi	R-3m	0.47460	0.47460	0.47460	57.23	57.23	57.23
Cd	P6 ₃ /mmc	0.29793	0.29793	0.56181	90°	90°	120°

En referencia a la Figura 4-2, el perfil modelado presenta un error de 19.33 %, representado en este caso por el residuo azul. Los datos del refinamiento indican que la concentración de Bi es 58.819 % \pm 1.263 y la concentración de Cadmio es 41.181% \pm 1.263.

El análisis y modelado del patrón de difracción que se mostró en la Figura 4-2 se realizó con el patrón de difracción sin normalizar. La Figura 4-3 muestra el patrón de difracción ya normalizado, en ella se indicaron los planos de reflexión para cada pico, estos planos se obtuvieron mediante el programa Divcol106, los puntos de reflexión obtenidos con DIVCOL coinciden con los puntos obtenidos por el método Rietveld. Es necesario indicar que el refinamiento Rietveld, y el indexado mediante Divcol se hicieron tomando al Bismuto como una estructura hexagonal, dicha conversión la podemos realizar con las siguientes relaciones matemáticas:

$$a_h = 2a_r \text{sen}(\alpha/2) \quad (8)$$

$$c_h = a_r \sqrt{(3 + 6\text{cos}\alpha)} \quad (9)$$

Esta conversión es realizada con el método más frecuente, en sentido **anverso**.

La Tabla 4.2, que se presentan a continuación, contiene los datos obtenidos con DIVCOL y su comparación con lo que se puede observar experimentalmente. El patrón de difracción presenta dos fases, y aquí se ve conveniente que cada fase tenga una tabla por separado pero las relaciones de intensidades son referidas al pico más intenso de Bi.

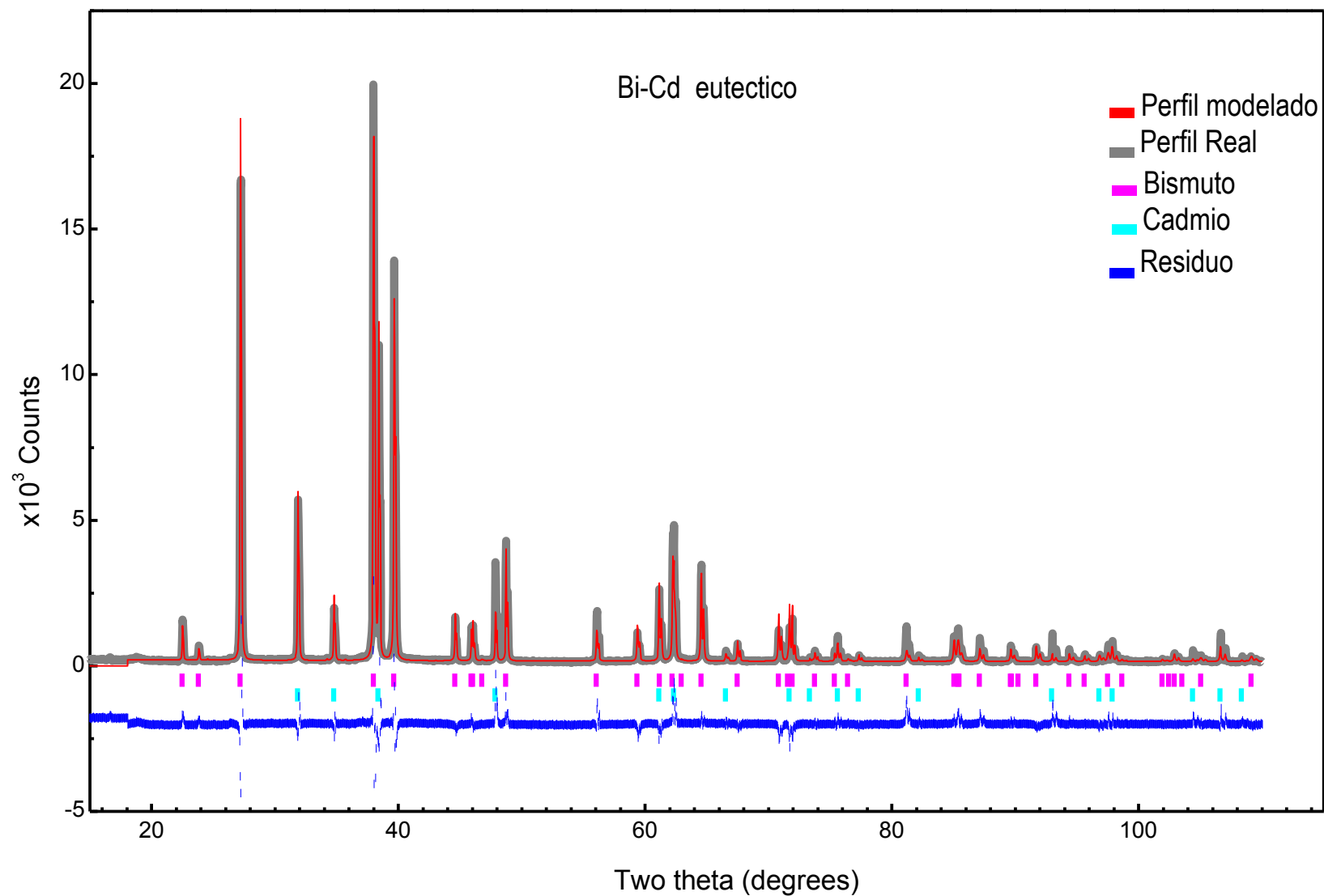


Figura 4-2 Patrón de difracción y modelado por el método Rietveld de la aleación Bi-Cd en condición de fundición.

Tabla 4-2 Datos experimentales y calculados para la fase cristalina del Cd y Bi.

Cadmio

h	k	l	$d_{\text{obs}} (\text{Å})$	$d_{\text{cal}} (\text{Å})$	$(I/I_0)_{\text{obs}}$	$2\theta_{\text{obs}} (^{\circ})$	$2\theta_{\text{cal}} (^{\circ})$	$\Delta 2\theta$
0	0	2	2.80915	2.80898	0.228	31.83	31.832	-0.002
1	0	0	2.58021	2.58015	0.091	34.74	34.741	-0.001
1	0	1	2.34463	2.34469	0.411	38.36	38.359	0.001
1	0	2	1.90019	1.9002	0.092	47.83	47.829	0.001
1	0	3	1.51547	1.51556	0.112	61.1	61.096	0.004
1	1	0	1.48956	1.48966	0.128	62.28	62.276	0.004
0	0	4	1.40453	1.4045	0.025	66.52	66.522	-0.002
1	1	2	1.31605	1.31605	0.075	71.65	71.65	0
2	0	0	1.29014	1.29008	0.015	73.32	73.324	-0.004
2	0	1	1.25736	1.25736	0.055	75.56	75.56	0
1	0	4	1.23361	1.23358	0.014	77.28	77.282	-0.002
2	0	2	1.17237	1.17235	0.018	82.15	82.151	-0.001
2	0	3	1.06237	1.06239	0.029	92.95	92.948	0.002
1	0	5	1.03017	1.03016	0.016	96.79	96.791	-0.001
1	1	4	1.0219	1.02191	0.025	97.84	97.838	0.002
2	1	0	0.9752	0.97521	0.029	104.35	104.348	0.002
2	1	1	0.96087	0.96084	0.052	106.58	106.584	-0.004
2	0	4	0.9501	0.95011	0.013	108.34	108.339	0.001

Bismuto

h	k	l	$d_{\text{obs}} (\text{Å})$	$d_{\text{cal}} (\text{Å})$	$(I/I_0)_{\text{obs}}$	$2\theta_{\text{obs}} (^{\circ})$	$2\theta_{\text{cal}} (^{\circ})$	$\Delta 2\theta$
0	0	3	3.95363	3.95341	0.056	22.47	22.471	-0.001
1	0	1	3.73716	3.73645	0.021	23.79	23.795	-0.005
1	0	2	3.27944	3.27992	0.414	27.17	27.166	0.004
1	0	4	2.36842	2.36847	1	37.96	37.959	0.001
1	1	0	2.27292	2.27298	0.85	39.62	39.619	0.001
1	0	5	2.03174	2.03175	0.09	44.56	44.56	0
0	0	6	1.97671	1.9767	0.068	45.87	45.87	0
1	1	3	1.97062	1.97051	0.039	46.02	46.023	-0.003
2	0	1	1.94193	1.94189	0.007	46.74	46.741	-0.001
2	0	2	1.86825	1.86822	0.078	48.7	48.701	-0.001
2	0	4	1.63997	1.63996	0.054	56.03	56.031	-0.001
1	0	7	1.55639	1.55631	0.076	59.33	59.333	-0.003
2	0	5	1.5148	1.51479	0.108	61.13	61.13	0
1	1	6	1.4915	1.49156	0.163	62.19	62.187	0.003
2	1	1	1.47636	1.47644	0.009	62.9	62.896	0.004

2	1	2	1.44335	1.44327	0.108	64.51	64.514	-0.004
1	0	8	1.38741	1.38741	0.039	67.45	67.45	0
2	1	4	1.32991	1.32993	0.042	70.79	70.789	0.001
0	0	9	1.3178	1.3178	0.033	71.54	71.54	0
3	0	0	1.31225	1.3123	0.037	71.89	71.886	0.004
2	0	7	1.28413	1.28414	0.024	73.72	73.719	0.001
2	1	5	1.26049	1.26052	0.023	75.34	75.338	0.002
3	0	3	1.24548	1.24548	0.01	76.41	76.41	0
2	0	8	1.18427	1.18423	0.045	81.15	81.153	-0.003
1	1	9	1.14008	1.14005	0.059	85.01	85.013	-0.003
2	2	0	1.13651	1.13649	0.137	85.34	85.342	-0.002
1	0	10	1.13554	1.13561		85.43	85.424	0.006
2	1	7	1.11802	1.11805	0.03	87.1	87.097	0.003
3	0	6	1.09329	1.0933	0.022	89.59	89.588	0.002
2	2	3	1.09223	1.09225	0.011	89.7	89.698	0.002
3	1	0		1.0919			89.734	-0.034
3	1	1	1.08728	1.0873		90.22	90.218	0.002
3	1	2	1.07383	1.07385	0.022	91.67	91.668	0.002
2	1	8	1.05026	1.05024	0.021	94.35	94.353	-0.003
1	0	11	1.0399	1.0399	0.024	95.59	95.589	0.001
3	1	4	1.02463	1.02463	0.024	97.49	97.49	0
2	0	10	1.01589	1.01587	0.01	98.62	98.623	-0.003
3	1	5	0.99189	0.99186	0.008	101.9	101.904	-0.004
0	0	12	0.98833	0.98835		102.41	102.408	0.002
2	2	6	0.98523	0.98525	0.02	102.86	102.857	0.003
4	0	1	0.98088	0.98086		103.5	103.503	-0.003
4	0	2	0.97094	0.97094	0.014	105	104.999	0.001
2	0	11	0.94565	0.94564	0.029	109.09	109.092	-0.002

Al observar el perfil de difracción es visible el pico de mayor intensidad del Bi está muy cerca del pico de mayor intensidad del Cd y que la distancia interplanar, d_{obs} , es muy similar, es decir, el sistema tiende a generar fronteras de grano de baja energía, haciendo que planos de similar d formen la frontera (datos marcados en amarillo).

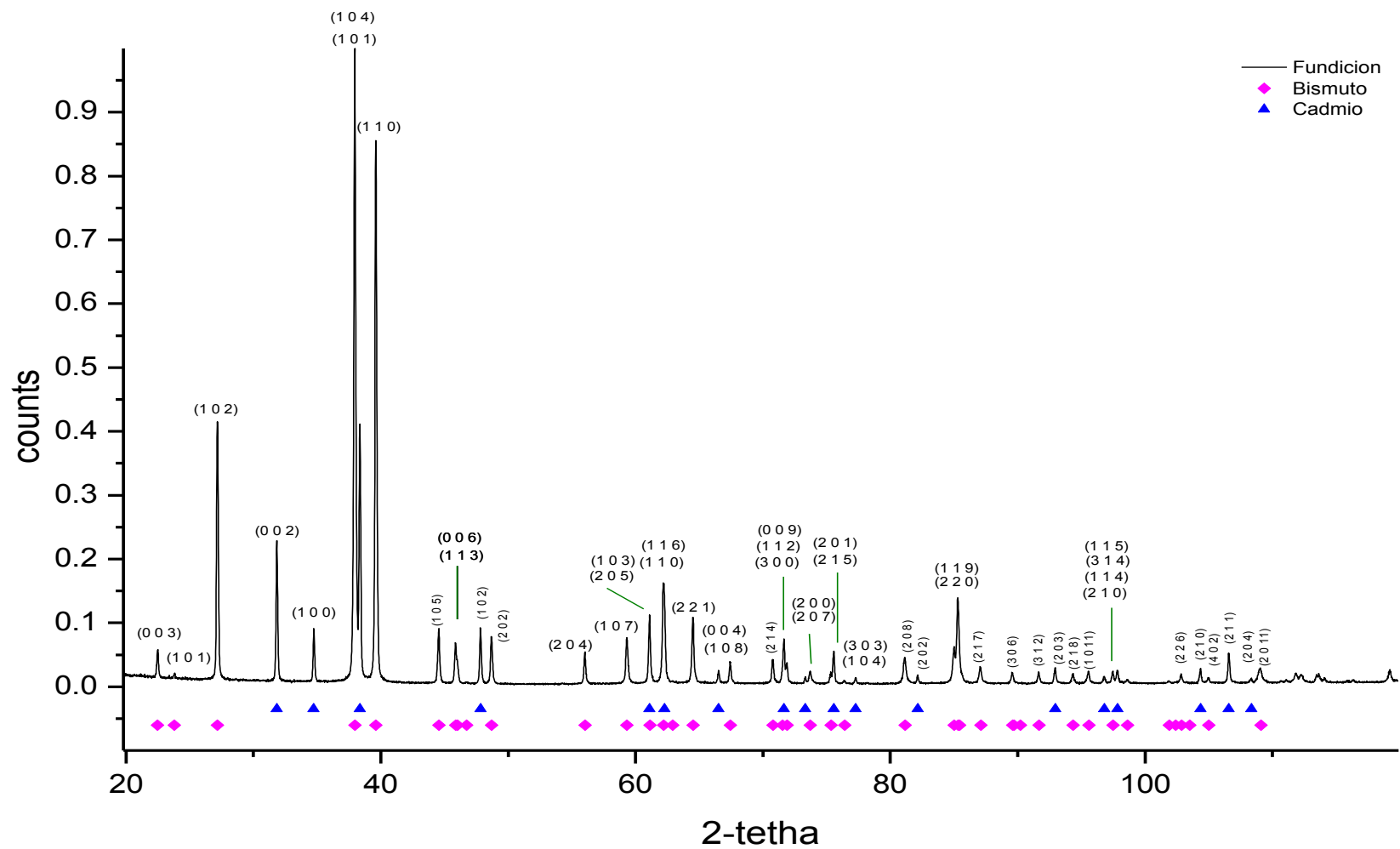


Figura 4-3 Planos cristalográficos de reflexión obtenidos con el programa Divcol06

4.1.2. Pruebas de micro dureza

Los resultados de las pruebas de dureza se muestran en la *Tabla 4-3*, donde se indica que el valor promedio es de 16.85 HV. Este valor coincide con el valor reportado por [11]. La *Figura 4-4* presenta una serie de imágenes que el microdurómetro digital proporciona, en ellas se puede ver la muesca que el indentador marca en la superficie de la muestra.

De acuerdo a lo aprendido en el curso de propiedades mecánicas, con el Dr. Gabriel Torres Villaseñor, la regla de Newman nos ayuda a estimar el valor de alguna propiedad física partiendo de las propiedades de los elementos puros que forman el material, de acuerdo a la relación:

$$P = f_1P_1 + f_2P_2 \quad (10)$$

Donde f es la fracción en peso atómico de cada elemento y P_1 y P_2 el valor de la propiedad física del elemento puro. El valor de la dureza para el bismuto, según ASM es de 7HB y del Cd es de 24HB (el factor de conversión para HB:HV es 1), con estos datos, el valor de la dureza de la aleación Bi-Cd, con la composición atómica de Bi 45 %, es:

$$HV = (0.45 * 7) + (0.55 * 24) = 16.35HV$$

Es decir, el valor teórico coincide con el valor experimental.

Tabla 4-3 Datos crudos de las pruebas de dureza que arroja el programa con el que se controla el microdurómetro.

No.	Carga de Prueba	Duración (s)	H Length	V (largo)	Valor Promedio de V	Dureza (HV)
1	HV0.025 (245.2mN)	20	49.5208	55.3697	52.4453	16.8578
2	HV0.025 (245.2mN)	20	49.3296	56.8971	53.1134	16.4363
3	HV0.025 (245.2mN)	20	47.855	54.0059	50.9304	17.8755
4	HV0.025 (245.2mN)	20	49.5208	52.8876	51.2042	17.6848
5	HV0.025 (245.2mN)	20	47.4176	51.3602	49.3889	19.0087
6	HV0.025 (245.2mN)	20	50.2856	57.279	53.7823	16.03
7	HV0.025 (245.2mN)	20	48.5832	52.5405	50.5618	18.137
8	HV0.025 (245.2mN)	20	48.9472	53.0785	51.0129	17.8177
9	HV0.025 (245.2mN)	20	51.2416	55.1788	53.2102	16.3766
10	HV0.025 (245.2mN)	20	53.7272	59.952	56.8396	14.3519
11	HV0.025 (245.2mN)	20	67.4936	54.2241	60.8589	12.5188
13	HV0.025 (245.2mN)	20	48.9655	53.6544	51.3099	17.612
14	HV0.025 (245.2mN)	20	49.712	50.5964	50.1542	18.433
15	HV0.025 (245.2mN)	20	48.7744	56.1363	52.4554	16.8513

Max.	19.0087
Min.	12.5188
Promedio	16.8565

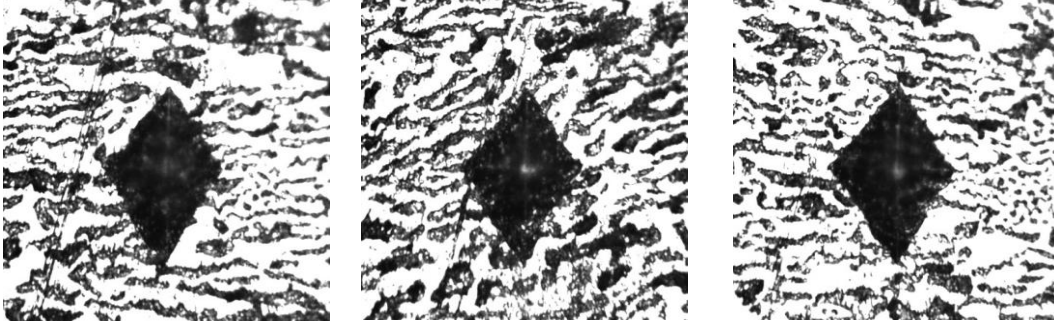


Figura 4-4 Ejemplos de las marcas de Microdureza.

4.2. Caracterización de las Cintas Metálicas

Como se estableció en la sección anterior, los parámetros óptimos con los cuales el equipo de solidificación rápida trabajó se obtuvieron de forma experimental (prueba y error). El parámetro que fungió como variable fue la velocidad de rotación del disco de cobre, haciendo pruebas con tres valores diferentes de él. El efecto de la velocidad sobre las dimensiones geométricas de las cintas obtenidas se muestra en la *Tabla 4-4*. En ella se observa que al aumentar la velocidad de rotación del disco de cobre el espesor de la cinta obtenida disminuye, dicho comportamiento es típico en este proceso de solidificación rápida [53]. La *Figura 4-5* presenta una muestra de cada una de las cintas obtenidas, donde se aprecia que la continuidad de los bordes de las cintas aumenta al disminuir la velocidad de rotación.

Tabla 4-4 Dimensiones de las cintas obtenidas.

Dimensiones de Cintas Obtenidas					
Cinta	Velocidad (m/s)	Espesor (mm)			Ancho (mm)
		Prom.	Min.	Max.	Prom.
1	32.6	0.077	0.055	0.125	1.88
2	17.4	0.125	0.1	0.15	2.48
3	12.33	0.165	0.13	0.2	2.7

Una evaluación posterior se realizó con microscopía óptica, los resultados se muestran en las fotografías de la *Figura 4-6*. En ella se muestra la superficie de la cinta que está en contacto con el disco; de forma general, dicha superficie es plana, no obstante los tres diferentes tipos de cinta (1, 2 y 3), presentan los mismos defectos superficiales: rayas o pliegues, asociadas a los defectos superficiales del disco de cobre (flechas rojas), distribuidas aleatoriamente y de dimensiones variadas; grietas, ocasionadas por burbujas de aire y/o gas argón que se quedan atrapadas al momento de la eyección y rápida solidificación (flecha amarilla); rayado tenue y continuo en dirección paralela a los bordes de la cinta, asociado al acabado superficial del disco de cobre. A excepción del último defecto indicado, la cantidad y tamaño de los otros dos defectos aumenta al

aumentar la velocidad de prueba, a tal grado que la cinta 1 presenta una fisura continua, paralela al borde de la cinta (cuadro azul).



Figura 4-5 Muestra macroscópica de las tres cintas metálicas obtenidas; la cinta 3 se ubica en la parte inferior.

El objetivo de este trabajo es evaluar el posible comportamiento superplástico que las cintas obtenidas puedan presentar, y la forma convencional de hacerlo es mediante ensayos de tracción. Los resultados de las pruebas de tracción se ven directamente afectados por los defectos macroscópicos del material, es por ello que se eligió la cinta 3 para realizar estos, ya que, como se vio en la Figura 4-6, es la cinta que presenta los defectos en menor escala. Es por ello que de aquí en adelante el análisis de las cintas obtenidas se refiere solamente a las cinta 3.

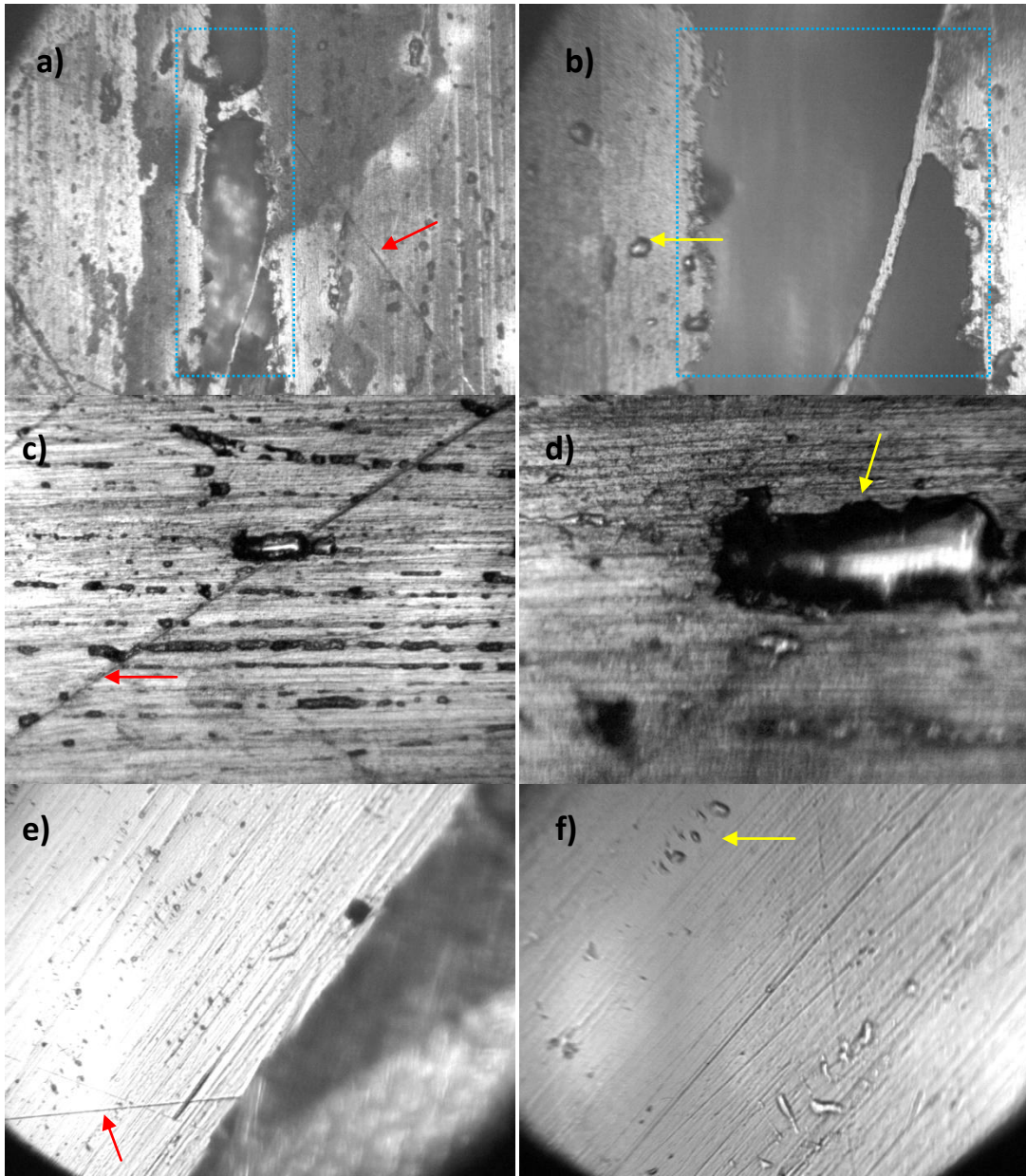


Figura 4-6 Evaluación óptica de las cintas 1, 2 y 3: imagen a) y b) son de la cinta 1 a 4X y 10X, respectivamente; c) y d) pertenecen a la cinta 2 y son de 4X y 10X, respectivamente; e) y f) son imágenes de la cinta 3 a 4X y 10X.

4.2.1. Microestructura de las Cintas

En esta sección se presenta la evidencia de la microestructura que el material presentó al ser procesadas con el equipo de solidificación rápida. Como se mencionó, la cara de la cinta que está en contacto con el disco de cobre es macroscópicamente plana, por tanto, las observaciones en el microscopio electrónico se llevaron a cabo sin que la cinta fuese sometida a un proceso de pulido, excepto para observar el costado de la cinta. La Figura 4-7 muestra una serie de imágenes tanto de la superficie en contacto con el disco, fotografías del lado izquierdo, como de la superficie libre, fotografías a la derecha. Macroscópicamente, la superficie en contacto es suave y la superficie libre es rugosa, esto es debido a que en el lado libre termina la solidificación.

Para la superficie en contacto con el disco se puede observar una estructura de grano fino y equiaxial que, con el método de intersecciones, tiene un diámetro promedio de $\sim 0.79 \mu\text{m}$. En estas imágenes el Bismuto está representado por la fase clara y el Cadmio es la fase oscura. La Figura 4-7 a), la de mayor amplificación, mostró que los granos tienen formas irregulares y con caras rectas. La Figura 4-7 b) dejó ver que existen zonas continuas de ambas fases, es decir, zonas donde el cadmio y/o el bismuto crecen más que el tamaño de grano calculado, señaladas con la flecha roja. La Figura 4-7 c) nos permite concluir que la microestructura de grano fino y equiaxial es homogénea. Para las imágenes d), e) y f), que pertenecen a la superficie libre, se presentó un crecimiento irregular, donde ambas fases perdieron la forma de los granos y las formas continuas crecieron a más del doble del diámetro del grano medido.

La Figura 4-8 presenta 4 fotografías tomadas de un costado de la cinta, para una misma zona y diferentes amplificaciones. En ella se observa que, de forma general, la estructura es homogéneamente refinada, no obstante existen pequeñas zonas donde se muestra indicios de un crecimiento laminar eutéctico (placas alternas de Bi y Cd) pero con un espacio interlaminar de la misma magnitud que el grano equiaxial, zonas señaladas con una flecha roja.

La Figura 4-8 c) muestra que en el interior de la cinta también hay presencia de burbujas, que, como ya se dijo, están ligadas a la presencia tanto de aire como de argón.

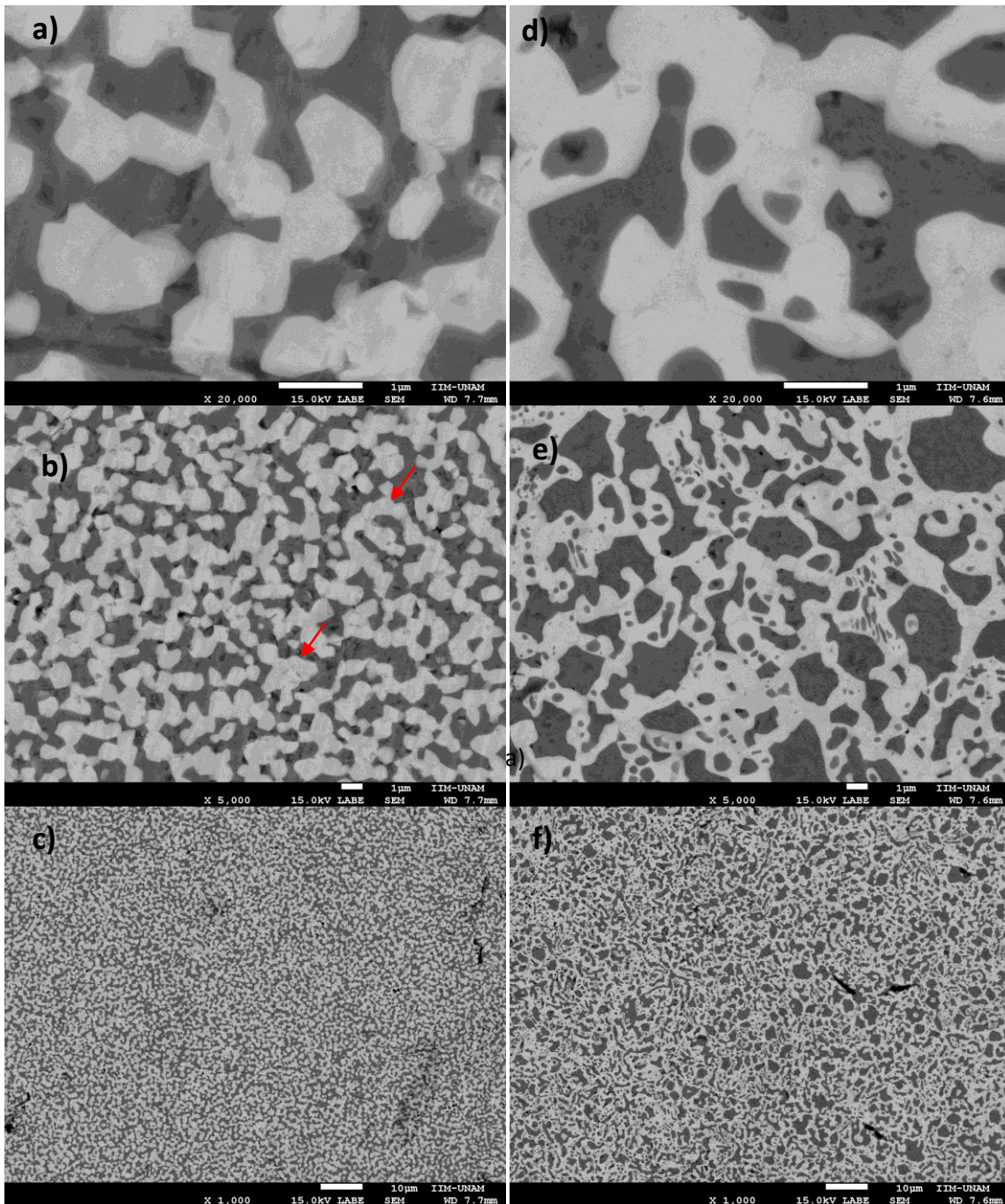


Figura 4-7 Imágenes de la cinta 3: a), b) y c) pertenecen a la superficie de la cinta en contacto con el disco de cobre; d), e) y f) muestran la superficie que solidifica al aire.

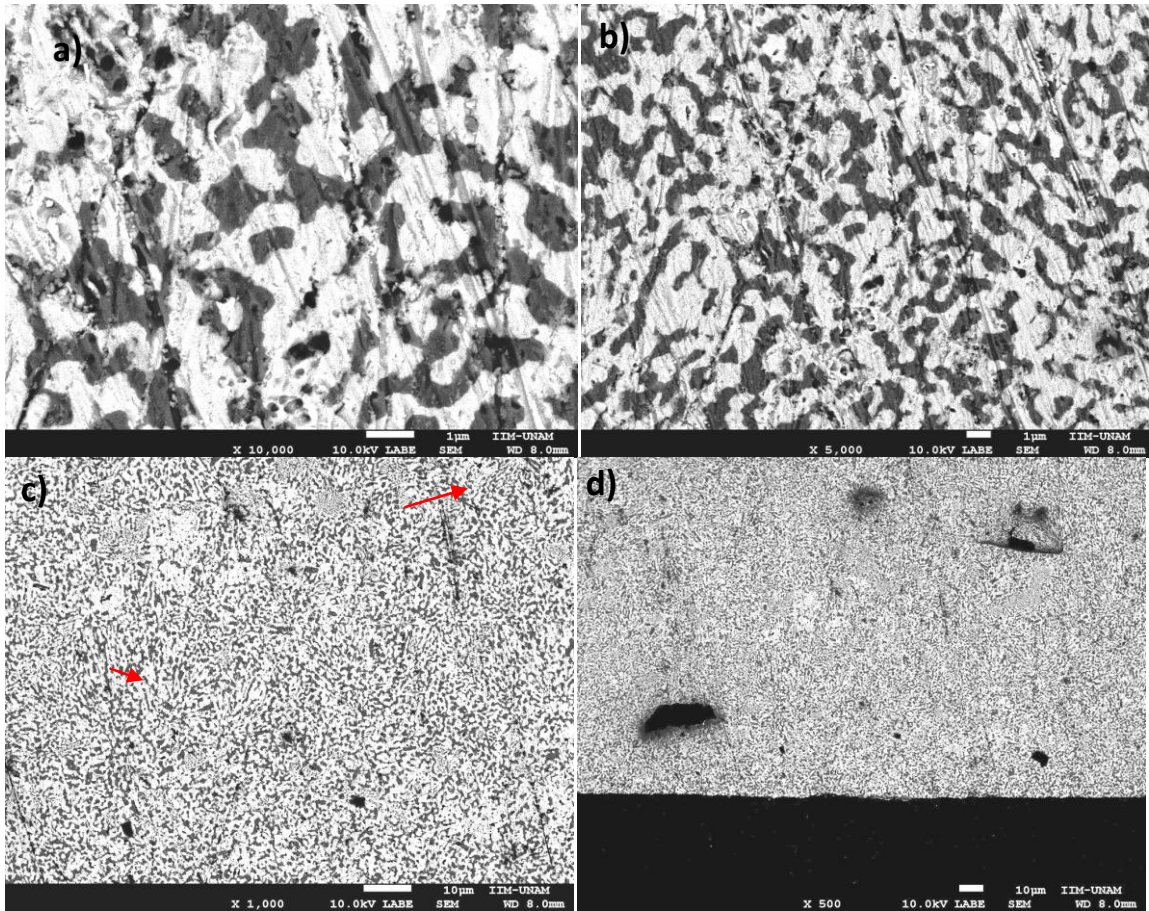


Figura 4-8 Imágenes de un costado de la cinta obtenida, las 4 imágenes son de la misma zona pero a diferentes amplificación que nos deja distinguir: a) estructura de grano equiaxial; b) distribución homogénea de la Microestructura; c) zonas que indican crecimiento laminar; d) burbujas atrapadas en el interior de la cinta.

La Figura 4-9 muestra dos imágenes de diferentes zonas pero de la misma cinta, las dos imágenes se tomaron a la misma amplificación. Se puede apreciar que las zonas donde se distingue el crecimiento laminar tienen una ubicación aleatoria, y el resto del espesor de la cinta está formado por la microestructura de grano fino. Este par de imágenes también permiten observar la diferencia entre las dos caras de la cinta: la cara que solidifica en contacto con el disco de cobre es plana mientras que la cara que solidifica libremente presenta discontinuidades. Esta falta de continuidad en la superficie libre se atribuye a una inestabilidad del chorro del metal fundido, a la excentricidad del disco de cobre y a las vibraciones ocasionadas por el sistema de transmisión, ya que es un sistema de polea y banda. Este par de fotografías muestra que en el interior de la cinta se encuentran burbujas, que como ya se comentó, son atribuidas al aire o argón atrapado, señaladas aquí con una flecha roja.

Con ayuda del programa Adobe Photoshop se midió el espesor de las cintas en dichas imágenes. Estas mediciones indican que el valor promedio del espesor es de 0.170 mm, el valor máximo fue de 0.19 mm y el valor mínimo fue de 0.015 mm.

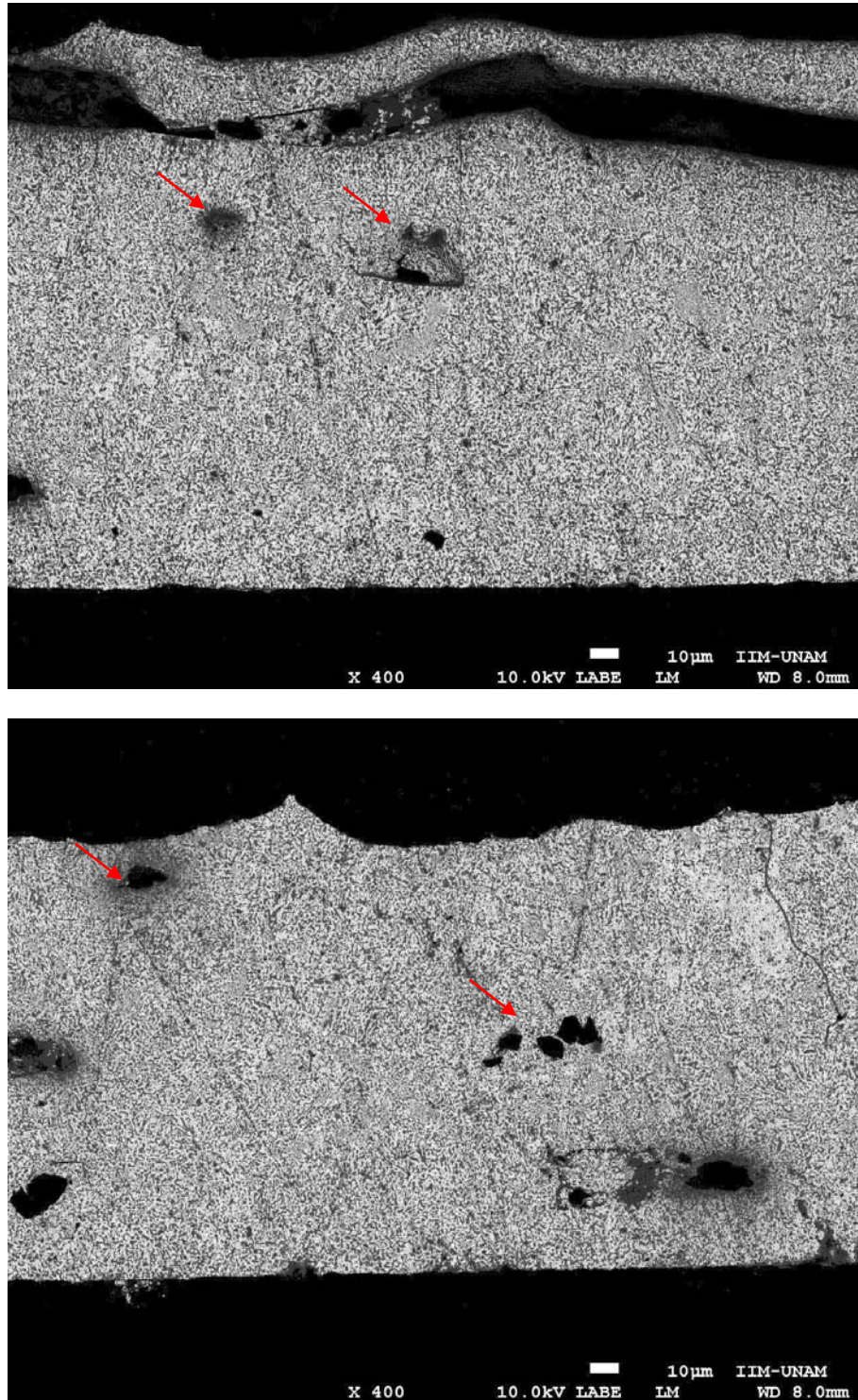


Figura 4-9 Imágenes de dos zonas diferentes de una misma cinta de Bi-Cd.

4.2.2. Difracción de rayos X a cintas metálicas.

El perfil de difracción de las cintas obtenidas se muestra en la Figura 4-10, este perfil ya está normalizado. De 0 a 40° el perfil de difracción se ve afectado por el sustrato de vidrio en el que se montó la cinta, lo que ocasiona que los primeros dos picos de Bi no se vean, a pesar de ello, la forma de los picos indica que la estructura del material es cristalina. Estos picos de reflexión coinciden con las marcas de Bi y Cd, ambos hexagonales, que se mostraron en la sección anterior, es decir, para el material en condición de fundición. Sin embargo, se presentó un incremento diferente en las intensidades de ciertas reflexiones que en condición de fundición se presentaron débiles, este cambio en las intensidades de los picos de difracción se atribuyen a un cambio en la orientación preferencial del material, este efecto ya ha sido reportado para trabajos de solidificación rápida, pero con la diferencia de que se obtuvieron con una técnica diferente y de elementos puros. Sin embargo, ambas técnicas provocan un subenfriamiento lo suficientemente alto para limitar el crecimiento de ambas fases y cambiar la orientación preferencial [61].

El pico de mayor intensidad pertenece al Bismuto, pero ahora es el plano (1 0 2) y no el plano (1 0 4) como se indicó en el perfil de difracción del material en fundición. El cadmio también presenta cambios respecto a su pico de mayor intensidad, ya que en fundición el pico de mayor intensidad es el (1 0 1) y para la cinta es el (0 0 2). Este cambio en orientación preferencial ya ha sido reportado anteriormente- Esto nos dice que la estructura de grano fino y equiaxial, y que además presenta una distribución aleatoria, genera un cambio en la orientación preferencial de las dos fases presentes.

Este cambio en orientación preferencial también nos indica que el sistema, en condición de cinta metálica, contiene fronteras de grano de alta energía, ya que las distancias interplanares de los planos que ahora son los más altos son muy diferentes, 17 %. Es decir, la extracción rápida de la energía térmica no permite que el sistema tenga la posibilidad de crecer en condiciones de mínima energía.

En la Figura 4-11 se muestran los dos perfiles de difracción de la aleación Bi-Cd en sus dos condiciones, fundición y cinta. Esta figura nos permite confirmar que los ángulos 2θ en los que se presentan los picos son los mismos para ambas condiciones. Esta misma gráfica, pero visualizando sólo el rango de 2θ entre 25° y 50° permite apreciar que los picos de difracción de la cinta son más anchos que los picos de fundición, propiedad que indica la disminución en el tamaño de los granos que las cintas de Bi-Cd presentaron debido al proceso de solidificación rápida.

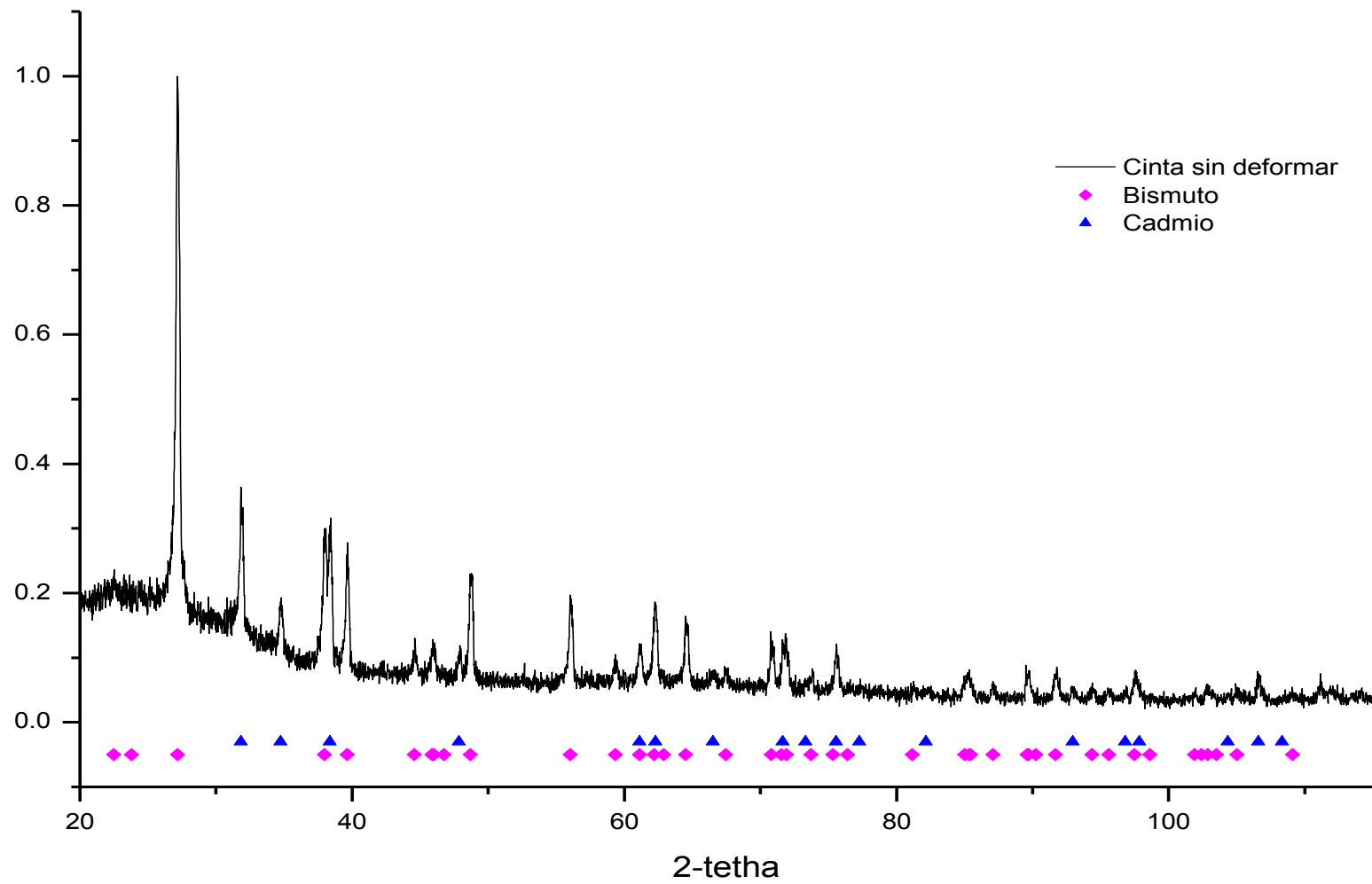


Figura 4-10 Perfil de difracción de la cinta de Bi-Cd, este perfil ya está normalizado y muestra que las marcas de Bi y de Cd coinciden con la condición de fundición.

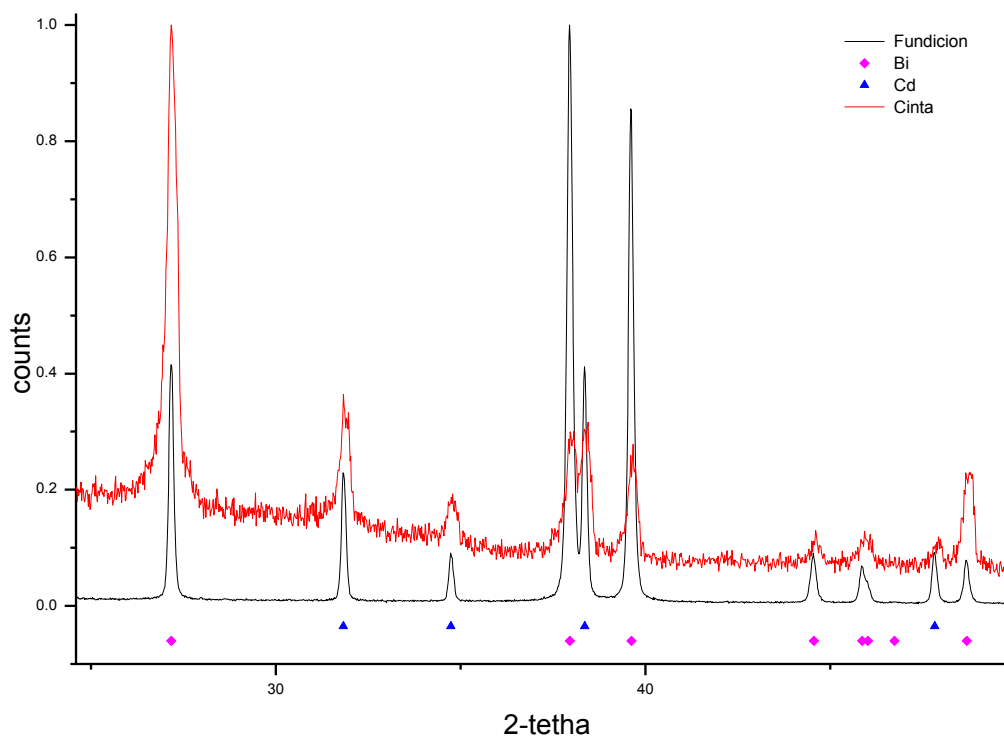
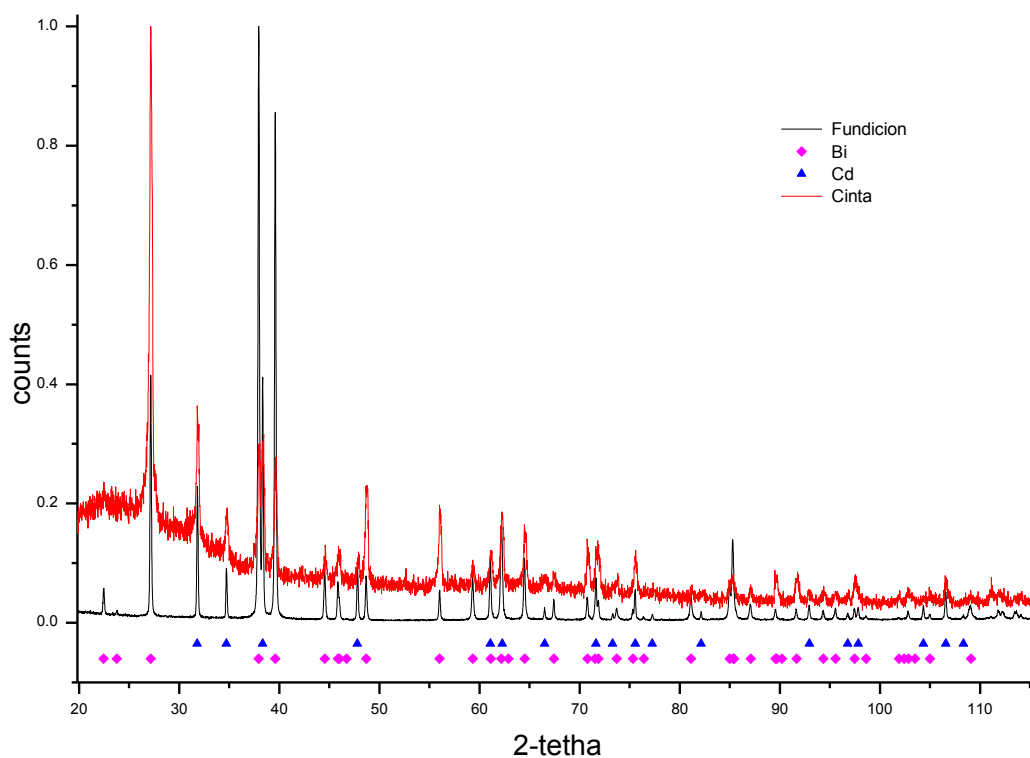


Figura 4-11 Comparación de los perfiles de difracción de Bi-Cd en condición de fundición y en cinta:
 a) perfil completo, b) entre 25° y 50° 2θ.

4.3. Resultados de Pruebas Mecánicas

Para los ensayos de tracción se utilizaron 4 diferentes valores de rapidez de deformación ($\dot{\epsilon}$); todas las pruebas se realizaron a temperatura ambiente, 25 °C, que para el sistema Bi-Cd representa una alta temperatura, $0.7 T_m$; los resultados de estas pruebas se resumen en la tabla 4-5.

La mayor deformación registrada fue de 140 % y se presentó con una rapidez de deformación de 10^{-3} s^{-1} . Los valores de la deformación obtenida disminuyen al aumentar o disminuir el valor de $\dot{\epsilon}$, por lo que se infiere que la deformación obtenida a 10^{-3} s^{-1} se encuentra en la zona de deformación superplástica. La deformación que se registró para una rapidez de deformación de 10^{-1} s^{-1} disminuye en un orden de magnitud del resto de los datos obtenidos. La *Tabla 4-5* muestra la fuerte dependencia que la deformación tiene respecto a la rapidez de deformación que se aplica, la tabla expresa: $\dot{\epsilon}$, rapidez de deformación; σ , esfuerzo; ϵ , deformación.

Tabla 4-5 Resultados de la pruebas de tensión

Rapidez de Deformación($\dot{\epsilon}$) s^{-1}	Esfuerzo de flujo (σ) MPa	Deformación (ϵ) %
10^{-1}	47.3	5.8
10^{-2}	33.575	80
10^{-3}	11.464	140
10^{-4}	6.1	100

Los materiales superplásticos se caracterizan porque obedecen la relación esfuerzo-rapidez de deformación de la siguiente forma:

$$\sigma = k\dot{\epsilon}^m \quad (11)$$

Donde m es el índice de sensibilidad a la rapidez de deformación, y se considera que la temperatura es constante. El método que en este trabajo se utilizó para obtener el valor de m fue: se realizó una gráfica $\sigma - \dot{\epsilon}$ con los datos que se indican en la *Tabla 4-5*, la gráfica se realizó con doble escala logarítmica; lo mismo se hizo para obtener la gráfica $\epsilon - \dot{\epsilon}$.

Si a la ecuación 11 aplicamos log a ambos lados de la igualdad:

$$\log \sigma = \log k + \log \dot{\epsilon}^m \quad (12)$$

$$\log \sigma = \log k + m \log \dot{\epsilon}$$

Para el caso en el que m es constante

$$d \log \sigma = m d \log \dot{\epsilon}$$

$$m = \frac{d \log \sigma}{d \log \dot{\epsilon}} \cong \frac{\Delta \log \sigma}{\Delta \log \dot{\epsilon}}$$

$$m = \frac{\log \sigma_2 - \log \sigma_1}{\log \dot{\epsilon}_2 - \log \dot{\epsilon}_1}$$

$$m = \frac{\log \left(\frac{\sigma_2}{\sigma_1} \right)}{\log \left(\frac{\dot{\epsilon}_2}{\dot{\epsilon}_1} \right)} \quad (13)$$

Lo que indica que el valor de m es la pendiente de la gráfica.

Las gráficas obtenidas se presentan en la Figura 4-12. La gráfica de abajo tiene la forma sigmoïdal, característica típica de los materiales superplásticos, esta gráfica consta de tres regiones que se diferencian entre sí por el valor que el exponente m presenta. La gráfica muestra que los valores bajos de rapidez de deformación se encuentran en la Región I; los valores altos de rapidez de deformación representan la región III; y existe una región II con valores medios de rapidez de deformación. La gráfica superior, muestra que la mayor deformación se encuentre controlada por la región II. Se utilizó la ecuación 13 para encontrar los valores de m en cada región, los resultados son: la región I tiene un $m=0.28$; la región II presenta un $m=0.47$; la región III registra un índice $m= 0.14$.

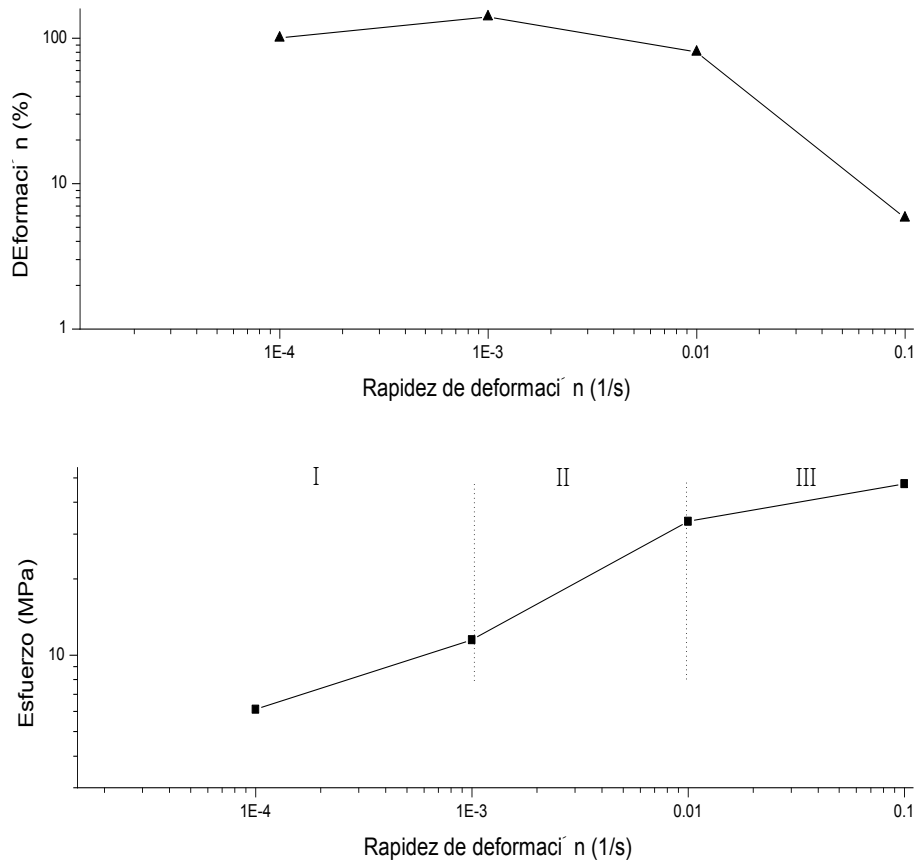


Figura 4-12 Graficas de materiales superplásticos: a) $\log\sigma$ - $\log\dot{\epsilon}$; b) $\log\sigma$ - $\log\dot{\epsilon}$.

4.3.1 Análisis Microestructural.

El análisis microestructural se realizó posterior a los ensayos de tracción, considerando las tres regiones de la curva sigmoidal indicadas en la sección anterior. Las muestras deformadas se analizaron en tres diferentes zonas: cerca de la zona de fractura, en la región media y en la zona cercana a la mordaza.

4.3.1.1 Análisis de la muestra Deformada a $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

La Figura 4-13 muestra la zona de la fractura, en ella se puede observar que los granos en el borde de la fractura, señalados con una flecha roja, presentan un alargamiento en sentido del eje de tensión, esta deformación ha sido nombrada como Micro-superplasticidad.

El término y descubrimiento de la Micro-superplasticidad se atribuye al trabajo de Shaw de 1985, este trabajo reportó la presencia de fibras o filamentos en la superficie de la fractura de un aluminio mecánicamente aleado. A partir de esa fecha la presencia de este tipo de micro-deformación se ha visto en diferentes materiales (Mg, Ni) y con diferentes procesos de obtención. El mecanismo por el cual es posible que se formen las fibras o filamentos vistos tiene varias posibles explicaciones [62]–[65]

1. Plasticidad cristalina.
2. Flujo viscoso debido a una fase líquida o parcialmente líquida.
3. Mecanismo ligado a la presencia de una capa de óxido formada anticipadamente.
4. Fuerte elongación de cavidades.

La prueba de tensión en el presente trabajo se realizó a temperatura ambiente, 25 °C, que en términos de temperatura absoluta es $0.7 T_m$, lo que representa una temperatura baja para poder considerar al mecanismo basado en “flujo viscoso” como posible mecanismo de deformación. Tampoco hay presencia de las marcas cónicas que se generan al alargarse las cavidades [66]. Aunque el proceso de fabricación de las cintas metálicas no se desarrolló en una atmósfera controlada, la presencia de oxígeno no es lo suficientemente grande para producirse la capa de oxidación requerida para afirmar que es el oxígeno el responsable de este alargamiento, como lo muestra la composición del aluminio mecánicamente aleado AL-9021 que muestra Shaw en [67]; o el proceso de obtención descrito en [68]. Es con estas consideraciones que en el presente trabajo la deformación localizada de los granos se atribuye a la *Plasticidad Cristalina*.

La formación de las fibras por medio del mecanismo de “plasticidad cristalina” se atribuye al hecho de que se ha encontrado presencia de oxígeno y solutos en las fibras, es decir, el movimiento de dislocaciones en la periferia de los granos (core & mantle [69], [70]) se facilita con la presencia de oxígeno y/o solutos [65], [71]. entonces, la deformación de los granos se presenta en la zona denominada manto, manteniendo sin deformación la parte del corazón. Cabe decir que la formación de estos filamentos está relacionada con un alto índice m [71].

Considerando la presente investigación, es preciso decir que los granos señalados no muestran un filamento como tal, pero es notoria la deformación plástica que el grano experimenta, esto en sentido del eje de carga. Siguiendo con las condiciones del párrafo anterior, esta deformación se

atribuye a la presencia de oxígeno o de impurezas ya que el proceso de obtención de las cintas se desarrolló sin control en la atmósfera y, como se ha dicho, la solubilidad de Bi en Cd y viceversa es muy limitada.

La idea de que un grano está compuesto por dos zonas (corazón y manto, “core and mantle”) implica que existe un espesor máximo que puede ocupar el manto, este valor está indicado por $0.07 d$, donde d es el diámetro promedio de grano [69]. Los trabajos de investigación que coinciden con este modelo de micro deformación contemplan un tamaño de grano elevado, para ser específico, ver Tabla-6:

Tabla 4-6 Comparación de tamaño de grano en trabajos que reportan formación de filamentos.

Tamaño de grano reportado	Referencia
15 μm	Suery & Baudalet [71]
>15 μm	Robinson, Rust % Todd [63]
3 μm	Lee et al [72]

Para el caso de la aleación Bi-Cd estudiada en este trabajo, se tiene que el tamaño promedio de grano es de 0.79 μm . Esto implica que la zona de manto es mucho menor en los granos presentes en las cintas de Bi-Cd aquí estudiadas. Esta interpretación no ha sido tomada en cuenta en otros trabajos.

La Figura 4-14 muestra los resultados de Zelin [73]. Es una placa de una aleación de aluminio que se sometió a una carga con el objetivo de lograr una forma de domo, con ello, se logró apreciar que los filamentos responden a cargas biaxiales. Al hacer una comparación entre la figura 4.13 y 4.14, es posible formular una nueva idea respecto a la deformación a bajos valores de rapidez de deformación: la formación de los filamentos se debe a que los granos de la superficie que se está evaluando están sometidos a una fuerza que los intenta separar, el deslizamiento por frontera de granos se da entre los granos que están en la superficie y el plano de granos inmediatamente inferior. Esta suposición está basada en la figura de Bi-Cd en la que se aprecia la formación de planos de deslizamiento, recordando que la Figura 4-9 no muestra que el espesor de la cinta tiene una estructura homogénea, sin la presencia de posibles planos. La información que la cinta de Bi-Cd permite observar en la Figura 4-13 no ha sido planteada; la flecha verde muestra la separación física de planos de deslizamiento, la flecha roja señala los granos arriba mencionados. La flecha amarilla indica los defectos que la cinta posee en su interior, en este caso, burbujas de aire atrapadas.

La Figura 4-15 tiene dos fotografías más de la zona de la fractura, pero a diferentes ampliaciones. Estas fotografías permiten ver que la forma plana y continua de la superficie en contacto con el disco ya se ha perdido, la superficie ya presenta movimiento de los granos. A mayor ampliación se observa que hay granos que se separan (flecha roja en Figura 4-15 b). La Figura 4-16 tiene por objetivo mostrar la superficie deformada de la cinta en dos distintas zonas más, la zona entre la fractura y la mordaza, llamada zona media, y la zona cercana a la mordaza. Esta serie de fotografías mostraron que el proceso de deformación se presentó a lo largo de toda

la superficie de la cinta, es decir, existe la presencia de granos que se deslizan sobre su frontera común (flechas rojas muestra el deslizamiento en un punto triple); el proceso de difusión ya no es visible en ninguna de estas dos zonas; existen zonas (señaladas en el cuadro amarillo) donde se aprecia que la forma plana y continua de la superficie original permanece.

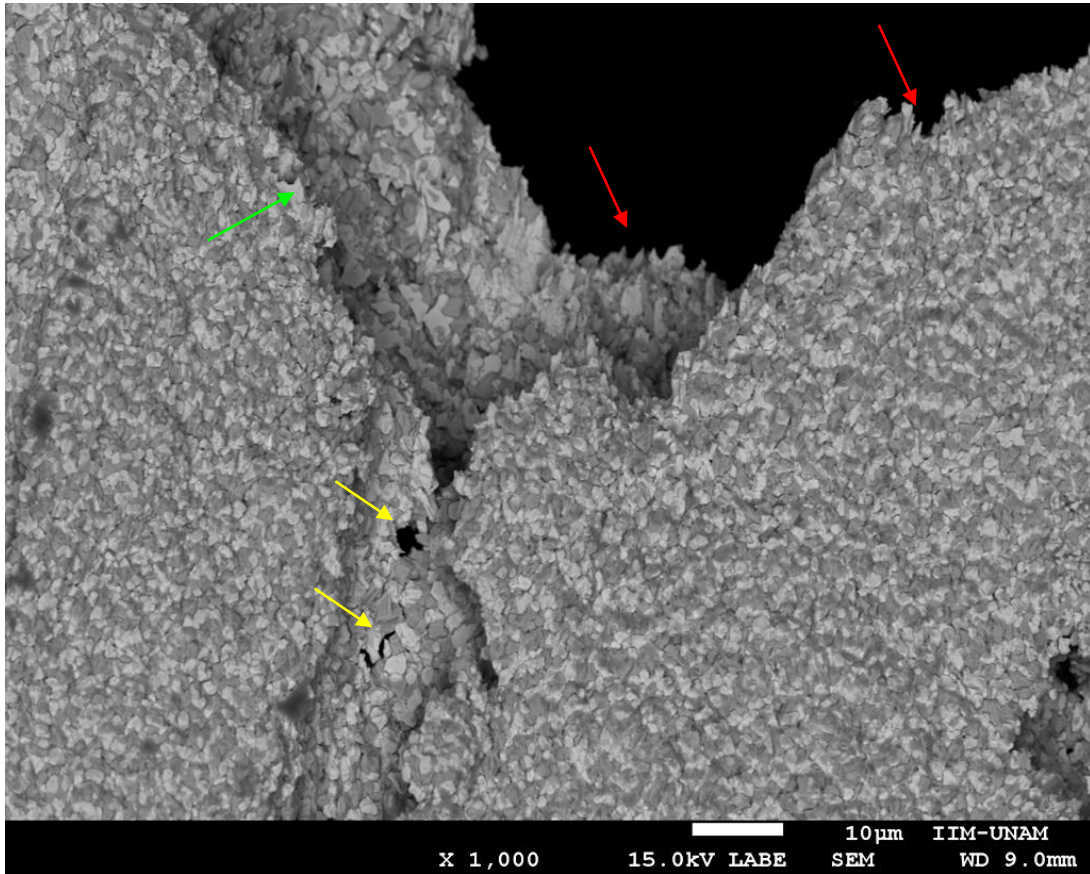


Figura 4-13 Imagen de la zona de la fractura: $\dot{\epsilon} = 10^{-4} s^{-1}$; 100% de deformación.

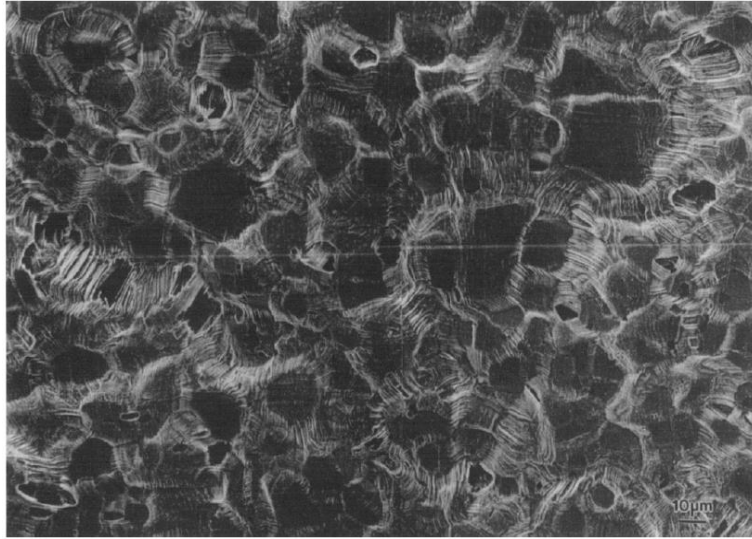


Figura 4-14 Imagen de la superficie de un domo deformado superplásticamente de aluminio AA7475 [73].

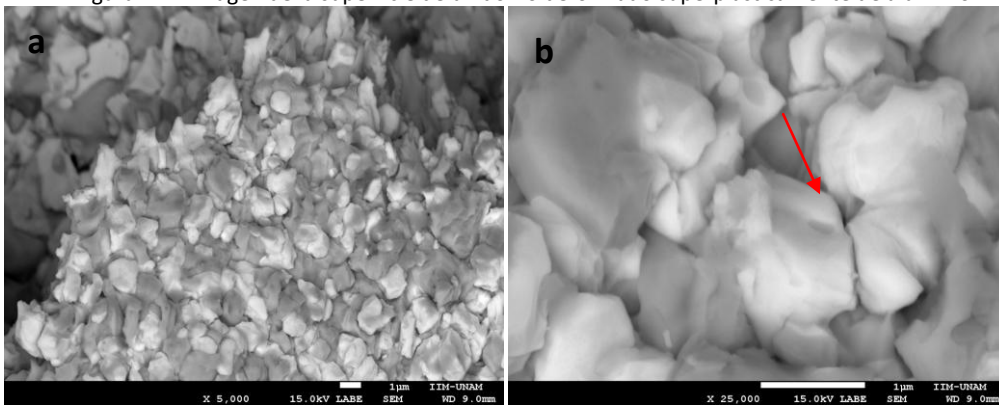


Figura 4-15 Imágenes de la zona de la fractura pero a diferentes ampliaciones:
 $\dot{\epsilon} = 10^{-4} s^{-1}$; 100% de deformación.

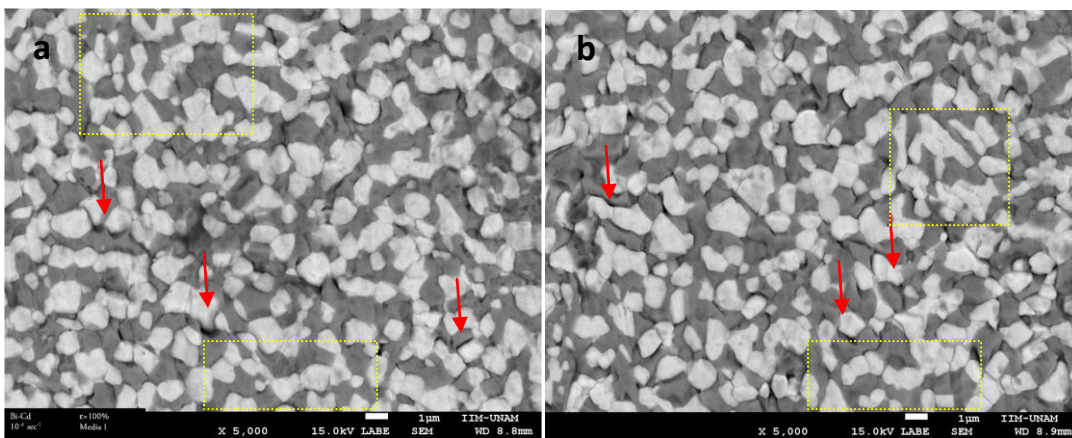


Figura 4-16 Imágenes de la muestra deformada a $10^{-4} s^{-1}$: a) zona media, b) zona de mordaza. El proceso de deformación es homogéneo.

4.3.1.2. Análisis de la muestra Deformada a $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$.

El objetivo de la sección 4.3.1 es evaluar el efecto de la rapidez de deformación sobre el mecanismo de deformación presente en la cinta Bi-Cd, por tanto, la forma en la que se presentaron las fotografías para evaluar la deformación a $\dot{\epsilon} = 10^{-4} s^{-1}$ será la misma que para evaluar los resultados de las pruebas restantes.

La Figura **4-17** muestra la zona de la fractura, esta fotografía dejó ver que solo los granos que se encuentran en la zona de la fractura sufrieron deformación y crecimiento, $\sim 10\%$, pero a $\sim 50 \mu m$ es visible que los granos retienen su forma original. La fractura se atribuye a la nucleación y crecimiento de cavidades.

Las fotografías de la Figura **4-18** permitieron observar una alta presencia de cavidades y separación entre granos, esta separación se refleja tanto para granos de la misma fase como para granos de fases diferentes. Otra característica observada es que la forma plana y continua de la superficie original se perdió, las formas continuas se fragmentaron en granos más pequeños, este fenómeno está asociado a la presión que ejercen nuevos granos que emergen desde el interior de la pieza; y granos más pequeños se ven entre las cavidades. Con las diferentes tonalidades de grises que presenta la imagen, se interpreta una elevación y giro de los granos en la superficie.

Las fotografías de la Figura **4-19** muestran que las cavidades están presentes a lo largo de toda la pieza, los desplazamientos intergranulares son en dirección tanto vertical como horizontal.; el grano equiaxial retiene su forma y tamaño durante todo el proceso de deformación; la superficie original, es decir plana y continua, desapareció. El mecanismo de deformación estuvo presente en toda la muestra.

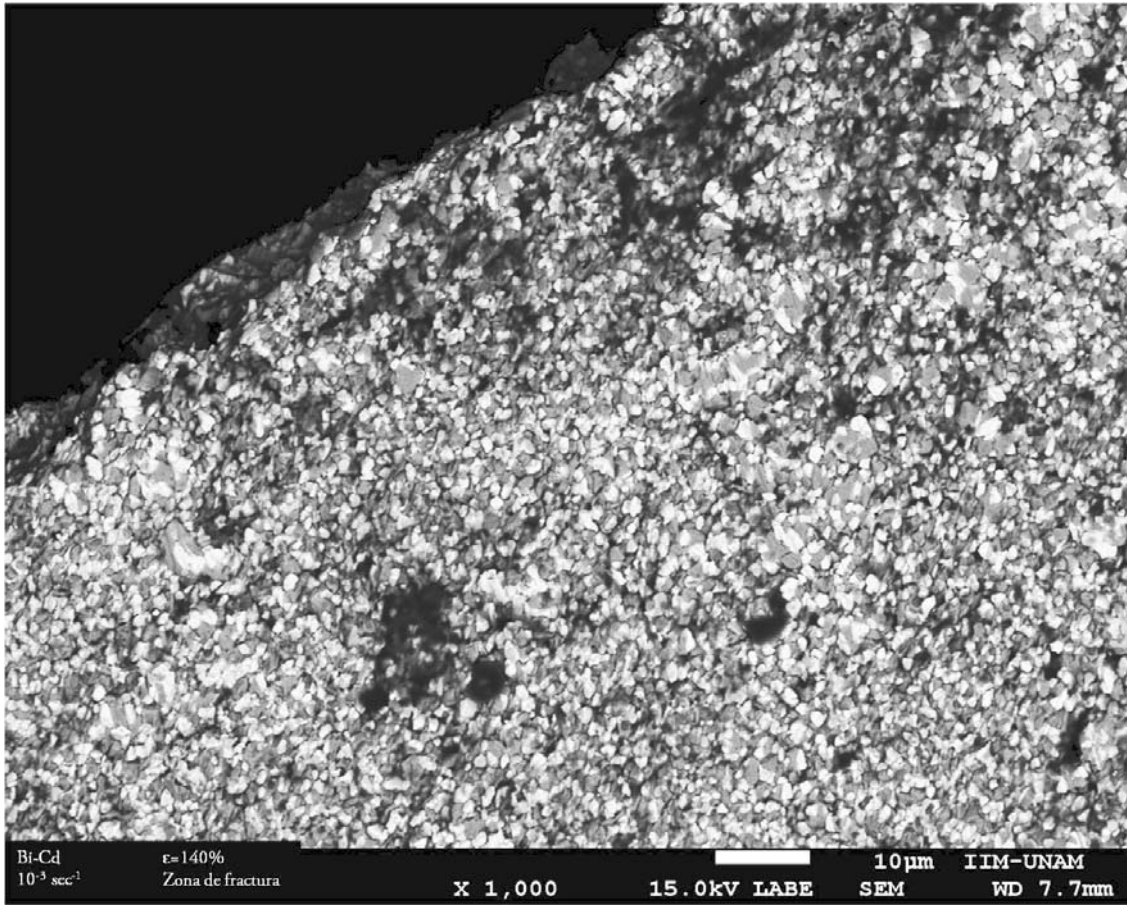


Figura 4-17 Imagen de la zona de la fractura: $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$; 140% de deformación.

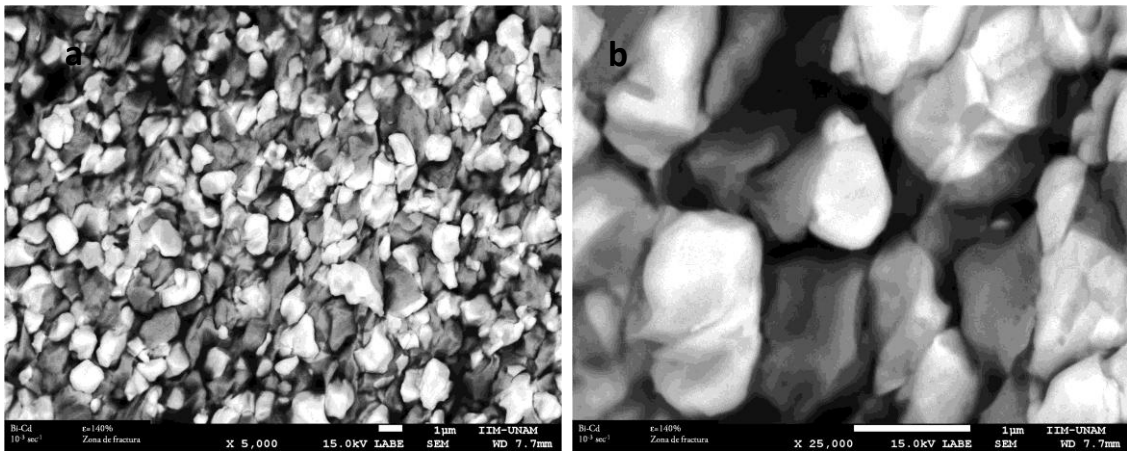


Figura 4-18 Imágenes de la zona de la fractura pero a diferentes ampliaciones: $\dot{\epsilon} = 10^{-3} s^{-1}$; 140% de deformación.

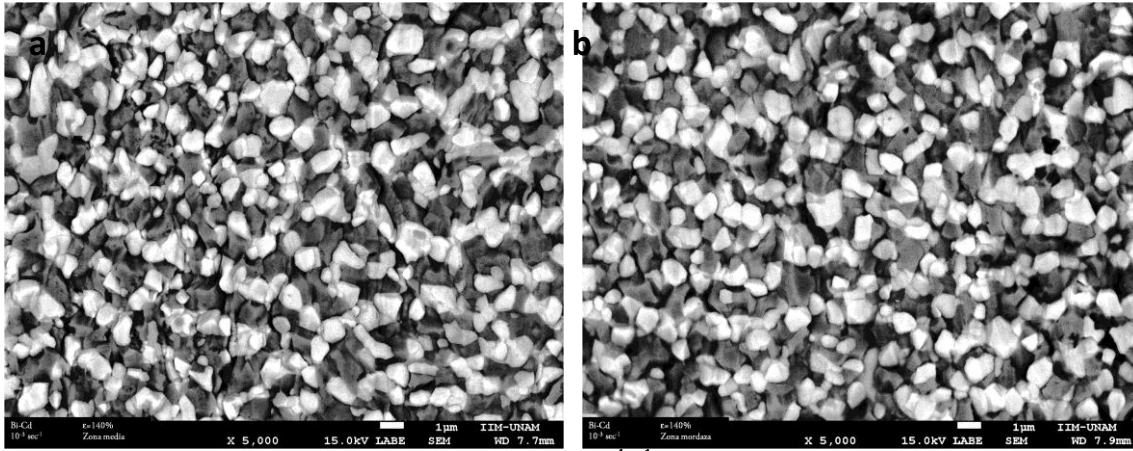


Figura 4-19 Imágenes de la muestra deformada a $10^{-4} s^{-1}$: a) zona media, b) zona de mordaza.

4.3.1.3. Análisis de la muestra Deformada a $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$.

En esta Región III las cavidades tienen menos presencia y su influencia en la fractura disminuye, no se ve presencia de coalescencia de cavidades y estas se aglomeran a menos de $10 \mu m$ de distancia de la fractura. En la Figura 4-20 se notó que solo los granos justo por debajo de la fractura sufren algún tipo de deformación, el resto de la microestructura permanece sin deformación.

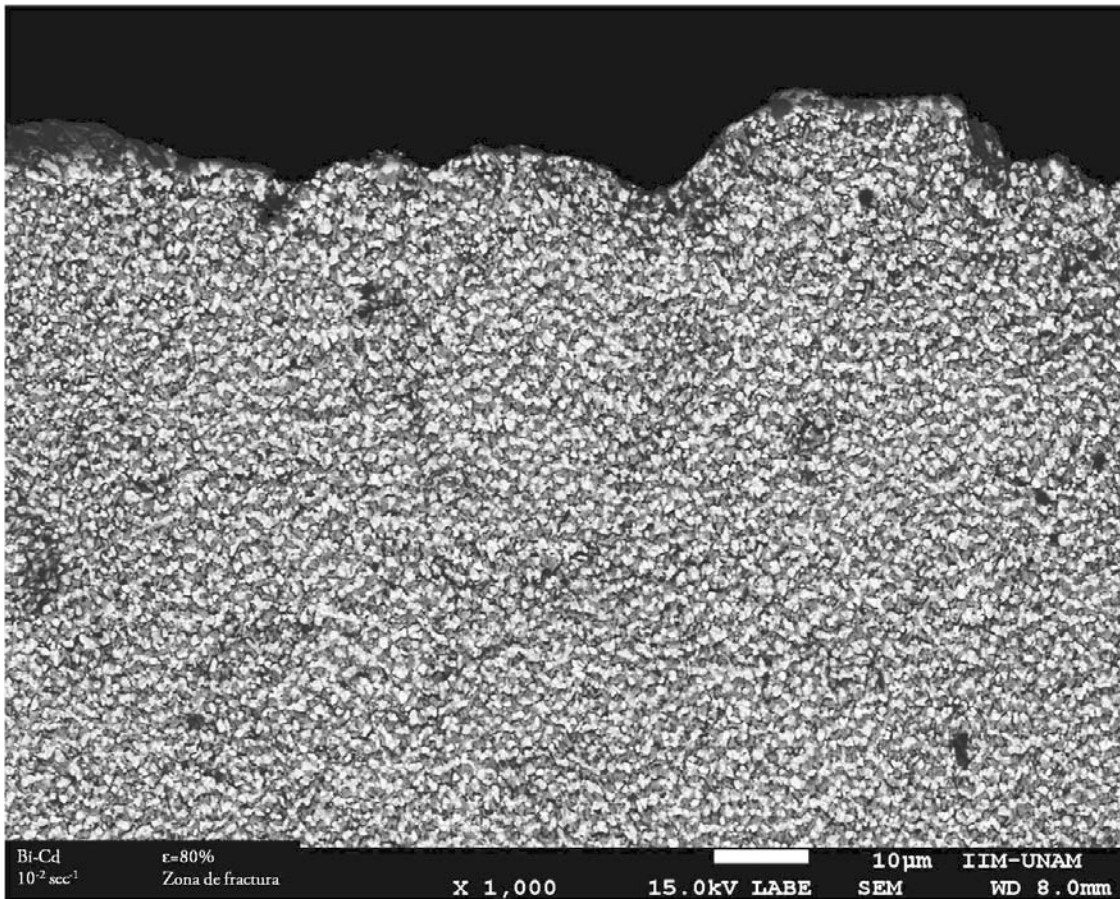


Figura 4-20 Imagen de la zona de la fractura: $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$; 80% de deformación.

La Figura 4-21 muestra la zona de la fractura a mayores ampliaciones, en ella se observa que el mecanismo de deformación presente es el mismo que para las condiciones anteriores, deslizamiento de grano que provoca separación entre granos adyacentes y emergencia de nuevos granos a la superficie desde el interior de la pieza.

En la Figura 4-22, de la zona media y mordaza, se observa que el mecanismo de deformación se presentó a lo largo de toda la pieza, sin embargo, existen zonas continuas y granos que permanecen con la cara superficial sin movimiento. Eso habla de que el efecto de giro de granos disminuyó.

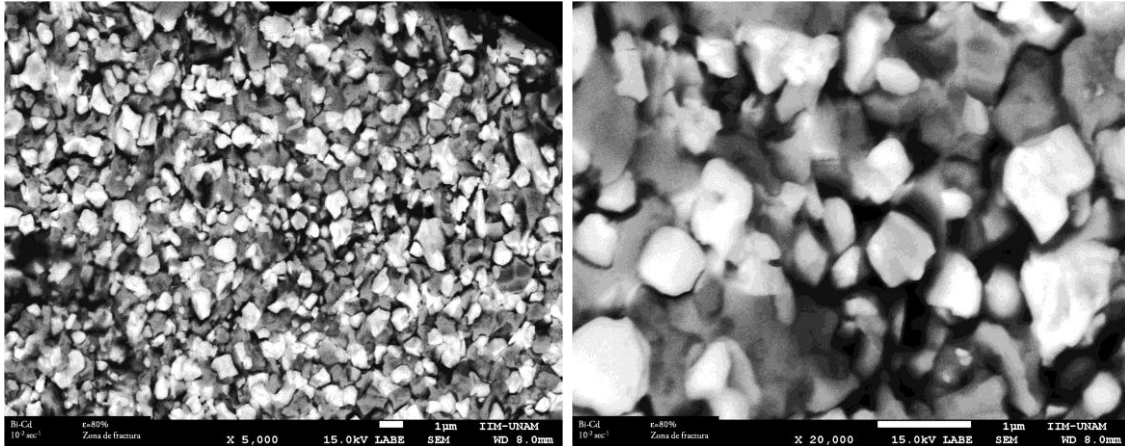


Figura 4-21 Imágenes de la zona de la fractura pero a diferentes ampliaciones: $\dot{\epsilon} = 10^{-2} s^{-1}$; 80% de deformación.

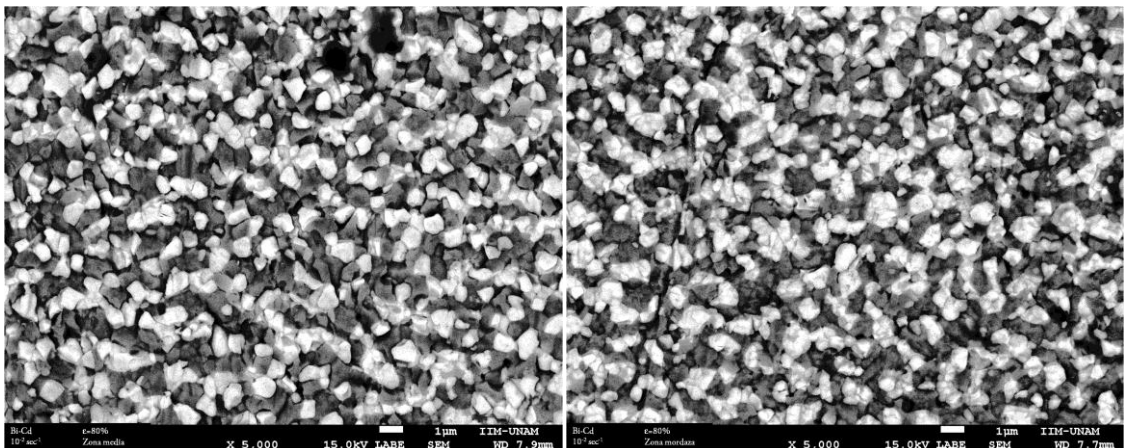


Figura 4-22 Imágenes de la muestra deformada a $10^{-2} s^{-1}$: a) zona media, b) zona de mordaza.

4.3.1.4. Análisis de la muestra Deformada a $\dot{\epsilon} = 10^{-1} s^{-1}$.

La Figura 4-23 muestra la zona de la fractura de la pieza deformada a alta rapidez de deformación, en este apartado la ampliación de la foto es diferente a la de las piezas anteriores ya que la deformación es completamente diferente y las ampliaciones seleccionadas para esta rapidez de deformación muestran mejores detalles. La fractura es frágil, con un grieta que se inicia y que corre transversalmente a través del material, la grieta corre por sobre las fronteras de grano

(flecha roja) y a través de granos (flecha amarilla). Es interesante notar que solo los granos de Bi fueron los que sufrieron fractura, o sea la fase con menor magnitud de Módulo de Elasticidad, 32 GPa, mientras que el Cd posee un $E = 55$ GPa. La fractura solo genera rompimiento de granos por donde corre la grieta, el resto de la microestructura permanece sin cambio, es decir, se aprecia que la superficie de la cinta es plana, Figura 4-24.

La Figura 4-25 solo confirma que la deformación es localizada en la zona de la fractura, el resto de la pieza, zona media y mordaza, no sufre cambios.

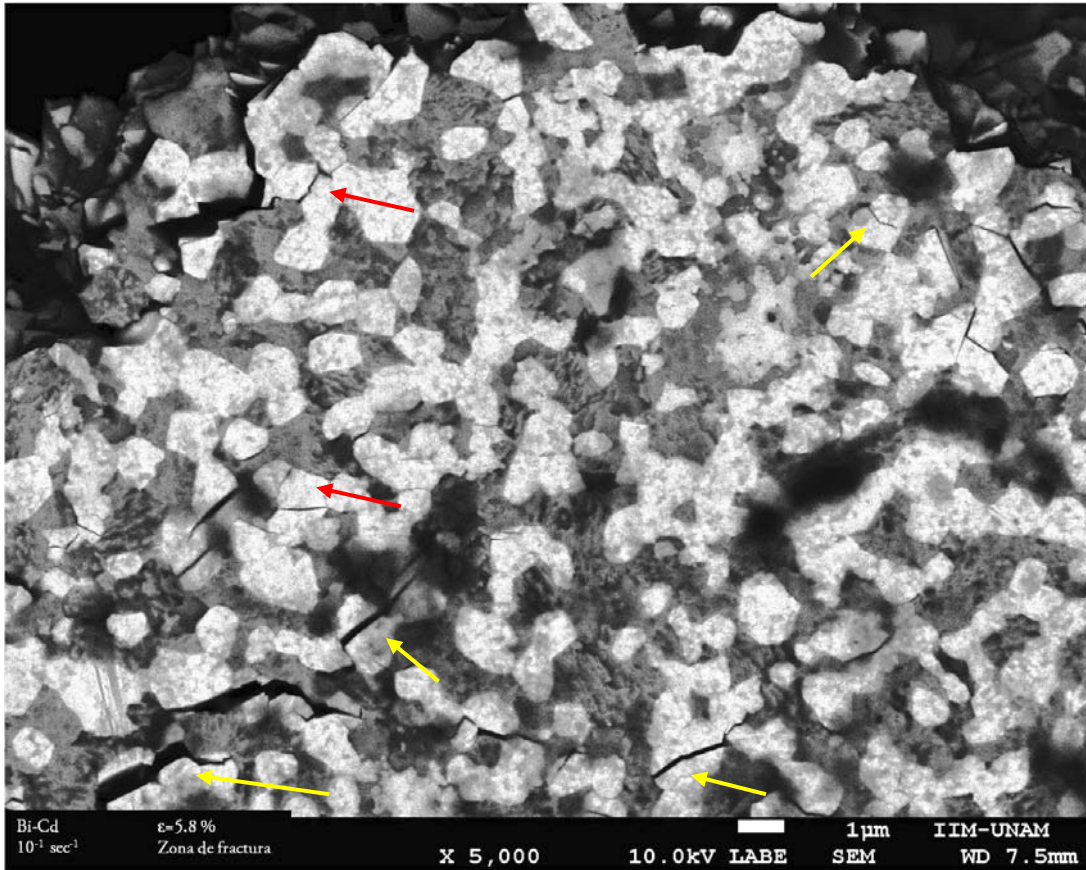


Figura 4-23 Imagen de la zona de la fractura: $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$; 3.5 % de deformación.

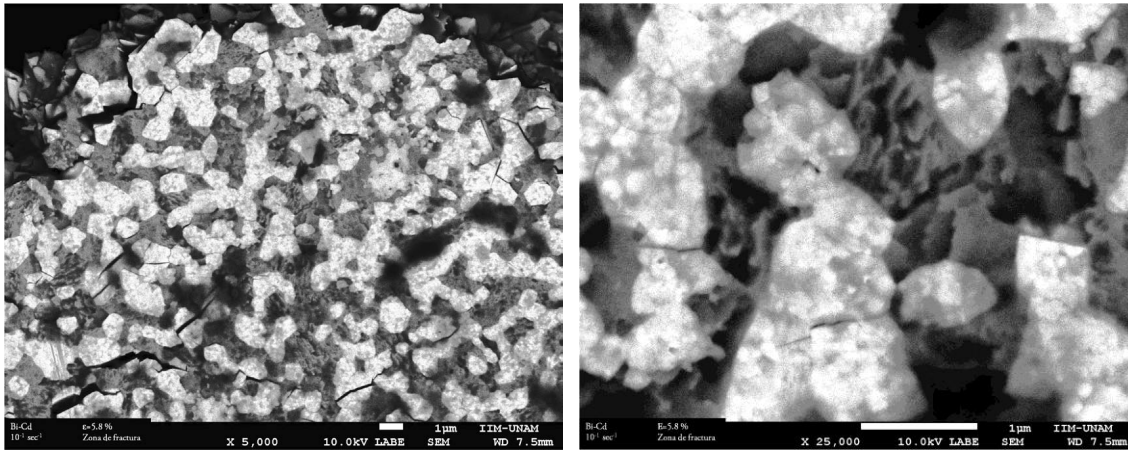


Figura 4-24 Imágenes de la zona de la fractura pero a diferentes ampliaciones: $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{seg}^{-1}$; 3.5 % de deformación.

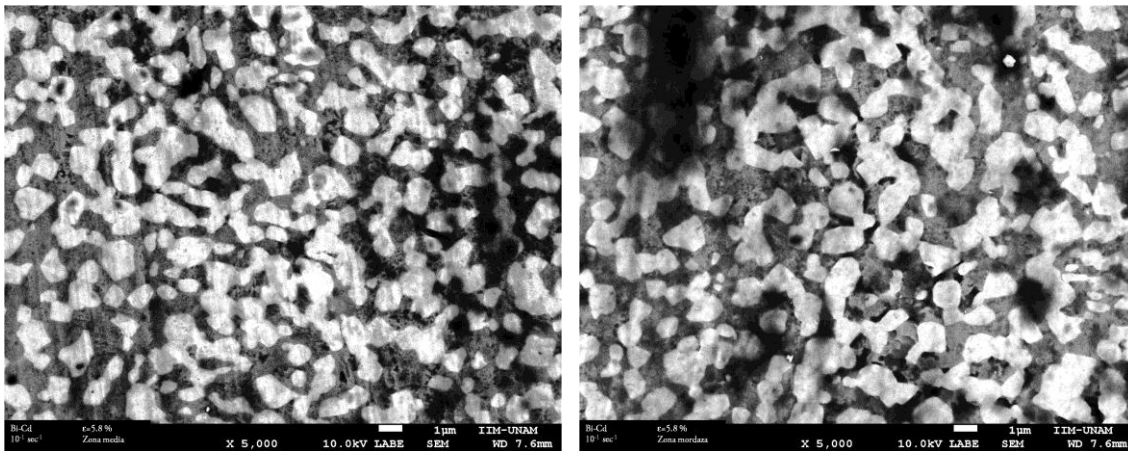


Figura 4-25 Imágenes de la muestra deformada a 10^{-1}s^{-1} : a) zona media, b) zona de mordaza.

4.4. Discusión.

4.4.1. Efecto de la solidificación Rápida.

En la actualidad, el crecimiento eutéctico, en condiciones solidificación lenta, se explica con la teoría elaborada por Jackson and Hunt. Esta teoría se basa en dos ideas básicas:

- a) El espacio interlaminar, λ , es menor que la distancia de difusión D/V , donde D es el coeficiente de difusión del soluto y V es la velocidad de interfase.
- b) El enfriamiento en la interface es lo suficientemente pequeño que permite la existencia de un equilibrio entre las fases, es decir, se considera que la composición de la interfase es aproximadamente igual a la composición eutéctica, C_E , del sistema.

La Figura 4-1 muestra que la Microestructura de la aleación Bi-Cd es quasi-regular, es decir, se cumplen estos dos requisitos que plantea la teoría de JH. Este proceso de solidificación convencional se considera lento y, matemáticamente, se le asocia un número Péclet menor a la unidad [74], [75]:

$$P_e = \frac{V\lambda}{2D_L} \quad (14)$$

La microestructura de la cinta metálica que se obtuvo con la técnica de solidificación rápida presentó una transformación eutéctica, sí, pero que se le considera “anómala”. El número de Péclet que se le asocia a este crecimiento anómalo es mayor a 1, este valor indica que las condiciones que establece la teoría de JH no se cumplen. Mediante la técnica de solidificación rápida se logra generar un elevado subenfriamiento, es decir, la temperatura del líquido se reduce considerablemente, lo que genera que el coeficiente de difusión disminuya ya que el valor de D depende del valor de la temperatura, esto a su vez implica que la distancia de difusión resulte menor al espacio interlaminar definido, en otras palabras, los átomos no tienen la suficiente energía para recorrer la distancia que el espacio interlaminar requiere. La velocidad de crecimiento también aumenta en la solidificación rápida, con esto, se ve que el Pe será mayor a 1.

La Figura 4-26 muestra tres jugos de fotografía, de tres diferentes aleaciones, que presentan la transformación “eutéctica anómala”. Como se observa en la Figura 4-26, el parámetro que afecta directamente es el subenfriamiento. Al comparar la figura 4-26 con la figura 4-7, que se obtuvo en este trabajo, se observa una estructura similar a las estructuras de la figura 4.26, con lo que no es difícil afirmar que la estructura que se obtuvo por el método de solidificación rápida aquí utilizado es una estructura “eutéctico anómalo”.

Al ser procesada con la técnica de solidificación rápida descrita anteriormente, la microestructura resultante ya no es “laminar”, se genera una estructura de grano finos y equiaxial, esta estructura es estable a temperatura ambiente. El cambio en microestructura surge porque las condiciones que plantea la teoría de JH tienen un límite donde se puede lograr el crecimiento eutéctico,

después de este límite la microestructura es diferente, y mediante la solidificación rápida se rebasan estos límites.

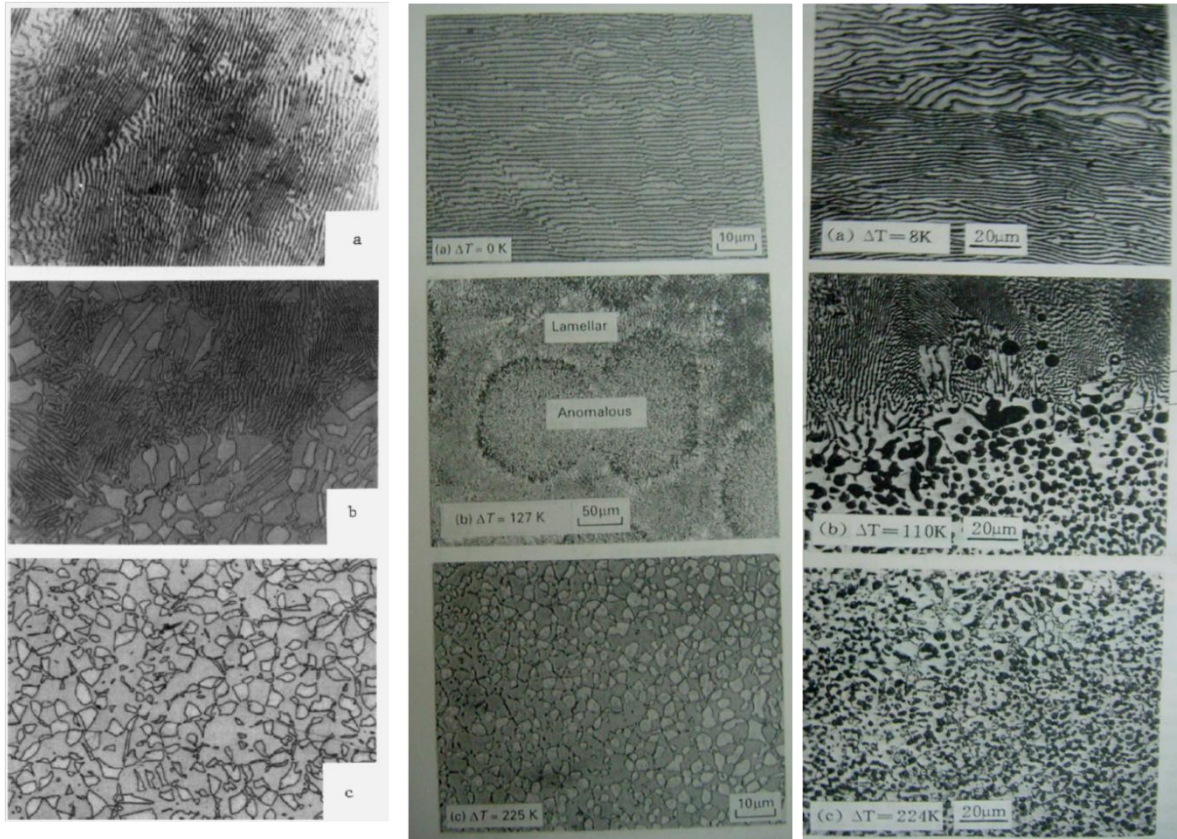


Figura 4-26 Estructura eutética anómala presente en tres diferentes aleaciones: Ni-Sn en la parte izquierda [76]; Co-Sb en la parte central [74]; Co-Sn en la parte derecha [77].

Existen reportes donde se observa un límite que la velocidad de crecimiento debe tener para lograr una estructura eutética, estos trabajos reportan datos para Al-Cu y Ag-Cu. Para el caso de Bi-Cd no existe un trabajo destinado a solidificación rápida, pero sí lo hay para un crecimiento direccional [78]. Este trabajo ofrece la posibilidad de suponer los valores límite que se requieren para lograr un crecimiento eutético, valores que son rebasados con la solidificación rápida.

Ya se comentó que el sistema Bi-Cd es un sistema eutético clasificado dentro del grupo cuasiregular, y que este alto grado de regularidad se atribuye al hecho de que el sistema contiene un elemento facetado y uno no-facetado y que la matriz la forma el elemento facetado. La técnica de solidificación rápida provocó que se perdiera la regularidad del sistema y que la microestructura obtenida fuese una estructura anómala, donde los granos de Bi (fase clara y guía) y Cd son poliedros, y cada una de sus caras es una faceta propia del elemento. Estas caras son macroscópicamente lisas, es decir, se espera que los sitios atómicos ocupados no rebasen el 50 %, esta característica permite decir que las fronteras de grano son, de forma general, de alta energía, dato que coincide con el perfil de difracción de las cintas, y que además es una propiedad que facilita la superplasticidad.

El mecanismo por el cual se forman la estructura “eutéctico anómalo” no ha sido esclarecido completamente, si no que existen, hasta la fecha, 4 posibles mecanismo para explicar este crecimiento [79]:

- Descomposición de solución sólida supersaturada.
- Crecimiento dendrítico de dos fases acoplado o desacoplado.
- Refundición de dendritas de una fase.
- Refundición de un eutéctico fino laminar.

La Figura 4-27 muestra el costado de la cinta antes de deformar, en ella es posible observar que existe la presencia de unas zonas (marcadas con rectángulo rojo) donde hay una tendencia a formar una estructura laminar (quasi-regular para el caso de Bi-Cd). Esta evidencia es semejante a la evidencia sobre la cual se basa el mecanismo de “Refundición de eutéctico laminar”, sin embargo la evidencia de la presente tesis permite hacer una propuesta diferente: “son las zonas de láminas las que surgen como una segunda reacción”

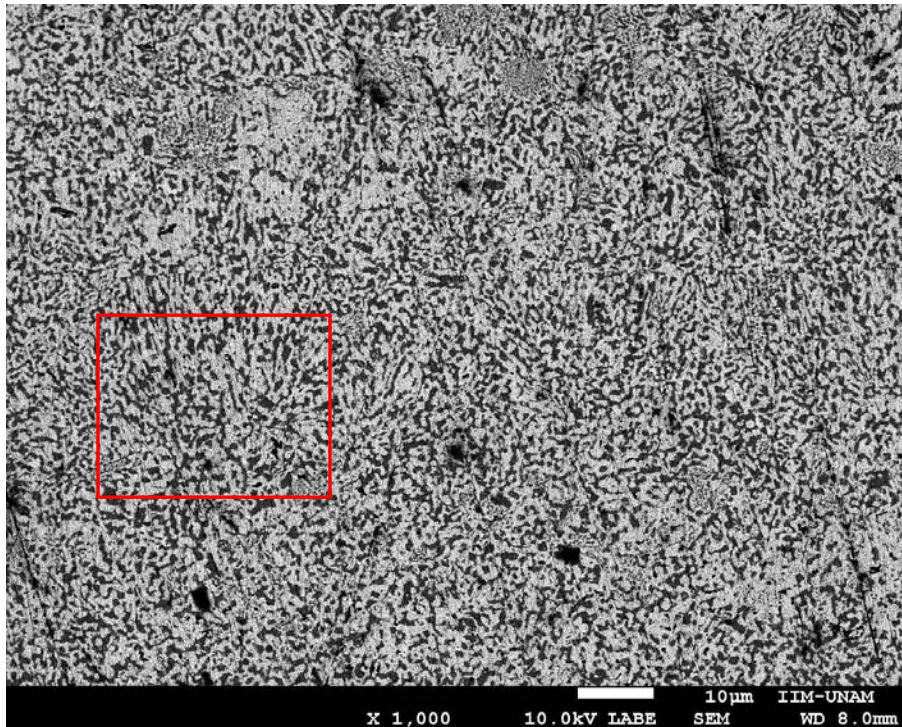


Figura 4-27 Fotografía del costado de la cinta de Bi-Cd sin deformar

El mecanismo propuesto para la “refusión de eutéctico laminar” indica que no es necesario un valor elevado de subenfriamiento [80]. En el caso de la técnica de solidificación rápida aquí utilizada, es sabido que existe un deficiente contacto entre el líquido y el sumidero (disco de cobre) lo que provoca que el nivel de subenfriamiento no sea tan elevado. Así mismo, se puede considerar que la velocidad a la cual es extraída la cinta es similar a la velocidad lineal del disco, para nuestro caso dicha velocidad tiene un valor de 12 m/s. La Figura 4-28 muestra la tabla de datos de un experimento de solidificación unidireccional, dicha tabla muestra que la estructura

eutéctica laminar de Bi-Cd se presenta con velocidades de hasta 167 $\mu\text{m/s}$ [78], una velocidad muy por debajo a la velocidad lograda con la técnica aquí utilizada.

Es decir, el nivel de subenfriamiento logra generar una copiosa nucleación y la alta velocidad de la interface evita que exista un crecimiento de los núcleos.

Solidification parameters			Lamellar spacings
G (K/mm)	V ($\mu\text{m/s}$)	ΔT (K)	λ_c (μm)
Part (a): G , variable; V , constant			
1.93	8.33	0.078	3.05
2.64	8.33	0.093	2.52
3.40	8.33	0.105	2.17
4.11	8.33	0.122	1.94
4.74	8.33	0.137	1.78
The relationships		$k_1 G^{0.61}$	$k_2 G^{-0.58}$
Constant (k)			
$k_1 = 3.58 \text{ K}^{0.39} \mu\text{m}^{0.61}$			
$k_2 = 0.07 \mu\text{m}^{0.42} \text{ K}^{0.58}$			
$k_3 = 0.09 \mu\text{m}^{0.53} \text{ K}^{0.47}$			
$k_4 = 0.28 \mu\text{m}^{0.45} \text{ K}^{0.55}$			
$k_5 = 0.12 \mu\text{m}^{0.47} \text{ K}^{0.53}$			
$k_6 = 0.18 \mu\text{m}^{0.42} \text{ K}^{0.58}$			
Part (b): V , variable; G , constant			
4.74	8.33	0.137	1.78
4.74	16.52	0.188	1.35
4.74	40.99	0.276	0.88
4.74	81.66	0.622	0.63
4.74	167.32	0.706	0.44

Figura 4-28 Extracción de la tabla de parámetros para la solidificación unidireccional de Bi-Cd utilizada por [78]

4.4.2. Mecanismo de Deformación Superplástica.

La evidencia microestructural que se presentó en la sección anterior coincide con lo que la literatura general sobre superplasticidad indica, es decir, en las tres zonas coexisten tres mecanismos de deformación, difusión, GBS y deslizamiento de dislocaciones, y el que uno u otro mecanismo sea el dominante depende de la rapidez de deformación, pero en cada región hay presencia de los tres mecanismo, además, el efecto de micro deformación plástica nos ayuda a confirmar que el sistema aquí estudiado presenta deformación superplástica. Es entonces aceptado que la región superplástica para la aleación Bi-Cd estudiada en la presente tesis está representada por las pruebas ejecutadas a una rapidez de deformación de 10^{-3} s^{-1} . Con las imágenes obtenidas de esta muestra, y utilizando el mismo método de intersecciones, se determinó el tamaño de grano. Los resultados de la medición del tamaño de grano arrojaron que sí se presentó, el diámetro promedio (d) fue de 0.87 μm .

Durante el flujo superplástico, se acepta que el esfuerzo de flujo (σ) varía respecto al diámetro promedio de grano (d) según [81]:

$$\sigma \propto d$$

El aumento en el tamaño de grano durante la deformación superplástica es consistente con el endurecimiento por deformación. De los resultados de las pruebas de tracción para 10^{-3} s^{-1} vemos que el esfuerzo de flujo inicial de 9.8 MPa pasa a 11.5 MPa a una deformación de $\sim 5\%$, después de este punto el tamaño de grano permanece constante, ver *Figura 4-29*. El cambio en el valor de σ es consistente con el ligero cambio en el tamaño de grano.

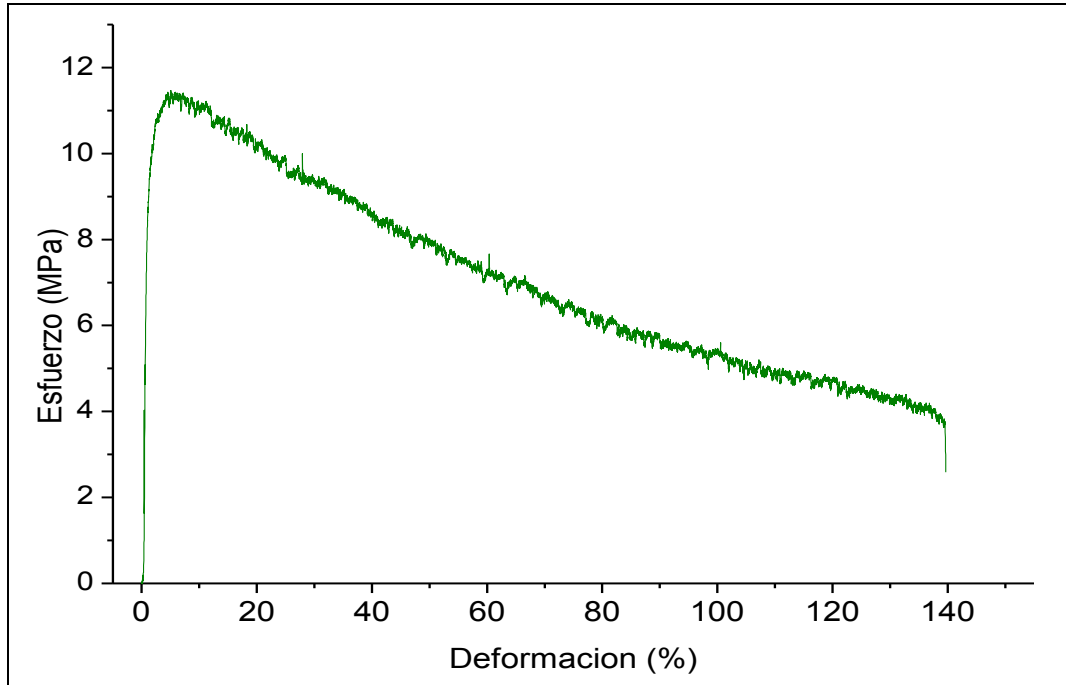


Figura 4-29 Gráfica esfuerzo-deformación ingenieril de la muestra deformada a $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

El hecho de que el tamaño de grano haya sufrido un incremento muy pequeño indica que el cambio en área que sufre la muestra es debido a la emergencia de nuevos granos, para que esta condición sea cierta se debe cumplir que [37]:

$$d_f/d_o = \exp(\epsilon/2) \quad (15)$$

Donde d_f es el diámetro promedio de grano final; d_o , diámetro promedio de grano inicial; ϵ , la deformación al término del crecimiento de grano. La ecuación 15 establece dos condiciones: $d_f/d_o < \exp(\epsilon/2)$ el crecimiento de grano no será suficiente para satisfacer el incremento en el área superficial, y nuevos granos emergerán desde el interior. Por el contrario, si $d_f/d_o > \exp(\epsilon/2)$ no se requiere la presencia de nuevos granos.

Utilizando la ecuación 15 para los datos obtenidos en el presente experimento, $d_f = 0.87 \mu\text{m}$; $d_o = 7.9 \mu\text{m}$; $\epsilon = 1.39$, con lo que se cumple

$$d_f/d_o < \exp(\epsilon/2)$$

Lo cual está confirmando las imágenes anteriormente presentadas.

Otra evidencia del mecanismo de deformación presente en este sistema lo encontramos en la Figura 4-30 Si bien las muestras deformadas no tenían un sistema de líneas marcadoras, los defectos de la superficie dieron la oportunidad de tomarlas como referencia. Las flechas rojas indican la línea (defecto) que se tomó como referencia, esta línea nos permite observar dos características del mecanismo de deformación:

1.- el grano señalado con la flecha amarilla muestra una cara que no tiene la marca, esto se puede atribuir a que es un nuevo grano o a que ese grano sufrió un giro con su eje de rotación sobre el plano de la hoja, sin embargo el tamaño del grano señalado sugiere que es un grano que emerge.

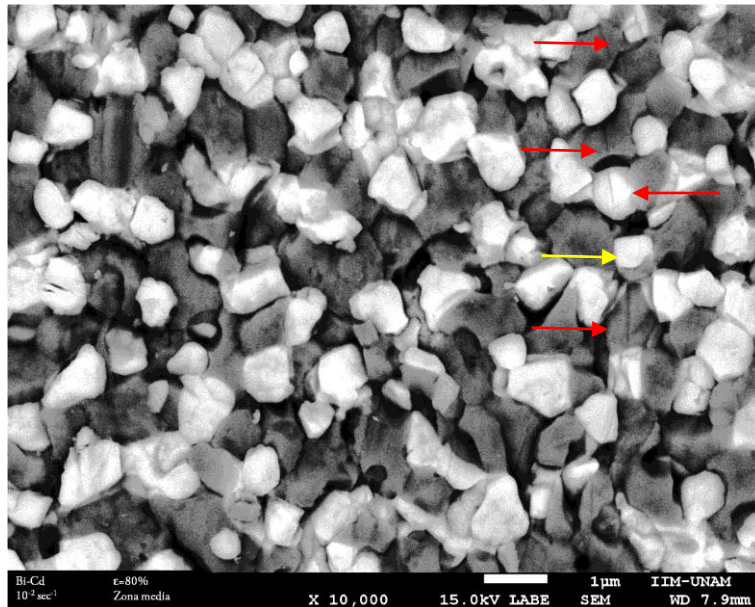


Figura 4-30 Imagen que muestra un defecto de la cinta como "línea marcadora".

2.- El defecto que se tomó como marca es un defecto que originalmente es recto, sin embargo en esta imagen se nota que la línea tiende a "zigzaguear", es decir, los granos que permanecen en la superficie giran pero con el eje de rotación perpendicular al plano de la hoja.

Se realizó un estudio de difracción de rayos X a la cinta deformada a una rapidez de deformación de 10^{-3} s^{-1} , dicho patrón de difracción se presenta en la Figura 4-31. El patrón de difracción obtenido permite confirmar que:

- La estructura cristalina se retiene, esto lo vemos ya que las marcas de los puntos de reflexión coinciden con las que se mostraron desde la condición de fundición, ambas fases presentes son hexagonales,
- Los granos giran y tienden a orientarse hacia un patrón de difracción como el del material en condición de fundición, esto lo vemos porque el pico característico de la cinta sin deformar baja de intensidad y el pico (1 0 1) que es el pico característico de fundición para el Cadmio, y los picos (1 0 4) y (1 1 0) para el Bismuto, aumentan de intensidad.

- La gráfica que muestra la ampliación en los patrones de difracción también dejó ver que en ancho medio de los picos de difracción correspondientes a la cinta deformada disminuye en comparación con los picos característicos de la cinta sin deformar, esto es un reflejo del ligero crecimiento de grano que presentó la cinta al ser tensionada.

Los argumentos aquí expuestos permiten confirmar que el mecanismo de deformación en Bi-Cd eutéctico procesado por solidificación rápida es cercano al mecanismo propuesto por Gifkins en el que los granos que emergen desde el interior tienen un efecto importante. Un grano del interior ejerce presión en los granos superficiales, provoca que se separen y que fluyan hacia los extremos de la muestra. Ahora bien, estos mismos argumentos nos dan pauta para ir más allá y proponer que el hecho de que un mecanismo se ajuste o no a una pieza deformada superplásticamente depende de:

- La historia térmica del material: como se observó, las fronteras de grano adquieren diferentes propiedades debido al proceso de obtención.
- La naturaleza propia de los elementos presentes: en este sistema tenemos un elemento facetado y uno no-facetado.
- Solubilidad. Este sistema muestra solubilidad que se considera virtualmente nula en el estado sólido, lo que impide la formación de las bandas de deslizamiento que caracterizan el mecanismo propuesto por [4], [44], [47], como deslizamiento cooperativo de granos o los filamentos que se han apreciado en aleaciones Al-Mg, Al-Li, Zn-Al cuya solubilidad es mucho mayor a la de Bi-Cd.

En esta sección cabe mencionar un dato que, a juicio del autor, representa un dato “intrigante” como el mencionado por respecto a los aceros de Damasco. El efecto de los granos que emergen desde el interior y provoca una separación de los granos superficiales puede ser apreciado, de forma macroscópica, en la naturaleza, en la Dorsal “Mesoatlántica” que provoca que los continentes Americano y Europa-Africa se separen y el océano atlántico crezca. Es decir, la naturaleza muestra un comportamiento que el hombre tiende a reproducir, un ejemplo de esto lo vemos en las artes, asociado a el número aureo (ϕ), y que la naturaleza lo muestra en diversas formas que el hombre plasma en sus obras.

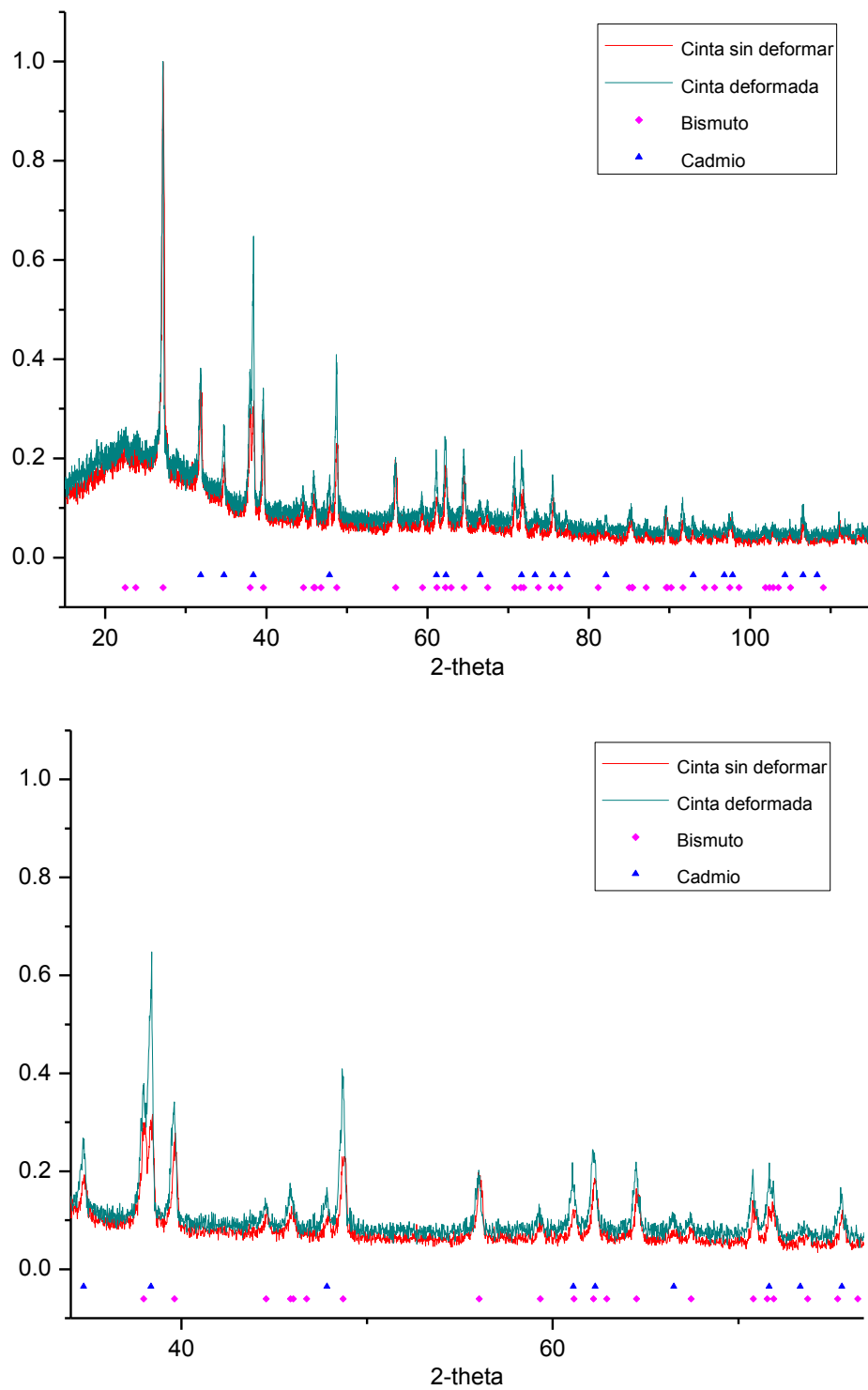


Figura 4-31 Sobreposición de los patrones de difracción de la cinta Bi-Cd antes y después de ser deformada: (gráfica superior) perfil de difracción completo ya normalizado; (gráfica inferior) ampliación del patrón de difracción entre 30° y 75°.

5. Conclusiones.

Con base en todo lo presentado se tiene una conclusión global:

La aleación Bi-Cd, en su composición eutéctica, presenta deformación superplástica a temperatura ambiente.

De forma específica podemos concluir que:

- La aleación Bi-Cd procesada con la técnica de solidificación rápida por disco rotatorio, y con los parámetros aquí establecidos, permite obtener una estructura de grano fino y equiaxial que se encuentra presente en toda la cinta. Esta estructura presenta una orientación preferencial diferente a la estructura laminar, dicha orientación genera fronteras de grano de alta energía.
- Estas características, combinada con la naturaleza de la aleación Bi-Cd, permitió obtener fronteras de grano idóneas para el mecanismo de deformación denominado “deslizamiento por frontera de grano”. Estas propiedades difieren de aquellas que se encuentran en la estructura perlática obtenida directamente de la fundición, siendo imposible que la estructura “laminar” sea superplástica.
- La aleación Bi-Cd, en condición de cinta metálica, presenta una deformación, que por sus características se considera superplástica (alto valor de m y alta temperatura de prueba), de 140% a una rapidez de deformación de 10^{-3} s^{-1} , con las propiedades ya conocidas de los materiales superplásticos: retención de forma y tamaño de grano.
- El mecanismo de deformación para la mayor deformación lograda es el deslizamiento por frontera de grano, pero con una importante participación de los granos que emergen desde el interior de la muestra hacia la superficie externa. El mecanismo de microdeformación, se apoya en la teoría de core % mantle, de Gifkins, lo que permite confirmar a este mecanismo como principal en el proceso de deformación de estas cintas.
- La historia térmica del material y sus propiedades inherentes (solubilidad, relación facetado-no facetado) son aspectos que se debe considerar para poder pronosticar algún modelo de deformación propuesto.

6. Referencias.

- [1] N. Chandra, "Constitutive behavior of superplastic materials," vol. 37, no. December 2000, pp. 461–484, 2002.
- [2] T. G. Langdon, "Seventy-five years of superplasticity: historic developments and new opportunities," *J. Mater. Sci.*, vol. 44, no. 22, pp. 5998–6010, Aug. 2009.
- [3] a. J. Barnes, "Superplastic Forming 40 Years and Still Growing," *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 16, no. 4, pp. 440–454, Jun. 2007.
- [4] O. a. Kaibyshev, a. I. Pshenichniuk, and V. V. Astanin, "Superplasticity resulting from cooperative grain boundary sliding," *Acta Mater.*, vol. 46, no. 14, pp. 4911–4916, Sep. 1998.
- [5] R. I. Todd, "Critical review of mechanism of superplastic deformation in fine grained metallic materials," *Mater. Sci. Technol.*, vol. 16, p. 1287, 2000.
- [6] M. G. Zelin, M. R. Dunlap, R. Rosen, and a. K. Mukherjee, "The direct observation of cooperative grain-boundary sliding and migration during superplastic deformation of lead-tin eutectic in shear," *J. Appl. Phys.*, vol. 74, no. 8, p. 4972, 1993.
- [7] H. W. Hayden, S. Floreen, and P. D. Goodell, "The Deformation Mechanisms of Superplasticity," *Metall. Trans.*, vol. 3, p. 833, 1972.
- [8] T. G. Langdon, "The mechanical properties of superplastic materials," *Metall. Trans. A*, vol. 13, no. 5, pp. 689–701, May 1982.
- [9] "Anuario Estadístico de la Minería Mexicana 2012," 2013.
- [10] M. A. Savas and R. W. Smith, "The structural degradation and lamellar to rod transition in the Bi-Cd eutectic during unidirectional growth," *J. Mater. Sci.*, vol. 20, pp. 881–888, 1985.
- [11] H. Kaya, M. Gündüz, E. Çadirli, and O. Uzun, "Effect of growth rate and lamellar spacing on microhardness in the directionally solidified Pb-Cd, Sn-Zn and Bi-Cd eutectic alloys," *J. Mater. Sci.*, vol. 39, no. 21, pp. 6571–6576, Nov. 2004.
- [12] V. Z. Afashokov, a. a. Ahkkubekov, and M. M. Baysultanov, "Influence of composition and direct current on phase formation in solid-liquid alloys of a Bi—Cd system," *Bull. Russ. Acad. Sci. Phys.*, vol. 74, no. 5, pp. 683–685, Jun. 2010.
- [13] J. Wadsworth and O. D. Sherby, "On the Bulat-Damascus Steels Revisited," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 25, p. pp 35 to 68, 1980.
- [14] T. G. Nieh, J. Wadsworth, and O. D. Sherby, *Superplasticity in metals and cermics*. 1997, p. 5.

- [15] A. K. Mukherjee, "An examination of the constitutive equation for elevated temperature plasticity," vol. 322, no. 1–2, pp. 1–22, Jan. 2002.
- [16] K. Higashi, "Recent Advances and Future Directions in Superplasticity," *Mater. Sci. Forum*, vol. 357–359, pp. 345–356, 2001.
- [17] Z. Horita, T. Fujinami, and T. G. Langdon, "The potential for scaling ECAP: effect of sample size on grain refinement and mechanical properties," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 318, no. 1–2, pp. 34–41, Nov. 2001.
- [18] T. G. Langdon, "The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 462, no. 1–2, pp. 3–11, Jul. 2007.
- [19] M. P. García M, "Refinamiento de Grano de Zinalco Mediante Extrusión en Canal Angular Constante," Universidad Nacional Autónoma de México, 2006.
- [20] G. Sakai, Z. Horita, and T. G. Langdon, "Grain refinement and superplasticity in an aluminum alloy processed by high-pressure torsion," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 393, no. 1–2, pp. 344–351, Feb. 2005.
- [21] a Zhilyaev and T. Langdon, "Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 53, no. 6, pp. 893–979, Aug. 2008.
- [22] Y. Maehara, "Review Superplasticity in ceramics," vol. 25, 1990.
- [23] O. a. Kaibyshev, "Superplasticity in Metals and Ceramics," *Mater. Sci. Forum*, vol. 357–359, pp. 73–82, 2001.
- [24] A. H. Chokshi, A. K. Mukherjee, and T. G. Langdon, "Superplasticity in advanced materials," *Mater. Sci. Eng. R*, vol. 10, no. 6, pp. 237–274, 1993.
- [25] T. Hiraga, T. Miyazaki, M. Tasaka, and H. Yoshida, "Mantle superplasticity and its self-made demise.," *Nature*, vol. 468, no. 7327, pp. 1091–4, Dec. 2010.
- [26] N. Chandra, "Industrial Applications of Superplasticity- a vision of the future," *Mater. Sci. Forum*, vol. 243–245, pp. 643–652, 1997.
- [27] D. Serra, "SUPERPLASTIC FORMING APPLICATIONS ON AERO ENGINES. A REVIEW OF ITP," in *6th EUROSPF Conference*, 2008, no. September, pp. 1–10.
- [28] L. D. Hefti, "Commercial Airplane Applications of Superplastically Formed AA5083 Aluminum Sheet," *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 16, no. 2, pp. 136–141, Feb. 2007.
- [29] "Applications-Car Body-Hang-on parts," in *The Aluminium Automotive Manual*, European Aluminium Association, 2013, pp. 2–21.

- [30] O. D. Sherby, T. G. Nieh, and J. Wadsworth, "Some Thoughts on Future Directions for Research and Applications in Superplasticity," *Mater. Sci. Forum*, vol. 243–245, pp. 11–20, 1997.
- [31] T. G. Langdon, "Creep at Low Stresses : An Evaluation of Diffusion Creep and Harper – Dorn Creep as Viable Creep Mechanisms," vol. 33, no. February, pp. 249–259, 2002.
- [32] T. G. Langdon, "An Analysis of Flow Mechanisms in High Temperature Creep and Superplasticity," *Mater. Trans.*, vol. 46, no. 9, pp. 1951–1956, 2005.
- [33] F. Chavarría, "Variación del comportamiento Superplástico en función del espesor de la aleación Cd-Zn," Instituto de Investigaciones en Materiales, UNAM, 2003.
- [34] C. Herring, "Diffusional Viscosity of a Polycrystalline Solid," *J. Appl. Phys.*, vol. 21, no. 5, p. 437, 1950.
- [35] R. L. Coble, "A Model for Boundary Diffusion Controlled Creep in Polycrystalline Materials," *J. Appl. Phys.*, vol. 34, no. 6, p. 1679, 1963.
- [36] R. N. Stevens, "Grain-Boundary Sliding in Metals," *Metall. Rev.*, vol. 2, pp. 129–142, 1966.
- [37] A. H. Chokshi, "On the emergence of new surface grains during superplastic deformation," *Scr. Mater.*, vol. 44, no. 11, pp. 2611–2615, Jun. 2001.
- [38] S. R. Casolco, "Influence of silver on the mechanical properties of Zn-Al eutectoid superplastic alloy," vol. 51, pp. 63–67, 2003.
- [39] H. A. Viguera, J. Llanes, and G. Torres-Villaseñor, "conformado de una nueva aleación superplástica Cd-Zn-Cu," *Rev. Mexicana Física*, vol. 45 suplemento, pp. 171–173, 1999.
- [40] K. A. Padmanabhan, R. A. Vasiv, and F. U. Enikeev, *Superplastic Flow: Phenomenology and Mechanics*. Germany, 2001, pp. 5–7.
- [41] J. Pilling and N. Ridley, *Superplasticity in Crystalline Solids*. London: The institute of Metals, 1989, p. 3.
- [42] G. Torres-Villaseñor, J. Negrete, and E. E. Martínez-Flores, "Caracterización de tres aleaciones superplásticas utilizando análisis mecánico dinámico (DMA) Characterization of three superplastic alloys using dynamic mechanic analysis," *Rev. Matéria*, vol. 13, pp. 365–373, 2008.
- [43] G. Torres-Villaseñor, "Influence of the Superplastic Metals in the Future of the Metal Forming Industry," in *First Mexico-U.S.A. Symposium on Materials Science and Engineering*, 1991, pp. 15–22.
- [44] O. a. Kaibyshev, "Mechanims of Superplastic Flow of Metals and Alloys," *Czech. J. Phys. B* 31, pp. 223–227, 1981.

- [45] a. H. Chokshi, a. K. Mukherjee, and T. Langdon, "Superplasticity in Advanced Materials," *Mater. Sci. Eng. R*, pp. 237–274, 1993.
- [46] Z. Lin, A. H. Chokshi, and T. G. Langdon, "An investigation of grain boundary sliding in superplasticity at high elongations," *J. Mater. Sci.*, vol. 23, pp. 2712–2722, 1988.
- [47] O. A. Kaibyshev, "Fundamental aspects of superplastic deformation," vol. 324, no. 0921, pp. 96–102, 2002.
- [48] K. a Padmanabhan and G. J. Davies, *Superplasticity*. Springer-Verlag, 1980.
- [49] J. A. Montemayor-Aldrete, J. D. Muñoz-Andrade, G. Torres-Villaseñor, and A. Mendoza-Allende, "Superplasticity: Fundamental problems to be solved," *Recent. Res. Devel. Metall. Mater. Sci.*, vol. 5, pp. 11–31, 2001.
- [50] B. Naik, "An Alternative Constitutive Equation for Superplasticity," *Mater. Sci. Forum*, vol. 539–543, pp. 2865–2871, 2007.
- [51] E. J. Lavernia and T. S. Srivatsan, "The rapid solidification processing of materials: science, principles, technology, advances, and applications," *J. Mater. Sci.*, vol. 45, no. 2, pp. 287–325, Dec. 2009.
- [52] M. J. Kramer, H. Mecco, K. W. Dennis, E. Vargonova, R. W. McCallum, and R. E. Napolitano, "Rapid solidification and metallic glass formation – Experimental and theoretical limits," *J. Non. Cryst. Solids*, vol. 353, no. 32–40, pp. 3633–3639, Oct. 2007.
- [53] V. I. Tkatch, A. I. Limanovskii, S. N. Denisenko, and S. G. Rassolov, "The effect of the melt-spinning processing parameters on the rate of cooling," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 323, no. 1–2, pp. 91–96, Jan. 2002.
- [54] Z. Moser, J. Dutkiewicz, L. Zabdyr, and J. Salawa, "The Bi-Cd (Bismuth-Cadmium) System," *Bull. Alloy Phase Diagrams*, vol. 9, no. 4, pp. 445–448, 1988.
- [55] W. E. Barlow, "The Binary and Ternary alloys of Cadmium, Bismuth and Lead," *Gen. Phys. Inorg.*, 1910.
- [56] A. S. M. International, *ASM METALS HANDBOOK VOLUME 3 Alloy Phase Diagrams*. .
- [57] A. Ourdjini, J. Liu, and R. Elliott, "Eutectic spacing selection in Al-Cu system," *Mater. Sci. Technol.*, vol. 10, no. April, pp. 312–318, 1994.
- [58] G. F. Vander Voort, "Binary Phase Diagrams and Microstructures," *Mater. Charact.*, vol. 41, pp. 69–79, 1998.
- [59] M. R. Taylor, R. W. Smith, T. Hunt, and M. Engineering, "The Classification of Binary Eutectics," *Metall. Trans.*, vol. 2, no. JULY, 1971.

- [60] M. N. Croker, R. S. Fidler, and R. W. Smith, "The Characterization of Eutectic Structures," *Proc. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci.*, vol. 335, no. 1600, pp. 15–37, Oct. 1973.
- [61] P. K. K. Nayar, "Preferred orientation in splat quenched zinc, cadmium and bismuth folis," *Scr. Metall.*, vol. 13, no. 12, pp. 1115–1116, 1979.
- [62] G. Dirras, "Filament formation during elevated temperature deformation of high purity ultrafine-grained aluminum," *Mater. Lett.*, vol. 64, no. 10, pp. 1163–1165, May 2010.
- [63] J. H. Robinson, M. a. Rust, and R. I. Todd, "Mechanisms of Microsuperplasticity," *Mater. Sci. Forum*, vol. 551–552, pp. 135–145, 2007.
- [64] T. Tokunaga, K. Matsuura, and M. Ohno, "Superplastic behavior of Al-coated Mg alloy sheet," *J. Alloys Compd.*, vol. 601, pp. 179–185, Jul. 2014.
- [65] M. G. Zelint, "ON MICRO-SUPERPLASTICITY," vol. 45, no. 9, pp. 3533–3542, 1997.
- [66] D. L. Yin, K. F. Zhang, G. F. Wang, and W. B. Han, "Superplasticity and cavitation in AZ31 Mg alloy at elevated temperatures," *Mater. Lett.*, vol. 59, no. 14–15, pp. 1714–1718, Jun. 2005.
- [67] W. J. D. Shaw, I. A. Gunea, and M. Kuhn, "Modelling of microsuperplasticity in mechanically alloyed aluminum," pp. 103–111, 1999.
- [68] S. Das, a. R. Riahi, X. Meng-Burany, a. T. Morales, and a. T. Alpas, "High temperature deformation and fracture of tribo-layers on the surface of AA5083 sheet aluminum–magnesium alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 531, pp. 76–83, Jan. 2012.
- [69] R. C. Gifkins, "Grain rearrangements during superplastic deformation," *J. Mater. Sci.*, vol. 13, no. 9, pp. 1926–1936, Sep. 1978.
- [70] R. C. Gifkins, "Grain-Boundary Sliding and its Accommodation During Creep and Superplasticity," vol. 7, no. August, 1976.
- [71] M. Suerey and B. Baudalet, "Microstructural Aspects of Plastic Stability During Superplastic Deformation," in *Superplasticity in Advanced Materials*, 1991, pp. 105–119.
- [72] S.-W. Lee, Y.-L. Chen, H.-Y. Wang, C.-F. Yang, and J.-W. Yeh, "On mechanical properties and superplasticity of Mg–15Al–1Zn alloys processed by reciprocating extrusion," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 464, no. 1–2, pp. 76–84, Aug. 2007.
- [73] M. G. Zelin, "On Microsuperplasticity in AA7475 Domes," vol. 201, no. MAY, pp. 57–60, 1996.
- [74] B. Wei and D. M. Herlach, "Rapid eutectic growth of undercooled metallic alloys," *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 12, pp. 1774–1777, 1993.

- [75] M. T. Łent, "Solidification of Quasi-Regular Eutectic," *Arch. Foundry Eng.*, vol. 7, no. 3, pp. 171–178, 2007.
- [76] T. Z. Kattamis and M. C. Flemings, "Structure of Undercooled Ni-Sn Eutectic," vol. 1, no. MAY, pp. 1449–1451, 1970.
- [77] B. Wei, D. M. Herlach, F. Sommer, and W. Kurz, "Rapid Solidification of Undercooled Eutectic and Monotectic Alloys," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 173, p. 355, 1993.
- [78] H. Kaya, E. Çadırılı, and M. Gündüz, "Eutectic growth of unidirectionally solidified bismuth-cadmium alloy," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 183, no. 2–3, pp. 310–320, Mar. 2007.
- [79] C. Yang, J. Gao, Y. K. Zhang, M. Kolbe, and D. M. Herlach, "New evidence for the dual origin of anomalous eutectic structures in undercooled Ni-Sn alloys: In situ observations and EBSD characterization," *Acta Mater.*, vol. 59, no. 10, pp. 3915–3926, Jun. 2011.
- [80] R. Goetzinger, M. Barth, and D. M. Herlach, "Mechanism of formation of the anomalous eutectic structure in rapidly solidified Ni-Si, Co-Sb and Ni-Al-Ti alloys," *Acta Mater.*, vol. 46, no. 5, pp. 1647–1655, Mar. 1998.
- [81] R. Panicker, a. H. Chokshi, R. K. Mishra, R. Verma, and P. E. Krajewski, "Microstructural evolution and grain boundary sliding in a superplastic magnesium AZ31 alloy," *Acta Mater.*, vol. 57, no. 13, pp. 3683–3693, Aug. 2009.