



***“ESTUDIO DE LA DEFORMACIÓN
SUPERPLÁSTICA DEL ZINALCO EN ALTA
RAPIDEZ DE DEFORMACIÓN”***

**TESIS
QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:**

**MAESTRO EN
METALURGIA E INGENIERÍA DE
MATERIALES**

PRESENTA:

Ing. MITSUO OSVALDO RAMOS AZPEITIA

ASESOR:

Dr. JOSÉ DE JESÚS NEGRETE SÁNCHEZ

SEPTIEMBRE DE 2008

SAN LUIS POTOSÍ, S. L. P.



DEDICATORIAS

Dedico este trabajo que significa la culminación de un sueño más en mi vida a esas personas especiales que siempre han estado a mi lado: mi familia.

Este trabajo es por y para mi madre Ma. Guadalupe Azpeitia García por darme la vida, por su paciencia, por su cuidado, pero sobre todo por su amor que me ha convertido en la persona que soy.

Para mi padre José Luis Ramos Hueda, quien con su ejemplo de esfuerzo y lucha me motivó para ser una persona de bien y cuyos consejos me han permitido llegar hasta aquí.

Para mis hermanas Harumi y Midori con las que he compartido tantos bellos momentos y quienes me brindan su apoyo y cariño incondicional.

Para la memoria de mis queridos abuelos Jesús y Octavio, quienes desde allá arriba me cuidan y protegen y de quienes aprendí tanto de la vida.

Para mis abuelas Rosa y Vicky, quienes son ejemplo de ternura, amor y fe.

Para mis tías y tíos Coco, Lulú, Lety, Juan y Tatsuo. A la memoria de mis tíos Jorge y Francisco. Para mis primos y primas Alma, Norma, Diana, Ana, Montserrat, Isabel, Manuel, Francisco y Sergio. A todos ellos dedico este trabajo con mucho cariño.

Para mi novia Coco, por estar a mi lado y compartir su tiempo y su amor.

Para todos aquellos amigos, profesores y personas que han significado vivencias y aprendizaje que han llenado mi vida de satisfacción.

AGRADECIMIENTOS

La lista de nombres de las personas que contribuyeron ya sea con su asesoría académica, con sus consejos, con su apoyo incondicional, con su amistad, pero sobre todo con su fe y sus buenos deseos para que pudiera concluir exitosamente esta etapa tan importante en mi vida profesional, simplemente es interminable. Y aunque probablemente olvide a alguno, sé y espero que sepan que también son parte de este trabajo y que sin su apoyo la culminación del mismo no hubiera sido posible.

Quisiera empezar expresando ante todo mi profundo agradecimiento a mi familia, la cual es y seguirá siendo el pilar que me sostiene y alienta todos los días para lograr mis sueños. Gracias a mis padres José Luis y Lupita, a mis hermanas Harumi y Midori y a mis abuelos, tíos y primos. También gracias a mi novia Coco por su compañía. A todos simplemente gracias porque a ustedes les debo todo lo que soy.

Un agradecimiento especial a mi asesor, el Dr. José de Jesús Negrete Sánchez, por haber confiado en mí para la realización de este trabajo y por haberme transmitido conocimientos y experiencias que enriquecieron este trabajo y que estoy seguro me servirán para crecer como profesionista y como persona. Un agradecimiento también al CONACYT y al programa de movilidad académica ECOES-SANTANDER por los apoyos económicos otorgados para el estudio de la maestría y la realización de este trabajo.

Así mismo quisiera agradecer a mis sinodales el M.C Rafael E. Campos Cambranis y el Dr. José de Jesús Cruz Rivera por sus enseñanzas y consejos que contribuyeron a que este trabajo sea una realidad. Otro agradecimiento especial es para el Dr. Gabriel Torres Villaseñor quien me asesoró y apoyo para la realización de una parte de este trabajo en el Instituto en Investigación de Materiales (IMM) de la UNAM, durante una estancia de investigación bajo su dirección en el marco del convenio de intercambio académico entre el IIM y el Instituto de Metalurgia de la UASLP. Así mismo quiero extender mi agradecimiento al personal del IMM por su asesoría y ayuda.

También quisiera agradecer muy profundamente a la Dra. Elizabeth Martínez Flores, quien con su apoyo moral y académico, me proporcionó experiencias y conocimiento para darme paso en el mundo de la investigación. Así mismo quisiera agradecer su sincera amistad que me ha brindado grandes enseñanzas para la vida.

No quisiera dejar de agradecer a todos mis profesores tanto de la Facultad de Ingeniería como del Instituto de Metalurgia de ésta mi universidad por su enseñanza y paciencia en las largas y difíciles jornadas en las aulas y laboratorios que me forjaron y me han convertido en el profesional que soy. En especial agradezco al M. C. Juan E. Joffré

AGRADECIMIENTOS

Encinas, al Ing. Gilberto Contreras Silva, al Dr. Jorge García Rocha, al M.C. Gabriel García García, al Dr. Luis Hernández Hernández, al Dr. Ricardo Romero, al M.C. Alonso de la Garza S. y a todos aquellos que me dieron la oportunidad de aprender tantas cosas. También quiero expresar mi sincero agradecimiento al M. C. Alberto Torres C. por sus consejos y asesoría en la realización de la parte experimental de este trabajo, sin su ayuda no lo habría logrado.

Otro agradecimiento especial es para todo el personal del Instituto de Metalurgia, quienes me ayudaron en momentos difíciles y me facilitaron las condiciones para que la realización de mi trabajo se llevara a cabo sin complicaciones. En especial agradezco a los técnicos del taller, a los técnicos de los equipos y a la gente de la administración.

Finalmente pero no menos importante, quisiera expresar mi gratitud a todos mis compañeros y amigos que compartieron conmigo clases y vivencias, y cuya compañía, consejos y aventuras hicieron que todo esto valiera la pena. No quisiera omitir a nadie sin embargo se que lo haré y de antemano espero me perdonen y sepan que no los olvidé. Gracias a mis amigos Miriam, Lidia, Martha, Tere, Claudia, Imelda, Laura, Antonio, Guillermo, Iván, Luis, Olegario, Manuel y a todos los que faltan.

A TODOS: MUCHAS GRACIAS

RESUMEN

La aleación Zinalco (77%Zn-21%Al-2%Cu) presenta el fenómeno de la superplasticidad, el cual consiste en la habilidad de los materiales de soportar grandes deformaciones plásticas permanentes cuando son sometidos a deformación en condiciones controladas de temperatura y rapidez de deformación ($\dot{\epsilon}$). Estos materiales pueden ser utilizados en procesos de conformado superplástico, sin embargo el tiempo requerido es muy largo debido al rango de $\dot{\epsilon}$ con que tienen que ser deformados (10^{-3} a 10^{-5} s^{-1}).

En este trabajo se buscó deformar superplasticamente con alta $\dot{\epsilon}$ ($\leq 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) la aleación Zinalco para obtener deformaciones aproximadas del 500%, que son necesarias para su aplicación industrial. Para lograr esto se propuso hacer una deformación en la región elástica previa a la deformación superplástica, partiendo de la idea de que la estructura de granos finos se prepara para deformarse superplasticamente desde la región elástica con el fin de facilitar el mecanismo de resbalamiento de bordes de grano (*Grain Boundary Sliding, GBS*), el cual es el mecanismo principal que da origen a la superplasticidad.

Se fabricaron probetas de la aleación Zinalco para ensayos de tensión, previa preparación de la aleación mediante operaciones de fundición, solidificación, extrusión y laminación en caliente. Las probetas maquinadas con una longitud calibrada de 6.35mm y 2.54mm de espesor fueron templadas previas al ensayo para obtener una estructura de granos finos y equiaxiados. Los ensayos se realizaron a la temperatura homóloga de 0.68 (240°C) en una máquina de tensión marca Shimadzu modelo AG-I con capacidad de 100 kN.

La secuencia para los ensayos con cambio en la $\dot{\epsilon}$ fue: deformación inicial usando una baja $\dot{\epsilon}$ de $5.5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ durante 5 minutos seguido de una deformación con alta $\dot{\epsilon}$ hasta la fractura de la muestra. Los valores utilizados para la deformación con alta $\dot{\epsilon}$ fueron: 1×10^{-2} , 1×10^{-1} y 1 s^{-1} y las deformaciones obtenidas fueron de 846%, 680% y 288% respectivamente. Con base en los resultados anteriores, se realizaron ensayos utilizando etapas con cambio en la $\dot{\epsilon}$ con la siguiente secuencia: Deformación inicial con una $\dot{\epsilon}$ de $5.5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ durante 5 minutos seguido de una deformación con $\dot{\epsilon}$ de 1 s^{-1} hasta alcanzar una cantidad de deformación fija, esta secuencia de deformación se repitió hasta la fractura. Se realizaron 3 ensayos usando valores de deformación de 100%, 50% y 30% respectivamente obteniéndose deformaciones totales de 328%, 550% y 590%.

Las observaciones hechas con MEB y OIM-EBSD señalan que el mecanismo que podría operar durante la deformación superplástica del Zinalco en alta $\dot{\epsilon}$ es el GBS asistido por un proceso donde emergen granos. Un mecanismo de deformación por deslizamiento de planos también parece actuar de forma paralela a mayores cantidades de deformación, sin embargo su contribución es menor. Futuros estudios serán necesarios para comprobar lo anterior.

ABSTRACT

The Zinalco alloy (77%Zn-21%Al-2%Cu) presents the phenomenon of superplasticity, which consists in the ability of materials to withstand large plastic deformations when they are subjected to permanent deformation under controlled conditions of temperature and strain rate ($\dot{\epsilon}$). These materials can be used in superplastic forming processes, however the time required is very long due to the $\dot{\epsilon}$ range with which they must be deformed (10^{-3} a 10^{-5} s^{-1}).

This work sought superplastic deformation in the Zinalco alloy with high $\dot{\epsilon}$ ($\leq 10^{-1}$ s^{-1}) and obtain approximate deformations of 500%, which are necessary for industrial application. To achieve this it was proposed to make a deformation in the region elastic prior to the deformation superplastic based on the idea that the fine grains structure is preparing to deformed superplastic from the elastic region to facilitate the *Grain Boundaries Sliding*, mechanism (GBS), which is the main mechanism that gives rise to the superplasticity.

It was manufactured specimens of alloy Zinalco for tensile test, after preparation of alloy through of smelting, solidification, hot rolling and extrusion operations. The tensile test specimens machined with a calibrated length of 6.35mm and 2.54mm thick, were tempered prior to tensile test to obtain a structure of fine and equiaxiales grains. The tests were conducted at homologous temperature of 0.68 (240 degrees Celsius) in a Shimadzu tensile machine with a capacity of 100 kN.

The sequence of tests with the change in $\dot{\epsilon}$ was: initial deformation using a low $\dot{\epsilon}$ of 5.5×10^{-5} s^{-1} for 5 minutes followed by a deformation with high $\dot{\epsilon}$ until the fracture of the specimen. The values used for deformation with high $\dot{\epsilon}$ were 1×10^{-2} , 1×10^{-1} and 1 s^{-1} and deformations obtained were 846%, 680% and 288% respectively. Based on past results, tests were conducted using stages with change in the $\dot{\epsilon}$ with following sequence: initial deformation using a low $\dot{\epsilon}$ of 5.5×10^{-5} s^{-1} for 5 minutes followed by a deformation with $\dot{\epsilon}$ of 1 s^{-1} to reach a fixed amount of strain, this deformation sequence was repeated until the fracture. 3 tests were conducted using strain values of 100%, 50% and 30% respectively obtained total deformations of 328%, 550% and 590%.

The observations made with *Scanning Electronic Microscopy* (SEM) and *Orientation Imaging Microscopy by Electron Backscattering Diffraction* (OIM-EBSD) indicate that the mechanism could operates during the superplastic deformation of Zinalco at high $\dot{\epsilon}$ is a GBS assisted by a process of grains emanation. A mechanism by sliding deformation of planes also appears to act in parallel with larger amounts of strain, but its contribution is less. Future studies will be need to verify this.

ÍNDICE GENERAL

SECCIÓN	PÁGINA
Dedicatorias	
Agradecimientos	
Resumen	i
Abstract	ii
Índice de Figuras	iii
Índice de Tablas	ix
Introducción	1
Capítulo I: FUNDAMENTOS TEORICOS DEL FENÓMENO DE SUPERPLASTICIDAD EN ALEACIONES METÁLICAS	4
1.1 Definición y requisitos del fenómeno de superplasticidad en aleaciones metálicas	4
1.2 La respuesta superplástica de las aleaciones metálicas deformadas en tensión	6
1.3 Aspectos microestructurales de la superplasticidad.	15
Capítulo II: MODELOS PARA LOS MECANISMOS DE DEFORMACIÓN SUPERPLÁSTICA EN ALEACIONES METÁLICA.	18
2.1 Fundamentos de los mecanismos de deformación en alta temperatura	18
2.2 Modelos teóricos para los mecanismos de deformación superplástica	20
2.2.1 Modelos basados en el flujo difusional	20
2.2.2 Modelos basados en la fluencia de dislocaciones	24
2.2.3 Modelos basados en la deformación a través de los bordes de grano	28
2.2.4 Modelos mixtos.	36

ÍNDICE GENERAL

Capítulo III: EFECTO DE LOS TRATAMIENTOS TERMO-MECÁNICOS SOBRE LA MICROESTRUCTURA DEL ZINALCO	42
3.1 Transformaciones de fases en el Zinalco	42
3.2 Caracterización de la microestructura del Zinalco solidificado y del Zinalco homogenizado mediante tratamientos termomecánicos	45
3.3 Determinación del tratamiento térmico para la obtención de una microestructura de granos finos en el Zinalco	47
Capítulo IV: ESTUDIO DEL EFECTO DEL TAMAÑO DE GRANO, LA TEMPERATURA Y LA RAPIDEZ DE DEFORMACIÓN EN EL COMPORTAMIENTO SUPERPLÁSTICO DEL ZINALCO	56
4.1 Efecto del tamaño de grano en el comportamiento superplástico del Zinalco	56
4.2 Efecto de la temperatura en el comportamiento superplástico del Zinalco	60
4.3 Efecto de la rapidez de deformación en el comportamiento superplástico del Zinalco	63
4.4 Determinación de la sensibilidad a la rapidez de deformación en el Zinalco	67
4.5 Caracterización de los cambios microestructurales en el Zinalco deformado superplásticamente con diferente tamaño de grano	70
4.6 Caracterización de los cambios microestructurales en el Zinalco deformado superplásticamente en función de la temperatura	73
4.7 Caracterización de los cambios microestructurales en el Zinalco deformado superplásticamente en función de la rapidez de deformación	76
4.8 Estudio de los cambios microestructurales en el Zinalco deformado superplásticamente	79
Capítulo V: PLANTEAMIENTO DE UN MODELO PARA EL MECANISMO DE DEFORMACIÓN SUPERPLÁSTICA EN EL ZINALCO	93
5.1 Determinación de los parámetros en la ecuación constitutiva para el flujo superplástico en el Zinalco	94
5.2 Estudio de los cambios en la respuesta mecánica y en la microestructura del Zinalco en función de la deformación	100

ÍNDICE GENERAL

5.3	Modelo para la deformación superplástica del Zinalco en condiciones óptimas	111
	Capítulo VI: CONCLUSIONES	119
	Referencias	121

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA	DESCRIPCIÓN	PÁGINA
1.1	Fenómeno de superplasticidad en una aleación $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2(3\text{Y})\text{-MgO/nAl}_2\text{O}_3$	4
1.2	Esquema de la dependencia del σ en función de la $\dot{\epsilon}$ para un material superplástico	6
1.3	Descripción del proceso de GBS mostrando las tres componentes (u, v, w) del vector de resbalamiento S	9
1.4	Principio del modelo de Ashby y Verrall para el reacomodo de granos por difusión	10
1.5	Caminos de difusión durante el reacomodo de granos a una $\dot{\epsilon}=0.275$ en el modelo de Ashby y Verrall	11
1.6	Caminos de difusión modificados para el modelo de Ashby y Verrall	11
1.7	Principio del modelo de reacomodo de granos por difusión modificado por Spingarn y Nix	11
1.8	Principio del modelo de Ball y Hutchison para el reacomodo de granos por movimiento de dislocaciones	13
1.9	Principio de la modificación del modelo de Ball y Hutchison hecha por Mukherjee para el acomodo de los granos, donde las dislocaciones son generadas por escalones en los bordes de grano	13
1.10	Principio del modelo de Gifkins para el reacomodo de granos por deslizamiento y trepado de dislocaciones a lo largo del borde de grano	15
1.11	Esquema de la forma en que el material emerge para llenar los huecos creados durante la deformación propuesta en el modelo de Gifkins	15
1.12	Esquema del concepto de "Manto y Corazón" propuesto por Gifkins para llevar a cabo el GBS	16
1.13	Esquema del efecto de micromultiplicidad que muestra los diferentes caminos en tres dimensiones para el acomodo del GBS: a) Granos que emergen, b) Fluencia Friedel, c) Trepado y deslizamiento de dislocaciones, d) Intercambio de granos, e) Deslizamiento localizado en granos alargados y f) Rotación de granos	18
1.14	Principio del método de deformación severa ECAP (Equal Channel Angular Pressing)	21

ÍNDICE DE FIGURAS

1.15	Esquema de las posibilidades del conformado por termoformado. a)Vacio, b)Presión, c)Cubrimiento por vacio, d)Asistido por un punzón y e)Burbuja a presión asistido por un tapón	22
2.1	Esquema del proceso de colada continua	24
2.2	Barra de Zinalco obtenida por colada continua	24
2.3	Detalle de los defectos superficiales de la barra de Zinalco	24
2.4	Maquinado de la Barra de Zinalco	25
2.5	Barra de Zinalco maquinada	25
2.6	Esquema del dispositivo utilizado para la extrusión inversa de los tochos de Zinalco.	26
2.7	Esquema del dado utilizado para la extrusión inversa de los tochos de Zinalco	26
2.8	Proceso de laminación en caliente de las secciones de Zinalco	27
2.9	Esquema y dimensiones de la probeta maquinada	27
2.10	Máquina de tensión universal utilizada en los ensayos de deformación superplástica	29
2.11	Colocación de la probeta en la máquina de tensión universal para realizar los ensayos de deformación superplástica	31
2.12	Realización de un ensayo de deformación superplástica en la máquina de tensión universal	31
2.13	Microscopio Electrónico de Barrido utilizado en la etapa de caracterización	32
2.14	MEB utilizado para la técnica de OIM-EBSD	33
2.15	Estación de control para la captura de patrones de difracción.	33
3.1	Espectro de dispersión de energía de Rayos X de la aleación Zinalco	35
3.2	Microestructura de la aleación Zinalco tal como se obtuvo de colada continua. A) Morfología dendrítica de la microestructura. 1000X. B) Fases presentes dentro y fuera de las dendritas. 1: Fase α , 2: Fase β . 3: Mezcla de fases $\alpha + \eta$, 4: Constituyente interdendrítico Rico en Zn y 5: Mezcla de fases $\alpha + \eta$ a partir del eutéctico remanente. 2000X	36
3.3	Probetas de Zinalco deformadas superplasticamente a la temperatura homologa de 0.68 (240°C) y diferentes valores de $\dot{\epsilon}$. A) Sin deformación, B) $6.67 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, C) $1.33 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, D) $1.33 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y E) $1.33 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	38
3.4	Curvas esfuerzo-deformación para las muestras deformadas con diferente $\dot{\epsilon}$. MSD1 con $1.33 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, MSD2 con $6.67 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, MSD3 con $1.33 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y MSD4 con $1.33 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	39

ÍNDICE DE FIGURAS

3.5	Esquema de la división en secciones de una muestra deformada para la realización de los perfiles de ε y $\dot{\varepsilon}$ instantáneos	40
3.6	Esquema que muestra la forma de la probeta deformada (línea sólida) y el volumen teórico sin deformación (línea punteada)	41
3.7	Perfil de deformación y $\dot{\varepsilon}$ instantáneos para la muestra deformada con una $\dot{\varepsilon}$ de $1.33 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	42
3.8	Localización de las zonas utilizadas para la observación en el MEB de la muestra MDS4	42
3.9	Microestructura de la muestra deformada con $\dot{\varepsilon} = 1.33 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ a 3200 X. A) Zona sin deformación, B) Zona 3, C) Zona 2 y D) Zona 1	43
3.10	Muestra MDSAR1 deformada con cambio en la $\dot{\varepsilon}$. $\dot{\varepsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\varepsilon}$ final = $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	46
3.11	Muestra MDSAR2 deformada con cambio en la $\dot{\varepsilon}$. $\dot{\varepsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\varepsilon}$ final = $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$	46
3.12	Muestra MDSAR3 deformada con cambio en la $\dot{\varepsilon}$. $\dot{\varepsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\varepsilon}$ final = 1 s^{-1}	46
3.13	Curvas esfuerzo-deformación para las muestras deformadas con cambio en la $\dot{\varepsilon}$. A) $\dot{\varepsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\varepsilon}$ final = $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, B) $\dot{\varepsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\varepsilon}$ final = $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ y C) $\dot{\varepsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\varepsilon}$ final = 1 s^{-1}	47
3.14	Perfil de deformación y $\dot{\varepsilon}$ instantáneos para las muestras deformadas con cambio en la $\dot{\varepsilon}$ A) Muestra MDSAR1, B) Muestra MDSAR2 y C) Muestra MDSAR3	48
3.15	Microestructura de la zona 3 para las muestras deformadas con elevada $\dot{\varepsilon}$. A) Muestra MDSAR1 a 3200 X, B) Muestra MDSAR2 a 4000 X y C) Muestra MDSAR3 a 4000 X	50
3.16	Microestructura de la zona 2 para las muestras deformadas con elevada $\dot{\varepsilon}$. A) Muestra MDSAR1 a 4000 X, B) Muestra MDSAR2 a 4000 X y C) Muestra MDSAR3 a 4000 X	51
3.17	Microestructura de la zona 1 para las muestras deformadas con elevada $\dot{\varepsilon}$. A) Muestra MDSAR1 a 4000 X, B) Muestra MDSAR2 a 4000 X y C) Muestra MDSAR3 a 4000 X	52
3.18	Esquema del mecanismo de Zelin para la deformación superplástica a nivel de grupos de granos.	53
3.19	Muestra MDSAR4 deformada utilizando etapas de deformación de 100% con cambio de $\dot{\varepsilon}$. $\dot{\varepsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\varepsilon}$ final = 1 s^{-1}	54

ÍNDICE DE FIGURAS

3.20	Muestra MDSAR5 deformada utilizando etapas de deformación de 50% con cambio de $\dot{\epsilon}$. $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = 1 s^{-1} .	55
3.21	Muestra MDSAR6 deformada utilizando etapas de deformación de 30% con cambio de $\dot{\epsilon}$. $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = 1 s^{-1} .	55
3.22	Curvas esfuerzo-deformación para la muestra deformada utilizando etapas de deformación del 100% con cambio en la $\dot{\epsilon}$. $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = 1 s^{-1} .	56
3.23	Variación del esfuerzo de cedencia y de ruptura para cada etapa de las muestras deformadas utilizando etapas de deformación con cambio en la $\dot{\epsilon}$. $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = 1 s^{-1} . A) Con 100% de deformación en alta $\dot{\epsilon}$, B) Con 50% de deformación en alta $\dot{\epsilon}$ y C) Con 30% de deformación en alta $\dot{\epsilon}$.	57
3.24	Perfil de deformación y $\dot{\epsilon}$ instantáneos para las muestras deformadas utilizando etapas de deformación con cambio en la $\dot{\epsilon}$. $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = 1 s^{-1} . A) Con 100% de deformación en alta $\dot{\epsilon}$, B) Con 50% de deformación en alta $\dot{\epsilon}$ y C) Con 30% de deformación en alta $\dot{\epsilon}$.	58
3.25	Microestructura de la zona 3 para las muestras deformadas utilizando etapas sucesivas con cambio en la $\dot{\epsilon}$. A) Muestra MDSAR4 a 4000 X, B) Muestra MDSAR5 a 4000 X y C) Muestra MDSAR6 a 4000 X.	59
3.26	Microestructura de la zona 2 para las muestras deformadas utilizando etapas sucesivas con cambio en la $\dot{\epsilon}$. A) Muestra MDSAR4 a 4000 X, B) Muestra MDSAR5 a 4000 X y C) Muestra MDSAR6 a 4000 X.	60
3.27	Microestructura de la zona 1 para las muestras deformadas utilizando etapas sucesivas con cambio en la $\dot{\epsilon}$. A) Muestra MDSAR4 a 4000 X, B) Muestra MDSAR5 a 4000 X y C) Muestra MDSAR6 a 4000 X.	61
3.28	Muestra MDSAR7 deformada utilizando etapas de deformación de 30% con cambio de $\dot{\epsilon}$. 1 minuto a $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = 1 s^{-1} .	63
3.29	Muestra MDSAR8 deformada utilizando etapas de deformación de 30% con cambio de $\dot{\epsilon}$. 2.5 minutos a $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = 1 s^{-1} .	63
3.30	Microestructura de la muestra MDSAR8 deformada utilizando etapas de deformación con cambio en la $\dot{\epsilon}$. A) Zona 3 a 4000 X, B) Zona 2 a 4000X, C) Zona 1 a 4000X.	65
3.31	Mapas de fases con bordes de grano de la muestra sin deformación obtenido con la técnica de OIM-EBSD.	66
3.32	Mapas de fases con bordes de grano obtenidos con la técnica de OIM-EBSD. A) Muestra MDSAR6 y B) Muestra MDSAR8.	67

ÍNDICE DE FIGURAS

3.33	Gráfica de la distribución del tamaño de grano para la muestra sin deformación obtenida con la técnica de OIM-EBSD	67
3.34	Gráficas de la distribución del tamaño de grano obtenidas con la técnica de OIM-EBSD para tres zonas de deformación de las muestras deformadas utilizando etapas sucesivas con cambio en la ϵ . A) Zona 3 muestra MDSAR6, B) Zona 3 muestra MDSAR8, C) Zona 2 muestra MDSAR6, D) Zona 2 muestra MDSAR8, E) Zona 1 muestra MDSAR6 y F) Zona 1 muestra MDSAR8	68
3.35	Gráfica de distribución del ángulo de desorientación para la muestra sin deformar obtenida con la técnica de OIM-EBSD	70
3.36	Gráficas de distribución del ángulo de desorientación obtenidos con la técnica de OIM-EBSD para tres zonas de deformación de las muestras deformadas utilizando etapas sucesivas con cambio en la ϵ . A) Zona 3 muestra MDSAR6, B) Zona 3 muestra MDSAR8, C) Zona 2 muestra MDSAR6, D) Zona 2 muestra MDSAR8, E) Zona 1 muestra MDSAR6 y F) Zona 1 muestra MDSAR8	71
A1	Esquema de la formación del cono de difracción y del patrón de difracción	80
A2	Esquema de la transformación de Hough para la indexación de patrones de difracción	81

ÍNDICE DE TABLAS

TABLA	DESCRIPCIÓN	PÁGINA
3.1	Resultados del análisis químico y por EDX de la aleación Zinalco.	35
3.2	Valores de densidad y dureza obtenidos por la aleación Zinalco en estado de colada.	35
3.3	Condiciones y resultados de las pruebas de superplasticidad a la temperatura homóloga para la aleación Zinalco.	37
3.4	Condiciones y resultados de las pruebas de superplasticidad a la temperatura homóloga usando cambio en la $\dot{\epsilon}$ para la aleación Zinalco.	46
3.5	Condiciones y resultados de las pruebas de superplasticidad a la temperatura homóloga usando etapas sucesivas con cambio en la $\dot{\epsilon}$ para la aleación Zinalco.	54
3.6	Condiciones y resultados de las pruebas de superplasticidad utilizando una modificación en las etapas sucesivas con cambio en la $\dot{\epsilon}$ para la aleación Zinalco.	63

INTRODUCCIÓN

El desarrollo de la tecnología es actualmente un aspecto muy importante en el ámbito económico de un país por ser una herramienta que permite el adecuado uso y el mejoramiento en la producción de recursos de diversa índole. Dentro del campo de la ciencia en México, el desarrollo del Zinalco (77%Zn-21%Al-2%Cu) significó un cambio muy importante en la misma, pues se convirtió en un promocionado éxito de la ciencia aplicada en la industria que se difundió en el ámbito académico e industrial del país [1,2]. Este hecho dio un impulso a la ciencia de materiales mexicana en general y ubicó al Zinalco dentro de la categoría de los nuevos materiales debido a que sus capacidades y características de desarrollo son propias de un material de diseño [2].

Las características principales del Zinalco son una alta resistencia mecánica, similar a la de un acero de bajo carbono y una excelente resistencia a la corrosión, semejante a la del Aluminio [1,3]. Además de estas características, estudios previos han revelado que el Zinalco presenta el fenómeno de superplasticidad a temperatura ambiente [4, 5]. El fenómeno de la superplasticidad consiste en la habilidad de los materiales policristalinos de soportar grandes deformaciones plásticas permanentes superiores al 200% antes de presentar falla, cuando son sometidos a deformación en condiciones controladas de temperatura y rapidez de deformación ($\dot{\epsilon}$) [6,7].

Los materiales superplásticos pueden utilizarse para la fabricación de productos de formas complejas mediante técnicas de termoformado, sin embargo las rapidezces de deformación típicas para estos materiales son del orden de 10^{-3} a 10^{-5} s^{-1} , por lo que las posibilidades del procesado son limitadas debido a los prolongados tiempos requeridos para el conformado [6,8]. Actualmente los estudios sobre superplasticidad buscan determinar las condiciones adecuadas para lograr la deformación superplástica usando alta $\dot{\epsilon}$. La mayoría de estos estudios se han enfocado en el refinamiento de la microestructura utilizando diversas metodologías, siendo la mas común la técnica de Equal Channel Angular Pressing (ECAP) [8].

El objetivo de este trabajo es establecer la metodología y condiciones necesarias para deformar superplasticamente con alta rapidez de deformación ($\leq 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) la aleación Zinalco y obtener deformaciones aproximadas del 500%, que son necesarias para la aplicación industrial de esta aleación. Para lograr esto se propone hacer una deformación en la región elástica previa a la deformación superplástica.

A diferencia de las técnicas clásicas del refinamiento de la estructura [8] para obtener superplasticidad en alta rapidez de deformación, este trabajo pretende lograrlo partiendo de la idea de que la estructura de granos finos se prepara para deformarse superplasticamente

desde la región elástica. Esta preparación consiste en que, debido a los esfuerzos elásticos, ocurre una reorientación de los granos en forma tal que las fronteras entre granos adyacentes se vuelven de ángulo grande con el fin de facilitar el mecanismo de resbalamiento de bordes de grano (Grain Boundary Sliding, GBS), el cual es el mecanismo principal que da origen a la superplasticidad [9-12].

La idea de la preparación de la estructura surge del análisis de los resultados de Martínez *et al* [13], lo cuales realizaron ensayos de análisis mecánico-dinámico (DMA) utilizando una frecuencia de 1 Hz y una amplitud de deformación de 25 μm , sobre probetas de esta aleación. Los estudios realizados tanto en estado de colada como con microestructura de granos finos revelaron que el Zinalco presenta un comportamiento viscoelástico cuando tiene una microestructura de granos finos, debido a que la curva del módulo de pérdida (E'') en función de la temperatura presentó un máximo a una temperatura homologa de 0.69 (250°C), que es la temperatura en la cual esta aleación se puede deformar superplásticamente. Este máximo evidenció que a esta temperatura el Zinalco absorbe parte de la energía elástica utilizada para la deformación. La energía que absorbe el material puede ser utilizada para diferentes procesos descritos por Lakes [14]. El hecho de que esta absorción de energía ocurra en las condiciones de microestructura y temperatura en que se presentaría la superplasticidad hace pensar que existe algún proceso de acomodo en el material durante la deformación elástica que puede favorecer el fenómeno de superplasticidad.

Ya que la orientación de los granos se presenta desde la deformación elástica, la metodología experimental será deformar la probeta en tensión a muy baja rapidez de deformación (deformación elástica) y luego deformar en alta rapidez de deformación (deformación plástica). Como la deformación plástica provocará desacomodo de la orientación habrá que suspender el proceso para volver a reorientar favorablemente la estructura y poder continuar la deformación en alta rapidez. De esta manera se pretende obtener gran deformación en alta rapidez de deformación superplástica utilizando etapas intercaladas de deformación en baja rapidez seguida de deformación en alta rapidez.

El trabajo se divide en cuatro partes. En la primera se presentan los antecedentes teóricos del fenómeno de la superplasticidad. En la segunda parte se describe el desarrollo experimental para la elaboración de la aleación y las probetas, además de la metodología de los ensayos de deformación superplástica y su caracterización. Los resultados experimentales de estos ensayos así como la discusión de los mismos se discuten en la tercera parte. Finalmente en la cuarta parte se establecen las conclusiones y se plantea la mejor ruta para obtener en el Zinalco propiedades superplásticas en alta rapidez de deformación.

CAPÍTULO I

FUNDAMENTOS DE LA SUPERPLASTICIDAD

1.1- INTRODUCCIÓN

En este capítulo se presentan de manera resumida los fundamentos teóricos necesarios para comprender el fenómeno de la superplasticidad. El capítulo incluye los antecedentes históricos, los aspectos generales, mecánicos y microestructurales de la superplasticidad, así como las principales teorías existentes para explicarla. Se incluye un apartado sobre la naturaleza del mecanismo principal que la origina y el fenómeno de cavitación que provoca la fractura de los materiales superplásticos. También se describen brevemente aspectos sobre la posibilidad de obtener propiedades superplásticas en alta rapidez de deformación y del conformado de materiales superplásticos.

1.2- ANTECEDENTES HISTÓRICOS DE LA SUPERPLASTICIDAD

El fenómeno de lograr alta ductilidad en ensayos de tensión fue reportado primero como una curiosidad de laboratorio por Bengough en 1912, al lograr en Latón una deformación de 163% a 700°C [15], sin embargo la primera evidencia fotográfica del fenómeno fue obtenida hasta 1928 por Jenkis, quien alcanzó elongaciones de 300% en aleaciones eutécticas Pb-Sn y Cd-Zn después de darles un apropiado procesamiento termomecánico [15]. El primer resultado significativo del fenómeno de superplasticidad fue obtenido por Pearson en 1934 al deformar 1950% una aleación Bi-Sn previamente extruida y recocida. Estos resultados fueron destacados considerando que esta aleación solo soporta deformaciones de 5% en condición de colada [15].

El término superplasticidad apareció por primera vez en 1947 como una traducción de la palabra rusa “*sverhplastichnost*”, utilizada en un artículo de Bochvar y Sviderskaya, científicos rusos que estudiaban desde 1945 este fenómeno en aleaciones Zinc-Aluminio. Además fueron ellos los primeros en tratar de explicar el fenómeno sugiriendo que su origen podría ser ya sea un “*particular mecanismo de dislocaciones intragranulares*”, ó un “*mecanismo de cortes intragranulares en los límites de las fases*” [15]. Las contribuciones rusas al estudio de la superplasticidad continuaron con Presnyakov quien en 1969 publicó el primer libro sobre el tema titulado: “*Superplasticity of Metals and Alloys*” [15].

Al mismo tiempo que en Rusia, se realizaban estudios en U.S.A. sobre las posibles aplicaciones del fenómeno de superplasticidad. En 1964 Backofen publicó un artículo demostrando las posibilidades del formado superplástico de aleaciones Zn-Al utilizando aire a presión para obtener formas esféricas. En la década de los setentas se publicaron diversos trabajos sobre el análisis de los mecanismos superplásticos, mientras que en los años ochentas la atención se centró en el fenómeno de la cavitación durante la deformación superplástica. A partir de la década de los noventas la atención está en la búsqueda de la superplasticidad en alta rapidez de deformación ($\dot{\epsilon}$), así como en la posibilidad de la superplasticidad en materiales cerámicos y nuevas aleaciones metálicas, esta tendencia se mantiene hasta nuestros días.

1.3- ASPECTOS GENERALES DE LA SUPERPLASTICIDAD

Existen diferentes definiciones para la superplasticidad, siendo la más común la que la señala como la habilidad de algunos metales (generalmente aleaciones binarias eutécticas o eutectoides) de exhibir deformaciones superiores al 200% cuando son sometidos a tensión, sin la formación de encuellamiento [10-12]. Considerando que existen diversas definiciones del término superplasticidad y que son distintos materiales los que pueden presentar este fenómeno, se acordó en la *International Conference on Superplasticity in Advanced Materials* (ICSAM) de 1991 definir a la superplasticidad como la habilidad de los materiales policristalinos para exhibir de manera isotrópica altas elongaciones en tensión antes de presentar falla. La Figura 1.1 muestra un ejemplo de un material deformado superplasticamente.

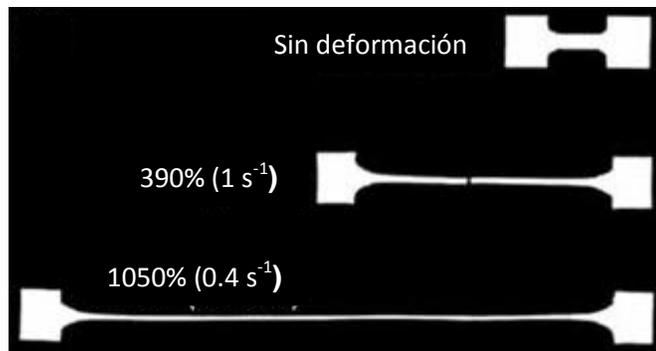


Figura 1.1 Fenómeno de superplasticidad en una aleación $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2(3\text{Y})\text{-MgO/nAl}_2\text{O}_3$ [16].

Para que un material presente un comportamiento superplástico, este debe de cumplir tres requerimientos básicos [6,17]:

- Tener un tamaño de grano fino (menor a $10\ \mu\text{m}$) y con forma equiaxiada.

- Debe de deformarse a una temperatura cercana a $0.5 T_f$, donde T_f es la temperatura de fusión del material en grados Kelvin.
- Debe de deformarse con una rapidez de deformación ($\dot{\epsilon}$) en el rango de 10^{-5} a $10^{-2} s^{-1}$.

La primera condición se puede cumplir adecuadamente en las aleaciones bifásicas ya que la distribución de fases es necesaria para mantener la estabilidad de la microestructura durante la deformación, además de que facilita el mecanismo por el cual ocurre la deformación superplástica. Sin embargo esta condición también la pueden cumplir aleaciones monofásicas siempre y cuando se evite el crecimiento del grano en ellas. Diversos estudios han demostrado que un proceso controlado de difusión en estado sólido es el mecanismo operante para el fenómeno de superplasticidad, por lo que el segundo requerimiento es necesario [12, 17, 18]. La tercera condición debe cumplirse para evitar la formación de cuellos externos estables que afecten el fenómeno, evitando alcanzar grandes ductilidades [6].

1.4- ASPECTOS MECÁNICOS DE LA SUPERPLASTICIDAD

La superplasticidad es función de la rapidez de deformación ($\dot{\epsilon}$), la temperatura y la cantidad de deformación obtenida, y generalmente se evalúa con un ensayo de tensión. Cuando se realiza el ensayo a $\dot{\epsilon}$ y temperatura constante, la resistencia del material es relacionada con la rapidez de deformación mediante la expresión:

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m \quad (1.1)$$

Donde K es una constante que depende de la estructura del material y de la temperatura de ensayo y m es la sensibilidad a la rapidez de deformación, la cual es una medida de la resistencia a la capacidad para deformarse con encuellamiento. Los resultados de los ensayos son generalmente presentados en una grafica del logaritmo de σ en función del logaritmo de $\dot{\epsilon}$, resultando una grafica con forma sigmoideal, en la cual se distinguen tres regiones (Figura 1.2).

La región I, a valores bajos de σ y $\dot{\epsilon}$, presenta valores para m de entre 0.2-0.3 y aunque no se ha establecido con certeza, esta región puede ser atribuida a una proceso de crecimiento de grano en combinación con otro de fluencia por difusión (*Diffusion Creep*). En la región II, a valores intermedios de σ y $\dot{\epsilon}$ y con valores de m entre 0.4 y 0.8, se presenta el comportamiento superplástico, el cual se atribuye principalmente al resbalamiento de bordes de grano (GBS) en conjunción con la rotación de granos. Para valores elevados de σ y $\dot{\epsilon}$ (región III) el valor de m vuelve a caer a 0.2 y la superplasticidad desaparece, esta región es

atribuida a una forma modificada de fluencia de dislocaciones controlada por el trepado de las dislocaciones de borde [6].

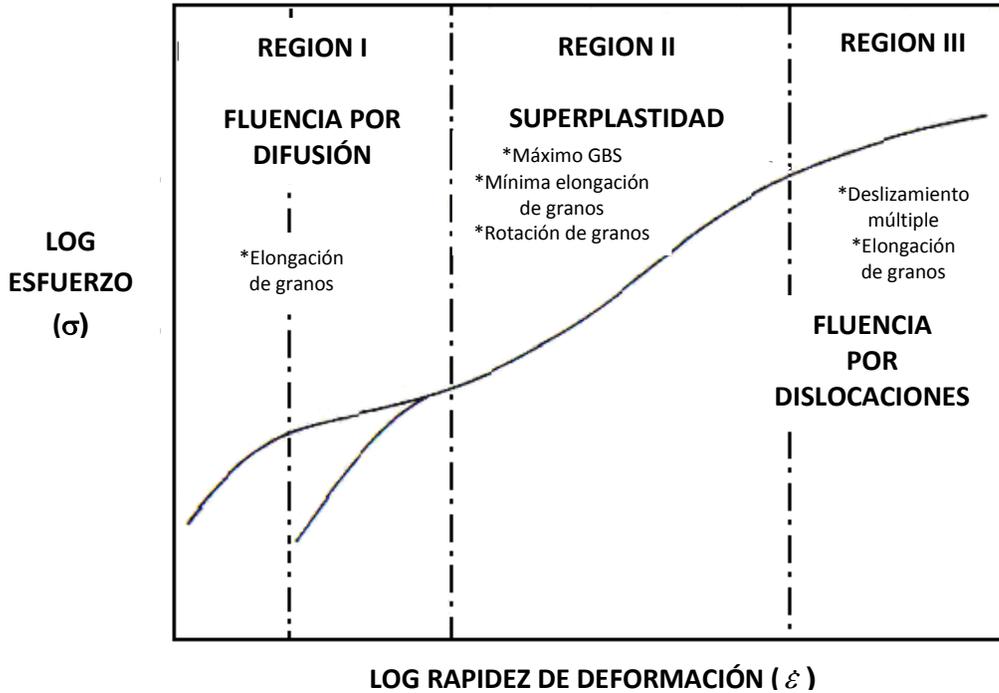


Figura 1.2 Esquema de la dependencia del σ en función de la $\dot{\epsilon}$ para un material superplástico [6].

El análisis de las curvas σ y $\dot{\epsilon}$ para diferentes aleaciones superplásticas ha revelado que la máxima ductilidad se alcanza para valores intermedios de $\dot{\epsilon}$ (10^{-3} s^{-1}) y que a su vez ésta se reduce para valores mayores ó menores de $\dot{\epsilon}$. Diversos experimentos muestran que tanto la ductilidad, el σ y la $\dot{\epsilon}$ aumentan cuando aumenta la temperatura de ensayo [18-20].

La deformación superplástica es un proceso controlado por la difusión, por lo cual la $\dot{\epsilon}$ puede ser expresada usando la ecuación general para el flujo en estado estacionario en alta temperatura dada por Mukherjee: [6, 9, 12, 17]

$$\dot{\epsilon} = AD_0 Gb/kT (b/d)^p (\sigma/G)^n \exp (-Q/RT) \quad (1.2)$$

Donde: D_0 =Coeficiente de difusión, Q =Energía de activación para la difusión, R =Constante universal de los gases, T =Temperatura absoluta, G =Modulo de Corte, A =Constante dependiente de la microestructura, K =Constante de Boltzmann, b =Vector de Burgers, d =Tamaño de grano, p =Exponente inverso del tamaño de grano y n =Exponente de esfuerzo.

1.5- ASPECTOS MICROESTRUCTURALES DE LA SUPERPLASTICIDAD

Los aspectos microestructurales del fenómeno de superplasticidad involucran la forma y el tamaño de grano, el resbalamiento y la migración del borde de grano, la rotación y el reacondicionamiento de los granos y la actividad de las dislocaciones durante la deformación [6, 19].

FORMA Y TAMAÑO DE GRANO: Diversos estudios han comprobado que la forma de los granos permanece equiaxial aun después de severas deformaciones, lo cual es atribuido al resbalamiento de bordes de grano (GBS), aunque existen reportes de ligeras elongaciones de los granos en algunas aleaciones [6]. La cantidad de deformación superplástica obtenida es inversamente proporcional al tamaño de grano, de ahí que para alcanzar altas deformaciones sea necesario un tamaño de grano fino. Otra característica microestructural importante es que el tamaño de grano se mantiene constante durante la deformación superplástica. Sin embargo el crecimiento de éste se ha reportado que ocurre eventualmente [6, 18].

RESBALAMIENTO Y MIGRACIÓN DE BORDES DE GRANO: El mecanismo principal que origina la deformación superplástica es el resbalamiento de bordes de grano (GBS) y se ha demostrado que la cantidad y velocidad de este resbalamiento está condicionada al tipo de interface donde tiene lugar (α - α , β - β , α - β), puesto que cada una tiene diferentes valores para la difusividad de los bordes de grano. Un estudio reveló que en la región II correspondiente al comportamiento superplástico, el resbalamiento ocurre con mayor facilidad en aquellos bordes de grano que están a 45° con respecto al eje de tensión [6]. La migración de bordes de grano contribuye con la deformación superplástica al facilitar el mecanismo de GBS y ayudar a mantener la estructura de la interface durante el mismo [19].

ROTACIÓN Y REACOMODO DE GRANOS: Durante el GBS existen diferencias en la resistencia al resbalamiento de las interfaces presentes que originan esfuerzos de fricción entre estas interfaces, lo que a su vez genera la rotación de los granos [19]. Diferentes estudios han revelado que los granos nunca rotan más de 45° y que el sentido de rotación cambia constantemente durante la deformación [6]. Por otro lado, durante la deformación superplástica las dimensiones de la probeta cambian y dado que los granos no cambian de tamaño y forma, es necesario entonces que estos se reacondicionen por sí mismos moviéndose de su plano original en la probeta. Este reacondicionamiento tridimensional de los granos se lleva a cabo por el resbalamiento en las interfaces [19].

ACTIVIDAD DE LAS DISLOCACIONES: La actividad de las dislocaciones durante la deformación superplástica fue cuestionada durante mucho tiempo debido a la dificultad que implica la medición de ésta, sin embargo trabajos recientes apoyados en técnicas de caracterización como la Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) y diferentes estudios

de textura han demostrado que dicha actividad está presente generalmente en forma de deslizamiento y trepado de dislocaciones. Las dislocaciones ayudan durante el acomodo del GBS a baja rapidez de deformación ($\dot{\epsilon}$), mientras que a una $\dot{\epsilon}$ elevada contribuyen con el deslizamiento intragranular provocado por el resbalamiento y rotación de los granos al deformarse [6, 19].

1.6- NATURALEZA DEL FENÓMENO DE RESBALAMIENTO DE BORDES DE GRANO, GRAIN BOUNDARY SLIDING (GBS)

El resbalamiento de bordes de grano (GBS) representa físicamente el desplazamiento que ocurre cuando, en respuesta a un esfuerzo externo, dos granos se resbalan uno sobre otro con un movimiento que se apoya en la vecindad de la interface entre ambos. Existen dos tipos de GBS, el primero es llamado resbalamiento *Rachinger*, y se refiere al desplazamiento entre dos granos adyacentes sin que estos cambien de forma. Como en la práctica los granos tienen una forma irregular, debe de producirse un mecanismo de acomodo de movimiento de dislocaciones intragranulares en uno ó ambos granos para facilitar el resbalamiento. El segundo es llamado resbalamiento *Lifshitz* e involucra la aparición de nuevos bordes como consecuencia de un proceso de flujo de vacancias (*Diffusion Creep*) por efecto de un esfuerzo externo y se considera como un proceso de autoacomodo [11]. Con base en el hecho de que la forma equiaxial de los granos se mantiene después de la deformación superplástica, se establece que el tipo de GBS que predomina en la deformación superplástica es el resbalamiento *Rachinger* [11].

A través de diferentes estudios se ha comprobado que la contribución del GBS es mucho mayor en la región II que en las regiones I y III [21, 23]. Debido a la importancia del GBS en la región II se debe cuantificar la contribución del mismo a la deformación total alcanzada. Esta contribución se representa con la letra griega ξ y se calcula a partir de $\xi = \epsilon_{\text{gbs}} / \epsilon$, donde ϵ_{gbs} es la deformación debida al GBS y ϵ es la deformación total.

El proceso experimental para medir esta deformación consiste en marcar líneas sobre los granos antes de la deformación para después cuantificar el desplazamiento evidenciado por el desfase de estas líneas. Para el cálculo de ϵ_{gbs} es necesario entonces expresar el desplazamiento entre dos granos como un vector con tres componentes (u, v, w) y definir los ángulos θ y ψ como se muestra en la Figura 1.3. Diversos estudios [22-24] han reportado valores de ξ entre 50 y 70%, quedando aparentemente perdido entre un 30 y 50%.

Sin embargo estudios mas recientes hechos por Langdon [23] consideran que la forma de cuantificar esta contribución no es correcta debido a que las observaciones superficiales no representan en su totalidad el mecanismo que ocurre internamente en el material cuando es deformado superplasticamente. Estos estudios, que plantean un diferente método de estimación, han revelado que la contribución del GBS a la deformación superplástica puede llegar a ser de hasta el 90%.

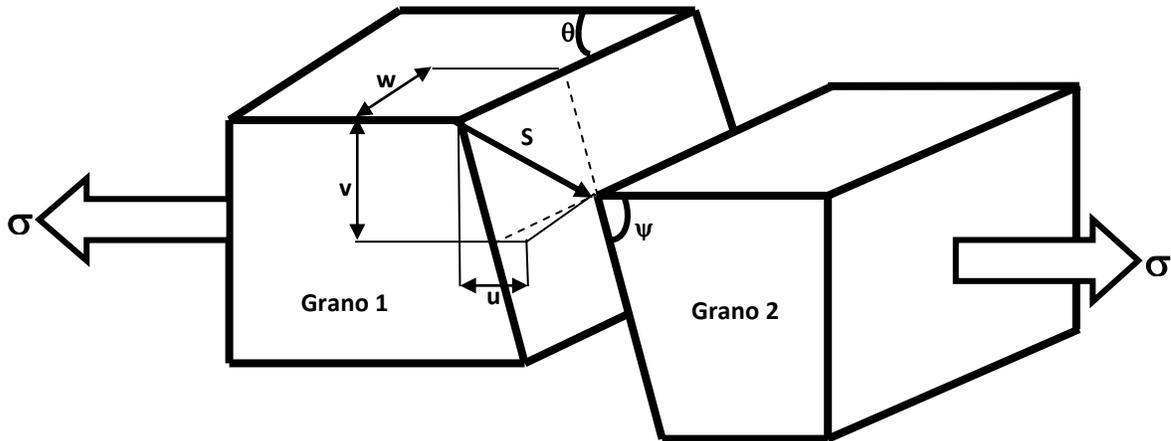


Figura 1.3 Descripción del proceso de GBS mostrando las tres componentes (u , v , w) del vector de resbalamiento S [23].

1.7- MODELOS TEÓRICOS PARA EL MECANISMO DE LA SUPERPLASTICIDAD

Aunque varios mecanismos de deformación superplástica pueden ocurrir al mismo tiempo, usualmente solo uno causa la $\dot{\epsilon}$ más rápida y por lo tanto es el mecanismo dominante sobre un rango de deformación, temperatura y tamaño de grano. Todos los estudios sobre superplasticidad han revelado que el mecanismo operante durante la deformación superplástica es el resbalamiento de bordes de grano (GBS), sin embargo para favorecer este mecanismo y para mantener el contacto entre los granos (estabilidad) durante el mismo, un transporte extensivo de material, es decir un proceso de acomodación, es necesario [18]. Este proceso de acomodación es parte del mecanismo general de la deformación e incluye la migración de bordes de grano, la rotación de los granos y el movimiento de dislocaciones [6]. Dado que el proceso de acomodación es necesario para que ocurra el GBS, es por lo tanto la etapa que controla el mecanismo general de la deformación superplástica [19].

Existen diversos modelos que se han planteado para explicar el fenómeno de la superplasticidad, estos modelos generalmente incluyen diversos procesos de acomodación en conjunción con el GBS. Los modelos propuestos se dividen en:

- Basados en el acomodación por difusión.
- Basados en el acomodación por apilamiento de dislocaciones.
- Basados en el acomodación por movimiento individual de dislocaciones.
- Basados en la combinación de los anteriores (modelos mixtos).

A continuación se discuten los aspectos más importantes de los principales modelos.

1.7.1- MODELOS BASADOS EN EL ACOMODO POR DIFUSIÓN

MODELO DE ASHBY Y VERRALL [25]

Este modelo describe a la superplasticidad como una región de transición entre una etapa a baja ϵ donde se da un flujo de material acomodado por difusión y acompañado por un reacondo de los granos originado por GBS, y otra etapa a elevada ϵ donde ocurre un trepado de dislocaciones controlado por difusión.

El modelo considera que en la primera etapa se mantiene la compatibilidad de los granos durante la deformación mediante un momentáneo pero complejo cambio de forma (acomodo por deformación) acompañado por difusión. Este acomodo debe darse de manera cooperativa en unidades de cuatro granos (Figura 1.4a), asumiendo primero que a una deformación de 0.275 los granos cambian de forma por difusión provocando que los cuatro bordes centrales se unan en un solo punto (Figura 1.4b), y que posteriormente esta unión desaparece y forma un borde limitado por dos puntos triples para alcanzar la configuración final de una deformación de 0.55 (Figura 1.4c), manteniéndose así la forma equiaxiada de los granos y la compatibilidad entre ellos.

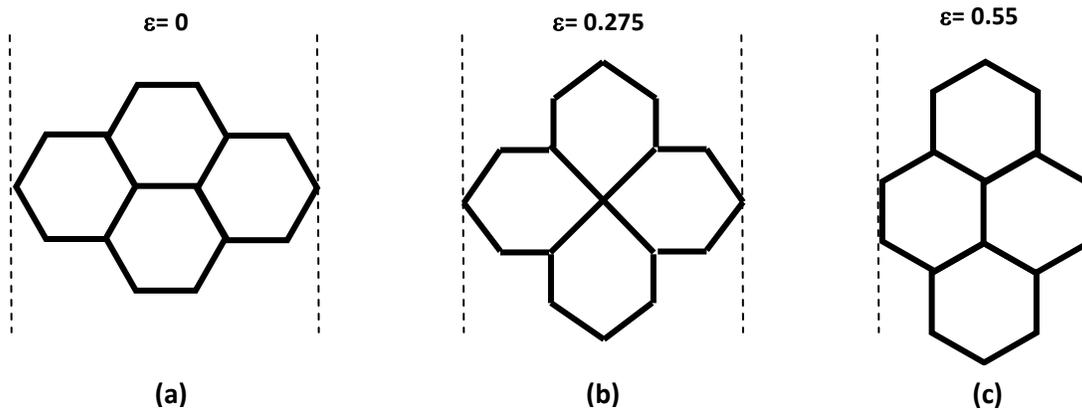


Figura 1.4 Principio del modelo de Ashby y Verrall para el reacondo de granos por difusión [9].

Para esta etapa el modelo plantea los caminos de difusión para alcanzar la configuración de $\epsilon=0.275$ como se ilustra en la Figura 1.5, sin embargo los caminos A y B son necesarios y no fueron incluidos originalmente. Posteriormente Spingarn y Nix notaron que estos caminos de difusión no son posibles físicamente y propusieron otros alternativos que se ilustran en la Figura 1.6 [9]. Estos nuevos caminos modifican el mecanismo original del reacondo de granos por difusión, sugiriendo entonces el descrito por la Figura 1.7 [9].

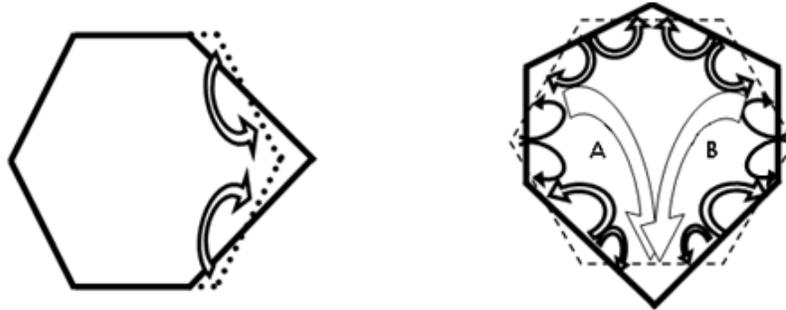


Figura 1.5 Caminos de difusión durante el reajuste de granos a una $\epsilon=0.275$ en el modelo de Ashby y Verrall [9].

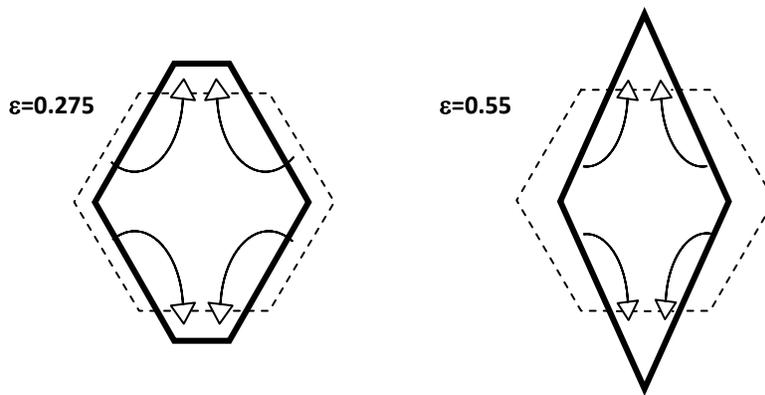


Figura 1.6 Caminos de difusión modificados para el modelo de Ashby y Verrall [9].

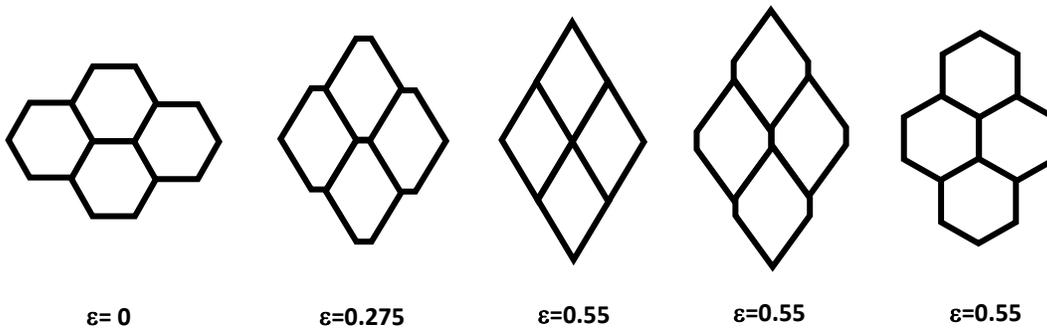


Figura 1.7 Principio del modelo de reajuste de granos por difusión modificado por Spingarn y Nix [9].

En la segunda etapa a elevada ϵ , la deformación es provocada por el cambio de forma de granos individuales. El modelo plantea que en la región de transición (a valores intermedios de ϵ), los dos mecanismos operan simultáneamente pero de forma

independiente, por lo tanto la rapidez de deformación total ($\dot{\epsilon}_{\text{Total}}$) es la suma de las $\dot{\epsilon}$ de cada etapa.

$$\dot{\epsilon}_{\text{Total}} = \dot{\epsilon}_{\text{Etapa 1}} + \dot{\epsilon}_{\text{Etapa 2}} \quad (1.3)$$

Para cada una de las etapas se tiene:

$$\dot{\epsilon}_{\text{Etapa 1}} = (100 \Omega / kT d^2) (\sigma - 0.72\Gamma / d) D_v [1 + 3.3\delta / d (D_{gb} / D_v)] \quad (1.4)$$

$$\dot{\epsilon}_{\text{Etapa 2}} = A(D_v G b / kT) (\sigma / G)^n \quad (1.5)$$

Donde: Ω = Volumen atómico, Γ = Energía libre del borde de grano, δ = Espesor del borde, D_v = Coeficiente de difusión volumétrico y D_{gb} = Coeficiente de difusión del borde de grano.

Este modelo se ajusta muy bien a las observaciones microestructurales de los materiales superplásticos [6, 19]. Sin embargo falla en algunos aspectos tales como la predicción de los valores para las energías de activación de las regiones I y II y la dependencia de la temperatura y el tamaño de grano [6, 12].

1.7.2- MODELOS BASADOS EN EL ACOMODO POR APILAMIENTO DE DISLOCACIONES

MODELO DE BALL Y HUTCHISON [26]

Este modelo propone que en la región II grupos de cuatro granos se resbalan como una unidad hasta que un grano que esta orientado desfavorablemente obstruye el proceso (Figura 1.8), generando así una concentración de esfuerzos que es posteriormente relevada por la generación de dislocaciones dentro del grano que obstruye el proceso. Estas dislocaciones se mueven a través del grano y se apilan sobre el borde de grano, hasta que disminuye la concentración de esfuerzos previa, parando así la generación de dislocaciones. Las dislocaciones apiladas en el borde pueden después trepar dentro y a lo largo del borde de grano para aniquilarse.

Por otro lado Mukherjee [27] propuso una modificación del modelo anterior en donde el deslizamiento ocurre en granos de manera individual y no en grupos. En este caso las dislocaciones son generadas por defectos presentes en los bordes de grano (escalones) y, al igual que el modelo anterior, atraviesan el grano y se apilan en el borde de éste para después trepar y aniquilarse como se muestra en la Figura 1.9. Para estos modelos la

velocidad de resbalamiento es controlada por la velocidad del trepado de las dislocaciones hacia los sitios de aniquilación en los bordes. Sin embargo para el modelo de Mukherjee la velocidad de formación de dislocaciones también puede llegar a ser el mecanismo que controle la velocidad de resbalamiento y por lo tanto la cinética del proceso de deformación superplástica en general.

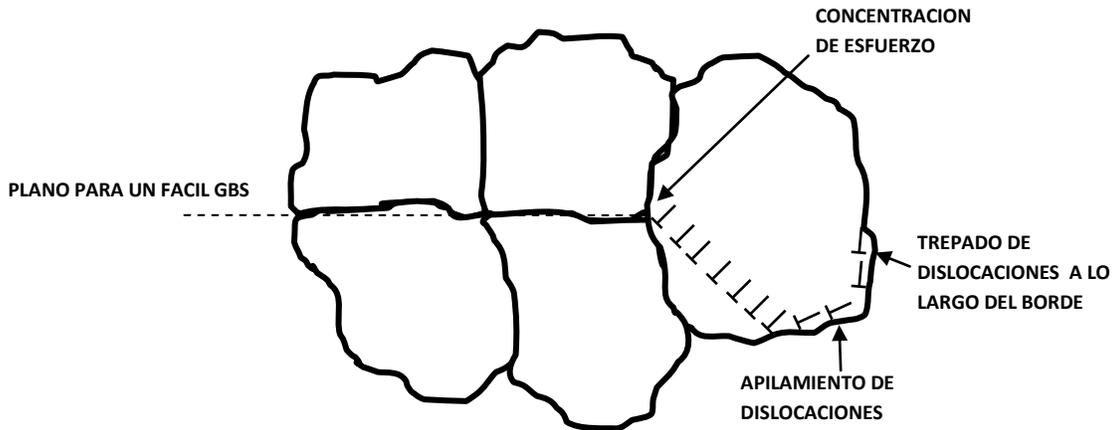


Figura 1.8 Principio del modelo de Ball y Hutchison para el reacomodo de granos por movimiento de dislocaciones [9].

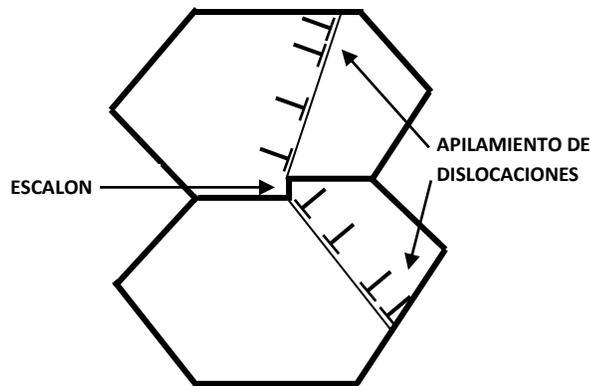


Figura 1.9 Principio de la modificación del modelo de Ball y Hutchison hecha por Mukherjee para el acomodo de los granos, donde las dislocaciones son generadas por escalones en los bordes de grano [18].

Para estos modelos la ecuación de rapidez se expresa de la siguiente manera:

$$\dot{\epsilon} \approx kT / D_{gb} G b \approx A (b/d)^2 (\sigma/G)^2 \quad (1.6)$$

Donde la constante A tiene un valor de 200 para el modelo de Ball y Hutchison (calculado experimentalmente) y de 2 para el de Mukherjee (calculado a partir de la teoría de trepado de dislocaciones).

Los modelos descritos concuerdan con los resultados experimentales de la dependencia de $\dot{\epsilon}$ respecto a la temperatura observados para diversas aleaciones, específicamente en la región II donde se presenta el fenómeno de superplasticidad, sin embargo no predicen la existencia de la región I a bajos valores de esfuerzo y por lo tanto fallan en explicar la relación sigmoideal observada en los experimentos [12].

MODELO DE MUKHERJEE [28]

Este es una modificación hecha por el propio Mukherjee a su modelo original, en la cual propone que la velocidad del GBS es controlada por el movimiento de las dislocaciones en el borde de grano originado por un proceso de trepado y deslizamiento de dislocaciones. Además propone que la compatibilidad entre los granos se mantiene por un proceso de trepado de dislocaciones de borde a lo largo del borde controlado por difusión. Para este modelo la combinación del GBS y del proceso de trepado de dislocaciones provoca un rearrreglo de los granos que evita la elongación de los mismos durante la deformación superplástica. La ecuación de rapidez es igual a la ecuación 1.6 con la diferencia de que el valor de la constante oscila entre 75 y 150.

MODELO DE GIFKINS [29,30]

Este modelo considera que el GBS se lleva a cabo por el movimiento de dislocaciones del borde de grano que se apilan en puntos triples, provocando una concentración de esfuerzos que es relajada por la disociación de la dislocación principal (la primera al frente). Las dislocaciones resultantes son capaces de moverse en los otros dos límites que forman el punto triple, permitiendo de esta manera el acomodo para el GBS. Estas nuevas dislocaciones trepan ó se deslizan dentro ó cerca de estos dos límites hasta encontrarse una con otra, al ocurrir esto pueden aniquilarse ó combinarse para formar diferentes dislocaciones de borde de grano, como se muestra en la Figura 1.10. El mecanismo anterior puede provocar la rotación del grano. Nuevamente la ecuación para describir este modelo es la misma que la ecuación 1.6, excepto que el valor de la constante es 64.

Otra de las características de este modelo es que no requiere que la compatibilidad entre los granos se mantenga durante la deformación, puesto que las observaciones realizadas por Gifkins confirman que existe un incremento en el área superficial del espécimen durante la deformación, el cual es atribuido a material que emerge (nuevos granos) proveniente de planos adyacentes que llenan huecos creados durante la deformación. Estos nuevos granos que emergen llenan los huecos por un mecanismo de GBS. En la Figura 1.11 se ilustra el rearrreglo de granos contemplando este material emergido.

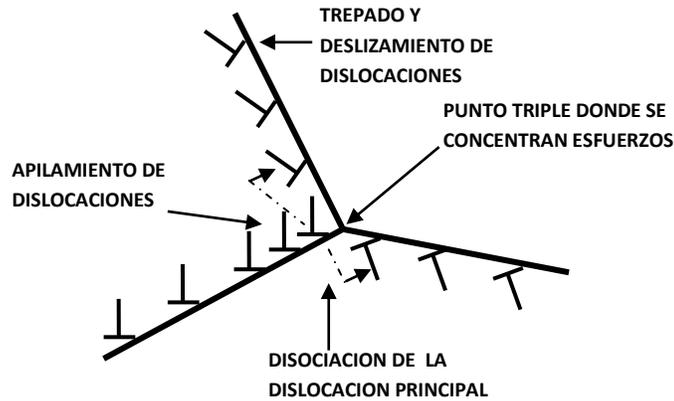


Figura 1.10 Principio del modelo de Gifkins para el reacomodo de granos por deslizamiento y trepado de dislocaciones a lo largo del borde de grano [18].



Figura 1.11 Esquema de la forma en que el material emerge para llenar los huecos creados durante la deformación propuesta en el modelo de Gifkins [34].

Por otro lado Gifkins utiliza en su modelo una analogía con la forma de las capas de la tierra para describir el borde de grano y el interior del mismo. En dicha descripción llamada de “manto y corazón”, se asume que el proceso de acomodo para el GBS ocurre dentro de la capa viscosa exterior (manto) que rodea al centro rígido del grano (corazón). Si se considera un arreglo bidimensional de granos con forma hexagonal, entonces el ancho del manto debe de ser de 0.07 veces el diámetro de grano para que el proceso de GBS ocurra (Figura 1.12).

Recientemente este concepto ha sido utilizado por Mayo y Nix [6], para describir la deformación superplástica, proponiendo que el espesor del manto puede ser variable y es función del esfuerzo aplicado, también proponen que en el manto la deformación ocurre de manera más rápida que en el corazón del grano.

La mayor objeción que todos estos modelos tienen es el hecho de que el apilamiento de dislocaciones no se observa con frecuencia, además de que estas dislocaciones podrían no ser muy estables a elevadas temperaturas. Por otro lado, al no incorporar el fenómeno de rotación de granos, estos modelos predicen una elongación de los mismos, lo que se contrapone a la mayoría de las observaciones microestructurales de aleaciones superplásticas.

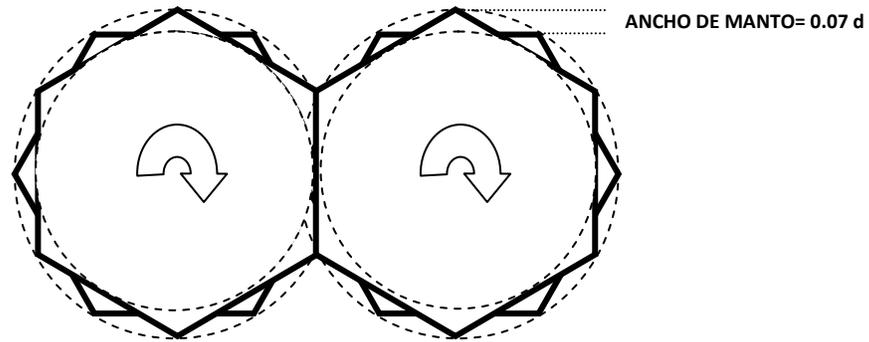


Figura 1.12 Esquema del concepto de "Manto y Corazón" propuesto por Gifkins para llevar a cabo el GBS [34].

MODELO DE GITTUS [31]

Específicamente este modelo fue establecido para la deformación en materiales bifásicos (aleaciones superplásticas). En él se propone que el GBS se origina gracias a dislocaciones de borde de grano que se apilan en los bordes de la interface, para después trepar hacia los alrededores de los mismos, este mecanismo se repite al crearse más dislocaciones en la interface que reemplazan a las que se movieron y treparon. Este mecanismo provoca un flujo de material que permite que los granos cambien de forma para preservar la compatibilidad entre ellos. Gittus propone además que un mecanismo de intercambio de granos similar al propuesto por Ashby y Verrall ocurre durante la deformación. De acuerdo a este modelo la ecuación para la rapidez de deformación está dada por:

$$\dot{\epsilon}kT / D_{igb}Gb = 53.4(b/d)^2 \{(\sigma - \sigma_0)/G\}^2 \quad (1.7)$$

1.7.3- MODELOS BASADOS EN EL ACOMODO POR MOVIMIENTO INDIVIDUAL DE DISLOCACIONES

MODELO DE HAYDEN, FLOREEN Y GOODELL [32]

Este modelo es similar al de Ball y Hutchison y predice que el GBS es controlado por la velocidad con que fluyan dislocaciones intragranuales, las cuales son creadas en el límite de grano, en puntos triples y en defectos dentro del grano (escalones). Al igual que otros modelos, las dislocaciones atraviesan el grano por medio del trepado y el deslizamiento, para después trepar individualmente, sin formar apilamiento, hacia el límite del grano que se opone al resbalamiento, donde son aniquiladas.

El modelo postula también la existencia de una temperatura crítica T_c , donde ocurre una transición en el mecanismo de difusión que controla el trepado de las dislocaciones. Además propone que la rapidez de resbalamiento de los granos está relacionada con la velocidad del movimiento de las dislocaciones intragranulares a través de una constante geométrica (K) que puede ser independiente de la naturaleza de la aleación y de la temperatura. Este modelo propone las siguientes ecuaciones para la región superplástica:

$$\dot{\epsilon} kT / D_{gb}Gb = K (b/d)^3 (\sigma/G)^2 \quad (1.8)$$

Para $T < T_c$, y:

$$\dot{\epsilon} kT / D_{gb}Gb = K (b/d)^2 (\sigma/G)^2 \quad (1.9)$$

Para $T > T_c$.

1.7.4- MODELOS MIXTOS

MODELO DE SPINGARN Y NIX [33]

Este modelo considera que la deformación ocurre debido a un deslizamiento intragranular a lo largo de bandas de deslizamiento, que es bloqueado por bordes de granos, resultando en la generación de esfuerzos que son acomodados por un flujo difusional en el borde. El espaciamiento entre las bandas de deslizamiento decrece conforme $\dot{\epsilon}$ crece. Cuando el esfuerzo generado es pequeño el espaciamiento entre estas bandas es igual al tamaño de grano y por lo tanto la ecuación para la $\dot{\epsilon}$ es:

$$\dot{\epsilon} kT / D_{gb}Gb = 100 (b/d)^3 (\sigma/G) \quad (1.10)$$

Cuando la cantidad de esfuerzo generado es mayor el espaciamiento entre las bandas se considera igual al tamaño del subgrano y por lo tanto la ecuación se modifica, quedando:

$$\dot{\epsilon} kT / D_{gb}Gb = \text{Const. } (d/b)^3 (\sigma/G)^5 \quad (1.11)$$

Este modelo ha mostrado concordancia con diversos resultados experimentales, sin embargo, el modelo se basa en la presencia de subgranos y bandas de deslizamiento, las cuales no son observadas con frecuencia en la deformación superplástica, además de que falla en explicar alguna características microestructurales tales como el intercambio de granos durante el GBS.

1.7.5- CONCLUSIONES SOBRE LOS MODELOS TEÓRICOS PARA EL MECANISMO DE LA SUPERPLASTICIDAD

Todos los modelos anteriores están basados en descripciones fenomenológicas y han sido enfocados en el fenómeno del GBS y en el proceso de acomodación que la estructura debe de llevar a cabo para facilitar la ocurrencia del mismo. Es claro que el fenómeno de la superplasticidad es todavía complejo de explicar ya que ningún modelo ó teoría puede adecuarse en su totalidad a las observaciones experimentales realizadas en diversas aleaciones, debido a esto se ha concluido que posiblemente más de un mecanismo opera en secuencia durante el flujo superplástico.

Recientemente Gifkins [34] sugirió la idea de que diversos “micromecanismos” ocurren de manera local para llevar a cabo el proceso de acomodación para el GBS a diferencia de las teorías clásicas que proponen un único mecanismo. Esta propuesta ha llevado al concepto del “efecto de la micromultiplicidad” que se muestra en la Figura 1.13. Este efecto provee diferentes caminos cercanamente espaciados en tres dimensiones para el GBS y sugiere que los mecanismos para el acomodo pueden ser el intercambio de granos, trepado y deslizamiento de dislocaciones, rotación de granos y granos emergidos entre otros. Este concepto parece ser el más adecuado, sin embargo el planteamiento de un modelo matemático se dificulta por la misma naturaleza compleja del mismo.

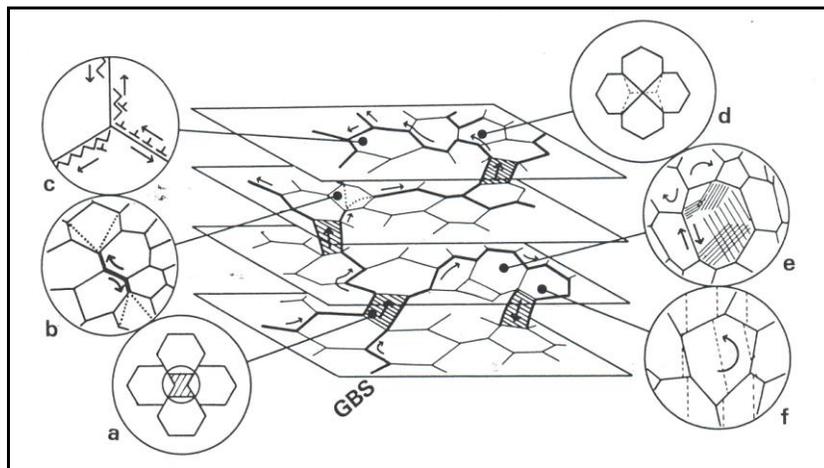


Figura 1.13 Esquema del efecto de micromultiplicidad que muestra los diferentes caminos en tres dimensiones para el acomodo del GBS: a) Granos que emergen, b) Fluencia Friedel, c) Trepado y deslizamiento de dislocaciones, d) Intercambio de granos, e) Deslizamiento localizado en granos alargados y f) Rotación de granos [34].

1.8- CAVITACIÓN Y FALLA DURANTE LA SUPERPLASTICIDAD

La falla de los materiales en tensión a elevadas temperaturas puede ocurrir ya sea por la formación de un encuellamiento externo que concentra el esfuerzo, ó bien por la presencia de “cavitación” interna (presencia de cavidades o poros internos), la cual puede representar puntos para iniciar agrietamiento y por la tanto fractura [6]. En general las aleaciones superplásticas no exhiben encuellamiento externo cuando son ensayadas bajo condiciones normales, por lo que un flujo localizado durante la deformación es poco probable, sin embargo Langdon [35] realizó experimentos para la aleación Zn-22Al y comprobó que existe un flujo localizado en las regiones I y III para deformaciones mayores al 100%, es decir la deformación no es uniforme en estas regiones, por el contrario en la región II, donde se presenta la superplasticidad, la deformación es uniforme y el flujo permanece constante para valores de deformación de hasta 800%.

Diferentes trabajos han establecido el papel relevante que tiene el fenómeno de la cavitación en la falla de los materiales superplásticos [35-37]. La falla por cavitación involucra la nucleación de cavidades, además del crecimiento y la interconexión de las mismas [6]. Se ha demostrado que las cavidades pueden estar presentes en el material antes de la deformación y tienen su origen en el tratamiento termomecánico al que se sujetan las aleaciones superplásticas para obtener la estructura de granos finos. Otros estudios sugieren además que estas cavidades también nuclean continuamente durante la deformación y que la energía para su nucleación es obtenida del proceso de GBS, concluyéndose que las cavidades pueden nuclearse si la concentración de esfuerzos generada durante el GBS no es relajada con suficiente rapidez [6].

Una vez nucleada la cavidad esta puede crecer por medio de dos mecanismos, uno basado en la difusión de vacancias dentro de la cavidad y otro basado en la deformación plástica de la matriz que rodea la vacancia por un proceso de fluencia de vacancias de baja intensidad [6,37]. Para ambos mecanismos de crecimiento se han establecido relaciones matemáticas. Los estudios han demostrado la existencia de un valor de radio crítico de la cavidad por debajo del cual el crecimiento sucede por el mecanismo de difusión, mientras que a valores mayores que el radio crítico, el crecimiento se debe al mecanismo de deformación plástica en la matriz circundante a la cavidad. Finalmente trabajos recientes han revelado que la mejor forma de controlar el fenómeno de cavitación es realizando la deformación dentro de una atmósfera de gas a presión hidrostática [6].

1.9- SUPERPLASTICIDAD USANDO ALTA RAPIDEZ DE DEFORMACIÓN

Los materiales superplásticos exhiben altas elongaciones, sin embargo estos valores solo son alcanzados en un rango de $\dot{\epsilon}$ de entre 10^{-3} y 10^{-5} s^{-1} . Estos valores son muy bajos para poder pensar en alguna aplicación industrial de producción en masa, y por lo tanto la posibilidad del formado superplástico es limitado. Recientemente los estudios se han encaminado a obtener propiedades superplásticas a elevada $\dot{\epsilon}$ ($<10^{-2} \text{ s}^{-1}$) para poder

aprovechar la capacidad de estos materiales en el formado de formas complejas. La superplasticidad en alta $\dot{\epsilon}$ fue originalmente encontrada en un compuesto de carburo de silicio en 1984 y en una aleación IN9021 en 1985 [8]. Desde la década de los noventa las investigaciones se centraron en desarrollar esta propiedad en diversas aleaciones destacando los resultados en aleaciones base aluminio.

Se ha concluido que la rapidez de deformación necesaria para alcanzar importantes deformaciones es inversamente proporcional al tamaño de grano, por lo tanto para alcanzar deformaciones superplásticas en alta $\dot{\epsilon}$ es necesario que la microestructura tenga un tamaño de grano menor a 5 μm . [8]. Para alcanzar estos tamaños de grano se han planteado diversas técnicas de refinamiento, destacando las siguientes:

- Recristalización dinámica.
- Tratamiento termomecánico.
- Consolidación de polvos amorfos o nanocristalinos.
- Aleado mecánico.
- Depositación física de vapor.
- Deformación plástica severa.

Existen diversos trabajos que han incorporado las anteriores técnicas de refinamiento de grano antes mencionados, sin embargo la mas documentada y la que mejores resultados ha dado es la deformación plástica severa (SPD) mediante ECAP (*Equal Channel Angular Pressing*) [38-39]. En el ECAP una barra de material sólido se hace pasar a través de un dado que posee un canal de sección constante y un ángulo de intersección abrupto, ver Figura 1.14.

La deformación angular es introducida cuando la barra pasa a través del punto de intersección de las dos partes del canal. Como la forma de la barra no sufre cambios dimensionales considerables el proceso puede ser repetido varias veces hasta obtener una deformación excepcional refinando así la microestructura. La deformación equivalente producida por ECAP es determinada por el ángulo entre las dos partes del canal (Φ) y el ángulo que abarca la curvatura del vértice exterior a las dos partes del canal de intersección (Ψ). Otro nombre con el cual es conocida esta técnica es ECAE (*Equal Channel Angular Extrusión*).

Se ha determinado que al igual que para el proceso de deformación superplástica convencional, el resbalamiento de bordes de grano (GBS), es el mecanismo dominante durante el flujo superplástico a una elevada $\dot{\epsilon}$, sin embargo si el proceso de GBS no es acomodado completamente, la presencia de un alto volumen de la segunda fase en una aleación superplástica actúa como concentrador de esfuerzos cuando el material es deformado en alta $\dot{\epsilon}$, esto contribuye a la formación excesiva de cavitación y a la fractura prematura. Lo anterior sucede ya que los procesos de acomodación para el GBS necesitan tiempo (difusión y movimiento de dislocaciones).

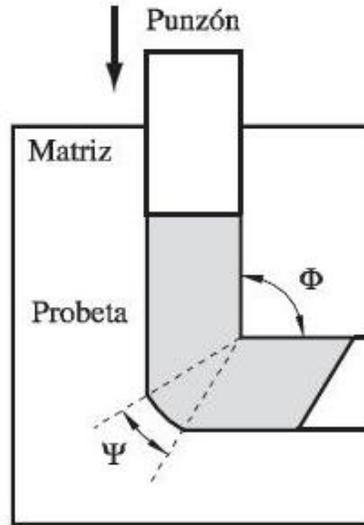


Figura 1.14 Principio del método de deformación severa ECAP (Equal Channel Angular Pressing) [40].

Otros trabajos realizados para alcanzar deformación a elevada rapidez de deformación involucran temperaturas mayores a las convencionales para la deformación superplástica, por lo tanto la presencia de una fase líquida es posible, creyéndose que esta fase juega un papel importante en el proceso de acomodación del GBS durante la deformación en alta $\dot{\epsilon}$ y por lo tanto un mecanismo basado en esta fase líquida es atribuido a la deformación superplástica en alta $\dot{\epsilon}$ [8]. Sin embargo esta teoría todavía no ha sido completamente avalada. Hasta el momento todavía no existe ninguna teoría concluyente sobre el mecanismo que actúa en la deformación superplástica en alta $\dot{\epsilon}$, pero se piensa que al igual que en la deformación convencional el proceso de GBS juega un papel importante aunque se cree que los procesos de acomodo para éste deben de ser diferentes a los tradicionales [8].

1.10- CONFORMADO SUPERPLÁSTICO

El fenómeno de la deformación superplástica representa una importante herramienta para diversas aplicaciones tecnológicas. La principal ventaja de un material superplástico es que una gran cantidad de deformación es producida con una fuerza pequeña, por lo que es económicamente viable utilizar esta ventaja para obtener productos de formas complejas mediante operaciones de termoformado similares a las utilizadas en la industria de los plásticos. Ejemplos de lo anterior son la utilización exitosa de aleaciones de titanio en la fabricación de partes aeroespaciales.

El termoformado es un término que se aplica cuando se da forma a una hoja de algún material termoplástico, para fabricar formas abiertas a menudo complejas como recipientes y otras partes. En el termoformado se emplea una abrazadera que sujeta la hoja alrededor

de su perímetro, un sistema de calentamiento y una matriz o molde. El proceso de conformado para tomar la forma de la matriz se puede lograr por medios mecánicos o por presión de aire [41]. En el termoformado se tiene especial cuidado en el control del espesor de la pared de la pieza mediante la secuencia planeada de operaciones. La Figura 1.15 muestra el esquema de las posibilidades del proceso de termoformado y la secuencia que se sigue en cada una de ellas.

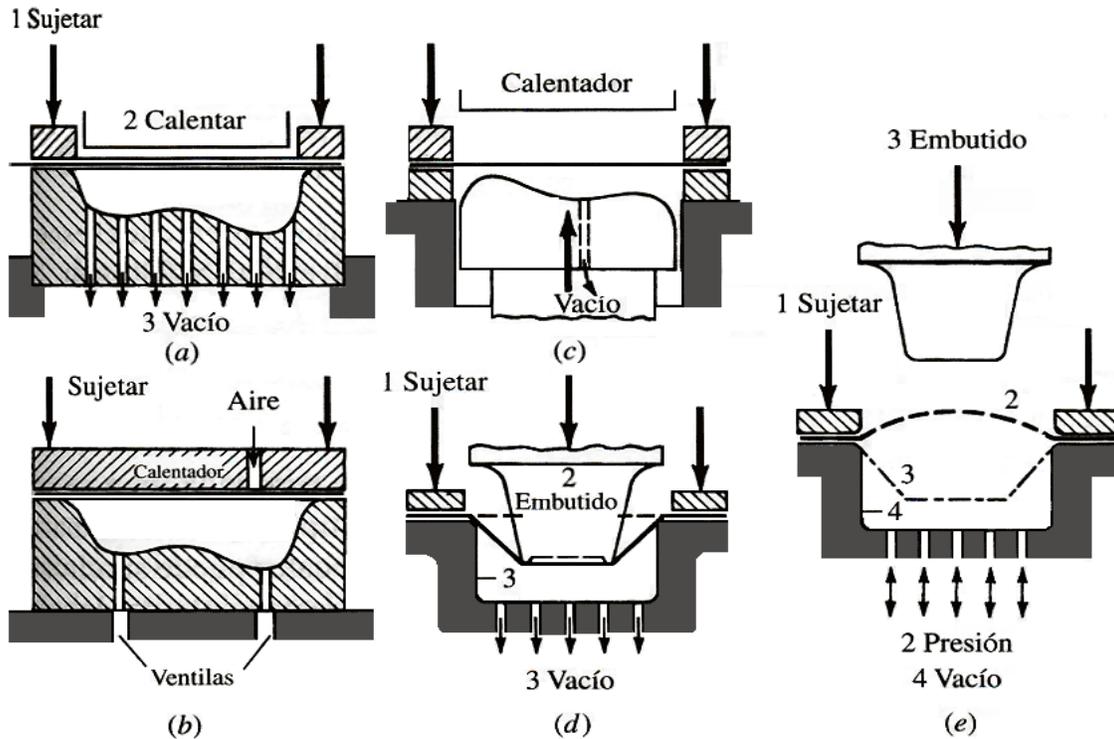


Figura 1.15 Esquema de las posibilidades del conformado por termoformado. a) Vaciado, b) Presión, c) Cubrimiento por vacío, d) Asistido por un punzón y e) Burbuja a presión asistido por un tapón [41].

CAPÍTULO II

ENSAYOS DE SUPERPLASTICIDAD EN ALTA RAPIDEZ DE DEFORMACIÓN

2.1- INTRODUCCIÓN

El desarrollo experimental del trabajo se dividió en varias etapas. En la primera se obtuvo la aleación Zinalco. En una segunda etapa se maquinaron probetas para ensayos de tensión utilizando una serie de operaciones de conformado mecánico. En la tercera etapa se realizó un tratamiento térmico para inducir en la probeta una estructura superplástica. En la cuarta etapa se realizaron los ensayos de tensión. Finalmente en la última etapa se realizó la caracterización de las probetas deformadas utilizando las técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y la Microscopía de Orientación de Imagen utilizando patrones de difracción de electrones retrodispersados (OIM-EBSD).

2.2- OBTENCIÓN DE LA ALEACIÓN ZINALCO

La aleación Zinalco ^{MR} llamada así por las primeras letras de los metales que la forman: **Zinc**, **Al**uminio y **Cobre** [42] es el resultado de investigaciones del Dr. Gabriel Torres Villaseñor realizadas a partir de 1972 en el Instituto de Investigación en Materiales (IIM) de la UNAM [42], cuyo objetivo era la búsqueda de nuevas aplicaciones para estos metales.

Para el proceso de colada continua la aleación en estado líquido se vació a una temperatura registrada de 650 °C en una máquina de colada que consiste de un molde de cobre con un fondo falso adecuado con un sistema de enfriamiento como se observa en la Figura 2.1. Una vez que el molde es llenado con el metal líquido, éste comienza a solidificar por efecto de la extracción del calor del molde y por un sistema interno de enfriamiento a base de agua. Al mismo tiempo que el vaciado continúa, la sección parcialmente solidificada comienza a descender mediante un sistema mecánico que sostiene el fondo falso. Finalmente un sistema de enfriamiento secundario a base de chorros de agua completa la solidificación de la barra.

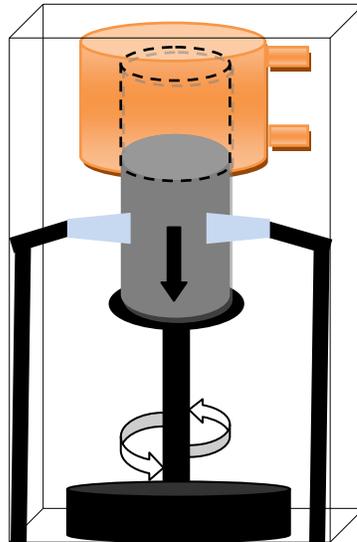


Figura 2.1 Esquema del proceso de colada continua.

El aspecto y el detalle de los defectos superficiales de la barra de Zinalco se muestran en las Figuras 2.2 y 2.3. La barra obtenida con una densidad calculada de 5.32 g/cm^3 fue maquinada en un torno como se ilustra en la Figura 2.4 para quitar los defectos superficiales. Las dimensiones de la barra después del maquinado fueron de 42 cm de longitud y 3.8 cm de diámetro (Figura 2.5). Esta barra se cortó en 5 partes de aproximadamente 8 cm de longitud utilizando una cortadora marca Struers modelo Discotom y un disco de corte.



Figura 2.2 Barra de Zinalco obtenida por colada continua.



Figura 2.3 Detalle de los defectos superficiales de la barra de Zinalco.



Figura 2.4 Maquinado de la Barra de Zinalco.



Figura 2.5 Barra de Zinalco maquinada.

2.3- FABRICACIÓN DE PROBETAS PARA ENSAYOS DE DEFORMACIÓN SUPERPLÁSTICA

Para fabricar las probetas, las secciones de la barra se sometieron a operaciones sucesivas de extrusión inversa en caliente, laminado en caliente, y maquinado. Para el proceso de extrusión inversa cada sección de la barra fue previamente calentada en una mufla a 290°C durante 25 minutos con el fin de homogenizar la aleación y facilitar el proceso. Las condiciones del proceso se determinaron con base en la referencia [44] y fueron las siguientes: Temperatura de 290 °C, velocidad de extrusión de 7.6 mm/min y como lubricante un aceite aditivo marca Bardahl 2. El proceso se realizó utilizando una máquina de tensión universal Acco-Riehle con capacidad de 25 toneladas. El proceso de extrusión se llevo a cabo de la siguiente manera:

1.- La sección calentada (tocho) se deposita en un dispositivo compuesto de un contenedor metálico de 10 cm de altura y 4 cm de diámetro acoplado a una resistencia eléctrica de 220 volts y un termopar (Figura 2.6).

2.- Se vacía sobre el tocho 100 ml de lubricante de tal modo que el lubricante bañe por completo al tocho.

3.- Se coloca el dado de extrusión con un diámetro de 4 cm (Figura 2.7) sobre el tocho.

4.- Se coloca sobre el dado un ariete.

5.- Se coloca sobre el ariete una placa que sirve para hacer contacto con el cabezal superior.

6.- Se aplica la carga de compresión, esto provoca que el dado comprima el tocho, obligando al material a fluir de manera inversa a través del dado, llevando a cabo así el proceso de extrusión inversa.

El proceso de extrusión inversa se realizó utilizando una carga de 22.6 toneladas y una relación de extrusión de 11, de tal modo que se obtuvieron perfiles de 20.5 mm por 5 mm de sección transversal y 50 cm de longitud. El tiempo total de extrusión para cada tocho fue de 15 minutos aproximadamente.

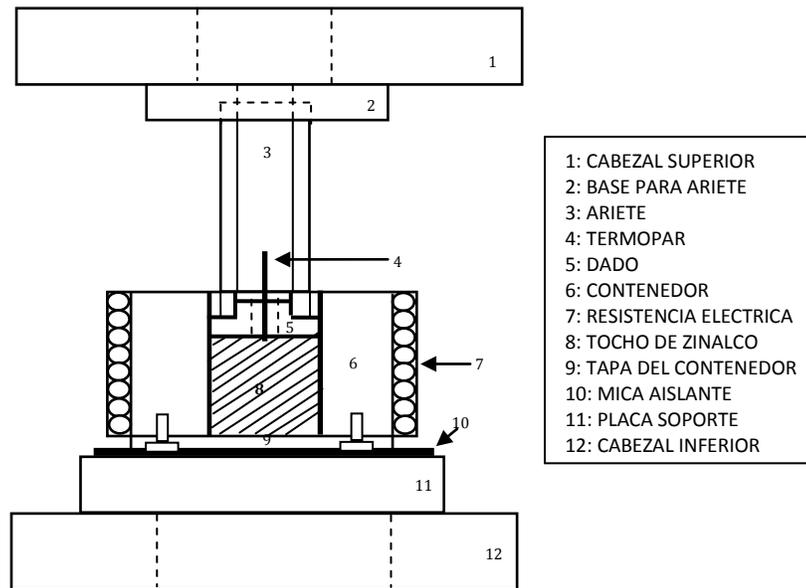


Figura 2.6 Esquema del dispositivo utilizado para la extrusión inversa de los tochos de Zinalco.

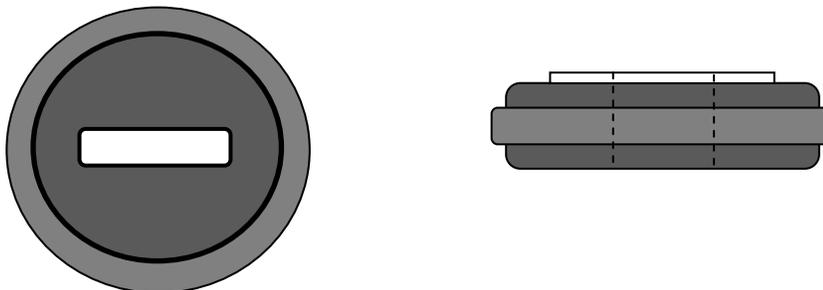


Figura 2.7 Esquema del dado utilizado para la extrusión inversa de los tochos de Zinalco.

Los perfiles obtenidos por extrusión inversa se cortaron en secciones de 10 cm de longitud y se sometieron a pasos sucesivos de laminación en caliente utilizando una laminadora de rodillos con motor de 1.5 HP y con rodillos de 10.4 cm de longitud, 5.52 cm de diámetro y una excentricidad de 1. La secuencia para el proceso de laminación fue la siguiente:

1.- Se calentaron las secciones a una temperatura de 240 °C durante 5 minutos utilizando una parrilla eléctrica.

2.- Se realizaron 3 pasos sucesivos de laminación con una reducción del 20 % en los dos primeros y de 14 % en el tercer paso. Antes de los pasos 2 y 3 la sección fue nuevamente calentada a la temperatura de laminación.

Las laminas obtenidas tuvieron una longitud de aproximadamente 20 cm y un espesor final de 2.6 mm. El proceso de laminación se ilustra en la Figura 2.8. Las secciones laminadas se cortaron para obtener piezas de 3 cm de longitud. Estos cortes pasaron a un proceso de maquinado utilizando una fresadora y un cortador de 3.175 mm de filo para obtener las probetas de tensión.

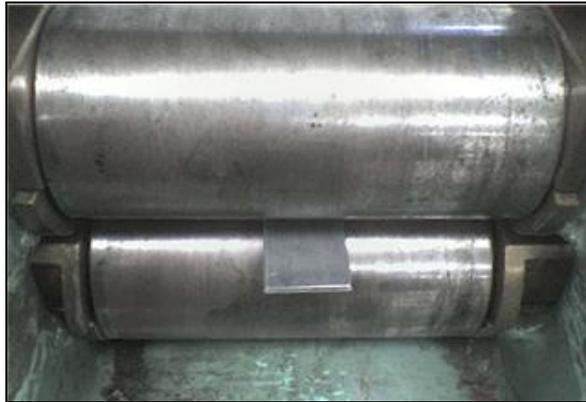


Figura 2.8 Proceso de laminación en caliente de las secciones de Zinalco.

Las dimensiones de las probetas de tensión fueron de 6.35 mm de longitud calibrada, 2 mm de radio de curvatura, 10 mm de longitud entre brazos, 30 mm de longitud total, 5.08 mm de ancho calibrado, 20 mm de ancho total y 2.54 mm de espesor. Aunque el espesor después del paso de laminación fue de 2.6 mm, la medida final fue de 2.54 mm. Esta última se obtuvo en un posterior paso de laminación a temperatura ambiente después del tratamiento térmico. En la Figura 2.9 se muestra el esquema de la forma y las dimensiones de la probeta maquinada.

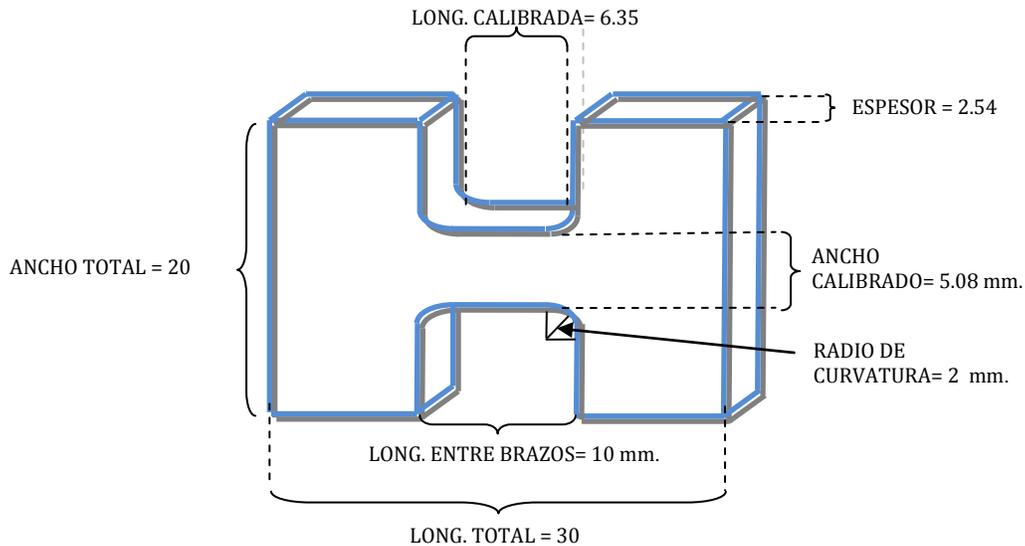


Figura 2.9 Esquema y dimensiones de la probeta maquinada.

2.4- TRATAMIENTO TÉRMICO DE LAS PROBETAS

Las probetas maquinadas fueron sometidas a un tratamiento térmico para obtener una microestructura que consiste de una mezcla de granos equiaxiados muy finos ($< 5 \mu\text{m}$) de las fases α (alfa) y η (eta), que son dos fases presentes en el Zinalco. Esta microestructura ha sido reportada como la adecuada para lograr propiedades superplásticas en la aleación Zinalco [3,4]. El tratamiento térmico realizado fue un temple. Este tratamiento consistió en calentar las probetas en una mufla a 350°C durante una hora, después de la cual, fueron sacadas de la mufla y depositadas en un recipiente con agua a una temperatura de 4°C . La permanencia dentro del recipiente fue de apenas unos segundos después de los cuales las probetas fueron sacadas y limpiadas.

Después del tratamiento, las probetas se sometieron a un último paso de laminación a temperatura ambiente con el fin de romper la coherencia entre los granos de la estructura obtenida por temple. El equipo utilizado fue el mismo que para los pasos de laminación en caliente. La reducción en este paso fue del 2.3%, quedando el espesor de las probetas en 2.54 mm. Antes de realizar los ensayos de tensión, las probetas se prepararon metalográficamente para facilitar su observación en el MEB siguiendo la metodología tradicional de desbaste y pulido. Se utilizaron lijas 400, 500, 600, 1000 y 1200 y paños con pasta de diamante de 3 y $1 \mu\text{m}$ respectivamente. El pulido se realizó a una velocidad constante de 300 rev/min por espacio de 15 minutos.

2.5- ENSAYOS PARA LA DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES SUPERPLÁSTICAS

El primer grupo de ensayos se centró en la obtención de deformaciones superplásticas convencionales en alta temperatura; ya que si bien, hay reportes de que el Zinalco presenta dicho fenómeno a temperatura ambiente [4,5], no existe ningún trabajo previo acerca de la presencia del mismo fenómeno a temperatura elevada. El segundo grupo de ensayos se realizaron con el fin de obtener las deformaciones superplásticas pero a una $\dot{\epsilon}$ mayor a la convencional para materiales superplásticos. Todos los ensayos consistieron en pruebas de tracción realizados en una máquina de tensión universal marca Shimadzu modelo AG-I con capacidad de 100 kN provista de un horno (Figura 2.10). La máquina está conectada a un módulo de control operado con la ayuda de un software de ejecución y análisis de los resultados llamado Trapezium.

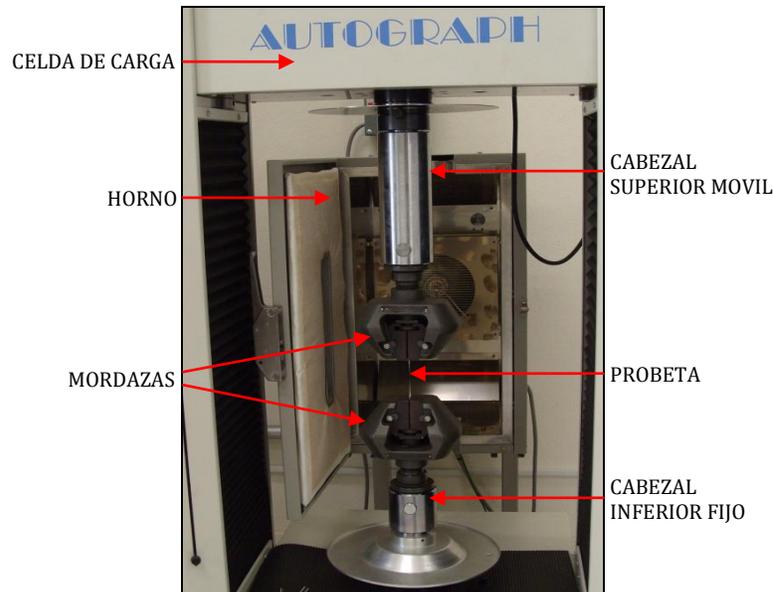


Figura 2.10 Máquina de tensión universal utilizada en los ensayos de deformación superplástica.

Con base en el estudio de Nazari *et al* [45], el cual estableció que el comportamiento superplástico de la aleación Zn-Al-Cu se encontraba en el intervalo de 200 a 250° C ($0.63T_f$ a $0.69T_f$), se decidió que todos los ensayos en este trabajo se realizarían a una temperatura de 240 °C, la cual corresponde a una temperatura homologa (T_H) de 0.68, donde $T_H = T_{abs}/T_f$ (T_{abs} es la temperatura absoluta de trabajo y T_f es la temperatura de fusión). Para esta determinación se tomo la temperatura de fusión para el Zinalco como de 481°C.

Para el primer grupo de ensayos se realizaron los ensayos variando la rapidez de deformación tomando como base los valores reportados para la aleación eutectoide Zn-22%Al [9] por ser esta de una composición muy similar a la del Zinalco. Se realizaron 4 ensayos con valores de $\dot{\epsilon}$ de 1.33×10^{-1} , 6.67×10^{-2} , 1.33×10^{-2} y $1.33 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ respectivamente. La determinación de la $\dot{\epsilon}$ se realizó con base en la relación:

$$\dot{\epsilon} = \frac{\text{Velocidad del Cabezal (mm/s)}}{\text{Longitud Calibrada (mm)}} \quad (2.1)$$

El segundo grupo de ensayos también se realizó a 240°C. Para obtener deformación superplástica en alta rapidez de deformación ($\dot{\epsilon}$), se planteo deformar primero a baja $\dot{\epsilon}$ para permitir un acomodo favorable de la estructura y después deformar en alta rapidez. Se establecieron diferentes secuencias de ensayos, las cuales fueron:

1.- Deformar inicialmente a una $\dot{\epsilon}$ baja ($5.5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) durante 5 minutos seguido de una deformación en alta $\dot{\epsilon}$ hasta la fractura de la muestra. Se realizaron 3 ensayos con valores de alta $\dot{\epsilon}$ de 1×10^{-2} , 1×10^{-1} y 1 s^{-1} .

2.- Deformar inicialmente a una $\dot{\epsilon}$ baja ($5.5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) durante 5 minutos seguido de una deformación en alta $\dot{\epsilon}$ (1 s^{-1}) hasta alcanzar una cantidad de deformación específica. Esta secuencia de deformación se repitió hasta que la muestra se fracturó. Se realizaron 3 ensayos con valores de deformación de 100, 50 y 30% respectivamente.

3.- Deformar inicialmente a una $\dot{\epsilon}$ baja ($5.5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$) durante 5 minutos seguido de una deformación en alta $\dot{\epsilon}$ (1 s^{-1}) hasta alcanzar una deformación del 30 %, seguida de una deformación de $5.5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ por un tiempo específico, después del cual se deformó a 1 s^{-1} otro 30%. Esta última secuencia de deformación se repitió hasta que la muestra se fracturó. Se realizaron 2 ensayos con tiempos de 1 y 2.5 minutos respectivamente.

Para realizar los ensayos, primero se sujetó la probeta maquinada en la mordaza inferior de la máquina de tensión (Figura 2.11), después se colocó el horno de tal modo que cubriera ambas mordazas y se fijó la temperatura de ensayo en 240 °C. Una vez alcanzada la temperatura y transcurridos 15 minutos de calentamiento, se retiró el horno un momento y se sujetó la probeta con la mordaza superior. Después de sujetar la probeta se colocó de nuevo el horno y se esperó hasta alcanzar nuevamente la temperatura de ensayo. Transcurridos 5 minutos y previo ajuste de los parámetros de ensayo (velocidad de ensayo y longitud calibrada de la probeta), se comenzó a realizar el ensayo hasta que la probeta sufriera fractura. Durante todo el ensayo el software de la máquina de tensión registró la elongación y la carga instantánea. En la Figura 2.12 se presenta una imagen de la realización de un ensayo de superplasticidad.



Figura 2.11 Colocación de la probeta en la máquina de tensión universal para realizar los ensayos de deformación superplástica.



Figura 2.12 Realización de un ensayo de deformación superplástica en la máquina de tensión universal.

2.6- CARACTERIZACION DE LA ALEACION EN ESTADO DE COLADA CONTINUA Y DE LAS PROBETAS DEFORMADAS SUPERPLASTICAMENTE

Se realizó la caracterización de la aleación obtenida por colada continua, así como de las probetas ensayadas para obtener propiedades superplásticas en condiciones normales y en alta $\dot{\epsilon}$. Para caracterizar la aleación en estado de colada continua se realizó un análisis químico utilizando Espectroscopia de Absorción Atómica. También se realizó un análisis vía Espectroscopia de Dispersión de Energía de Rayos X (EDX ó EDS) utilizando un Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) marca Philips modelo XL-30 El MEB utilizado se muestra en la Figura 2.13. Además se midió la dureza de la aleación utilizando un durómetro universal.

Para la caracterización en el MEB se realizó primero una preparación metalográfica a la muestra. Todas las imágenes fueron tomadas utilizando un voltaje de 20KV, un spot size de

entre 4.5 y 5, una distancia de trabajo de 10.5 mm y la señal de electrones secundarios. En algunos casos se tomaron imágenes usando la señal de electrones retrodispersados.

En el caso de las muestras deformadas superplasticamente a la temperatura homóloga con alta ϵ , se utilizó además del MEB la técnica de OIM-EBSD (Orientation Imaging Microscopy Electron Backscatter Diffraction) para caracterizar la microestructura del Zinco después de sufrir deformación superplástica. En el apéndice A se presenta un breve resumen de los fundamentos de esta técnica.



Figura 2.13 Microscopio Electrónico de Barrido utilizado en la etapa de caracterización.

Debido a que los patrones de difracción se generan dentro de un pequeño volumen de interacción (50-100 nm) localizado en la superficie de la muestra, la calidad de los patrones es muy sensible a la cantidad de imperfecciones de esta superficie. La preparación de las muestras consistió en una preparación metalográfica utilizando lijas 600, 1000, 1200 y 2000 en la etapa de desbaste, seguido de etapas de pulido grueso y fino con pasta de diamante de 3 y 1 μm respectivamente y glicol como lubricante. El tiempo de pulido para cada etapa fue de 30 minutos. Después de esto la probetas fueron nuevamente pulidas durante una hora utilizando un paño fino con alúmina de 0.05 μm como abrasivo y agua como lubricante. Una etapa final de pulido con una suspensión de silica coloidal como abrasivo fue hecha por espacio de 2 horas.

Una vez preparada, la muestra fue observada en un MEB, en el cual se obtuvo una imagen que después fue procesada con el software OIM Analysis que permite la captura e indexación de patrones de difracción emitidos por la muestra y capturados en un dispositivo que contiene una pantalla de fósforo. Después de la captura de los patrones de difracción se realizó el análisis de los mapas de microestructura y de los gráficos de distribuciones de ángulos de desorientación y de tamaño de grano reconstruidos a partir de dichos patrones utilizando el software OIMDC. Todos los barridos se realizaron utilizando un área de barrido de $18 \times 18 \mu\text{m}$ ($324 \mu\text{m}^2$) y un step size de 0.2 μm . El tiempo de barrido fue de 52 minutos y

el número de puntos totales colectados fue de 9360. Las Figuras 2.14 y 2.15 muestran el equipo utilizado para la técnica de OIM-EBSD.

El Microscopio Electrónico de Barrido y el equipo utilizado para la caracterización con OIM-EBSD se encuentran en el laboratorio de Microscopia Electrónica de Barrido del Instituto de Investigaciones en Materiales (IMM) de la UNAM. Este laboratorio se encuentra a cargo del Dr. Gabriel Torres Villaseñor.



Figura 2.14 MEB utilizado para la técnica de OIM-EBSD.



Figura 2.15 Estación de control para la captura de patrones de difracción.

CAPÍTULO III

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

3.1- INTRODUCCIÓN

En esta sección se presenta la caracterización de la aleación Zinalco en estado de colada. Además se describen y analizan los resultados de las pruebas de tensión para obtener propiedades superplásticas tanto en condiciones normales de temperatura y rapidez de deformación ($\dot{\epsilon}$), como también con alta $\dot{\epsilon}$. Los resultados de las pruebas con alta $\dot{\epsilon}$ se dividieron en los realizados con cambio en la $\dot{\epsilon}$ y en los realizados con etapas sucesivas de cambio en la $\dot{\epsilon}$. El capítulo incluye la caracterización hecha con Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) y con Microscopia por Orientación de Imagen (OIM). Esta última técnica solo fue utilizada en las muestras deformadas con etapas sucesivas de cambio en la rapidez de deformación.

3.2- CARACTERIZACION DE LA ALEACION EN ESTADO DE COLADA CONTINUA

Para la determinar la composición de la aleación de colada, se realizó un análisis químico para los elementos Zn, Al y Cu mediante Espectroscopia de Absorción Atómica. Se hizo también un análisis a varias zonas de la muestra para obtener una composición promedio de ella usando Espectroscopia de Dispersión de Energía de Rayos X (EDX ó EDS) en el Microscopio Electrónico de Barrido

Sobre la aleación obtenida por colada continua se midió la densidad y la dureza. La dureza se midió en la escala Rockwell B utilizando un durómetro universal. También se realizó una caracterización microestructural de la aleación en estado de colada utilizando un Microscopio Electrónico de Barrido marca Phillips modelo XL-30.

3.2.1- DETERMINACIÓN DE LA COMPOSICIÓN, LA DUREZA Y LA DENSIDAD

Los resultados del análisis químico y por EDX se muestran en la Tabla 3.1, mientras que la Figura 3.1 se muestra el espectro de dispersión de energía obtenido por EDX para el Zinalco. En la Tabla 3.2 se presentan los resultados de las mediciones de densidad y dureza.

De las Tablas 3.1 y 3.2 se observa que los valores de la composición, densidad y dureza de la aleación obtenida por colada son muy cercanos a los reportados para el Zinalco [1-3].

Tabla 3.1 Resultados del análisis químico y por EDX de la aleación Zinalco.

ELEMENTO	ANÁLISIS QUÍMICO	ANÁLISIS PROMEDIO VÍA EDX
Zn	77.4	76.87
Al	20.7	21.28
Cu	1.9	1.85

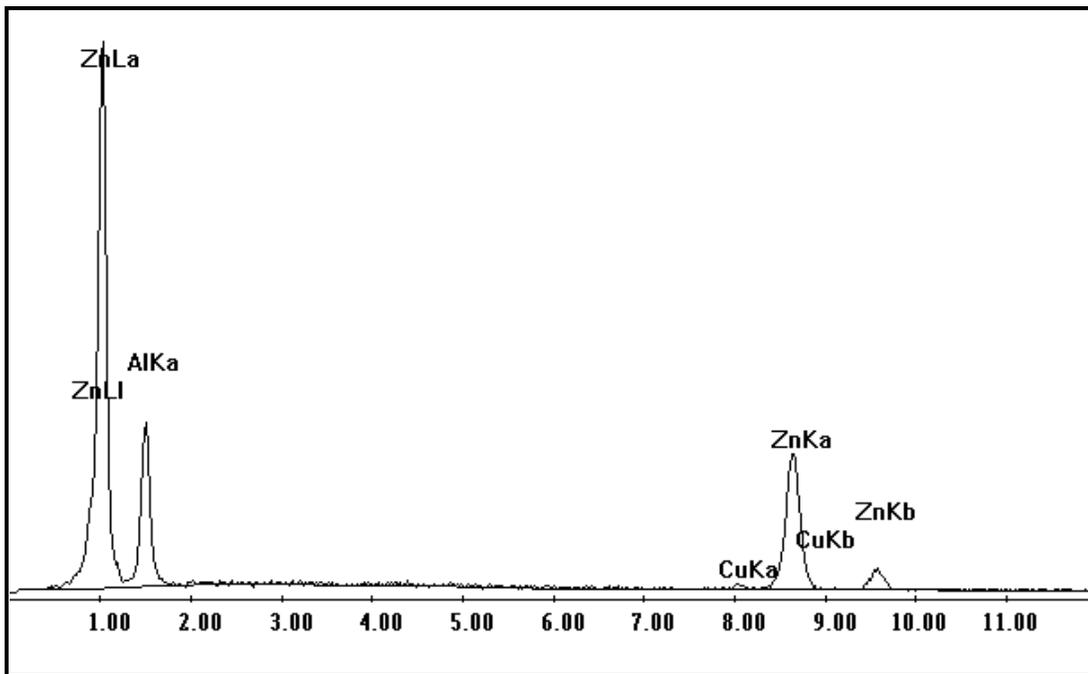


Figura 3.1 Espectro de dispersión de energía de Rayos X de la aleación Zinalco.

Tabla 3.2 Valores de densidad y dureza obtenidos para la aleación Zinalco en estado de colada.

PROPIEDAD	VALOR OBTENIDO
DENSIDAD (gr/cm^3)	5.32
DUREZA (HRB)	52-54

3.2.2- CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL

En la Figura 3.2 se muestran las micrografías de la microestructura en estado de colada continua. Se puede observar que ésta es de una naturaleza dendrítica que está constituida principalmente por las siguientes fases:

- 1) Fase α primaria que corresponde al primer sólido en formarse. Esta fase se encuentra segregada en el centro de las dendritas de la fase β (zona mas oscura) y tiene una composición química rica en aluminio. Este primer sólido se va enriqueciendo de Zinc conforme la temperatura desciende.
- 2) Fase β procedente de la reacción peritética $L + \alpha \rightarrow \beta$ que ocurre a 443°C . Esta fase se encuentra rodeando a la fase α primaria (zona menos oscura).
- 3) Mezcla de fases $\alpha + \eta$ formadas al ocurrir la transformación eutectoide a 275°C de la fase β . Debido a las condiciones de enfriamiento de la aleación, esta mezcla tiene una morfología de laminillas con un espaciado interlaminar fino.
- 4) Constituyente interdendrítico rico en Zinc (zona blanca).
- 5) Mezcla de fases $\alpha + \eta$ cuya formación se inicia durante la solidificación como un eutéctico remanente formado por las fases $\beta + \eta$ y del que durante el enfriamiento de la aleación por debajo de los 275°C la fase β se transforma en $\alpha + \eta$.

Aunque no se observa en la Figura 3.2, puede existir dentro de la microestructura la presencia de la fase τ' de estequiometría $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}$ y de la fase ε de estequiometría CuZn_4 ó CuZn_5 . Ésta última es la más probable porque, aunque se trata de una fase de no equilibrio, la transformación $\tau' \rightarrow \varepsilon$ es muy lenta. Debido a lo anterior la presencia de la fase de no equilibrio ε es frecuente.

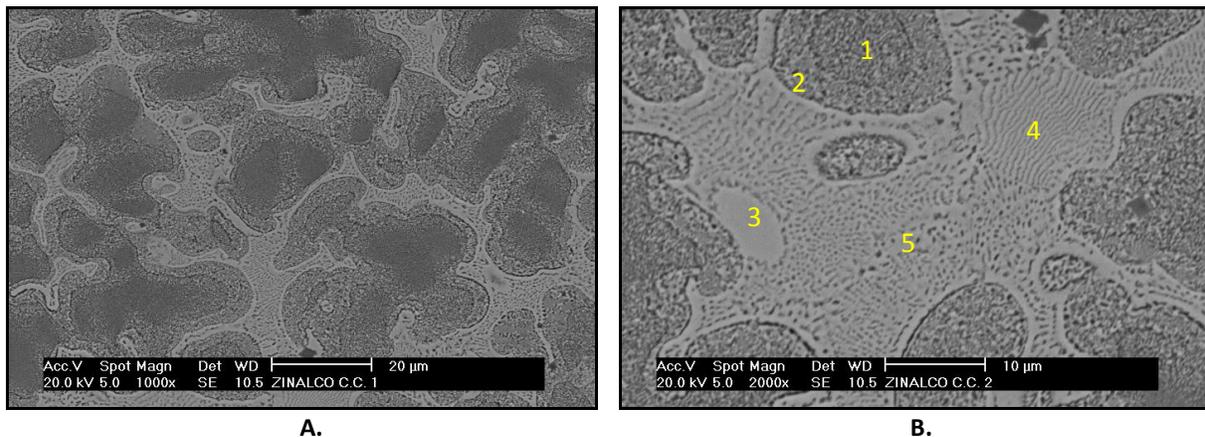


Figura 3.2 Microestructura de la aleación Zinalco tal como se obtuvo de colada continua. A) Morfología dendrítica de la microestructura. 1000X. B) Fases presentes dentro y fuera de las dendritas. 1: Fase α , 2: Fase β , 3: Mezcla de Fases $\alpha + \eta$, 4: Constituyente Interdendrítico rico en Zn y 5: Mezcla de fases $\alpha + \eta$ a partir del eutéctico remanente. 2000X.

3.3- PRUEBAS DE SUPERPLASTICIDAD A LA TEMPERATURA HOMÓLOGA

Una vez obtenidas las probetas con la microestructura superplástica se procedió a realizar los ensayos de tensión para determinar si la aleación presentaba comportamiento superplástico a la temperatura homóloga. Se realizaron cuatro ensayos usando valores de rapidez de deformación ($\dot{\epsilon}$) típicos de materiales con comportamiento superplástico. Se utilizaron los valores de la referencia [9]. Los ensayos se realizaron como se describió previamente en la sección 2.5 hasta que la probeta sufrió fractura.

3.3.1- RESULTADOS DE LAS PRUEBAS DE SUPERPLASTICIDAD A LA TEMPERTAURA HOMÓLOGA

Las condiciones bajo las cuales se realizaron los ensayos y los resultados obtenidos de ellos tales como cantidad de deformación, esfuerzo de cedencia y esfuerzo de ruptura se presentan en la Tabla 3.3. La deformación reportada se obtuvo a partir de las probetas deformadas realizando la medición y comparación de la distancia entre marcas correspondientes a la longitud calibrada. En la Figura 3.3 se muestran las probetas deformadas junto con una probeta que no sufrió deformación.

Tabla 3.3 Condiciones y resultados de las pruebas de superplasticidad a la temperatura homologa para la aleación Zinalco.

IDENT.	TEMPERATURA (°C)	$\dot{\epsilon}$ (S ⁻¹)	DEFORMACION (%)	ESFUERZO DE CEDENCIA (MPa)	ESFUERZO de RUPTURA (MPa)
MDS1	240	1.33×10^{-1}	400	94.75	5.15
MDS2	240	6.67×10^{-2}	420	62.06	2.55
MDS3	240	1.33×10^{-2}	900	31.37	4.78
MDS4	240	1.33×10^{-3}	915	6.51	2.25

Los resultados obtenidos de estos ensayos comprueban que la aleación Zinalco presenta un comportamiento superplástico a la temperatura homóloga de 0.68 y a valores de $\dot{\epsilon}$ en el orden de 10^{-1} a 10^{-3} s⁻¹. Las cantidades de deformación alcanzadas en estas condiciones oscilan entre 400 y 915%. Se observa que la cantidad de deformación alcanzada es función de la $\dot{\epsilon}$, siendo mayor cuando la rapidez utilizada es menor. De la Tabla 3.3 también se observa que los valores de esfuerzo de cedencia y de ruptura disminuyen cuando la $\dot{\epsilon}$ disminuye.

En la Figura 3.3 se muestra que cada una de las probetas sufrió fractura debido a la formación de un cuello que se va extendiendo y adelgazando hasta que la muestra falla por la concentración de esfuerzo en el punto de menor area transversal. La formación de este cuello es señal de que la deformación no es homogénea en toda la sección de la muestra y por lo tanto existe un flujo localizado en la parte central de la sección deformada. Estudios

realizados por Langdon *et al* [35,36], han revelado la existencia de este mismo flujo localizado que propicia la formación de encuellamiento en la aleación Zn-22Al cuando ésta es sometida a deformación superplástica.

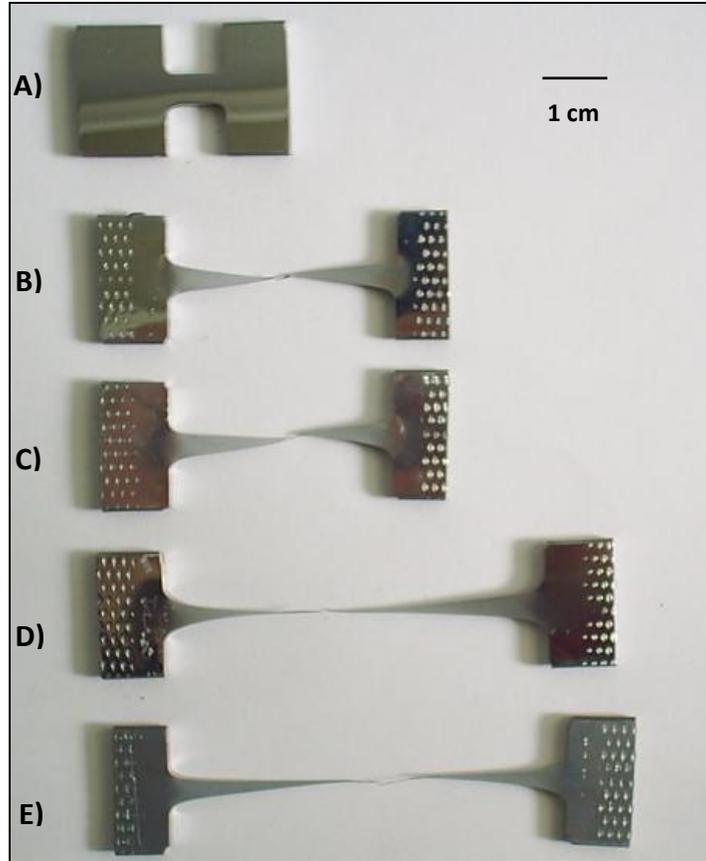


Figura 3.3 Probetas de Zinco deformadas superplasticamente a la temperatura homologa de 0.68 (240°C) con diferentes valores de $\dot{\epsilon}$. A) Sin deformación, B) $6.67 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, C) $1.33 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, D) $1.33 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y E) $1.33 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

En la Figura 3.4 se muestran las curvas esfuerzo deformación para cada uno de los cuatro ensayos. El comportamiento para las cuatro muestras (MDS1, MDS2, MDS3 y MDS4) es similar y es el característico de los materiales superplásticos [46]. Hay un valor definido para el esfuerzo máximo seguido de un descenso súbito en el esfuerzo conforme se alcanza mayor deformación. Para las cuatro muestras se observa que a menor esfuerzo de cedencia, mayor es la cantidad de deformación alcanzada. También se observa que ésta cantidad de deformación es función de la $\dot{\epsilon}$ utilizada, pues es mayor cuando la $\dot{\epsilon}$ es mas lenta. La muestra MSD4 que fue deformada con el valor mas lento de $\dot{\epsilon}$ ($1.33 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) presenta la mayor deformación por ser la que menor resistencia presentó para deformarse. Esta deformación se obtuvo casi en su totalidad con un esfuerzo constante, mostrando que la deformación superplástica en este rango de $\dot{\epsilon}$ para el Zinco es muy estable.

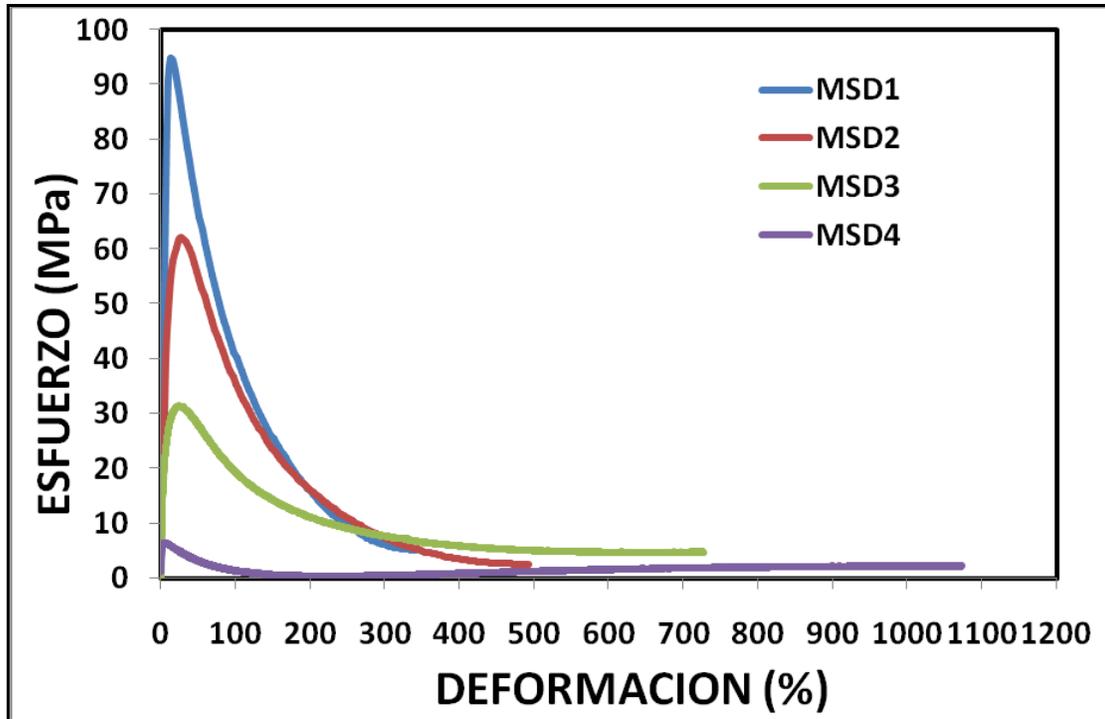


Figura 3.4 Curvas esfuerzo-deformación para las muestras deformadas con diferente $\dot{\epsilon}$. MSD1 con $1.33 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, MSD2 con $6.67 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, MSD3 con $1.33 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y MSD4 con $1.33 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Para calcular un perfil de deformación longitudinal instantánea ($\epsilon_{\text{longitudinal}}$) y de rapidez de deformación instantánea ($\dot{\epsilon}$) se realizaron con base en los estudios de Langdon *et al* [35,36] mediciones sobre las imágenes de las probetas deformadas utilizando el programa Photoshop. A diferencia de los experimentos de Langdon en este trabajo se realizaron las medidas después de haber deformado la muestra, por lo que los resultados sólo son una aproximación del comportamiento real que presentan las muestras durante la deformación.

Para estas mediciones una de las dos partes de la probeta deformada se dividió en varias secciones como se muestra en la Figura 3.5. Cada sección fue medida a lo largo y ancho. La deformación que sufre la probeta en la sección transversal de la zona de prueba se denomina ϵ_{ancho} y se evalúa mediante la expresión:

$$\epsilon_{\text{ancho}} = \ln \left(\frac{\text{Ancho medido}}{\text{Ancho original}} \right) \quad (3.1)$$

La deformación en el espesor ($\epsilon_{\text{espesor}}$) es considerada la misma que en el ancho suponiendo deformación homogénea, es decir:

$$\epsilon_{\text{ancho}} = \epsilon_{\text{espesor}} \quad (3.2)$$

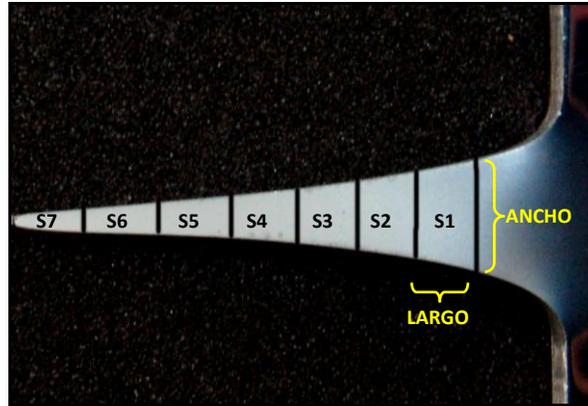


Figura 3.5 Esquema de la división en secciones de una muestra deformada para la realización de los perfiles de ε y $\dot{\varepsilon}$ instantáneos.

Conocidas la deformación en el ancho y en el espesor, se calculó por el principio de invariabilidad de volumen [41] para cada sección la deformación longitudinal instantánea a partir con la relación:

$$\varepsilon_{\text{ancho}} + \varepsilon_{\text{espesor}} + \varepsilon_{\text{longitudinal}} = 1 \quad (3.3)$$

Ya que se consideró que la muestra se fractura justo por la mitad, el cálculo hecho a una de las dos partes de la muestra se puede tomar como equivalente para la otra. Una vez calculada la deformación longitudinal, ésta fue graficada para toda la longitud de la sección deformada.

Para el cálculo de la rapidez de deformación se estimó primero el espesor correspondiente en cada línea marcada tomando la $\varepsilon_{\text{espesor}}$ conocida y despejando de la ecuación 3.4 el espesor medido.

$$\varepsilon_{\text{espesor}} = \ln(\text{Espesor medido} / \text{Espesor original}) \quad (3.4)$$

El espesor de la sección se tomó como el promedio entre los espesores medidos en cada línea. Con los datos de la longitud y ancho medidos de la imagen y el espesor calculado, se determinó el volumen de cada sección utilizando la fórmula de un prisma trapezoidal. Este volumen se restó del volumen original para estimar cual sería el volumen sin deformación justo en el momento en que la muestra se deforma hasta la marca de la sección (S_i). El volumen sin deformar es el que se encuentra delante de la marca como se muestra con líneas punteadas en la Figura 3.6. Del volumen sin deformación estimado se calculó su

longitud a partir del ancho y el espesor que ya eran conocidos. Finalmente con esta longitud se calculó la ε con la relación:

$$\varepsilon = \text{Velocidad del Cabezal} / \text{Longitud de la muestra} \quad (3.5)$$

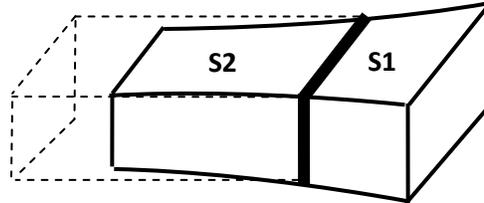


Figura 3.6 Esquema que muestra la forma de la probeta deformada (línea sólida) y el volumen teórico sin deformación (línea punteada).

En la Figura 3.7 se presenta la gráfica que muestra los perfiles de deformación longitudinal y de ε instantáneos para la muestra MDS4. Sólo se presenta el perfil de esta muestra por ser ésta en la que se alcanzó mayor deformación. Se observa que la cantidad de deformación aumenta conforme se llega a la zona de fractura. Este incremento es lineal para la zona central de la muestra. Esto ocurre debido a que el adelgazamiento del cuello reduce el área sobre la que actúa la fuerza de tensión, por lo tanto el esfuerzo se localiza sobre esta zona provocando que la cantidad de deformación aumente. Esta tendencia se mantiene hasta que finalmente ocurre la fractura de la muestra. Este incremento en la deformación indica que, aunque la deformación no es homogénea, si es constante durante el ensayo.

El perfil de la ε muestra la existencia de tres regiones de comportamiento. Estas regiones se denotan en la gráfica con las letras A, B y C. En la región A que corresponde a la zona 1 de baja deformación (Figura 3.8) se observa que existe un descenso en la rapidez de deformación instantánea, mientras que para cantidades más grandes de deformación (zona 2) se presenta un incremento en ésta que se mantiene aproximadamente constante hasta la zona 3 donde el incremento es súbito para deformaciones mayores. Los cambios mostrados en la ε sugieren que el mecanismo de deformación durante el ensayo puede variar conforme transcurre la deformación.

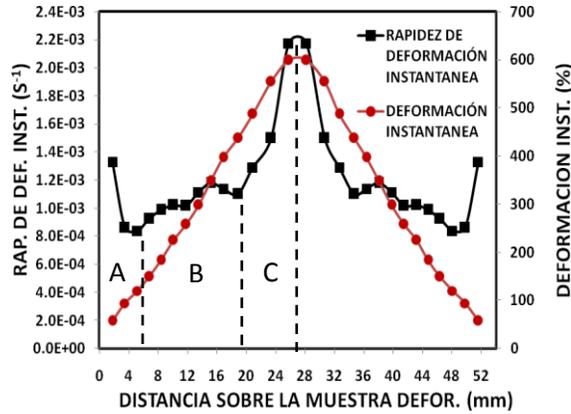


Figura 3.7 Perfil de deformación y $\dot{\epsilon}$ instantáneos para la muestra deformada con una $\dot{\epsilon}$ de $1.33 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

3.3.2- MICROESTRUCTURA DE LAS MUESTRAS DEFORMADAS A LA TEMPERATURA HOMOLOGA

Se revisó la microestructura de la probeta deformada con una $\dot{\epsilon}$ de $1.33 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (MDS4), por ser en esta donde se obtuvo una cantidad de deformación mayor. Como resultado del ensayo la muestra se fracturó por la parte media de la zona de prueba, se analizó uno de estos fragmentos, considerando cuatro zonas de observación que se ilustran en la figura 3.8. Estas zonas corresponden a la zona sin deformación y a tres zonas con alta, media y baja deformación denotadas como zona 1, zona 2 y zona 3 respectivamente. Las imágenes de MEB correspondientes a estas zonas se muestran en la Figura 3.9.

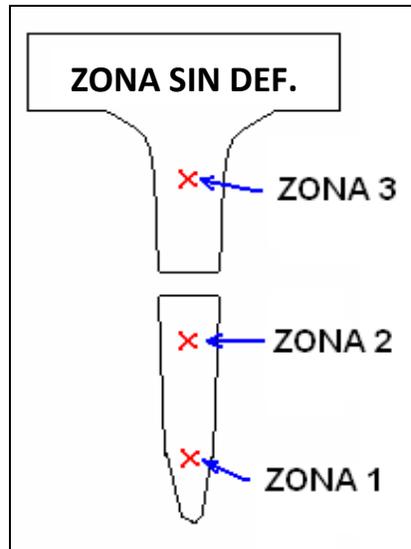


Figura 3.8 Localización de las zonas utilizadas para la observación en el MEB de la muestra MDS4.

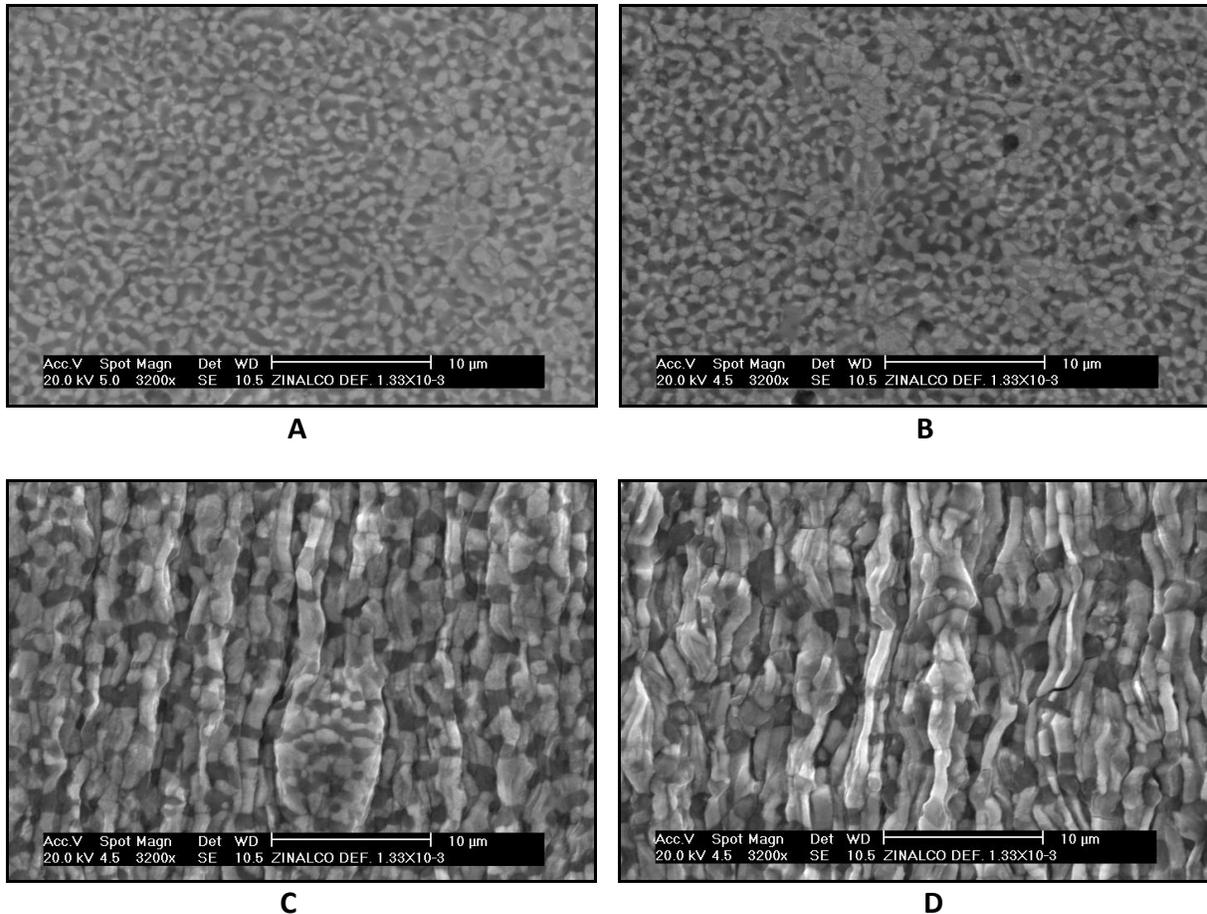


Figura 3.9 Microestructura de la muestra deformada con $\dot{\epsilon} = 1.33 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ a 3200 X. A) Zona sin deformación, B) Zona 3, C) Zona 2 y D) Zona 1.

En la Figura 3.9A se observa que la microestructura de la aleación en la zona sin deformación está compuesta por una mezcla homogénea de granos finos equiaxiados de aproximadamente $1 \mu\text{m}$ de diámetro de las fases α , que es una solución sólida de Aluminio con menos de 1% de Zinc (zona oscura) y η , que es una solución sólida de Zinc con menos de 0.5% de Aluminio (zona clara).

Esta microestructura es resultado del tratamiento de temple al que se sometió la muestra. Se forma debido a la transformación eutectoide $\beta \rightarrow \alpha + \eta$ que se lleva a cabo cuando la aleación solidifica en condiciones de no equilibrio desde un estado de alta temperatura [46]. Esta reacción se produce por un mecanismo de descomposición espinodal [47]. Trabajos previos han determinado que en ambas fases está presente también una pequeña cantidad no bien definida de cobre que se encuentra en solución sólida [3]. Esta microestructura de granos finos y equiaxiados es la ideal para obtener las mayores deformaciones superplásticas.

Después de la deformación superplástica en la zona 3 (Figura 3.9B) no se observan cambios en la microestructura, se conserva el tamaño, la forma y distribución de los granos.

En la zona 2 (Figura 3.9C) la microestructura cambia. Se observa que la mayoría de los granos de la fase η se deforman en la dirección del eje de aplicación del esfuerzo. Los granos de la fase α no sufren deformación aparente. La deformación de los granos de la fase η provoca que los granos equiaxiados se alarguen y cambien sus dimensiones de un diámetro promedio de $1\ \mu\text{m}$ a una longitud de entre 3 y $5\ \mu\text{m}$ y un ancho de $1\ \mu\text{m}$ aproximadamente. Estos granos de α y η se acomodan formando cadenas en donde se alternan granos de α y η . Estas cadenas se alinean también en la dirección del eje de aplicación del esfuerzo y se agrupan formando diferentes capas. También se observa en la parte central inferior y en la parte superior derecha regiones que no han sufrido deformación por lo que la fase η conserva su forma equiaxiada.

En la micrografía de la zona 1 (Figura 3.9D) se observa una microestructura similar a la de la zona 2 pero con los granos de la fase η más alargados ($> 5\ \mu\text{m}$) y delgados ($< 0.5\ \mu\text{m}$) y con una apariencia fibrosa. Además se observa un ligero crecimiento en el tamaño de los granos de la fase α pero conservando su forma equiaxiada. En esta micrografía todos los granos han sufrido deformación.

Usando la ecuación 3.1 se calculó la cantidad de deformación real para cada una de las zonas. Se midió el ancho y la longitud correspondiente a cada zona utilizando bajos aumentos en el MEB. Las deformaciones calculadas fueron de 150, 300 y 600% para las zonas 3, 2 y 1 respectivamente.

La microestructura de la zona 3 donde los granos de las fases η y α no sufren cambio en su tamaño y forma después de una deformación de 150%, nos permite suponer que cuando inicia el proceso de deformación la mayoría de los granos sólo se resbalan uno sobre otro para alcanzar estos niveles de deformación. Esta suposición hace pensar que el GBS es el principal mecanismo que opera durante el inicio de la deformación superplástica.

La región A de la curva de rapidez de deformación instantánea, en la Figura 3.7, corresponde a la zona 3 observada en el MEB, en donde la microestructura es la que se muestra en la Figura 3.9B. Como se mencionó anteriormente no hay cambios importantes en la microestructura. Sin embargo, los cambios en las gráficas de la deformación y $\dot{\epsilon}$ instantáneas señalan que la muestra sufrió deformación. Todo esto refuerza la idea de que cuando la deformación es menor a aproximadamente 150%, el mecanismo que opera principalmente es el GBS.

El crecimiento de los granos de la fase η que se observa en la micrografía de la Figura 3.9C se puede atribuir a un proceso originado por el mismo acomodo necesario para el GBS. En este proceso granos de la fase η provenientes del interior de la muestra emergen y se

unen por difusión a los granos de la superficie [34]. La unión de estos granos provoca que en la micrografía se observen granos alargados de esta fase. Este proceso en donde emergen granos corresponde a la región B de la Figura 3.7 que muestra que esta región es estable en la curva de la rapidez de deformación.

La existencia de un crecimiento de grano no es muy común en las aleaciones deformadas superplasticamente, sin embargo Mohamed *et al* [20] mostraron que para la aleación Zn-22Al puede presentarse un crecimiento de grano por un proceso de coalescencia originado por mecanismos difusivos. Este crecimiento es mayor cuando la deformación es con baja $\dot{\epsilon}$.

En la micrografía de la Figura 3.9 se observa que los granos alargados de la fase η se deforman en el sentido de la aplicación del esfuerzo. Esto sugiere que un mecanismo por deslizamiento de planos es el que opera principalmente sobre la muestra, cuando la deformación es del orden de 600%. La región C de la Figura 3.7 muestra que la rapidez de deformación instantánea se incrementa súbitamente hasta alcanzar un máximo correspondiente al punto de fractura de la muestra. Este aumento refuerza la idea de que hay un cambio en el mecanismo de deformación.

3.4- PRUEBAS DE SUPERPLASTICIDAD A LA TEMPERATURA HOMÓLOGA USANDO CAMBIO EN LA $\dot{\epsilon}$

Con base en los resultados anteriores que comprobaron que el Zinalco presenta el fenómeno de superplasticidad a la temperatura homóloga y siguiendo la hipótesis planteada de que la microestructura se prepara para la deformación superplástica, se decidió realizar ensayos con cambios en la $\dot{\epsilon}$.

3.4.1- RESULTADOS DE LAS PRUEBAS DE SUPERPLASTICIDAD A LA TEMPERATURA HOMÓLOGA USANDO CAMBIO EN LA $\dot{\epsilon}$

Los ensayos hechos con cambio en la $\dot{\epsilon}$ se realizaron como se describe en la sección 2.5. Para cada uno de ellos se estimó la deformación en la región elástica en función del tiempo en que permanecieron con la rapidez de deformación baja. La deformación estimada fue de 0.03%. Los resultados de estos ensayos se presentan en la Tabla 3.4, mientras que en las Figuras 3.10, 3.11 y 3.12 se muestran las probetas deformadas.

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Tabla 3.4 Condiciones y resultados de las pruebas de superplasticidad a la temperatura homologa usando cambio en la $\dot{\epsilon}$ para la aleación Zinalco.

IDENT.	TEMPERATURA (°C)	$\dot{\epsilon}$ INICIAL (S ⁻¹)	$\dot{\epsilon}$ FINAL (S ⁻¹)	DEFORMACION (%)
MDSAR1	240	5.5×10^{-5}	1×10^{-2}	846
MDSAR2	240	5.5×10^{-5}	1×10^{-1}	680
MDSAR3	240	5.5×10^{-5}	1	288

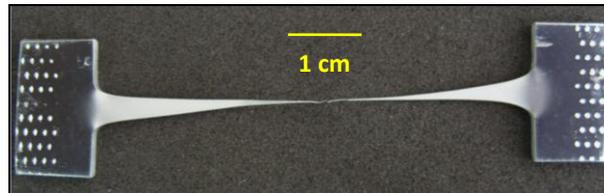


Figura 3.10 Muestra MDSAR1 deformada con cambio en la $\dot{\epsilon}$. $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

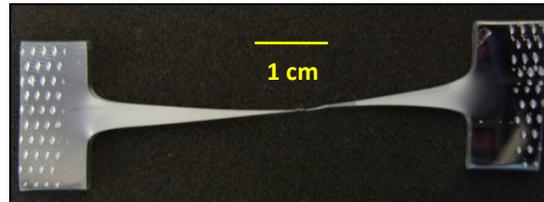


Figura 3.11 Muestra MDSAR2 deformada con cambio en la $\dot{\epsilon}$. $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$.

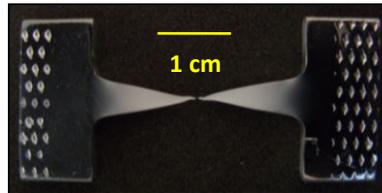


Figura 3.12 Muestra MDSAR3 deformada con cambio en la $\dot{\epsilon}$. $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = 1 s^{-1} .

Del mismo modo que las muestras deformadas en condiciones normales, todas las probetas deformadas en alta rapidez presentan la formación de un cuello que provoca la fractura. Este encuellamiento supone que para estas muestras también existe un flujo localizado en la parte central de la muestra.

En la Figura 3.13 se presentan las curvas esfuerzo deformación para cada uno de los ensayos. Las gráficas muestran que el comportamiento es similar al que presentan los materiales superplásticos tradicionales. Si se comparan las gráficas de las Figuras 3.4C y 3.13A de las muestras MDS3 y MDSAR1 respectivamente, se observa que realizar una deformación previa a baja $\dot{\epsilon}$ no contribuye de manera importante en la obtención de una

mayor cantidad de deformación en la aleación Zinalco cuando ésta es ensayada a una $\dot{\epsilon}$ del orden de 10^{-2} s^{-1} , presentándose por el contrario una ligera disminución en la resistencia a la cedencia y en la deformación alcanzada.

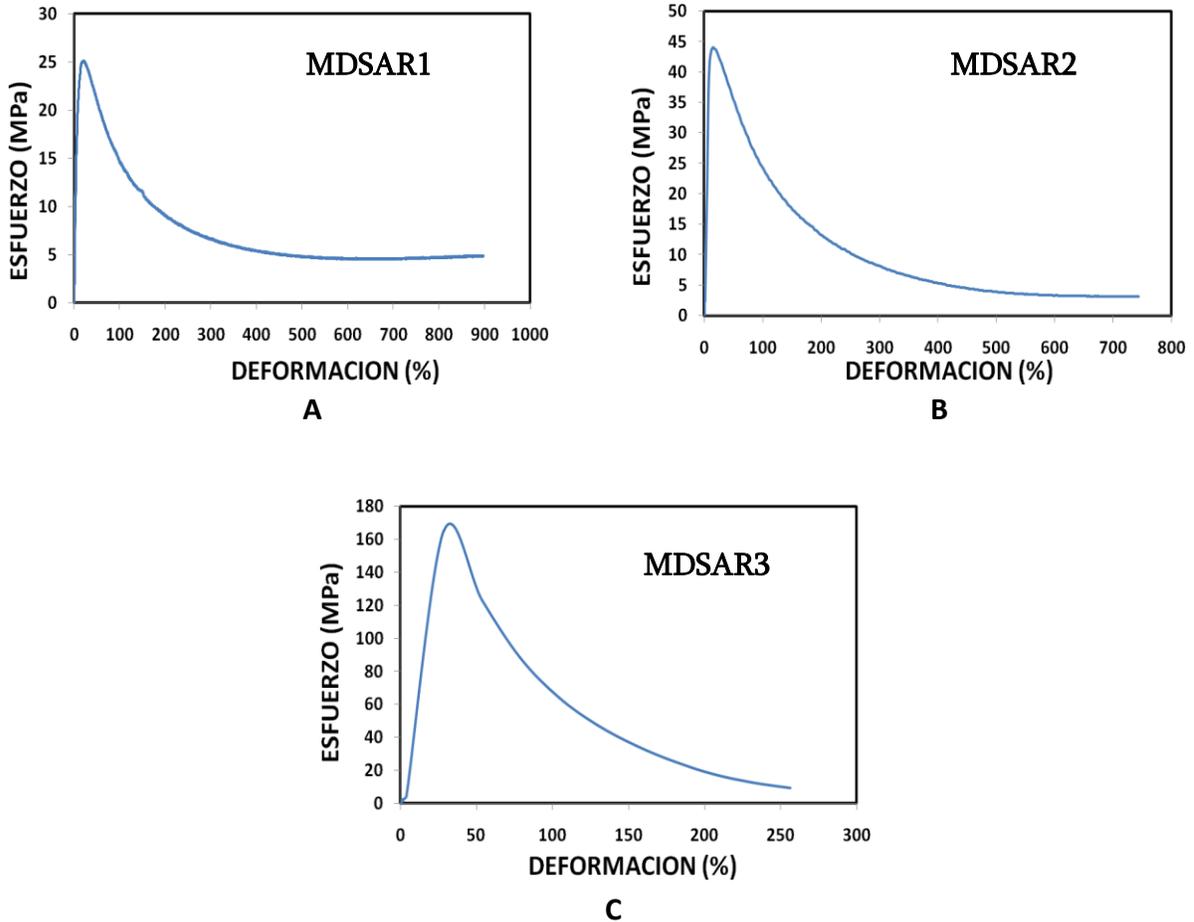


Figura 3.13 Curvas esfuerzo-deformación para las muestras deformadas con cambio en la $\dot{\epsilon}$. A) $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, B) $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ y C) $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = 1 s^{-1} .

Para la muestra MDSAR2 que fue deformada a una $\dot{\epsilon}$ elevada de $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, se observa, al comparar las gráficas de las Figuras 3.4A y 3.13B, que la deformación previa con una $\dot{\epsilon}$ baja contribuye a que se alcance una mayor deformación en la probeta en este rango de $\dot{\epsilon}$. La deformación total para este rango se incrementa de 400 a 680%, mientras que la resistencia disminuye aproximadamente a la mitad. En la muestra MDSAR3 se obtuvo una deformación de 288% a una $\dot{\epsilon}$ de 1 s^{-1} después de aplicar una deformación con baja $\dot{\epsilon}$. Este resultado es también significativo, ya que en una prueba previa de deformación superplástica en condiciones normales con una $\dot{\epsilon}$ de 0.5 s^{-1} se alcanzó una deformación de 150%.

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Estos resultados confirman la hipótesis de que la microestructura se prepara desde la región de deformación elástica para favorecer el mecanismo de la superplasticidad y por lo tanto mayores deformaciones se pueden alcanzar. Este mecanismo de preparación podría atribuirse a un reacomodo de los granos que permite que el ángulo de desorientación entre ellos sea de un valor tal que facilite el mecanismo de deformación. También la preparación podría consistir en una alineación de las fronteras de grano en el ángulo donde se presenta el mayor esfuerzo cortante durante la deformación (45°). El mecanismo que se vería favorecido con esta aparente preparación sería el GBS. Sin embargo estudios mas detallados serán necesarios para comprobar si éste mecanismo es el que actúa preferentemente y si ésta preparación contribuye en el mismo.

Al igual que para la muestra deformada con una de $1.33 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, se realizaron las gráficas de los perfiles de deformación y de rapidez de deformación ($\dot{\epsilon}$) para las muestras deformadas en alta $\dot{\epsilon}$. El procedimiento para realizar estas gráficas fue el mismo que el descrito anteriormente. En la figura 3.14 se presentan las gráficas que muestran ambos perfiles para cada una de las tres muestras anteriores.

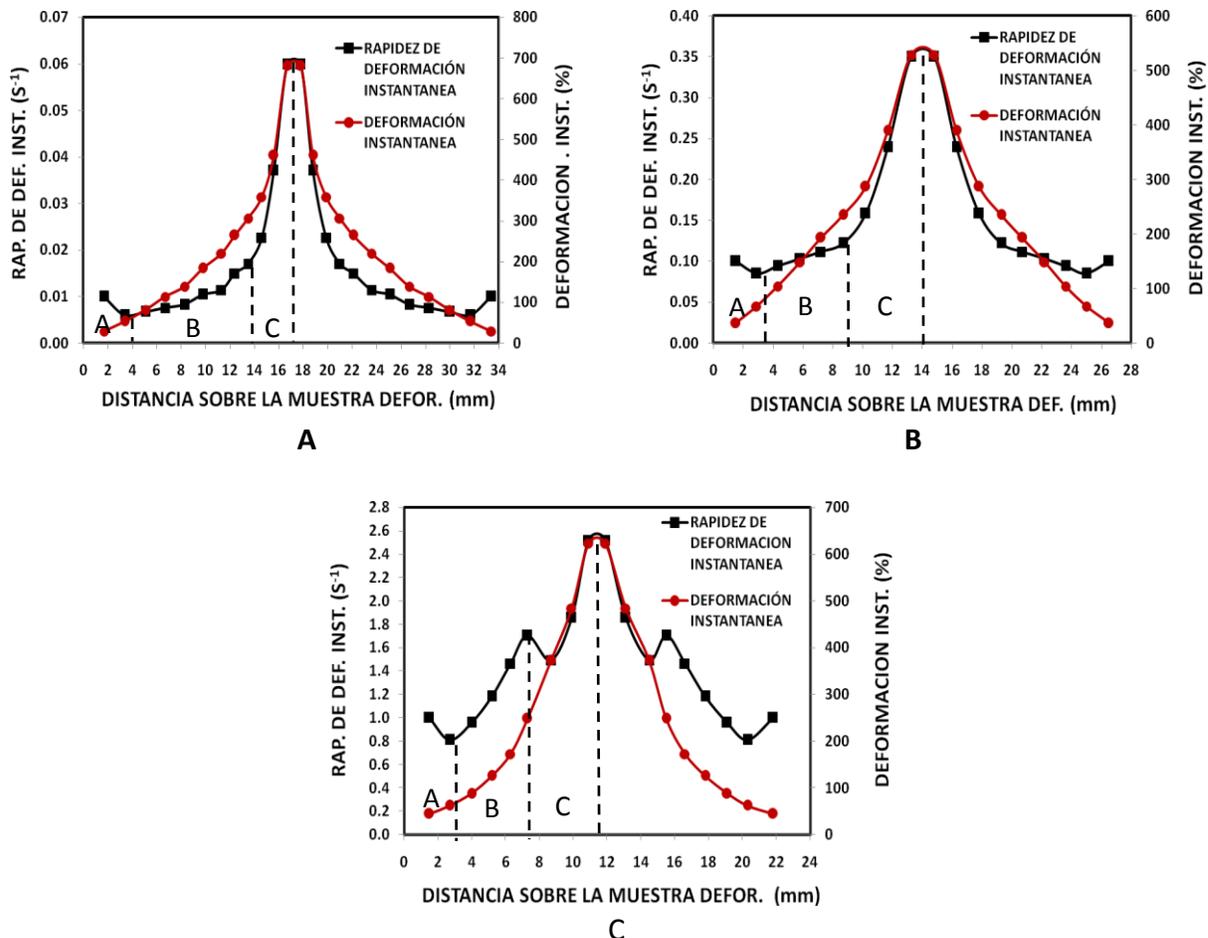


Figura 3.14 Perfil de deformación y $\dot{\epsilon}$ instantáneos para las muestras deformadas con cambio en la $\dot{\epsilon}$. A) Muestra MDSAR1, B) Muestra MDSAR2 y C) Muestra MDSAR3.

En las gráficas anteriores se puede observar que la $\dot{\epsilon}$ y la deformación instantáneas se incrementan para la zona central de las muestras deformadas. Esto soporta la idea de que, al igual que para la deformación superplástica en condiciones normales, para el caso de la deformación con alta $\dot{\epsilon}$ el flujo de la deformación es localizado y por lo tanto no homogéneo.

En la figura 3.14 se observa que el perfil de la $\dot{\epsilon}$ instantánea para cada una de las muestras presenta tres regiones. Al comparar estos perfiles con el de la muestra deformada en condiciones normales (Figura 3.7) se observa que en la zona A no se presenta un cambio tan marcado como el mostrado en la figura 3.7. Esto se puede atribuir al efecto de la etapa previa de deformación usando una $\dot{\epsilon}$ de $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Para el caso de la región B de estas muestras se observa que el cambio en la rapidez de deformación instantánea es de menor grado y es más estable sobre todo en la muestra deformada con una $\dot{\epsilon}$ de $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Lo anterior hace suponer que en efecto, la etapa de deformación previa ayuda a que la microestructura tenga menos dificultad para deformarse. El grado de estabilidad de esta zona es menor para las muestras deformadas a mayor $\dot{\epsilon}$ (Figuras 3.14B y 3.14C). Esto podría deberse a que, si fuera el GBS el mecanismo operante, conforme aumenta la $\dot{\epsilon}$ se dificulta este proceso ya que no hay tiempo suficiente para llevarlo a cabo de manera constante. Esto justificaría el pico de la región B de la muestra deformada con una rapidez de 1 s^{-1} (Figura 3.14C).

En las tres muestras en la zona C se observa un marcado incremento hasta el punto en que se fracturó la muestra. Este incremento no es tan grande para la muestra deformada en condiciones normales (Figura 3.7). Al igual que para el caso de la Figura 3.7 se piensa que este cambio se debe a que un mecanismo diferente al que opera al inicio de la deformación superplástica opera cuando la deformación alcanzada es mayor.

Para la deformación instantánea se observa que ésta es constante casi para toda la deformación excepto para la parte final donde se incrementa. Este comportamiento es más acentuado en la muestra deformada con una $\dot{\epsilon}$ de $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ que en las otras dos muestras (MDSAR2 y MDSAR3). Este incremento en la parte final sostiene la idea de que un mecanismo diferente al que opera al inicio de la deformación, el cual permite mayor deformación, sea el que opera a elevadas cantidades de deformación.

3.4.2- MICROESTRUCTURA DE LAS MUESTRAS DEFORMADAS A LA TEMPERATURA HOMOLOGA USANDO CAMBIO EN LA $\dot{\epsilon}$

Para las muestras deformadas en alta $\dot{\epsilon}$ usando cambio en la $\dot{\epsilon}$ sólo se tomaron imágenes de las tres zonas de deformación (Figura 3.8). El análisis de las micrografías para estas muestras se realizó por zonas. En la Figura 3.15 se presentan las micrografías para la

zona 3 de las muestras, mientras que en las figuras 3.16 y 3.17 se presentan las micrografías de las zonas 2 y 1 respectivamente.

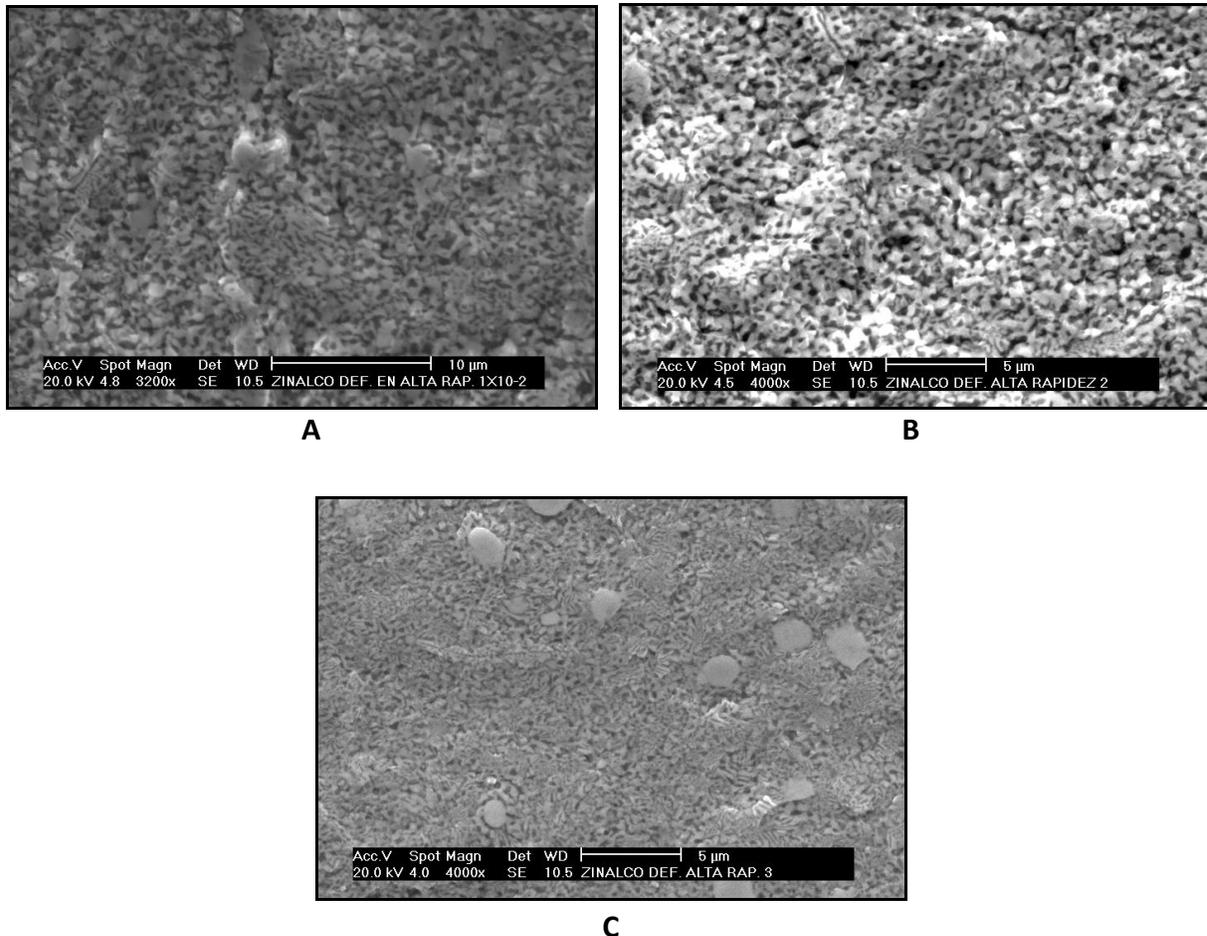


Figura 3.15 Microestructura de la zona 3 para las muestras deformadas con elevada ϵ . A) Muestra MDSAR1 a 3200 X, B) Muestra MDSAR2 a 4000 X y C) Muestra MDSAR3 a 4000 X.

De estas micrografías se observa que a diferencia de la muestra deformada superplasticamente en condiciones normales (Figura 3.9B), la microestructura de la zona 3 de estas tres muestras presenta cambios en la morfología y el tamaño de los granos. La apariencia de una estructura de granos equiaxiados y bien distribuidos de las fases α y η desaparece por completo, aunque la deformación de estas muestras es menor. La deformación para esta zona en las tres muestras oscila entre 50 y 70%, mientras que para la muestra de la Figura 3.9B fue de 150%. Lo anterior señala que la deformación en la región elástica a la que se sometieron las muestras en apariencia si tiene un efecto en la microestructura que de algún modo le permite deformarse superplasticamente con alta ϵ .

Las micrografías de la zona 2 de las muestras deformadas con 1×10^{-2} y $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ (Figuras 3.16A y 3.16B) presentan granos de las fases α y η unidos formando cadenas alineadas en sentido del esfuerzo de tensión. En estas cadenas los granos de η parecen de mayor tamaño. La muestra MDSAR2 presenta algunas zonas con aglomeramiento de granos de la fase η principalmente. En la zona 2 de la muestra MDSAR3 deformada con 1 s^{-1} (Figura 3.16C) los granos parecen perder forma. También se aprecian regiones donde se observa un arreglo laminar en las fases similar al de una transformación eutectoide.

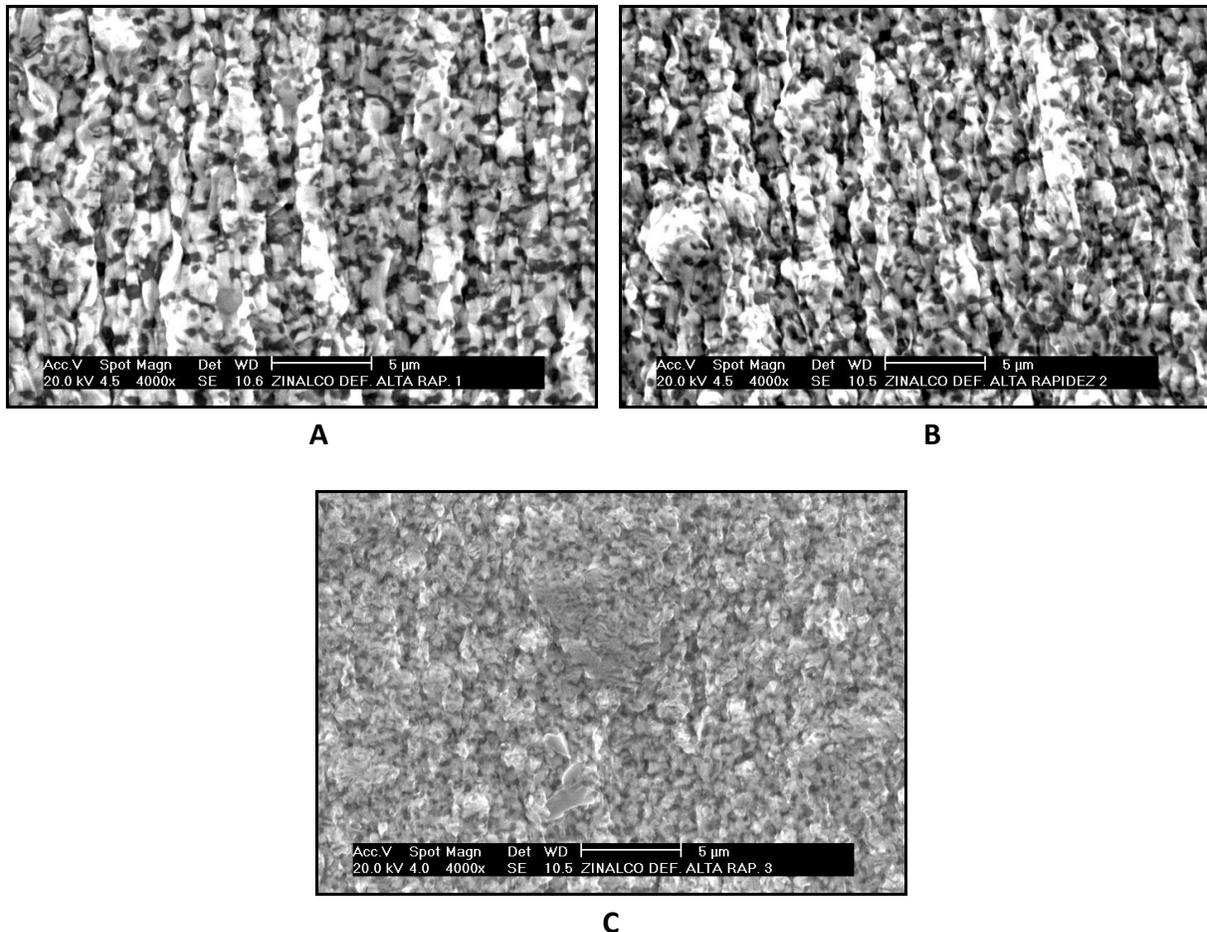


Figura 3.16 Microestructura de la zona 2 para las muestras deformadas con elevada $\dot{\epsilon}$. A) Muestra MDSAR1 a 4000 X, B) Muestra MDSAR2 a 4000 X y C) Muestra MDSAR3 a 4000 X.

La micrografía de la zona 1 para la muestra MDSAR1 (Figura 3.17A) presenta similitud con su correspondiente deformada en condiciones normales (Figura 3.9D). Sin embargo los granos de la fase η parecen sufrir más deformación ya que se observa que se adelgazan en su parte final ó inicial. Para las muestras MDSAR2 y MDSAR3 se observa una microestructura con granos de mayor tamaño y con forma esférica en la zona de mayor deformación. También se observa un aglomeramiento de varios de ellos aparentando granos más grandes.

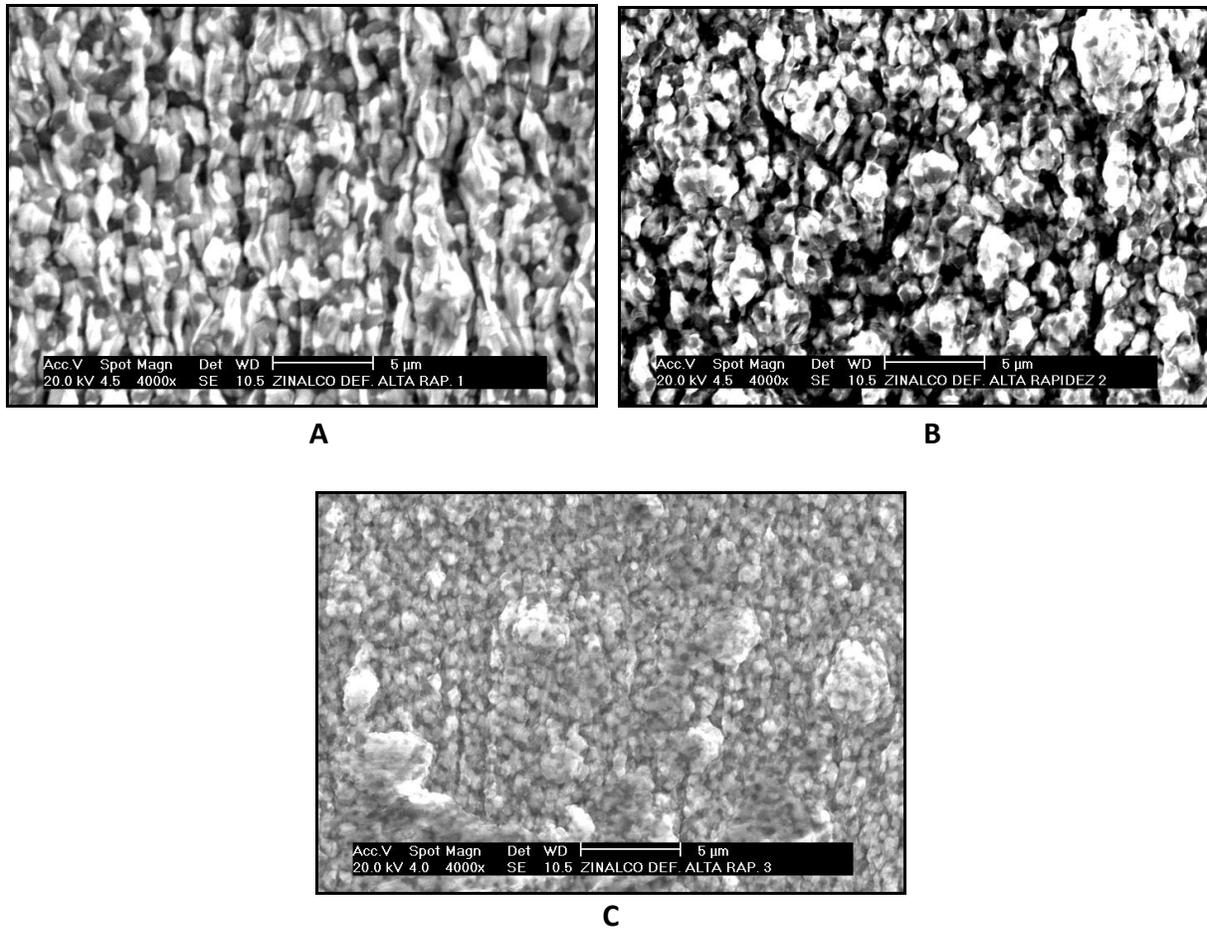


Figura 3.17 Microestructura de la zona 1 para las muestras deformadas con elevada $\dot{\epsilon}$. A) Muestra MDSAR1 a 4000 X, B) Muestra MDSAR2 a 4000 X y C) Muestra MDSAR3 a 4000 X.

De la comparación entre las micrografías de estas tres muestras y la muestra deformada en condiciones normales se observan diferencias que se pueden relacionar con la elevada rapidez que se utilizó para deformarlas ($\dot{\epsilon}=1 \text{ s}^{-1}$) y con la cantidad de deformación alcanzada en cada una de ellas. Las micrografías señalan que un mecanismo parecido al descrito para la muestra de la Figura 3.9 es el que opera en el caso de la muestra MDSAR1.

Para las muestras MDSAR2 y MDSAR3 parece ser que un mecanismo diferente es el que actúa. Este mecanismo podría ser el GBS combinado con algún otro. Lo anterior también se piensa al observar las gráficas de los perfiles de deformación y rapidez de deformación instantáneas. Estas gráficas muestran que al igual que para el caso de la deformación en condiciones normales, existen cambios en el mecanismo durante la deformación superplástica a elevada $\dot{\epsilon}$.

El aparente aglomeramiento de algunos granos mostrado en las micrografías puede suponer que uno de los mecanismos que también puede operar cuando la muestra es deformada con elevada ε es un resbalamiento cooperativo de bordes de granos (CGBS), de tal modo que estos aglomerados actúan como un solo grano cuyo borde colectivo se resbala como si fuera uno solo. Observaciones hechas por Zelin *et al* [49] han mostrado que este mecanismo es posible para diferentes aleaciones superplásticas si existe un alineamiento de las fronteras de grano en un ángulo cercano al de máximo esfuerzo (45°). Un esquema de cómo se puede efectuar este mecanismo se presenta en la Figura 3.18.

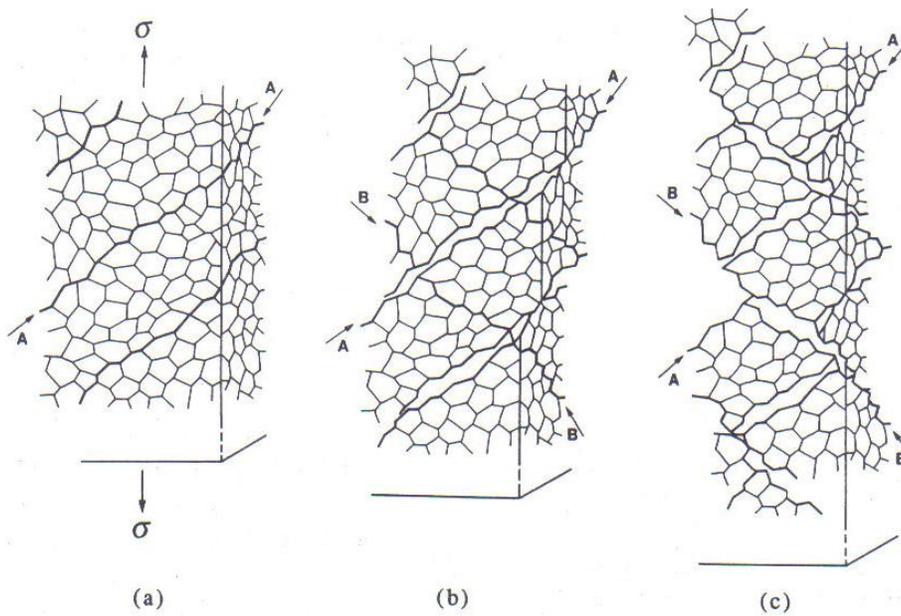


Figura 3.18 Esquema del mecanismo de Zelin para la deformación superplástica a nivel de grupos de granos [49].

Hasta este momento las micrografías obtenidas por MEB y los cálculos realizados sobre las muestras deformadas solo permiten realizar suposiciones sobre los mecanismos que están operando en la deformación superplástica del Zinalco en condiciones normales y en alta ε . Se piensa que un efecto como el propuesto por Gifkins [34] de micromultiplicidad, donde varios mecanismos pueden actuar en forma paralela para llevar a cabo la deformación superplástica (Figura 1.13) es el que sucede en el caso del Zinalco. Sin embargo un análisis más detallado durante la deformación será necesario en un futuro para confirmar estas suposiciones y establecer con claridad él ó los mecanismos que operan durante la deformación superplástica en condiciones normales y a elevada ε .

3.5- PRUEBAS DE SUPERPLASTICIDAD A LA TEMPERATURA HOMÓLOGA USANDO ETAPAS SUCESIVAS CON CAMBIO EN LA $\dot{\epsilon}$

Los resultados anteriores cumplen con la parte del objetivo inicial de obtener propiedades superplásticas con la mayor rapidez de deformación posible. Sin embargo la deformación alcanzada es menor a la deseada. Estos resultados mostraron que a una $\dot{\epsilon}$ del orden de 1 s^{-1} se obtienen deformaciones cercanas al 300% utilizando un cambio en la $\dot{\epsilon}$. Lo anterior dio pie a la idea de poder alcanzar mayores deformaciones si se utilizan etapas sucesivas con este cambio en la $\dot{\epsilon}$.

Se estableció nuevamente deformar en la región elástica con una baja $\dot{\epsilon}$ para preparar la estructura seguida de la deformación con elevada $\dot{\epsilon}$. Se decidió que solo se deformaría una cantidad específica con elevada $\dot{\epsilon}$ después de la cual se volvería a deformar con baja $\dot{\epsilon}$ para preparar nuevamente la estructura y así seguir favoreciendo el proceso. De este modo se pretendía lograr en cada una de estas etapas una cantidad de deformación pequeña que al acumularse representaría una mayor deformación total.

3.5.1- RESULTADOS DE LAS PRUEBAS DE SUPERPLASTICIDAD A LA TEMPERATURA HOMÓLOGA USANDO ETAPAS SUCESIVAS CON CAMBIO EN LA $\dot{\epsilon}$

Se realizaron tres ensayos de deformación en etapas. Cada ensayo se realizó como se describió en la sección 2.5. Las condiciones y los resultados de los ensayos se resumen en la Tabla 3.5. Las Figuras 3.19, 3.20 y 3.21 muestran las imágenes de las probetas deformadas de estos tres ensayos.

Tabla 3.5. Condiciones y resultados de las pruebas de superplasticidad a la temperatura homologa usando etapas sucesivas con cambio en la $\dot{\epsilon}$ para la aleación Zinalco.

IDENT.	TEMP. (°C)	$\dot{\epsilon}$ INICIAL (S^{-1})	$\dot{\epsilon}$ FINAL (S^{-1})	DEFORMACION POR ETAPA (%)	DEFORMACION TOTAL (%)	NUMERO DE ETAPAS
MDSAR4	240	5.5×10^{-5}	1	100	328	4
MDSAR5	240	5.5×10^{-5}	1	50	550	10
MDSAR6	240	5.5×10^{-5}	1	30	590	15

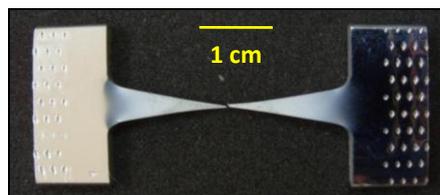


Figura 3.19 Muestra MDSAR4 deformada utilizando etapas de deformación de 100% con cambio de $\dot{\epsilon}$.
 $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = 1 s^{-1} .

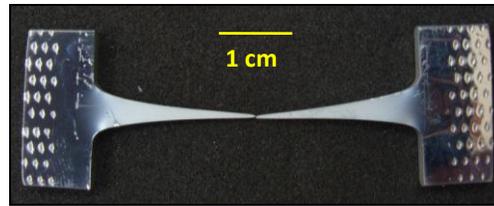


Figura 3.20 Muestra MDSAR5 deformada utilizando etapas de deformación de 50% con cambio de $\dot{\epsilon}$.
 $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = 1 s^{-1} .

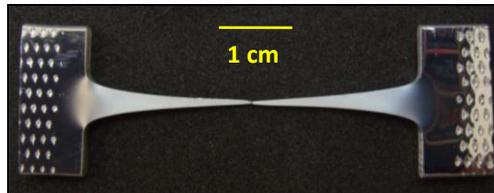


Figura 3.21 Muestra MDSAR6 deformada utilizando etapas de deformación de 30% con cambio de $\dot{\epsilon}$.
 $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = 1 s^{-1} .

La Tabla 3.5 muestra que cuando la deformación de la etapa es del 100% se logra 30% más de deformación total con respecto a la muestra deformada con una sola etapa. Al utilizar etapas con 50% se obtiene una deformación total de 550% y con etapas de 30% se alcanzan deformaciones de 590%. Estos dos últimos resultados representa el doble de lo alcanzado sin la utilización de etapas. Lo anterior demuestra que la utilización de las etapas contribuye a lograr mayores deformaciones. También se confirma que la deformación con baja $\dot{\epsilon}$ juega un papel muy importante ya que al parecer permite a la microestructura en cada etapa prepararse adecuadamente para soportar una mayor deformación con una elevada $\dot{\epsilon}$.

Los resultados hacen suponer que se logra mayor deformación utilizando etapas con deformación fija debido a que la magnitud del desacomodo de la estructura por efecto de la deformación con elevada $\dot{\epsilon}$ es menor haciendo por lo tanto mas fácil contrarrestarlo durante la deformación con baja $\dot{\epsilon}$. Esto permite que la microestructura de algún modo se regenere después de cada etapa con la ventaja de conservar la deformación obtenida en la misma. Como este proceso se repite sucesivas veces el resultado es la obtención de una deformación total muy grande.

Para los ensayos anteriores se realizaron también las curvas esfuerzo-deformación para cada etapa, sin embargo sólo se presentan en la Figura 3.22 las correspondientes a las 4 etapas de la primera muestra deformada. Las curvas para las otras dos muestras se omiten porque tienen un comportamiento similar pero con valores para los esfuerzos de cedencia y de ruptura diferentes.

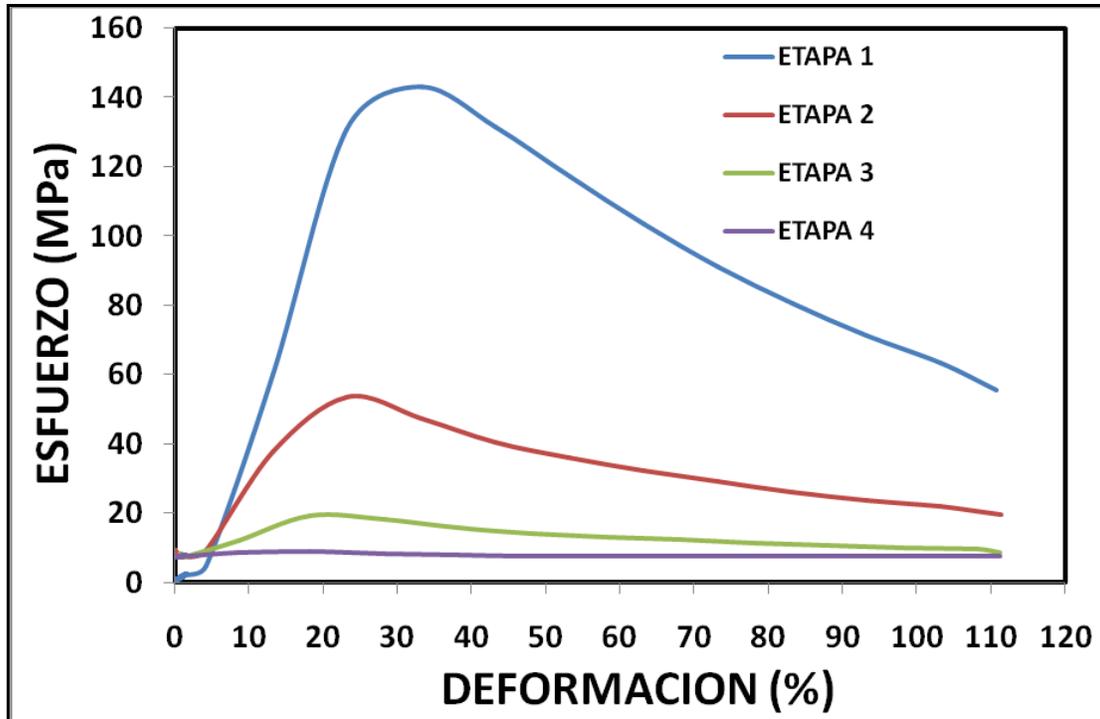


Figura 3.22 Curvas esfuerzo-deformación para la muestra deformada a la temperatura homologa usando etapas sucesivas de deformación del 100% con cambio en la $\dot{\epsilon}$. $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = 1 s^{-1} .

Las gráficas de las etapas de la muestra MSDAR4 muestran que el comportamiento para las tres primeras etapas sigue siendo el esperado para un material superplástico. Así mismo se observa que el valor del esfuerzo máximo y por lo tanto de la resistencia a la deformación va disminuyendo para cada una de estas tres etapas. Esta disminución se traduce en una menor resistencia para deformarse conforme se pasa de una etapa a otra. Para la última etapa, la deformación se lleva a cabo con un esfuerzo constante. Lo anterior significa que ya no existe resistencia por parte de la microestructura para deformarse superplásticamente en esta etapa. La tendencia decreciente de ambos esfuerzos para cada etapa se ilustra en la gráfica de la Figura 3.23A.

En las Figuras 3.23B y 3.23C se presentan las gráficas de los valores de esfuerzo en cada etapa para las muestras deformadas con una $\dot{\epsilon}$ de 1×10^{-1} y 1 s^{-1} . Se observa en la Figura 3.23B que los valores de esfuerzo de cedencia y de ruptura decrecen hasta la etapa 5 pero después sufren un incremento para las restantes etapas. Para la muestra MDSAR6 (Figura 3.23C), la tendencia de estos valores también es decreciente en las primeras etapas y luego se estabiliza para etapas posteriores con ligeros incrementos en algunas de ellas.

Si se compara el comportamiento de las tres muestras, se puede suponer que un mecanismo en particular es el que actúa en las primeras etapas. El cambio de la tendencia en las siguientes etapas de las muestras MDSAR5 y MDSAR6 hace pensar que existe una modificación en el mecanismo de deformación para estas etapas posteriores.

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Aunque no se presentan las graficas de esfuerzo deformación para las etapas de las muestras MDSAR5 y MDSAR6, la tendencia mostrada por ellas es la misma que la observada en la Figura 3.22 para la muestra MDSAR4. Esto reafirma la idea del cambio en el mecanismo pues la deformación para estas etapas se lleva a cabo a un esfuerzo constante. También la cantidad de esfuerzo para estas etapas es menor significando menor resistencia por parte de la microestructura para sufrir deformación superplástica con alta $\dot{\epsilon}$.

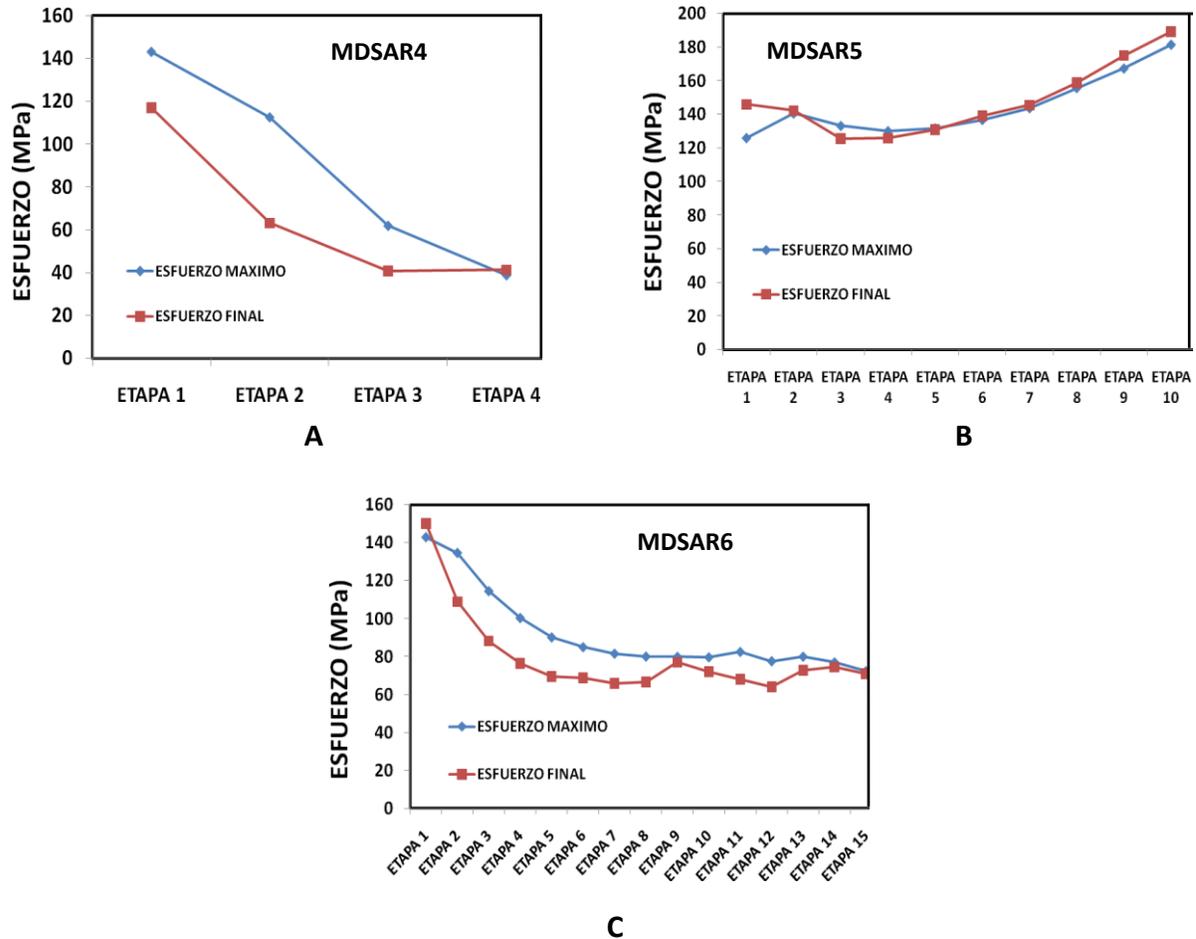


Figura 3.23 Variación del esfuerzo de cedencia y de ruptura para cada etapa de las muestras deformadas utilizando etapas de deformación con cambio en la $\dot{\epsilon}$. $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = 1 s^{-1} . A) Con 100% de deformación en alta $\dot{\epsilon}$, B) Con 50% de deformación en alta $\dot{\epsilon}$ y C) Con 30% de deformación en alta $\dot{\epsilon}$.

Para estas muestras también se hicieron los perfiles de la deformación y de la $\dot{\epsilon}$ instantánea utilizando la metodología descrita en la sección 3.3. Las gráficas correspondientes se presentan en la Figura 3.24. El perfil de la deformación instantánea muestra que también para el caso de la deformación con etapas existe la presencia de un flujo localizado en la parte central de la muestra que provoca la formación de

encuellamiento. Esto señala que la deformación superplástica utilizando etapas también es no homogénea.

En el perfil de la $\dot{\epsilon}$ instantánea para estas tres muestras deformadas con etapas se observa un comportamiento similar al descrito para las muestras deformadas con un solo cambio en la $\dot{\epsilon}$. Se puede suponer que al igual que para el caso anterior la región A representa al deformación a baja $\dot{\epsilon}$ y las regiones B y C la posibilidad de que diferentes mecanismos de deformación ocurran en secuencia durante la deformación.

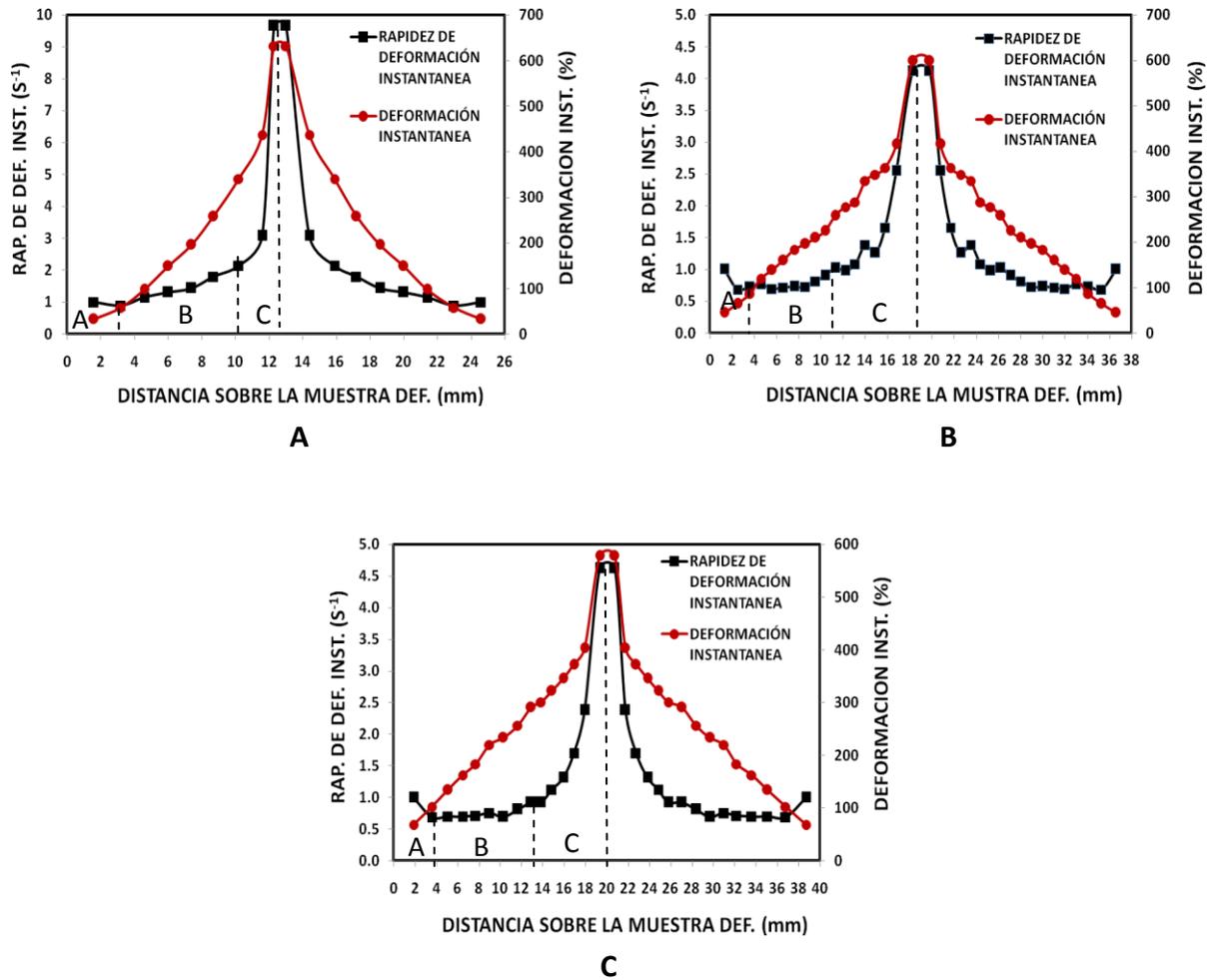


Figura 3.24 Perfil de deformación y $\dot{\epsilon}$ instantáneos para las muestras deformadas utilizando etapas de deformación con cambio en la $\dot{\epsilon}$. $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = 1 s^{-1} . A) Con 100% de deformación en alta $\dot{\epsilon}$, B) Con 50% de deformación en alta $\dot{\epsilon}$ y C) Con 30% de deformación en alta $\dot{\epsilon}$.

por granos equiaxiados de las fases α y η que parecen estar agrupados y aparentan una deformación en sentido de la aplicación del esfuerzo. La micrografía de la muestra MDSAR6 (Figura 3.25C) presenta una distribución homogénea de granos equiaxiados con un tamaño cercano a 1 μm de las fases α y η .

La similitud en la microestructura de la zona 3 de las muestras MDSAR4 y MDSAR3 es de esperarse pues ambas muestras fueron deformadas con la misma ϵ obteniéndose la misma deformación (70%). Comparando las micrografías de la Figura 3.9B con las correspondientes a la zona 3 de las muestras MDSAR5 y MDSAR6 se puede suponer que para la primera el mecanismo que estaría actuando es uno parecido al descrito para las condiciones normales de deformación, mientras que para la segunda, el GBS sería el mecanismo dominante pues la microestructura casi no sufre cambios con respecto a una sin deformación. Lo anterior es posible ya que la deformación en alta ϵ solo fue de 50%.

En la Figura 3.26 se muestran las micrografías de la zona 2 correspondiente a una deformación de 150% para la muestra MDSAR4 y de 250% para las dos muestras restantes.

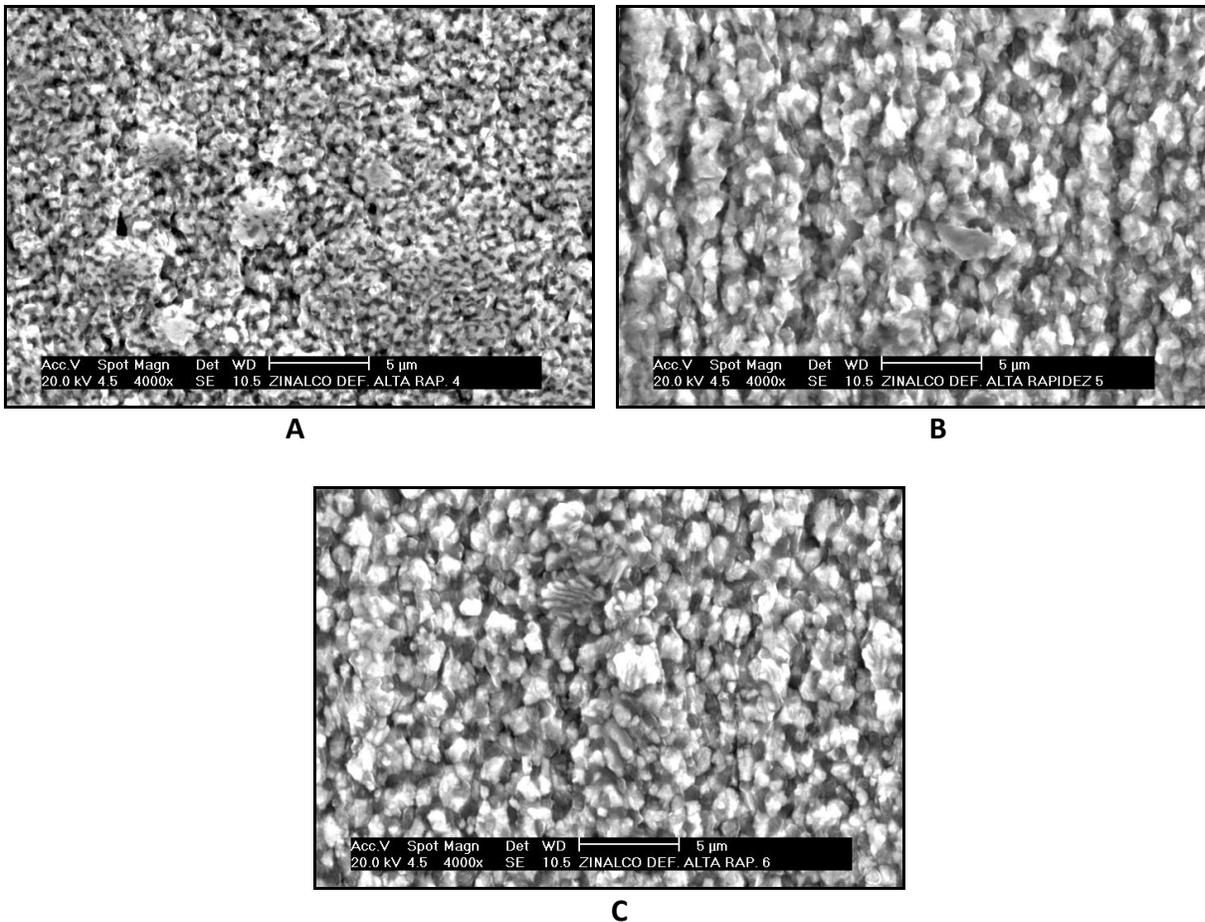


Figura 3.26 Microestructura de la zona 2 para las muestras deformadas utilizando etapas sucesivas con cambio en la ϵ . A) Muestra MDSAR4 a 4000 X, B) Muestra MDSAR5 a 4000 X y C) Muestra MDSAR6 a 4000 X.

La microestructura de la zona 2 de la muestra MDSAR4 es parecida a la de la zona 3 de esta misma muestra aunque se observan algunas regiones con granos aparentemente aglomerados. Para las muestras deformadas con pasos de 50 y 30% se puede observar que la microestructura en esta zona 2 es parecida a la de la zona 3 pero con un crecimiento en el tamaño de los granos de ambas fases. El alineamiento mostrado en la micrografía de la zona 3 de la muestra MDSAR5 se conserva, mientras que los granos de la muestra MDSAR6 muestran una ligera deformación comparados con los de la zona 3. También es posible observar en algunos granos de esta última micrografía regiones con una estructura propia de una transformación eutectoide.

La conservación de la microestructura en la zona 2 con respecto a la zona 3 para las tres muestras hace pensar que los mecanismos de deformación que iniciaron la deformación se siguen conservando.

Las micrografías de la zona con mayor deformación (zona 1) para las muestras MDSAR4, MDSAR5 y MDSAR6 se presentan en la Figura 3.27.

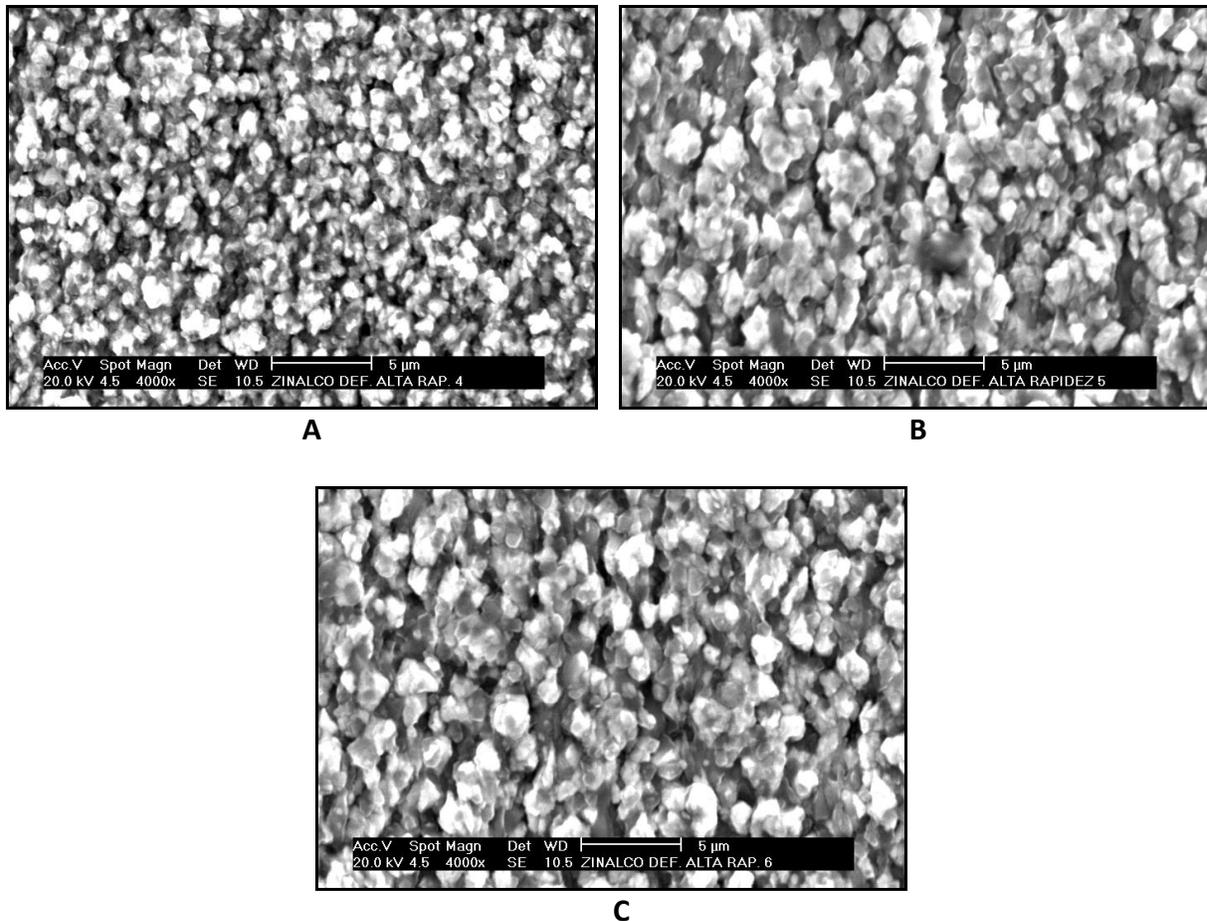


Figura 3.27 Microestructura de la zona 1 para las muestras deformadas utilizando etapas sucesivas con cambio en la $\dot{\epsilon}$. A) Muestra MDSAR4 a 4000 X, B) Muestra MDSAR5 a 4000 X y C) Muestra MDSAR6 a 4000 X.

Para las tres muestras se observa en las micrografías de la zona 1 que la microestructura está constituida por granos equiaxiados de las fases α y η con un poco de deformación sobre todo en los granos de la fase η . Se observa además que existen varias capas de granos y espacios entre ellas. La diferencia entre las muestras es que el tamaño de los granos es mas fino para la muestra MDSAR3 en comparación con las otras dos, además de que la deformación en los granos es menos notoria.

Las micrografías anteriores muestran que los granos casi no sufren deformación después de la gran cantidad de deformación y que los espacios ó huecos observados entre los granos al parecer se van llenando con el ascenso de nuevos granos provenientes del interior de la muestra. Esto hace pensar que un mecanismo de GBS asistido por un proceso de acomodado en el cual emergen granos, como el planteado por Gifkins [29-30], es el que actúa preferencialmente para alcanzar mayor deformación. Este aparente mecanismo es similar al descrito para el inicio de la deformación en condiciones normales.

Se puede concluir que para la deformación del Zinalco con alta $\dot{\epsilon}$ utilizando etapas con cambio en la $\dot{\epsilon}$ el mecanismo de GBS es el dominante al inicio de la deformación y que, conforme transcurre ésta, un proceso en el cual emergen granos originado por el mismo GBS ocurre paralelamente para alcanzar mayor cantidad de deformación. Este cambio en el mecanismo dominante también se puede relacionar con los cambios en las diferentes regiones mostradas en las gráficas de los perfiles de $\dot{\epsilon}$ instantánea de estas muestras.

El hecho de que se considere que el GBS es el mecanismo dominante al inicio de la deformación en condiciones normales y durante la deformación en alta $\dot{\epsilon}$ al utilizar etapas parece ser razonable. Lo anterior puede explicar porque se alcanzan grandes deformaciones con elevada rapidez ya que si solo se deforma una baja cantidad, como sucede con las etapas, se favorece que el mecanismo que actúa al inicio de la deformación siga actuando indefinidamente. De este modo al deformar con etapas de cambio en la $\dot{\epsilon}$ se puede esperar que el comportamiento superplástico sea el mismo que para condiciones normales pero con la ventaja de que la deformación se pueda alcanzar a elevada $\dot{\epsilon}$.

3.5.3- MODIFICACION DE LAS PRUEBAS DE DEFORMACIÓN A LA TEMPERATURA HOMÓLOGA USANDO ETAPAS SUCESIVAS CON UN CAMBIO EN LA $\dot{\epsilon}$

Los ensayos anteriores demostraron que al deformar utilizando etapas sucesivas con un cambio en la $\dot{\epsilon}$, la deformación total obtenida fue de casi 600% con una $\dot{\epsilon}$ de 1 s^{-1} . Éste último resultado cumple con el objetivo inicial de este trabajo. Sin embargo el tiempo total del ensayo (2 horas) es excesivo pensando en una posible aplicación a nivel industrial. Se decidió hacer un par de ensayos con una modificación para disminuir el tiempo total de la deformación.

La modificación propuesta fue que a partir de la segunda etapa el tiempo de deformación con baja $\dot{\epsilon}$ disminuyera a 1 minuto para un primer ensayo y a 2.5 minutos para un segundo ensayo. Estos dos ensayos se hicieron como se describió en la sección 2.5. Las condiciones y resultados de estos dos últimos ensayos se muestran en la Tabla 3.6. En las figuras 3.28 y 3.29 se presentan las probetas deformadas.

Tabla 3.6 Condiciones y resultados de las pruebas de superplasticidad utilizando una modificación en las etapas sucesivas con cambio en la $\dot{\epsilon}$ para la aleación Zinalco.

IDENT.	TEMP. (°C)	$\dot{\epsilon}$ INICIAL (s^{-1})	$\dot{\epsilon}$ FINAL (s^{-1})	TIEMPO A BAJA $\dot{\epsilon}$ (MINUTOS)	DEFORMACION TOTAL (%)	NUMERO DE ETAPAS DE 30%
MDSAR7	240	5.5×10^{-5}	1	1	400	11
MDSAR8	240	5.5×10^{-5}	1	2.5	495	14

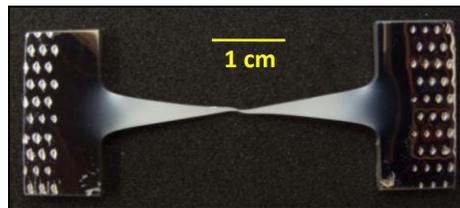


Figura 3.28 Muestra MDSAR7 deformada utilizando etapas de deformación de 30% con cambio de $\dot{\epsilon}$. 1 minuto a $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = 1 s^{-1} .

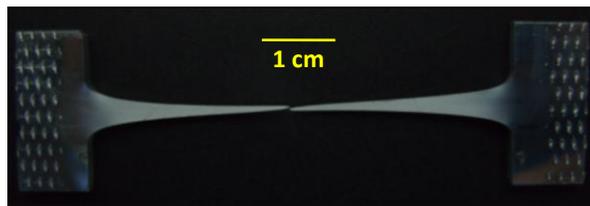


Figura 3.29 Muestra MDSAR8 deformada utilizando etapas de deformación de 30% con cambio de $\dot{\epsilon}$. 2.5 minutos a $\dot{\epsilon}$ inicial = $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon}$ final = 1 s^{-1} .

Los resultados muestran que al disminuir a un minuto el tiempo de deformación con baja rapidez la cantidad de deformación total disminuye a 400%. Esto parece ser consecuencia del poco tiempo disponible para reacomodar la microestructura. Este resultado refuerza la idea de que la deformación con baja $\dot{\epsilon}$ provee de un proceso de acomodo a la microestructura favorable para su deformación superplástica a elevada $\dot{\epsilon}$. El tiempo total del ensayo se redujo de 2 horas a media hora aproximadamente.

En el ensayo de la muestra MDSAR8 se utilizó aproximadamente una hora y se obtuvo una deformación total del 495%. Esta cantidad de deformación corresponde a un valor intermedio entre el 400% y 590% obtenidos con las muestras MDSAR6 y MDSAR7 respectivamente. Lo anterior parece indicar que la cantidad de deformación total alcanzada para las muestras deformadas utilizando etapas sucesivas con cambio en la $\dot{\epsilon}$ es función del tiempo que se deforma la aleación con baja $\dot{\epsilon}$. Este comportamiento tendrá que ser evaluado con más detalle en un futuro.

Después de realizar los ensayos de deformación superplástica se puede notar que la mejor metodología para alcanzar el objetivo de deformar superplásticamente a la aleación Zinalco una cantidad de alrededor de 500% con la mayor rapidez de deformación y el menos tiempo posible es utilizando etapas sucesivas con cambio en la $\dot{\epsilon}$ modificada para disminuir el tiempo total de ensayo. Esta secuencia de ensayo fue la utilizada en la muestra MDSAR8.

Para estos dos últimos ensayos se realizaron también las gráficas de los perfiles de deformación y rapidez de deformación instantáneas. Sin embargo por ser muy similares a las presentadas para la muestra MDSAR6 no se incluyen.

3.5.4- MICROESTRUCTURAS DE LAS MUESTRAS DEFORMADAS A LA TEMPERATURA HOMÓLOGA UTILIZANDO UNA MODIFICACION EN LAS ETAPAS SUCESIVAS CON UN CAMBIO EN LA $\dot{\epsilon}$

Las muestras MDSAR7 y MDSAR8 también fueron observadas con el MEB, sin embargo la microestructura que ambas presentan es similar entre si y por eso solo se presenta en la Figura 3.30 las imágenes de la muestra MDSAR8 deformada con etapas de baja $\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ (2.5 minutos) y alta $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$ (30%), en la que se alcanzo una deformación de 495%.

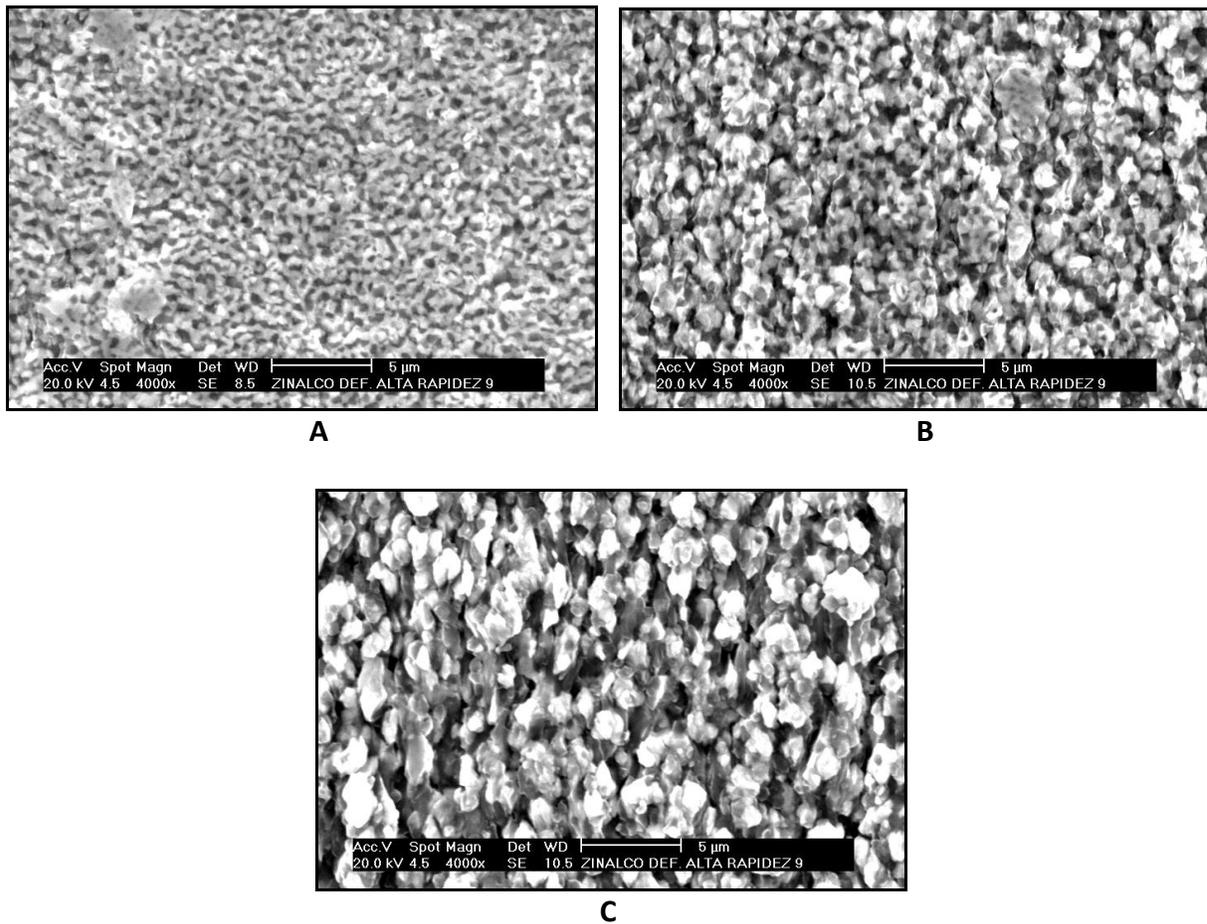


Figura 3.30 Microestructura de la muestra MDSAR8 deformada utilizando etapas de deformación con cambio en la $\dot{\epsilon}$. A) Zona 3 a 4000 X, B) Zona 2 a 4000X, C) Zona 1 a 4000X.

Se aprecia que en general no hay diferencias microestructurales en las tres zonas comparadas con la muestra MDSAR6 donde el tiempo a baja $\dot{\epsilon}$ era de 5 minutos. Esto es de esperarse ya que la diferencia entre estas dos últimas muestras y la MDSAR6 solo fue el tiempo que fueron deformadas con baja $\dot{\epsilon}$. Se puede suponer que el mismo mecanismo de deformación descrito anteriormente está actuando para estas muestras.

3.5.5- CARACTERIZACION UTILIZANDO OIM-EBSD DE LAS MUESTRAS DEFORMADAS A LA TEMPERATURA HOMOLOGA USANDO ETAPAS SUCESIVAS CON CAMBIO EN LA $\dot{\epsilon}$

Para el análisis de la microestructura después de la deformación superplástica en alta rapidez de deformación se generaron a partir de los datos obtenidos con la técnica OIM-EBSD mapas de fases con bordes de grano así como gráficos de distribución de tamaños de grano y de ángulos de desorientación entre los bordes de grano para una muestra sin deformación y para las muestras deformadas MDSAR6, y MDSAR8.

En la Figura 3.31 se presentan los mapas de fases con bordes de grano de la muestra sin deformar, y en la Figura 3.32 los mapas de dos muestras deformadas usando etapas con cambio en la rapidez de deformación (MDSAR6 y MDSAR8). En estos se muestran la forma, el tamaño y la distribución de los granos de las fases α y η para cada muestra.

Se pueden generar mapas para mostrar en ellos bordes de grano con diferentes desorientaciones. También pueden generarse mapas que muestren solo una de las fases en estudio. En este trabajo no se realizaron este tipo de modificaciones porque el análisis de la desorientación entre bordes se hará utilizando gráficos de distribución.

En los mapas de las Figuras 3.31 y 3.32 se observa que la forma, el tamaño y la distribución de los granos de las fases α (granos claros) y η (granos oscuros) corresponden con las microestructuras observadas en las micrografías de estas muestras (Figuras 3.9A, 3.25C y 3.28A).

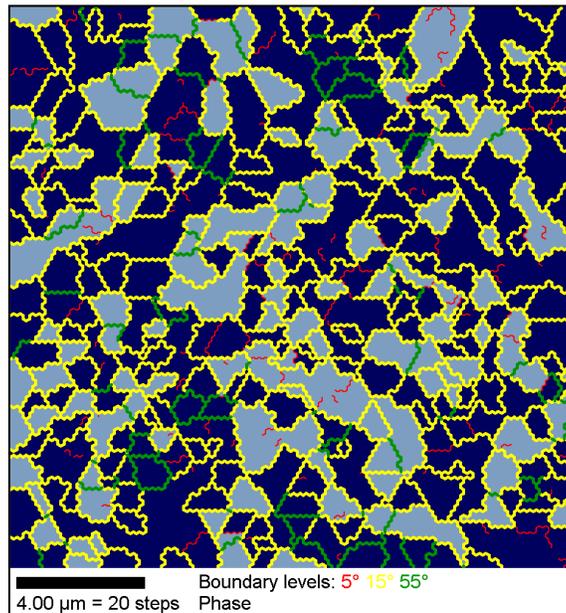


Figura 3.31 Mapa de fases con bordes de grano de la muestra sin deformación obtenido con la técnica de OIM-EBSD.

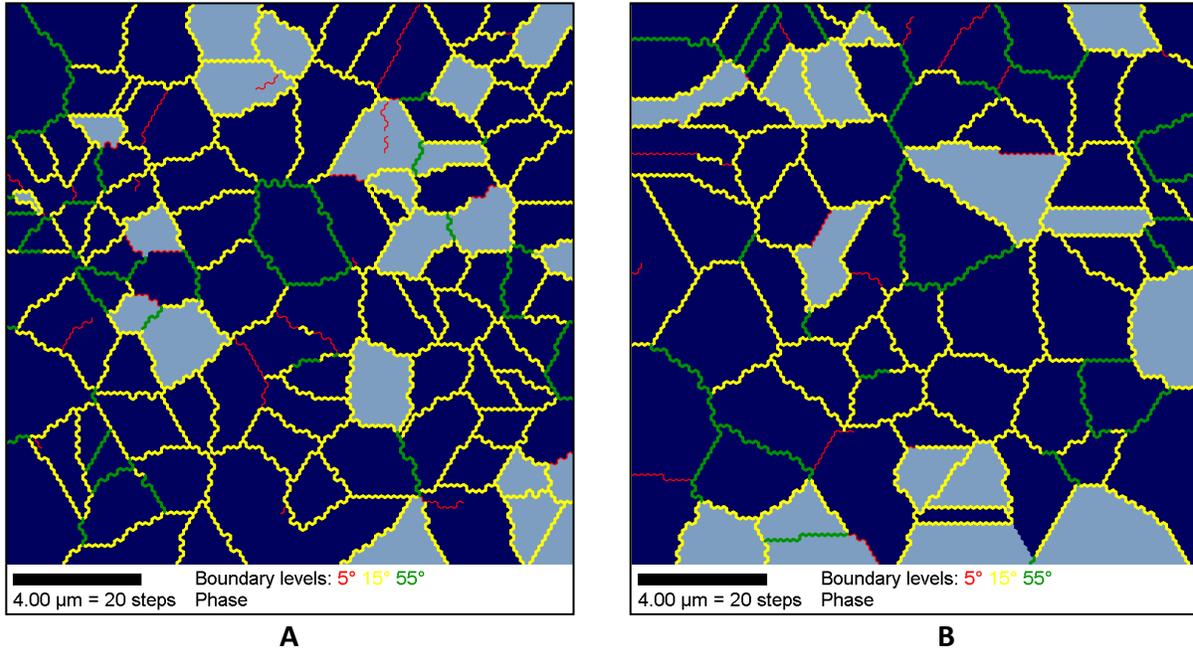


Figura 3.32 Mapas de fases con bordes de grano obtenidos con la técnica de OIM-EBSD. A) Muestra MDSAR6 y B) Muestra MDSAR8.

En la Figura 3.33 se presentan el gráfico de la distribución del tamaño de grano para la muestra sin deformación. Se observa que la distribución va de 0.5 hasta 2.5 μm . El tamaño promedio de esta distribución es aproximadamente de 1 μm .

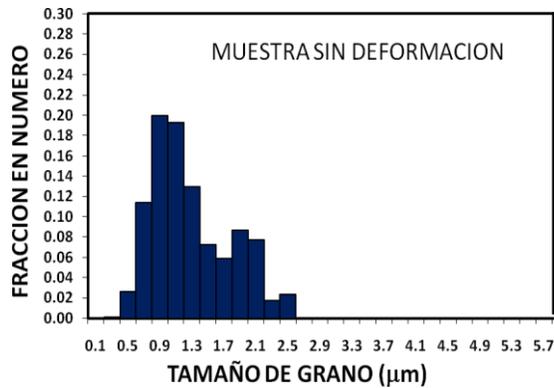


Figura 3.33 Gráfica de distribución del tamaño de grano para la muestra sin deformación obtenida con la técnica de OIM-EBSD.

La distribución de tamaños de grano en cada una de las tres zonas de deformación (sección 3.5) para las muestras MDSAR6 y MDSAR8 se presenta en la Figura 3.34.

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

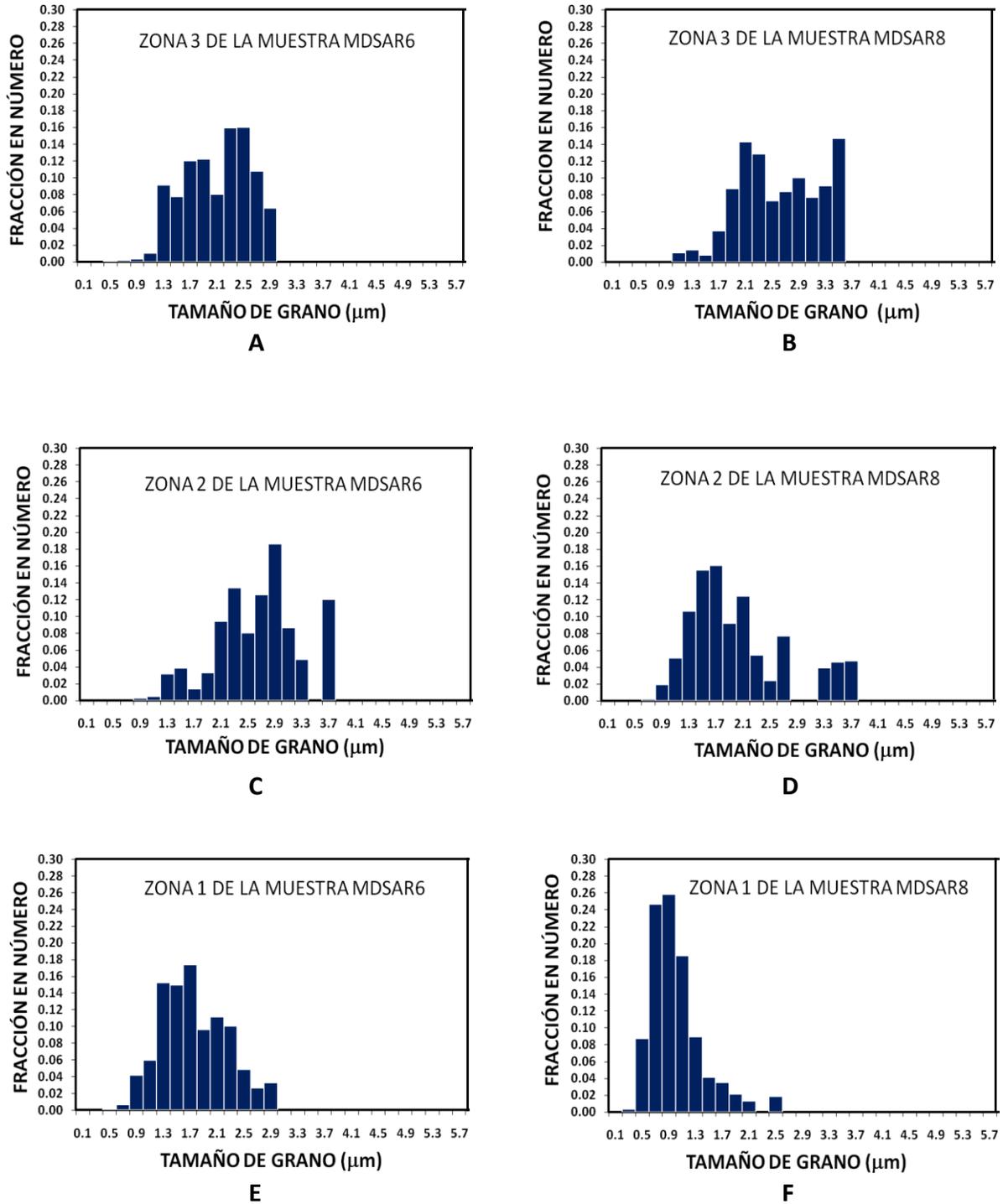


Figura 3.34 Gráficas de distribución del tamaño de grano obtenidas con la técnica de OIM-EBSD para tres zonas de deformación de la muestras deformadas utilizando etapas sucesivas con cambio en la ϵ A) Zona 3 muestra MDSAR6, B) Zona 3 muestra MDSAR8, C) Zona 2 muestra MDSAR6, D) Zona 2 muestra MDSAR8, E) Zona 1 muestra MDSAR6 y F) Zona 1 muestra MDSAR8.

En la zona 3 que corresponde a una zona con poca deformación el tamaño de grano para ambas muestras se encuentra entre 1 y 3.7 μm . Para la muestra MDSAR6 esta distribución es mas uniforme que para la muestra MDSAR8, en donde predomina una fracción mayor de un tamaño de entre 2.2 y 2.5 μm . Los tamaños promedio de esta zona para cada muestra son 1.84 y 2.23 μm respectivamente.

Para la zona 2 (deformación media), los gráficos muestran que el tamaño de grano para las dos muestras se encuentra entre 0.7 y 4 μm . Las distribuciones de tamaños presentan una fracción mayor de un tamaño de 3 μm para la muestra MDSAR6 y de entre 1.5 y 1.7 μm para la MDSAR8. Los tamaños promedio de la zona 2 para cada muestra son 2.25 y 1.62 μm respectivamente.

Para ambas muestras en la zona de mayor deformación (zona 1), el tamaño de grano está entre 0.5 y 3 μm . La distribución de la zona 1 de la muestra MDSAR6 presenta una fracción mayor para un tamaño de grano en un rango de 1.2 a 2.2 μm . Para la muestra MDSAR8 la mayor fracción corresponde a un tamaño de 1 μm . Los tamaños promedio de la zona 2 para cada muestra son 1.47 y 0.8 μm respectivamente.

Tanto para la muestra sin deformación como para las muestras deformadas con elevada rapidez de deformación, los valores de tamaño de grano obtenidos de los gráficos de distribución de tamaños de grano coinciden con los observados en las micrografías de las muestras. Lo anterior comprueba que esta técnica puede complementar las observaciones realizadas con MEB.

Para el análisis de los gráficos de distribución de ángulos de desorientación se utilizan los siguientes intervalos: 5° a 15° (región blanca), 15° a 55° (región negra), y 55° a 95° (región gris), Estos intervalos se escogieron con base en trabajos previos de diversos autores **[49-51]**.

El gráfico de la distribución de los ángulos de desorientación para la muestra sin deformación se presenta en la Figura 3.35. En este gráfico se observa que la distribución es de tipo bimodal ya que se presentan dos picos, uno entre 17 y 23° y otro entre 35 y 38°. También se observa que una fracción de 65% de los bordes tiene un ángulo de desorientación entre 15° y 55°. Diversos autores han propuesto que el mecanismo de resbalamiento de bordes de grano (GBS) se favorece cuando los bordes son de ángulo alto (<15°) **[50-52]**. Por lo anterior en apariencia la microestructura de la muestra sin deformación es optima para favorecer el GBS y por lo tanto para obtener grandes deformaciones superplásticas.

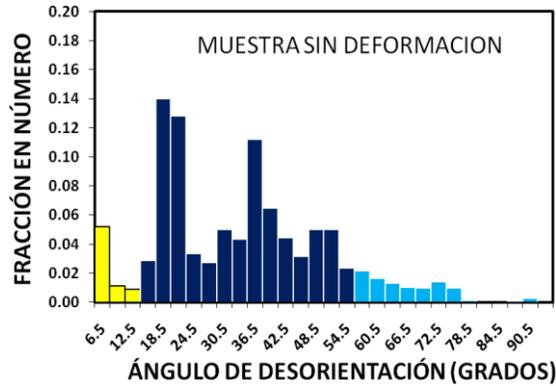


Figura 3.35 Gráfica de distribución del ángulo de desorientación para la muestra sin deformar obtenido con la técnica de OIM-EBSD.

En la Figura 3.36 se presentan los gráficos de la distribución de ángulos de desorientación para las muestras MDSAR6 y MDSAR8. Se realizaron gráficos en las tres zonas de deformación del mismo modo que para el caso del tamaño de grano.

Al comparar todas las graficas de ambas muestras con la de la muestra sin deformación se nota que existen cambios en la distribución de ángulos de desorientación. Estos cambios indican que los granos se movieron, ya sea por rotación o por deslizamiento, de tal modo que la fracción de ángulos que favorece el movimiento de los granos disminuye.

Para las tres zonas de la muestra MDSAR6 se observa una distribución mas uniforme con respecto a la muestra sin deformación y la muestra MDSAR8. En la muestra MDSAR8 se observan fracciones de ángulos de desorientación que predominan. Estas fracciones son parecidas a las de la muestra sin deformación. Las diferencias entre las distribuciones de las muestras indican que para la muestra MDSAR8 se favorece el mecanismo de GBS durante toda la deformación, mientras que para la muestra MDSAR6 otros mecanismos pueden participar. Esto concuerda con lo que se discutió en el análisis de la microestructura de estas dos muestras.

Los resultados anteriores muestran los aspectos de la microestructura antes y después del proceso de deformación superplástica de la aleación Zinalco utilizando etapas con cambio en la ϵ . Debido a lo anterior estos resultados pueden utilizarse para suponer el posible mecanismo que opera durante la deformación. Se sugiere realizar un análisis más detallado que incluya caracterizar las etapas de deformación con las técnicas de MEB y OIM-EBSD. Los resultados obtenidos por la técnica de OIM-EBSD representan una muy buena aproximación del tamaño, forma y distribución de las fases. Además proporciona información sobre la distribución de los ángulos de desorientación de bordes de granos. Por lo que esta técnica puede aportar información complementaria para la caracterización del proceso de deformación superplástica.

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

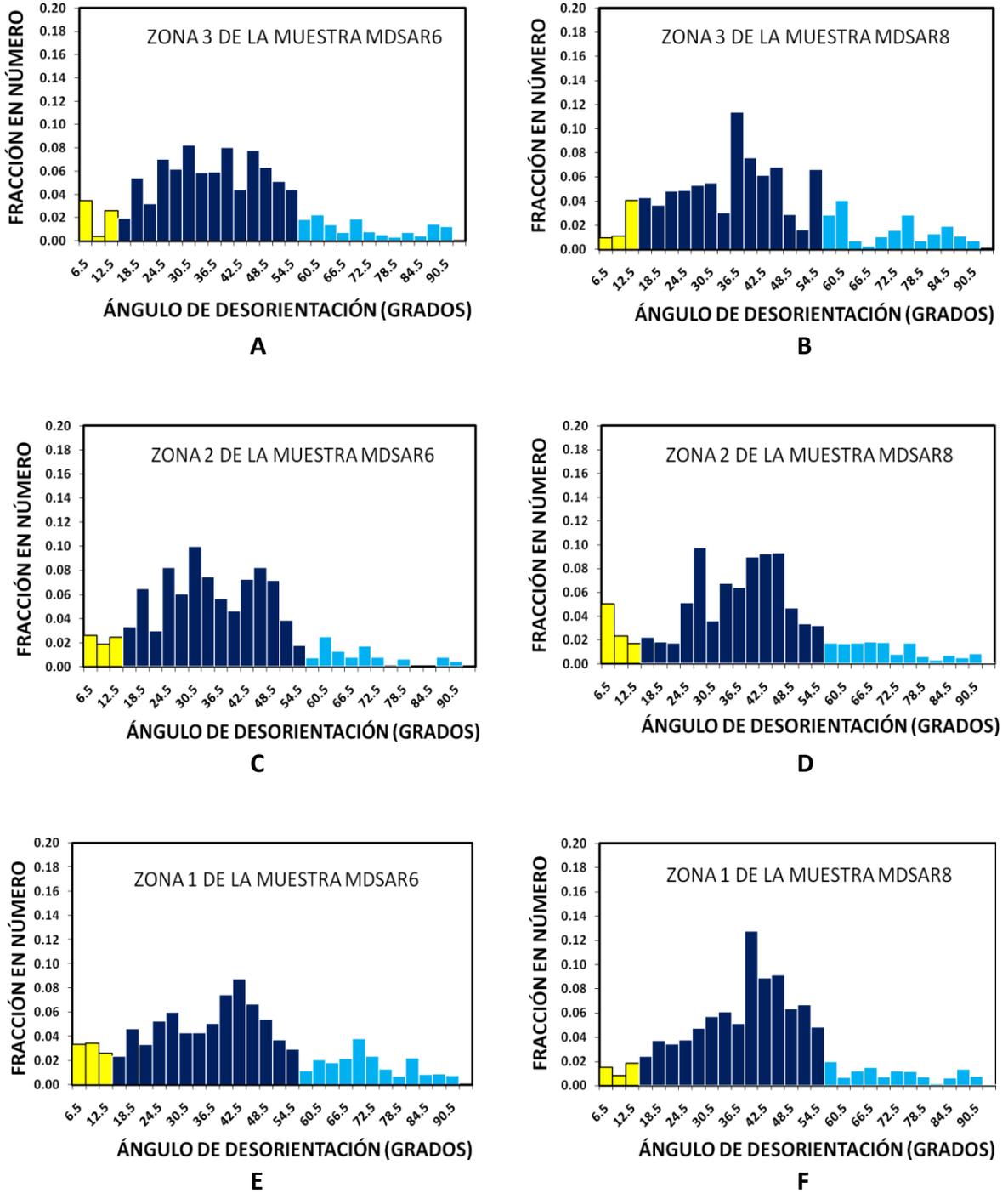


Figura 3.36 Gráficas de distribución del ángulo de desorientación: 5° a 15° (región blanca), 15° a 55° (región negra), y 55° a 95° (región gris) obtenidos con la técnica de OIM-EBSD para tres zonas de deformación de la muestra deformadas utilizando etapas sucesivas con cambio en la ϵ . A) Zona 3 muestra MDSAR6, B) Zona 3 muestra MDSAR8, C) Zona 2 muestra MDSAR6, D) Zona 2 muestra MDSAR8, E)

CAPITULO IV

CONCLUSIONES

En este trabajo primero se realizaron ensayos para determinar si la aleación Zinalco presentaba comportamiento superplástico con una rapidez de deformación convencional (10^{-3} s^{-1}) a la temperatura homóloga de 0.68 (240°C). Estos ensayos sirvieron para comparar los resultados de los ensayos realizados para obtener las mismas propiedades superplásticas pero con una rapidez de deformación ($\dot{\epsilon}$) mayor. Para lograr el objetivo se planteó la hipótesis de realizar una deformación en la región elástica previa a la deformación con alta $\dot{\epsilon}$. Se hicieron ensayos con cambio en la $\dot{\epsilon}$ y ensayos utilizando etapas sucesivas con cambio en la $\dot{\epsilon}$ para evaluar la hipótesis planteada.

Los resultados de este trabajo son:

1.- Ensayos en condiciones normales: Se deformó al Zinalco superplasticamente hasta la fractura a la temperatura homóloga de 0.68 (240°C) en el intervalo de rapidez de deformación ($\dot{\epsilon}$) de 10^{-1} a 10^{-3} s^{-1} . Se obtuvieron deformaciones de entre 400 y 915%.

2.- Ensayos con cambio en la $\dot{\epsilon}$: Se deformó superplasticamente al Zinalco con alta $\dot{\epsilon}$ a la temperatura homóloga de 0.68 (240°C), haciendo un cambio en la rapidez de deformación. La secuencia de ensayo fue: deformación inicial por 5 minutos con una $\dot{\epsilon}$ de $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ seguida de una deformación con mayor $\dot{\epsilon}$ hasta la fractura. Los valores utilizados fueron de 1×10^{-2} , 1×10^{-1} y 1 s^{-1} . Se obtuvieron deformaciones de 846, 680 y 288% respectivamente.

3.- Ensayos utilizando etapas sucesivas con cambio en la $\dot{\epsilon}$: La mayor cantidad de deformación superplástica en el Zinalco a la temperatura homóloga de 0.68 (240°C) usando alta $\dot{\epsilon}$ se obtuvo usando etapas sucesivas con cambio en la rapidez de deformación. La secuencia de ensayo fue: etapas consistentes de una deformación inicial por 5 minutos con una $\dot{\epsilon}$ de $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ seguida de una cantidad fija de deformación con una $\dot{\epsilon}$ de 1 s^{-1} . Las etapas se repitieron sucesivamente hasta la fractura. Los valores para la deformación fija fueron de 100, 50 y 30%. Se obtuvieron deformaciones de 328, 550 y 590%, el tiempo total del ensayo fue de 35, 70 y 110 minutos respectivamente.

4.- Modificación a los ensayos utilizando etapas sucesivas con cambio en la $\dot{\epsilon}$: Considerando el resultado obtenido utilizando pasos de deformación de 30 % y para disminuir el tiempo total del ensayo, se realizó una modificación a la secuencia anterior a partir de la segunda etapa. Se realizaron dos ensayos en los que se modificó el tiempo de

deformación con baja $\dot{\epsilon}$, se utilizó en el primer ensayo 1 minuto y en el segundo 2.5 minutos. Para ambos ensayos las etapas se repitieron sucesivamente hasta la fractura. Se obtuvieron deformaciones de 400, 495% utilizando un tiempo total para la deformación de 35 y 55 minutos respectivamente.

Después de analizar los resultados se puede concluir:

I.- Fue logrado el objetivo de alcanzar en el Zinalco una cantidad de deformación suficiente para su aplicación industrial con la mayor rapidez de deformación posible. Lo anterior se logró utilizando la segunda secuencia de ensayo descrita en el punto 4. Se obtuvo una deformación del orden de 500% con una $\dot{\epsilon}$ de 1 s^{-1} en un tiempo de aproximadamente 1 hora.

II.- Los resultados obtenidos muestran que con la hipótesis de deformar mediante etapas sucesivas en baja y alta $\dot{\epsilon}$ se pueden obtener grandes deformaciones en la aleación Zinalco, reforzando la idea de que la microestructura se prepara desde la región elástica para poder deformarse superplásticamente. Sin embargo él o los procesos que suceden durante esta preparación son todavía inciertos y un análisis más detallado será necesario. La cantidad de deformación total es función del tiempo que se deforma con baja $\dot{\epsilon}$. Lo anterior muestra la importancia de este paso para lograr una gran cantidad de deformación superplástica en el Zinalco como se planteó en la hipótesis inicial de este trabajo.

III.- El análisis de las microestructuras de las muestras para los ensayos de deformación superplástica del Zinalco en condiciones normales permite suponer que posiblemente el mecanismo que opera al inicio de la deformación es el resbalamiento de bordes de grano (GBS); conforme transcurre la deformación este mecanismo es asistido por un proceso en el cual algunos granos emergen desde el interior de la muestra. Las observaciones microestructurales muestran también que la contribución del GBS disminuye para mayores cantidades de deformación y que un mecanismo de deslizamiento de planos parece ser el dominante hasta que finalmente la muestra se fractura. Los cambios que se observan en los perfiles de deformación y de rapidez de deformación instantánea sugieren también que diferentes mecanismos actúan durante la deformación superplástica.

IV.- Para la deformación del Zinalco con alta $\dot{\epsilon}$, el análisis de las microestructuras muestra que el mecanismo operante es similar al descrito para las condiciones normales de deformación superplástica, pero con una menor contribución del mecanismo de deslizamiento de planos antes de la fractura. Para la deformación utilizando etapas, el GBS combinado con un proceso en el cual algunos granos emergen desde el interior de la muestra parece ser el que actúa durante toda la deformación, sin que haya evidencia de una deformación por deslizamiento de planos. Sin embargo, futuros estudios serán necesarios para determinar con certeza él ó los mecanismos que operan durante la deformación superplástica del Zinalco en todos los casos descritos anteriormente.

CONCLUSIONES

V.- Los mapas de fases y las gráficas de distribución de tamaños de grano y de ángulos de desorientación obtenidos con la técnica de Microscopía por Orientación de Imagen (OIM) para la forma, el tamaño y la distribución de fases concuerdan con las observaciones y mediciones realizadas en el MEB. Se obtuvieron además resultados de la distribución de los ángulos de desorientación entre los bordes de grano que se pueden utilizar para el estudio de los mecanismos de deformación complementando la información obtenida por otras técnicas. Un conocimiento más profundo de esta técnica permitirá en un futuro ofrecer más herramientas para el análisis detallado del proceso de deformación superplástica.

APENDICE A

MICROSCOPIA POR ORIENTACION DE IMAGEN (OIM-EBSD)

El estudio de la estructura de materiales policristalinos se puede hacer utilizando la técnica de Difracción de Electrones Retrodispersados (EBSD) por sus siglas en inglés. El estudio se hace analizando imágenes construidas a partir de los patrones de difracción obtenidos de los electrones retrodispersados (EBSP) emitidos por la superficie de la muestra al incidir sobre ella un haz de electrones dentro de un Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) [53-54].

Para obtener los patrones de difracción la muestra debe tener una superficie totalmente limpia, lisa y libre de contaminantes dado que los electrones que forman el patrón provienen de una profundidad de 10 a 50 nm. La preparación de la muestra debe incluir una etapa de desbaste con lijas finas, un pulido grueso con pasta de diamante o suspensiones de alúmina fina como abrasivo y un pulido fino con una suspensión de silica coloidal por un tiempo prolongado [55].

Los Patrones de difracción son un arreglo simétrico de bandas con una intensidad ligeramente mayor que la imagen de fondo (bandas de Kikuchi). El contraste entre el fondo y las bandas se genera debido a los electrones retrodispersados emitidos por el cristal cuando sobre él incide un haz de electrones dentro del MEB con un ángulo de incidencia de 70° . Los electrones incidentes interactúan con la muestra y solo aquellos que cumplan la Ley de Bragg difractan al impactar sobre los planos cristalinos. Estos electrones llamados retrodispersados emergen de la muestra en diversas direcciones formando un cono perpendicular a la dirección de incidencia. Este cono es interceptado por una pantalla fosforescente, colocada frente a la muestra, sobre la cual se forma el patrón [53, 56-59]. El esquema de la formación del cono de difracción y del patrón de difracción se muestra en la Figura A.1.

Debido a que el arreglo de las bandas de Kikuchi es función de la fase y de la orientación cristalina [58-60], el patrón registrado en la pantalla fosforescente contiene la información cristalográfica de la muestra en el punto de incidencia del haz cuando el MEB trabaja en el modo de spot. El patrón es detectado mediante una cámara conectada a un equipo de cómputo que utiliza un software para capturarlo e indexarlo. El software realiza un micro barrido e indexa cada uno de los patrones mediante operaciones lógicas y matemáticas, logrando así a través de la comparación con datos cristalográficos almacenados la identificación de las diversas fases presentes en la muestra.

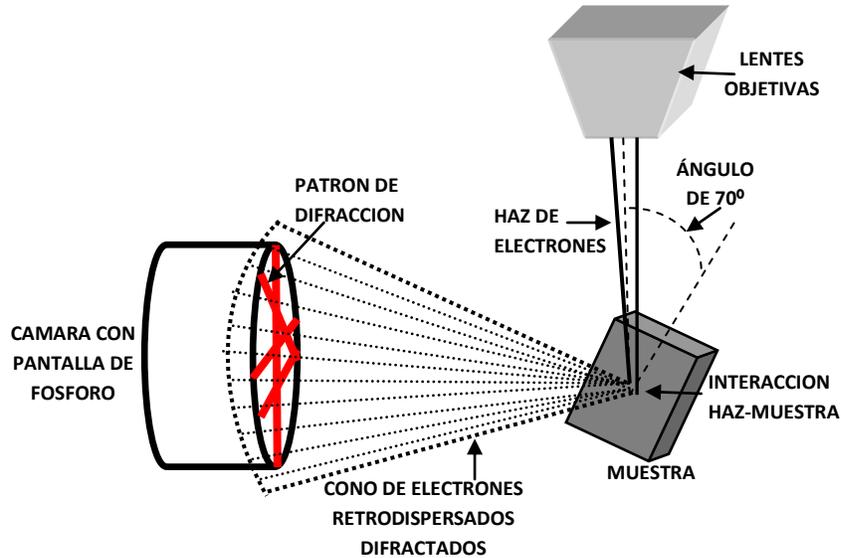


Figura A.1 Esquema de la formación del cono de difracción y del patrón de difracción.

El análisis de los patrones de difracción ha motivado el surgimiento de la *Microscopía de Orientación de Imagen* (OIM) [53, 56], la cual utiliza un software para la indexación de patrones de difracción. El proceso de indexación consiste en la determinación de la orientación cristalina de cada punto en el que se registra un patrón de difracción. Para realizarlo, el software digitaliza primero la imagen del patrón para darle mayor contraste y resolución y así facilitar la detección de las bandas. La detección de las bandas en el patrón se hace mediante una técnica llamada transformación de Hough, la cual expresa un set de píxeles con coordenadas (x,y) que forman una banda en términos de las coordenadas del espacio de Hough como se muestra en la Figura A.2 mediante la relación:

$$\rho = x \cos \theta + y \sin \theta \quad (1)$$

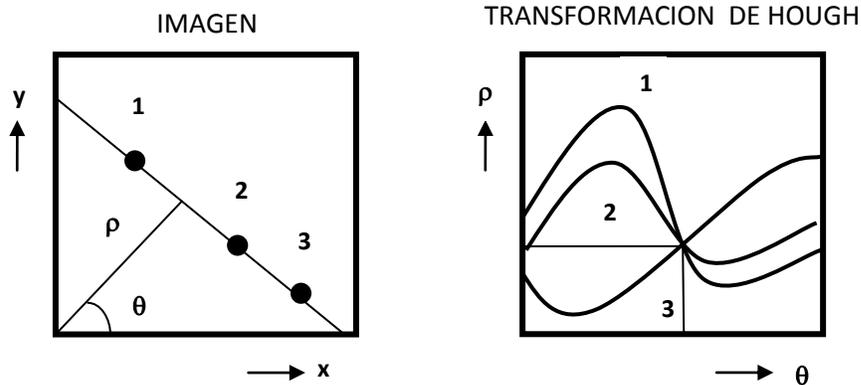


Figura A.2 Esquema de la Transformación de Hough para la indexación de patrones de difracción [61].

Después de que son detectadas las bandas, el software realiza a través de un sistema de voto estadístico la comparación de la posición de las bandas con la información cristalográfica de la muestra previamente suministrada por el usuario para determinar la orientación de ese punto en específico. Finalmente el software realiza la determinación de la orientación cristalina del punto barrido al comparar la orientación del mismo con respecto a un sistema de orientación fijo generalmente especificado por la orientación física de la muestra dentro del MEB.

Una vez indexados los patrones, el software permite la reconstrucción de la microestructura mediante la realización de mapas de fases [57-61]. Estos mapas además de permitir la identificación de fases son una poderosa herramienta en la medición de aspectos cristalográficos tales como orientaciones cristalinas, desorientaciones de límites de grano, morfología de granos y orientaciones cristalinas preferentes (textura) [53]. La información obtenida mediante la técnica de OIM-EBSD puede permitir estudiar el fenómeno de la superplasticidad al analizar los cambios cristalográficos de la microestructura antes y después de la deformación.

REFERENCIAS

- 1.- Micheli Jordy, Hualde Alfredo; *"Zinalco: Un nuevo material para la industria"*; Revista Tecno Industria (CONACYT); No. 13, pp 23-50; Diciembre 1993-Enero 1994.
- 2.- Sampere López José Carlos; *"Zinalco: Una Visión Económica de la Vinculación y la Innovación"*; Tesis de Licenciatura, Facultad de Economía; UNAM 2001.
- 3.- Torres Villaseñor Gabriel; *"Microestructura y Propiedades Mecánicas del Zinalco"*; Revista Ciencia No. 39, pp. 103-111; 1988.
- 4.- Saenz A., Negrete J., Valdés L., Torres Villaseñor G.; *"Propiedades Superplásticas a Temperatura Ambiente de la Aleación Zn-Al-Cu"*; IV Encuentro de Investigación Metalúrgica, Saltillo Coahuila; pp. 185-198; Noviembre 1982.
- 5.- Torres Villaseñor G., Negrete J.; *"Superplastic Behavior of Zn-20Al-2Cu at Room Temperature"*; Superplasticity and Superplastic Forming; The Minerals, Metals and Materials Society; 1988.
- 6.- Cahn R. W., Haasen P., Kramer E. J.; Materials Science And Technology, Vol. 6 Plastic Deformation and Fracture of Materials; Capítulo 9: *"Superplasticity in Metals, Ceramics and Intermetallics"*; pp. 410-456; 1992.
- 7.- Electronic Version of Superplasticity in Crystalline Solids; Sitio en internet: <http://www.mse.mtu.edu/~drjohn/sp/>; *"Historical Background"*.
- 8.- Mabuchi Mamuro, Higashi Kenji; *"The Processing, Properties and Applications of High-Strain-Rate Superplastic Materials"*; Journal of the Minerals and Materials Society; Vol. 50, No. 10, pp. 34-39; Junio 1998.
- 9.- Langdon Terence G.; *"The Physics of Superplastic Deformation"*; Materials Science and Engineering; A 137, pp. 1-11; 1991.
- 10.- Gifkins R. C., Langdon T. G.; *"Comments on Theories of Structural Superplasticity"*, Materials Science and Engineering; No. 36, pp. 27-33; 1978.
- 11.- Langdon Terence G., *"Grain Boundary Sliding Revisited: Developments in Sliding Over Four Decades"*; Journal of Materials Science; No 41 (3), pp. 597-609; 2006.

REFERENCIAS

- 12.-** Langdon Terence G., Mohamed Farghalli A.; *"The Mechanical Characteristics of Superplastic Deformation"*; Proceedings of IV Interamerican Conference on Materials Technology; pp. 498-507; 1975.
- 13.-** Martínez Flores E., Negrete J., Torres Villaseñor G.; *"Caracterización de tres aleaciones superplásticas utilizando Análisis Dinámico-Mecánico (DMA)"*; Revista Materia; Vol. 13, No. 2, pp. 365-373; 2008.
- 14.-** Lakes R. S.; *"Viscoelastic Solids"*; CRC Press LLC, Capítulo 1 y 3, pp. 1-9, 252 y 371; 1999.
- 15.-** Novikov, I.I.; *"50 th Anniversary of Russian Investigations on Superplasticity"*; Superplasticity in Advanced Materials, ICSAM-94; pp. 3; 1994.
- 16.-** Sitio en internet: www.nims.go.jp
- 17.-** Langdon Terence G.; *"The Mechanical Properties of Superplastic Materials"*; Metallurgical Transactions A; Vol. 13A, pp. 689-701; Mayo 1982.
- 18.-** Edington Jeff W.; *"Microestructural Aspects of Superplasticity"*, Metallurgical Transactions A; Vol. 13A, pp 703-715; Mayo 1982.
- 19.-** Arieli A., Mukherjee K.; *"The Rate Controlling Deformation Mechanisms in Superplasticity – A critical Assessment"*; Metallurgical Transactions A; Vol. 13A, pp. 717-731; Mayo 1982.
- 20.-** Mohamed Farghalli A., Ahmed Mohamed M. I., Langdon Terence G.; *"Factors Influencing Ductility in the Superplastic Zn-22pctAl Eutectoid"*, Metallurgical Transactions A; Vol. 8A, pp. 933-938; Junio 1977.
- 21.-** Langdon Terence G.; *"The Role of Grain Boundaries in High Temperature Deformation"*; Materials Science and Engineering; A166, pp. 67-79; 1993.
- 22.-** Taplin D. M. R., Dunlop G. L. and Langdon T. G.; *"Flow and Failure of Superplastic Materials"*; Annual Reviews Materials Science and Engineering; No. 9, pp. 151-189; 1979.
- 23.-** Langdon Terence G.; *"An evaluation of the strain contributed by grain boundary sliding in superplasticity"*; Materials Science and Engineering; A174, pp. 225-230; 1994.
- 24.-** Lin Zhao Rong, Chokshy Atul H. and Langdon Terence G.; *"An Investigation of grain Boundary Sliding in Superplasticity at High Elongations"*, Journal Of Materials Science; No. 23, pp. 2712-2722; 1988.
- 25.-** Ashby M. F., Verall R. A.; *"Diffusion Accommodated Flow and Superplasticity"*, Acta Metallurgical; Vol. 21, pp 149-163; 1973.

REFERENCIAS

- 26.- Ball A., Hutchinson M. M.; Metallurgical Science Journal; Vol. 3, pp 1-7; 1969.
- 27.- Mukherjee, A. K.; *"The Rate Controlling Mechanism in Superplasticity"*; Materials Science and Engineering; Vol. 8, Issue 2, pp 83-89; 1971.
- 28.- Mukherjee, A. K.; *"Grain Boundaries in Engineering Materials"*; J. L. Walter et al eds.; Claitor Publishing, Baton Rouge, L. A.; 1975.
- 29.- Gifkins R. C.; *"Grain Boundary Sliding and Its Accommodation During Creep and Superplasticity"*; Metallurgical Transactions A; Vol. 7A, pp. 1225-1232; Julio 1976.
- 30.- Gifkins R. C.; *"Grain Rearrangements During Superplastic Deformation"*, Journal of Materials Science; Vol. 13, No. 9, pp. 1926-1936; Noviembre de 1978.
- 31.- Gittus J. H.; Trans. ASME; Journal Engineering Materials Technology; Vol. 99, pp. 244; 1979.
- 32.- Hayden H. W., Floreen S. and Goodell P. D.; Metallurgical Transactions; Vol. 3, pp. 833; 1972.
- 33.- Spingarn J. R., and Nix W. D.; *"A model for Creep Based on the Climb of Dislocations at Grain Boundaries"*; Acta Metallurgica; Vol. 27, Issue 2, pp. 171-177; 1979.
- 34.- Gifkins R. C.; *"Mechanisms of Superplasticity"*; Superplastic Forming Of Structural Alloys; 1982.
- 35.- Mohamed F. A. and Langdon T. G.; *"Flow localization and Neck Formation in a Superplastic Metal"*; Acta Metallurgica; Vol. 29, Issue 5, pp. 911-920; 1981.
- 36.- Ahmed Mohamed M. I., Mohamed Farghalli A., Langdon Terence G.; *"Neck Formation and Cavitation in the Superplastic Zn-22%Al Eutectoid"*; Journal of Materials Science; No. 14, pp. 2913-2918; 1979.
- 37.- Langdon T. G., *"The Fracture Behavior of Superplastic Materials"*, Advances in Materials Technology in the Americas-1980; Vol. 2, pp. 55-60; American Society of Mechanical Engineers, New York, NY; 1980.
- 38.- Valiev R. Z. and Langdon T. G.; *"Principles of Equal-Channel Angular Pressing as a Processing Tool for Grain Refinement"*, Progress in Materials Science; No. 51, pp. 881-981; 2006.

REFERENCIAS

- 39.- Langdon T. G., Furukawa M., Nemoto M. and Horita Z.; *"Using Equal-Channel Angular Pressing for Refining Grain Size"*; Journal of the Minerals and Materials Society; Vol. 52, No. 4, pp. 30-33; Abril 2000.
- 40.- Sitio en internet: www.esi-topics.com
- 41.- Schey J. A.; *"Procesos de Manufactura"*; Tercera Edición; Edit. Mc Graw Hill; pp. 81, 268, 600-602; 2002.
- 42.- Torres Villaseñor G.; *"El Desarrollo Industrial del Zinalco"*, Cuadernos del Seminario de Problemas Científicos y Filosóficos; UNAM, 1988.
- 43.- Askeland Donald R.; *"Ciencia e Ingeniería de los Materiales"*; Tercera edición, Editorial Thompson international; pp. 542; 1998.
- 44.- Negrete Sánchez J. J., Torres Villaseñor G. Turrubiartes D. y Rocha Osornio A.; *"Extrusión Inversa del Zinalco"*, 3º Coloquio Latino-Americano de Fatiga y Fractura de Materiales; Rio de Janeiro, Brasil; 1988.
- 45.- Naziri H. and Pearce R.; *"The Influence of Copper Additions on the Superplastic Forming Behavior of the Zn-Al Eutectoid"*; International Journal Mechanical Science; Vol. 12; pp. 513-521; 1970.
- 46.- Edington J. W., Melton K. N. and Cutler C. P.; *"Superplasticity"*; Progress in Materials Science; Vol. 21, Issue 1, pp. 61-170; 1976.
- 47.- Cárdenas Govea M. A.; *"Influencia de la Temperatura de Forja del Zinalco"*; Tesis de Licenciatura, U.A.S.L.P.; 2001.
- 48.- Brocado Guerrero V. H.; *"Estudio de las Propiedades Mecánicas de la Aleación Zn-21% Al -2%Cu Reforzada con el Intermetálicos γ_2 del Sistema Cu-Al"*; Tesis de Licenciatura, U.A.S.L.P.; 2004.
- 49.- Zelin M. G., Krasilnikov N. A., Valiev R. Z., Grabski M. W. and Yang H. S.; *"On the Microstructural Aspects of the Nonhomogeneity of Superplastic Deformation at the Level of Grain Groups"*; Acta Metallurgical et Materialia; Vol. 42, No. 1, pp. 119-126; 1994.
- 50.- Xun Y., Tan M. J. and Nieh T.G., *"Grain Boundary Characterisation in Superplastic Deformation of Al-Li alloy Using Electron Backscatter Diffraction"*, Materials Science and Technology, Vol. 20, pp. 173-180. 2004.

REFERENCIAS

- 51.- Hsiao I. C. and Huang J. C., "Characterization of Grain Boundary Properties in Superplastic Al Based Alloys Using EBSD", Materials Science Forum, Vols. 357-359, pp. 381-386, 2001.
- 52.- Garmestani H., Kalu P., and Dingley D., "Characterization of Al-8090 Superplastic Materials Using Orientation Imaging Microscopy", Materials Science Engineering A, A242, pp. 284-291, 1998.
- 53.- Randle V. and Engler O.; *"Introduction to Texture Analysis Macrotecture, Microtexture and Orientation Mapping"*; Gordon and Breach Science Publishers; 2000.
- 54.- Weiland H.; *"Microtexture Determination and its Application to Materials Science"*, Journal of the Minerals and Materials Society, Vol. 46, No. 9, pp. 37-41, Septiembre 1994.
- 55.- Nowell M. M., Witt R. A. and True B. W., "EBSD Sample Preparation: Techniques, Tips and Tricks", Microscopy Today, Vol. 13, No. 4, pp. 44-48, Julio 2005.
- 56.- Adams B. L., Wright S. I. and Kunze K., "Orientation Imaging: The Emergence of a New Microscopy", Metallurgical Transactions A, Vol. 24-A, No. 4, pp. 819-831, Abril 1993.
- 57.- Humphreys F. J., "Review: Grain and Subgrain Characterisation by Electron Backscatter Diffraction", Journal of Materials Science, No. 36, pp. 3833-3854, 2001.
- 58.- Baba-Kishi K. Z., Review: Electron Backscatter Kikuchi Diffraction in the Scanning Electron Microscope for Crystallographic Analysis", Journal of Materials Science, No. 37, pp. 1715-1746, 2002.
- 59.- Mason T. A. and Adams B. L., "The Application of Orientation Imaging Microscopy", Journal of the Minerals and Materials Society, Vol. 46, No. 10, pp. 43-45, Octubre 1994.
- 60.- Sitio en internet: www.ebsd.com
- 61.- Humphreys F. J., "Reconstruction of Grains and Subgrains from Electron Backscattering Diffraction Maps", Journal of Microscopy, Vol. 213, pp. 247-256, Marzo 2004.