



Universidad Autónoma de San Luis Potosí
Facultad de Ingeniería
Centro de Investigación y Estudios de Posgrado

**“Optimización del comportamiento superplástico en alta
rapidez de deformación de una aleación Zn-23Al-1.15Cu
mediante la utilización de etapas de deformación elástica-
plástica”**

T E S I S

Que para obtener el grado de:

Maestra en Metalurgia e Ingeniería de Materiales

Presenta:

Ing. Mercedes Ibarra Meléndez

Asesor:

Dr. Mitsuo Osvaldo Ramos Azpeitia

Co-asesor:

M. en C. Antonio Alberto Torres Castillo

San Luis Potosí, S. L. P.

Febrero de 2018



DEDICATORIA

Dedico este trabajo de tesis a una persona que me acompañó a lo largo de este viaje. Quien siempre me apoyo, confió en mí, me escucho y me dio consejos. Quien con paciencia me explico una y otra y otra vez.

No tengo palabras para describir el profundo agradecimiento que siento. Este trabajo lo dedico a:

Mi Maestro Antonio Alberto Torres Castillo

AGRADECIMEINTOS

Los resultados de este proyecto, están dedicados a todas aquellas personas que, de alguna forma, son parte de su culminación.

Mi sincero agradecimiento a mi asesor Dr. Mitsuo Osvaldo Ramos Azpeitia por ayudar aún antes de ser mi asesor, a que la titulación se diera en tiempo.

A mi co-asesor M. en C. Antonio Alberto Torres Castillo por su asesoría y apoyo técnico.

A los sinodales M. en C. Rafael Eugenio Campos Cambranis y Dr. Emmanuel José Gutiérrez Castañeda por motivarme a mejorar.

A la Dra. Esperanza Elizabeth Martínez Flores por el tiempo que me permitió trabajar con ella.

Al CONACYT por la beca otorgada para mis estudios de maestría CVU/Becario: 711793/594934

Del Instituto de Investigaciones en Materiales de la Universidad Nacional Autónoma de México, al Dr. Gabriel Torres Villaseñor y a los técnicos académicos M. en C. Eliezer Hernández Mecinas responsable del laboratorio de pruebas mecánicas y a el Ing. Carlos Flores Morales responsable del laboratorio de microscopía de fuerza atómica y de trasmisión, por las facilidades brindadas para la realización de una parte del trabajo experimental de este proyecto.

Al M. en C. Alonso De la Garza San Miguel del Centro de Capacitación en Ingeniería de Materiales por las facilidades brindadas para el uso de la máquina universal.

Al Técnico Alfredo Ruiz Prado por toda su disponibilidad y apoyo en el laboratorio de metalografía.

Al Técnico Francisco Núñez Ruíz responsable del taller del Instituto de Metalurgia.

Al Técnico académico Ing. Fernando Rodríguez Juárez responsable del laboratorio de microscopía electrónica de barrido.

A mis compañeros de generación y de cubículo porque a su lado fue más fácil llevar este proceso.

A la L.Q. Claudia Hernández Galván del Laboratorio de Difracción de Rayos X

A M. en C. Carlos Noel Palafox Cantú por todo su soporte técnico y paciencia. A M. en C. Lorena Hernández Hernández por siempre creer en mí. Y a ambos porque siempre estuvieron cuando necesite palabras de aliento y a alguien que me escuchara.

Gracias a M. en C. Osbaldo Martín Galicia Gutiérrez por acompañarme hasta mi obtención de grado.

Gracias a mis hijas Angélica Galicia Ibarra e Isis Ximena Galicia Ibarra y a mi madre Ma. de los Ángeles Meléndez por la paciencia y una disculpa por el tiempo que deje de dedicarles.

Y finalmente, gracias a Dios por darme fuerza y valor para culminar este proyecto.

RESUMEN

El objetivo de la tesis fue optimizar el comportamiento superplástico de la aleación Zn-23Al-1.15Cu en alta rapidez de deformación para obtener deformaciones plásticas estables del orden de 500% en un tiempo total menor a 30 minutos y manteniendo valores de esfuerzo de flujo a temperatura ambiente útiles para aplicaciones comerciales. La modificación propuesta consistió en el uso de etapas sucesivas de deformación elástica-plástica durante el proceso.

Se fabricó la aleación mediante fundición y solidificación continua, sometándose posteriormente a un tratamiento termomecánico mediante extrusión inversa y laminación en caliente. Se utilizaron probetas tratadas térmicamente, con un tamaño de grano de $0.57\mu\text{m}$, para realizar ensayos de tensión y evaluar la resistencia última en temperatura ambiente. Después, utilizando una temperatura de 230°C (Temperatura homóloga = 0.63), se realizaron ensayos para evaluar el comportamiento en función de la rapidez de deformación y el efecto de la utilización de etapas sucesivas de deformación elástica-plástica. Para ello se utilizaron rapidezces de $1.33\text{E}^{-1}\text{ s}^{-1}$, $1.33\text{E}^{-2}\text{ s}^{-1}$ y $1.33\text{E}^{-3}\text{ s}^{-1}$ para la deformación continua, etapas de deformación plástica de 25%, 50% y 75%, y de deformación elástica de 1 min y 2.5 min.

Los resultados mostraron que la aleación Zn-23Al-1.15Cu presenta un valor de resistencia de flujo cuatro veces mayor y un incremento en la capacidad de deformación superplástica en alta rapidez de deformación en comparación con el reportado para la aleación Zn-22Al. También se demostró que la utilización de las etapas alternadas de deformación elástica-plástica, incrementa la estabilidad de flujo, logrando deformaciones estables en alta rapidez ($1\text{E}^{-1}\text{ s}^{-1}$) de 150% en 3 min y en forma quasi-estable de hasta 300% en 6.5 min.

Con base en los resultados obtenidos para la aleación Zn-23Al-1.15Cu y lo reportado en la literatura para aleación Zn-21Al-2Cu, se planteó una teoría fenomenológica, para describir el comportamiento superplástico en alta rapidez cuando se utilizan etapas de deformación elástica-plástica. En esta teoría se propone que la utilización de etapas promueve una recristalización temprana en un estado intermedio del proceso de deformación, en comparación con lo observado cuando éste se realiza en forma continua debido a que la etapa elástica permite que el material recristalice antes. La microestructura recristalizada permitirá la reactivación temporal del mecanismo de resbalamiento por bordes de grano, el cual es el mecanismo principal para lograr deformaciones superplásticas homogéneas.

ABSTRACT

The main objective of the thesis is the optimization of the high strain rate superplastic behavior for Zn-23Al-1.15Cu alloy, to achieve stable plastic deformations of the order of 500%, in less time than 30 minutes and useful flow stress values at room temperature for commercial applications. The proposed modification consisted in the use of successive stages of elastic-plastic deformation during the process.

Continuous casting and solidification produced the alloy, then, it was subjected to thermomechanical treatment the which consisted in inverse extrusion and hot rolling. Heat treated specimens with a grain size of $0.57\mu\text{m}$ were used to perform tensile tests and to evaluate room temperature ultimate tensile strength. Then, using a temperature of 230°C (homologous temperature = 0.63), the tests were performed to evaluate the behavior as a function of the strain rates and the effect of using successive stages of elastic-plastic deformation. They were performed using strain rates of $1.33\text{E}^{-1}\text{ s}^{-1}$, $1.33\text{E}^{-2}\text{ s}^{-1}$ and $1.33\text{E}^{-3}\text{ s}^{-1}$ for continuous deformation, plastic stages of 25%, 50% and 75%, and elastic stages of 1 min and 2.5 min.

It was shown that the Zn-23Al-1.15Cu alloy has a 400% increase in room temperature flow stress value and an increase in the capacity of high strain rate superplastic behavior compared to that reported for the Zn-22Al alloy. It was also demonstrated that the use of the alternating stages of elastic-plastic deformation, increases the stability of flow, achieving stable deformations in high strain rates ($1\text{E}^{-1}\text{ s}^{-1}$) of 150% in 3 min and quasi-stable up to 300% in 6.5 min.

Based on the results obtained for the alloy Zn-23Al-1-15Cu and the reported in the literature for Zn-21Al-2Cu alloy, a phenomenological theory was proposed to describe the superplastic behavior in high strain rate when elastic-plastic deformation was used. The model proposed that, the use of the stages promote an early recrystallization in an intermediate state of the deformation process, compared to the observed in continuous deformation due to the elastic stage allows the material to recrystallize. The recrystallized microstructure allows the temporary reactivation of grain boundary sliding mechanism, which is the main mechanism to achieve stable superplastic deformations.

ÍNDICE GENERAL

RESUMEN	i
ÍNDICE DE TABLAS	v
ÍNDICE DE FIGURAS	vi
ABREVIATURAS	xii
INTRODUCCIÓN	1
Capítulo 1 : Fundamentos del comportamiento superplástico de aleaciones Zn-Al en alta rapidez de deformación	4
1.1. Aspectos generales del fenómeno de superplasticidad	4
1.2. Comportamiento superplástico de aleaciones Zn-Al	8
1.3. Comportamiento superplástico de aleaciones Zn-Al en alta rapidez de deformación	12
1.3.1. Técnicas de procesamiento para el refinamiento de la microestructura	12
1.3.2. Modificación a los procesos de conformado	16
1.4. Modelos para los mecanismos de deformación superplástica en aleaciones metálicas en alta rapidez	20
1.5. Estabilidad del flujo plástico	25
Capítulo 2: Procedimiento para la evaluación del comportamiento superplástico de la aleación Zn-23Al-1.15Cu en alta rapidez de deformación	30
2.1. Obtención y caracterización de aleación Zn-23Al-1.15Cu	30
2.1.1. Fusión de la aleación	31
2.1.2. Solidificación por colada semicontinua	31
2.1.3. Procesamiento termomecánico	32
2.1.4. Tratamiento térmico	33
2.1.5. Preparación metalográfica	34
2.1.6. Estabilización del tamaño de grano	34
2.1.7. Medición de dureza	34
2.2. Descripción de los ensayos realizados en forma continua y con la utilización de etapas de deformación elástica-plástica	35
2.2.1. Ensayos de tensión para la determinación de propiedades mecánicas a temperatura ambiente	35
2.2.2. Ensayos de tensión a alta temperatura en función de la rapidez de deformación	36
2.2.3. Ensayos de tensión a alta temperatura y alta rapidez de deformación, utilizando diferentes condiciones para las etapas de deformación elástica-plástica.	36
2.2.3.1. Ensayos de tensión en función de las etapas de deformación plástica	36
2.2.3.2. Ensayos de tensión en función de las etapas de deformación elástica	36
2.2.4. Estabilidad del flujo plástico en función de la deformación	37

2.3. Métodos para la caracterización de las probetas antes y después del proceso de deformación	37
2.3.1. Evaluación de la localización de flujo plástico y la uniformidad de la deformación	37
2.3.2. Determinación de la inestabilidad	38
2.3.3. Caracterización microestructural	38
Capítulo 3: Análisis y discusión de resultados de los ensayos realizados en forma continua y con la utilización de etapas de deformación elástica-plástica	40
3.1. Obtención y caracterización de la aleación con microestructura favorable para el comportamiento superplástico	40
3.2. Resultados de los ensayos en tensión a temperatura ambiente	45
3.2.1. Comportamiento mecánico	45
3.2.2. Caracterización microestructural	46
3.3. Resultados de los ensayos en tensión a alta temperatura en función de la rapidez de deformación	48
3.3.1. Comportamiento mecánico	48
3.3.2. Caracterización microestructural	50
3.4. Resultados de los ensayos de tensión en alta temperatura y rapidez de deformación, utilizando diferentes condiciones para las etapas de deformación elástica-plástica	55
3.4.1. Resultados de los ensayos de tensión en función de las etapas de deformación plástica	55
3.4.1.1. Comportamiento mecánico	55
3.4.1.2. Caracterización microestructural	57
3.4.2. Resultados de ensayos de tensión en función de las etapas de deformación elástica	61
3.4.2.1. Comportamiento mecánico	61
3.4.2.2. Caracterización microestructural	62
3.5. Evaluación de la localización de flujo plástico y la uniformidad de la deformación	68
3.5.1. Localización de flujo plástico	69
3.5.2. Uniformidad de la deformación	72
3.5.3. Determinación de la inestabilidad plástica	73
3.6. Teoría fenomenológica propuesta para describir el comportamiento superplástico en alta rapidez de deformación con la utilización de etapas elástica-plástica	76
CONCLUSIONES	81
REFERENCIAS	83

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1 Resultados de ensayos a temperatura ambiente de algunas investigaciones en aleaciones Zn-Al y Zn-Al-Cu.....	11
Tabla 1.2 Resumen de algunas investigaciones con el objetivo de lograr HSRS	14
Tabla 1.3 Criterios de inestabilidad plástica [113].....	27
Tabla 3.1 Resultado de análisis químico	40
Tabla 3.2 Descripción de las etapas del procesamiento termomecánico de la aleación	42
Tabla 3.3 Resultados de los ensayos de tensión por deformación continua.....	49
Tabla 3.4 Resultados de los ensayos de tensión en función de la cantidad de deformación plástica.....	56
Tabla 3.5 Resultados de los ensayos de tensión por deformación elástica	62
Tabla 3.6 Resultados de los ensayos de tensión función de la cantidad de deformación en la etapa plástica.....	69

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1 Esquema de la dependencia de σ y ϵ en función de ϵ , para un material que presenta comportamiento superplástico [71].....	6
Figura 1.2 Dependencia del σ y ϵ en función de $\dot{\epsilon}$, para una aleación Zn-22Al [64]	9
Figura 1.3 Diagrama isotérmico a 20°C para Zn-Al-Cu [78].....	9
Figura 1.4 Relación entre la elongación a la falla y la rapidez de deformación, en función del tamaño de grano [91]	13
Figura 1.5 Representación esquemática del proceso de formado superplástico convencional, a) lámina entre moldes, b) formado a presión, c) formado final y d) extracción de la parte [54]	16
Figura 1.6 Esquema de la combinación del SPF con embutido profundo, a) inicio del embutido, b) final del embutido, c) fase de formado superplástico y d) final de formado [55].....	17
Figura 1.7 Esquema del SPF con retropresión [55]	18
Figura 1.8 Probeta deformada a una temperatura de 240°C y tamaño de grano inicial de 0.8 μm . a) $\epsilon = 400\%$ y deformación continua a una rapidez de $1\text{E}^{-1} \text{ s}^{-1}$, b) $\epsilon = 500\%$, etapas elásticas ($5.5\text{E}^{-5} \text{ s}^{-1}$ por 1 min), etapas plásticas (1 s^{-1} por 30%) [97]	19
Figura 1.9 Representación de la estructura de grano en presencia de una fase líquida en los bordes de grano [100]	21
Figura 1.10 Efecto de partículas de segunda fase, que dificultan el GBS y resbalamiento de dislocaciones [101].....	22
Figura 1.11 Esquema del proceso de recocido a) estado deformado, b) recuperado, c) parcialmente recristalizado, d) completamente recristalizado, e) crecimiento de grano [104]	24
Figura 1.12 Esquema que indica el cambio en el parámetro de inestabilidad I en función de la deformación. Deformación inestable (ϵ_1) Ducombe y (ϵ_2) Hart [109].....	26
Figura 1.13 Parámetro de inestabilidad en función de la deformación verdadera [17].....	27
Figura 1.14 Esquema de la evolución del cuello acorde el parámetro de inestabilidad [113].....	28
Figura 2.1 Diagrama binario de equilibrio Zn-Al [115].....	30
Figura 2.2 Esquema del equipo para colada semicontinua.....	31
Figura 2.3 Esquema del equipo utilizado durante la extrusión [118]	32
Figura 2.4 Probeta para ensayo de tensión	33
Figura 2.5 Máquina universal con horno integrado para ensayo de tensión	35
Figura 2.6 Esquema de la probeta dividida en 7 secciones de l_0 de longitud cada una [112].....	37
Figura 2.7 Zonas definidas para la caracterización en MEB	38

Figura 3.1 Micrografía de la microestructura observada en MEB a) colada a 1000X, b) colada a 4000X, c) extruido, d) laminado, e) temple y f) recocida. c, d, e y f a 5000X.....	41
Figura 3.2 Valores de dureza para cada etapa del procesamiento	43
Figura 3.3 Espectro del estado de recocido, probeta sin deformar	43
Figura 3.4 Micrografía de la microestructura de partida, probeta sin deformar observada en MEB. a) electrones retrodispersados y b) electrones secundarios	44
Figura 3.5 Crecimiento de grano en función del tiempo.....	44
Figura 3.6 Curva esfuerzo-deformación verdadero, ensayo a temperatura ambiente.....	45
Figura 3.7 Probeta Zn-23Al-1.15Cu deformada a temperatura ambiente	45
Figura 3.8 Micrografía de la microestructura observada en MEB de una probeta ensayada a 25°C, a una rapidez de deformación de $8.3E^{-3} s^{-1}$ y tamaño de grano inicial de 0.57 μm , zona a) sin deformación, b) menor deformación, c) media deformación, d) mayor deformación ...	47
Figura 3.9 Probeta ensayada a 25°C, a una rapidez de deformación de $8.3E^{-3} s^{-1}$ y tamaño de grano inicial de 0.57 μm , zona de fractura.....	47
Figura 3.10 Curva esfuerzo-deformación verdadero en función de la rapidez de deformación	49
Figura 3.11 Probetas Zn-23Al-1.15Cu deformadas a 230°C, en deformación continua, a) sin deformar, b) $1.33E^{-1} s^{-1}$, c) $1.33E^{-2} s^{-1}$ y d) $1.33E^{-3} s^{-1}$	49
Figura 3.12 Curvas esfuerzo verdadero y deformación convencional, en función de la rapidez de deformación para la aleación Zn-23Al-1.15Cu.....	50
Figura 3.13 Micrografía de la zona 4 de las probetas deformadas a 230°C, utilizando deformación continua hasta la fractura a una rapidez de a) $1.33E^{-1} s^{-1}$, b) $1.33E^{-2} s^{-1}$ y c) $1.33E^{-3} s^{-1}$	53
Figura 3.14 Micrografía de la zona 3 de las probetas deformadas a 230°C, utilizando deformación continua hasta la fractura a una rapidez de a) $1.33E^{-1} s^{-1}$, b) $1.33E^{-2} s^{-1}$ y c) $1.33E^{-3} s^{-1}$	53
Figura 3.15 Micrografía de la zona 2 de las probetas deformadas a 230°C, utilizando deformación continua hasta la fractura a una rapidez de a) $1.33E^{-1} s^{-1}$, b) $1.33E^{-2} s^{-1}$ y c) $1.33E^{-3} s^{-1}$	54
Figura 3.16 Micrografía de la zona 1 de las probetas deformadas a 230°C, utilizando deformación continua hasta la fractura a una rapidez de a) $1.33E^{-1} s^{-1}$, b) $1.33E^{-2} s^{-1}$ y c) $1.33E^{-3} s^{-1}$	54
Figura 3.17 Curva esfuerzo-deformación verdadera en función de la cantidad de deformación plástica.....	56
Figura 3.18 Probetas deformadas a 230°C. a) Deformación continua a $1.33E^{-1} s^{-1}$. Cantidad de deformación plástica por etapa es b) 75%, c) 50% y d) 25%.....	56
Figura 3.19 Micrografía de la zona 4 de las probetas deformadas hasta la fractura a 230°C, utilizando etapas de deformación plástica de a) 25%, b) 50% y c) 75%	58
Figura 3.20 Micrografía de la zona 3 de las probetas deformadas hasta la fractura a 230°C, utilizando etapas de deformación plástica de a) 25%, b) 50% y c) 75%	58

Figura 3.21 Micrografía de la zona 2 de las probetas deformadas hasta la fractura a 230°C, utilizando etapas de deformación plástica de a) 25%, b) 50% y c) 75%	59
Figura 3.22 Micrografía de la zona 1 de las probetas deformadas hasta la fractura a 230°C, utilizando etapas de deformación plástica de a) 25%, b) 50% y c) 75%	59
Figura 3.23 Curva esfuerzo-deformación verdadera en función de la deformación elástica .	61
Figura 3.24 Probetas deformadas a 230°C, cantidad de deformación fija a 500%. a) Deformación continua a $1.33E^{-1} s^{-1}$. Periodo de deformación elástica b) 1 min y c) 2.5 min .	61
Figura 3.25 Micrografía de la zona 4 de a) deformación continua, utilizando etapas de deformación elástica de b) 1 min y c) 2.5 min.....	64
Figura 3.26 Micrografía de la zona 3 de a) deformación continua, utilizando etapas de deformación elástica de b) 1 min y c) 2.5 min.....	64
Figura 3.27 Micrografía de la zona 2 de las probetas deformadas 500% a 230°C, a) deformación continua, utilizando etapas de deformación elástica de b) 1min y c) 2.5min.....	65
Figura 3.28 Micrografía de la zona 1 de las probetas deformadas 500% a 230°C, a) deformación continua, utilizando etapas de deformación elástica de b) 1min y c) 2.5min.....	65
Figura 3.29 Probetas deformadas utilizando etapas a una temperatura de 230°C, deformación total a) 0%, b) 150%, c) 300%, d) 500%, e) 600% y f) a fractura (1054%).....	68
Figura 3.30 Deformación continua.....	70
Figura 3.31 Probetas deformadas a 230°C, en deformación continua, a) $1.33E^{-1} s^{-1}$, b) $1.33E^{-2} s^{-1}$ y c) $1.33E^{-3} s^{-1}$	70
Figura 3.32 En función de la cantidad de deformación plástica	70
Figura 3.33 Probetas deformadas a 230°C. a) Deformación continua a $1.33E^{-1} s^{-1}$. Cantidad de deformación plástica por etapa b) 75%, c) 50% y d) 25%.....	70
Figura 3.34 En función de la duración de la deformación elástica	71
Figura 3.35 Probetas deformadas a 230°C, cantidad de deformación fija a 500%. a) deformación continua a $1.33E^{-1} s^{-1}$. Periodo de deformación elástica b) 1 min y c) 2.5 min..	71
Figura 3.36 Cantidad de deformación total fija a) 150%, b) 300%, c) 500% y d) 600%	71
Figura 3.37 Probetas deformadas por etapas a 230°C, con cantidad de deformación total fija a) 150%, b) 300%, c) 500% y d) 600%.....	71
Figura 3.38 Evaluación de uniformidad de flujo plástico	72
Figura 3.39 Parámetro de sensibilidad a la rapidez de la deformación en función de la deformación verdadera	74
Figura 3.40 Coeficiente de endurecimiento por deformación en función de la deformación verdadera.....	75
Figura 3.41 Parámetro de inestabilidad en función de la deformación verdadera.....	75
Figura 3.42 Secuencia de micrografías propuesta para describir fenomenológicamente el comportamiento superplástico en alta rapidez de deformación con la utilización de etapas elástica-plástica.....	77
Figura 3.43 Evolución microestructural en función de la deformación	79

Figura 3.43 Evolución microestructural en función de la deformación (continuación)80

SIMBOLOGÍA

α :	Fase rica en Aluminio
β :	Solución sólida de zinc y aluminio por encima de la temperatura eutécticoide
γ :	Coefficiente de endurecimiento por deformación
ε :	Fase intermetálica (Cu_4Zn)
$\dot{\varepsilon}$:	Rapidez de deformación
ε :	Deformación verdadera
ε_1 :	Criterio para el parámetro n acorde a Ducombe
ε_2 :	Criterio para el parámetro n acorde a Hart
η :	Fase rica en Zinc
μ :	Micra
σ :	Esfuerzo de flujo o esfuerzo a la cedencia
τ :	Esfuerzo de corte
τ' :	Fase intermetálica ($\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}$)
ϕ :	Relación de la sección transversal
θ :	Fase rica en Aluminio
ΔL :	Incremento de longitud
A :	Constante que está en función del mecanismo de deformación
b :	Vector de Burguers
B_1 :	Constante que incluye la dependencia con la temperatura
B_2 :	Inverso de B_1
c :	Constante empírica del material relacionada con el crecimiento dinámico del grano
d_i :	Tamaño de grano inicial
e_f :	Elongación a la fractura
d :	Tamaño de grano
D :	Coefficiente de difusión
G :	Módulo de corte
l :	Parámetro de inestabilidad
k :	Constante de Boltzmann
L_0 :	Longitud calibrada inicial de la probeta
l_0 :	Longitud calibrada inicial del segmento
m :	Sensibilidad a la rapidez de deformación
n :	Exponente del esfuerzo

ρ : Parámetro de la sensibilidad del tamaño de grano
 P : Carga
 Q : Energía de activación
 R : Constante de los gases
 T : Temperatura absoluta,
 P_{gb} : Partícula en el borde de grano
 T : Temperatura
 T_i : Temperatura insipiente
 T_f : Temperatura de fusión
 T_h : Temperatura homóloga
 T_s : Temperatura se solidus
 T_{gb} : Tensión entre granos adyacentes
 $\#P$: Número de pasos

ABREVIATURAS

- ECAP: *Equal channel angular pressing*, extrusión en canal angular constante
- EDX : Espectroscopia de dispersión de energía de rayos X
- F β Bs : Bordes residuales de la fase β de alta temperatura
- FS : *Friction stir*, remoción por fricción
- FSP : *Friction stir processing*, proceso de remoción por fricción
- GBS : *Grain boundary sliding*, resbalamiento por borde de grano
- HAGB: *High angle grain boundary*, borde de grano de ángulo alto
- HPT : *High-pressure torsion*, torsión en alta presión
- HSRS : *High strain rate superplasticity*, superplasticidad en alta rapidez
- LAGB: *Low angle grain boundary*, borde de grano de ángulo bajo
- NR: No reportado
- RT : *Room temperature*, temperatura ambiente
- SP : Superplástico o superplasticidad
- SPD : *Severe plastic deformation*, deformación plástica severa
- SPF: Formado superplástico
- TMPC : *Thermomechanical processing*, procesamiento termomecánico
- u.a : Unidades arbitrarias
- UTS : *Ultimate tensile strength*, resistencia última a la tensión
- YS: *Yiel strength*, esfuerzo de flujo

INTRODUCCIÓN

La superplasticidad (SP) se define como la habilidad que tienen los materiales policristalinos para presentar elongaciones isotrópicas de por lo menos 500% previo a la falla, con una sensibilidad a la rapidez de deformación m de ~ 0.5 [1].

Diversos autores consideran que un material presenta características superplásticas y/o comportamiento superplástico, aunque los valores de elongación a la ruptura obtenidos estén por debajo de 400% y la sensibilidad a la rapidez de deformación por debajo de 0.3, que es considerado el valor de m mínimo necesario para que el comportamiento corresponda a la región superplástica [2–8]. Lo anterior sugiere que es conveniente una revisión de la definición actual o el uso de un término estandarizado que se adecue a la mayoría de las características observadas.

Los requerimientos que se establecieron a mediados del siglo pasado para que un material presentara un comportamiento superplástico fueron: el material debía tener una microestructura de granos equiaxiados de un tamaño estable menor a $10\ \mu\text{m}$, el proceso se debía llevar a cabo a una baja rapidez de deformación de entre 1E^{-5} a $\leq 1\text{E}^{-2}\ \text{s}^{-1}$ y utilizando una temperatura homóloga ≥ 0.5 (donde la temperatura homóloga = Temperatura de trabajo / Temperatura de fusión). Sin embargo, en la actualidad se ha logrado deformar superplásticamente con condiciones diferentes a las establecidas originalmente como lo son: partiendo de un tamaño de grano mayor a $10\ \mu\text{m}$ [9,10], deformando a rapidez mayor a $1\text{E}^{-2}\ \text{s}^{-1}$ [11] y utilizando temperaturas homólogas menores a 0.5 [12–15].

En este trabajo se le llamará Zn-22Al, como forma abreviada, a la aleación eutectoide 78% en peso de Zn con 22% en peso de Al, de forma similar se omitirá “% de peso en” y se utilizará un “-”, para formar la nomenclatura que se utilizará para nombrar las aleaciones. La aleación eutectoide Zn-22Al es un material superplástico que destaca debido a su baja temperatura de formado, su alta sensibilidad a la rapidez de deformación y alta elongación a la tensión [16]. Sin embargo, el uso de la aleación ha sido limitado debido a que a temperatura ambiente presenta baja resistencia mecánica y es propensa a presentar fluencia [17]. Para mejorar estas propiedades, se han empleado diferentes elementos de aleación como Ag [18–21], Si [7,22], Fe [23] y Cu [17,24–30]. Este último elemento es capaz de incrementar la resistencia mecánica hasta tres veces por el mecanismo de endurecimiento por solución sólida si se adiciona hasta en 1% [17], y entrar en solución sólida si se adiciona hasta en 2%

[31]. Sin embargo, la adición de cobre causa una disminución en la estabilidad del flujo y la cantidad de deformación plástica [24]. Además, si se agrega por encima de 2% en peso se promueve la formación de fases intermetálicas τ' ($\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}$) y ε (Cu_4Zn), las cuales contribuyen a la inestabilidad dimensional después del formado en caliente [28,32–34].

Basándose en la idea de que la microestructura se prepara en la región elástica para poder deformarse superplásticamente [35], en una investigación previa, se propuso el uso de etapas sucesivas de deformación elástica-plástica para lograr deformaciones SP en alta rapidez de deformación en una aleación Zn-21Al-2Cu. Aunque se logró una deformación del orden de 500% a una rapidez de 1s^{-1} y se disminuyó el grado de inestabilidad plástica provocado por la presencia de fases intermetálicas y bordes residuales; la cantidad de deformación estable (aprox. 100%) y la excesiva duración del ensayo (aprox. 1 hora), no representan condiciones atractivas en esta aleación para su posible aplicación [36].

Aunque los materiales superplásticos presentan mejores propiedades para el conformado que las aleaciones tradicionales, la baja rapidez de deformación continúa siendo la principal limitante para la utilización de estos materiales en procesos de conformado industrial con grandes volúmenes de producción [15,37–39]. Por ello, se han realizado investigaciones con el objetivo de deformar superplásticamente en alta rapidez ($\geq 1\text{E}^{-2}\text{s}^{-1}$), las cuales se basan principalmente en el desarrollo de técnicas para el refinamiento de la microestructura y/o modificación del proceso de conformado [11,14,15,34,36,40–63]. Por ejemplo, para la aleación Zn-22Al, se han alcanzado elongaciones de 2000% utilizando una rapidez de $1\text{E}^{-1}\text{s}^{-1}$, de la que sólo el 200% fue deformación estable [16,64]. Sin embargo, para esta aleación, no se ha logrado encontrar un equilibrio entre propiedades mecánicas, estabilidad de flujo plástico y tiempo total de conformado que resulte atractivo para posibles aplicaciones comerciales.

El objetivo de ésta tesis es optimizar el comportamiento superplástico de la aleación Zn-23Al-1.15Cu en alta rapidez de deformación para obtener deformaciones plásticas estables del orden de 500% en un tiempo total menor a 30 minutos y manteniendo valores de esfuerzo de flujo a temperatura ambiente útiles para aplicaciones comerciales.

En este trabajo se espera que en la aleación Zn-23Al-1.15Cu, se obtenga un valor para el esfuerzo de flujo a temperatura ambiente útil para aplicaciones comerciales y una microestructura sin la presencia de fases intermetálicas. Así mismo, se espera que la

utilización de etapas sucesivas de deformación elástica-plástica ayude a conservar un mecanismo que genere deformaciones plásticas más estables en alta rapidez de deformación, mediante la activación de procesos de acomodo.

La realización de este proyecto se hizo en tres partes. En primer lugar, se determinó el comportamiento mecánico de la aleación a temperatura ambiente. Después, se evaluó el comportamiento de la aleación a alta temperatura en función de la rapidez de deformación, la cantidad de deformación de la etapa plástica y la duración de la etapa elástica; así como el grado de estabilidad en función de la deformación. Por último, basado en los resultados de la caracterización microestructural y del comportamiento mecánico, se propone una teoría fenomenológica para describir el comportamiento superplástico de la aleación Zn-23Al-1.15Cu en alta rapidez de deformación, cuando el proceso se lleva a cabo utilizando etapas de deformación elástica-plástica.

Capítulo 1 : Fundamentos del comportamiento superplástico de aleaciones Zn-Al en alta rapidez de deformación

Este capítulo trata sobre los conceptos básicos del comportamiento superplástico (SP) de aleaciones metálicas en alta rapidez de deformación y los mecanismos que operan. Se describen procesos utilizados como son el refinamiento de microestructura, la variación en el proceso de deformación y/o aplicaciones de los materiales.

1.1. Aspectos generales del fenómeno de superplasticidad

La superplasticidad (SP) se define como la habilidad que tienen los materiales policristalinos para presentar elongaciones isotrópicas de por lo menos 400% previo a la falla, con una sensibilidad a la rapidez de deformación m de aproximadamente 0.5 [1]. Los materiales que presentan un comportamiento superplástico, son investigados por su importancia tecnológica en el proceso de formado, debido a que esta habilidad permite obtener productos con geometrías complejas con un número de operaciones y esfuerzos menores a los requeridos en los procesos de conformado tradicionales [65,66].

Los requerimientos que se establecieron a mediados del siglo pasado para que un material presentara un comportamiento superplástico fueron: el material debía tener una microestructura de granos equiaxiados de un tamaño estable menor a $10\ \mu\text{m}$, el proceso se debía llevar a cabo a una baja rapidez de deformación de entre 1E^{-5} a $\leq 1\text{E}^{-2}\ \text{s}^{-1}$ y utilizando una temperatura homóloga ≥ 0.5 (donde la temperatura homóloga = Temperatura de trabajo / Temperatura de fusión). Sin embargo, en la actualidad se ha logrado deformar de forma superplástica con condiciones diferentes a las originalmente establecidas como lo son: partiendo de un tamaño de grano mayor a $10\ \mu\text{m}$ [9,10], deformando a rapidez mayor a $1\text{E}^{-2}\ \text{s}^{-1}$ [11] y utilizando temperaturas homólogas menores a 0.5 [12–15].

Los requerimientos de alta temperatura y tamaño de grano pequeño no son compatibles, debido a que ocurre un crecimiento de grano a temperaturas altas en metales puros. Por lo tanto, los metales óptimos para un comportamiento superplástico, son clasificados en microdúplex y pseudomonofásico. Ejemplos del primer caso son las aleaciones eutécticas y eutectoides, en donde la presencia de una segunda fase ayuda a estabilizar el tamaño de grano fino obtenido, ya sea por una transformación de fase o mediante procesamiento termomecánico [67]. Estos materiales incluyen aleaciones de titanio, aceros inoxidable, base

níquel, base cobre, Zn-Al eutectoide, Pb-Sn, Al-33Cu. Los pseudomonofásicos, son aleaciones con pequeñas adiciones de un segundo elemento procesadas para que desarrollen una fina dispersión de precipitados, los cuales en la recrystalización ocasionan que la aleación mantenga un tamaño de grano pequeño debido al anclaje de los precipitados en los bordes de grano [41,68]. Estos materiales satisfacen en cierto grado la condición de estabilidad en la microestructura, lo cual implica minimizar el crecimiento de grano inducido por la deformación.

El segundo requisito es necesario debido a que el resbalamiento por bordes de grano (GBS), el cual es el mecanismo principal que opera durante la deformación superplástica, es controlado por difusión. El cumplimiento del tercer requisito permite que el parámetro de sensibilidad a la rapidez de deformación tenga un valor lo suficientemente grande para promover la estabilidad en los cuellos formados. Para facilitar el GBS, las interfaces de resbalamiento deben de ser de ángulo alto, así como es necesario una forma equiaxiada de los granos para permitir el resbalamiento en tres dimensiones, lo cual difícilmente puede ocurrir en granos elongados [69].

El comportamiento de un material deformado en temperaturas elevadas, que incluya la dependencia de la rapidez de deformación con el tamaño de grano, puede ser representado por la siguiente Ecuación 1.1:

$$\dot{\epsilon} = \frac{ADGb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \quad (1.1)$$

Donde $\dot{\epsilon}$ es la rapidez de deformación, b es el vector de Burgers, σ es el esfuerzo de flujo o esfuerzo a la cedencia, G es el módulo de corte, D es el coeficiente de difusión, Q es la energía de activación, R es la constante de los gases, T la temperatura en grados Kelvin, n es el exponente del esfuerzo, p es el exponente del tamaño de grano, k es la constante de Boltzmann ($1.38E^{-23}$ J/K) y A una constante que está en función del mecanismo de deformación que toma los valores de 28 para los modelos de Navarro–Herring y 33 para Coble . El esfuerzo de flujo es el esfuerzo que debe ser aplicado para causar que el material se deforme a una rapidez de deformación constante dentro del rango plástico [39].

Para comprender la importancia de la rapidez de deformación es necesario considerar la relación entre el esfuerzo y la rapidez de deformación. Existen dos formas de evaluar el comportamiento SP; en la primera forma, las probetas son deformadas en tensión a una

rapidez de deformación aproximadamente constante. El esfuerzo de flujo σ es medido en función de la rapidez de deformación $\dot{\epsilon}$ impuesta y los datos obtenidos son graficados en escala logarítmica [68]. Para propósitos del comportamiento superplástico, el esfuerzo de flujo es tomado como el esfuerzo máximo en la curva esfuerzo deformación [70].

Bajo estas condiciones el esfuerzo y la rapidez de deformación están relacionadas mediante la Ecuación 1.2:

$$\sigma = B_1 \dot{\epsilon}^m \quad (1.2)$$

Donde B_1 es una constante que incluye la dependencia con la temperatura y m es la sensibilidad a la rapidez a la deformación, que representa la pendiente y se considera una medida de resistencia a la localización de flujo (Ecuación 1.3) [67]:

$$m = \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \quad (1.3)$$

Los datos experimentales de este tipo de gráfico generan una curva con forma sigmoideal [67], la cual divide el comportamiento en tres distintas regiones como se muestra en la Figura 1.1 [71]:

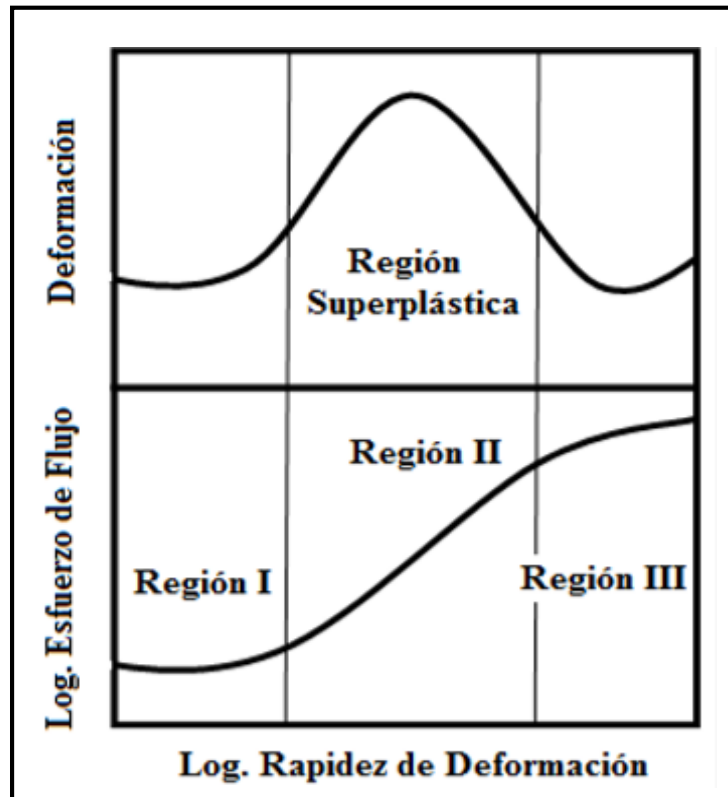


Figura 1.1 Esquema de la dependencia de σ y ϵ en función de $\dot{\epsilon}$, para un material que presenta comportamiento superplástico [71]

a) La región I corresponde a una baja rapidez de deformación y bajos esfuerzos, tiene una m típicamente < 0.2 y se considera que el principal mecanismo que actúa en esta región es la fluencia por difusión que puede ser afectado por el nivel de impurezas [72].

b) En la región II se presenta el comportamiento superplástico, para valores de rapidez de deformación del orden de $1E^{-2}$ a $1E^{-4} s^{-1}$ y esfuerzos intermedios. Esta región se caracteriza por una m de 0.3 a 0.8, y se considera que el principal mecanismo que actúa en ella es el GBS con una contribución de 50% a 70% [68,72–77]. El GBS denota el desplazamiento relativo de granos adyacentes bajo la acción de un esfuerzo externo [76].

c) La región III se presenta para una alta rapidez de deformación, grandes esfuerzos y tiene una m aproximado de 0.2. Esta región se asocia a un mecanismo de deformación por fluencia en alta temperatura, asistido por el de resbalamiento y trepado de dislocaciones. Para esta región no hay una dependencia entre el esfuerzo y el tamaño de grano [65,72].

La segunda forma de evaluar el comportamiento SP, consiste en ensayar las probetas bajo condiciones de fluencia lenta a esfuerzos aproximadamente constantes. En este caso se mide la rapidez de deformación $\dot{\epsilon}$ en función del esfuerzo σ , los datos se grafican en escala logarítmica. La relación se representa por la Ecuación 1.4 [68]:

$$\dot{\epsilon} = B_2 \sigma^n \quad (1.4)$$

Donde B_2 es una constante (ver Ecuación 1.5) y n es la exponente del esfuerzo (ver Ecuación 1.6) [68].

$$B_2 = \left(\frac{1}{B_1}\right)^{\frac{1}{m}} \quad (1.5)$$

$$n = \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln \sigma} = \frac{1}{m} \quad (1.6)$$

1.2. Comportamiento superplástico de aleaciones Zn-Al

La aleación eutectoide Zn-22Al es un material superplástico que destaca debido a su baja temperatura de formado, su alta sensibilidad a la rapidez de deformación y alta elongación a la tensión [16]. Para esta aleación se han alcanzado deformaciones de 2800%, de la que sólo el 800% fue deformación estable, cuando la aleación tiene un tamaño de grano de 2.5 μm y la deformación se lleva a cabo a una temperatura de 230°C y una rapidez de $1\text{E}^{-2} \text{ s}^{-1}$ (ver Figura 1.2) [64]. Sin embargo, el uso de la aleación ha sido limitado debido a que presenta baja resistencia mecánica a temperatura ambiente y es propensa a presentar fluencia [17]. Para mejorar estas propiedades, se han empleado diferentes elementos de aleación como Ag, la cual produce refinamiento de grano y la aparición de una posible zona 0 [18–21], Si, el cual disminuye la ductilidad y modifica el modo de fractura a intragranular [7,22], Fe, el cual incrementa los valores de esfuerzo [23] y Cu [17,24–30]. Este último elemento si se adiciona hasta en 1% en peso es capaz de incrementar la resistencia mecánica hasta tres veces por el mecanismo de endurecimiento por solución sólida [17], donde la máxima solubilidad es 2% [31]. Sin embargo, la adición de cobre causa una disminución en la estabilidad del flujo y la cantidad de deformación plástica [24]. Además, si se agrega por encima de 2% en peso se promueve la formación de fases intermetálicas τ' ($\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}$) y ε (Cu_4Zn), las cuales contribuyen a la inestabilidad dimensional después del formado en caliente [28,32–34], como se muestra en el corte isotérmico a 20°C del diagrama ternario para el sistema Zn-Al-Cu de la Figura 1.3 [78].

Para la aleación Zn-21Al-2Cu se han alcanzado deformaciones de 1000%, de la que sólo el 100% fue deformación estable, cuando la aleación tiene un tamaño de grano de 0.85 μm y la deformación se lleva a cabo a una temperatura de 240°C y con una rapidez de $1\text{E}^{-3} \text{ s}^{-1}$ [36,71].

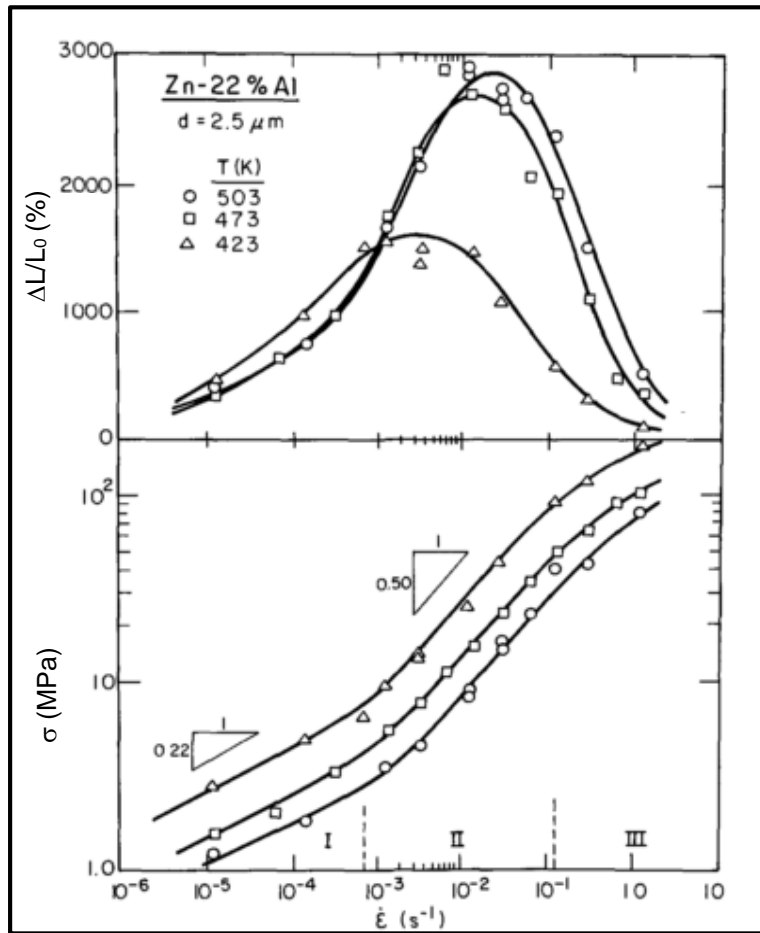


Figura 1.2 Dependencia del σ y ϵ en función de $\dot{\epsilon}$, para una aleación Zn-22Al [64]

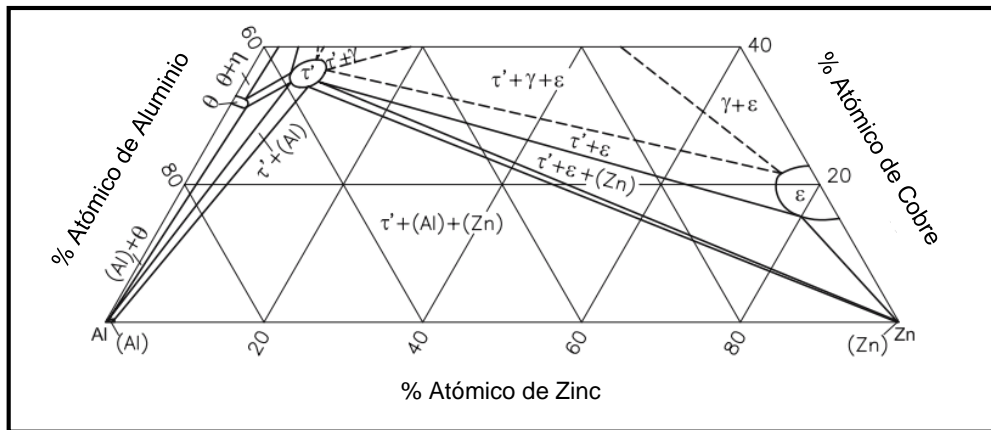


Figura 1.3 Diagrama isotérmico a 20°C para Zn-Al-Cu [78]

Cuando se realiza un tratamiento de envejecido, la fase metaestable ε reacciona con la fase estable α (Al con menos del 1%Zn) para formar las fases estables τ' y η (Zn con menos de 0.5%Al), según la reacción de cuatro fases: $\alpha + \varepsilon \rightarrow \eta + \tau'$ a 268°C [27,28,79]. En la fase α y en la fase η , hay una cierta cantidad de cobre no bien determinada, que también se encuentra en solución [79]. Sin embargo, esta transformación provoca cambios dimensionales indeseables en la aleación con un aumento de volumen cercano al 4% y una expansión lineal del orden de 1.6%. Esto resulta problemático para aplicaciones que requieren una alta precisión y buen control dimensional [21]. Es importante mencionar que la dureza de la fase α es de 143.5 HV y la de la fase η de 63.2 HV para una aleación Zn-22Al, lo cual tendrá un efecto diferente en el mecanismo de deformación de cada fase [80].

El zinc es un elemento de bajo punto de fusión, por lo que la recristalización y el crecimiento de los granos de η pueden ocurrir fácilmente durante la deformación a temperatura ambiente [15].

La presencia del cobre, puede llevar a la modificación del comportamiento de las aleaciones Zn-Al, como se ejemplifica en la Tabla 1.1, la cual presenta valores de esfuerzo de flujo y elongación obtenidos bajo condiciones similares de temperatura y rapidez de deformación, para diferentes investigaciones realizadas en aleaciones Zn-22Al y Zn-Al-Cu. Los autores utilizaron un rango de rapidez entre $1\text{E}^1 \text{ s}^{-1}$ a $1\text{E}^{-5} \text{ s}^{-1}$, pero se tomó la referencia del valor de rapidez de deformación de $1\text{E}^{-2} \text{ s}^{-1}$ debido a que las rapideces indicadas en la norma ASTM-E8 son de 0.05 y 0.5 mm/mm/min, lo cual equivale a $8.3\text{E}^{-3} \text{ s}^{-1}$ [81]. En la Tabla 1.1 se puede observar que, aunque las aleaciones sean ensayadas bajo condiciones similares de temperatura y rapidez de deformación, las propiedades mecánicas pueden variar dependiendo del proceso utilizado para la obtención de la microestructura y de las características de la misma. Algunas de estas características son: segregación, ángulos de desorientación de borde, energías en los bordes y homogeneidad en la microestructura. El valor máximo de esfuerzo de flujo reportado para la aleación Zn-22Al es de 200 MPa [82], lo cual es menor que el de un cobre recocido 260 MPa, por dar un ejemplo.

En las aleaciones Zn-Al, se ha reportado la presencia de los $F\beta$ Bs, que son bordes residuales de la fase β de alta temperatura, formados por granos elongados de la fase α proeutectoide, que se segrega durante el tratamiento de solubilización en aleaciones Zn-Al [26,83–85]. El origen de esta segregación es debido a las desviaciones de la composición eutectoide y están relacionados con el tipo y nivel de impurezas presentes [83]. Los $F\beta$ Bs

sirven como sitios favorables para la segregación de impurezas y la nucleación de cavidades [26,83–85], y se ha reportado que tienden a alinearse en sentido del eje de tensión y pueden ser obstáculos para el GBS [29].

Por encima de la temperatura eutectoide la aleación Zn-22Al existe en solución sólida conocida como fase β , la cual con el enfriamiento se descompone en una mezcla de la fase α y la fase η . Donde β y α son fases con estructura fcc y solo difieren ligeramente sus parámetros de red, mientras que la fase η es hcp. Las aleaciones Zn-Al que contienen de 22% a 77% en peso de Al, se descomponen por descomposición discontinua (celular) [84]. Dependiendo de la temperatura de enfriamiento y de la temperatura de transformación isotérmica, la mezcla de fases α y η , exhibirá morfología laminar o granular [84].

Tabla 1.1 Resultados de ensayos a temperatura ambiente de algunas investigaciones en aleaciones Zn-Al y Zn-Al-Cu

Aleación	Proceso	Tamaño de grano (μm)	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	Rapidez de deform. (s^{-1})	Elongación (%)	Esfuerzo (MPa)	Referencia
Zn-22Al	ECAP a RT	0.55	23	1E^{-2}	300	110 (YS)	[14]
Zn-22Al	Temple+ rolado en caliente	~ 0.55	28	1E^{-2}	100	180 (YS)	[86]
Zn-22Al	FS	0.6	30	1E^{-2}	160	200 (YS)	[82]
Zn-22Al	ECAP a 50°C	0.8	25	1E^{-2}	250	90 (YS)	[37]
Zn-22Al	TMPC	0.8	30	1E^{-2}	60	200 (YS)	[87]
Zn-20.2Al-1.8Cu	Extrusión/ Temple	Estado de Temple	20	9.2E^{-4}	36	406 (UTS)	[88]
Zn-21Al-2Cu	Temple/ Recocido	2	RT	1E^{-2}	40	206 (UTS)	[89]
Zn-21Al-2Cu	Procesamiento termomecánico	Estado de Temple	20	2.6E^{-3}	10	550 (UTS)	[90]

Otro de los efectos del cobre en la aleación Zn-22Al, es que retrasa la descomposición de la fase β en sus fases de equilibrio, lo cual se atribuye a la lenta difusión atómica [30].

1.3. Comportamiento superplástico de aleaciones Zn-Al en alta rapidez de deformación

La superplasticidad en alta rapidez de deformación, se definió por la Asociación de estándares Japonés, JIS H7007, como la superplasticidad que se presenta para valores de rapidez de deformación $\geq 1E^{-2} s^{-1}$ [1].

Aunque los materiales SP presentan mejores propiedades para el conformado que las aleaciones tradicionales, la baja rapidez de deformación continúa siendo la principal limitante para la utilización de estos materiales en procesos de conformado industriales con grandes volúmenes de producción [15,37–39]. Por ello, se han realizado investigaciones con el objetivo de deformar superplásticamente en alta rapidez ($\geq 1E^{-2} s^{-1}$), las cuales se basan principalmente en el desarrollo de técnicas para el refinamiento de la microestructura y/o modificación en el proceso de conformado [11,14,15,34,36,40–63].

1.3.1. Técnicas de procesamiento para el refinamiento de la microestructura

La relación entre la rapidez de deformación, la elongación a la falla y el tamaño de grano, se representa en la Figura 1.4, en ella se muestra que, si el tamaño de grano d_1 se reduce a d_2 , las regiones I y II, se desplazan hacia alta rapidez [13,91]. Langdon sugiere que un factor que contribuye con la posibilidad de llevar a cabo la deformación en alta rapidez, es que hay menos tiempo para el crecimiento y propagación de cavidades [13,91]. Es de esperarse que, si el tamaño de grano disminuye al rango de μm o nm , la rapidez de deformación óptima se incrementa y eventualmente resulta una superplasticidad en “alta rapidez de deformación” y a una “rapidez de deformación de índice positivo” [92]. Aunque la capacidad de incrementar la rapidez de deformación superplástica es función del refinamiento de grano, también tienen influencia otros factores como la homogeneidad, la estabilidad térmica, la distribución y tamaño de las fases primarias, el nivel de impurezas, la densidad de dislocaciones y la distribución de los ángulos de desorientación [11].

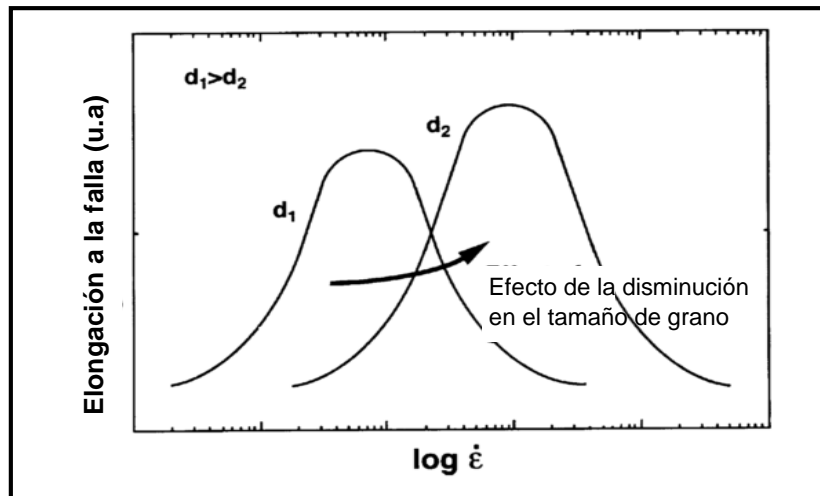


Figura 1.4 Relación entre la elongación a la falla y la rapidez de deformación, en función del tamaño de grano [91]

Los procesos de deformación plástica severa se definen como cualquier método de formado de metales que se lleva a cabo bajo una extensiva presión hidrostática y que se utiliza para lograr una deformación muy grande en un sólido. Para estos métodos se considera que la deformación no introduce cambios significantes en la dimensión total de la muestra y tiene la capacidad de producir una cantidad excepcional de refinamiento de grano [40,93]. También se considera que la deformación produce transformaciones de fase y cambios en características nanoestructurales tales como bordes de grano fuera de equilibrio, maclas por deformación, subestructuras de dislocaciones, aglomeración de vacancias y segregación o aglomeración de soluto [93]. A continuación, se presentan los principios básicos de diferentes procesos de SPD. Cuando la deformación resultante impuesta en los procesos de formado convencionales es mayor de 200%, el espesor o el diámetro del material se reducen considerablemente, con lo que ya no se considera útil estructuralmente.

El proceso de extrusión en canal angular constante, es uno de los SDP más estudiados, en el cual 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. La deformación angular se genera 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 para producir una mayor fracción de ángulos de desorientación grandes [12–15,37,38,40,43–45,73,75,77,94].

El proceso de torsión en alta presión consiste en que un material en forma de disco delgado se coloca en una cavidad en la cual es sometido a presión y deformación por torsión, provocando que no exista flujo de material debido al ajuste de la cavidad y a que el espesor del disco se mantiene constante. Los discos son usualmente de 1 mm de espesor y 10-20 mm de diámetro. Los pequeños discos obtenidos en el proceso son usados en aplicaciones nanomagnéticas y micro-electromecánicas [40,41,45,49,51].

En el proceso de remoción por fricción, un herramienta giratorio con una punta, se inserta en el material y avanza a lo largo de una trayectoria. La fricción entre el herramienta y la pieza de trabajo da como resultado un calentamiento localizado que ablanda el material. El material es removido desde el frente de la punta hasta la parte posterior de esta. Durante el proceso, el material experimenta una deformación plástica intensa, dando como resultado un refinamiento del grano [46,95,96].

Tabla 1.2 Resumen de algunas investigaciones con el objetivo de lograr HSRS

Aleación	Proceso	Tamaño de grano (μm)	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	Rapidez de deformación (s^{-1})	Elongación (%)	Esfuerzo de Flujo (MPa)	Referencia
Zn-22Al	ECAP 8P, 200 $^{\circ}\text{C}$	0.8	200	1E^{-2}	2230	110	[75]
Zn-22Al	ECAP 4P, 200 $^{\circ}\text{C}$	0.8	RT	1E^{-2}	140	200	[38]
Zn-22Al	FS	0.6	30	1E^{-2}	160	200	[82]
Zn-22Al	ECAP, RT	0.55	23	1E^{-2}	300	110	[14]
Zn-5Al	ECAP 24P, RT	α 0.11, η 0.54	RT	1E^{-2}	400	280	[15]
Zn-22Al	HPT, RT	0.350	200	1E^{-1}	1800	7	[49]
Zn-22Al	HPT, RT	1.4	200	1E^{-1}	1800	20	[51]
Zn-22Al	ECAP 4P, 100 $^{\circ}\text{C}$	0.5	RT	1E^{-1}	315	NR	[94]

Los procesos descritos anteriormente se han utilizado en las investigaciones realizadas en aleaciones Zn-Al que se presentan en la Tabla 1.2. El objetivo común de estas investigaciones fue el logro de la HSRS a través de la modificación de la microestructura. Los valores de esfuerzo de flujo y elongación fueron obtenidos bajo condiciones similares de prueba. Aunque los autores utilizaron un rango de rapidez entre $1E^1 \text{ s}^{-1}$ a $1E^{-5} \text{ s}^{-1}$, se tomará la referencia del valor de rapidez de deformación $\geq 1E^{-2} \text{ s}^{-1}$, considerado la definición de alta rapidez. En la Tabla 1.2 al igual que en la Tabla 1.1, se puede observar que, aunque las aleaciones sean ensayadas bajo condiciones similares, las propiedades mecánicas pueden variar dependiendo de las condiciones bajo las cuales se obtuvo la microestructura. El valor del esfuerzo de flujo continúa siendo muy bajo para composiciones cercanas al eutectoide.

Además de las técnicas presentadas anteriormente, existen variantes de éstas y otras técnicas [45], las cuales no se presentan en este trabajo, debido a que no han logrado resultados importantes para lograr superplasticidad en alta rapidez de deformación.

1.3.2. Modificación a los procesos de conformado

Con el objetivo de lograr deformar en alta rapidez y/o disminuir el tiempo total de ciclo, se han realizado modificaciones a los procesos de conformado.

El proceso de conformado tradicional más simple es el proceso de formado por soplado, el cual se basa en el uso de un gas (típicamente argón), para crear un diferencial de presión que resulta en la deformación de la lámina para adquirir la geometría del molde como se esquematiza en la Figura 1.5. En este proceso, el molde y la lámina se mantienen a la misma temperatura dentro de la prensa de calentamiento (ver Figura 1.5a), después se sopla aire a presión (ver Figura 1.5b), con lo cual la lámina adquiere la geometría del molde inferior (ver Figura 1.5c), mientras que la cámara del molde inferior puede estar en vacío o bajo una contrapresión controlada. Finalmente se deja de soplar el aire, se abren los moldes y se remueve la parte terminada (ver Figura 1.5d) [54,55].

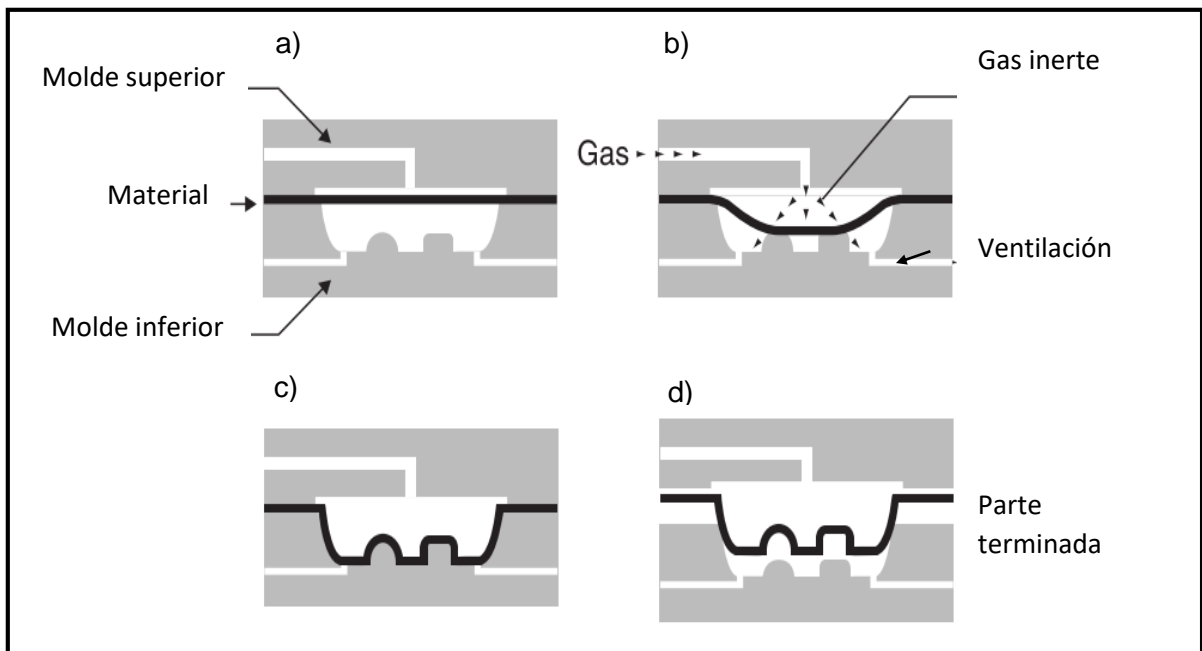


Figura 1.5 Representación esquemática del proceso de formado superplástico convencional, a) lámina entre moldes, b) formado a presión, c) formado final y d) extracción de la parte [54]

Se puede combinar el proceso de formado SP con procesos de manufactura tradicionales para hacer más eficiente el proceso. Por ejemplo, la combinación del formado SP con el embutido profundo. En este último, el proceso consiste en que primero la hoja es colocada dentro del molde (ver Figura 1.6a), después la etapa de embutido preforma el panel (ver Figura 1.6b) y finalmente, la etapa de gas a presión completa la operación de formado (ver Figura 1.6c y 1.6d). Con ello se logra una disminución del tiempo de ciclo, eliminando una parte del tiempo de la etapa de formado por gas, un espesor más uniforme, menor cavitación y una reducción en el tiempo de formado [55,56].

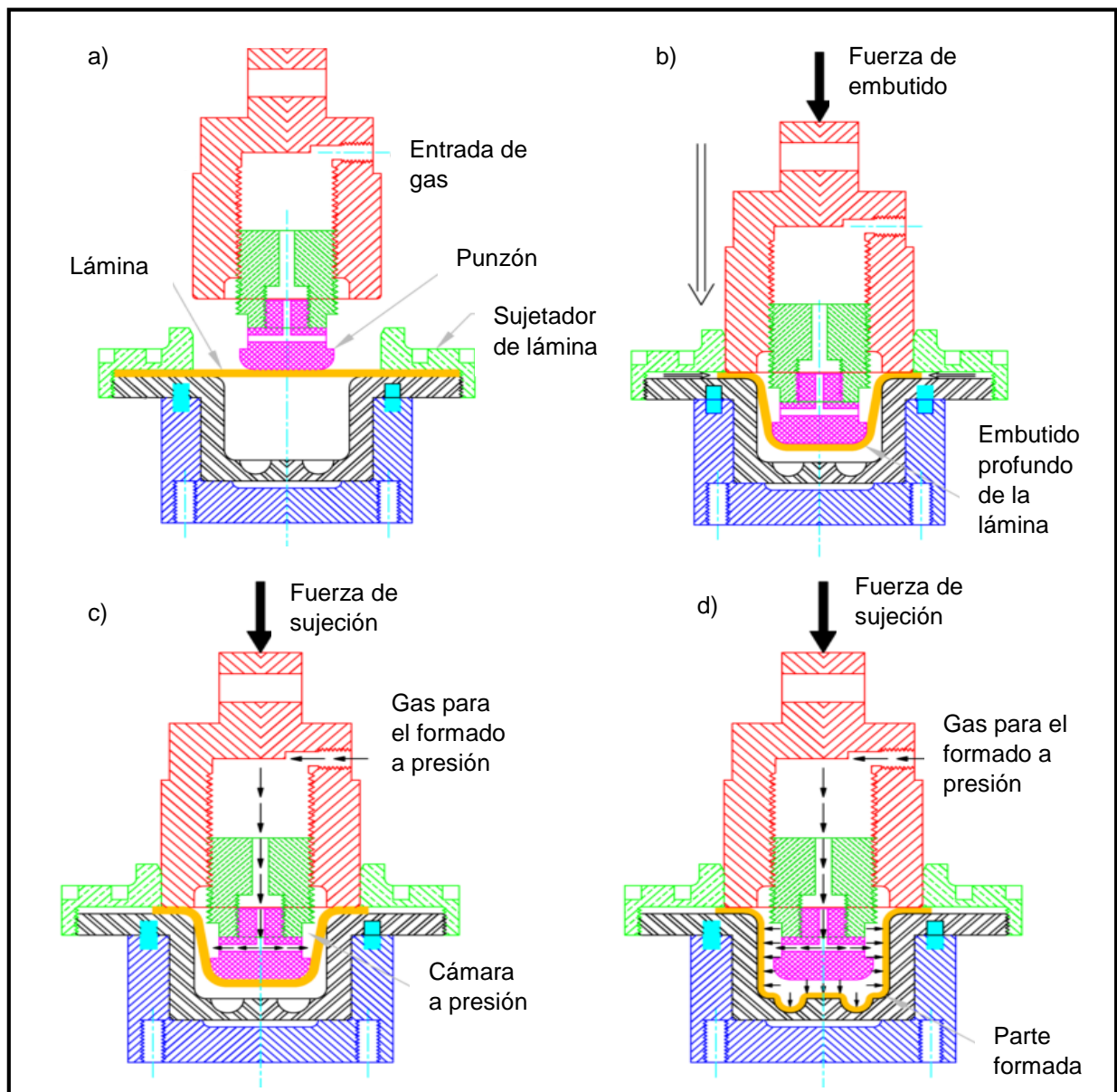


Figura 1.6 Esquema de la combinación del SPF con embutido profundo, a) inicio del embutido, b) final del embutido, c) fase de formado superplástico y d) final de formado [55]

Otra modificación al SPF, es el SPF con retropresión, en el cual se aplica presión en ambos lados de la lámina (ver Figura 1.7). El objetivo es minimizar la formación de cavidades y preservar las propiedades mecánicas [55].

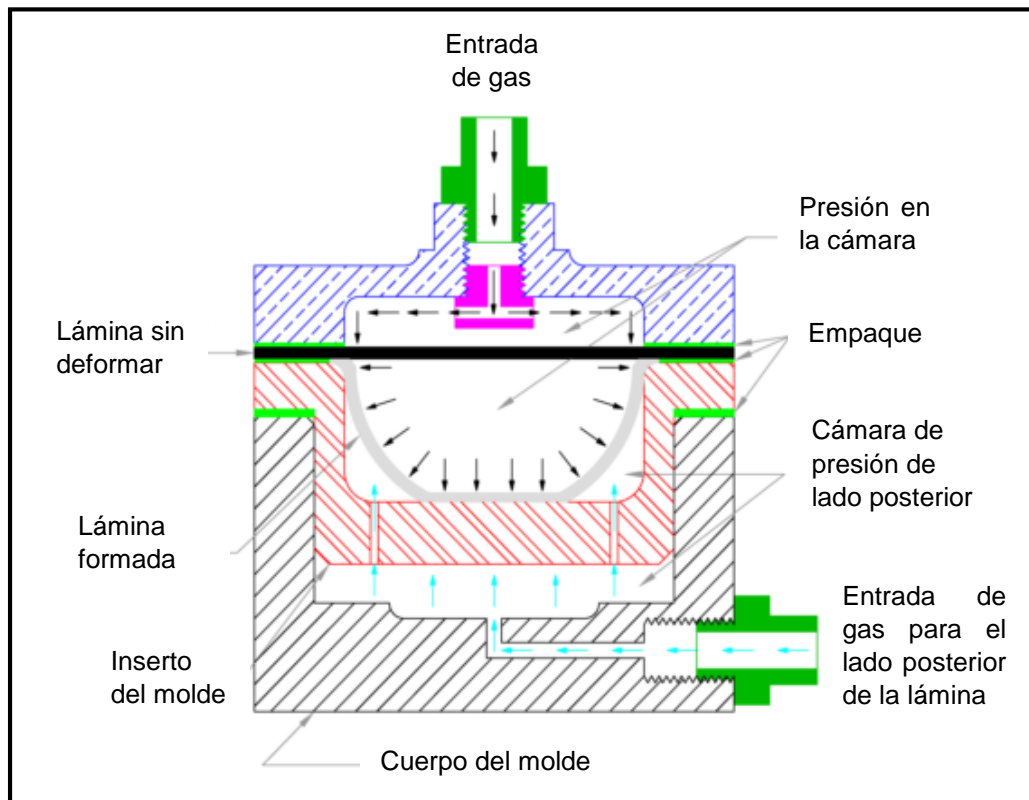


Figura 1.7 Esquema del SPF con retropresión [55]

Un par de métodos empleados recientemente son el formado plástico rápido desarrollado por General Electric y el formado por soplado de ciclo alto desarrollado por Honda. Estos procesos se basan en una combinación de varios factores con el objetivo de disminuir el tiempo de ciclo. Algunos de estos factores son: un rápido precalentamiento de la lámina durante el cierre del molde, la utilización de prensas hidráulicas equipadas con placas de calefacción que calientan a los moldes, así como de equipos y métodos para la rápida y fácil extracción de parte; el uso de moldes aislados con un sistema de autocalentamiento y de hidróxido de magnesio y nitruro de boro como lubricante y desmoldante; y finalmente la consideración de realizar el manejo rápido y automatizado del material y la limpieza de los moldes dentro de la prensa en temperatura elevada y en operación. Ambos procesos se han utilizado principalmente en aluminios grado 5XXX, para obtener pasos de formado de 1 a 2 min, en baja temperatura (450°C) y alta rapidez de deformación ($0.001\text{-}0.1\text{ s}^{-1}$) [54,57–59].

Por otro lado, también se ha propuesto la modificación del proceso de deformación mediante la utilización de etapas como una alternativa para lograr deformaciones en alta rapidez. Por ejemplo, partiendo de un tamaño de grano de $0.85\ \mu\text{m}$ y una temperatura de $240\ ^\circ\text{C}$, la aleación Zn-21Al-2Cu, se deformó inicialmente en forma continua hasta la fractura utilizando un intervalo de rapidez de 1E^{-1} a $\text{E}^{-3}\ \text{s}^{-1}$ y se obtuvieron elongaciones entre 400% y 915%. Posteriormente la deformación se realizó en etapas: una deformación en la región elástica usando una baja rapidez de deformación ($5.5\text{E}^{-5}\ \text{s}^{-1}$ por 1 min), previa a la deformación plástica con una rapidez de deformación mayor ($1\ \text{s}^{-1}$ por 30%) (ver Figura 1.8a y 1.8b). Con ello se logró disminuir el grado de inestabilidad plástica, obteniendo una deformación del orden de 500% a una rapidez de 1s^{-1} , en un tiempo aproximado de 1 hora. La investigación se basó en la idea de que la microestructura se prepara en la región elástica para poder deformarse superplásticamente [29,36,97].

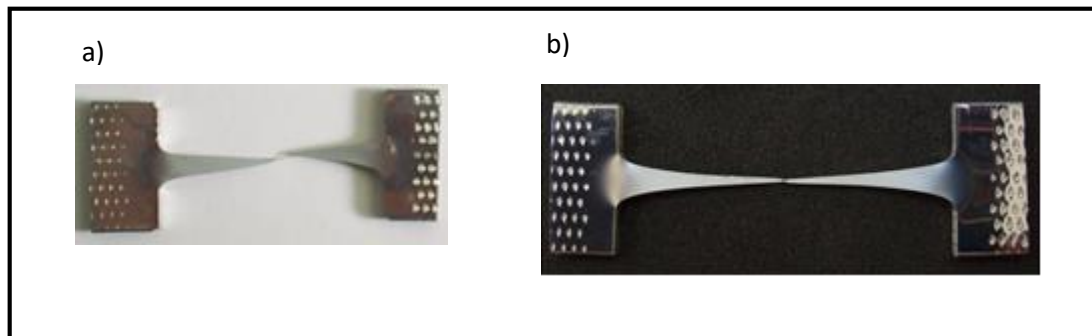


Figura 1.8 Probeta deformada a una temperatura de $240\ ^\circ\text{C}$ y tamaño de grano inicial de $0.8\ \mu\text{m}$. a) $\epsilon = 400\%$ y deformación continua a una rapidez de $1\text{E}^{-1}\ \text{s}^{-1}$, b) $\epsilon = 500\%$, etapas elásticas ($5.5\text{E}^{-5}\ \text{s}^{-1}$ por 1 min), etapas plásticas ($1\ \text{s}^{-1}$ por 30%) [97]

1.4. Modelos para los mecanismos de deformación superplástica en aleaciones metálicas en alta rapidez

En materiales superplásticos convencionales, el GBS es el mecanismo de deformación dominante. La compatibilidad entre granos durante el resbalamiento se mantiene por un proceso de acomodo el cual puede involucrar migración de borde de grano, rotación de grano y difusión o movimiento de dislocaciones. Si la distancia para el resbalamiento es muy larga para que se lleve a cabo en forma elástica, el resbalamiento se llevará a cabo por difusión o flujo plástico [39]. Los modelos propuestos en la literatura consideran que actúa algún mecanismo de acomodo junto con el GBS. Los mecanismos de acomodo se pueden dividir en general en tres grupos: acomodo por difusión, acomodo por dislocaciones y modelos combinados [98]. Sin embargo, ninguno de estos modelos es completamente consistente con la observación experimental. El tema ha sido revisado en forma extensiva, incluyendo propiedades mecánicas, metalográficas y cambios en la textura cristalográfica, y mecanismos operantes [99].

Algunos autores han propuesto que las características asociadas con la HSRS no se presentan durante el flujo plástico convencional, mientras que otros son de la opinión contraria y proponen que la superplasticidad convencional y la HSRS son causadas por el mismo mecanismo. Estos investigadores han establecido que la deformación superplástica ocasionada por el resbalamiento por borde de grano, es atribuida a diferentes micromecanismos de acomodo para el control de la rapidez, tales como: (a) resbalamiento y el trepado de dislocaciones, la presencia de un esfuerzo umbral en función de la temperatura y una energía de activación mayor que la necesaria para la autodifusión, (b) la presencia de una película líquida en el borde de grano, (c) un flujo plástico controlado por la deformación de la interface, (d) movimiento de las dislocaciones y maclas, (e) combinación de la deformación de los granos combinado con un fluido interfacial, (f) combinación de la difusión entre la red y los bordes de grano, (g) competencia entre resbalamiento y trepado de dislocaciones, (h) interacción entre el soluto y las dislocaciones dando lugar a un intercambio de granos, (i) mismo mecanismo para la superplasticidad convencional y la HSRS, (j) recristalización continua y resbalamiento por borde de grano, (k) resbalamiento interfacial en presencia de una fase líquida y recristalización dinámica, (l) modelo de relajación por difusión con un valores de esfuerzo en función de la temperatura, (m) fluencia de dislocaciones, (n) rapidez de fluencia de dislocaciones controlada por la difusión, (o) migración de borde de grano inducido por esfuerzo y (p) resbalamiento de dislocaciones a través de granos en

presencia de precipitados coherentes [92]. A continuación, se describen algunos de los micromecanismos más aceptados.

La existencia de una temperatura óptima para la HSRS: Esta temperatura está por encima o cercana a la temperatura de solidus [41,60,61,100]. Cuando $T \geq T_i$ pero cerca de T_i , siendo T_i la temperatura incipiente, solo una pequeña cantidad de fase líquida está presente, la cual puede segregarse en los bordes de grano, pero especialmente en los puntos triples. Cuando el espesor de la fase líquida es muy delgado, los átomos en la vecindad de dos granos adyacentes todavía están en estado sólido, por lo que actúa una fuerza de tensión, T_{gb} , como se ilustra en la Figura 1.9. En otras palabras, el borde de grano puede soportar el esfuerzo de tensión, σ . También el esfuerzo de corte τ , puede ser transferido a través del borde (las flechas en la Figura 1.9, indican el sentido en el que actúan los esfuerzos). Cuando $T \gg T_i$ y cercana a T_s , la fusión macroscópica comienza a ocurrir, causando que el espesor de la fase líquida sea cada vez mayor y los átomos en granos adyacentes no pueden experimentar la tensión [41,60,61,100].

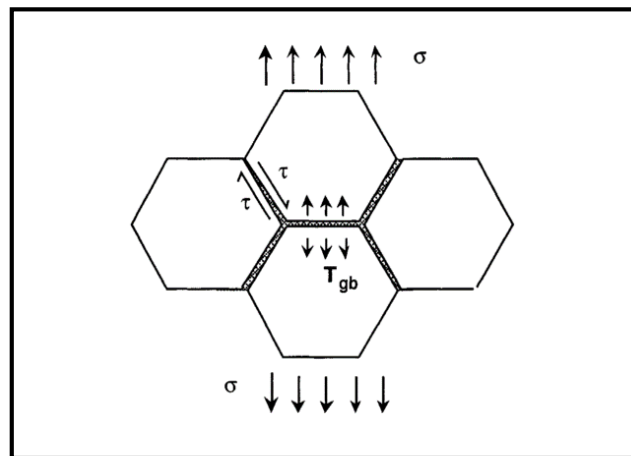


Figura 1.9 Representación de la estructura de grano en presencia de una fase líquida en los bordes de grano [100]

El modelo de relajación de esfuerzos por difusión describe que un estado de esfuerzos generado por partículas de segunda fase puede relajarse a la temperatura de inicio del comportamiento superplástico en alta rapidez. Propone que existe una dependencia de la HSRS con el tamaño de la partícula y con la temperatura. Las partículas en los bordes de grano P_{gb} , impiden el resbalamiento y llevan a la concentración de esfuerzos. Esta concentración debe ser disminuida para que continúe el resbalamiento y evitar la nucleación de cavidades. La disminución del esfuerzo se lleva a cabo por la difusión de átomos, sin

embargo, si esto no sucede lo suficientemente rápido, ocurrirá una descohesión y la nucleación de cavidades. El modelo, en el cual se calcula la rapidez de deformación crítica para la nucleación de cavidades, se esquematiza en la Figura 1.10 [101].

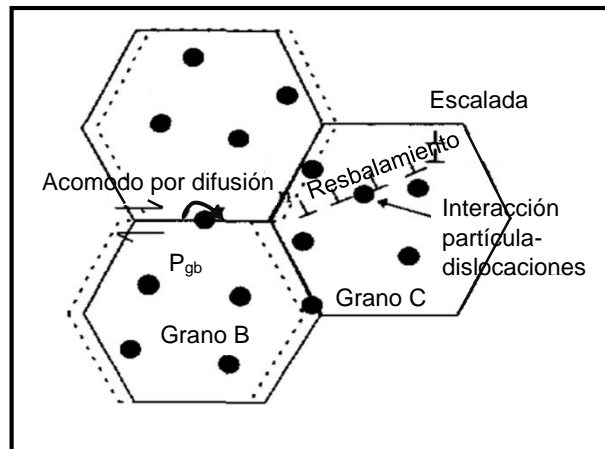


Figura 1.10 Efecto de partículas de segunda fase, que dificultan el GBS y resbalamiento de dislocaciones [101]

Se propuso que, para aleaciones que tienen una microestructura deformada en un inicio de la prueba, la fluencia por dislocaciones y una recristalización dinámica continua, tienen la mayor contribución. Esto se evidenció por la actividad de las dislocaciones y cambios observados en la textura. Se ha observado que la fluencia por dislocaciones predomina a pequeñas deformaciones porque no se puede llevar a cabo el GBS. También hay evidencia de que cuando la deformación aumenta, se incrementa el número de granos con ángulos de desorientación altos y que aparecerán nuevos granos equiaxiados dentro de los granos elongados como resultado de una recristalización dinámica. Esto permitirá que ocurra GBS en estos granos, produciendo una distribución aleatoria de los ángulos de desorientación de borde de granos. Esta relación entre GBS y fluencia por dislocaciones, genera gradientes de textura, lo que indica que ambos mecanismos están actuando con diferente contribución en diferentes regiones de la misma muestra [102,103].

Para otras aleaciones se ha reportado la recristalización dinámica como el único mecanismo que actúa en HSRS y una ausencia de GBS. En este caso, se parte de una microestructura inicial y con la primera deformación (aprox. 46%), la microestructura inicial recristaliza, evidenciándolo por un refinamiento de grano e incremento en el número de granos con ángulo de desorientación bajo. La deformación de la probeta es acompañada por gradientes de deformación plástica y de rapidez de deformación, así como por diferencias en

los tamaños de grano. La combinación de estos factores producirá el desarrollo de un cuello localizado y una subsecuente falla [8].

Por otro lado, la aplicación de un tratamiento de recocido podría ser un proceso térmico que ayude a que ocurran mecanismos que favorecen al comportamiento superplástico a través de un proceso de recristalización. En este proceso, la energía libre de un material se incrementa durante la deformación por la presencia de dislocaciones e interfaces. Un material que contenga estos defectos es termodinámicamente inestable (ver Figura 1.11a). Si el material se calienta a una alta temperatura (recocido), procesos térmicamente activados, como la difusión en estado sólido, proveen mecanismos para que los defectos sean removidos o adquieran configuraciones electrónicas de menor energía [104].

Cuando este material se calienta en el rango de temperatura de recuperación, justo por debajo de la temperatura de recristalización, se relajan tensiones internas en el metal. Durante la recuperación, se suministra suficiente energía térmica como para permitir el reordenamiento de las dislocaciones, en configuraciones de menor energía. El proceso de la recuperación se denomina poligonización (ver Figura 1.11b) y es un cambio microestructural que precede a la recristalización [105]. En otras palabras, la recuperación puede definirse como la restauración de las propiedades físicas, sin un cambio observable en la microestructura [106].

Cuando el metal deformado se calienta a una temperatura suficientemente alta, se nuclea nuevos granos libres de deformación en la estructura del metal recuperado (ver Figura 1.11c) e inician su crecimiento, formando una estructura de material recristalizado. Después de estar suficiente tiempo a la temperatura de recristalización, la estructura se reemplaza completamente por una estructura de grano recristalizado (ver Figura 1.11d) [105]. La recristalización es el remplazo de una microestructura deformada por el remplazo de granos libres de esfuerzo, esto es evidenciado por la disminución de dureza e incremento en ductilidad [106].

La recristalización tiene lugar a través de dos mecanismos principales: un núcleo aislado puede expandirse con un grano deformado o un límite de grano de ángulo grande puede emigrar hacia una región fuertemente deformada. En cada caso, la estructura del lado cóncavo del límite que se mueve, está libre de deformación y tiene baja energía interna, mientras que la estructura del lado convexo del límite que se mueve, tiene una gran densidad de dislocaciones por la deformación y una elevada energía interna. El límite de grano se

mueve alejándose del centro de la curvatura. Como resultado ocurre crecimiento de grano y disminución de la energía interna, por la sustitución de regiones deformadas por regiones libres de deformación (ver Figura 1.11e) [105].

Los parámetros que afectan la recristalización son: cantidad de deformación previa, temperatura, tiempo, tamaño de grano inicial y la composición del metal o aleación. La recristalización de un metal puede tener lugar en un intervalo de temperaturas el cual depende de las variables citadas [105,106].

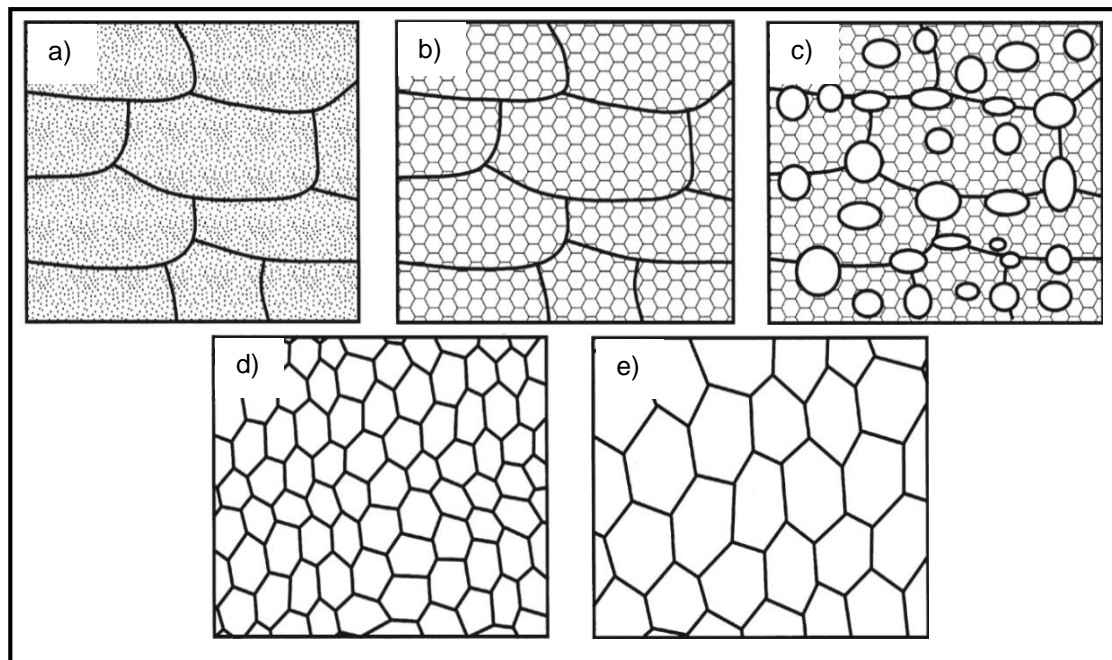


Figura 1.11 Esquema del proceso de recocido a) estado deformado, b) recuperado, c) parcialmente recristalizado, d) completamente recristalizado, e) crecimiento de grano [104]

1.5. Estabilidad del flujo plástico

La capacidad de deformación plástica de los metales se evalúa con la determinación del porcentaje elongación y por el grado de estabilidad del flujo plástico. En los materiales dúctiles, el flujo comienza a localizarse al llegar a la carga máxima. En un material plástico ideal, es decir, que no experimenta endurecimiento por deformación, el cuello inicial crecerá de manera difusa provocando que la deformación sea estable. Sin embargo, en los metales reales ocurre un endurecimiento por deformación, que incrementa la capacidad del material de soportar la carga cuando la deformación aumenta y al mismo tiempo el área de la sección transversal disminuye. La condición del inicio de inestabilidad plástica se define por la Ecuación 1.7:

$$dP = 0 \quad (1.7)$$

donde P es la carga [106,107].

El efecto del endurecimiento por deformación y de la sensibilidad a la rapidez de deformación, ha sido ampliamente estudiado. Hart desarrolló un criterio que establece que la deformación es estable si, durante el transcurso de la deformación, la magnitud de la diferencia de la sección transversal no incrementa, el cual se expresa por la ecuación 1.8:

$$\gamma + m \geq 1 \quad (1.8)$$

Para esta ecuación γ es el coeficiente de endurecimiento por deformación (ver Ecuación 1.9) y m sensibilidad a la rapidez de deformación (ver Ecuación 1.10) [108]:

$$\gamma = \frac{1}{\sigma} \left(\frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} \right) \quad (1.9)$$

$$m = \frac{\dot{\varepsilon}}{\sigma} \left(\frac{\partial \varepsilon}{\partial \dot{\varepsilon}} \right) \quad (1.10)$$

Duncombe, define la inestabilidad en términos de una variación en la rapidez de deformación local, iniciando la inestabilidad cuando [109]:

$$\gamma = 1 \quad (1.11)$$

Gosh, utiliza la carga máxima para una prueba de tensión a rapidez de deformación constante y establece [109]:

$$\gamma - m = 1 \quad (1.12)$$

Cáseres establece que, el desarrollo de un cuello difuso durante el flujo superplástico es descrito por la ecuación (1.13) [110], en la cual la inestabilidad es descrita por el parámetro de inestabilidad I :

$$I = \frac{1-\gamma-m}{m} \quad (1.13)$$

Cuanto más grande sea I , significa que la deformación es más inestable. A baja rapidez de deformación, un valor grande de I , puede ser compensado por un valor de sensibilidad a la rapidez de deformación bajo. El crecimiento en el tamaño de grano disminuye la inestabilidad en tensión a baja rapidez de deformación. Por otro lado, el parámetro I puede incrementarse en alta rapidez de deformación cerca de los límites de la región I y II. Esto ocurre en esta región debido al efecto del tamaño de grano sobre el esfuerzo de flujo y a la sensibilidad a la rapidez de deformación [111].

La relación de I con la deformación se representa en la Figura 1.12, en la que se muestra como el parámetro m disminuye lentamente con la deformación, mientras que γ disminuye abruptamente [109].

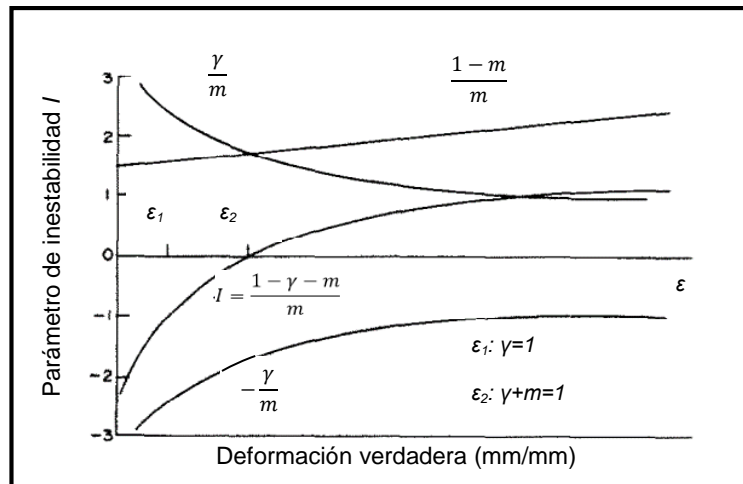


Figura 1.12 Esquema que indica el cambio en el parámetro de inestabilidad I en función de la deformación. Deformación inestable (ϵ_1) Ducombe y (ϵ_2) Hart [109]

La ecuación 1.13, se utilizó para estudiar la inestabilidad plástica de la aleación Zn-22Al-0.5Cu para tres diferentes rapidezces, El valor de I fue mucho menor a rapidez intermedia (ver Figura 1.13) [17]. Utilizando la misma ecuación para la aleación Zn-21Al-2Cu en $1.33E^{-3} s^{-1}$, se encontró que el valor de I es menor a 1 para un rango de deformación de 0.2 a 0.7 [112].

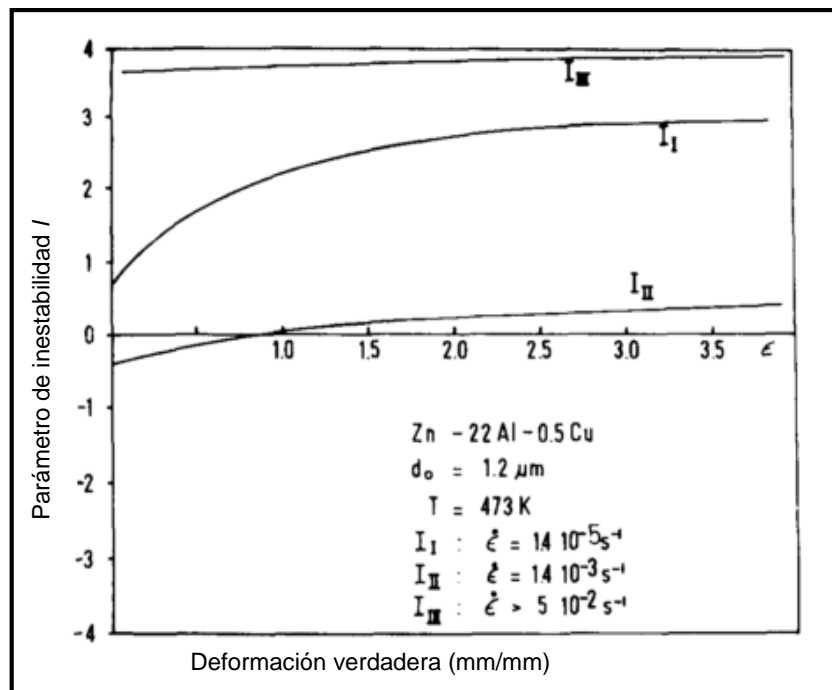


Figura 1.13 Parámetro de inestabilidad en función de la deformación verdadera [17]

Sato y Kuribayashi, propusieron cuatro criterios basándose en los criterios propuestos anteriormente. Los criterios mostrados en la Tabla 1.3, muestra la evolución de un cuello acorde a los parámetros m y γ , donde ϕ representa la relación entre la sección transversal uniforme y la sección transversal con el encuellamiento, y en la Figura 1.14 se muestra acorde el parámetro I [113]:

Tabla 1.3 Criterios de inestabilidad plástica [113]

m y γ	Comportamiento de la estabilidad plástica
$\gamma \geq 1$	El cuello no crece
$\gamma < 1, m + \gamma \geq 1$	El cuello crece de forma difusa
$m + \gamma < 1, 2m + \gamma > 1$	Se comienza a formar un cuello agudo, pero después se estabiliza
$2m + \gamma \leq 1$	El cuellos se agudiza

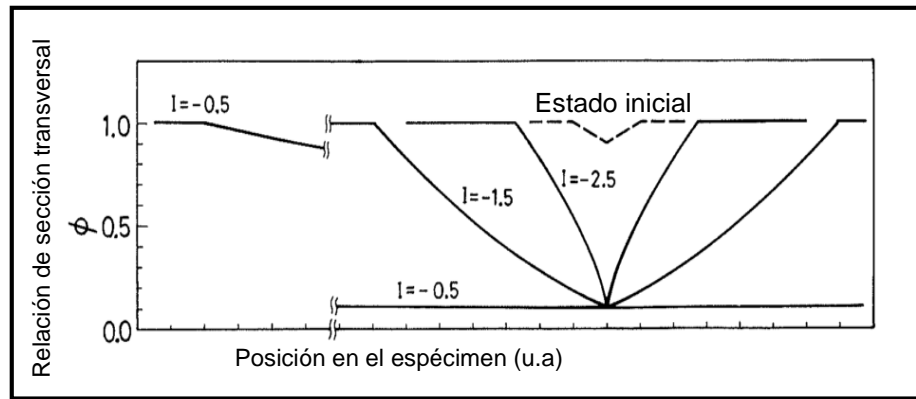


Figura 1.14 Esquema de la evolución del cuello acorde el parámetro de inestabilidad [113]

La sensibilidad a la rapidez de deformación m , también puede ser evaluada por la Ecuación 1.14 [114]:

$$m = \frac{\log \frac{\sigma_2}{\sigma_1}}{\log \frac{\dot{\epsilon}_2}{\dot{\epsilon}_1}} \quad (1.14)$$

Donde un valor de 1 para m representaría una situación ideal en donde la deformación es estable, mientras que altos valores de m llevan a una situación en la cual el cuello es difuso y no se propaga. Lo anterior genera que diferentes áreas de la sección transversal se deforman a rapidez similar [64]. El valor de m para la aleación Zn-22Al se determinó aproximadamente de aproximadamente 0.5 en la región superplástica. La evaluación de m para el mismo rango en la aleación Zn-21Al-2Cu, presenta una disminución de 0.26-0.22, evaluada a $1.33E^{-3} \text{ s}^{-1}$, para el mismo rango de deformación [112].

El coeficiente de endurecimiento por deformación γ , puede ser calculado a rapidez de deformación verdadera constante como (ver Ecuación 1.15):

$$\gamma = \frac{p}{n} \frac{c}{d_i + c\epsilon} \quad (1.15)$$

Donde d_i es el tamaño de grano inicial, n es el exponente del esfuerzo y p es el parámetro de la sensibilidad del tamaño de grano, c es una constante empírica del material relacionada con el crecimiento dinámico del grano, ϵ es la deformación verdadera [109]. Estos parámetros se obtienen experimentalmente. Para la aleación Zn-22Al, el parámetro tiene un valor de 0.4 evaluado a rapidez intermedia [113] y para la aleación Zn-21Al-2Cu, disminuye de 0.75 a 0.6 evaluado a $1E^{-3} \text{ s}^{-1}$ [112].

M. Ramos propone que para la evaluación de la inestabilidad plástica en la aleación Zn-21Al-2Cu, es conveniente considerar la estimación de γ y m en función de la deformación verdadera, debido a que ambos parámetros pueden variar en función de la deformación ϵ [112].

Para determinar la localización del flujo plástico y el grado de uniformidad del proceso de deformación, Mohamed y Langdon propusieron un método en el cual la sección calibrada de la probeta L_0 , se divide en segmentos de igual longitud (l_0) en dirección transversal al eje de tensión. La probeta se ensaya a una velocidad de cabezal constante y la prueba se detiene a intervalos de deformación específicos ΔL . Se calcula el porcentaje de deformación total $\Delta L/L_0\%$ y el porcentaje de deformación de cada segmento individual $\Delta/l_0\%$. Cuando la probeta se deforma de manera estable a lo largo de la longitud calibrada, cada segmento se deforma la misma cantidad $\Delta L/L_0\%$ aproximadamente $\Delta/l_0\%$ [16].

Capítulo 2: Procedimiento para la evaluación del comportamiento superplástico de la aleación Zn-23Al-1.15Cu en alta rapidez de deformación

En este capítulo se describe el proceso para producir la aleación Zn-23Al-1.15Cu, así como el procesamiento termomecánico utilizado para obtener la microestructura bifásica de granos equiaxiados que favorezcan el comportamiento superplástico y adicionalmente se describen las condiciones en las que se realizaron los ensayos de tensión. Se describen también las metodologías empleadas para la caracterización de las probetas antes y después del proceso de deformación y finalmente se explica el proceso para la evaluación de la estabilidad del flujo plástico.

2.1. Obtención y caracterización de aleación Zn-23Al-1.15Cu

En el diagrama Zn-Al binario de equilibrio mostrado en la Figura 2.1 [115], se puede observar que el zinc tiene una temperatura de fusión alrededor de 420°C, el aluminio alrededor de 660°C y que la transformación eutectoide ocurre a una temperatura de 275°C con una composición del 78% de peso de Zn y 22% de peso de Al. En el lado izquierdo se encuentra la fase α rica en Al y en el lado derecho se encuentra la fase η rica en Zn. Se consideró utilizar el diagrama binario debido a que se demostró que cuando el cobre es menor al 2% en peso en la aleación, forma solución sólida con α y η [31].

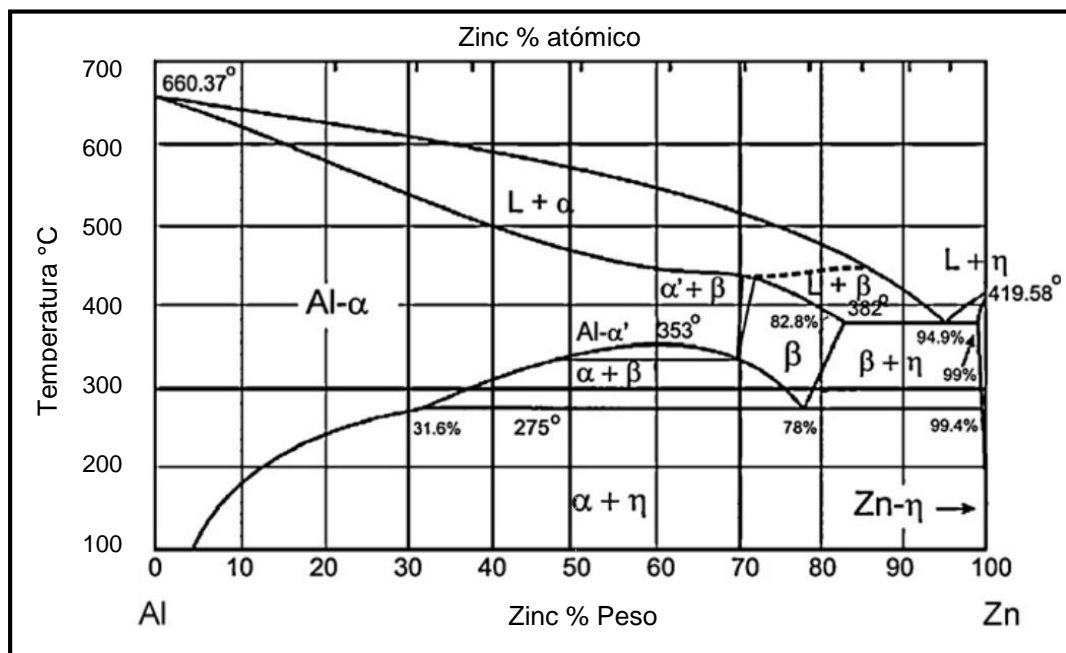


Figura 2.1 Diagrama binario de equilibrio Zn-Al [115]

2.1.1. Fusión de la aleación

La aleación Zn-23Al-1.15Cu, fue preparada en un horno eléctrico de inducción marca Pillar, en atmósfera de aire. Para la fusión se utilizó un crisol de grafito con capacidad de 2.8 kg, en él se introdujo zinc SHG (Special High Grade Zinc, 99.995% Zn como mínimo) y una vez que éste se transformó al estado líquido, se agregó el aluminio de pureza comercial, el cual fue previamente calentado; ambos se agitaron hasta obtener un líquido homogéneo. Transcurridos unos minutos, se agregaron pequeños trozos el cobre también de pureza comercial y se continuó la agitación por unos minutos. El proceso se realizó a una temperatura de 700°C aproximadamente.

2.1.2. Solidificación por colada semicontinua

Una vez que la aleación se encontraba en estado líquido, se utilizó el proceso de colada semicontinua vertical [116]. La aleación se vació dentro de un molde de cobre de diámetro interior de 3.8 cm que se enfría con agua para promover una rápida solidificación del material. En la parte inferior del molde hay un fondo falso que se desplaza hacia abajo arrastrando el material que solidificó, éste material continúa su solidificación con ayuda de un sistema de enfriamiento secundario, como se esquematiza en la Figura 2.2. La selección de este método de solidificación se debió a que el material se solidifica más rápido, lo cual produce un tamaño de dendrita más fino en comparación con el obtenido por colada en lingotera. La dimensión final del material solidificado en forma de barra fue de 3.8 cm de diámetro y 50 cm de largo. La composición de la barra obtenida se determinó por medio de la técnica de análisis químico por espectrometría de emisión atómica por chispa acorde a la norma ASTM E634 [117].

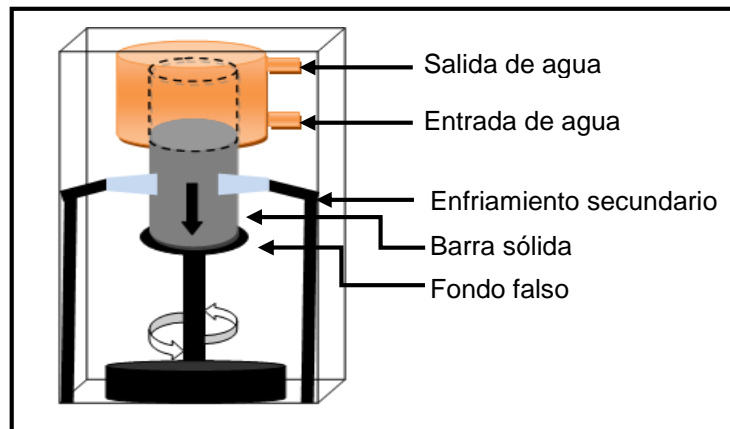


Figura 2.2 Esquema del equipo para colada semicontinua

2.1.3. Procesamiento termomecánico

Para el procesamiento termomecánico como primer paso, se maquinó la superficie de la barra para quitar la zona que se enfrió más rápido, ya que ésta no es representativa de la microestructura y con el fin de eliminar defectos superficiales que pudieran afectar en el proceso de extrusión inversa. La barra se cortó en tochos de 9 cm de longitud y se maquinaron las caras planas para que quedaran a 90° con el cilindro.

Se utilizó el proceso de extrusión inversa en caliente y el esquema del equipo utilizado, se ilustra en la Figura 2.3 [118]. Para esto, se colocó uno de los tochos de 3.7 cm de diámetro por 9 cm de longitud dentro de una mufla a 350°C por un lapso de 1 h, con el objetivo de favorecer la homogenización y disminuir la carga en la extrusión inversa. Pasada la hora de homogenización, el tocho se sacó y se colocó dentro de la camisa de extrusión, la cual fue previamente calentada y mantenida a 350°C; se cubrió el tocho con Bardhal 2 con el fin de disminuir la fricción entre el material que fluyó y la pared de la camisa de extrusión. Para el proceso se colocó el dado de extrusión encima del tocho, se colocó el ariete encima del dado y se colocó una placa con un orificio entre el ariete y el cabezal superior (fijo) de la prensa, el cual también tiene un orificio. Al aplicar la carga, el material comenzó a fluir a través del dado, el ariete, el orificio en la placa y el orificio en el cabezal superior. El material resultante fueron perfiles de 5 mm de espesor, 20 mm de ancho y 80 cm de longitud, que fueron cortados en tramos de 10 cm de longitud. Esto representa una relación de extrusión de 10.

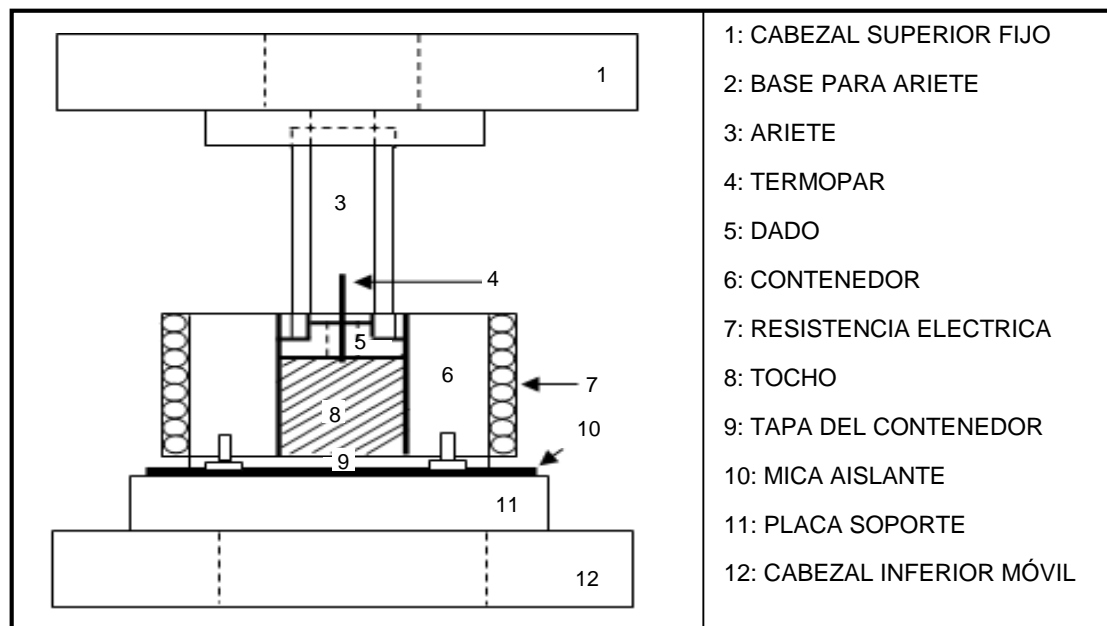


Figura 2.3 Esquema del equipo utilizado durante la extrusión [118]

Se seleccionó el proceso de extrusión inversa en vez de directa, porque el primero permite utilizar una carga menor [119]. Para la extrusión se utilizó una prensa modelo propio del Instituto de metalurgia con capacidad de 10000 Psi, la presión utilizada durante el proceso fue de 8000 Psi.

Posterior a la extrusión, se continuó con un proceso de laminación en caliente. Para ello, se calentaron los perfiles de 20 mm de ancho x 5 mm de espesor x 10 cm de longitud, a una temperatura de 240°C en una parrilla Thermolyne modelo 2200. Se realizaron tres pasos de laminación en una laminadora de rodillo eléctrica marca Durston, los perfiles se calentaron nuevamente entre cada etapa de laminación. La velocidad utilizada durante el proceso fue de 20 rpm (3.3 m/min). La reducción total fue 50%, obtenida con pasos sucesivos de reducción de 20%, 25% y 15%, dando como resultado un espesor final de 2.6 mm y una longitud de 18 cm aproximadamente. Los perfiles se cortaron y maquinaron para obtener probetas para los ensayos de tensión con las dimensiones como se ilustra en la Figura 2.4, los estándares a utilizar para la fabricación de las probetas son ASTM E2448 y ISO 20032 [120].

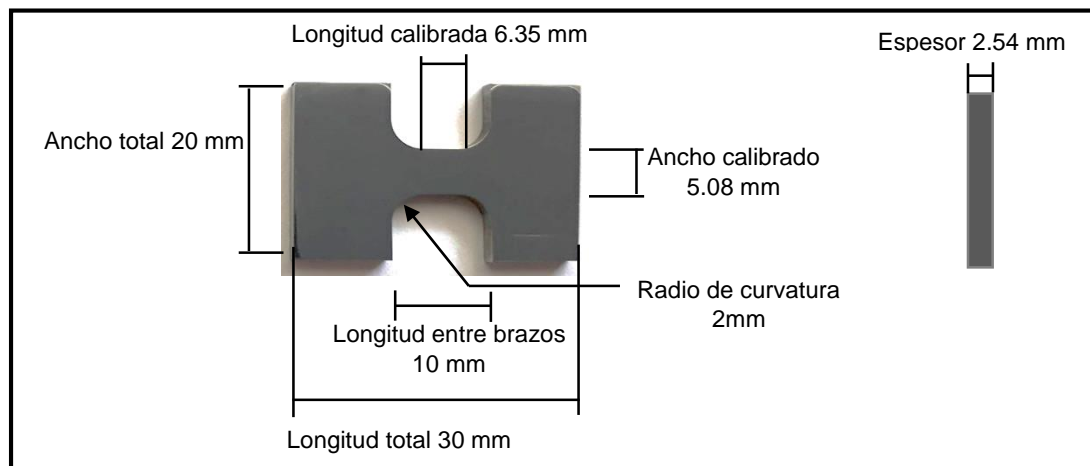


Figura 2.4 Probeta para ensayo de tensión

2.1.4. Tratamiento térmico

Las probetas se homogenizaron a 350°C por un lapso de 1 h en una mufla Thermolyne modelo 1300. Al término de la hora, se templaron en agua a 4°C, con el objetivo de obtener una microestructura bifásica de grano fino.

2.1.5. Preparación metalográfica

Las probetas fueron preparadas metalográficamente después del temple para permitir su caracterización microestructural posterior al ensayo de tensión. Este proceso se realizó siguiendo la metodología descrita en un trabajo previo realizado por M.G. Rodríguez [121]. La preparación metalográfica consistió de una primera etapa de desbaste, utilizando papel abrasivo de carburo de silicio marca Struers No. 1000, 1500, 2000 y 4000. La segunda parte consistió en tres etapas de pulido, el pulido grueso se realizó con alúmina de 5–1 μm , seguido por alúmina de 0.3 μm y finalmente se utilizó pasta de diamante de 0.1 μm [121].

2.1.6. Estabilización del tamaño de grano

Posterior a la preparación metalográfica, las probetas fueron tratadas térmicamente dentro de una mufla a 240°C por 20 minutos, con el objetivo de crecer y estabilizar el tamaño de grano. Se determinó el tamaño de grano mediante el método de intersección media lineal utilizando un microscopio óptico Olympus GX51 y el software *stream essentials*.

2.1.7. Medición de dureza

La dureza se midió en cada una de las etapas de procesamiento acorde a la norma ASTM E18 – 03 Métodos de prueba estándar para la dureza de Rockwell de materiales metálicos [122]. Se optó por el ensayo de dureza Rockwell con escala F, utilizando una carga de 60 kgf, un penetrador de 1/16" y un tiempo de aplicación de la carga de 2 min. El equipo utilizado fue un durómetro Hoytom 1003-A. Se utilizó tabla de equivalencias para poder comparar con otras aleaciones base Zn-Al [122].

2.2. Descripción de los ensayos realizados en forma continua y con la utilización de etapas de deformación elástica-plástica

Los ensayos de tensión para la aleación Zn-23Al-1.15Cu, se realizaron en una máquina de tensión marca Instron 5500R, modelo 1125 con capacidad de 10000 Kgf, la cual cuenta con un horno integrado con capacidad de alcanzar una temperatura de 250°C (ver Figura 2.5).



Figura 2.5 Máquina universal con horno integrado para ensayo de tensión

2.2.1. Ensayos de tensión para la determinación de propiedades mecánicas a temperatura ambiente

Para obtener las propiedades mecánicas a temperatura ambiente, se sugirió la realización de ensayos de tensión en forma continua hasta la fractura acorde a la norma ASTM E8, Métodos de prueba estándar para las pruebas de tensión de los materiales metálicos [81], para lo que se utilizó una rapidez de deformación de $8.3E^{-3} \text{ s}^{-1}$, una temperatura de 25°C (Temperatura homóloga de 0.43) y un tamaño de grano inicial de $0.57 \mu\text{m}$. Se evaluaron las propiedades mecánicas a través de resistencia última a la tensión, esfuerzo de flujo y elongación a la fractura.

2.2.2. Ensayos de tensión a alta temperatura en función de la rapidez de deformación

Se realizaron ensayos de tensión en forma continua hasta la fractura en alta temperatura, para obtener la alta rapidez de deformación que propiciara la mayor cantidad de deformación con el menor esfuerzo de flujo. Para lograr lo anterior, se sugirió la realización de ensayos de tensión acorde a la norma ASTM E8 [81]. Para la selección de los parámetros del proceso se tomó como referencia lo reportado por Mohamed y M. Ramos [36,64], siendo los parámetros una temperatura de 230°C (Temperatura homóloga de 0.67), un tamaño de grano inicial de 0.57 μm y rapidez de deformación inicial de $1.33\text{E}^{-1} \text{ s}^{-1}$, $1.33\text{E}^{-2} \text{ s}^{-1}$ y $1.33\text{E}^{-3} \text{ s}^{-1}$ para cada ensayo. Se evaluaron las propiedades mecánicas a través del esfuerzo de flujo y la elongación a la fractura.

2.2.3. Ensayos de tensión a alta temperatura y alta rapidez de deformación, utilizando diferentes condiciones para las etapas de deformación elástica-plástica.

El objetivo de estos ensayos fue el de estudiar el comportamiento de la aleación Zn-23Al-1.15%Cu en alta temperatura para obtener la deformación en el menor tiempo y con la mayor estabilidad, utilizando etapas de deformación elástica-plástica. Se utilizó una temperatura de 230°C y un tamaño de grano inicial de 0.57 μm .

2.2.3.1. Ensayos de tensión en función de las etapas de deformación plástica

Se realizaron ensayos de tensión en forma continua hasta la fractura, para determinar la cantidad máxima de deformación plástica estable por etapa que se puede utilizar en alta rapidez. La secuencia de deformación constó de etapas alternadas de deformación elástica a una baja rapidez de $1.31\text{E}^{-4} \text{ s}^{-1}$ por un lapso de 1 min y etapas de deformación plástica en alta rapidez de $1.33\text{E}^{-1} \text{ s}^{-1}$ con una cantidad de deformación fija de 25%, 50% y 75%, respectivamente para cada ensayo.

2.2.3.2. Ensayos de tensión en función de las etapas de deformación elástica

Se realizaron ensayos de tensión fijando la deformación total en 500% con el objetivo de comparar el efecto de la duración de la etapa de deformación elástica. El primer ensayo fue realizando la deformación en forma continua, el segundo y tercer ensayo utilizando etapas de deformación elástica de 1 min y 2.5 min respectivamente a $1.31\text{E}^{-4} \text{ s}^{-1}$ y una cantidad de

deformación plástica de 50%, que fue la cantidad de deformación del grupo de ensayos anterior que presentó un mejor compromiso entre la homogeneidad y el tiempo total del ensayo.

2.2.4. Estabilidad del flujo plástico en función de la deformación

Este grupo de ensayos se realizó para determinar la evolución microestructural en función de la deformación y la estabilidad del flujo plástico. Durante los ensayos se utilizó la secuencia del proceso que presentó el mejor compromiso entre la homogeneidad y el tiempo total del ensayo de la sección 2.2.3.2. Los ensayos se detuvieron hasta obtener una deformación total de 150%, 300%, 500% y 600% respectivamente.

2.3. Métodos para la caracterización de las probetas antes y después del proceso de deformación

2.3.1. Evaluación de la localización de flujo plástico y la uniformidad de la deformación

La localización de flujo plástico y la uniformidad de la deformación se evaluó para todas las probetas ensayadas. Para ello se utilizó el método propuesto por Mohamed y Langdon [16], que sugiere dividir la sección calibrada en partes iguales a lo largo del eje longitudinal, en este caso se dividió en 7 secciones por su reducido tamaño (ver Figura 2.6). El método ayuda a determinar la posición de la fractura y a evaluar la cantidad de deformación para cada una de las secciones en función de la cantidad de deformación total. Se determinó la uniformidad utilizando las probetas ensayadas acorde a la secuencia descrita en la sección 2.2.3.2.

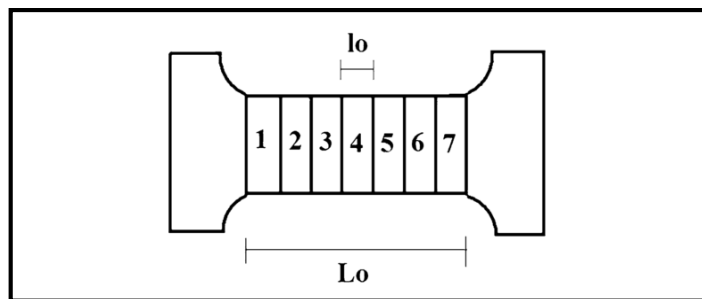


Figura 2.6 Esquema de la probeta dividida en 7 secciones de l_0 de longitud cada una [112]

2.3.2. Determinación de la inestabilidad

Se determinaron los parámetros de sensibilidad a la rapidez de deformación (m) como lo indica la Ecuación 1.11 [114], el coeficiente de endurecimiento por deformación (γ) como lo indica la Ecuación 1.12 [109] y el parámetro de inestabilidad (l) propuesto por Caseres y Wilkinson como lo indica la Ecuación 1.10 [109], todos en función de la deformación como lo propuesto por M. Ramos [112]. Para el cálculo de m , se utilizaron los datos de los ensayos $1E^{-2} s^{-1}$ a $E^{-1} s^{-1}$ de la sección 2.2.2, debido a que el objetivo es analizar estos parámetros en alta rapidez.

2.3.3. Caracterización microestructural

Se caracterizó microestructuralmente el material en cada una de las etapas del procesamiento, así como la probeta sin deformar y las probetas deformadas. Se utilizó un microscopio electrónico de barrido (MEB) modelo JSM-6610LV, utilizando las señales de electrones retrodispersados y electrones secundarios, un voltaje de 20 KV, un *spot size* de 4-5 y una distancia de trabajo de 10-11 mm. El análisis de los cambios microestructurales en las probetas deformadas se realizó para las cuatro zonas descritas en el esquema de la Figura 2.7, donde la zona 4 es la parte de sujeción, la zona 3 es la parte donde inicia la longitud calibrada, la zona 2 es la parte media entre el final de la longitud calibrada y la zona de fractura, por último, la zona 1 es la parte cercana a la fractura.

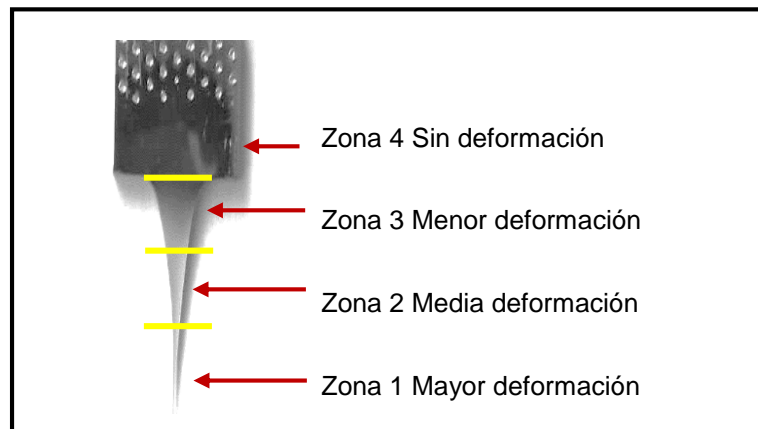


Figura 2.7 Zonas definidas para la caracterización en MEB

Se utilizó la técnica de difracción de rayos X para obtener el espectro de las fases presentes en el sistema para la muestra sin deformar y deformada en etapas de deformación elástica de 1 min a $1.31\text{E}^{-4}\text{ s}^{-1}$ y una cantidad de deformación plástica de 50%. El análisis se realizó en un equipo marca Rigaku, modelo D-Max 2200, con tubo de cobre. Las condiciones utilizadas fueron: ángulo 2θ de 30-85°, step 0.02, voltaje de 40 kV, intensidad 36 mA.

Capítulo 3: Análisis y discusión de resultados de los ensayos realizados en forma continua y con la utilización de etapas de deformación elástica-plástica

En este capítulo se presenta la caracterización microestructural de la aleación Zn-23Al-1.15Cu en estado de partida y de las probetas deformadas, así como los resultados de los ensayos de tensión realizados bajo condiciones de deformación continua y deformación por etapas. Para determinados ensayos se presenta también la evaluación de la estabilidad del flujo plástico. Por último, se propone una teoría fenomenológica para describir el comportamiento superplástico de la aleación en alta rapidez de deformación, cuando el proceso se lleva a cabo utilizando etapas de deformación elástica-plástica.

3.1. Obtención y caracterización de la aleación con microestructura favorable para el comportamiento superplástico

El resultado del análisis químico por espectrometría de emisión atómica presentado en la Tabla 3.1, muestra que la composición se encuentra del lado hipoeutectoide, lo cual puede promover la formación de los F/β s por precipitación de la fase α proeutectoide hacia los bordes de grano de la fase β de alta temperatura [83].

Tabla 3.1 Resultado de análisis químico

Composición (% en peso)	
Zn	75.9
Al	23
Cu	1.15

La Figura 3.1, muestra la microestructura obtenida después de cada etapa del procesamiento termomecánico. Para todos los casos, las fases oscura y clara son las fases α rica en Al y η rica en Zn, respectivamente. La Figura 3.1a, muestra que la microestructura de la aleación en estado de colada consta de un patrón dendrítico fino producido por el enfriamiento mediante colada semicontinua. En esta aleación, la solidificación comienza con la formación de dendritas finas ricas en aluminio, seguida por la formación de la fase α proeutectoide alrededor de las dendritas primarias. El líquido residual solidifica alrededor de las regiones interdendríticas acorde a la transformación eutéctica. Después de un subsecuente enfriamiento, la región de la fase β se transforma siguiendo la reacción

eutectoide : $\beta \rightarrow \alpha + \eta$, la cual ocurre a 275°C [113]. En la Figura 3.1b, que presenta a mayor detalle esta microestructura, el número 1 representa el eutectoide primario rico en aluminio; el número 2, el eutectoide rico en zinc y el número 3 constituyente interdendrítico rico en zinc, las características microestructurales descritas son similares a lo reportado por otros autores con composición Zn-Al [123].

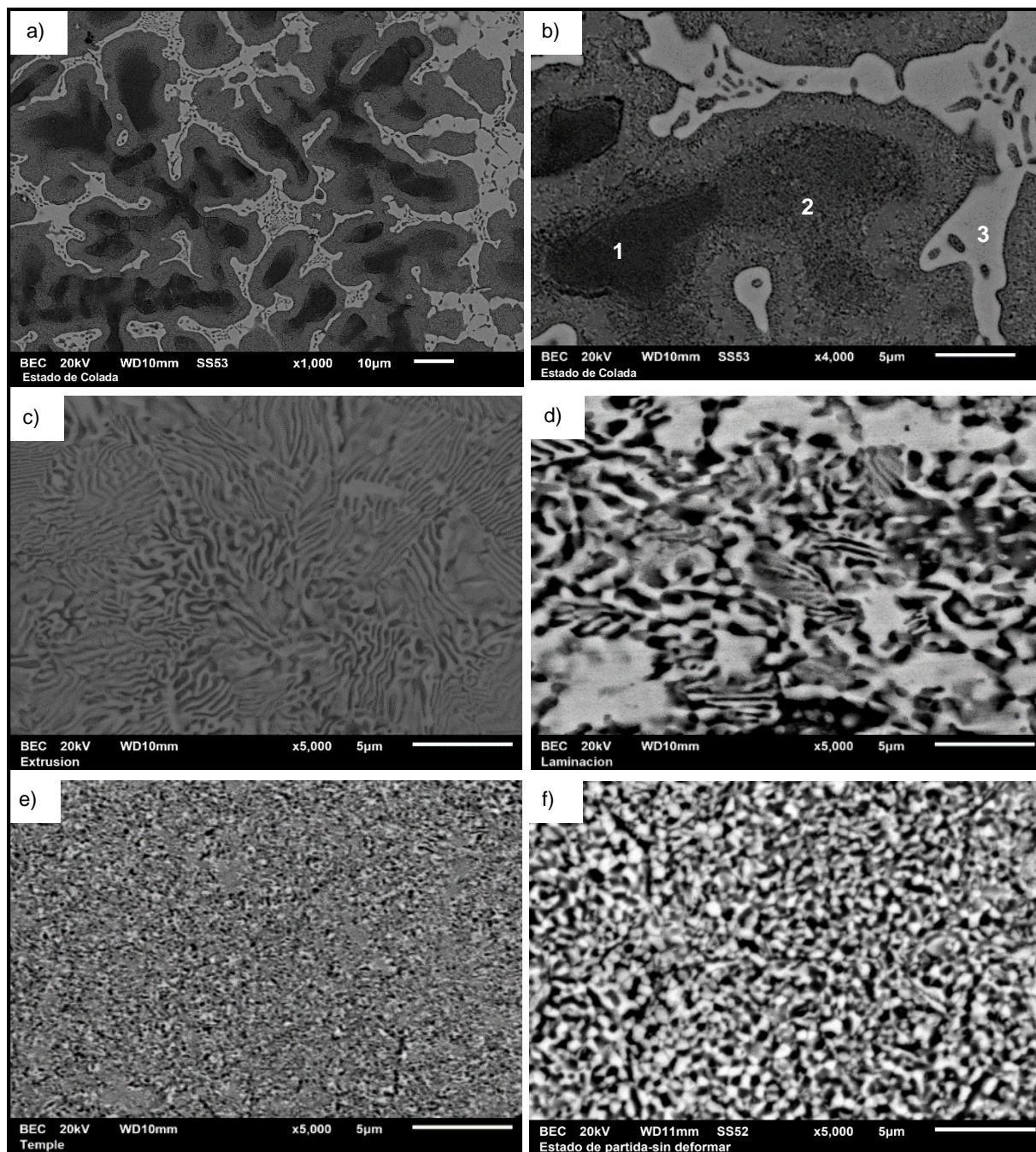


Figura 3.1 Micrografía de la microestructura observada en MEB a) colada a 1000X, b) colada a 4000X, c) extruido, d) laminado, e) temple y f) recocida. c, d, e y f a 5000X

En la Figura 3.1c, que corresponde al proceso de extrusión inversa en caliente, se observa una microestructura laminar fina que resulta de la transformación eutécticoide que lleva a la formación de las fases α y η . En la Figura 3.1d se muestra que ocurrió un engrosamiento de la microestructura laminar cuando se realizó la laminación en caliente a 240°C. La Figura 3.1e muestra una microestructura bifásica granular fina producto de la descomposición celular que ocurrió durante el temple. En la Figura 3.1f, se muestra que ocurrió un crecimiento de grano durante el recocido a baja temperatura por 20 min. En esta microestructura existe la posibilidad de la presencia de las fases ϵ (Cu₄Zn) y τ' (Al₄Cu₃Zn), pero pueden confundirse debido a su tonalidad, así que solo es posible distinguirla con un análisis puntual utilizando la técnica de espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDX).

La Tabla 3.2 indica los parámetros utilizados para las etapas del procesamiento termomecánico y la Figura 3.2, muestra las mediciones de dureza para cada una de estas etapas, las cuales se relacionan con las microestructuras mostradas en la Figura 3.1. Se puede observar que el tratamiento de recocido posterior al temple produjo un incremento en la dureza; este efecto ha sido reportado previamente por otros investigadores en aleaciones con composición cercanas al eutécticoide Zn-22Al [80,124]. El valor de dureza de la aleación Zn-23Al-1.15Cu en estado de colada es de 73 HRF, equivalente a 80 HV utilizando la tabla 7 del ASTM E140 [122], el cual es un valor intermedio a lo reportado para las aleaciones Zn-22Al (40 HV) [124] y Zn-21Al-2Cu (92-100 HV) [125].

Tabla 3.2 Descripción de las etapas del procesamiento termomecánico de la aleación

Etapa del procesamiento	
1	Estado de colada
2	Estado de colada + Solubilización a 350°C por 1h + Extrusión a 350°C
3	Estado de colada + Solubilización a 350°C por 1h + Extrusión a 350°C + Laminación a 240°C
4	Estado de colada + Solubilización a 350°C por 1h + Extrusión a 350°C + Laminación a 240°C + Solubilización a 350°C por 1h + Temple en agua 4°C
5	Estado de colada + Solubilización a 350°C por 1h + Extrusión a 350°C + Laminación a 240°C + Solubilización a 350°C por 1h + Temple en agua 4°C + Recocido a 240°C por 20 min

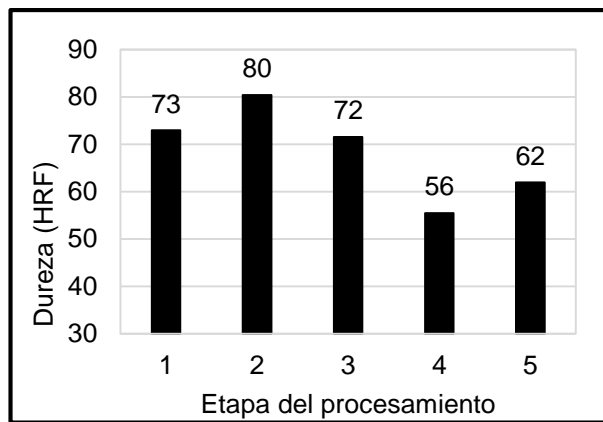


Figura 3.2 Valores de dureza para cada etapa del procesamiento

El espectro de difracción de rayos X de la probeta sin deformar, ver Figura 3.3, muestra la presencia de la fase α y η . El contenido de cobre necesario para formar ϵ y τ' es a partir de 2%, esto justifica la ausencia de estas fases e indica que todo el cobre entró en solución sólida en α y η .

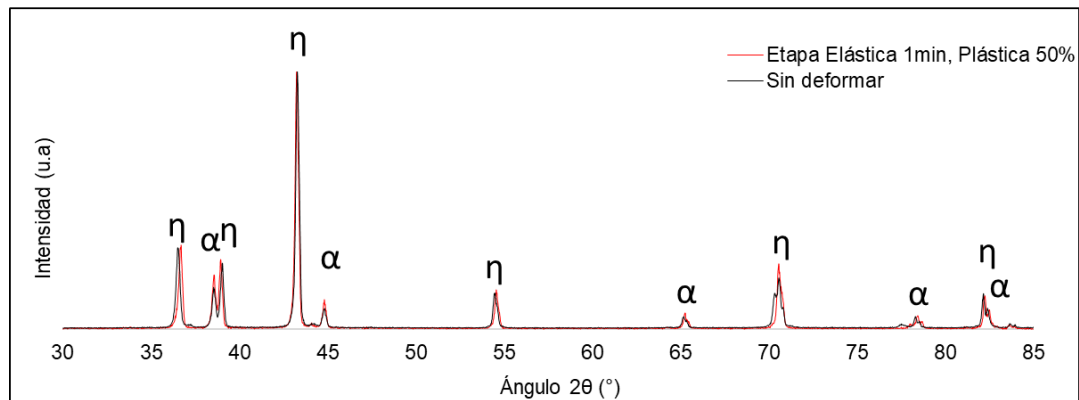


Figura 3.3 Espectro del estado de recocido, probeta sin deformar

La Figura 3.4, muestra la microestructura obtenida después del tratamiento de recocido (estado de partida). Se observa una mezcla bifásica de α en color oscuro y η en color claro [97], ambas fases en forma de granos finos y equiaxiados con un tamaño de grano promedio de $0.57 \pm 0.08 \mu\text{m}$. Aunque se observó la presencia de los bordes residuales de la fase β de alta temperatura (indicados con una flecha en la Figura 3.5a), $F\beta$ Bs, estos están presentes en poca cantidad.

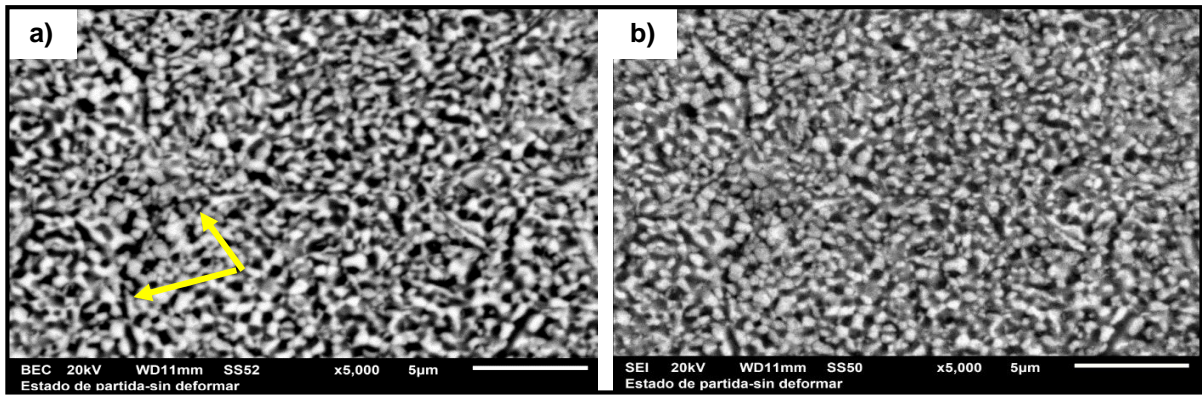


Figura 3.4 Micrografía de la microestructura de partida, probeta sin deformar observada en MEB. a) electrones retrodispersados y b) electrones secundarios

Como se mencionó en la sección 1.1, se requiere un tamaño de grano fino ($\leq 10 \mu\text{m}$) para que el material presente un comportamiento superplástico; y como se estableció en la Ecuación 1.1, a menor tamaño de grano, mayor rapidez de deformación. Sin embargo, es necesaria una estabilización del tamaño de grano previa a la realización de los ensayos, con el objetivo de disminuir el crecimiento de grano durante el ensayo, Δd , lo cual afecta la sensibilidad a la rapidez de deformación (m) y el coeficiente de endurecimiento por deformación (γ). Debido a que el grano sigue creciendo durante la deformación, se puede considerar que la estabilización completa no es posible [126]. En el presente trabajo se evaluó el crecimiento del tamaño de grano a la temperatura de trabajo en función del tiempo y los resultados obtenidos se muestran en la Figura 3.5. Aunque pudiera considerarse que un tiempo de estabilización conveniente sería entre 40 y 60 min, se decidió utilizar 20 min de recocido a 240°C para tratar de mantener un tamaño de grano fino que permita realizar los ensayos en alta rapidez y producir un grado de estabilización suficiente que no incremente el tiempo total de procesamiento.

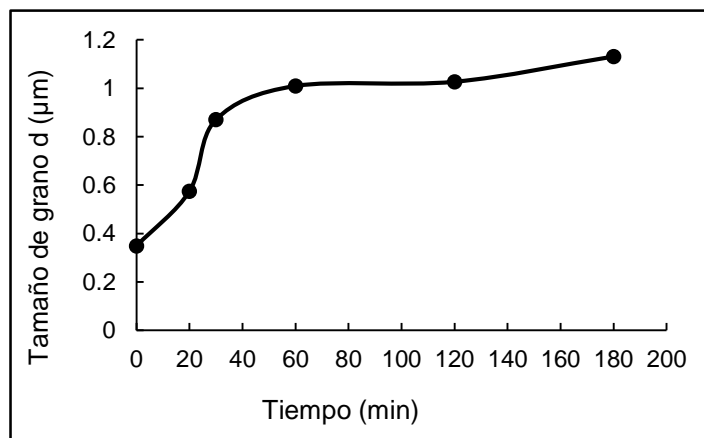


Figura 3.5 Crecimiento de grano en función del tiempo

3.2. Resultados de los ensayos en tensión a temperatura ambiente

3.2.1. Comportamiento mecánico

La Figura 3.6 presenta la curva esfuerzo-deformación verdadera para los ensayos en tensión realizados a temperatura ambiente. En la curva se puede observar el comportamiento esperado para un material con ductilidad limitada en comparación con otros materiales superplástico en temperatura ambiente. En la Figura 3.7 se muestra la probeta deformada hasta la fractura, la cual fue de tipo dúctil [106].

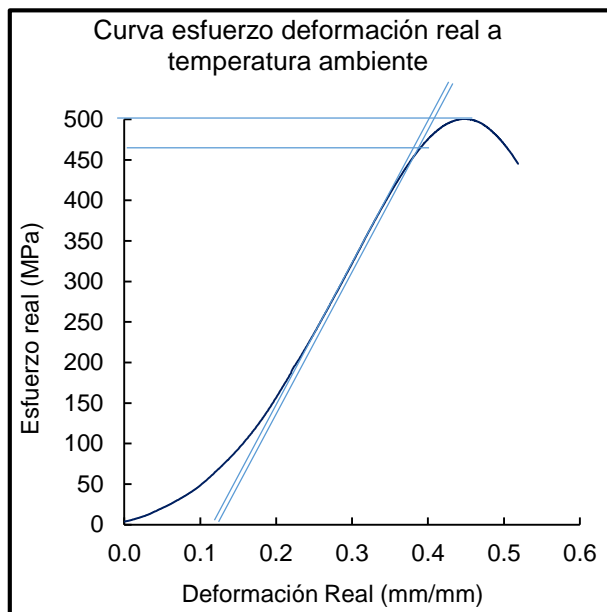


Figura 3.6 Curva esfuerzo-deformación verdadero, ensayo a temperatura ambiente

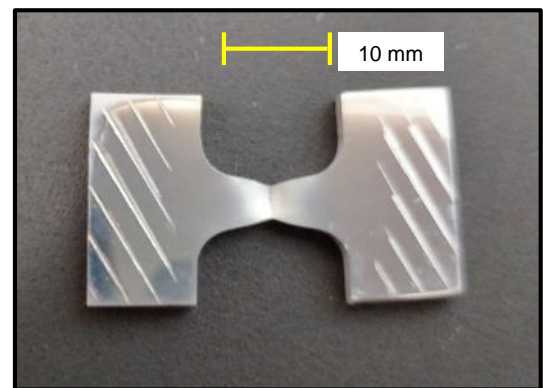


Figura 3.7 Probeta Zn-23Al-1.15Cu deformada a temperatura ambiente

Al comparar los resultados reportados en la literatura (ver Tabla 1.1) bajo condiciones aproximadamente similares para las aleaciones Zn-22Al sin cobre ($YS = 110\text{MPa}$) [14], contra los realizados para la aleación con 1.15%Cu, se puede considerar que un incremento de aproximadamente dos y media veces en la resistencia ($YS = 465 \pm 19.5\text{ MPa}$, $UTS = 498 \pm 16.3\text{ MPa}$), se atribuye a la presencia del cobre en solución sólida dentro de las fases α y η . Sin embargo, cuando se compara con la aleación con 2%Cu ($UTS = 550\text{ MPa}$) [90] la resistencia es menor, lo cual puede ser atribuido a la ausencia de fases intermetálicas ricas en Cu (ver Figura 3.3) que endurecen la aleación por precipitación. Cabe mencionar que para esta comparación se consideraron valores de resistencia obtenidos a rapidez cercana a $8.3E^{-}$

3 s^{-1} dado que no se encontraron reportes bajo las mismas condiciones a las utilizadas en este estudio.

3.2.2. Caracterización microestructural

La Figura 3.8 muestra las micrográficas de la probeta ensayada a temperatura ambiente. En las Figuras 3.8a, 3.8b y 3.8c, que corresponden a las zonas 4, 3 y 2, respectivamente, se observa que la microestructura está formada en su mayoría por una mezcla fina de granos equiaxiados de las fases α y η , así como también se observa la presencia de regiones de fases finas que no se alcanzan a resolver, indicadas con la letra A. Esta última característica microestructural se ha reportado previamente en aleaciones Zn-Al y se ha sugerido que corresponde a restos de la fase β supersaturada que no se alcanza a resolver y que no transformó, la cual después se transforma con la deformación [37,127]. También se ha sugerido que estas regiones se tratan de una microestructura laminar fina que proviene del estado de colada y se mantiene aún después del temple [4]. Basado en la caracterización microestructural de la muestra durante el procesamiento termomecánico (ver Figura 3.1) donde se observa fase laminar, se coincide en la idea de que esta característica microestructural corresponde a restos provenientes desde el proceso de solidificación. En la Figura 3.8d se observaron las mismas regiones, pero adicionalmente se presentan regiones de granos alargados y con tendencia a alinearse en la dirección de la aplicación del esfuerzo (letra B). En estas regiones el mecanismo de deformación plástica que está actuando es el resbalamiento de planos asistido por el movimiento de dislocaciones [106].

En la Figura 3.9 se muestra la zona de fractura, en la que se observa una mayor cantidad de granos equiaxiados, particularmente de la fase η (ver Zona C), que en la zona de mayor deformación 3.8d. Esto sugiere que a temperatura ambiente la fase η recristaliza como resultado de la deformación en frío generada en el ensayo de tensión. Lo anterior se sustenta si se considera que la temperatura de recristalización de η es de -12°C , la de α es de 337°C [128] y que una temperatura de 25°C corresponde a $0.45 T_i$ para la aleación eutectoide Zn-22Al. En esta microestructura permanece la fase sin resolver [4] (indicada con la letra A), pero en menor cantidad; además se observa una menor cantidad de granos alargados de ambas fases (indicada con la letra B), que en la zona de mayor deformación (Figura 3.8d).

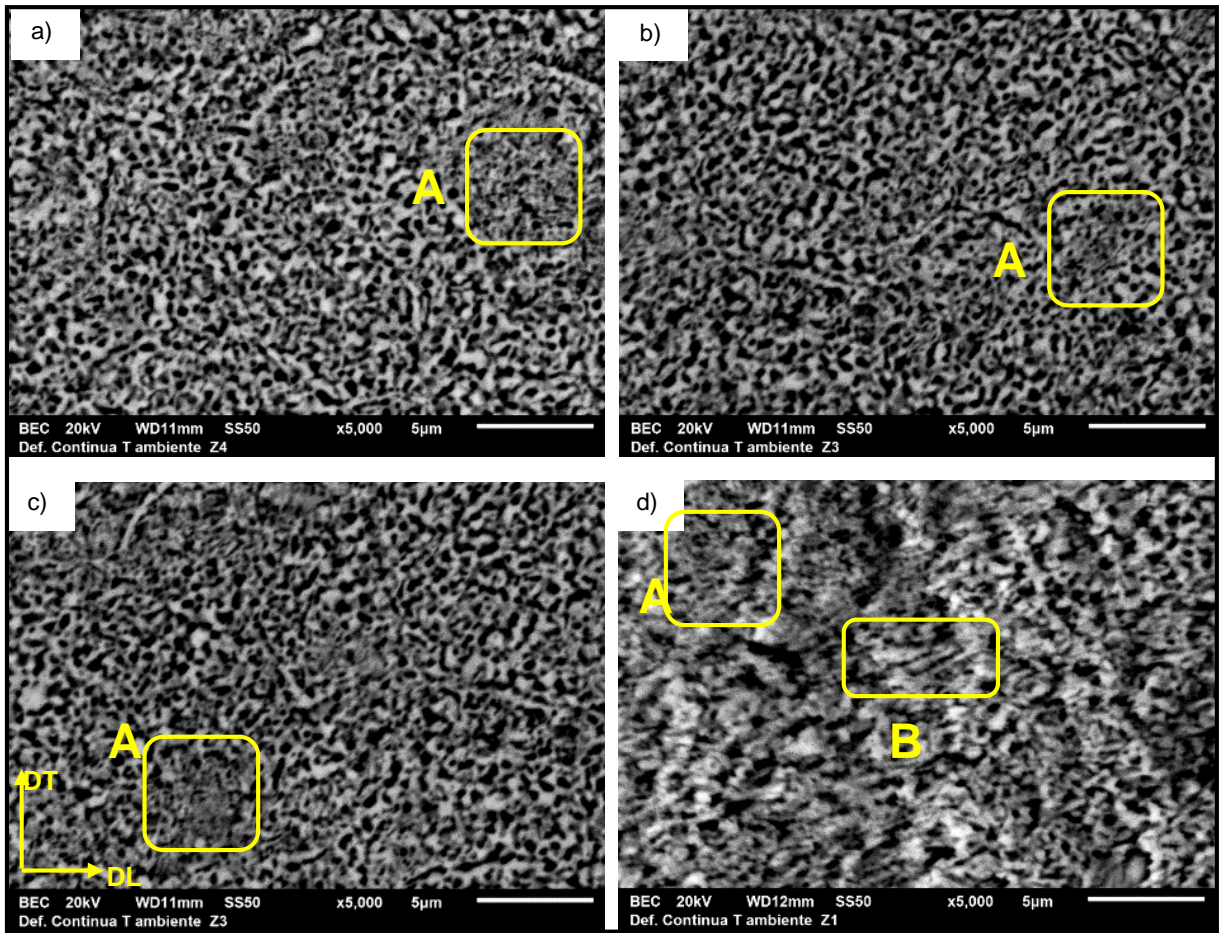


Figura 3.8 Micrografía de la microestructura observada en MEB de una probeta ensayada a 25°C, a una rapidez de deformación de $8.3E^{-3} s^{-1}$ y tamaño de grano inicial de $0.57 \mu m$, zona a) sin deformación, b) menor deformación, c) media deformación, d) mayor deformación

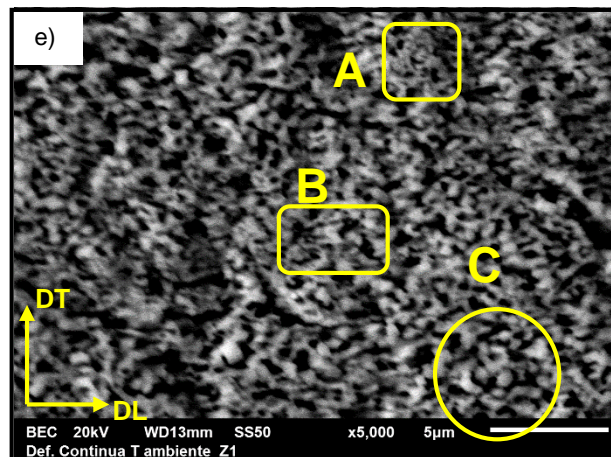


Figura 3.9 Probeta ensayada a 25°C, a una rapidez de deformación de $8.3E^{-3} s^{-1}$ y tamaño de grano inicial de $0.57 \mu m$, zona de fractura

3.3. Resultados de los ensayos en tensión a alta temperatura en función de la rapidez de deformación

3.3.1. Comportamiento mecánico

La Figura 3.10 muestra las curvas esfuerzo-deformación verdadero para las probetas deformadas a 230°C en función de la rapidez de deformación. Para todos los casos se observa el mismo comportamiento; el esfuerzo después de alcanzar un máximo, tiende a mantenerse con el incremento de la deformación. En la Figura 3.11, se presenta la imagen de las probetas deformadas, donde se puede observar que cuando el ensayo se lleva a cabo utilizando una rapidez de $1.33E^{-1} s^{-1}$ y de $1.33E^{-2} s^{-1}$, después de una etapa de deformación plástica estable se presenta un cuello agudo, seguido de un cuello difuso cercano a la zona media de la sección calibrada. Estas características son similares a lo reportado en la aleación Zn-21Al-2Cu [29], lo cual sugiere que existe un cambio de mecanismo de deformación en función del incremento de la deformación superplástica. Para el caso de la probeta deformada a $1.33E^{-3} s^{-1}$, solo se presenta un cuello agudo previo a la fractura. Este comportamiento es el esperado para aleaciones deformadas en alta rapidez de deformación [106].

En la Tabla 3.3, se muestran los resultados obtenidos en los ensayos. Para la probeta deformada a una rapidez de $1.33E^{-3} s^{-1}$, los valores de esfuerzo de flujo y la deformación obtenidos en el ensayo corresponden a la región I de la curva sigmoideal característica del comportamiento superplástico (ver Figura 1.1), donde los bajos esfuerzos y la baja ductilidad son el resultado de la operación de un mecanismo de fluencia lenta (creep) [129]. Mientras que para las probetas deformadas a una rapidez de $1.33E^{-2} s^{-1}$ y $1.33E^{-1} s^{-1}$, los resultados corresponderían a la región II de la Figura 1.1, debido a que se observó la mayor cantidad de deformación y valores de esfuerzo de flujo intermedios. En esta región II se espera el mayor valor para el parámetro m , lo cual corresponde a las características del flujo plástico observadas en los ensayos de las probetas deformadas a estos valores de rapidez.

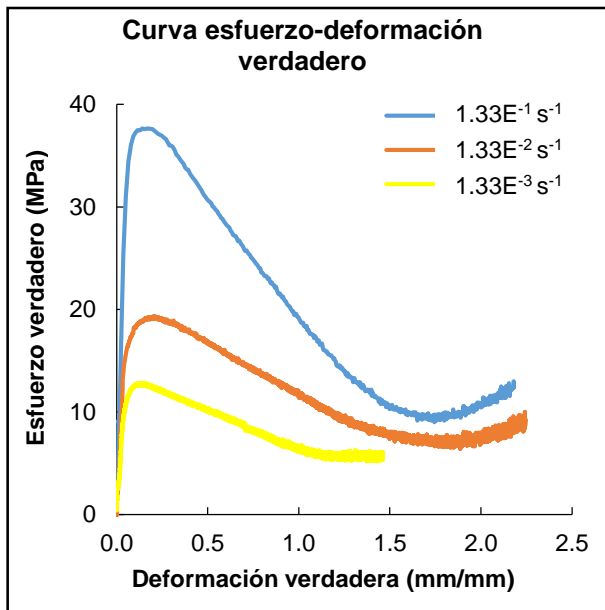


Figura 3.10 Curva esfuerzo-deformación verdadero en función de la rapidez de deformación

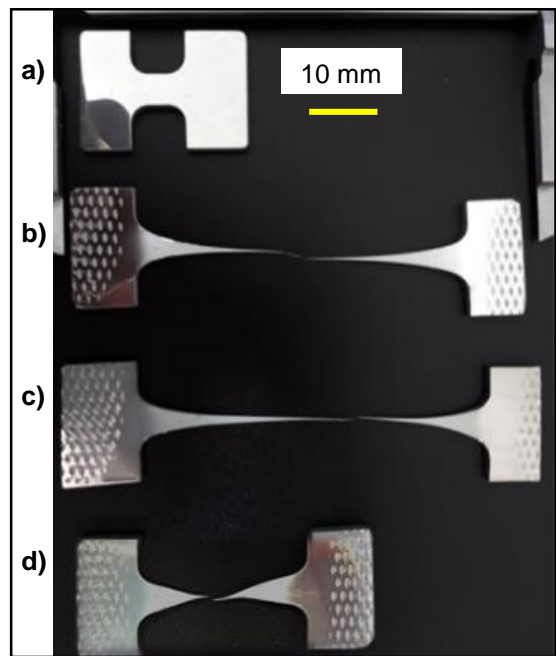


Figura 3.11 Probetas Zn-23Al-1.15Cu deformadas a 230°C, en deformación continua, a) sin deformar, b) $1.33E^{-1} s^{-1}$, c) $1.33E^{-2} s^{-1}$ y d) $1.33E^{-3} s^{-1}$

Tabla 3.3 Resultados de los ensayos de tensión por deformación continua

Zn-23Al-1.15Cu				
Rapidez de deformación (s ⁻¹)	Duración del ensayo (min)	Esfuerzo verdadero (MPa)	Deformación Verdadera	$\Delta L/L_0$ Ingenieril (%)
Sin deformar				
$1.33E^{-1}$	0.9	37.6	2.182	787
$1.33E^{-2}$	11.1	19.3	2.240	839
$1.33E^{-3}$	42.0	12.8	1.461	331

La Figura 3.12 muestra dependencia del esfuerzo y la deformación en función de la rapidez de deformación, para la aleación Zn-23Al-1.15Cu. En la Figura 3.12a se observa que la máxima capacidad de deformación que se puede alcanzar se presenta en el rango de $1E^{-2}$ a $1E^{-1} s^{-1}$, lo cual corresponde a la definición de superplasticidad en alta rapidez y es similar a lo observado en la aleación Zn-22Al (ver Figura 1.2). Esto contrasta con lo observado en la aleación Zn-21Al-2Cu donde la máxima deformación se alcanza para valores de rapidez de deformación del orden de $1E^{-3} s^{-1}$ [71,97]. De lo anterior se propone que para la aleación Zn-23Al-1.15Cu, la zona II se desplaza hacia alta rapidez debido al tamaño de grano fino [91], lo cual coincide con lo explicado en la Figura 1.4.

Es importante resaltar que, aunque la aleación Zn-23Al-1.15Cu presentó menor deformación que la aleación Zn-22Al [64], uno de los objetivos es mejorar la resistencia mecánica a temperatura ambiente. Aunque la presencia de 1.15Cu limitó a un tercio, la cantidad de deformación que se obtiene en la aleación Zn-22Al (aprox. 800%), los valores obtenidos (ver Tabla 3.3) son suficientes para la mayoría de las aplicaciones comerciales, considerando que los valores de elongación de los aceros avanzados son de alrededor de 70% [130].

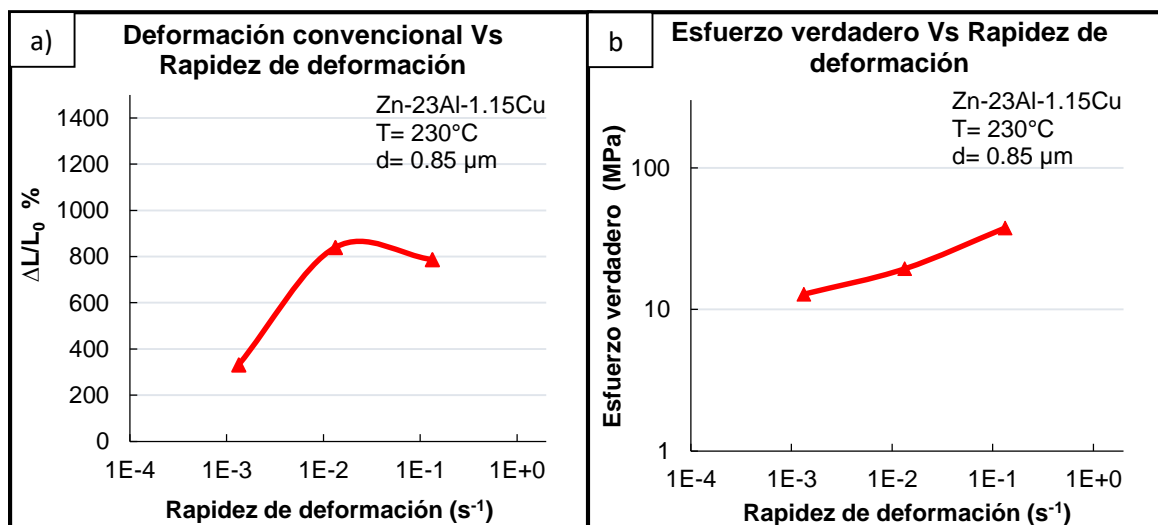


Figura 3.12 Curvas esfuerzo verdadero y deformación convencional, en función de la rapidez de deformación para la aleación Zn-23Al-1.15Cu

3.3.2. Caracterización microestructural

La Figura 3.13 presenta las micrografías de la zona 4 de las tres probetas deformadas a alta temperatura en función de la rapidez de deformación. En esta figura la dirección de la aplicación del esfuerzo de tensión se indica como DL (dirección longitudinal), mientras que, DT es la dirección transversal. Para las tres probetas se puede observar una mezcla fina de las fases α y η , como la que fue descrita para la micrografía correspondiente al estado de partida (ver Figura 3.4). El tamaño de grano muestra una tendencia a crecer como resultado del crecimiento estático debido al incremento en el tiempo de exposición en alta temperatura, el cual es atribuido a la disminución de la rapidez de deformación utilizada en el ensayo. Este tipo de crecimiento es similar al reportado anteriormente en la aleación Zn-Al con pequeñas adiciones de cobre (0.15%) [17], en donde se reportó que este promueve un crecimiento estático y dinámico, aunque este último es el que tiene mayor impacto [17]. Diversos autores han señalado que el crecimiento de grano se consideraba perjudicial porque modifica la

microestructura fina necesaria para favorecer el comportamiento superplástico, como se expresa en la ecuación 1.1 [39]. Sin embargo, hay otros autores que proponen que una determinada cantidad de crecimiento de grano puede ser parte de los procesos de acomodo microestructurales que favorecen la permanencia del GBS y por lo tanto la estabilidad del proceso de deformación [74]. Además, un crecimiento de grano podría resultar en un incremento de la resistencia del cuello que se va formando, lo cual puede favorecer que este cuello se forme de una manera más difusa [106].

La Figura 3.14 presenta las micrografías de la zona 3 para las tres probetas deformadas, en ella se puede observar un mayor crecimiento de grano con respecto a la zona 4 y lo que parece ser la presencia de relieves formados principalmente por la fase η que resultan de la operación de un mecanismo de GBS [74]. El aumento en el crecimiento de grano se puede atribuir a la contribución adicional de la componente dinámica producida por la deformación. Algunos autores proponen modelos para explicar el crecimiento dinámico de grano como por ejemplo Wilkinson y Caseres, quienes proponen que dos granos de la misma fase separados pueden entrar en contacto y coalescer después de un evento de intercambio [69,113,131].

La Figura 3.15, presenta la zona 2 de las tres probetas deformadas. Para una rapidez de deformación alta se observan granos de ambas fases con un mayor crecimiento en comparación con lo descrito en la zona previa. También se observó que conforme disminuye la rapidez, los granos de α tienden a permanecer equiaxiados mientras que los de η se observan deformados (ver Figura 3.15a, 3.15b y Figura 3.15c), lo que se evidencia por la presencia de líneas de resbalamiento dentro de los granos. Estas líneas se relacionan con una fuerte actividad de dislocaciones que llevan a una deformación intragranular [12]. La mayor capacidad de deformación en la fase η pudiera explicarse debido a que la temperatura del ensayo corresponde a una temperatura homóloga de 0.73 para la fase η y 0.54 para a fase α .

En la serie de micrografías se observa que a menor rapidez de deformación existe mayor tendencia a que los granos de ambas fases se alineen y los granos de η se deformen en la dirección de aplicación del esfuerzo de tensión, para formar bandas alargadas. Estas bandas han sido reportadas en la aleación Zn-22Al-2Cu cuando se deformó también a una rapidez $1E^{-3} s^{-1}$ [29]. P. Málek, reporta en una aleación Zn-1.1Al deformada a $1E^{-3} s^{-1}$, la presencia de estas bandas y las interpreta como columnas de varios granos que se resbalan como una

entidad [132]. Estas bandas también se han observado en aleaciones base aluminio [47,52,103,133] y en aleaciones Zn-22Al [134,135]. Específicamente Motohashi y Shibata concluyen que para la aleación Zn-22Al, la fase α tiende a adquirir una forma equiaxiada y que la contribución de la deformación plástica de la fase η causada por difusión preferencial del Zn, es significativa para deformaciones superplásticas $\geq 100\%$ [135]. Lo anterior sugiere que la presencia de estas bandas está relacionada con la rapidez de deformación a la cual se lleva a cabo la deformación y no con el porcentaje de cobre contenido en la aleación. Los granos alargados en forma de bandas también se han reportado en la aleación Zn-22Al dopada con 1%Ag [18].

Las micrografías correspondientes a la zona 1 de las tres probetas deformadas se presentan en la Figura 3.16. En estas imágenes se muestra que el incremento de la deformación resulta en un crecimiento de las bandas individuales descritas en la zona anterior. Esto sugiere que varias bandas individuales tienden a unirse dando la apariencia de que la fase η engrosa y de que la fase α queda embebida en ella. Se siguen observando bandas de resbalamiento de planos en la fase η lo que sugiere que el proceso de resbalamiento de esta fase continúa ocurriendo. En investigaciones previas donde se observan características similares, se ha reportado que el tamaño de este grupo de bandas pueden ir de 5 a 10 veces el diámetro del grano [132], lo cual concuerda con lo observado en este trabajo si se comparan las Figuras 3.15 y 3.16.

La presencia de granos equiaxiados y un cuello difuso observados en la zona de baja deformación (zona 3), contrasta con los granos elongados y el cuello agudo en la zona de media deformación (zona 2). La diferencia en la microestructura y tipo de cuello entre ambas zonas, sugiere que ocurre un cambio de mecanismo de deformación de GBS a resbalamiento por dislocaciones.

Las características microestructurales descritas para la aleación Zn-23Al-1.15Cu son similares a las reportadas para las aleaciones sin cobre [134] y con 2%Cu [112], deformadas superplásticamente bajo condiciones similares de rapidez y temperatura. Por lo tanto, se propone que la presencia del cobre en cantidades menores al 2%, no modifica la evolución microestructural durante el proceso de deformación.

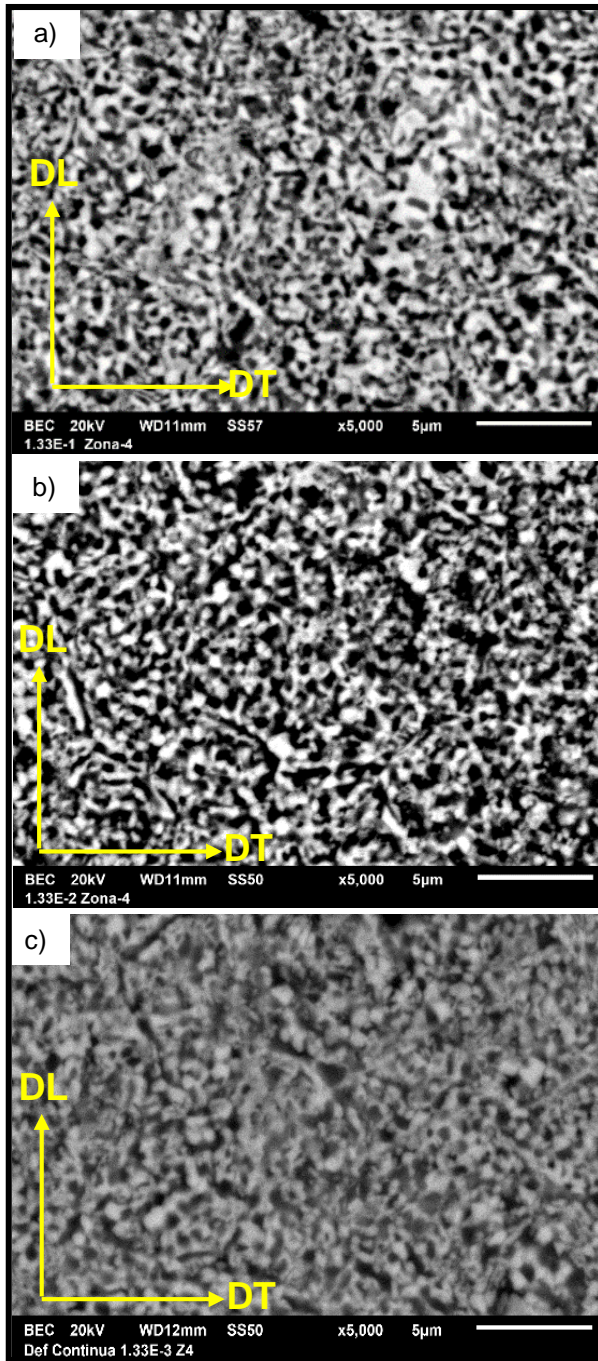


Figura 3.13 Micrografía de la zona 4 de las probetas deformadas a 230°C, utilizando deformación continua hasta la fractura a una rapidez de a) $1.33E^{-1} s^{-1}$, b) $1.33E^{-2} s^{-1}$ y c) $1.33E^{-3} s^{-1}$

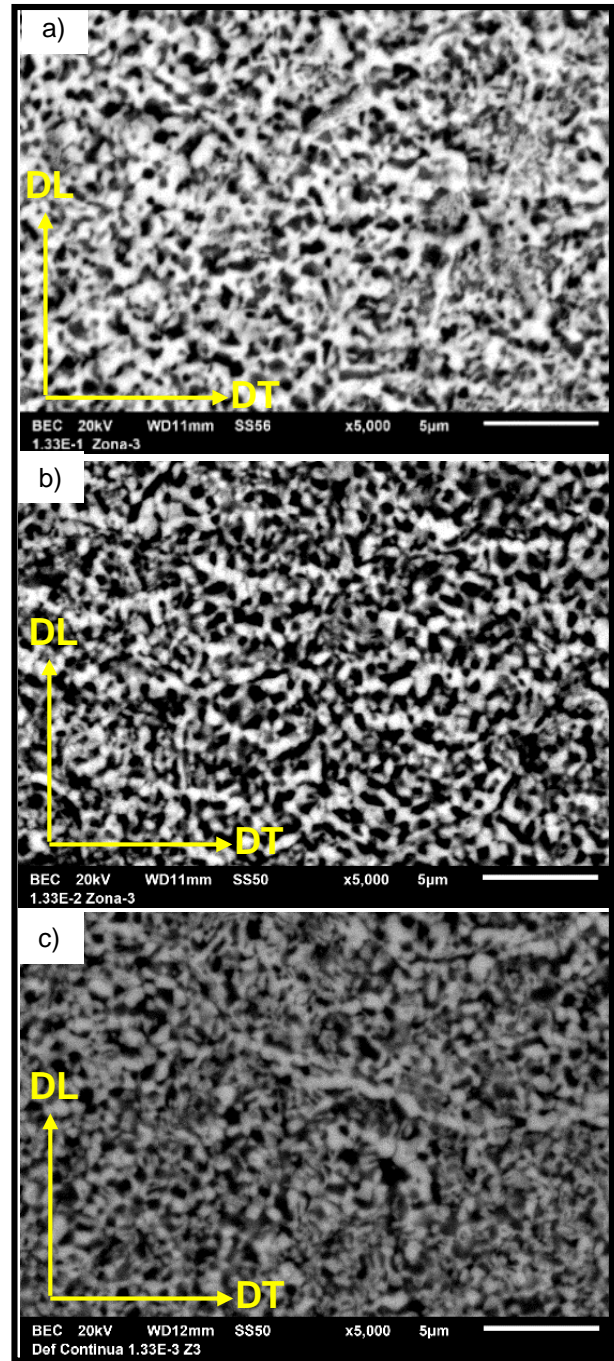


Figura 3.14 Micrografía de la zona 3 de las probetas deformadas a 230°C, utilizando deformación continua hasta la fractura a una rapidez de a) $1.33E^{-1} s^{-1}$, b) $1.33E^{-2} s^{-1}$ y c) $1.33E^{-3} s^{-1}$

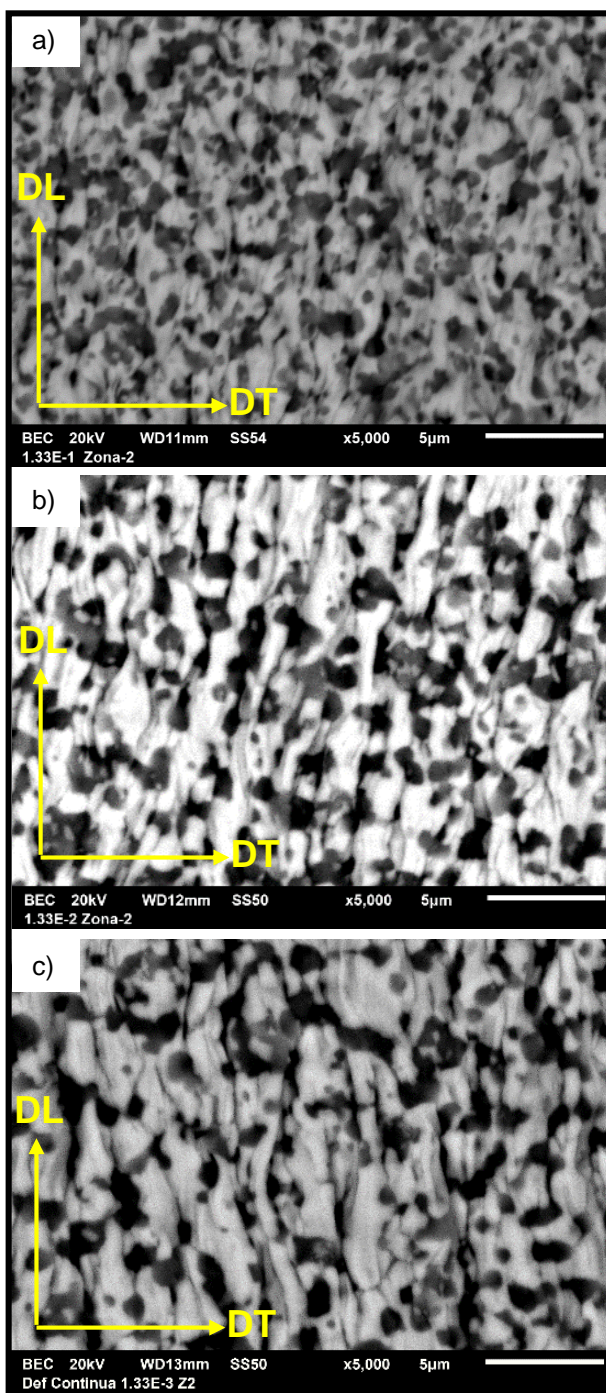


Figura 3.15 Micrografía de la zona 2 de las probetas deformadas a 230°C, utilizando deformación continua hasta la fractura a una rapidez de a) $1.33E^{-1} s^{-1}$, b) $1.33E^{-2} s^{-1}$ y c) $1.33E^{-3} s^{-1}$

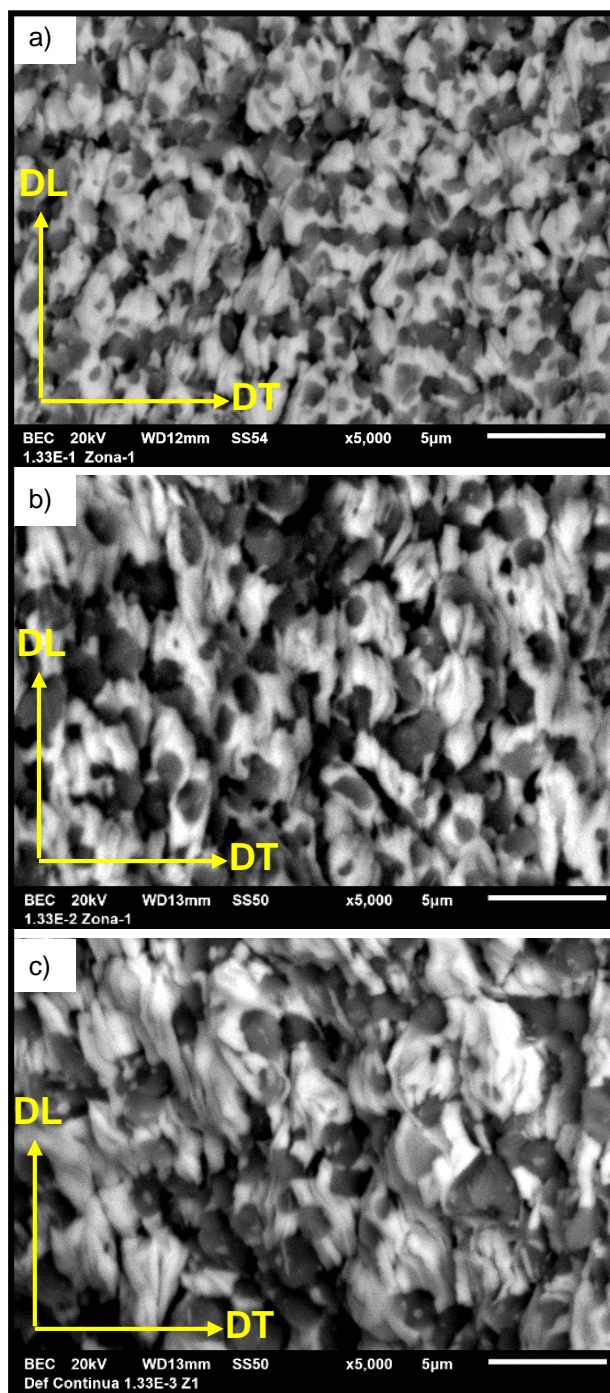


Figura 3.16 Micrografía de la zona 1 de las probetas deformadas a 230°C, utilizando deformación continua hasta la fractura a una rapidez de a) $1.33E^{-1} s^{-1}$, b) $1.33E^{-2} s^{-1}$ y c) $1.33E^{-3} s^{-1}$

3.4. Resultados de los ensayos de tensión en alta temperatura y rapidez de deformación, utilizando diferentes condiciones para las etapas de deformación elástica-plástica

El objetivo de estos ensayos es estudiar el efecto de la aplicación de etapas sucesivas de deformación elástica-plástica sobre el comportamiento superplástico de esta aleación en condiciones específicas, con el fin de obtener una deformación estable de aproximadamente 500% en el menor tiempo posible.

Para este grupo de ensayos, se seleccionó la probeta deformada a una rapidez de $1.33E^{-1} s^{-1}$ de la sección 3.3, como la que presentó la óptima rapidez, debido a que la cantidad de deformación que presentó fue similar a la deformada $1.33E^{-2} s^{-1}$, pero en 1/10 del tiempo.

3.4.1. Resultados de los ensayos de tensión en función de las etapas de deformación plástica

3.4.1.1. Comportamiento mecánico

En la Figura 3.17, se muestra la curva esfuerzo-deformación verdadera para los ensayos llevados a cabo a alta temperatura y rapidez de deformación, utilizando diferentes cantidades de deformación plástica. Para las probetas deformadas por etapas (ver Figura 3.18), se puede observar que, a menor cantidad de deformación en la etapa plástica, mayor es el incremento obtenido en la cantidad de elongación total. Esto se puede relacionar con la duración del ensayo (ver Tabla 3.5), debido a que el número de etapas hasta la fractura se incrementa cuando la deformación plástica es menor, incrementando así la duración total del ensayo. Puede considerarse que durante la etapa de deformación elástica el material se somete a un proceso de recocido, con lo que se tiene condiciones para que ocurra una recristalización del material deformado y una disminución de los esfuerzos residuales. Por lo tanto, a mayor número de ciclos mayor sería el tiempo para favorecer un proceso de recristalización, como se explicó en la sección 1.4. Cuando la deformación plástica por etapa no incrementa la energía interna lo suficiente para que ocurra la recristalización, solo puede presentarse un crecimiento de grano y un endurecimiento por deformación, produciendo un incremento en los valores de esfuerzo.

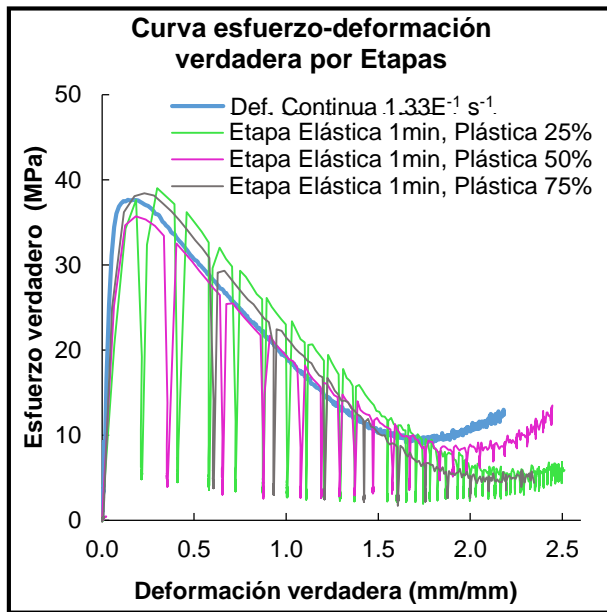


Figura 3.17 Curva esfuerzo-deformación verdadera en función de la cantidad de deformación plástica

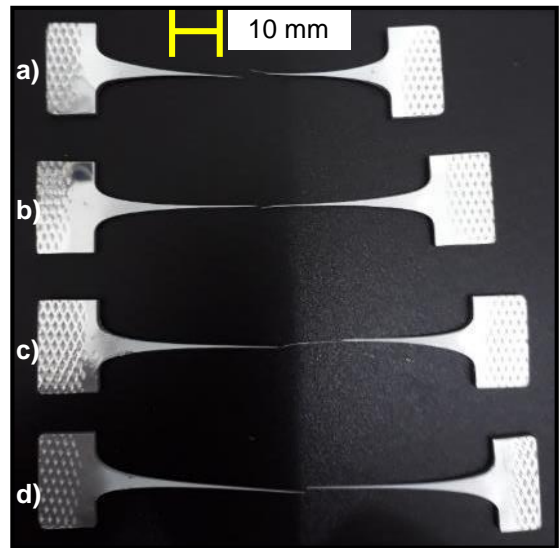


Figura 3.18 Probetas deformadas a 230°C. a) Deformación continua a $1.33E^{-1} s^{-1}$. Cantidad de deformación plástica por etapa es b) 75%, c) 50% y d) 25%

Las probetas deformadas se muestran en la Figura 3.18, donde el tipo de fractura es similar al reportado en la sección 3.3.1. Después de una etapa de deformación plástica estable se presenta un cuello agudo, seguido de un cuello difuso cercano a la zona media de la sección calibrada. Lo anterior sugiere que puede existir un cambio de mecanismo de deformación en función de la cantidad de deformación plástica, como también se ha sugerido para aleaciones similares con mayor contenido de Cu [112].

Tabla 3.4 Resultados de los ensayos de tensión en función de la cantidad de deformación plástica

Deformación plástica por etapa a $1.33E^{-1} s^{-1}$ (%)	Duración del ensayo (min)	Esfuerzo verdadero (MPa)	Deformación verdadera (mm/mm)	Deformación Ingenieril (%)	Número de etapas
Deformación continua	0.9	37.6	2.2	787	1
75%	15.5	38.4	2.3	945	13
50%	25.0	35.7	2.4	1054	22
25%	67.0	39.0	2.5	1141	43

La aplicación de etapas sucesivas de deformación elástica-plástica durante un proceso de deformación superplástica en alta rapidez de deformación, permitió un incremento máximo en la elongación total de 787% a 1141%. Las condiciones para lograrlo fueron etapas de deformación elástica de 1 min a una rapidez de deformación de $10^{-4} s^{-1}$ y etapas con 25% de deformación plástica a una rapidez de deformación de $10^{-1} s^{-1}$

3.4.1.2. Caracterización microestructural

La Figura 3.19 presenta la zona 4 de las probetas deformadas, donde se observan características microestructurales similares a las que se describieron para el estado de partida, debido a que esta zona no sufre deformación. Sin embargo, se puede observar que ocurrió un crecimiento de grano, debido al incremento en la duración del ensayo.

La Figura 3.20 presenta la zona 3 de las probetas deformadas. Se espera que en esta zona la mayor contribución la realice el GBS. En ella se observa un tamaño de grano mayor y con tendencia a estabilizarse por la deformación (relación de aspecto cercana a 1), que el mostrado en la zona 4. Se considera que el crecimiento de grano tiene una contribución estática en función de la temperatura y dinámica en función de la deformación. Otro cambio que se puede observar es que los granos de η se han deformado ligeramente en sentido de la dirección del esfuerzo. En estas imágenes también se observan algunos bordes residuales ($F\beta$ Bs). Es importante mencionar que el crecimiento de los granos de las fases finas cercanos a los $F\beta$ Bs fue menor (indicados con una flecha), a diferencia del resto de los granos, debido a que los $F\beta$ Bs funcionan como obstáculo que inhiben este crecimiento.

La Figura 3.21 presenta la zona 2 de las probetas deformadas. En la Figura 3.21a se observa la probeta que utilizó etapas de deformación plástica de 25%, en ella los granos de ambas fases están crecidos, además, los granos de η están deformados en la dirección del esfuerzo de tensión. Por otro lado, los granos de α , tienden a una relación de aspecto cercana a 1. Se indica con la letra A aparentes bandas de granos elongados que se están uniendo y con la letra B lo que parece ser el mismo tipo de bandas, pero engrosadas. En ambos casos se observan lo que aparentan ser líneas de resbalamiento de planos. Esta probeta es la que presentó una mayor cantidad de deformación, siendo el incremento atribuido a la participación adicional de un mecanismo de resbalamiento de planos, que interviene un mayor número de veces. Sin embargo, la cantidad de deformación plástica no es la suficiente para que los granos de η recristalicen. Por otro lado, en las Figuras 3.21b y 3.21c correspondientes a las probetas deformadas utilizando etapas de 50% y 75%, se observan los granos menos crecidos y menos deformados en comparación con la Figura 3.21a, esto sugiere que, con esta cantidad de deformación plástica, los granos recristalizan más fácilmente.

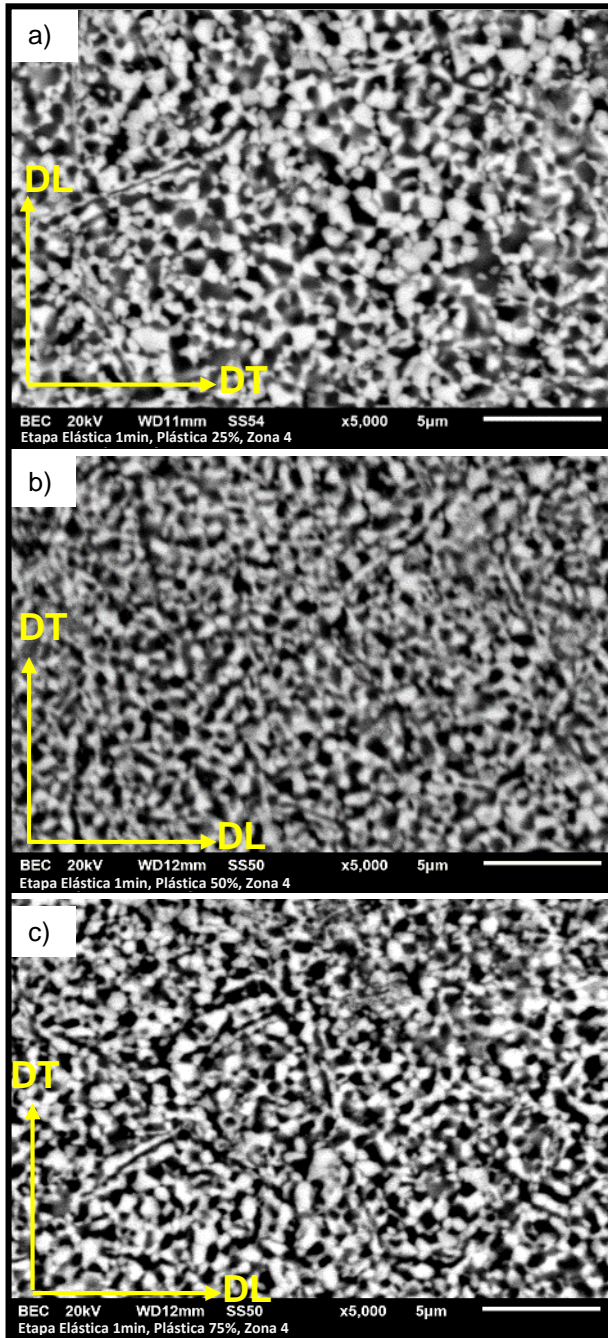


Figura 3.19 Micrografía de la zona 4 de las probetas deformadas hasta la fractura a 230°C, utilizando etapas de deformación plástica de a) 25%, b) 50% y c) 75%

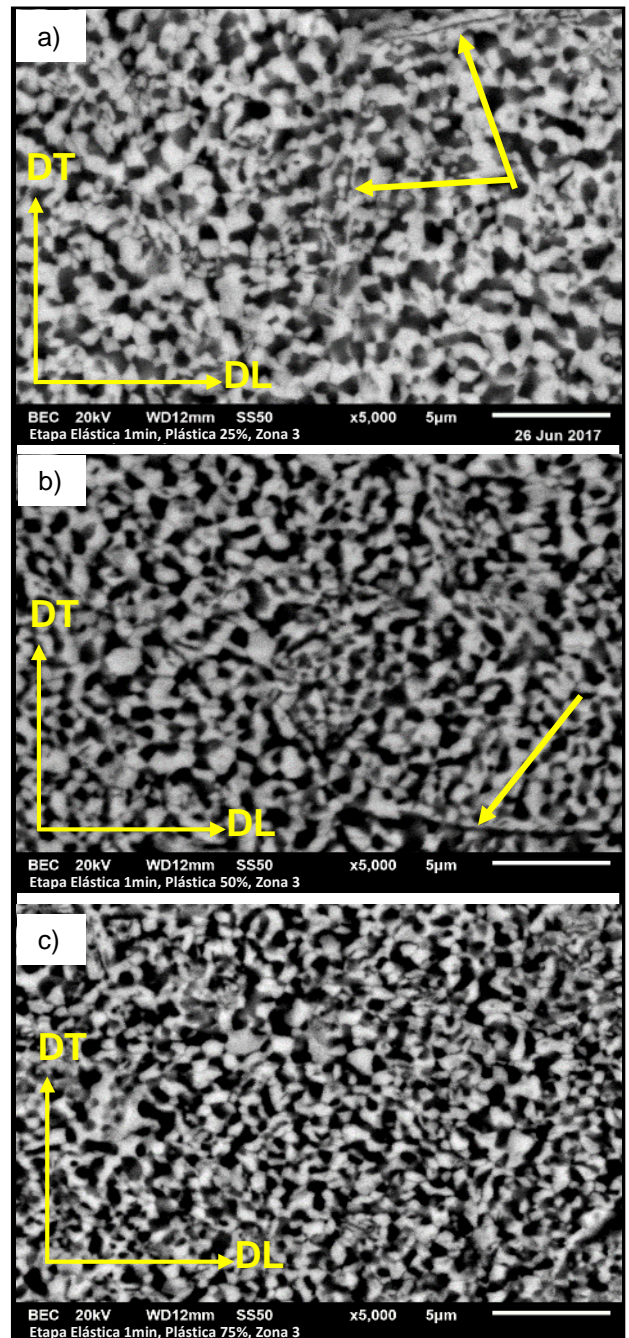


Figura 3.20 Micrografía de la zona 3 de las probetas deformadas hasta la fractura a 230°C, utilizando etapas de deformación plástica de a) 25%, b) 50% y c) 75%

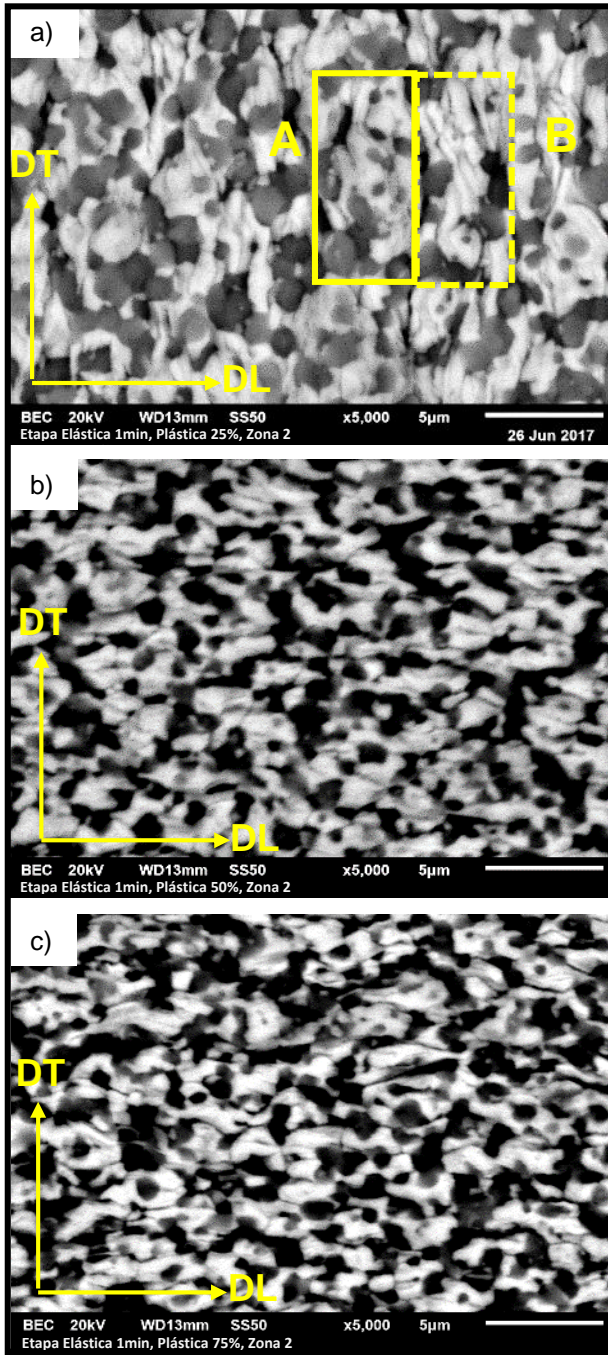


Figura 3.21 Micrografía de la zona 2 de las probetas deformadas hasta la fractura a 230°C, utilizando etapas de deformación plástica de a) 25%, b) 50% y c) 75%

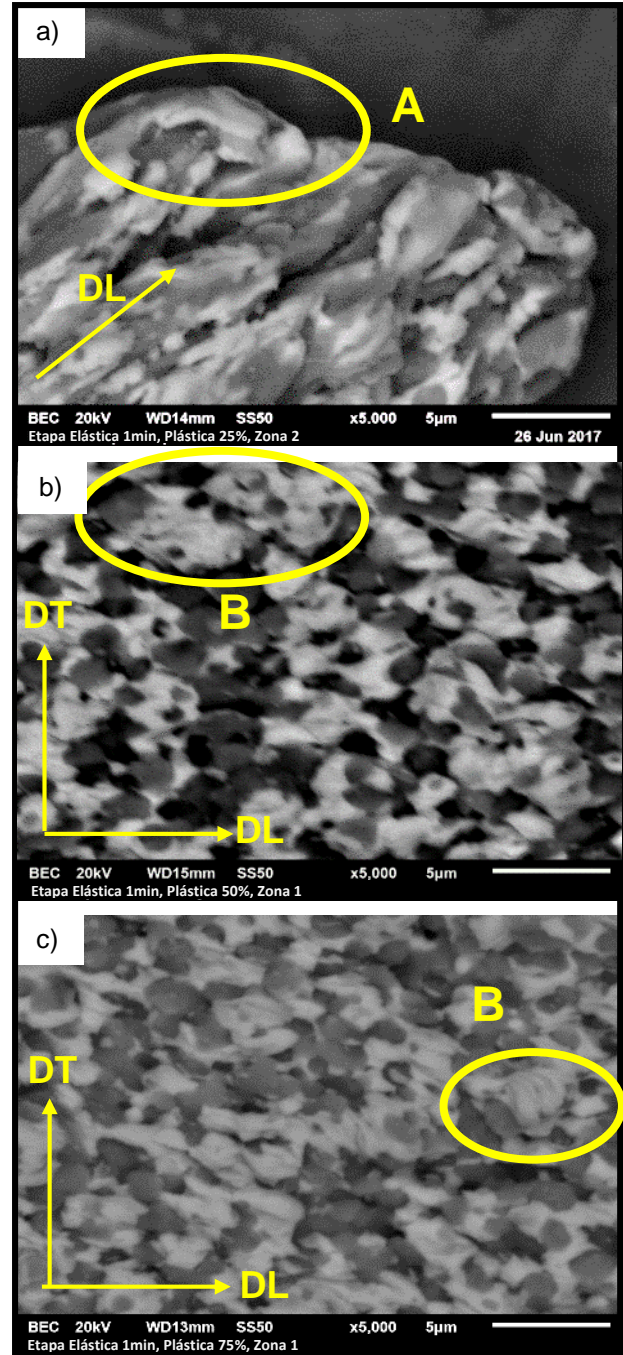


Figura 3.22 Micrografía de la zona 1 de las probetas deformadas hasta la fractura a 230°C, utilizando etapas de deformación plástica de a) 25%, b) 50% y c) 75%

La Figura 3.22 presenta la zona 1 de las probetas deformadas. Esta zona es la que concentra la mayor cantidad de deformación y su sección transversal es más reducida, por lo que la rapidez de deformación es mayor en comparación con las otras zonas, lo cual no le permite recrystalizar. En la Figura 3.22a se muestra la zona de fractura de la probeta deformada con etapas de deformación plástica de 25%, en ella los granos de ambas fases lucen deformados y aparentemente interconectados (indicado con la letra A). En la Figura 3.22b y 3.22c, se pueden observar que los granos de ambas fases crecieron por el efecto de la temperatura (indicado con la letra B), los granos de la fase η deformados y los granos de la fase α tienden a una relación de aspecto cercana a 1. Se crea cavitación entre las bandas de granos, debido a que el tamaño dificulta el resbalamiento entre ellas conforme se continúa con la deformación. Lo anterior, sumado a la ausencia de un arreglo uniforme y aleatorio de granos y a la reducción del número de bordes η - η , puede contribuir a la disminución de la ductilidad que se observó en este trabajo y que concuerda con lo reportado para otras investigaciones en aleaciones Zn-Al [136].

La utilización de etapas plásticas cortas es benéfica porque permite el mantenimiento del GBS cuando se cuenta con una microestructura de granos equiaxiados. Por otro lado, la utilización de etapas plásticas grandes es benéfica porque permite que ocurra una recrystalización con una cantidad de deformación plástica menor, que si el proceso de deformación se realizara de forma continua.

3.4.2. Resultados de ensayos de tensión en función de las etapas de deformación elástica

3.4.2.1. Comportamiento mecánico

Con base en los resultados mostrados en la Tabla 3.6, se descartó la probeta del ensayo con 25% de deformación plástica por etapa, debido a que el tiempo de duración del ensayo supera una hora y también se descartó la probeta con deformación de 75% por presentar mayor inestabilidad.

La Figura 3.23 muestra las curvas esfuerzo-deformación verdadera de los ensayos llevados a cabo por etapas. Se fijó la deformación total en 500%, con el objetivo de poder comparar la estabilidad plástica a la misma cantidad de deformación. La pendiente inicial de la curva de la probeta deformada en forma continua es mayor, debido a que la rapidez inicial es de $1.33E^{-1} s^{-1}$. Lo anterior resulta en esfuerzos mayores en comparación con las probetas deformadas por etapas, en las que la rapidez de deformación inicial es de $1.3E^{-4} s^{-1}$. También se puede observar un incremento en el esfuerzo de flujo debido a un endurecimiento por deformación y a la contribución del crecimiento de grano. Este crecimiento de grano también puede ser parte de un mecanismo de acomodo que favorece la estabilidad.

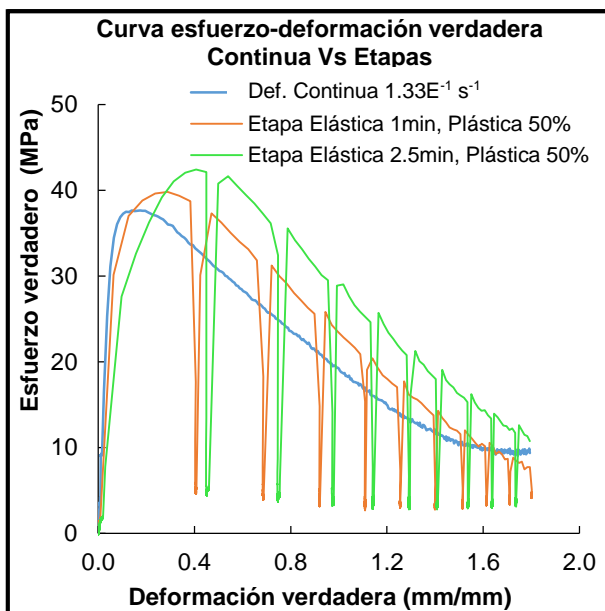


Figura 3.23 Curva esfuerzo-deformación verdadera en función de la deformación elástica

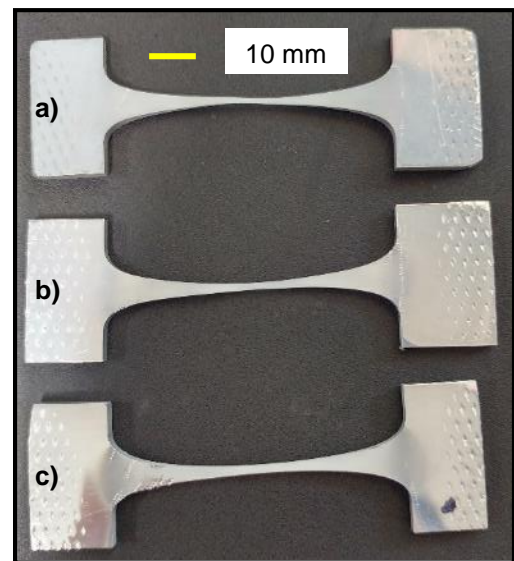


Figura 3.24 Probetas deformadas a 230°C, cantidad de deformación fija a 500%. a) Deformación continua a $1.33E^{-1} s^{-1}$. Periodo de deformación elástica b) 1 min y c) 2.5 min

La Figura 3.24 muestra las imágenes de la probeta deformada en forma continua y las deformadas utilizando etapas. La probeta con etapa de deformación elástica de 2.5 min (ver Figura 3.25c) es la que presenta mayor estabilidad de flujo, en otras palabras, un espesor más uniforme.

En los resultados mostrados en la Tabla 3.5, se puede notar el incremento en la duración de los ensayos y en los valores de esfuerzo cuando se utilizan las etapas de deformación.

Tabla 3.5 Resultados de los ensayos de tensión por deformación elástica

Deformación total 500%	Duración de ensayo (min)	Esfuerzo verdadero (MPa)	Deformación verdadera (mm/mm)	Número de etapas	Descripción del proceso
Continua	0.6	37.6	1.7	1	$1.33E^{-1} s^{-1}$ hasta obtener 500% de deformación total
Etapas	11.7	39.8	1.8	10	1.- $1.3E^{-4} s^{-1}$ por 1 min 2.- $1.33E^{-1} s^{-1}$ por 50% 3.- Se repite 1 y 2, hasta lograr una deformación total de 500%
	25.6	42.4	1.8	10	1.- $1.3E^{-4} s^{-1}$ por 2.5 min 2.- $1.33E^{-1} s^{-1}$ por 50% 3.- Se repite 1 y 2, hasta lograr una deformación total de 500%

3.4.2.2. Caracterización microestructural

En la Figura 3.25 se muestra la comparación de la zona 4 entre la probeta deformada en forma continua y las deformadas utilizando diferentes tiempos para la deformación elástica. Se puede observar que ocurrió un incremento en el tamaño de grano como resultado de un incremento en el tiempo de permanencia en alta temperatura.

En la Figura 3.26 se muestra la zona 3 de las probetas. Cuando la deformación es continua (ver Figura 3.26a), se observa que los granos crecieron y que algunos granos principalmente de la fase η tienden a deformarse en dirección de la aplicación del esfuerzo de tensión. En la Figura 3.26b, donde se utilizaron etapas de deformación elástica de 1 min, se observan granos de ambas fases crecidos y granos de η deformados, así como granos de ambas fases pequeños y equiaxiados. Esto sugiere que ha ocurrido una recristalización parcial como resultado del efecto combinado de la cantidad de deformación plástica y del tiempo de recocido durante la deformación elástica. El incremento de la duración de la etapa

elástica, resulta en una microestructura de granos más finos y equiaxiados con respecto a la anterior, esto sugiere que ocurre una recristalización total (ver Figuras 3.26b y 3.26c). Esta microestructura equiaxiada pudiera pensarse que es resultado de la operación continua de un mecanismo de GBS, el cual llevaría a la preservación de la microestructura de partida. Sin embargo, debido a que la probeta previa deformada con 1 min de etapa elástica presenta granos deformados (ver Figura 3.26b), se considera que con la combinación de la cantidad de deformación de la etapa plástica de 50% y una duración mayor de la etapa elástica (2.5 min), los granos tienen energía suficiente para recristalizar. Este comportamiento coincide con lo reportado por Motohashi y Shibata, quienes propusieron la idea de que la contribución del GBS disminuye para deformaciones mayores a 200% y que el mecanismo de deformación predominante es la deformación plástica del zinc [135]. Esta idea fue discutida por Langdon, quien en una de sus investigaciones deformó la aleación Zn-22Al una cantidad de 240% y concluyó que el GBS realiza la mayor contribución en la región II del comportamiento superplástico para deformaciones mayores a 200%, con lo que descarto la idea de una posible recristalización dinámica [137]. Los resultados obtenidos en el presente trabajo y en trabajos previos con adiciones de hasta 2% de Cu [71,97], son evidencia de que, en efecto, la deformación plástica del zinc es importante durante los mecanismos de deformación de aleaciones Zn-Al.

En la Figura 3.27, se muestra la zona 2 de media deformación. En la microestructura de la probeta deformada en forma continua, los granos de ambas fases crecieron y los granos de η se muestran orientados y deformados por el mecanismo de resbalamiento de planos (ver Figura 3.27a). Para el caso de la probeta deformada con etapas de 1 min de deformación elástica, se presentan granos de η deformados y otros equiaxiados, esto sugiere que ocurrió una recristalización parcial sólo para esta fase. Los granos de α se aprecian crecidos y tienden a una relación de aspecto cercana a 1, debido al efecto de la temperatura y a que la mayor cantidad de deformación la está sufriendo la fase η (ver Figura 3.27b). Para la probeta deformada con etapas elásticas de 2.5 min (ver Figura 3.27c), se presenta una microestructura formada por ambas fases, en forma de granos ligeramente deformados y otros equiaxiados más finos que la zona 3 de esta probeta, lo cual sugiere que con esta cantidad de deformación plástica y con este tiempo de recocido en la deformación elástica, ocurrió la recristalización.

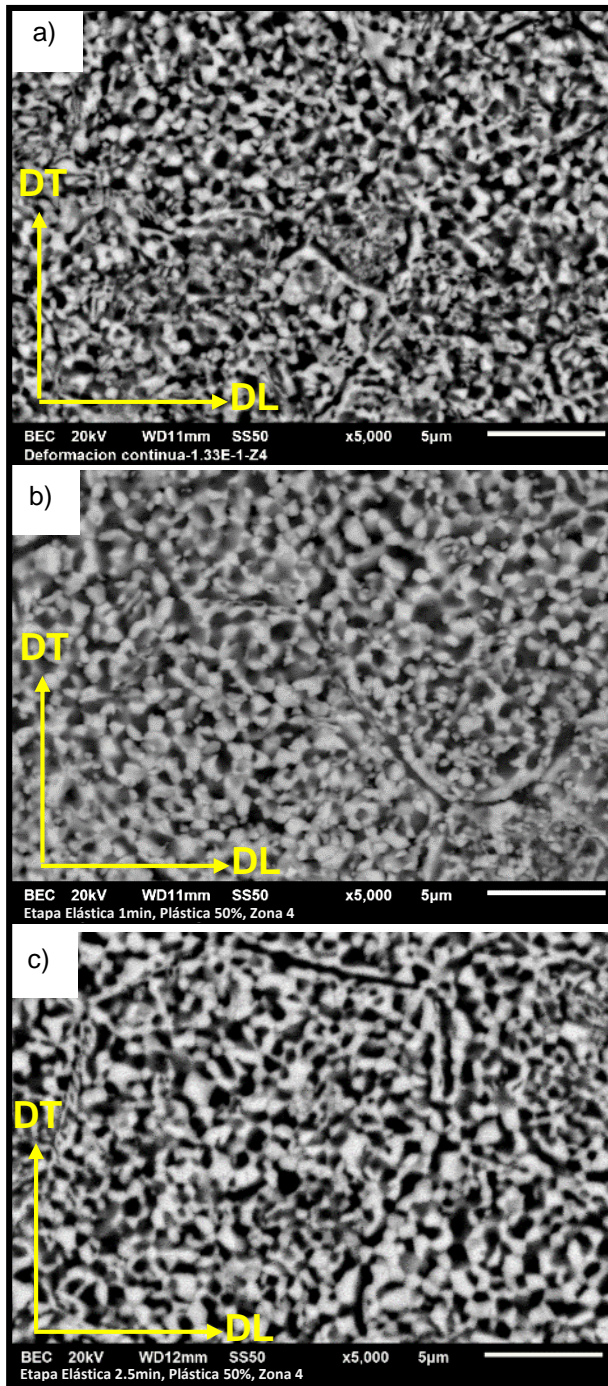


Figura 3.25 Micrografía de la zona 4 de a) deformación continua, utilizando etapas de deformación elástica de b) 1 min y c) 2.5 min

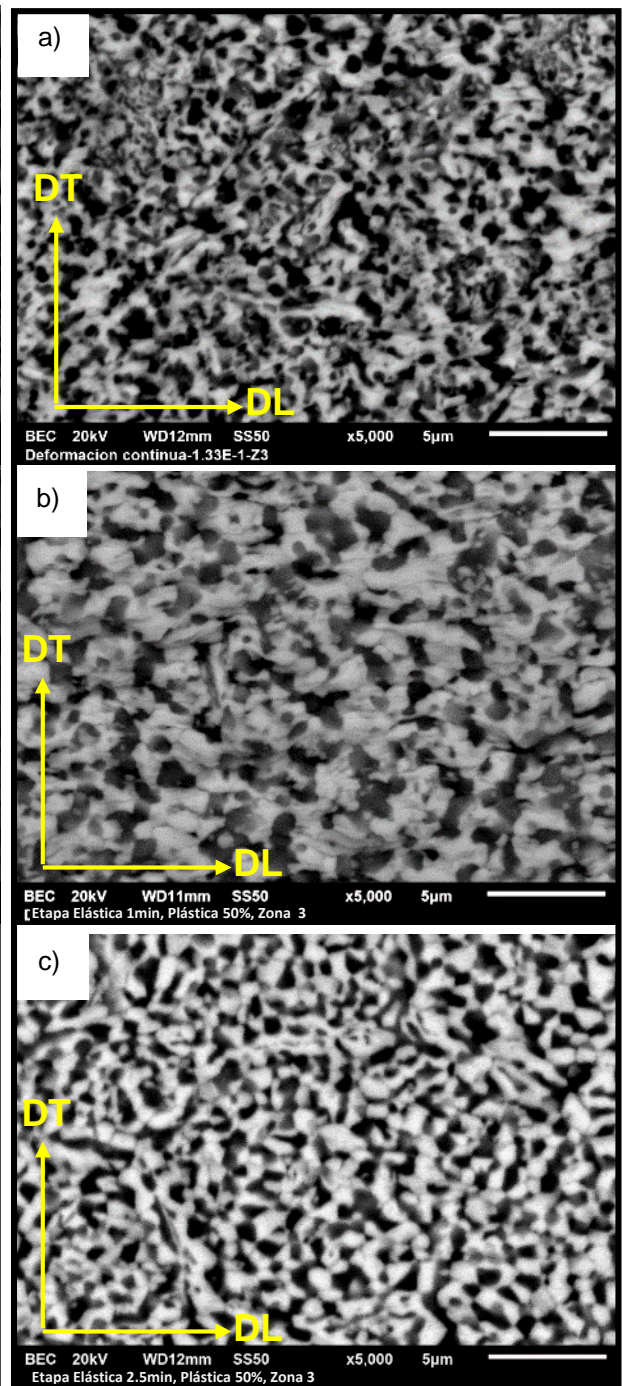


Figura 3.26 Micrografía de la zona 3 de a) deformación continua, utilizando etapas de deformación elástica de b) 1 min y c) 2.5 min

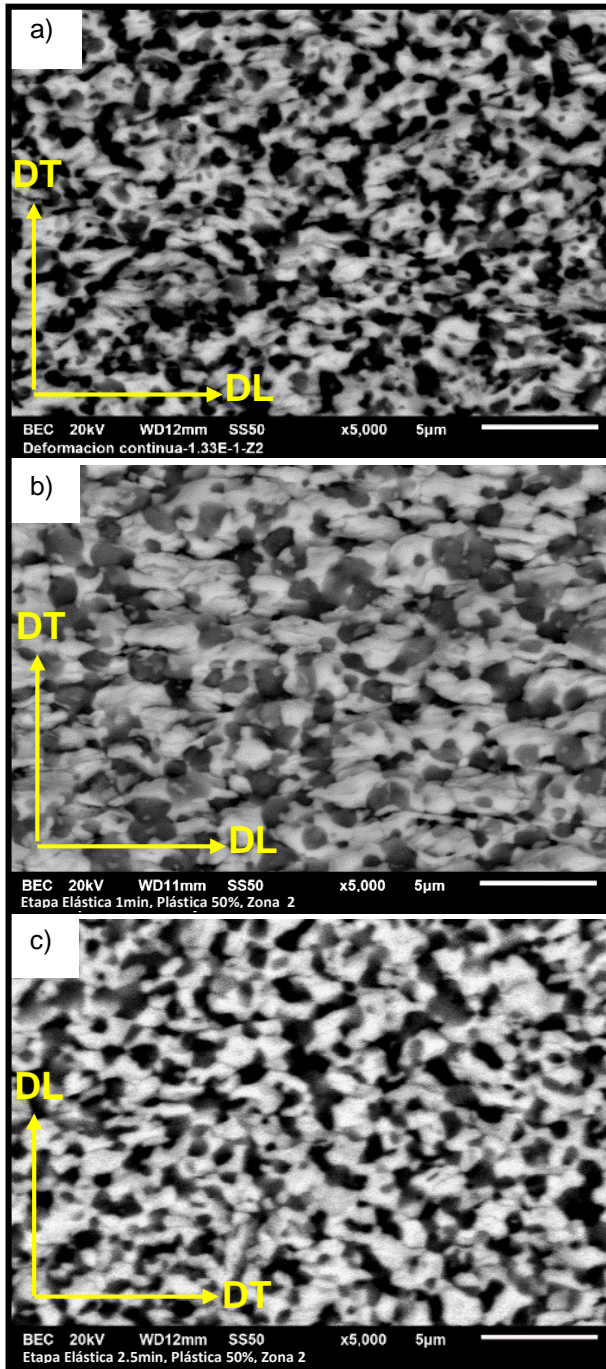


Figura 3.27 Micrografía de la zona 2 de las probetas deformadas 500% a 230°C, a) deformación continua, utilizando etapas de deformación elástica de b) 1min y c) 2.5min

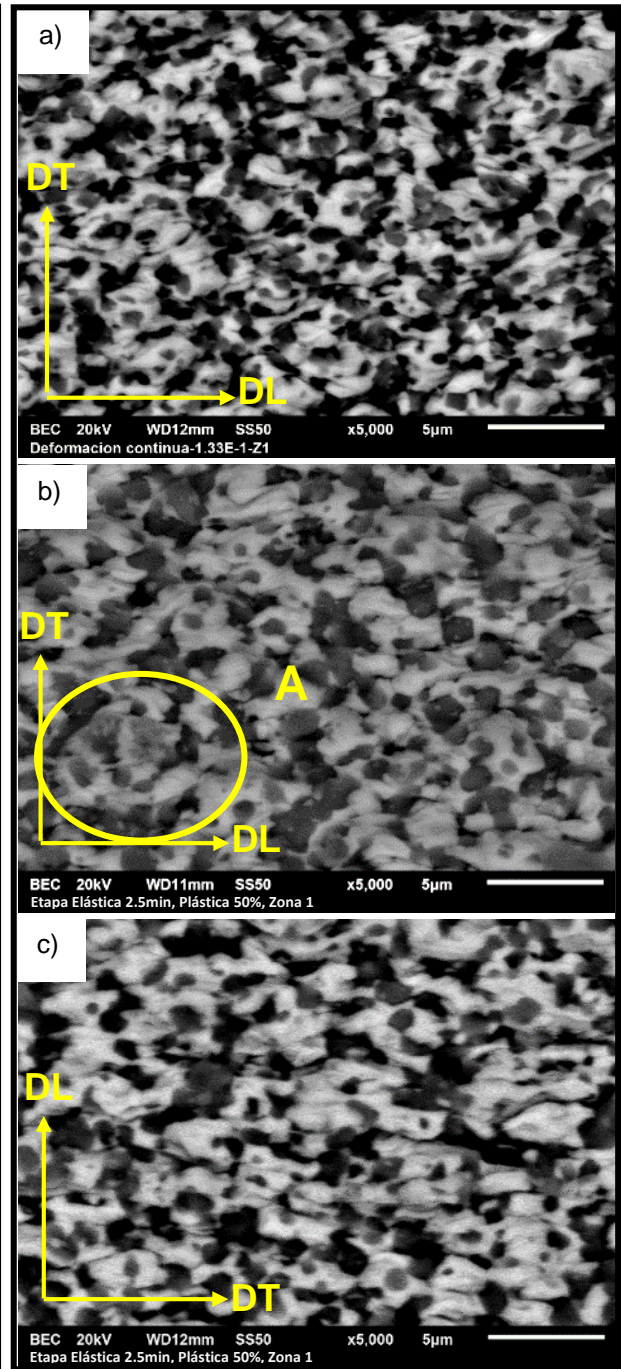


Figura 3.28 Micrografía de la zona 1 de las probetas deformadas 500% a 230°C, a) deformación continua, utilizando etapas de deformación elástica de b) 1min y c) 2.5min

La zona 1 de mayor deformación se muestra en la Figura 3.28. En la probeta deformada en forma continua (ver Figura 3.28a), la microestructura es similar a la de la zona media de la misma probeta (ver Figura 3.27a), pero difiere en que los granos presentan un mayor tamaño. Para la probeta deformada con una etapa elástica de 1 min de duración, los granos deformados de la fase η y los granos equiaxiados de la fase α , presentan crecimiento y una tendencia a la agrupación (indicadas con la letra A). Para el caso de la probeta deformada con etapas elásticas de 2.5 min de duración, los granos se muestran deformados en sentido de la aplicación del esfuerzo. Esta zona corresponde al área donde se localizó el flujo plástico por lo cual se deformó con una rapidez de deformación mayor que el resto de la longitud calibrada, llevando a que su sección transversal se redujera abruptamente. Estas condiciones no permitieron que un proceso de recristalización continuara, llevando a un cambio hacia un mecanismo de deformación plástica por resbalamiento de dislocaciones para la fase η . El crecimiento de grano en esta zona produce un endurecimiento, hasta que la sección transversal es tan reducida que finalmente ocurre la falla.

Durante la deformación, las dislocaciones se apilan alrededor de los defectos pre-existentes o inhomogeneidades microestructurales, lo cual resulta en una concentración de esfuerzos e incremento local de la energía almacenada. Después de que la energía almacenada alcanza un valor crítico, se libera por medio de la recristalización dinámica y la aniquilación de los defectos macroscópicos [8]. Para algunas aleaciones la capacidad de deformarse en alta rapidez es atribuida al efecto combinado de una recristalización dinámica continua, junto con la preservación de una microestructura de granos finos [8], como se explicó previamente en los modelos para la deformación superplástica en alta rapidez, sección 1.4.

Cuando ocurre un proceso de recristalización, se genera una nueva distribución de ángulos de desorientación de borde de grano. Específicamente la desorientación de los sub-bordes ($<5^\circ$), se puede incrementar durante la deformación plástica, hasta que los sub-bordes se convierten en bordes de grano [69]. Se espera que para la aleación Zn-23Al-1.15, la utilización de etapas de deformación plástica ayuda a que se genere un proceso de recristalización, el cual incrementa el número de granos con bordes de ángulo bajo, con referencia al estado sin deformar. Esta condición, que en principio puede ayudar a la operación de un mecanismo de GBS al refinar la microestructura, también puede a su vez dificultar el GBS si la deformación se lleva a cabo a menor rapidez de deformación debido a que el esfuerzo aplicado puede ser insuficiente para contrarrestar la alta coherencia entre los bordes [106]. Basado en las observaciones microestructurales realizadas en este trabajo,

puede considerarse que una disminución de la cantidad de bordes de grano de ángulo alto generada con las etapas de la deformación, sumado al hecho de la disminución de la rapidez de deformación efectiva en la zona de deformación, puede impactar cada vez más en la efectividad de las etapas para preservar un mecanismo como el GBS que lleve a una estabilidad del flujo plástico. La condición anterior podría resultar en la modificación del mecanismo hacia uno en donde la deformación plástica, preferentemente de la fase η , comienza a ser importante, como se muestra en las micrografías de la Figura 3.28.

Se ha planteado que para aleaciones Zn-Al, la mayor contribución para el GBS la realizan los borde de η - α [138]. Cuando los granos crecen y recrystalizan, disminuye el número de bordes de grano de η - α , lo cual causa que el efecto benéfico de la recrystalización disminuya para cada ciclo.

Las observaciones hechas en este trabajo indican que la utilización de etapas de deformación elástica resulta benéfica, debido a que permite que el material recrystalice con la cantidad de energía almacenada. Esto produce la regeneración de una microestructura compuesta de granos equiaxiados recrystalizados los cuales permiten nuevamente la activación del GBS. Sin embargo, la duración excesiva puede causar crecimiento de grano.

3.5. Evaluación de la localización de flujo plástico y la uniformidad de la deformación

Las probetas se deformaron utilizando etapas elástica-plástica, la cantidad de 150%, 300%, 500%, 600% y hasta la fractura (1054%), para determinar la estabilidad de flujo plástico y caracterizar los cambios microestructurales en función de la deformación. La imagen de la Figura 3.29, muestra la variación de la deformación por tensión. Ésta fue esencialmente estable o uniforme a través de la longitud calibrada hasta una deformación del 150%. Para una deformación de 300%, la deformación se comenzó a localizar mientras que en la probeta deformada 500%, el cuello se presentó localizado. Sin embargo, la elongación total que se obtuvo hasta la fractura fue de 1054%, sugiriendo que la elongación después del cuello representa la mayor contribución a la deformación total durante el proceso de la deformación superplástica. La Tabla 3.6 muestra la duración de cada ensayo.

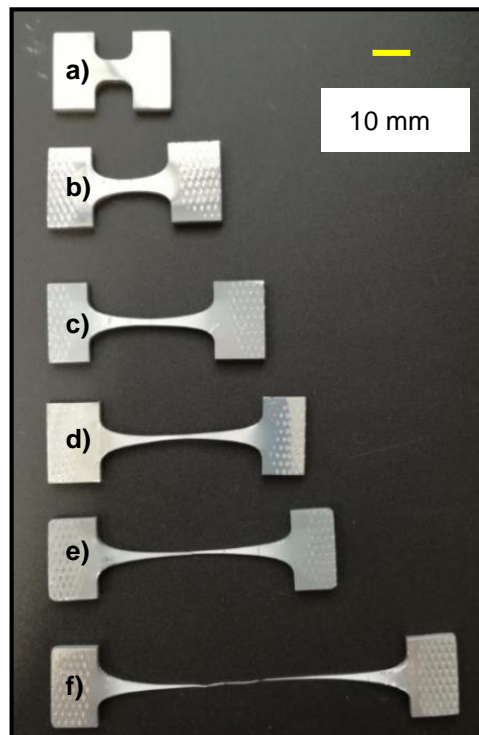


Figura 3.29 Probetas deformadas utilizando etapas a una temperatura de 230°C, deformación total a) 0%, b) 150%, c) 300%, d) 500%, e) 600% y f) a fractura (1054%)

Tabla 3.6 Resultados de los ensayos de tensión función de la cantidad de deformación en la etapa plástica

Elongación total %	Duración del ensayo (min)
150%	3.2
300%	6.5
500%	10.7
600%	12.7

3.5.1. Localización de flujo plástico

Se determinó la localización del flujo plástico como se describió en la sección 2.3. En todos los casos el eje de las X indica el número de la sección de la longitud calibrada y el eje de las Y indica la cantidad de deformación en esa sección.

Se ha reportado en algunas investigaciones que durante los ensayos de tensión bajo condiciones superplásticas, la falla ocurre en la parte media de la longitud calibrada cuando ésta es de menos de 7 mm de longitud, pero esto puede variar para especímenes más grandes [8]. Para el caso de las probetas ensayadas en este trabajo la longitud calibrada es de 6.35 mm. Se pudo observar en general que el flujo plástico se localizó en el centro de la longitud calibrada sobre el eje longitudinal. La posición de la fractura, puede parecer desplazada si las marcas no fueron colocadas exactamente en la longitud calibrada. Este es el caso de las probetas deformadas en forma continua hasta la fractura acorde a la sección 3.3 (ver Figuras 3.30 y 3.31), otra posible causa puede ser defectos en el maquinado o una desalineación de las mordazas.

En la gráfica y la imagen de las probetas deformadas en función de la deformación plástica, se observa que la probeta con etapas de deformación plástica de 25%, obtuvo mayor cantidad de deformación a la fractura y la deformación para cada sección fue más uniforme (ver Figura 3.32 y 3.33).

En las Figuras 3.34 y 3.35, se observa que el cuello se formó más difuso cuando la deformación se realizó utilizando las etapas de deformación elástica-plástica y se favoreció con el incremento de la etapa elástica. Las probetas deformadas cantidades de elongación fija, acorde la sección 3.5, ayudan a observar la evolución del cuello durante la deformación

(ver Figuras 3.36 y 3.37). El cuello permanece difuso hasta aproximadamente 300% de deformación y después comienza a localizarse.

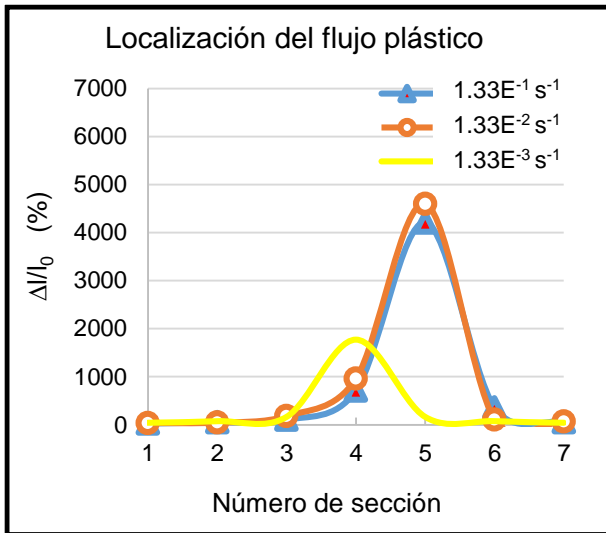


Figura 3.30 Deformación continua

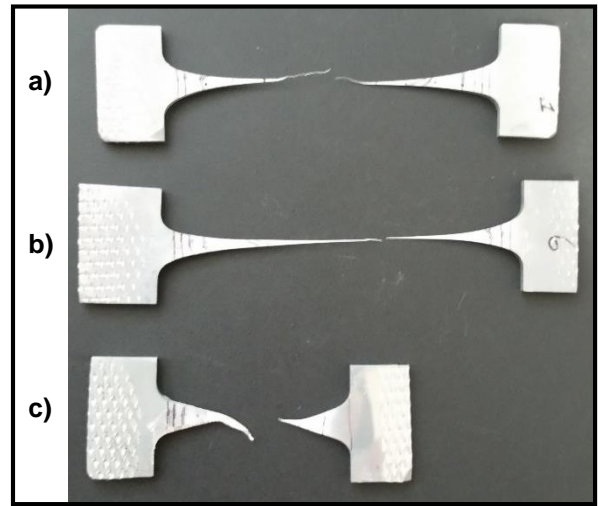


Figura 3.31 Probetas deformadas a 230°C, en deformación continua, a) $1.33E^{-1} s^{-1}$, b) $1.33E^{-2} s^{-1}$ y c) $1.33E^{-3} s^{-1}$

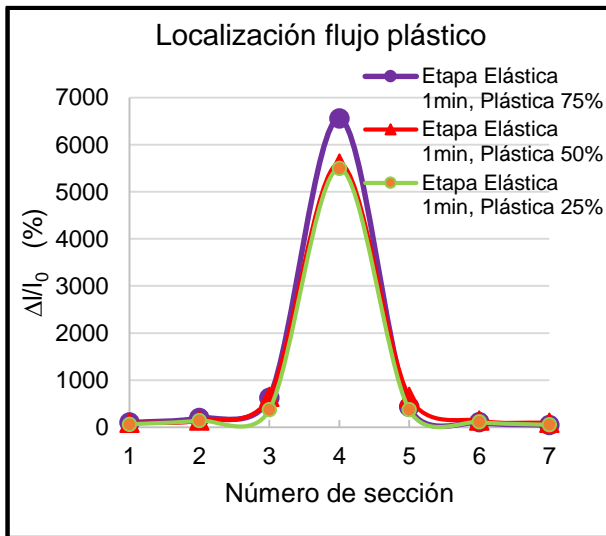


Figura 3.32 En función de la cantidad de deformación plástica

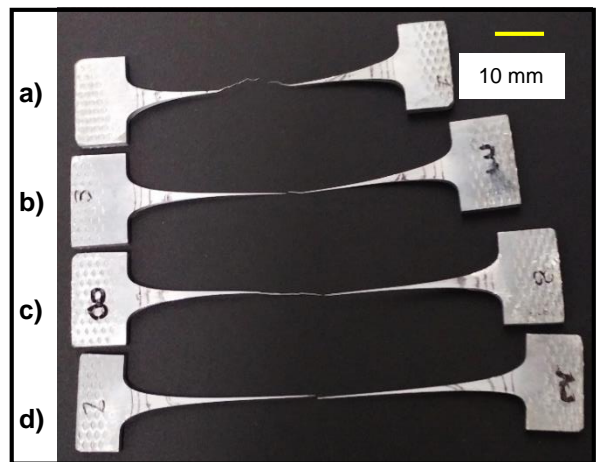


Figura 3.33 Probetas deformadas a 230°C. a) Deformación continua a $1.33E^{-1} s^{-1}$. Cantidad de deformación plástica por etapa b) 75%, c) 50% y d) 25%

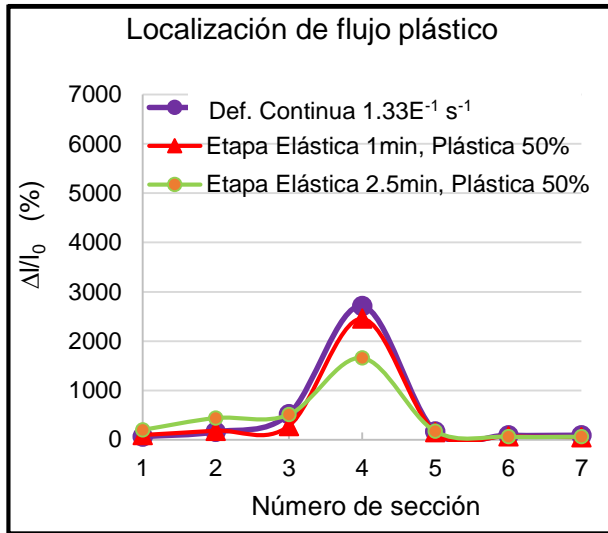


Figura 3.34 En función de la duración de la deformación elástica

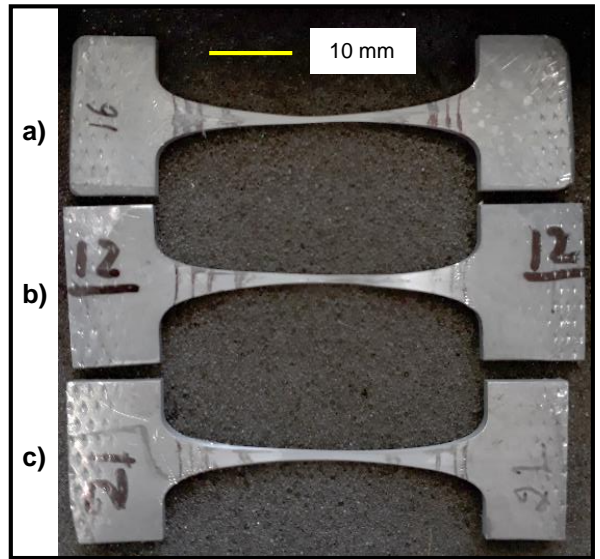


Figura 3.35 Probetas deformadas a $230^{\circ}C$, cantidad de deformación fija a 500%. a) deformación continua a $1.33E^{-1} s^{-1}$. Periodo de deformación elástica b) 1 min y c) 2.5 min

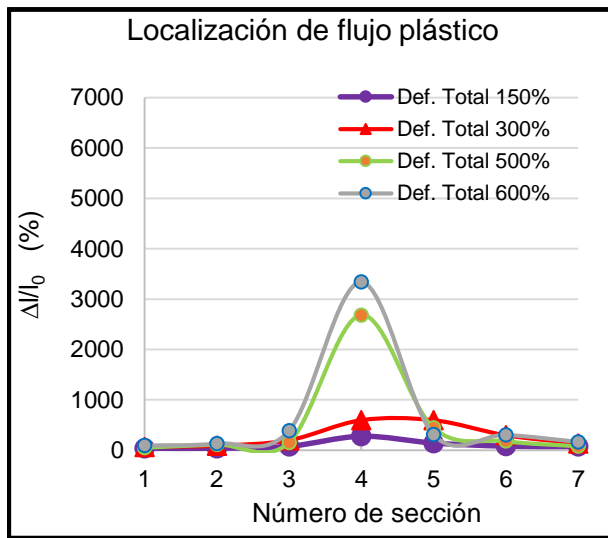


Figura 3.36 Cantidad de deformación total fija a) 150%, b) 300%, c) 500% y d) 600%

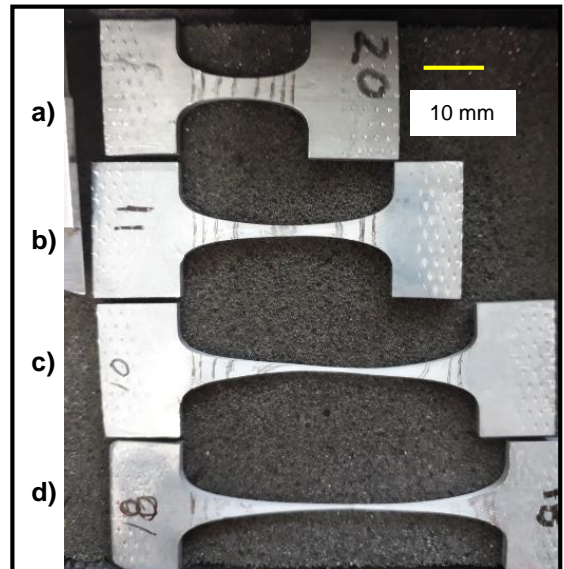


Figura 3.37 Probetas deformadas por etapas a $230^{\circ}C$, con cantidad de deformación total fija a) 150%, b) 300%, c) 500% y d) 600%

3.5.2. Uniformidad de la deformación

Cuando un espécimen se deforma de manera uniforme en tensión, a lo largo de la sección calibrada, cada segmento debería deformarse la misma cantidad, $\Delta L/L_0\% \equiv \Delta l/l_0\%$, esto se representa por la línea "Flujo uniforme" en la Figura 3.38. Para el caso de la aleación Zn-23Al-1.15Cu, deformada como se indica en la sección 3.5, se puede observar que la deformación se mantiene uniforme por lo menos hasta 150%, y cuasi-uniforme hasta 300% (ver Figura 3.29).

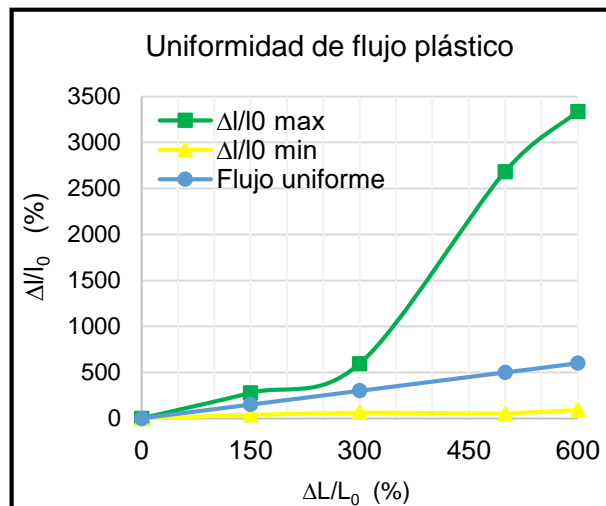


Figura 3.38 Evaluación de uniformidad de flujo plástico

3.5.3. Determinación de la inestabilidad plástica

En términos generales, la deformación que se genera con un incremento de carga puede llamarse “estable”, mientras que toda la deformación posterior a la carga máxima en un estricto sentido es “inestable”. Sin embargo, el crecimiento del cuello inmediatamente posterior a la carga máxima es imperceptible y esta deformación es llamada “quasiestable”. El término cuello difuso es alusivo a quasiestable, y cuello agudo es alusivo a flujo inestable [139].

El análisis de la estabilidad plástica se realizó utilizando las metodologías descritas en la sección 2.3 y los datos obtenidos de los ensayos realizados a diferente rapidez de deformación descritos en la sección 3.3 y 3.5.

Durante la deformación a rapidez de deformación constante, el esfuerzo de flujo se incrementa debido al crecimiento de grano estático, el cual se relaciona con el tiempo y el crecimiento de grano dinámico inducido por la deformación. Los parámetros a evaluar fueron la sensibilidad a la rapidez de deformación (m) y el coeficiente de endurecimiento por deformación (γ), ambos en función de la deformación, así como el criterio de inestabilidad plástica propuesto por Sato y Kuribayashi [113].

La Figura 3.39 muestra el efecto de la deformación en el parámetro m evaluado para un rango de rapidez óptima de $1E^{-2} s^{-1}$ a $1E^{-1} s^{-1}$ y de deformación de 0.2 a 0.7. El máximo valor obtenido fue de 0.29 para una deformación de 0.3 y disminuyó a 0.25 en 0.7. Es necesario evaluar a deformaciones mayores de 0.7 (aproximadamente 100%), para determinar el punto en que la sensibilidad disminuye por debajo del 0.2, que es valor de m correspondiente a las regiones I y III de la curva esfuerzo-rapidez de deformación. Los valores obtenidos en los ensayos para la aleación Zn-23Al-1.15Cu, son menores que lo reportado en la literatura para la región superplástica de la aleación Zn-22Al (aproximadamente 0.5) y mayores que los reportados en la literatura para la aleación Zn-21Al-2Cu evaluada a $1.33E^{-3} s^{-1}$ (0.26), para el mismo rango de deformación [112].

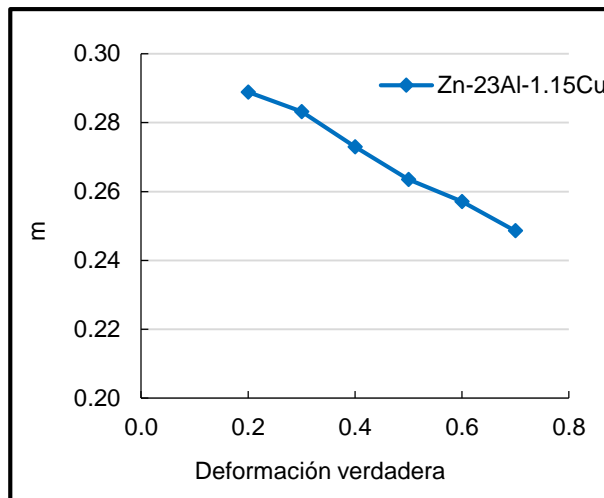


Figura 3.39 Parámetro de sensibilidad a la rapidez de la deformación en función de la deformación verdadera

Los valores de m pueden ser influenciados por una serie de variables tales como la orientación de los granos, esfuerzos residuales por recristalización, cambios en la energía libre del borde de grano, superficie libre, geometría del espécimen, inclusiones y segregación de impurezas en los bordes [84].

La Figura 3.40 muestra el efecto de la deformación en el coeficiente de endurecimiento por deformación. El parámetro se evaluó para un rango de 0.2 a 0.7, mostrando valores por debajo de 0.06 como resultado de que los ensayos son realizados en alta rapidez, por lo que el grano tiene menos tiempo para crecer en comparación con lo reportado para la aleación Zn-22Al [113] y para la aleación Zn-21Al-2Cu [112]. El efecto de un incremento en el tamaño de grano debido a la deformación, disminuye considerablemente con el incremento en la rapidez de deformación.

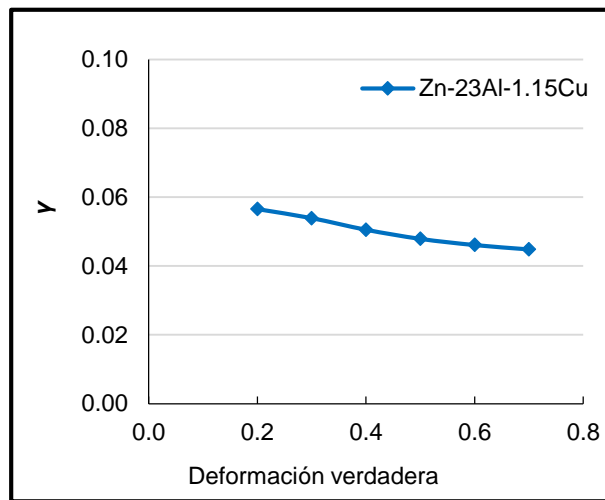


Figura 3.40 Coeficiente de endurecimiento por deformación en función de la deformación verdadera

Sato y Kuribayashi en uno de sus criterios para la evaluación de la estabilidad, establecen que, si $\gamma + 2m \leq 1$, el cuello se agudiza y ocurre falla prematura, como ocurre en este caso [113].

El cuello crecerá más rápido cuanto mayor es el valor del parámetro de inestabilidad I . Los valores obtenidos en los ensayos para alta rapidez en la aleación Zn-23Al-1.15Cu, son menores que los reportados en la literatura para la aleación Zn-22Al-0.5Cu [17], indicando que la aleación Zn-23Al-1.15Cu es más estable para esta condición. Sin embargo los resultados obtenidos son mayores a los reportados para el Zn-21Al-2Cu [112] a una rapidez de $1.33E^{-3} s^{-1}$, lo que implica que el proceso de deformación plástica es más inestable para valores de rapidez de deformación intermedia (ver Figura 3.41).

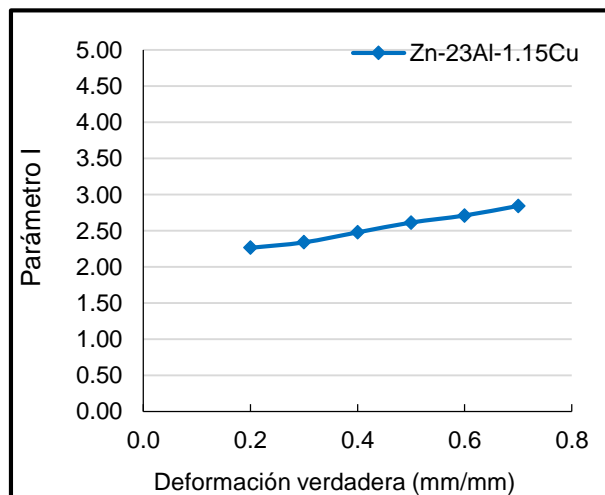


Figura 3.41 Parámetro de inestabilidad en función de la deformación verdadera

3.6. Teoría fenomenológica propuesta para describir el comportamiento superplástico en alta rapidez de deformación con la utilización de etapas elástica-plástica

Con base en los resultados de los ensayos descritos en las secciones anteriores, se hace una propuesta para describir el comportamiento superplástico en alta rapidez de deformación para la aleación Zn-23Al-1.15Cu, cuando el proceso se lleva a cabo con la utilización de etapas sucesivas de deformación elástica-plástica. Se propone que el proceso de deformación presenta un ciclo que consta de varios pasos, los cuales se describen a continuación:

Paso 1: Se parte de una microestructura de fases finas (ver Figura 3.42a). Cuando se le aplica la primera etapa de deformación elástica, se permite que actúen procesos difusivos de acomodación, tales como el crecimiento de grano estático, que favorecerán la ocurrencia de un mecanismo de GBS de manera preferente (ver Figura 3.42b). Lo anterior permite deformaciones plásticas casi-estables del orden de 150% que pueden generarse en varias etapas de formación plástica (ver Figura 3.42c). Durante este paso los granos de ambas fases tienden a adquirir una relación de aspecto cercana a 1 [65], lo cual es considerado como una estabilización por deformación [69]. La actuación preferente del GBS permite un mantenimiento de la microestructura similar a la de partida, lo cual se manifiesta también en un flujo plástico estable. Las etapas de deformación elástica previas a cada una de las etapas plásticas, ayudan a mantener la estabilidad de la microestructura mediante procesos de recuperación difusivos. Por otro lado, en este paso también se favorece el crecimiento de grano paulatino que va incrementándose en cada etapa. El final del paso 1, lo marca el inicio de la aparición de un mecanismo de deformación plástica por resbalamiento de planos que se lleva a cabo preferentemente en la fase η (ver Figura 3.42d).

Paso 2: Para deformaciones mayores a 150% (ver Figura 3.42e), comienzan a actuar de manera simultánea los mecanismos de resbalamiento de planos y el GBS, originando que la deformación plástica preferente de la fase η se incremente. Aunque al inicio de este paso, la mayor contribución para la deformación la tiene el GBS, esta tiende a disminuir conforme la contribución del mecanismo de resbalamiento se incrementa. Esto se evidencia por la disminución de granos equiaxiados y el incremento de zonas de granos deformados con presencia de bandas de resbalamientos de planos. En este paso se comienza a observar el inicio de una inestabilidad plástica, lo cual coincide con la tendencia negativa del parámetro de inestabilidad (l) para deformaciones mayores a 100%, como se presentó en la sección 3.5.

En general en este paso, la fase η crece y se deforma, mientras que la fase α solo crece (ver Figura 3.42f),

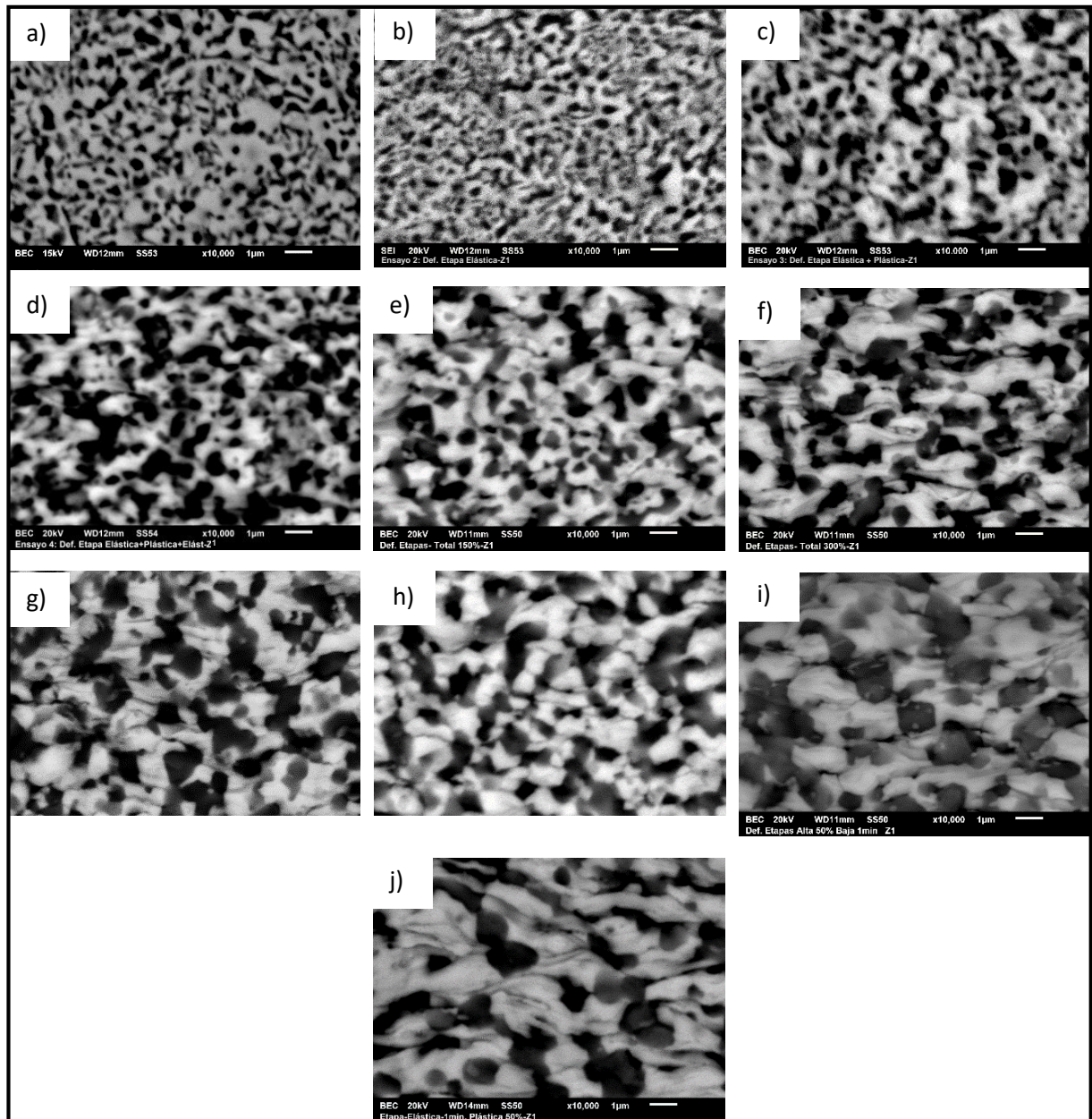


Figura 3.42 Secuencia de micrografías propuesta para describir fenomenológicamente el comportamiento superplástico en alta rapidez de deformación con la utilización de etapas elástica-plástica

Paso 3: Para este paso la mayor contribución para la deformación la realiza la deformación plástica de la fase η (ver Figura 3.42e), debido a esto, el material incrementa su cantidad de energía interna. Cuando ésta energía llega a un valor crítico y es asistida por la temperatura en una etapa estática, ocurrirá la recrystalización (ver Figura 3.42g y 3.42h). La

recristalización producirá granos finos equiaxiados de η , junto con los granos de α que tienden a una relación de aspecto cercana a 1. Esta condición permitirá la reactivación preferente del mecanismo de GBS (ver Figura 3.42h). El ciclo inicia nuevamente y se repite con cada etapa resultando en una tendencia del cuello a estabilizarse una vez más debido al inicio de una segunda estabilización del flujo plástico. La mayor efectividad del proceso de recristalización se dará para intervalos específicos de cantidad de deformación de la etapa plástica y duración de la etapa elástica. La tendencia a la recristalización disminuirá conforme se incrementen las etapas.

Paso 4: La reactivación preferente del GBS permanecerá, pero irá disminuyendo, hasta que la sección transversal sea tan reducida que no recristalizará, aunque se aplique la etapa estática. Esto se debe a que la longitud calibrada de la sección transversal, que concentra la deformación, es cada vez menor, lo cual lleva a una rapidez de deformación instantánea cada vez mayor. Al continuar la deformación se incrementará la energía interna, que, asistida por la temperatura, producirán crecimiento de grano (ver Figura 3.42i y 3.42j) y por lo tanto un endurecimiento por deformación de granos que favorecerá nuevamente un mecanismo por resbalamiento de planos. La combinación de estos factores, sumado a una sección transversal reducida, llevarán a que ocurra la falla final.

Los pasos propuestos para explicar fenomenológicamente el proceso de deformación de la aleación Zn-23Al-1.15Cu en alta rapidez llevarán a una constante evolución de la microestructura durante el proceso de deformación. En la Figura 3.43 se presenta un panorama de cómo es esta evolución en cada una de las cuatro zonas de las probetas deformadas para los momentos correspondientes a los pasos descritos en la propuesta anterior. Esta Figura muestra un panorama más claro de cómo se realizó el proceso de deformación en alta rapidez y del efecto benéfico de la utilización de las etapas de deformación elástica-plástica.

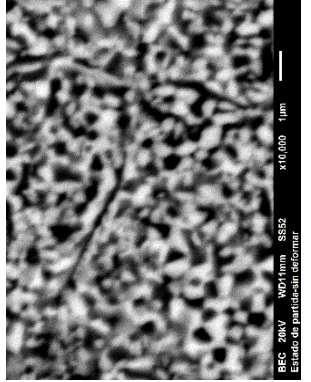
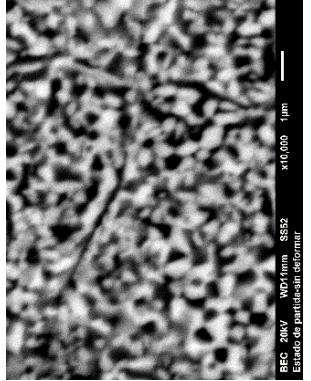
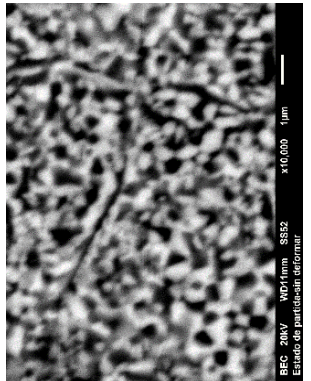
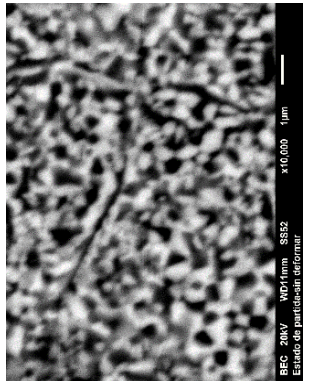
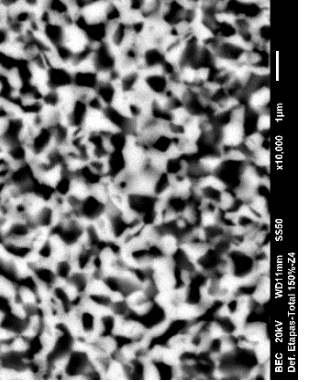
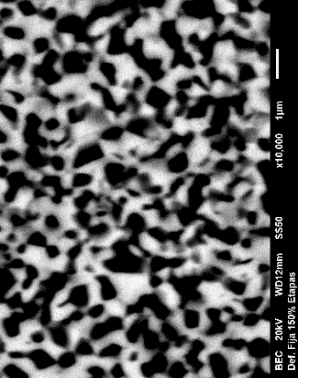
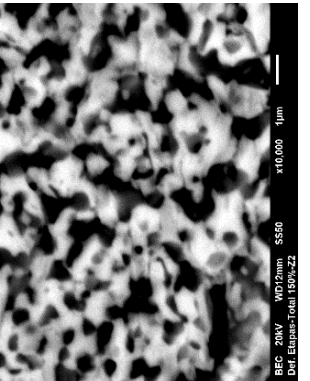
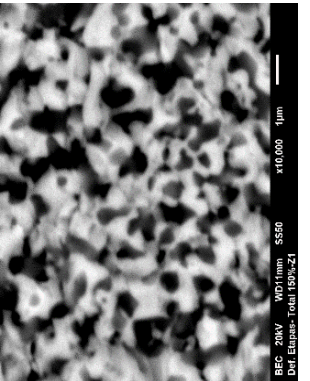
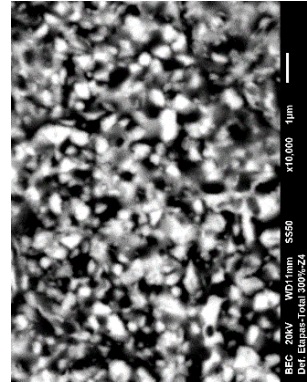
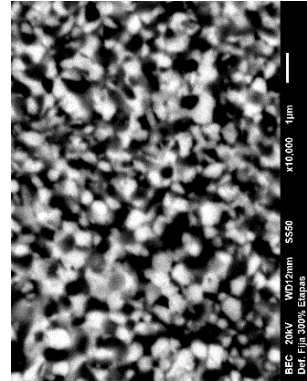
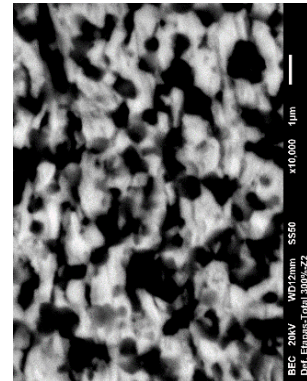
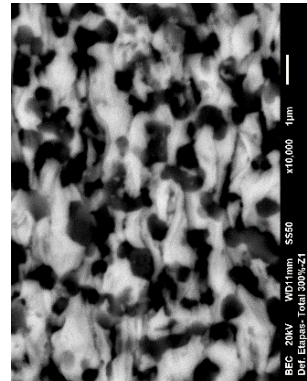
Zona ε%	Z4	Z3	Z2	Z1
Partida	 BEC 20kV x10,000 1µm WD11mm S852 Def. Elongac:Total 100%Z4 Estado de partículas sin deformar	 BEC 20kV x10,000 1µm WD14mm S852 Def. Elongac:Total 150%Z3 Estado de partículas sin deformar	 BEC 20kV x10,000 1µm WD17mm S852 Def. Elongac:Total 300%Z2 Estado de partículas sin deformar	 BEC 20kV x10,000 1µm WD17mm S852 Def. Elongac:Total 300%Z1 Estado de partículas sin deformar
$0 < X \leq 150$	 BEC 20kV x10,000 1µm WD11mm S850 Def. Elongac:Total 150%Z4	 BEC 20kV x10,000 1µm WD12mm S850 Def. Elongac:Total 150%Z3	 BEC 20kV x10,000 1µm WD16mm S850 Def. Elongac:Total 150%Z2	 BEC 20kV x10,000 1µm WD17mm S850 Def. Elongac:Total 150%Z1
$150 < X \leq 300$	 BEC 20kV x10,000 1µm WD11mm S850 Def. Elongac:Total 300%Z4	 BEC 20kV x10,000 1µm WD13mm S850 Def. Elongac:Total 300%Z3	 BEC 20kV x10,000 1µm WD17mm S850 Def. Elongac:Total 300%Z2	 BEC 20kV x10,000 1µm WD17mm S850 Def. Elongac:Total 300%Z1

Figura 3.43 Evolución microestructural en función de la deformación

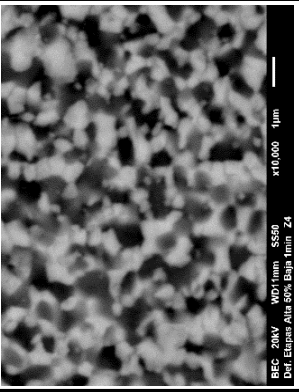
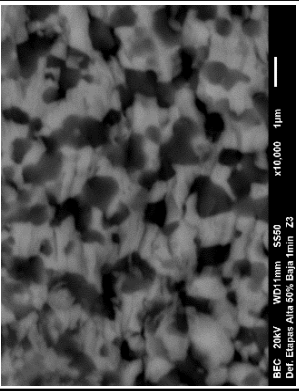
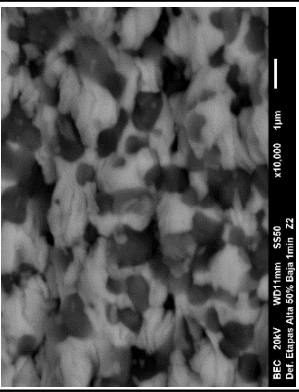
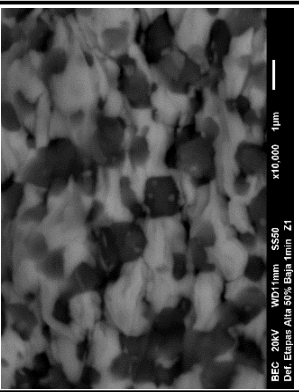
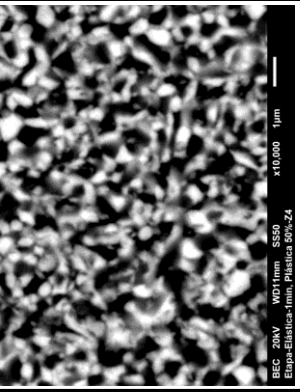
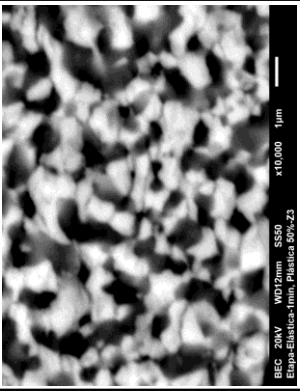
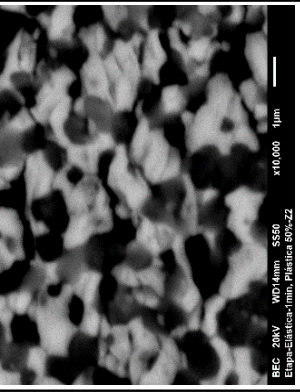
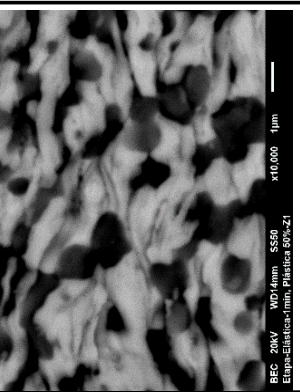
Zona ε%	Z4	Z3	Z2	Z1
300 < X ≤ 500	 <p>BEC: 20kV WD11mm SS50 Def. Etapas Alta 50% Baja 1min Z4 x10,000 1µm</p>	 <p>BEC: 20kV WD11mm SS50 Def. Etapas Alta 80% Baja 1min Z3 x10,000 1µm</p>	 <p>BEC: 20kV WD11mm SS50 Def. Etapas Alta 50% Baja 1min Z2 x10,000 1µm</p>	 <p>BEC: 20kV WD11mm SS50 Def. Etapas Alta 50% Baja 1min Z1 x10,000 1µm</p>
500 < X ≤ Fractura	 <p>BEC: 20kV WD11mm SS50 Etapa Etapas 1min Plástica 50% Z4 x10,000 1µm</p>	 <p>BEC: 20kV WD12mm SS50 Etapa Etapas 1min Plástica 50% Z3 x10,000 1µm</p>	 <p>BEC: 20kV WD14mm SS50 Etapa Etapas 1min Plástica 80% Z2 x10,000 1µm</p>	 <p>BEC: 20kV WD14mm SS50 Etapa Etapas 1min Plástica 50% Z1 x10,000 1µm</p>

Figura 3.43 Evolución microestructural en función de la deformación (continuación)

CONCLUSIONES

En este trabajo se estudió el comportamiento superplástico de la aleación Zn-23Al-1.15Cu en alta rapidez de deformación y el efecto de la utilización de etapas sucesivas de deformación elástica-plástica durante el proceso de deformación. La modificación propuesta se realizó con el fin de lograr deformaciones estables de 500% en un tiempo total de formado menor a 30 min.

El análisis de los resultados permitió determinar lo siguiente:

1. La aleación Zn-23Al-1.15Cu presenta un valor de resistencia a temperatura ambiente cuatro veces mayor al reportado en la literatura para la aleación Zn-22Al, bajo condiciones similares de tamaño de grano, temperatura y rapidez de deformación, lo cual se atribuyó al endurecimiento por solución sólida que genera el cobre dentro de las fases α y η .
2. La aleación Zn-23Al-1.15Cu presentó su comportamiento superplástico óptimo hacia valores de rapidez de deformación altas, cuando el proceso se llevó a cabo a temperatura homóloga de 0.63 y partiendo de microestructuras con tamaño de 0.57 μm . Esto se puede explicar debido al efecto combinado de un tamaño de grano fino inicial y a la ausencia de fases intermetálicas y bordes residuales de la fase β de alta temperatura.
3. Aunque no se alcanzó el 500% de deformación estable, la aplicación de etapas elástica-plástica sucesivas, permitió que la aleación Zn-23Al-1.15Cu se deformara en alta rapidez de deformación (1s^{-1}) de manera estable 150% en 3 min y en forma quasi-estable hasta 300% en 6.5 min. La cantidad de deformación alcanzada, la resistencia mecánica a temperatura ambiente obtenida para esta aleación y el tiempo total de deformación utilizado, representan condiciones atractivas para un proceso comercial.
4. La utilización de etapas promueve una recristalización temprana durante el proceso en comparación con la deformación continua. La microestructura recristalizada permitirá la reactivación temporal del mecanismo de resbalamiento por bordes de grano y retrasa la aparición y operación del mecanismo de resbalamiento de planos

que lleva a la inestabilidad del flujo plástico. El proceso de recristalización ocurre preferentemente en la fase η , mientras que α tienden a permanecer equiaxiada.

5. Se observó que la efectividad de la aplicación de las etapas en la estabilidad del flujo plástico depende de las condiciones de las mismas. En general se incrementa la estabilidad del proceso de deformación cuando es menor la cantidad de deformación en la etapa plástica y/o a mayor la duración de la etapa estática.
6. La efectividad del proceso de recristalización es limitada solo a una parte del proceso de deformación, ya que conforme transcurre el proceso las condiciones establecidas inicialmente para las etapas (cantidad de deformación plástica y tiempo de deformación elástica), llevan a la activación del mecanismo de deformación de planos que se lleva a cabo en la fase η preferentemente. Esto permite sugerir que, para mejorar la efectividad de la aplicación de las etapas, será necesario ajustar las condiciones de cada una de ellas en función de los cambios microestructurales que se presenten durante el proceso de deformación.

REFERENCIAS

- [1] T.G. Langdon, Seventy-five years of superplasticity: Historic developments and new opportunities, *J. Mater. Sci.* 44 (2009) 5998. doi:10.1007/s10853-009-3780-5.
- [2] P. Lin, Y. Hao, B. Zhang, S. Zhang, J. Shen, Strain rate sensitivity of Ti-22Al-25Nb (at%) alloy during high temperature deformation, *Mater. Sci. Eng. A.* 710 (2018) 336–342. doi:10.1016/j.msea.2017.10.112.
- [3] M.E. Cetin, M. Demirtas, H. Sofuoglu, N. Cora, G. Purcek, Effects of grain size on room temperature deformation behavior of Zn–22Al alloy under uniaxial and biaxial loading conditions, *Mater. Sci. Eng. A.* 672 (2016) 78–87. doi:10.1016/j.msea.2016.06.072.
- [4] M. Demirtas, G. Purcek, H. Yanar, Z.J. Zhang, Z.F. Zhang, Effect of different processes on lamellar-free ultrafine grain formation, room temperature superplasticity and fracture mode of Zn-22Al alloy, *J. Alloys Compd.* 663 (2016) 775–783. doi:10.1016/j.jallcom.2015.12.142.
- [5] S. Sun, Y. Ren, L. Wang, B. Yang, G. Qin, Room temperature quasi-superplasticity behavior of backward extruded Zn-15Al alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 676 (2016) 336–341. doi:10.1016/j.msea.2016.09.013.
- [6] G.S. Sun, L.X. Du, J. Hu, H. Xie, R.D.K. Misra, Low temperature superplastic-like deformation and fracture behavior of nano/ultrafine-grained metastable austenitic stainless steel, *Mater. Des.* 117 (2017) 223–231. doi:10.1016/j.matdes.2016.12.086.
- [7] T. Uesugi, M. Kawasaki, M. Ninomiya, Y. Kamiya, Y. Takigawa, K. Higashi, Significance of Si impurities on exceptional room-temperature superplasticity in a high-purity Zn-22%Al alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 645 (2015) 47–56. doi:10.1016/j.msea.2015.07.087.
- [8] L. Huang, F. Qi, L. Yu, X. Xin, F. Liu, W. Sun, Z. Hu, Necking behavior and microstructural evolution during high strain rate superplastic deformation of IN718 superalloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 634 (2015) 71–76. doi:10.1016/j.msea.2015.03.031.
- [9] J. Hu, D. Lin, Superplasticity of single phase Ni-42Al intermetallics with large grains, *Mater. Sci. Eng. A.* 441 (2006) 142–148. doi:10.1016/j.msea.2006.08.011.
- [10] F. Sun, D. Lin, Superplastic phenomenon in a large-grained TiAl alloy, *Scr. Mater.* 44 (2001) 665–670. doi:10.1016/S1359-6462(00)00635-7.
- [11] E. Avtokratova, O. Sitdikov, M. Markushev, R. Mulyukov, Extraordinary high-strain rate superplasticity of severely deformed Al-Mg-Sc-Zr alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 538 (2012) 386–390. doi:10.1016/j.msea.2012.01.041.
- [12] M. Demirtas, G. Purcek, H. Yanar, Z.J. Zhang, Z.F. Zhang, Effect of equal-channel angular pressing on room temperature superplasticity of quasi-single phase Zn-0.3Al alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 644 (2015) 17–24. doi:10.1016/j.msea.2015.07.041.
- [13] M. Demirtas, G. Purcek, H. Yanar, Z.J. Zhang, Z.F. Zhang, Improvement of high strain rate and room temperature superplasticity in Zn-22Al alloy by two-step equal-channel angular pressing, *Mater. Sci. Eng. A.* 620 (2014) 233–240. doi:10.1016/j.msea.2014.09.114.
- [14] S.H. Xia, J. Wang, J.T. Wang, J.Q. Liu, Improvement of room-temperature superplasticity in Zn-

- 22 wt.%Al alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 493 (2008) 111–115. doi:10.1016/j.msea.2007.07.100.
- [15] M. Demirtas, G. Purcek, H. Yanar, Z.J. Zhang, Z.F. Zhang, Achieving room temperature superplasticity in Zn-5Al alloy at high strain rates by equal-channel angular extrusion, *J. Alloys Compd.* 623 (2015) 213–218. doi:10.1016/j.jallcom.2014.10.111.
- [16] F.A. Mohamed, T.G. Langdon, Flow localization and neck formation in a superplastic metal, *Acta Metall.* 29 (1981) 911–920. doi:10.1016/0001-6160(81)90133-4.
- [17] C.H. Caceres, D.S. Wilkinson, Superplastic Behavior of a Zn-22 Pct Al-0.5 Pct Cu Alloy, *Metall. Trans. A.* 17A (1986) 1873–1875. doi:https://doi.org/10.1007/BF02817283.
- [18] S.R. Casolco, M.L. Parra, G. Torres Villaseñor, High strain rate superplasticity of a Zn-22 wt.%Al-x wt.%Ag alloys, *J. Mater. Process. Technol.* 174 (2006) 389–393. doi:10.1016/j.jmatprotec.2005.02.271.
- [19] S.R. Casolco, J. Negrete-Sánchez, G. Torres-Villaseñor, Influence of silver on the mechanical properties of Zn-Al eutectoid superplastic alloy, *Mater. Charact.* 51 (2003) 63–67. doi:10.1016/j.matchar.2003.09.011.
- [20] R.S. Mishra, Processing commercial aluminum alloys for high strain rate superplasticity, *Jom.* 53 (2001) 23–26. doi:10.1007/s11837-001-0174-9.
- [21] A. Flores-ramos, H.J. Dorantes-rosales, V.M. López-hirata, Transformaciones de fase en aleaciones Zn-22 % Al-2 % Cu y Zn-22 % Al-2 % Cu-X (X = 1 , 2 y 3 % Ag) envejecidas isotérmicamente, *Rev. Metal.* 50 (2014).
- [22] Y. Kamiya, M. Ninomiya, T. Uesugi, Y. Takigawa, K. Higashi, Effect of Small Addition of Si on Superplastic Elongation at Room Temperature in Zn-Al Eutectoid Superplastic Alloy, in: *THERMEC 2013 Suppl., Trans Tech Publications*, 2014: pp. 328–331. doi:10.4028/www.scientific.net/AMR.922.328.
- [23] P.K. Chaudhury, K.-T. Park, F.A. Mohamed, Effect of Fe on the superplastic deformation of Zn-22 pct Al, *Metall. Mater. Trans. A.* 25 (1994) 2391–2401. doi:10.1007/BF02648859.
- [24] H.N. and R. Pearce, The influence of copper additions on the superplastic forming behaviour of the Zn-Al eutectoid, *Int. Mech.Sci. Pergamon Press.* 12 (1970) 513–521.
- [25] K.T. Park, F.A. Mohamed, Effect of impurity content on cavitation in the superplastic Zn-22 Pct Al alloy, *Metall. Trans. A.* 21 (1990) 2605–2608. doi:10.1007/BF02647008.
- [26] A. Yousefiani, F.A. Mohamed, Superplastic flow and cavitation in Zn-22 pct Al doped with Cu, *Metall. Mater. Trans. A.* 29 (1998) 1653–1663. doi:10.1007/s11661-998-0088-z.
- [27] H.J. Dorantes-rosales, V.M. Lopez-Hirata, Y.H. Zhu, Decomposition process in a Zn-22wt. % Al-2wt. % Cu alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 271 (1999) 366–370. doi:10.1016/S0921-5093(99)00255-5.
- [28] H.J. Dorantes-Rosales, V.M. Lopez-Hirata, J. De Jesus Cruz-Rivera, M.L. Saucedo-Muñoz, Coarsening of Tau precipitates during aging in a Zn-22 wt.% Al-2 wt.% Cu alloy, *Mater. Lett.* 59 (2005) 2075–2078. doi:10.1016/j.matlet.2005.02.019.
- [29] M.R. Azpeitia, E.E.M. Flores, G.T. Villaseñor, Superplastic behavior of Zn-Al eutectoid alloy with 2 % Cu, *J. Mater. Sci.* 47 (2012) 6206–6212. doi:10.1007/s10853-012-6494-z.
- [30] H.J. Dorantes-Rosales, V.M. López-Hirata, R. Esquivel-González, J.L. González-Velazquez, J.

- Moreno-Palmerin, A. Torres-Castillo, Zn-22Al-2Cu alloy phase transformations at different homogenizing temperatures, *Met. Mater. Int.* 18 (2012) 385–390. doi:10.1007/s12540-012-3001-7.
- [31] G. Torres-Villaseñor, J. Negrete-Sánchez, H. Valdés, Efectos del Cu en la estructura y propiedades mecánicas de la aleación superplástica Zn-22%Al, in: VII Congr. La Acad. Nac. Ing., Oaxaca, México, 1981: pp. 239–242.
- [32] H.J. Dorantes-Rosales, V.M. López-Hirata, J. Moreno-Palmerin, N. Cayetano-Castro, M.L. Saucedo-Muñoz, A. a. T. Castillo, β' Phase Decomposition in Zn-22 mass%Al and Zn-22 mass%Al-2 mass%Cu Alloys at Room Temperature, *Mater. Trans.* 48 (2007) 2791–2794. doi:10.2320/matertrans.MRP2007058.
- [33] J.D. Villegas-Cardenas, M.L. Saucedo-Muñoz, V.M. Lopez-Hirata, H.J. Dorantes-Rosales, J.L. Gonzalez-Velazquez, Effect of phase transformations on hardness in Zn-Al-Cu Alloys, *Mater. Res.* 17 (2014) 1137–1144. doi:10.1590/1516-1439.228913.
- [34] J.D. Villegas-Cardenas, V.M. Lopez-Hirata, M.L. Saucedo-Muñoz, J.L. Gonzalez-Velazquez, E.O. Avila-Davila, Effect of Phase Transformations on Hardness in Zn-Al-Cu Alloys BT - Characterization of Minerals, Metals, and Materials 2016, in: S.J. Ikhmayies, B. Li, J.S. Carpenter, J.-Y. Hwang, S.N. Monteiro, J. Li, D. Firrao, M. Zhang, Z. Peng, J.P. Escobedo-Diaz, C. Bai (Eds.), Springer International Publishing, Cham, 2016: pp. 515–521. doi:10.1007/978-3-319-48210-1_64.
- [35] G. Torres-Villaseñor, J. Negrete, E.E. Martínez-Flores, Caracterización de tres aleaciones superplásticas utilizando análisis mecánico dinámico (DMA), *Rev. Matéria.* 13 (2008) 365–373. doi:10.1590/S1517-70762008000200015.
- [36] M. Ramos-Azpeitia, J. Negrete-Sánchez, E.E. Martínez-Flores, G. Torres-Villaseñor, Deformación Superplástica Rápida del Zinalco, in: 30 Congr. Int. Metal. Y Mater., Saltillo, Coahuila, 2008: pp. 207–213.
- [37] C.F. Yang, J.H. Pan, M.C. Chuang, Achieving high strain rate superplasticity via severe plastic deformation processing, *J. Mater. Sci.* 43 (2008) 6260–6266. doi:10.1007/s10853-008-2909-2.
- [38] P. Kumar, C. Xu, T.G. Langdon, Mechanical characteristics of a Zn-22% Al alloy processed to very high strains by ECAP, *Mater. Sci. Eng. A.* 429 (2006) 324–328. doi:10.1016/j.msea.2006.05.044.
- [39] K. Higashi, Advances and applications in high strain rate, 4 (1998) 498–502.
- [40] A. Azushima, R. Kopp, A. Korhonen, D.Y. Yang, F. Micari, G.D. Lahoti, P. Groche, J. Yanagimoto, N. Tsuji, A. Rosochowski, A. Yanagida, Severe plastic deformation (SPD) processes for metals, *Manuf. Technol.* 57 (2008) 716–735. doi:10.1016/j.cirp.2008.09.005.
- [41] N. Ridley, Metals for superplastic forming, in: G. Giuliano (Ed.), *Superplast. Form. Adv. Met. Mater. Methods Appl.*, Woodhead Publishing Limited, Manchester, 2011: pp. 3–33. doi:10.1016/B978-1-84569-753-2.50001-7.
- [42] R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer, Y. Zhu, Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation: Ten Years Later, *Jom.* 68 (2016) 1216–1226. doi:10.1007/s11837-016-1820-6.
- [43] R. Rodríguez, J. Benito, J. Cabrera, Procesos de severa deformación plástica para obtener materiales de grano nanométricos y ultrafinos, *Rev. Ing. E Investig.* 27 (2007) 101–105.

- [44] R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement, *Prog. Mater. Sci.* 51 (2006) 881–981. doi:10.1016/j.pmatsci.2006.02.003.
- [45] Y. Estrin, A. Vinogradov, Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science, *Acta Mater.* 61 (2013) 782–817. doi:10.1016/j.actamat.2012.10.038.
- [46] B.T. Gibson, D.H. Lammlein, T.J. Prater, W.R. Longhurst, C.D. Cox, M.C. Ballun, K.J. Dharmaraj, G.E. Cook, A.M. Strauss, Friction stir welding: Process, automation, and control, *J. Manuf. Process.* 16 (2014) 56–73. doi:10.1016/j.jmapro.2013.04.002.
- [47] Y. Duan, G. Xu, L. Tang, Y. Liu, J. Xu, Y. Deng, Z. Yin, Excellent high strain rate superplasticity of Al-Mg-Sc-Zr alloy sheet produced by an improved asymmetrical rolling process, *J. Alloys Compd.* 715 (2017) 311–321. doi:10.1016/j.jallcom.2017.04.273.
- [48] C.Y. Chou, S.L. Lee, J.C. Lin, C.M. Hsu, Effects of cross-channel extrusion on the microstructures and superplasticity of a Zn-22 wt.% Al eutectoid alloy, *Scr. Mater.* 57 (2007) 972–975. doi:10.1016/j.scriptamat.2007.04.029.
- [49] M. Kawasaki, T.G. Langdon, Developing superplasticity and a deformation mechanism map for the Zn-Al eutectoid alloy processed by high-pressure torsion, *Mater. Sci. Eng. A.* 528 (2011) 6140–6145. doi:10.1016/j.msea.2011.04.053.
- [50] B. Kim, J.C. Kim, S. Lee, K.-S. Lee, J.G. Lee, S.S. Park, High-strain-rate superplasticity of fine-grained Mg–6Zn–0.5Zr alloy subjected to low-temperature indirect extrusion, *Scr. Mater.* 141 (2017) 138–142. doi:10.1016/j.scriptamat.2017.08.008.
- [51] T.S. Cho, H.J. Lee, B. Ahn, M. Kawasaki, T.G. Langdon, Microstructural evolution and mechanical properties in a Zn-Al eutectoid alloy processed by high-pressure torsion, *Acta Mater.* 72 (2014) 67–79. doi:DOI 10.1016/j.actamat.2014.03.026.
- [52] A. Alhamidi, Z. Horita, Grain refinement and high strain rate superplasticity in aluminium 2024 alloy processed by high-pressure torsion, *Mater. Sci. Eng. A.* 622 (2015) 139–145. doi:10.1016/j.msea.2014.11.009.
- [53] A. Orozco-Caballero, M. Álvarez-Leal, P. Hidalgo-Manrique, C.M. Cepeda-Jiménez, O.A. Ruano, F. Carreño, Grain size versus microstructural stability in the high strain rate superplastic response of a severely friction stir processed Al-Zn-Mg-Cu alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 680 (2017) 329–337. doi:10.1016/j.msea.2016.10.113.
- [54] G. Bernhart, P. Lours, T. Cutard, V. Velay, F. Nazaret, Processes and equipment for superplastic forming of metals, in: G. Giuliano (Ed.), *Superplast. Form. Adv. Met. Mater. Methods Appl.*, Woodhead Publishing Limited, Manchester, 2011: pp. 49–71. doi:10.1016/B978-1-84569-753-2.50003-0.
- [55] F.K. Abu-Farha, M.K. Khraisheh, An integrated approach to the Superplastic Forming of lightweight alloys: towards sustainable manufacturing, *Int. J. Sustain. Manuf.* 1 (2008) 18–40. doi:10.1504/ijsm.2008.019225.
- [56] Y. Luo, S.G. Luckey, P.A. Friedman, Y. Peng, Development of an advanced superplastic forming process utilizing a mechanical pre-forming operation, *Int. J. Mach. Tools Manuf.* 48 (2008) 1509–1518. doi:10.1016/j.ijmachtools.2007.12.010.

- [57] F.I. Saunders, P.E. Krajewski, E.F. Ryntz, J.G. Schroth, Superplastic forming process, US 6,516,645 B2, 1999. <https://www.google.ch/patents/US5974847>.
- [58] A.T. Morales, E.F. Ryntz, N.T. Brinas, Hot die cleaning for superplastic and quick plastic forming, US 6,516,645 B2, 2003. <https://www.google.com/patents/US6516645>.
- [59] K. Saito, J. Watanabe, O. Yokoyama, K. Nakao, Application technology of aluminum blow forming for automotive closure panel, in: EuroSPF Conf., Carcassonne, France, 2008: pp. 3–7.
- [60] T.Y.M. Al-naib, J.L. Duncan, Super plastic metal forming, *Inst.J.Mech.Sci.* 12 (1970) 463–477. doi:[https://doi.org/10.1016/0020-7403\(70\)90074-3](https://doi.org/10.1016/0020-7403(70)90074-3).
- [61] V. V. Bryukhovetskii, A. V. Poida, V.P. Poida, Y. V. Kolomak, Thickness of grain-boundary liquid phase and its effect on the mechanism of superplastic deformation, *Phys. Met. Metallogr.* 112 (2011) 526–533. doi:10.1134/S0031918X11030173.
- [62] G.R. and C.R. (2012) Nimit Patel, Innovative Applications of Ultrafine-Grained Materials, in: *Sev. Plast. Deform. Tech.*, Intech, 2017: pp. 111–133. doi:10.5772/711.
- [63] Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, A. Barnes, T. Langdon, Superplastic forming at high strain rates after severe plastic deformation, *Acta Mater.* 48 (2000) 3633–3640. doi:10.1016/S1359-6454(00)00182-8.
- [64] F.A. Mohamed, M.M.I. Ahmed, T.G. Langdon, Factors influencing ductility in the superplastic Zn-22 Pct Al eutectoid, *Metall. Trans. A.* 8 (1977) 933–938. doi:10.1007/BF02661575.
- [65] R.W. Cahn, P. Haasen, E.J. Kramer, *Materials Science and Technology, A Comprehensive Treatment*, in: E.J.K. Cahn, P. Hansen (Ed.), VCH, 1993: p. 860. https://inis.iaea.org/search/search.aspx?orig_q=RN:24052777 (accessed April 17, 2017).
- [66] C. Bréchnignac, P. Houdy, M.L. PhD, eds., *Nanomaterials and Nanochemistry*, 2006th ed., Springer Berlin Heidelberg, 2007. doi:10.1007/978-3-540-72993-8.
- [67] B.P. Kashyap, Akashp, Importance of the phase-proportion on superplastic ductility of the eutectic alloys, *Scr. Mater.* 35 (1996) 669–673. doi:[https://doi.org/10.1016/1359-6462\(96\)00182-0](https://doi.org/10.1016/1359-6462(96)00182-0).
- [68] T.G. Langdon, The mechanical properties of superplastic materials, *Metall. Trans. A.* 13A (1982) 689–671. doi:10.1007/BF02642383.
- [69] H. Mughrabi, *Plastic Deformation and Fracture of Materials*, *Mater. Sci. Technol.* 6 (1992) 774. doi:10.1002/adma.19930051029.
- [70] K.A. Padmanabhan, *Superplasticity*, Mcgraw-Hill, 1980.
- [71] M. Ramos-Azpeitia, Tesis para obtener el grado de Doctor: Análisis del mecanismo de deformación plástica para la deformación superplástica del Zinalco, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, 2012.
- [72] T.G. Langdon, The physics of superplastic deformation, *Mater. Sci. Eng. A.* 137 (1991) 1–11. doi:10.1016/0921-5093(91)90312-B.
- [73] R.B. Figueiredo, M. Kawasaki, T.G. Langdon, The mechanical properties of ultrafine-grained metals at elevated temperatures, *Rev. Adv. Mater. Sci.* 19 (2009) 1–12.
- [74] B.P. Kashyap, A. Arieli, A.K. Mukherjee, Review Microstructural aspects of superplasticity, *J. Mater. Sci.* 20 (1985) 2661–2686.

- [75] M. Kawasaki, T.G. Langdon, The significance of grain boundary sliding in the superplastic Zn-22 % Al alloy processed by ECAP, *J. Mater. Sci.* 48 (2013) 4730–4741. doi:10.1007/s10853-012-7104-9.
- [76] P. Kumar, C. Xu, T.G. Langdon, The significance of grain boundary sliding in the superplastic Zn-22% Al alloy after processing by ECAP, *Mater. Sci. Eng. A.* 410–411 (2005) 447–450. doi:10.1016/j.msea.2005.08.092.
- [77] M. Kawasaki, T.G. Langdon, Flow behavior of a superplastic Zn-22% Al alloy processed by equal-channel angular pressing, *Mater. Sci. Eng. A.* 503 (2009) 48–51. doi:10.1016/j.msea.2008.04.081.
- [78] V. Raghavan, Al-Cu-Zn (Aluminum-Copper-Zinc), *J. Phase Equilibria Diffus.* 31 (2010) 41–42. doi:10.1007/s11669-009-9620-0.
- [79] G. Torres-Villaseñor, Microestructura y propiedades mecánicas del zinalco, *Ciencia.* 39 (1988) 103–111.
- [80] Y. Zhang, L. Yang, X. Zeng, B. Zheng, Z. Song, The mechanism of anneal-hardening phenomenon in extruded Zn-Al alloys, *Mater. Des.* 50 (2013) 223–229. doi:10.1016/j.matdes.2013.02.069.
- [81] ASTM E8/E8M Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials 1, ASTM International, 2009. doi:10.1520/E0008.
- [82] T. Hirata, T. Tanaka, S.W. Chung, Y. Takigawa, K. Higashi, Relationship between deformation behavior and microstructural evolution of friction stir processed Zn-22 wt.% Al alloy, *Scr. Mater.* 56 (2007) 477–480. doi:10.1016/j.scriptamat.2006.11.022.
- [83] K.-T. Park, J.C. Earthman, F.A. Mohamed, Microstructure and cavitation in the superplastic Zn-22 wt% Al alloy: Effect of solution heat treatment, *Philos. Mag. Lett.* 70 (1994) 7–13. doi:10.1080/09500839408243865.
- [84] A. Yousefiani, F.A. Mohamed, Correlation between former alpha boundary growth kinetics and superplastic flow in Zn-22 pct Al, *Metall. Mater. Trans. A.* 31 (2000) 163–172. doi:10.1007/s11661-000-0062-x.
- [85] A. Yousefiani, J.C. Earthman, F.A. Mohamed, Formation of cavity stringers during superplastic deformation, *Acta Mater.* 46 (1998) 3557–3570. doi:10.1016/S1359-6454(98)00030-5.
- [86] T. Tanaka, K. Higashi, Superplasticity at Room Temperature in Zn-22Al Alloy Processed by Equal-Channel-Angular Extrusion, *Mater. Trans.* 45 (2004) 1261–1265. doi:10.2320/matertrans.45.1261.
- [87] T. Tanaka, K. Makii, A. Kushibe, K. Higashi, Room temperature deformation behavior of Zn-22 mass% Al alloy with nanocrystalline structure, *Mater. Trans.* 43 (2002) 2449–2454.
- [88] J. Hallen, J.L. González, A. Mosqueda, J. García, E. Orosco, Microstructure and temperature influence on the mechanical properties of Zn-Al-Cu alloy, in: C.P.B. G. Torres-Villaseñor, Yaohua Zhu (Ed.), 3rd Int. Conf. Zn-Al Alloy., Instituto de Investigaciones en Materiales, CD. México, 1994: pp. 51–58.
- [89] A. Saenz, J. Negrete-Sánchez, L. Valdes, G. Torres-Villaseñor, Propiedades superplásticas a

temperatura ambiente de la aleación Zn-Al-Cu, in: IV Encuentro Investig. Metal., Instituto tecnológico de Saltillo, Saltillo, Coahuila, 1982: pp. 185–198.

[90] A.A. Torres Castillo, Estudio del efecto del contenido de cobre y el tratamiento térmico en las propiedades mecánicas de la aleación eutectoide Zinc-Aluminio, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, 1989.

[91] M. Kawasaki, T.G. Langdon, Principles of superplasticity in ultrafine-grained materials, *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 1782–1796. doi:10.1007/s10853-006-0954-2.

[92] K.A. Padmanabhan, M.R. Basariya, Mesoscopic grain boundary sliding as the rate controlling process for high strain rate superplastic deformation, *Mater. Sci. Eng. A.* 527 (2009) 225–234. doi:10.1016/j.msea.2009.07.059.

[93] R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer, Y. Zhu, Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation, *Jom.* (2006) 33–39.

[94] M. Demirtas, H. Yanar, G. Purcek, Optimization of RT superplasticity of UFG Zn-22Al alloy by applying ECAP at different temperatures and phase regions, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 194 (2017). doi:10.1088/1757-899X/194/1/012033.

[95] R.S. Mishra, Z.Y. Ma, I. Charit, Friction stir processing: A novel technique for fabrication of surface composite, *Mater. Sci. Eng. A.* 341 (2003) 307–310. doi:10.1016/S0921-5093(02)00199-5.

[96] C. Swingle, Friction stir Welding and processing, 2011. doi:10.1007/978-3-319-07043-8.

[97] M. Ramos-Azpeitia, Tesis para obtener el grado de Maestro: Estudio de la deformación superplástica del Zinalco en alta rapidez de deformación, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, 2008.

[98] K. Higashi, M. Mabuchi, T.G. Langdon, High-Strain-Rate Superplasticity in Metallic Materials and the Potential for Ceramic Materials., *ISIJ Int.* 36 (1996) 1423–1438. doi:10.2355/isijinternational.36.1423.

[99] J. Edington, Microstructural aspects of superplasticity, *Metall. Trans. A.* 13A (1982) 703–715. doi:https://doi.org/10.1007/BF02642384.

[100] T.G. Nieh, J. Wadsworth, Effect of Liquid Phase on Superplasticity at High Strain Rates in Metals and Their Composites BT - Properties of Complex Inorganic Solids, in: A. Gonis, A. Meike, P.E.A. Turchi (Eds.), Springer US, Boston, MA, 1997: pp. 415–423. doi:10.1007/978-1-4615-5943-6_51.

[101] R.S. Mishra, A.K. Mukherjee, The rate controlling deformation mechanism in high strain rate superplasticity, *Mater. Sci. Eng. A.* 234–236 (1997) 1023–1025. doi:10.1016/S0921-5093(97)00321-3.

[102] J.A. del Valle, M.T. Pérez-Prado, O.A. Ruano, Symbiosis between grain boundary sliding and slip creep to obtain high-strain-rate superplasticity in aluminum alloys, *J. Eur. Ceram. Soc.* 27 (2007) 3385–3390. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2007.02.185.

[103] G. Xu, X. Cao, T. Zhang, Y. Duan, X. Peng, Y. Deng, Z. Yin, Achieving high strain rate superplasticity of an Al-Mg-Sc-Zr alloy by a new asymmetrical rolling technology, *Mater. Sci. Eng. A.* 672 (2016) 98–107. doi:10.1016/j.msea.2016.06.070.

[104] F.J. Humphreys, M. Hatherly, Introduction, in: *Recryst. Relat. Annealing Phenom.*, second, Elsevier, Oxford, 2004: pp. 1–10.

- [105] W.F. Smith, *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales*, 4th ed., McGraw-Hill Interamericana Editores, S. A. de C.V, México, D.F, 2006.
- [106] G.E. Dieter., *Mechanical metallurgy*, 3rd ed, Mc Graw-Hill Book Co., New York, 1986. doi:10.1002/crat.2170230211.
- [107] Fridman, Deformation instability and the tensile elongation in metals, *Scr. Metall.* 11 (1977) 101–105. doi:10.1016/0036-9748(76)90218-0.
- [108] E. Hart, Theory of the tensile test, *Acta Metall.* 15 (1967) 351–355. doi:10.1016/0001-6160(67)90211-8.
- [109] C. Cáceres, D. Wilkinson, Large strain behaviour of a superplastic copper alloy -I. Deformation, *Acta Metall.* 32 (1984) 415–422. doi:https://doi.org/10.1016/0001-6160(84)90115-9.
- [110] L.C. Chung, J.H. Cheng, The analysis of instability and strain concentration during superplastic deformation, *Mater. Sci. Eng. A.* 308 (2001) 153–160. doi:10.1016/S0921-5093(00)01983-3.
- [111] D.S. Wilkinson, Microstructural instability during superplastic flow, in: C.H.H. and N.E. Paton (Ed.), *Superplast. Superplast. Form.*, 1988: pp. 81–89.
- [112] M. Ramos-azpeitia, E. Elizabeth, J.L. Hernandez-, G. Torres-villaseñor, Analysis of plastic flow instability during superplastic deformation of the Zn-Al eutectoid alloy modified with 2 wt.% Cu, *J. Mater. Eng. Perform.* (2017). doi:10.1007/s11665-017-2956-4.
- [113] E. Sato, K. Kuribayashi, Superplasticity and Deformation Induced Grain Growth, *ISIJ Int.* 33 (1993) 825–832. doi:10.2355/isijinternational.33.825.
- [114] J. Hedworth, M.J. Stowell, The measurement of strain-rate sensitivity in superplastic alloys, *J. Mater. Sci.* 6 (1971) 1061–1069. doi:10.1007/BF00980604.
- [115] *Alloy Phase Diagrams*, ASM Handb. 3 (1992).
- [116] M. Aballe, Colada continua y semicontinua de productos industriales, in: 2a. Jornada Cienc. Y Tecnol., Barcelona, 1992.
- [117] ASTM E634 - 12 Standard Practice for Sampling of Zinc and Zinc Alloys by Spark Atomic Emission Spectrometry, ASTM International, West Conshohocken, 2012. doi:10.1520/E0634-12.
- [118] J. Negrete-Sánchez, Extrusión inversa del Zinalco, in: 3ro Coloq. Latinoam. Fatiga Y Fract. Los Mater., Río de Janeiro, 1998: pp. 125–135.
- [119] J.A. Schey, *Introduction to Manufacturing Processes*, 3er ed., Mcgraw-Hill, 2000.
- [120] F. Abu-Farha, R. Curtis, *Standards for superplastic forming of metals*, Woodhead Publishing Limited, 2011. doi:10.1016/B978-1-84569-753-2.50002-9.
- [121] M.G. Rodríguez-Hernández, E.E. Martínez-Flores, G. Torres-Villaseñor, M.D. Escalera, Metallographic Preparation of Zn-21Al-2Cu Alloy for Analysis by Electron Backscatter Diffraction (EBSD), *Microsc. Microanal.* 20 (2014) 1–8. doi:10.1017/S1431927614000397.
- [122] Standard hardness conversion tables for metals, in: ASTM Vol. 03.01 Met. -- Mech. Testing; Elev. Low-Temperature Tests; Metallogr., ASTM International, 1992: p. 334.
- [123] S.H.J. Lo, S. Dionne, M. Sahoo, H.M. Hawthorne, Mechanical and tribological properties of zinc-aluminium metal-matrix composites, *J. Mater. Sci.* 27 (1992) 5681–5691. doi:10.1007/BF01119723.
- [124] J.L. Hernández-Rivera, E.E. Martínez-Flores, E. Ramírez Contreras, J. García Rocha, J.J. Cruz

- Rivera, G. Torres-Villaseñor, Evaluation of the Hardening and Softening Effects in Zn-21Al-2Cu with as Cast and Homogenized Microstructure Processed by Equal Channel Angular Pressing, in: M.A. Meyers, H.A.C. Benavides (Eds.), Proc. 3rd Pan Am. Mater. Congr., Springer International Publishing, Cham, 2017: pp. 689–697. doi:10.1007/978-3-319-52132-9_69.
- [125] G. Torres-Villaseñor, E. Martínez-Flores, Hybrid Materials Based on Zn-Al Alloys, in: J. Cuppoletti (Ed.), Met. Ceram. Polym. Compos. Var. Uses, Intech, México, 2011: pp. 149–170. doi:10.5772/1428.
- [126] D.W. Livesey, N. Ridley, Effect of grain size on cavitation in superplastic Zn-Al eutectoid, J. Mater. Sci. 17 (1982) 2257–2266. doi:10.1007/BF00543735.
- [127] F.-W. Ling, D.E. Laughlin, The kinetics of transformation in Zn-Al superplastic alloys, Metall. Trans. A. 10 (1979) 921–928. doi:10.1007/BF02658311.
- [128] C.-F. Yang, J.-H. Pan, T.-H. Lee, Work-softening and anneal-hardening behaviors in fine-grained Zn–Al alloys, J. Alloys Compd. 468 (2009) 230–236. doi:https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.01.067.
- [129] J.R. Spingarn, W.D. Nix, Diffusional creep and diffusional accommodated grain rearrangement, Acta Metall. 26 (1978) 1389–1398. doi:10.1016/0001-6160(78)90154-2.
- [130] C. Nihare, Parallel Deformation of the Metals, Model. Numer. Simul. Mater. Sci. 2013 (2013) 79–83.
- [131] D.S. Wilkinson, C.H. Caceres, On the mechanism of strain-enhanced grain growth during superplastic deformation, Acta Metall. 32 (1984) 1335–1345. doi:10.1016/0001-6160(84)90079-8.
- [132] P. Málek, The deformation structure of the superplastic Zn–Al alloy, Mater. Sci. Eng. A. 268 (1999) 132–140. doi:10.1016/S0921-5093(99)00084-2.
- [133] Y. Duan, G. Xu, L. Zhou, D. Xiao, Y. Deng, Z. Yin, B. Peng, Q. Pan, Y. Wang, L. Lu, Achieving high superplasticity of a traditional thermal-mechanical processed non-superplastic Al-Zn-Mg alloy sheet by low Sc additions, J. Alloys Compd. 638 (2015) 364–373. doi:10.1016/j.jallcom.2015.03.090.
- [134] V. V. Astanin, O.A. Kaibyshev, S.N. Faizova, Cooperative grain boundary sliding under superplastic flow, Scr. Metall. Mater. 25 (1991) 2663–2668. doi:https://doi.org/10.1016/0956-716X(91)90135-N.
- [135] Y. Motohashi, T. Shibata, Microstructures during superplastic deformation of Al-Zn eutectoid alloys, J. Japan Inst. Light Met. 31 (1981) 469–478. doi:10.2464/jilm.31.469.
- [136] M. Furukawa, Y. Ma, Z. Horita, M. Nemoto, R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Microstructural characteristics and superplastic ductility in a Zn-22% Al alloy with submicrometer grain size, Mater. Sci. Eng. A. 241 (1998) 122–128. doi:10.1016/S0921-5093(97)00481-4.
- [137] Z.R. Lin, A.H. Chokshi, T.G. Langdon, An investigation of grain boundary sliding in superplasticity at high elongations, J. Mater. Sci. 23 (1988) 2712–2722. doi:10.1007/BF00547441.
- [138] K. Duong, F. a. Mohamed, Effect of impurity content on boundary sliding behavior in the superplastic Zn–22% Al alloy, Acta Mater. 46 (1998) 4571–4586. doi:10.1016/S1359-6454(98)00128-1.
- [139] A.K. Ghosh, Tensile instability and necking in materials with strain hardening and strain-rate hardening, Acta Metall. 25 (1977) 1413–1424. doi:https://doi.org/10.1016/0001-6160(77)90072-4.