



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ

FACULTAD DE INGENIERÍA

**“CARACTERIZACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA DE LA
ALEACIÓN Zn-21%Al-2%Cu PROCESADA POR
EXTRUSIÓN EN CANAL ANGULAR CONSTANTE.”**

**TESIS PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRÍA EN METALURGIA E INGENIERÍA DE
MATERIALES**

PRESENTA:

I.M.M. EMMANUEL RAMÍREZ CONTRERAS

ASESORA:

Dra. ESPERANZA ELIZABETH MARTÍNEZ FLORES

CO-ASESOR

Dr. JOSE LUIS HERNANDEZ RIVERA



Dedico este trabajo

A dios por darme la fuerza y los ánimos para llegar a obtener este grado.

A la memoria de mis padres Mario y Julia, ya que ellos fueron mi principal motivación para seguir adelante con mis estudios.

A mis tíos Jorge y Teresa por todo el apoyo durante los momentos más difíciles posteriores a la perdida de mis padres.

A mis hermanos Mariana, Efraín y Adriana con mucho cariño.

Agradecimientos

Gracias a mi asesora la Dra. Esperanza Elizabeth Martínez Flores por haberme aceptado, apoyado y confiado en mí para realizar este trabajo.

Al Dr. José Luis Hernández Rivera por todo el apoyo, asesorías, consejos y su amistad.

Al Dr. Gabriel Torres Villaseñor profesor emérito del IIM-UNAM y SNI III por su asesoría académica, por las facilidades para realizar trabajos en los laboratorios y los equipos del IIM-UNAM, además por el apoyo económico otorgado mediante la beca de ayudante de investigador.

A mi comité académico: al Dr. Jorge García Rocha por sus asesorías y especialmente al M.C. Rafael Eugenio Campos Cambranis por sus asesorías durante la realización de este trabajo y por todo el apoyo que me proporciono para el ingreso al posgrado.

Al Dr. José de Jesús Cruz Rivera por su amistad y todos sus consejos.

A Francisco Núñez Ruiz responsable del taller de máquinas herramientas.

A M.M.I.M. Antonio Alberto Torres Castillo, al Ing. Gilberto Contreras Silva y a Enrique Díaz por su apoyo en la fundición de la aleación para este trabajo.

A L.Q. Claudia Hernández Galván y M.M.I.M. Rosa Lina Tovar Tovar responsables del laboratorio de difracción de rayos X.

A L.Q. Izanami López Acosta responsable del laboratorio de análisis químico.

A M.M.I.M. Alonso de la Garza San Miguel encargado del CCIM para el desarrollo de pruebas mecánicas, con el apoyo de Martin Ulises Gutiérrez Martínez.

A los técnicos Fernando Rodríguez Juárez y Alfredo Ruiz Prado por su apoyo en las técnicas usadas en este trabajo.

A Verónica Saldaña Guzmán encargada del centro de información de investigación y posgrados.

A Gaby, Oscar, Jesús y Alan que me apoyaron durante las estancias realizadas en la UNAM.

A mis amigos que siempre me han apoyado Mata, Benito, Jaime, Pedro, Abel, Abraham, Sam, Brenda, Susana, Paola, Ericka y Oziel.

A mis compañeros y amigos del Instituto Dalila, Nancy, Aurora, Palma, Carlos, Alfonso, Humberto, Mercedes, José, Palafox, Lorena, Arturo, Perla, Andrea, Naomi, Lupita y Nayeli por todos los momentos que compartimos durante el posgrado.

A CONACyT por el apoyo económico otorgado mediante la beca de maestría número 711641.

Índice General

Sección	Página
Índice de figuras.	i
Índice de tablas.	iv
Resumen	v
Introducción.	1

Capítulo 1: Efecto de elementos aleantes y tipo de procesamiento en la microestructura de la aleación eutectoide Zn-Al.

1.1 Características mecánicas y microestructurales de la aleación Zn-22%Al.	2
1.2 Efecto del cobre en la aleación eutectoide Zn-22%Al.	4

Capítulo 2: Refinamiento de grano usando extrusión en canal angular constante.

2.1 Fundamentos de la extrusión en canal angular constante.	7
2.2 Procesamiento de la aleación eutectoide Zn-22%Al por extrusión en canal angular constante (ECAP).	10

Capítulo 3: Procesamiento de la aleación Zn-21%Al-2%Cu por extrusión en canal angular constante a temperatura ambiente.

3.1 Obtención y fabricación de probetas de la aleación Zn-21%Al-2%Cu.	16
3.2 Proceso de extrusión en canal angular constante (ECAP).	16
3.3 Cambios de la microestructura en función de los pasos de extrusión en canal angular constante (ECAP).	18
3.4 Cuantificación de fracción laminar remanente y evaluación de tamaño de grano.	18
3.5 Difracción de rayos X.	19
3.6 Evaluación de propiedades mecánicas.	19
3.6.1 Evaluación de la variación de la fuerza requerida para el procesamiento de ECAP.	19
3.6.2 Microdureza.	19
3.6.3 Ensayos de tensión.	20

Capítulo 4: Caracterización de la microestructura de la aleación Zn-21%Al-2%Cu procesada por extrusión en canal angular constante y su efecto sobre las propiedades mecánicas.

4.1 Cambios de la microestructura en función de los pasos de extrusión en canal angular constante y de los tratamientos térmicos aplicados.	22
• Procesamiento de 2 y 6 pasos de ECAP en muestras de colada (C1).	22
• Procesamiento de 2 y 6 pasos de ECAP en muestras de colada con un posterior tratamiento de recocido (C2).	28
• Procesamiento de 2 y 6 pasos de ECAP en muestras homogenizadas durante 24 y 48 horas (C3 y C4).	33
• Procesamiento de 2 y 6 pasos de ECAP en muestras homogenizadas durante 48 horas con un posterior tratamientos de recocido (C6).	38
4.2 Cuantificación de la fracción laminar en función de las condiciones de procesamiento.	42
4.3 Medición de tamaño de grano.	44
4.4 Difracción de rayos X para la identificación de fases principales en las muestras de colada y homogenizada durante 48 horas.	46
4.5 Propiedades mecánicas en función del cambio en la microestructura.	47
4.5.1 Ablandamiento por deformación.	47
4.5.2 Endurecimiento por recocido.	49
4.5.3 Comportamiento en tensión.	50

Conclusiones. 53

Referencias. 54

Índice de Figuras

Figura	Descripción	Página
1.1	Diagrama binario Al-Zn, en el que se indica con una línea vertical punteada, la aleación eutectoide Zn-22%Al con morfología laminar. La fase α se presenta como láminas oscuras y la fase η como laminas claras.	3
1.2	Microestructura de la aleación Zn-22%Al en la que se presentan granos finos menor a 10 μm , condición requerida para el conformado superplástico.	4
1.3	Corte isotérmico a 250 °C del diagrama ternario Al-Cu-Zn, en el cual se observa que no existen las fases intermetálicas ϵ y τ con adiciones menores a 2% de cobre.	5
2.1	Proceso de extrusión de canal angular constante.	8
2.2	Evaluación de la deformación equivalente (ϵ) con ángulos internos Φ de 45 a 180° con valores de la curvatura externa ψ de 0 a 90°, para N=1.	8
2.3	Rutas de procesamiento por extrusión en canal angular constante.	9
2.4	a) Microestructura de muestra procesada con 8 pasos de ECAP a 100 °C, b) ensayos de superplasticidad en tensión a 200 °C	11
2.5	Microestructuras de una aleación Zn-22%Al procesada con: a) 4 pasos y b) 24 pasos de ECAP a 200 °C.	11
2.6	Microestructura obtenida con 8 pasos de ECAP a temperatura ambiente.	12
2.7	Microestructuras de la aleación Zn-22%Al procesadas con 8 pasos de ECAP utilizando la ruta C, a) -10 °C, b) temperatura ambiente (25 °C) y c) 50 °C.	13
2.8	a) Microestructura de la muestra procesada con 8 pasos de ECAP a 200°C, b) muestras ensayadas en tensión a 200 °C con una microestructura obtenida con ECAP.	14
2.9	a) Microestructura de la aleación procesada con 8 pasos de ECAP a diferentes temperaturas para obtener un tamaño de grano \sim 200nm, b) resultados de ensayos de tensión a temperatura ambiente con diferentes rapidezces de deformación.	14
3.1	Probetas cilíndricas usadas para el procesamiento de extrusión en canal angular constante.	16
3.2	Herramental utilizado para el procesamiento de extrusión en canal angular constante.	17
3.3	Fotografía que muestra las dimensiones en las cuales se maquinaron las probetas para ensayos de tensión para evaluar las propiedades mecánicas	20

3.4	Esquema general de las condiciones de procesamiento realizadas.	21
4.1	Micrografías de la microestructura de la muestra ZC a) vista general a 200 X en la que se observan las dendritas, b) detalles en la microestructura donde se observa microsegregación de aluminio (zonas oscuras), rodeadas por una fase rica en zinc (zonas claras) con la presencia de algunas zonas con constituyente eutéctico.	23
4.2	a) Diagrama binario Al-Zn en donde se muestra el punto de la temperatura liquidus (Tl) para la aleación Zn-22%Al, formado el primer sólido de fase α por debajo de esta temperatura, este sólido presenta una composición acorde a la línea punteada; b) esquema que representa la nucleación y formación de dendritas ricas en α durante la solidificación fuera del equilibrio.	24
4.3	Micrografías de la microestructura de la muestra ZC2P a) vista general a una magnificación de 2000 X, b) magnificación de 5000 X en donde se observa una mezcla de la microsegregación con la zona rica en zinc.	26
4.4	Micrografías de la microestructura de la muestra ZC6P a) magnificación de 2000X de magnificación en donde se observa que existe una reducción en la segregación y bandas de orientación preferencial debido a la deformación plástica severa, b) magnificación de 5000X observando una mezcla de las fases efecto de la deformación plástica severa reduciendo la microsegregación.	27
4.5	Micrografías de la microestructura de la muestra ZC2P + 30TTR, a) magnificación de 2000 X en las que se observa una mayor distribución de la fase α en las intercaras de las dendritas de fase η , b) vista a una magnificación de 5000 X en donde se observa un incremento en la dispersión de las fases η y α como la formación de granos con morfología equiaxial de fase α .	29
4.6	Micrografías de la microestructura de la muestra ZC2P + 120TTR a) vista a una magnificación de 2000 X observando una distribución de la fase α en los límites de la fase η , b) vista a una magnificación de 5000 X en las que se observa la formación de granos equiaxiados, además de un crecimiento de grano en comparación con la muestra ZC2P + 30TTR.	30
4.7	Micrografías de la microestructura de la muestra ZC6P + 30TTR: a) vista general a una magnificación de 2000 X, b) vista a 5000 X para observar los detalles.	31
4.8	Micrografías de la microestructura de la muestra ZC6P + 120TTR a) vista general de 1000 X, b) vista a 2000 X.	32
4.9	Micrografías de la microestructura de la muestra Z24H en donde se presenta, a) una microestructura totalmente laminar o eutectoide compuesta por las fases α que se presenta como	34

	zonas oscuras y η que se presenta como zonas claras, b) se señala los bordes de grano de la fase β , dentro de los que se observa la distinta orientación de la laminillas.	
4.10	Micrografías de la microestructura de la muestra Z48H en donde se presenta una microestructura laminar.	35
4.11	Micrografías de la microestructura de la muestra Z48H2P a) se observa la dirección preferencial provocado por la deformación plástica, b) se observa la distorsión de las láminas y zonas en las que se han formado granos finos.	36
4.12	Micrografías de la microestructura de la muestra Z48H6P a) vista general en donde se observa una mezcla de morfologías, laminar y de grano fino. b) vista a 2000 X en la que se muestran los detalles finos, observando un incremento en la fracción de granos finos en comparación con Z48H2P.	37
4.13	Distribución de la deformación plástica real después de un paso de extrusión en canal angular constante en condiciones de simulación.	38
4.14	Micrografía de la microestructura de la muestra Z48H2P + 30TTR.	39
4.15	Micrografía de la microestructura de la muestra Z48H2P + 120TTR.	40
4.16	Micrografía de la microestructura de la muestra Z48H2P + 180TTR.	40
4.17	Micrografía de la microestructura de la muestra Z48H6P + 30TTR.	41
4.18	Micrografía de la microestructura de la muestra Z48H6P + 120TTR.	41
4.19	Micrografía de la microestructura de la muestra Z48H6P + 180TTR.	42
4.20	Evaluación de la fracción laminar con respecto al tiempo de recocido de cada procesamiento realizado.	43
4.21	Micrografía de la microestructura de la muestra Z48H6P + 180TTR en la cual se presentó la menor fracción laminar remanente y un tamaño de grano de 1.07 μm .	45
4.22	Difractograma de rayos X de muestras ZC (colada) y Z48H (homogenizada durante 48 h) en donde se observa un desplazamiento en los picos principales de las fases ϵ y τ por lo que para este trabajo se consideró su ausencia.	46
4.23	Gráfica que muestra la fuerza requerida en cada ensayo de ECAP	48
4.24	Gráfica de la evaluación de la microdureza en la muestra Z48H procesada en 2 y 6 pasos de ECAP.	49
4.25	Gráfico de microdureza en función de los tiempos de recocido a 250 °C en las muestras procesada por 2 y 6 pasos de ECAP partiendo de una microestructura homogenizada a 350 °C por 48 h.	50

4.26	Curva esfuerzo deformación convencional de la muestra Z48H6P	51
4.27	Curva esfuerzo deformación convencional de la muestra Z48H6P + 180TTR.	52

Índice de tablas

Tabla	Descripción	Pagina
1.1	Propiedades físicas y mecánicas de la aleación eutectoide Zn-22%Al enfriada en equilibrio.	3
1.2	Propiedades físicas y mecánicas de la aleación Zn-21%Al-2%Cu con una microestructura laminar.	5
2.1	Trabajos con ECAP en la aleación eutectoide Zn-22%Al	10
4.1	Microanálisis realizados en la muestra ZC basándose en la figura 4.1b	24
4.2	Resultados de cuantificación de la fracción laminar de las muestras procesadas por 2 y 6 pasos por ECAP con sus respectivos tiempos de tratamientos térmicos.	42
4.3	Resultados de tamaño de grano de la muestra Z48H6P con sus correspondientes tratamientos térmicos de recocido	44

Resumen.

En este trabajo se determinaron las condiciones para obtener una microestructura de granos finos equiaxiados en una aleación eutectoide Zn-21%Al-2%Cu, procesada por extrusión en canal angular contante (ECAP) a temperatura ambiente, siguiendo la ruta Bc.

La microestructura de granos finos se obtuvo aplicando un tratamiento de homogenización en la aleación con una microestructura de colada, este tratamiento consistió en mantener durante 48 h a una temperatura de 350 °C, enfriando al aire. Se obtuvo una microestructura laminar, la cual fue procesada con 6 pasos de ECAP, después se aplicó un recocido a 250 °C durante 180 min y se enfrió en agua con hielo obteniendo granos finos con un tamaño promedio de 1.17 μm .

Se caracterizó la microestructura en función del número de pasos de ECAP y del efecto de los tratamientos térmicos. Se observó una reducción del 95% en esfuerzo de cedencia. Al aplicar un tratamiento térmico de recocido para estabilizar la microdureza se observó un incremento en la microdureza del 160%.

Introducción.

La aleación eutectoide Zn-22% en peso de aluminio se ha estudiado debido a las propiedades mecánicas y físicas que presenta, tales como la resistencia a la cedencia, a la tensión y al desgaste, además de sus propiedades tribológicas. Su densidad es de 5.2 g/cm^3 que es menor a la de un acero de bajo carbono (7.8 g/cm^3) [1,2]. Entre otras propiedades se destaca su excelente fluidez y fácil moldeo por lo que la aleación se utiliza en soportes y perfiles para la industria de la construcción. La principal desventaja es su baja resistencia a la fluencia debido a su bajo punto de fusión. Esta limitación se ha tratado de mejorar con ayuda de otros elementos de aleación como pueden ser el Mn, Mg, Ti, Ag, Cu entre otros [3-5]. Sus propiedades mecánicas se pueden mejorar adicionado 2% en peso de cobre.

La aleación eutectoide Zn-Al modificada con 2% en peso de cobre tiene una microestructura laminar cuando solidifica en condiciones de equilibrio, y posee propiedades mecánicas que la ayudan a ser trabajada por procesos de conformado mecánico como extrusión, laminación, forjado entre otros procesos convencionales. Los cambios en la microestructura de la aleación provoca características mecánicas especiales, esto ha impulsado el estudio de nuevas técnicas para la obtención de microestructuras de grano ultrafino (menor a $1 \mu\text{m}$), una de las que más se ha utilizado es la extrusión en canal angular constante (por sus siglas en inglés) "ECAP", el cual es un proceso de deformación plástica severa. Al obtener un tamaño de grano menor a $10 \mu\text{m}$ en la aleación Zn-22%Al se puede presentar un comportamiento superplástico bajo ciertas características específicas. Debido a este comportamiento se pueden obtener piezas con morfologías complejas.

En este trabajo se determinarán las condiciones para obtener una microestructura de granos finos equiaxiados para la aleación Zn-21%Al-2%Cu, procesada por extrusión en canal angular constante a temperatura ambiente. Se estudiarán los cambios en la microestructura provocados por este proceso. Se evaluarán las propiedades mecánicas como la microdureza, el esfuerzo de cedencia y la resistencia a la tensión. Se determinaran las condiciones de procesamiento para obtener una microestructura de granos finos menores a $10 \mu\text{m}$.

Capítulo 1

Efecto de elementos aleantes y tipo de procesamiento en la microestructura de la aleación eutectoide Zn-Al.

La aleación eutectoide Zn-Al presenta baja fluencia por lo que se han realizado algunos trabajos en los que han añadido elementos aleantes como el magnesio, plata, silicio, itrio, zirconio, cobre, entre otros elementos, con la finalidad de fortalecer sus propiedades mecánicas [3-5]. Las propiedades mecánicas de la aleación dependen de la microestructura que presenta, ésta se puede modificar a través de tratamientos térmicos, procesos de conformado mecánico o por la combinación de ambos, conocidos como procesos termomecánicos.

En este capítulo se describirán las propiedades mecánicas de la aleación eutectoide Zn-22%Al en función de la microestructura y se determinará su efecto con 2% en peso de cobre, que es uno de los elementos aleantes que más se ha estudiado.

1.1 Características mecánicas y microestructurales de la aleación eutectoide Zn-22%Al.

El diagrama binario del sistema Zn-Al de la figura 1.1 señala la composición eutectoide. Esta aleación presenta una microestructura laminar cuando se enfría en equilibrio, debido a la transformación que se da a 275 °C. Por arriba de la temperatura eutectoide se encuentra la fase estable “ β ” (*beta*), que sufre una transformación formando dos fases estables a temperatura ambiente, una fase rica en aluminio llamada “ α ” (*alfa*, zonas oscuras) y otra fase rica en zinc llamada “ η ” (*eta*, zonas claras). Estas fases estables se muestran en la micrografía de la figura 1.1.

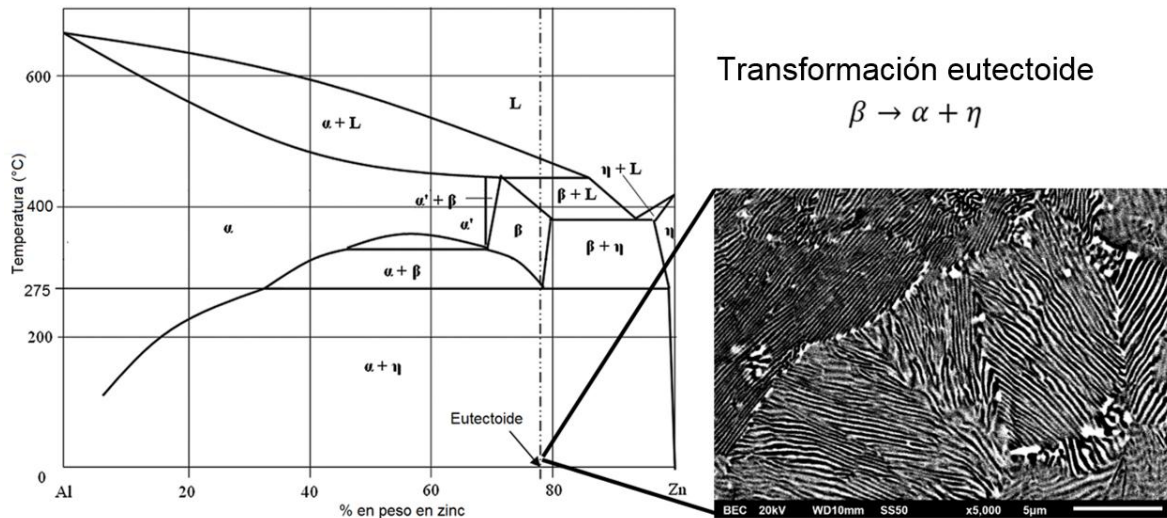


Fig. 1. 1 Diagrama binario Al-Zn, en el que se indica con una línea vertical punteada, la aleación eutectoide Zn-22%Al con morfología laminar. La fase α se presenta como láminas oscuras y la fase η como laminas claras [8].

La aleación Zn-22%Al con una microestructura laminar presenta un esfuerzo a la cedencia de 100 MPa y una resistencia a la tensión de 250 MPa, tiene una densidad de 5.2 g/cm³ que es menor a la de un acero de bajo carbono (7.8 g/cm³). Algunas propiedades físicas y mecánicas se resumen en la tabla 1.1 [7].

Tabla 1. 1 Propiedades físicas y mecánicas de la aleación eutectoide Zn-22%Al enfriada en equilibrio.

Temperatura de fusión	480 °C
Densidad	5.2 g/cm ³
Modulo elástico	80 GPa
Esfuerzo a la cedencia (0.2%)	100 MPa
Resistencia a la tensión	250 MPa

La microestructura laminar de ésta aleación se puede modificar para obtener una morfología de granos finos equiaxiados, a través de tratamientos termomecánicos y procesos de deformación plástica severa.

Al cambiar la microestructura laminar a una de granos finos puede presentar un comportamiento superplástico, el cual está definido como la habilidad de los materiales policristalinos para exhibir de manera isotrópica altas elongaciones en tensión antes de fracturarse [10], algunas investigaciones reportan elongaciones máximas en tensión de 2230% en la aleación Zn-22%Al [11]. Este comportamiento se presenta cuando se logra generar un tamaño de grano en forma equiaxial menor a 10 μm como el que se muestra en la figura 1.2.

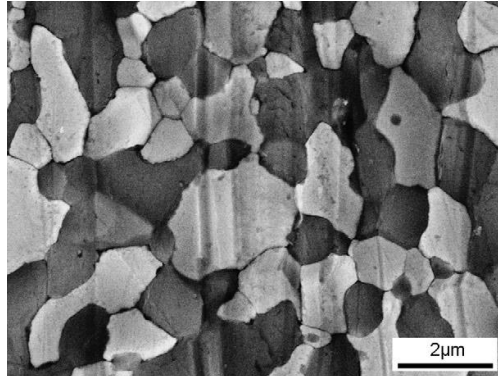


Fig. 1. 2 Microestructura de la aleación Zn-22%Al en la que se presentan granos finos menores a 10 µm, condición requerida para el conformado superplástico [15].

La aleación eutectoide Zn-22%Al puede modificarse con la adición de elementos como el magnesio, plata, silicio, itrio, zirconio, cobre, entre otros, cambiando algunas de sus propiedades mecánicas.

1.2 Efecto del cobre en la aleación eutectoide Zn-22%Al.

Torres [12] añadió hasta 7 % en peso de cobre en la aleación eutectoide Zn-22%Al, llegando a la conclusión de que al agregar cantidades mayores a 2.5 % de cobre, se promueve la formación de fases intermetálicas que son responsables de la inestabilidad dimensional [12]. Estas fases son ϵ (*épsilon* $CuZn_4$) y τ (*tau* Al_4Cu_3Zn), presentadas en el corte isotérmico a 250 °C del diagrama ternario Al-Cu-Zn que se muestra en la figura 1.3. En este diagrama se observa dos líneas que intersectan en un punto, esta intersección indica la composición eutectoide con 2 % en peso de cobre, mostrando que las fases intermetálicas no se forman con esa cantidad de cobre. Se ha reportado [9, 12] que con este contenido de cobre la resistencia a la corrosión intergranular aumenta debido a que dicho elemento fortalece la pasividad del aluminio. Por otro lado es importante mencionar que las líneas de transformación del diagrama binario Zn-Al no son modificadas debido a que el 2% en peso de cobre entra en solución sólida en las fases presentes (alfa y eta) [13].

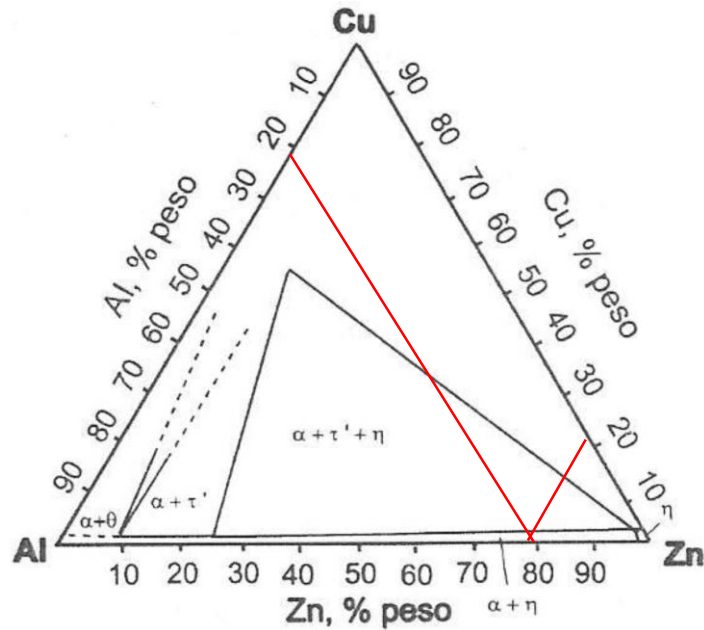


Fig. 1. 3 Corte isotérmico a 250 °C del diagrama ternario Al-Cu-Zn, en el cual se observa que no existen las fases intermetálicas ϵ y τ con adiciones menores a 2% de cobre [9].

La aleación eutectoide Zn-Al modificada con 2% de cobre presenta características similares en cuanto a la morfología de las fases, además presenta un módulo elástico de 100 GPa y de exhibir una alta trabajabilidad para los procesos de conformado mecánico como la laminación, extrusión, forjado, entre otros. Algunas de las propiedades de esta aleación son: buena capacidad de moldeo, resistencia al desgaste y a la corrosión entre otras propiedades que se presentan en la tabla 1.2.

Tabla 1. 2 Propiedades físicas y mecánicas de la aleación Zn-21%Al-2%Cu con una microestructura laminar [12].

Temperatura de fusión	480°C
Densidad	5.4 g/cm ³
Modulo elástico	100 GPa
Esfuerzo a la cedencia (0.2%)	295 MPa
Resistencia a la tensión	390 MPa
Conductividad eléctrica	0.0000059 ohm cm ⁻¹
Conductividad térmica	125.5 W m ⁻¹ K ⁻¹

Se ha reportado que la aleación Zn-21%Al-2%Cu presenta un comportamiento superplástico [14]. Este comportamiento ocurre a partir de una microestructura de granos finos equiaxiados menores a 10 μm , una baja rapidez de deformación ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{s}^{-1}$) y una temperatura homóloga mayor o igual a 0.5 (240 °C). [10-12,14]

Debido a que la aleación en estado de equilibrio presenta una microestructura diferente a la de granos finos, el principal problema es la obtención de esta microestructura para modificar sus propiedades mecánicas, por lo cual se han empleado diferentes tipos de procesamientos termomecánicos para obtener dicha microestructura.

Negrete y Torres [13] lograron la microestructura de granos finos en la aleación Zn-21%Al-2%Cu, partiendo de una microestructura de colada, la cual fue homogenizada a 350 °C y después fue procesada con extrusión inversa en caliente a 290 °C. Ramos et al. [14] obtuvieron una microestructura de granos finos equiaxiados en una aleación Zn-21%Al-2%Cu, a partir de una colada continua, se le realizaron procesos de extrusión y laminación a 290 °C y 240 °C respectivamente, finalizando con un tratamiento térmico de solubilización de 350 °C durante una hora enfriando en agua a temperatura ambiente para obtener la microestructura.

El cambio de la microestructura en las aleaciones provoca características mecánicas diferentes, por lo cual se ha impulsado el estudio de nuevas técnicas para la obtención de microestructuras de granos finos (menores a 1 μm) [15]. Los procesos de deformación plástica severa, SPD (por su nombre en inglés **Severe Plastic Deformation**) se han utilizado para modificar las microestructuras de aleaciones ferrosas y no ferrosas, cambiando las propiedades mecánicas de los materiales, algunos de estos procesos más importantes se encuentran: la torsión a alta presión, la laminación acumulada y la extrusión en canal angular constante [16-18].

Se puede utilizar algún proceso de SPD para intentar obtener la microestructura de granos finos equiaxiados en la aleación eutectoide Zn-21%Al modificada con 2 % en peso de cobre.

Capítulo 2

Refinamiento de grano usando extrusión en canal angular constante.

Los procesos de deformación plástica severa, consisten en someter a los materiales a una deformación real de 1, en el menor número de pasos de procesamiento [19]. Estos procesos ayudan a obtener un tamaño de grano submicrométrico (entre 1 μm y 100 nm) y puede llegar hasta el orden de tamaño nanométrico (menor a 100nm) [20, 21]. El uso de procesos de deformación plástica severa mejora las propiedades del material mediante la formación de una microestructura de granos finos. Uno de estos procesos, es la Extrusión en Canal Angular Constante, o por su nombre en inglés: ***Equal Channel Angular Pressing (ECAP)*** [20-27]. Este proceso ha sido muy utilizado debido a que no se modifican las dimensiones transversales de la muestra, a diferencia de los procesos convencionales como la extrusión y laminación. [16-18].

En este capítulo se darán a conocer los fundamentos del procesamiento de extrusión en canal angular constante, y de los experimentos realizados en el sistema eutectoide Zn-22%Al por medio de este procesamiento.

2.1 Fundamentos de la extrusión en canal angular constante.

El procesamiento ECAP proporciona una ventaja sobre los procesos de conformado mecánico convencionales ya que puede producir una gran cantidad de deformación plástica en aleaciones metálicas con estructuras FCC (Al, Cu, Ni, Au, etc.), HCP (Zn, Mg, Ti, Zr, etc.), aleaciones eutécticas, eutectoides y materiales compuestos [20,24]. El ECAP consiste en hacer pasar una muestra sólida a través de un dado o matriz que posee un canal de sección constante, con la ayuda de un punzón. Además estos canales poseen un ángulo interno ϕ (Φ) que se forma en la intersección de los canales de entrada y salida, y un ángulo exterior ψ (ψ) que abarca la curvatura en la intersección de los canales, como se observa en la figura 2.1. Durante este procesamiento la muestra deformada se divide en tres partes que se le conocen como cabeza, cuerpo y cola.

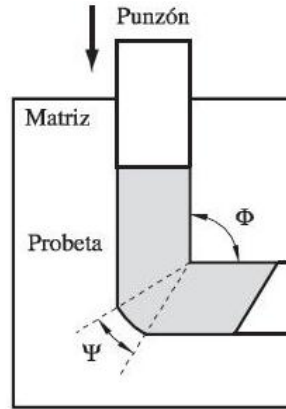


Fig. 2. 1 Proceso de extrusión de canal angular constante [28].

Al obtener matrices con diferentes ángulos de intersección (interno y externo) se pueden obtener diversos grados de deformación. Furuno et al. [29] realizaron experimentos con diferentes matrices con ángulos internos (Φ) de 45° - 180° para los valores de la curvatura externa (ψ) de 0° - 90° obteniendo los resultados que se presentan en la figura 2.2 indicando la deformación real equivalente en un paso de ECAP.

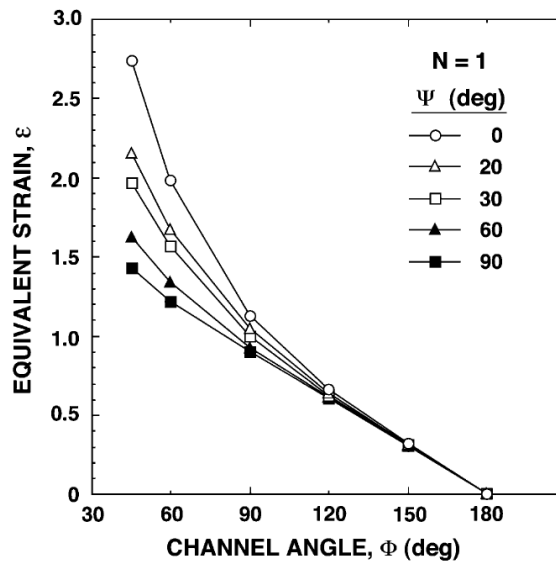


Fig. 2. 2 Evaluación de la deformación equivalente (ε) con ángulos internos Φ de 45° a 180° con valores de la curvatura externa ψ de 0° a 90° , para $N=1$ [29].

Los resultados obtenidos en la figura 2.2 fueron calculados a partir de la siguiente ecuación:

$$\varepsilon = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad (1)$$

Donde ϵ es la deformación real y N es la cantidad de pasos del procesamiento por ECAP [19, 20, 24].

Cuando la muestra es procesada con una matriz en el que su ángulo interno Φ sea de 90° y su ángulo externo ψ sea entre $20 - 30^\circ$, se obtendrá una deformación real de 1. Estos ángulos se han utilizado frecuentemente en otras investigaciones con el fin de obtener tamaños de granos ultrafinos menores a $1 \mu\text{m}$ [31-38].

Existen diversas rutas del procesamiento ECAP, las cuales se presentan de acuerdo a la forma en que la muestra se gira respecto a su eje longitudinal, después de cada paso, como se muestra en la figura 2.3. Estas rutas son:

Ruta A: la muestra no se rota.

Ruta B_A: la muestra se rota 90° en direcciones alternas en cada paso.

Ruta B_C: la muestra se rota 90° en un mismo sentido en cada paso.

Ruta C: la muestra se rota 180° en cada paso.

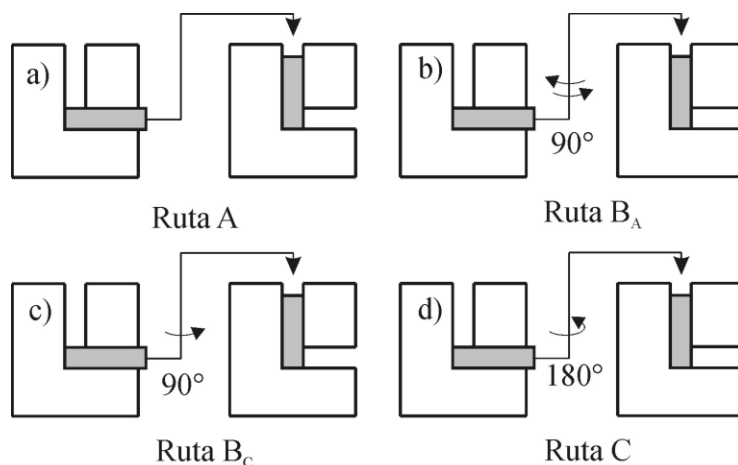


Fig. 2. 3 Rutas de procesamiento por extrusión en canal angular constante [20].

Se ha demostrado que la ruta B_C es la que genera una deformación más uniforme en la muestra, conforme se incrementa el número de pasos del procesamiento, obteniendo una morfología equiaxial en la microestructura del material [20,24].

2.2 Procesamiento de la aleación eutectoide Zn-22%Al por extrusión en canal angular constante (ECAP).

Algunos investigadores han utilizado el ECAP para obtener microestructuras de granos submicrométricos en la aleación eutectoide Zn-22%Al. Estos trabajos presentan una serie de condiciones bajo las que se realizó este procesamiento logrando un tamaño de grano menor a 1 μm , ya que, uno de los principales problemas que existen en esta aleación, es la obtención de una microestructura de granos finos. En la tabla 2.1 se puede ver cuál fue la microestructura de partida, los pasos de ECAP, la ruta y la temperatura del procesamiento indicando el tamaño de grano obtenido al final del procesamiento.

Tabla 2. 1 Trabajos con ECAP en la aleación eutectoide Zn-22%Al.

Microestructura inicial	Pasos de ECAP	Ruta de procesamiento	Temperatura de trabajo ($^{\circ}\text{C}$)	Tamaño de grano final (μm)	Investigador	Año
Granular 1 μm	8	Bc	100	0.4-0.8	Furukawa y Langdon [24]	1998
Granular 1.8 μm	8	Bc	200	0.8	Huang y Langdon [30]	2002
Laminar	4 8 8	Bc	Ambiente Ambiente 100	0.35 0.3 0.6	Tanaka et al [26]	2003
Laminar	4	Bc	Ambiente	0.35	Tanaka y Higashi [31]	2004
Granular 1.8 μm	8	Bc	200	0.9	Kumar et al [32]	2005
Granular 1.8 μm	4 8 20 24	Bc	200	0.8 0.7 0.9 0.9	Kumar et al [33]	2006
Granular 10 μm	8	Bc	Ambiente	0.55	Xia et al [34]	2008
Colada	8	C	-10 25 50	0.3 0.5 0.8	Yang et al [35]	2008
Granular 1.8 μm	8	Bc	200	0.9	Kawasaki y Langdon [25]	2008
Granular 1.8 μm	8	Bc	200	0.8	Kawasaki y Langdon [22]	2009
Laminar	4 4 (total 8)	Bc	350 Ambiente	0.2	Demirtas et al [36]	2015
Laminar	4	Bc	Ambiente	0.4	Demirtas et al [37]	2016
Laminar	4 4 (total 8)	Bc	350 Ambiente	0.2	Cetin et al [38]	2016

Furukawa y Langdon [31] lograron obtener una microestructura de grano fino equiaxial para lograr un comportamiento superplástico en una aleación Zn-22%Al. Esta aleación fue procesada ocho veces por ECAP a una temperatura de 100 °C siguiendo la ruta Bc. El tamaño final de grano fue entre 0.4 y 0.8 μm como se muestra en la figura 2.4a. Lograron obtener una deformación de 1540 % y 1970 % en un ensayo de tensión a una rapidez de 10^{-1} y 10^{-2} s^{-1} respectivamente a una temperatura de prueba de 200 °C como se muestra en la figura 2.4b

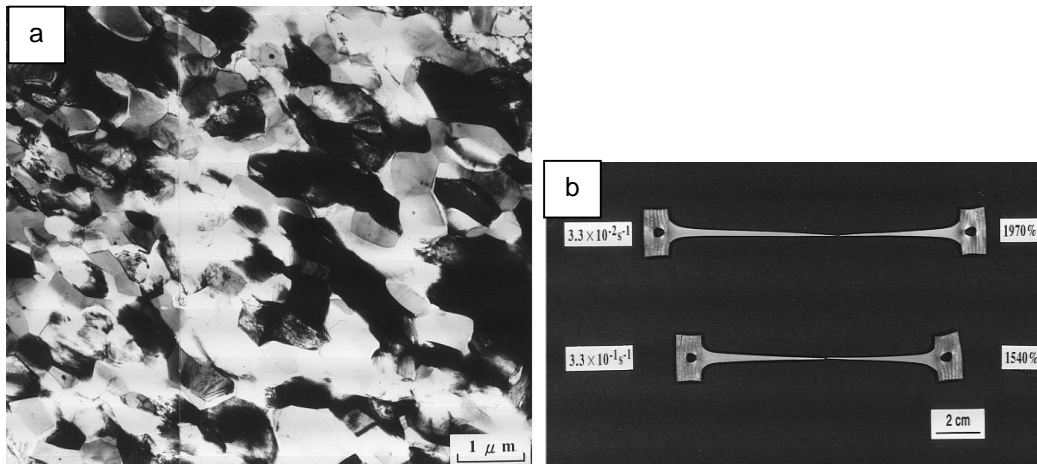


Fig. 2. 4 a) Microestructura de muestra procesada con 8 pasos de ECAP a 100 °C, b) ensayos de superplasticidad en tensión a 200 °C.

Kumar et al. [32] lograron obtener una microestructura de granos finos en una aleación Zn-22%Al por medio de 4, 8, 20 y 24 pasos de ECAP a una temperatura de 200 °C siguiendo la ruta Bc, partiendo de un tamaño de grano de 1.8 μm . Lograron una microestructura de granos submicrométricos de 0.8, 0.7, 0.9 y 0.9 respectivamente, en la figura 2.5 se observa las micrografías de granos finos de las muestras procesadas por 4 y 24 pasos.

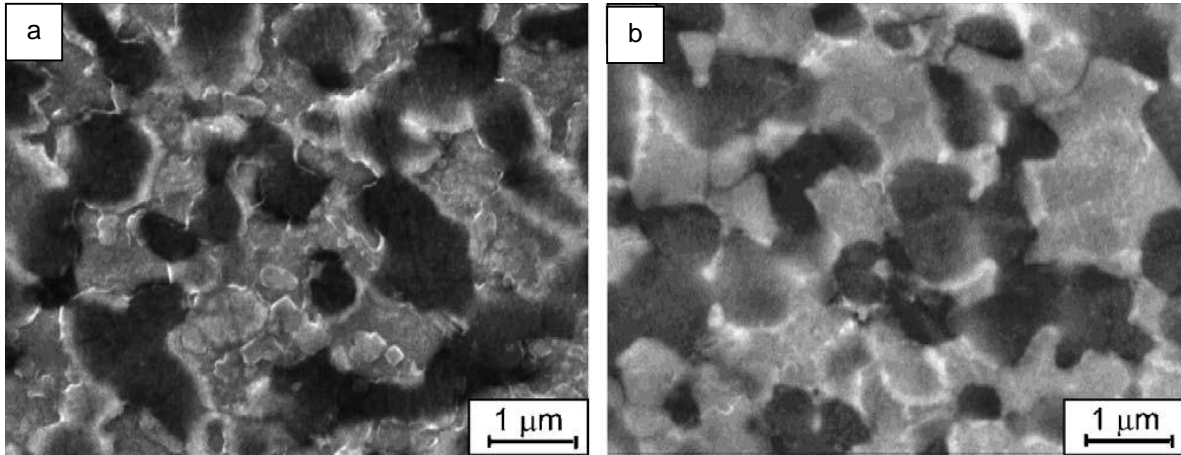


Fig. 2. 5 Microestructuras de una aleación Zn-22%Al procesada con: a) 4 pasos y b) 24 pasos de ECAP a 200 °C.

Xia et al. [34] lograron una microestructura de granos finos, partiendo de una aleación Zn-22%Al con un tamaño de grano inicial de 10 μm , esta aleación la procesaron por 8 pasos de ECAP siguiendo la ruta Bc a temperatura ambiente, logrando una microestructura de granos finos de 0.55 μm , como se muestra en la figura 2.6.

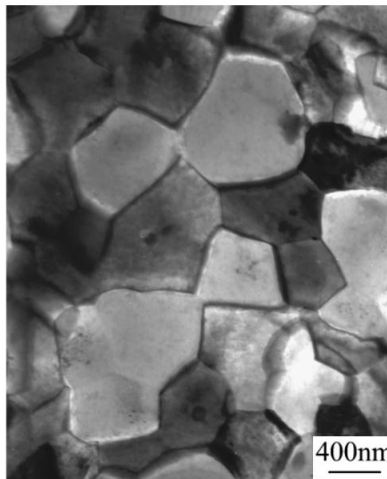


Fig. 2. 6 Microestructura obtenida con 8 pasos de ECAP a temperatura ambiente.

Yang et al. [35] trabajaron en una aleación Zn-22%Al con una microestructura de colada, esta aleación la procesaron con 8 pasos de ECAP siguiendo la ruta C. El primer procesamiento se dio a una temperatura de -10 °C, obteniendo un tamaño de grano de 0.3 μm como se presenta en la micrografía de la figura 2.7a. Otro procesamiento se realizó a temperatura ambiente (25 °C) generando un tamaño de grano de 0.5 μm como se puede ver en la micrografía de la figura 27.b. El último

procesamiento se llevó a cabo a 50 °C, logrando una microestructura de granos finos de 0.8 μm como se muestra en la figura 2.7c.

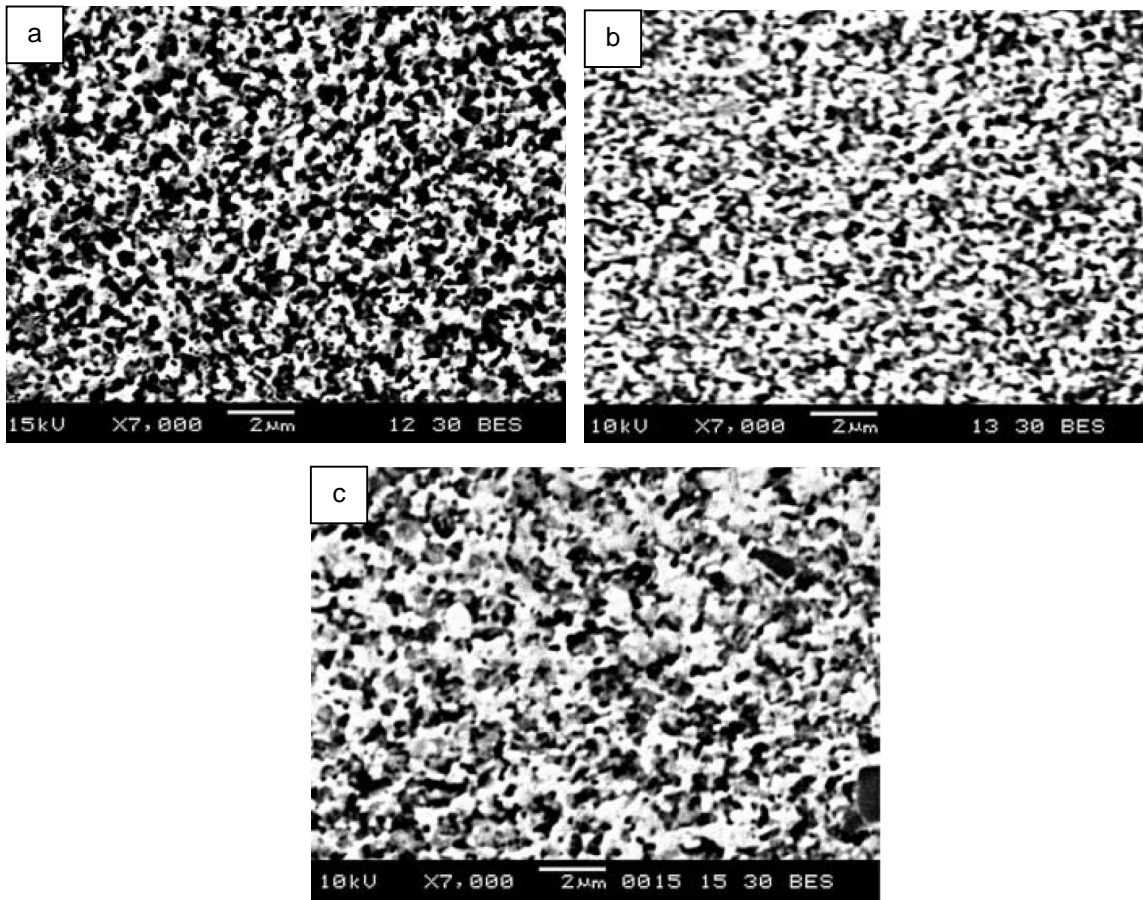


Fig. 2. 7 Microestructuras de la aleación Zn-22%Al procesadas con 8 pasos de ECAP utilizando la ruta C, a) -10 °C, b) temperatura ambiente (25 °C) y c) 50 °C.

Kawasaki y Langdon [25] lograron una condición superplástica partiendo de una aleación Zn- 22% Al, con un tamaño de grano inicial de 1.8 μm , la cual fue procesada ocho veces con ECAP a 200 °C, siguiendo una ruta B_c. Obtuvieron un tamaño de grano de ~0.9 μm , como se observa en la micrografía de la figura 2.8a. Esta aleación fue deformada superplásticamente a una rapidez de deformación de $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ logrando una deformación total de 2230 %, como se muestra en a figura 2.8b.

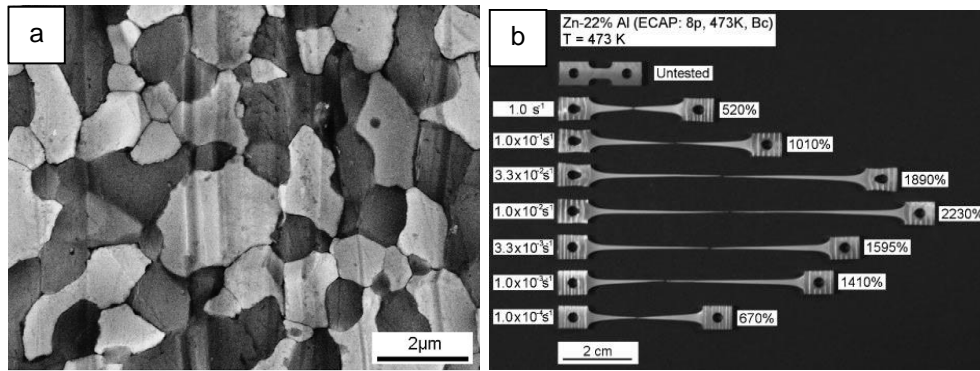


Fig. 2. 8 a) Microestructura de la muestra procesada con 8 pasos de ECAP a 200°C, b) muestras ensayadas en tensión a 200 °C con una microestructura obtenida con ECAP.

Demirtas et al. [36] lograron una condición superplástica en una aleación Zn-22%Al con microestructura laminar sobre la cual realizaron 4 pasos de ECAP a 350 °C y 4 a temperatura ambiente (para un total de 8 pasos), siguiendo la ruta Bc, . Obtuvieron un tamaño de grano de ~200 nm como se observa en la figura 2.9 a. Se logró una deformación en tensión a temperatura ambiente de 400% a una rapidez de $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ como se muestra en la figura 2.9 b.

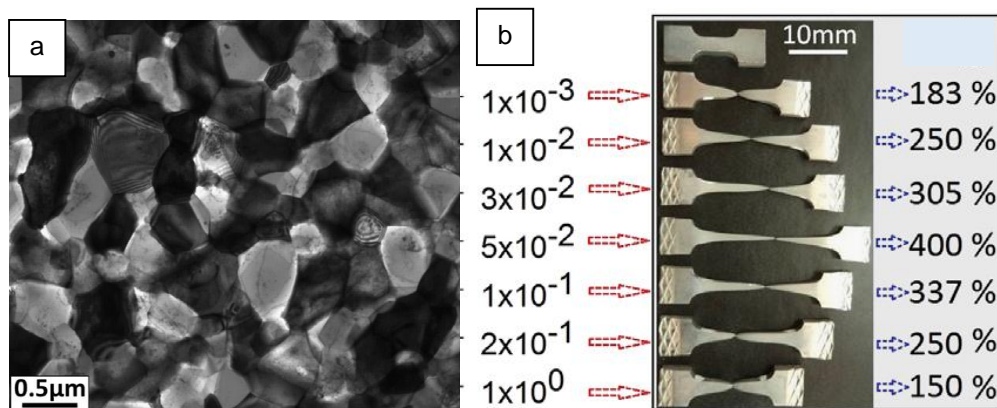


Fig. 2. 9 a) Microestructura de la aleación procesada con 8 pasos de ECAP a diferentes temperaturas para obtener un tamaño de grano ~ 200nm, b) resultados de ensayos de tensión a temperatura ambiente con diferentes rapidezces de deformación.

Con base en los trabajos que se revisaron, se puede determinar que las condiciones de procesamiento en las que se ajustan las investigaciones son: 1) realizar ECAP hasta 8 pasos y 2) seguir la ruta Bc. La temperatura de procesamiento se puede fijar o puede realizarse una combinación de procesos en alta temperatura y la ambiente. Se puede obtener tamaños de granos menores a 0.5 μm partiendo en una microestructura laminar.

En este trabajo se propondrá obtener una microestructura de granos finos en una aleación eutécticoide Zn-21%Al modificada con 2% en peso de Cu (Zn-21%Al-2%Cu) por medio del ECAP a temperatura ambiente siguiendo la ruta Bc, partiendo de una microestructura de colada, aplicando 2 y 6 pasos de ECAP ya que se intentará

reducir el número de pasos promedio en los que se ha reportado obtener la microestructura granular (8 pasos) y aplicar la menor energía térmica posible. Si no se logra la microestructura deseada, se planteara una serie de tratamientos térmicos previos o posteriores al procesamiento de acuerdo a los resultados obtenidos, con el objetivo de determinar las condiciones para lograr una microestructura de granos finos en la aleación. Además se estudiaran los cambios microestructurales provocados por el procesamiento ECAP evaluando las propiedades mecánicas.

Capítulo 3

Procesamiento de la aleación Zn-21%Al-2%Cu por extrusión en canal angular constante a temperatura ambiente.

En éste capítulo se describirán las condiciones de procesamiento para obtener una microestructura de granos finos equiaxiados para la aleación Zn-21%Al-2%Cu. Se describirán las técnicas utilizadas para la caracterización de la microestructura y la evaluación de propiedades mecánicas.

3.1 Obtención y fabricación de probetas de la aleación Zn-21%Al-2%Cu.

Las probetas para el desarrollo de este trabajo se obtuvieron mediante la fusión de los elementos zinc, aluminio y cobre con pureza de grado comercial. La aleación se fundió en un horno con resistencia eléctrica, dentro de un crisol de grafito. Se produjeron barras en formas cilíndricas, las cuales se maquinaron para obtener probetas de 1.6 cm de diámetro y 6.5 cm de largo como se muestra en la figura 3.1.



Fig. 3. 1 Probetas cilíndricas usadas para el procesamiento de extrusión en canal angular constante.

3.2 Proceso de extrusión en canal angular constante (ECAP).

El herramental utilizado para este trabajo se presenta en la figura 3.2 en donde se muestra el punzón y el dado (matriz) con un ángulo Φ (*fi*) de 90° y ψ (*psi*) de 36° , ambos se fabricaron con un acero comercial grado herramienta H13. Al punzón se le realizó un tratamiento térmico para obtener una dureza de 50 Rockwell C. Con ayuda de este herramental se procesaron las probetas con microestructuras de colada por 2 y 6 pasos de ECAP siguiendo la ruta Bc a temperatura ambiente. Esto se propuso con el fin de generar una homogenización y formación de granos finos

equiaxiados de tamaños menores a 10 μm en las muestras, por medio de la deformación plástica severa. A este procesamiento se le denominó como la condición 1.



Fig. 3. 2 Herramental utilizado para el procesamiento de extrusión en canal angular constante.

Las muestras de colada procesadas con 2 y 6 pasos de ECAP (Condición 1) se les aplicaron un tratamiento térmico de recocido, debido a que no se logró generar una homogenización ni distribución de las fases. Este tratamiento consistió en mantener las muestras a 250 $^{\circ}\text{C}$, ya que esta temperatura, se encuentra por debajo de la línea de transformación eutectoide (275 $^{\circ}\text{C}$), estos tratamientos se realizaron durante 30 y 120 minutos. El medio de enfriamiento posterior a este tratamiento fue agua y hielo, a una temperatura aproximada de 2 $^{\circ}\text{C}$. A esta serie de procesamientos se le denominó como condición 2.

Se realizó un tratamiento térmico de homogenización a las probetas en estado de colada, con el fin de distribuir y homogenizar las fases de la aleación, intentando cambiar la microestructura de fundición, a una laminar. El tratamiento de homogenización se llevó a cabo a 350 $^{\circ}\text{C}$ durante 24 y 48 horas, enfriando al aire (normalizado). Esta temperatura se eligió ya que se encuentra por encima de la línea de transformación eutectoide, asegurando la presencia de una fase estable conocida como *beta* (β), la cual se transforma en un agregado laminar, de acuerdo a la transformación eutectoide $\beta \rightarrow \alpha + \eta$, siempre y cuando exista un enfriamiento en equilibrio.

Las muestras homogenizadas durante 24 horas se procesaron por 2 y 6 pasos de ECAP (condición 3) y las muestras homogenizadas durante 48 horas se procesaron por 2 y 6 pasos de ECAP (condición 4). Se propuso realizar nuevamente un tratamiento de recocido de 250 $^{\circ}\text{C}$, posterior a las condiciones 3 y 4. Estos tratamientos se llevaron a cabo durante 30, 120 y 180 minutos, enfriando

bruscamente en agua con hielo (2 °C), intentando generar una microestructura de granos finos equiaxiados (Condiciones 5 y 6).

Durante la experimentación se tomó en cuenta la siguiente nomenclatura para nombrar a las muestras.

Z: Aleación Zn-21%Al-2%Cu.

C: Microestructura de colada.

“t”H tiempo en horas de tratamiento de homogenización a 350 °C (ejemplo: 24H o 48H).

“N”P número de pasos procesada por ECAP (ejemplo: 6P).

“t”TTR: tiempo en minutos de tratamiento térmico de recocido a 250 °C.

Ejemplos:

ZC2P: aleación Zn-21Al-2Cu en estado de colada, procesada por 2 pasos de ECAP.

Z24H6P+30TTR: aleación Zn-21Al-2Cu, homogenizada por 24 h, procesada por 6 pasos de ECAP y recocida por 30 min.

3.3 Cambios de la microestructura en función de los pasos de extrusión en canal angular constante (ECAP).

Se describirán y discutirán los cambios que presentó la microestructura después de las diferentes condiciones de procesamiento, hasta que se logró obtener la microestructura de granos finos equiaxiados. Para observar estos cambios se utilizó un microscopio electrónico de barrido (MEB) marca JEOL modelo JSM-6610LV.

3.4 Cuantificación de fracción laminar remanente y evaluación de tamaño de grano.

Se cuantificaron las fracciones laminares remanentes en las muestras: homogenizadas durante 24 horas procesadas con 2 y 6 pasos de ECAP (condición 3), las muestras homogenizadas durante 48 horas procesadas con 2 y 6 pasos de ECAP (condición 4) con sus respectivos tiempos de tratamientos de recocido posteriores al ECAP. Esta medición se llevó a cabo por el método de conteo puntual manual que describe el estándar ASTM E-562 [39]. Se determinó el tamaño de grano promedio en las muestras que presentaron la menor fracción laminar, por medio del método de intersección lineal obteniendo el promedio de al menos 20 campos como se describe en la norma ASTM E112 [40].

3.5 Difracción de rayos X.

Se determinaron las principales fases que se presentan en la muestra de colada y en la homogenizada durante 48 horas. Se determinó la ausencia de los compuestos intermetálicos épsilon (ϵ) y tau (τ). Para esto se realizó difracción de rayos X (DRX) sobre la muestra en estado de colada y la muestra homogenizada durante 48 horas. Se utilizó un difractómetro marca Rigaku DMAX-2200 con una radiación de $K\alpha$ de cobre obtenida con un cristal monocromador de grafito, este análisis se realizó en valores de 2θ (*theta*) de 30 a 90° con un *Step Size* de 0.01 °. Estas condiciones de operación fueron seleccionadas debido a que, los picos principales de las fases presentes en la aleación se encuentran en estos valores, como también lo reportan otros estudios [41].

3.6 Evaluación de las propiedades mecánicas.

La evaluación del comportamiento mecánico de esta aleación se realizó realizando un seguimiento en los valores obtenidos de la fuerza que se requiere en cada paso del procesamiento ECAP. Además, se evaluó la microdureza de la aleación en las diferentes condiciones de procesamiento y se evaluó el esfuerzo de cedencia y la resistencia a la tensión en las muestras que presentaron la menor fracción laminar remanente.

3.6.1 Evaluación de la variación de la fuerza requerida para el procesamiento de ECAP.

Se determinó la variación de la fuerza necesaria para la extrusión de las muestras homogenizadas durante 48 horas, procesadas por 2 y 6 pasos de ECAP (condición 4) debido a que esta condición obtuvo un cambio importante de la microestructura de una morfología laminar a una de granos finos. Estos resultados se obtuvieron con ayuda de la máquina de tracción marca Shimadzu modelo UH-600kN.

3.6.2 Microdureza

Se evaluó la microdureza en: las muestras de colada procesadas por 2 y 6 pasos de ECAP (condición 1), las muestras homogenizadas durante 24 y 48 horas y procesadas con 2 y 6 pasos de ECAP (condiciones 3 y 4). También se evaluó el cambio en la microdureza en función de los tratamientos de recocido posteriores a las condiciones 1, 3 y 4. Para determinar estos valores se utilizó un microdurómetro marca Shimadzu HMV-G 21DT, utilizando una carga de 100 gramos-fuerza y un tiempo de permanencia de 15 segundos. Se realizaron al menos 10 ensayos en la

zona longitudinal de cada muestra, tomando el promedio para determinar la dureza en cada una de las condiciones mencionadas.

3.6.3 Ensayos de tensión.

Se realizaron ensayos de tensión para evaluar los valores de cedencia y la resistencia a la tensión en las muestras que presentaron la menor fracción laminar remanente después del ECAP y de los procesos de recocido posteriores al ECAP. Se maquinaron probetas con las dimensiones que se presentan en la figura 3.3. Estas medidas constan de una longitud calibrada (C) de 5 mm, un diámetro en la longitud calibrada de 2.5mm, una curvatura de 2.5 mm de radio. Para los brazos de agarre tiene una longitud aproximada de 14 mm y un diámetro de 7 mm. Estas medidas se determinaron debido a que no es posible generar probetas con medidas estandarizadas para las correspondientes pruebas. Estos ensayos se realizaron con ayuda de una maquina universal marca Shimadzu UH-600kN, con una velocidad del cabezal de 0.02 mm/min que equivale a una rapidez de deformación de $6.66 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

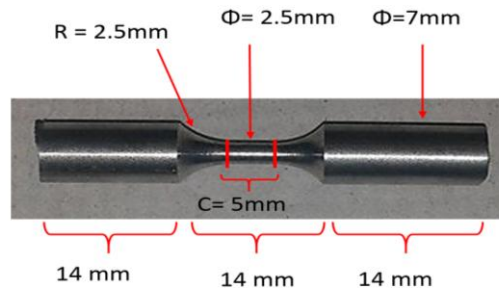


Fig. 3. 3 Fotografía que muestra las dimensiones en las cuales se maquinaron las probetas para ensayos de tensión para evaluar las propiedades mecánicas.

En la figura 3.4 se presenta el esquema general de las condiciones de procesamiento que se siguieron en este trabajo, hasta lograr obtener la microestructura de granos finos equiaxiados.

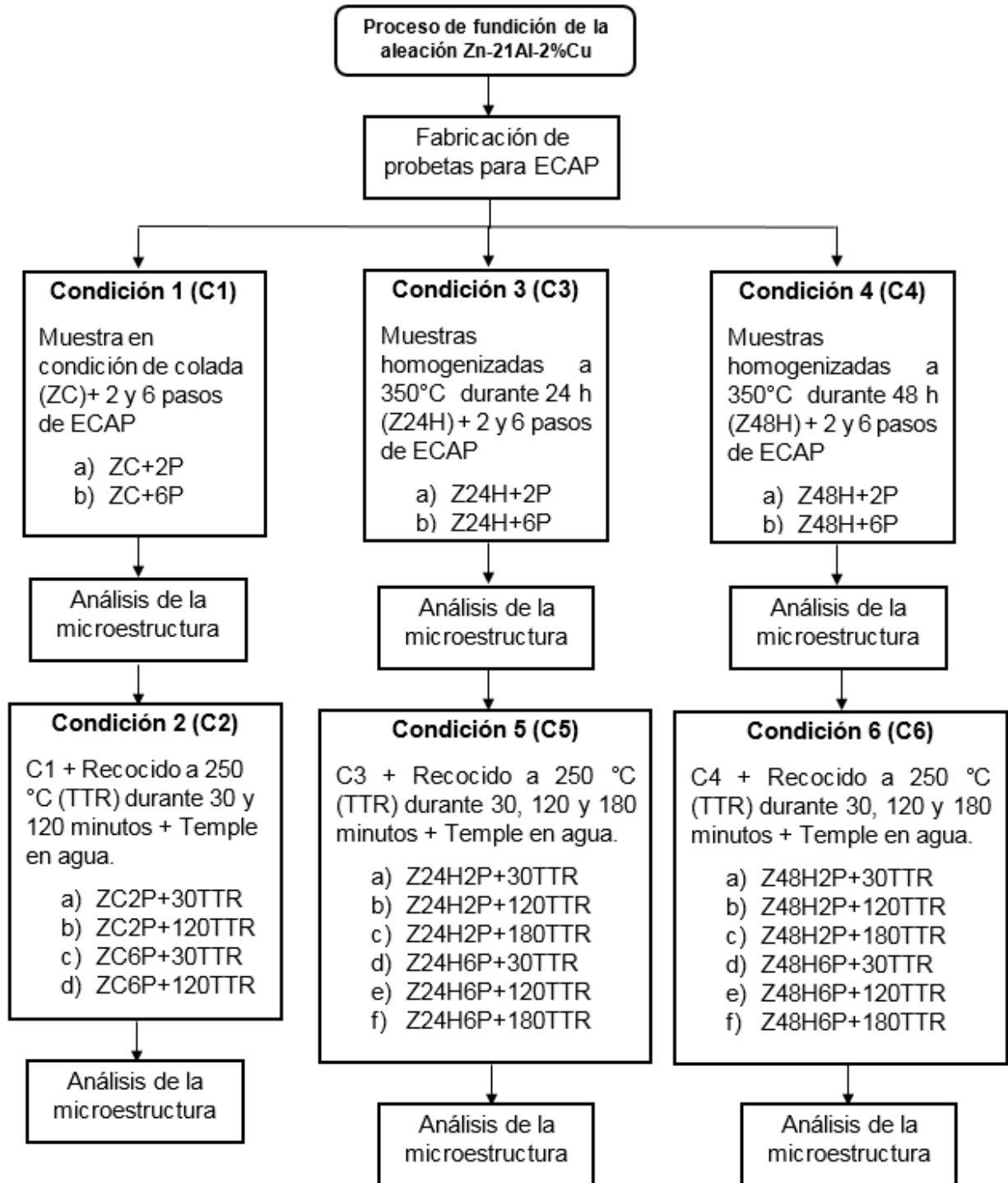


Fig. 3. 4 Esquema general de las condiciones de procesamiento realizadas.

Capítulo 4

Caracterización de la microestructura de la aleación Zn-21%Al-2%Cu procesada por extrusión en canal angular constante y su efecto sobre las propiedades mecánicas.

En este capítulo se discuten los cambios en la microestructura de esta aleación, de acuerdo a las condiciones propuestas en el capítulo 2. Se determinarán las condiciones en las que se obtuvo la microestructura referida y se evaluarán algunas de las propiedades mecánicas en función de los cambios en la microestructura.

4.1 Cambios de la microestructura en función de los pasos de extrusión en canal angular constante y de los tratamientos térmicos aplicados.

- **Procesamiento de 2 y 6 pasos de ECAP en muestras de colada (C1).**

La microestructura de una aleación eutécticoide Zn-22%Al en equilibrio se describió en el capítulo 1, sin embargo las aleaciones provenientes de fundición comúnmente presentan una microestructura dendrítica o de colada, la cual se forma a partir de un enfriamiento fuera del equilibrio. La microestructura de la muestra de colada (ZC) de la aleación Zn-21%Al-2%Cu se presenta a una magnificación de 2000 X en la micrografía de la figura 4.1a. La morfología que presenta la microestructura de colada se le conoce como dendritas por su forma de ramificaciones como se representa en el esquema de la figura 4.2b. Estas dendritas están rodeadas de la fase rica en zinc. La composición del último líquido remanente que se encuentra entre los espacios interdendriticos, varía de acuerdo con la línea *liquidus*, solidificando en el punto eutéctico, formando las fases ($\beta+\eta$) con una morfología laminar producto de esta transformación. Al llegar a una temperatura inferior a la línea de transformación eutécticoide (275 °C) la fase β se transforma en un producto eutécticoide ($\alpha+\eta$). Al finalizar la solidificación de la pieza, esta consta de una microestructura con microsegregación, que se presenta como las dendritas ricas en aluminio (zonas oscuras), rodeadas por una fase rica en zinc (zonas claras) con la presencia de algunas zonas del constituyente eutéctico [42] como se muestra en la figura 4.1b.

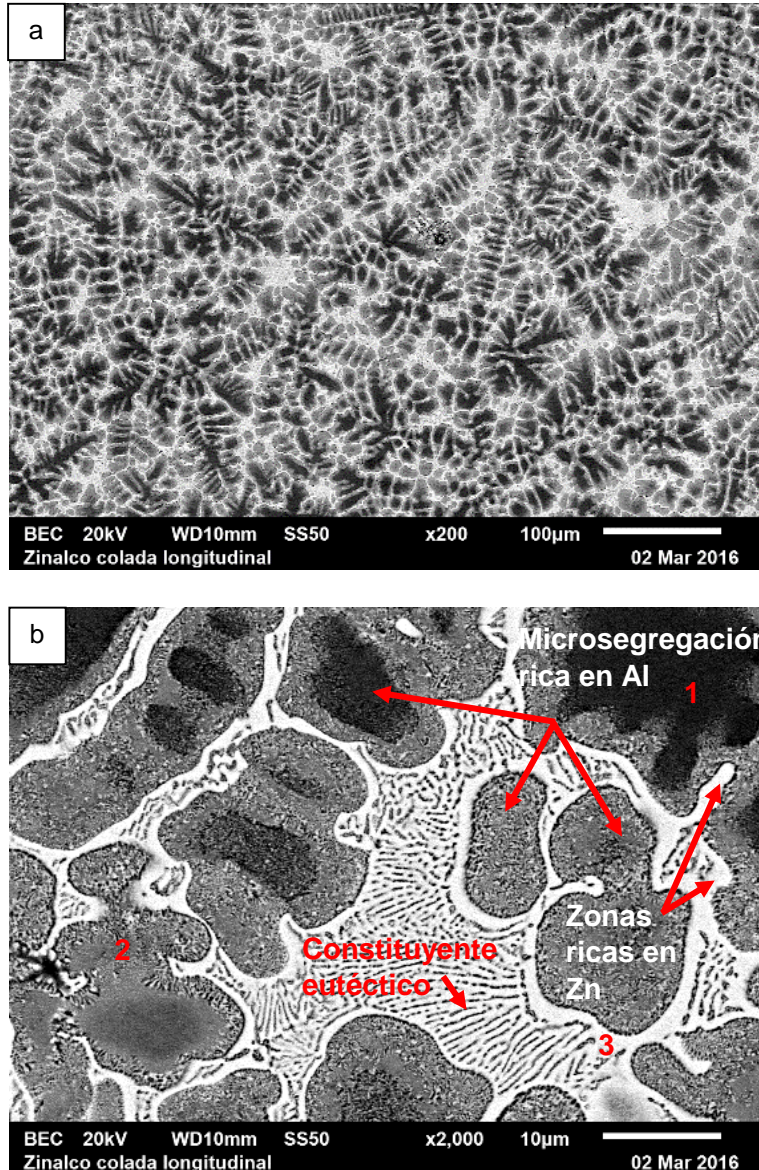


Fig. 4. 1 Micrográficas de la microestructura de la muestra ZC a) vista general a 200 X en la que se observan las dendritas, b) detalles en la microestructura donde se observa microsegregación de aluminio (zonas oscuras), rodeadas por una fase rica en zinc (zonas claras) con la presencia de algunas zonas con constituyente eutéctico.

La muestra ZC se formó a partir de un enfriamiento durante el vaciado de ésta aleación. La formación del primer sólido de la aleación, se da por debajo de la línea de *temperatura liquidus* (T_l). La formación del primer sólido presenta una composición aproximada de Zn-50%Al de acuerdo al diagrama de la figura 4.2a.

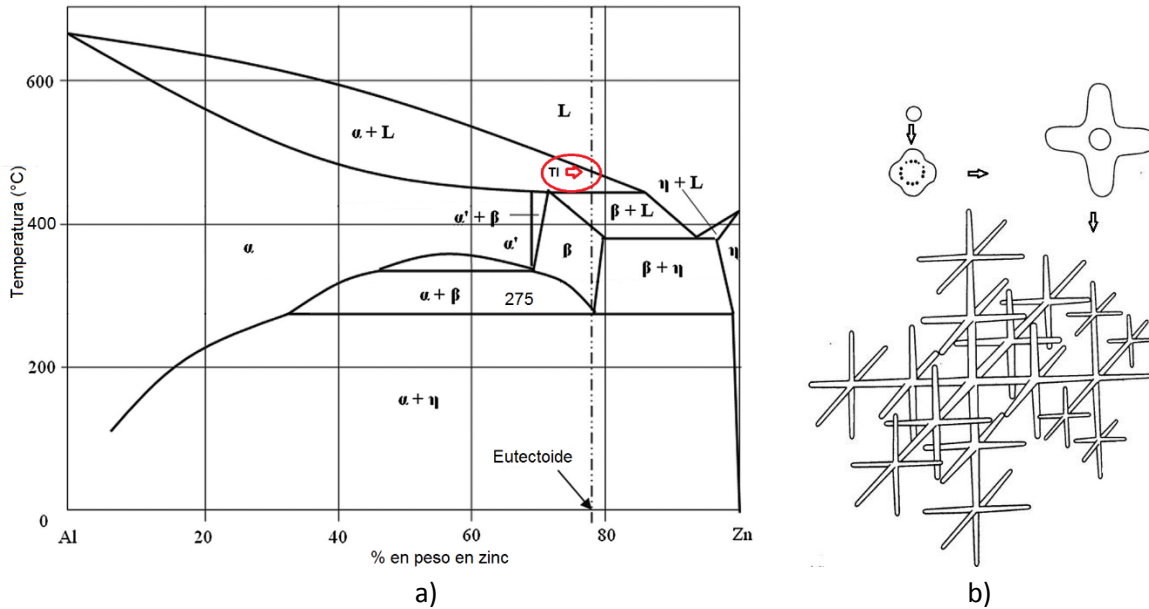


Fig. 4. 2 a) Diagrama binario Al-Zn en donde se muestra el punto de la temperatura *liquidus* (TL) para la aleación Zn-22%Al, formado el primer sólido de fase α por debajo de esta temperatura, este sólido presenta una composición acorde a la línea punteada; b) esquema que representa la nucleación y formación de dendritas ricas en α durante la solidificación fuera del equilibrio [42].

A partir del primer sólido formado durante la solidificación comienza la nucleación de la fase sólida, cuya composición química cambiará de acuerdo a la reducción de la temperatura, siguiendo la línea de *solidus*, es decir durante el enfriamiento la composición tendrá una reducción en el porcentaje en peso del aluminio y un incremento en el zinc, esto fue confirmado con un microanálisis en las zonas indicadas con los números 1, 2 y 3 (fig.4.1b) y estos resultados se resumen en la tabla 4.1.

Tabla 4. 1 Microanálisis realizados en la muestra ZC basándose en la figura 4.1b.

Zona	%Al (en peso)	%Zn (en peso)	%Cu (en peso)
1	49.04	50.16	0.73
2	35.44	62.66	1.56
3	7.48	88.07	4.45

La muestra de colada después de ser deformada con 2 pasos de ECAP se presenta en la figura 4.3 a una magnificación de 2000 X en donde no se observa un alineamiento preferencial después del procesamiento y la microsegregación de la colada no disminuyó. En la micrografía de la figura 4.3b, se observa que en los bordes de las zonas dendríticas ricas en aluminio comienzan a reducir la segregación hacia el centro de las dendritas como se indica dentro de las elipses de la figura mencionada. Se observa la existencia de laminillas dentro de la microsegregación que fueron producidas durante el enfriamiento producto de la transformación de la fase $\beta \rightarrow \alpha + \eta$, pero debido a la segregación del aluminio es difícil observarlas.

Uno de los objetivos de la deformación plástica severa es eliminar la microsegregación de los aleantes. Otro de los objetivos es cambiar la microestructura a granos finos modificando la morfología de la microestructura de colada a una de granos finos. Los resultados obtenidos demostraron que no fue posible generar granos finos. El cambio en la microestructura por medio de 2 pasos de ECAP ayudó a reducir la segregación de los límites de las dendritas planteando que existe un arrastre de la fase soluto (α). Este arrastre ayuda a observar las láminas formadas durante la solidificación de la aleación en el interior de las dendritas.

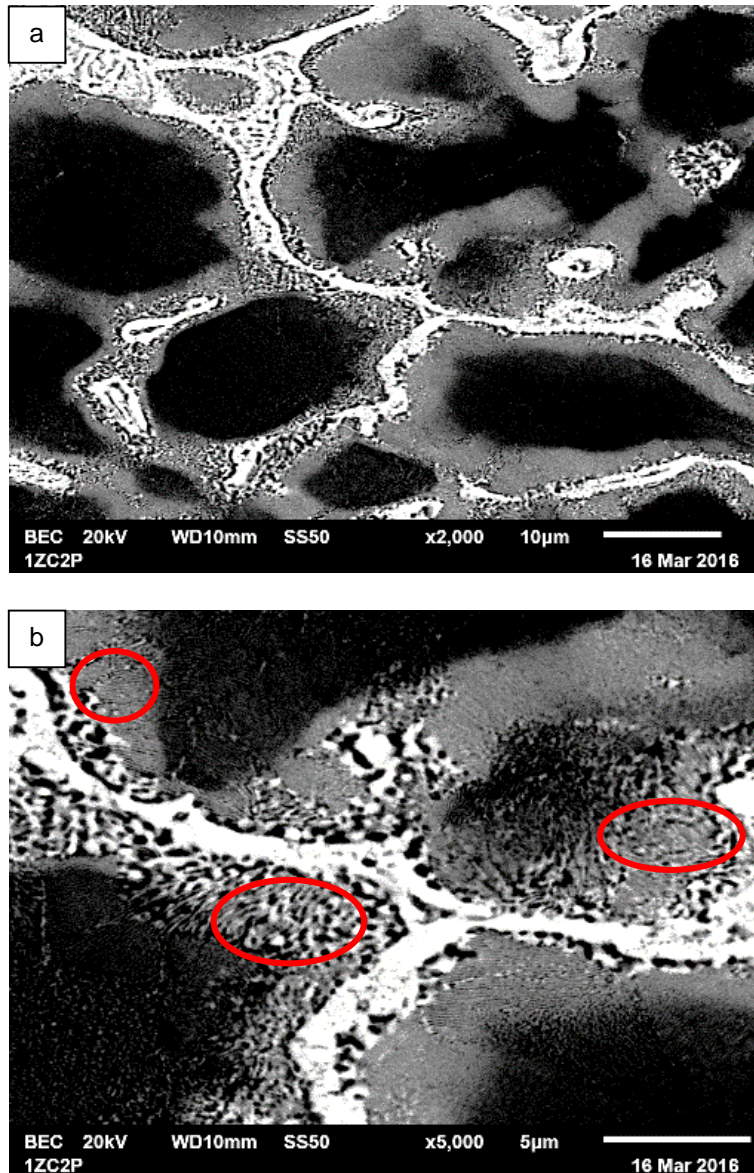


Fig. 4. 3 Micrografías de la microestructura de la muestra ZC2P a) vista general a una magnificación de 2000 X, b) magnificación de 5000 X en donde se observa una mezcla de la microsegregación con la zona rica en zinc.

La microestructura de la muestra de colada procesada con 6 pasos de ECAP (ZC6P) presento un cambio significativo en comparación con la muestra ZC2P, como se muestra en la figura 4.4a, en donde se observa un alineamiento preferencial de las dendritas, ocasionado por la deformación plástica severa a la que fue sometido el material, ayudando a que las fases puedan mezclarse.

En la figura 4.4b se presenta la micrografía a una magnificación de 5000 X en la que se puede observar a detalle, el efecto provocado con 6 pasos de ECAP, generando un arrastre del soluto aluminio distribuyéndolo a zonas ricas en zinc la cual ayuda a reducir la microsegregación interdendrítica. Se observa una mezcla de

la fase rica en aluminio en la de zinc formando granos finos, como se muestra dentro de las elipses, esta mezcla de fases no se logró obtener en la muestra ZC2P.

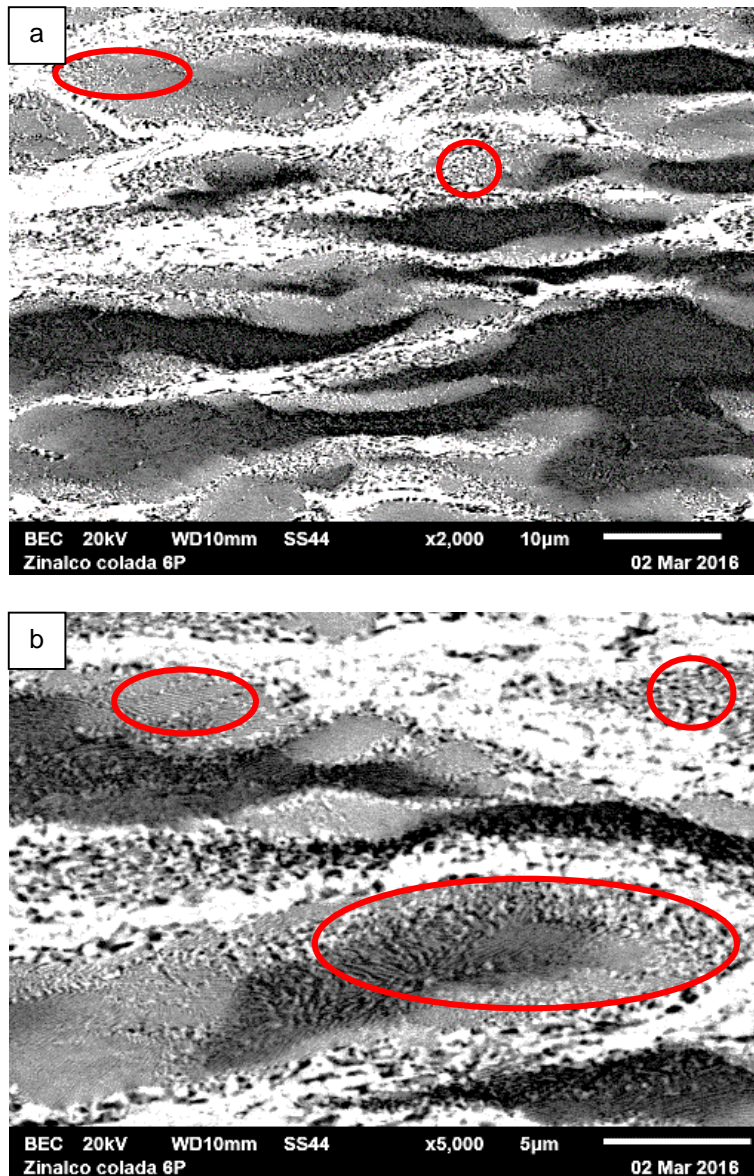


Fig. 4. 4 Micrografías de la microestructura de la muestra ZC6P a) magnificación de 2000X de magnificación en donde se observa que existe una reducción en la segregación y un alineamiento preferencial debido a la deformación plástica severa, b) magnificación de 5000X observando una mezcla de las fases efecto de la deformación plástica severa reduciendo la microsegregación.

De acuerdo a los resultados que se observaron en las muestras ZC2P y ZC6P, se determinó que no es posible lograr un cambio importante en la microestructura de colada para lograr generar granos finos equiaxiados.

Esta serie de procesamientos analizados se propusieron debido a que con dos pasos de ECAP se comenzaron a reducir la microsegregación desde el borde al interior de las dendritas por arrastre de la fase rica en aluminio. El objetivo de esta propuesta era lograr una homogenización en la microestructura de colada

únicamente por la deformación plástica severa, y al mismo tiempo lograr un cambio en la microestructura hasta obtener granos finos equiaxiados, sin embargo los resultados no fueron adecuados para lograr ese cambio en la microestructura, aun cuando se sigue un procesamiento con 6 pasos.

El efecto de la deformación plástica puede generar una transformación en el estado sólido. Esta es acelerada por el trabajado en frío, debido a que la nucleación se facilita en regiones deformadas, ya que la fuerza impulsora de reacción aumenta y la barrera de energía libre disminuye. Otro factor es la energía de activación para la difusión atómica, que se reduce en las regiones muy deformadas. El proceso de deformación promueve un incremento temporal del número de sitios vacantes de la red y esto puede aumentar la rapidez de difusión. [57]

Los resultados propuestos en la condición 1 para lograr el cambio en la microestructura, demostraron que no es posible generar granos finos en la aleación de colada en estas condiciones.

- **Procesamiento de 2 y 6 pasos de ECAP en muestras de colada con un posterior tratamiento de recocido (C2).**

El efecto del tratamiento térmico ayudó a la difusión de los átomos de los elementos aleantes posteriores al ECAP para intentar obtener la microestructura referida. Las muestras ZC2P y ZC6P se trataron térmicamente a 250 °C durante 30 y 120 minutos. Esta temperatura se seleccionó ya que, se sitúa por debajo de la línea de transformación eutectoide (275 °C) evitando una transformación de fase. Como se mencionó anteriormente, las muestras procesadas con ECAP en las condiciones que fue fabricado la matriz para este trabajo, se obtendrá una deformación real de 1 en cada paso [44], esta deformación incrementa la formación de dislocaciones, [45], las cuales ayudan a reducir la barrera energética necesaria para la recristalización.

La muestra de colada procesada con 2 pasos de ECAP y recocida a 250 °C durante 30 minutos (ZC2P + 30TTR) presentó una distribución de la fase α , en forma de granos, dentro de la fase rica en zinc, como se indica dentro de los recuadros en la micrografía 4.5a, sin embargo, la microsegregación de los aleantes sigue siendo muy significativa. En la figura 4.5b se observa la misma muestra a mayores aumentos, observando que en el interior de las zonas dendríticas ricas en aluminio se forman granos finos de fase α y η , además de que las láminas del producto eutectoide existen en menor proporción. De acuerdo con lo anterior el tratamiento de recocido, durante 30 minutos, ayuda a generar una mezcla de las fases en los límites de las zonas dendríticas provenientes de la colada y una formación de granos en algunas regiones.

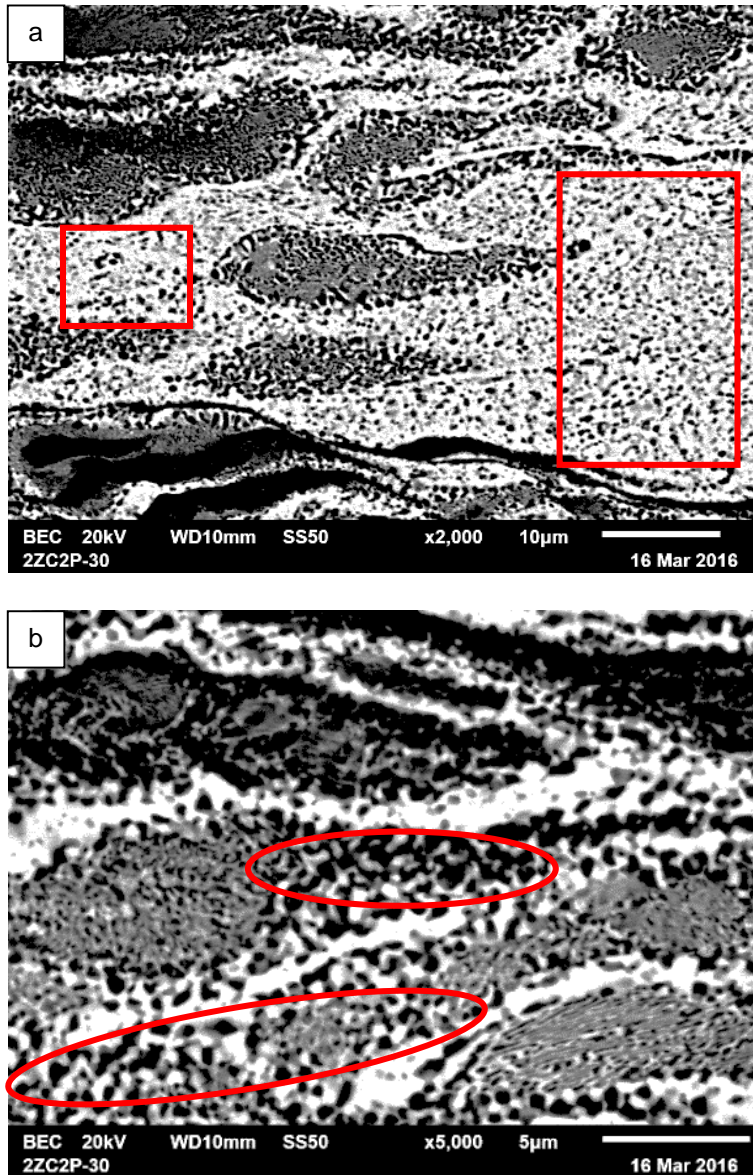


Fig. 4. 5 Micrografías de la microestructura de la muestra ZC2P + 30TTR, a) magnificación de 2000 X en las que se observa una mayor distribución de la fase α en las intercaras de las dendritas de fase η , b) vista a una magnificación de 5000 X en donde se observa un incremento en la dispersión de las fases η y α como la formación de granos con morfología equiaxial de fase α .

Al incrementar el tiempo de recocido hasta 120 minutos en la muestra de colada procesada por 2 pasos de ECAP (ZC2P + 120TTR), se presentó una mejor uniformidad en la distribución de la microsegregación de los aleantes, en comparación con ZC2P + 30TTR, lo cual se puede observar en una vista general en la figura 4.6a. En la figura 4.6b, se puede apreciar que existe formación de granos finos equiaxiales (indicado con elipses), además de la presencia de la morfología laminar de α y η . Lo anterior está asociado con la difusión de los aleantes durante el tratamiento. Los tratamientos de recocido a los que fueron sometidas las muestras ZC2P no presentaron cambios importantes para generar la

microestructura deseada, ya que aún siguen presentes bandas de microsegregación ricas en aluminio en ambos tiempos de recocido.

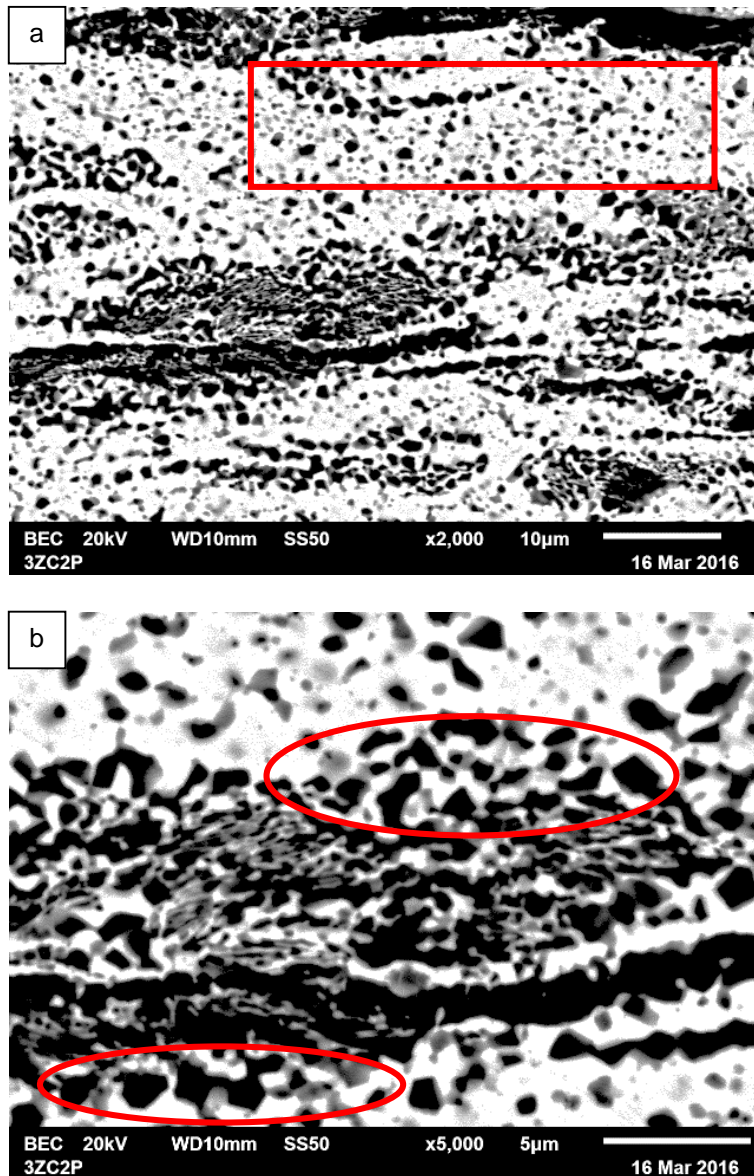


Fig. 4. 6 Micrografías de la microestructura de la muestra ZC2P + 120TTR a) vista a una magnificación de 2000 X observando una distribución de la fase α en los límites de la fase η , b) vista a una magnificación de 5000 X en las que se observa la formación de granos equiaxiados, además de un crecimiento de grano en comparación con la muestra ZC2P + 30TTR.

La microestructura de la muestra de colada procesadas por 6 pasos de ECAP y recocidas durante 30 minutos (ZC6P + 30TTR) se presenta en la figura 4.7a, en donde se observa una vista general en donde la mayor parte de la microsegregación rica en aluminio se ha distribuido en la fase rica en zinc y en las regiones

interdendriticas, mostrando el mismo comportamiento que se observó en las muestras ZC2P, recocidas durante 30 y 120 minutos. En la figura 4.7b se observa que el tamaño de los granos formados son del orden submicrométrico ($<1 \mu\text{m}$), que son zonas en las que sigue prevaleciendo la segregación de los elementos aleantes.

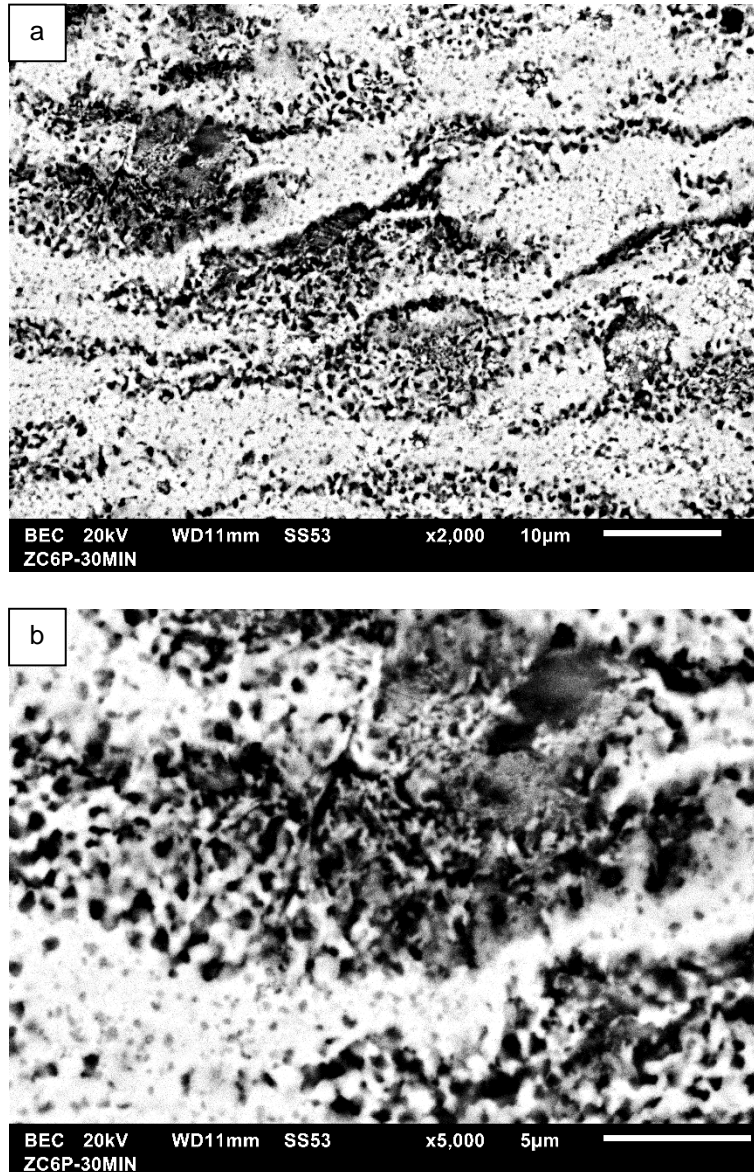


Fig. 4. 7 Micrografías de la microestructura de la muestra ZC6P + 30TTR: a) vista general a una magnificación de 2000 X, b) vista a 5000 X para observar los detalles.

La microestructura de la muestra de colada procesadas por 6 pasos de ECAP y recocidas por 120 minutos (ZC6P + 120TTR) se presenta en la figura 4.8a, donde la alineación preferencial de las fases provocada por el proceso de deformación plástica es evidente. La distribución de las fases es diferente a la observada en las muestras ZC2P, ya que la formación de bandas de la fase rica en aluminio (α) se

hizo muy acentuado, por lo que se presentó un alineación preferencial debida a la deformación además del tratamiento de recocido, han contribuido de forma significativa a que se presentara este comportamiento.

En la figura 4.8b se puede confirmar la formación de estas bandas ricas en aluminio, siguiendo la dirección preferencial del procesamiento de deformación plástica severa, indicando que al incrementar el tiempo de recocido, existe la difusión y migración del borde de grano promoviendo la formación de granos finos. El tiempo de recocido durante 30 minutos sobre la muestra ZC6P ayudo a generar una mejor distribución en las fases, similar a la muestra ZC2P + 120TTR. Por otro lado la muestra ZC6P + 120TTR, presentó un comportamiento diferente ya que el tiempo de recocido provocó un bandeado microestructural.

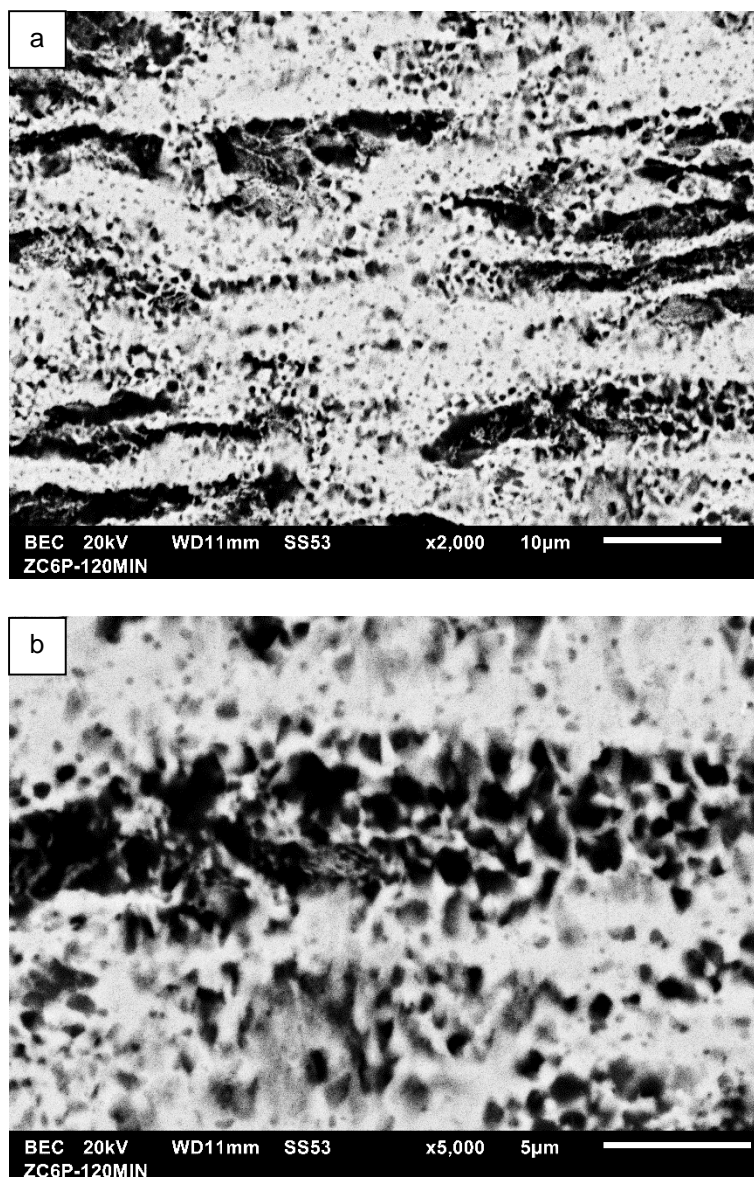


Fig. 4. 8 Micrografías de la microestructura de la muestra ZC6P + 120TTR a) vista general de 1000 X, b) vista a 2000 X.

Los anteriores procesos no lograron eliminar totalmente la microsegregación de aleantes provenientes de la colada hasta generar una microestructura de granos finos, por lo que se determinó que no es posible obtener una microestructura con las fases α y η distribuidas en forma granular partiendo de una condición de colada. Puesto que la composición obtenida en una muestra proveniente de colada, no es igual en todo el material, se puede lograr una composición uniforme en toda la muestra, con ayuda de un tratamiento térmico de homogenización el cual comúnmente se le aplica a muestras provenientes de fundición para reducir la microsegregación.

- **Procesamiento de 2 y 6 pasos de ECAP en muestras homogenizadas durante 24 y 48 horas (C3 y C4).**

La aleación Zn-21%Al-2%Cu presenta una microestructura laminar, cuando se aplica un tratamiento térmico de homogenización. Este tratamiento se realizó a una temperatura de 350 °C durante 24 y 48 horas ya que a este valor se asegura la presencia de la fase estable (β) por encima de la línea eutectoide (275 °C).

La muestra homogenizada durante 24 horas (Z24H) logro obtener una microestructura completamente laminar como se presenta en la micrografía de la figura 4.9a. Como se mencionó anteriormente, la fase β tiene morfología granular, después esta fase se transforma en $\alpha + \eta$ mediante la reacción eutectoide y adquiere una morfología laminar la cual tiene distinta orientación en cada grano previo de β las cuales se les conoce como colonias. Estas colonias se pueden observar en la figura 4.9b.

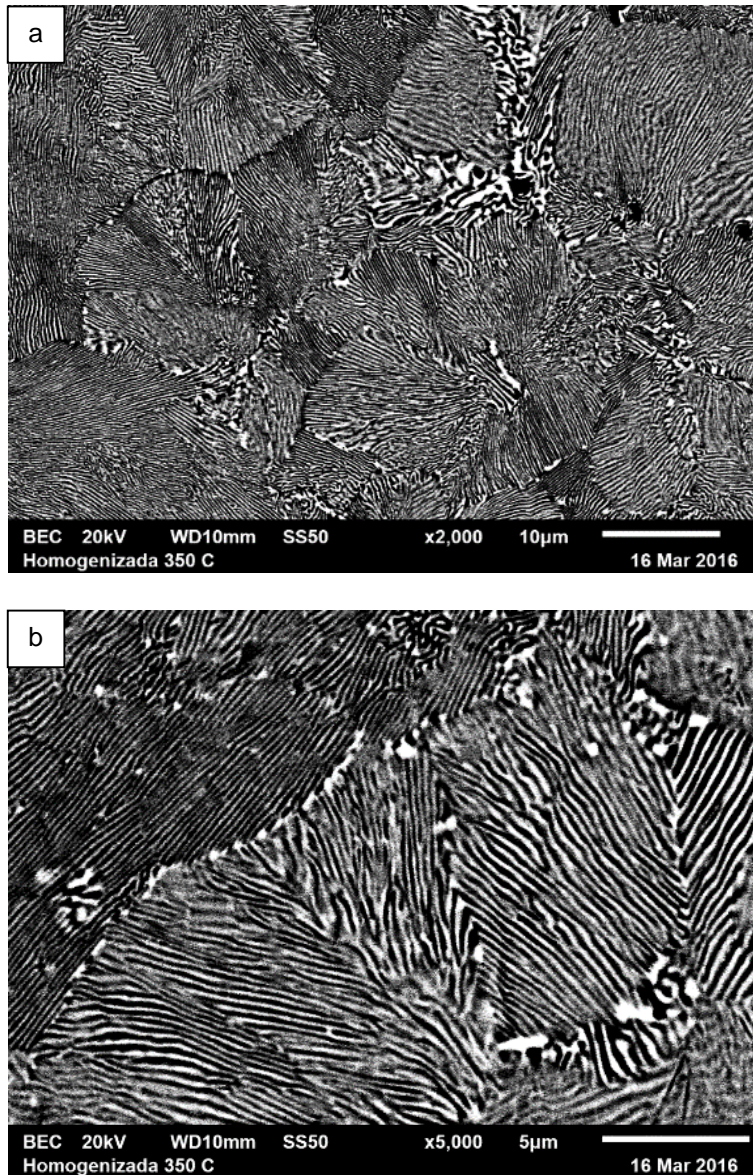


Fig. 4. 9 Micrografías de la microestructura de la muestra Z24H en donde se presenta, a) una microestructura totalmente laminar o eutectoide compuesta por las fases α que se presenta como zonas oscuras y η que se presenta como zonas claras, b) se señala los bordes de grano de la fase β , dentro de los que se observa la distinta orientación de la laminillas.

La muestra homogenizada durante 48 horas (Z48H) presentó la misma microestructura que la Z24H como se observa en las micrografías de la figura 4.10, presentando una microestructura con morfología laminar de α y η .

De acuerdo a estos resultados, no se presentaron cambios importantes en la microestructura de ambas muestras (Z24H y Z48H), logrando la misma distribución homogénea de las fases. Por otra parte, existen algunos trabajos realizados por otros investigadores en la aleación eutectoide Zn-22%Al, en los que se aplica un

tratamiento térmico de homogenización durante 48 horas [8, 13, 18, 19, 20], y obtienen resultados similares.

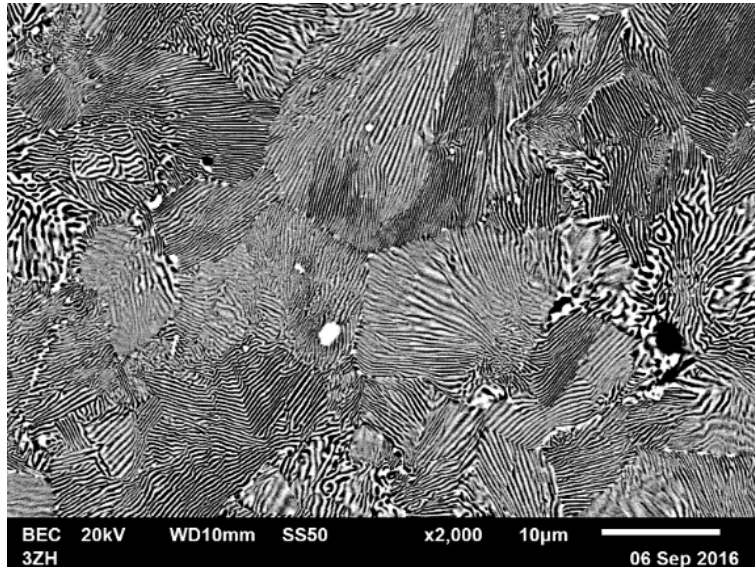


Fig. 4. 10 Micrografías de la microestructura de la muestra Z48H en donde se presenta una microestructura laminar.

El procesamiento de 2 pasos de ECAP en la muestra homogenizada durante 48 horas (Z48H2P) ocasionó una alineación preferencial de las colonias laminares como se señala con las flechas sobre la micrografía de la figura 4.11a. Se observa que existe una distorsión de las láminas y algunas zonas presentaron una fragmentación de ellas, estos fragmentos pueden promover la formación de granos finos [47-49] como se observa dentro de las elipses de la micrografía de la figura 4.11b. Estos resultados demuestran que bajo estas condiciones de procesamiento, puede ser posible obtener una microestructura de granos finos equiaxiados, logrando un cambio importante en la microestructura homogenizada en comparación con una de colada.

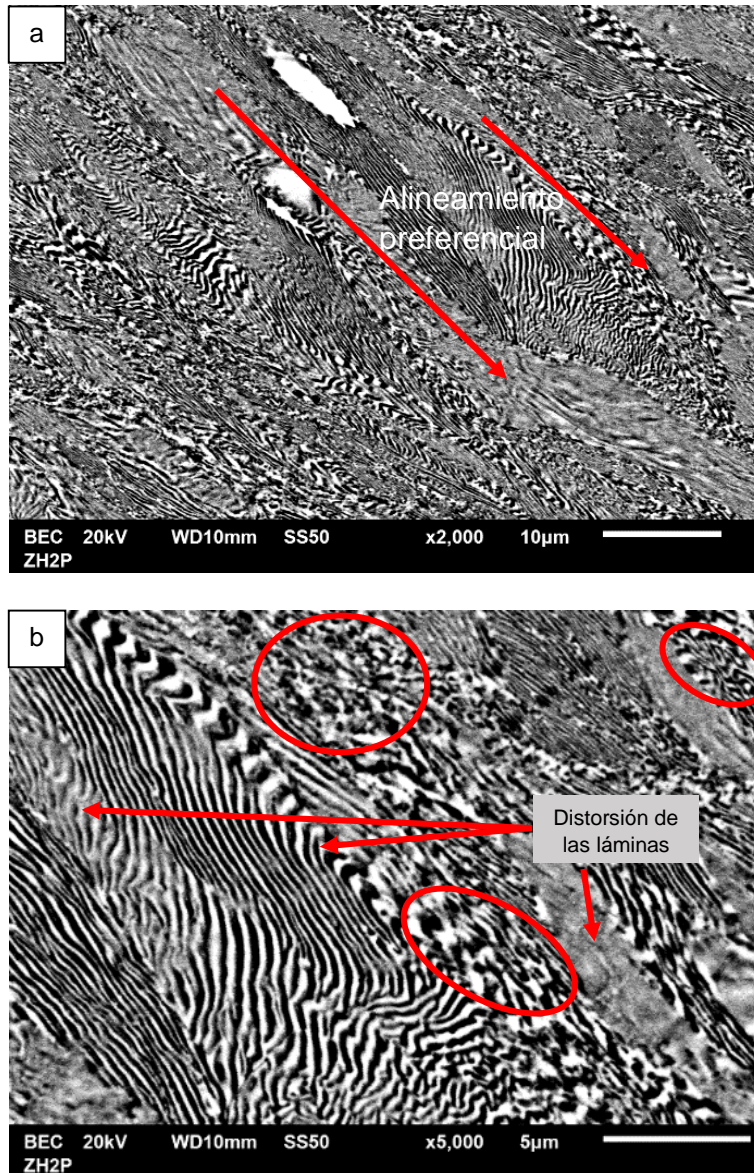


Fig. 4. 11 Micrografías de la microestructura de la muestra Z48H2P a) se observa la dirección preferencial provocado por la deformación plástica, b) se observa la distorsión de las láminas y zonas en las que se han formado granos finos.

En la microestructura de la muestra homogenizada y procesada con 6 pasos de ECAP (Z48H6P), no exhibe un alineamiento preferencial importante, además existen zonas con morfología laminar y también regiones con granos finos (figura 4.12a). En la micrografía de la figura 4.12b, se observa un mejor detalle de dicha mezcla de morfologías, tanto laminares como de granos finos. La deformación plástica promovida por el ECAP, ayuda a la formación de granos finos equiaxiados a partir de la distorsión y fragmentación de las láminas. La muestra Z48H6P presentó una evolución muy importante hacia una microestructura con granos finos equiaxiados, atribuyéndolo al incremento de los pasos de ECAP, en comparación con la muestra Z48H2P, en la cual el cambio no fue relevante.

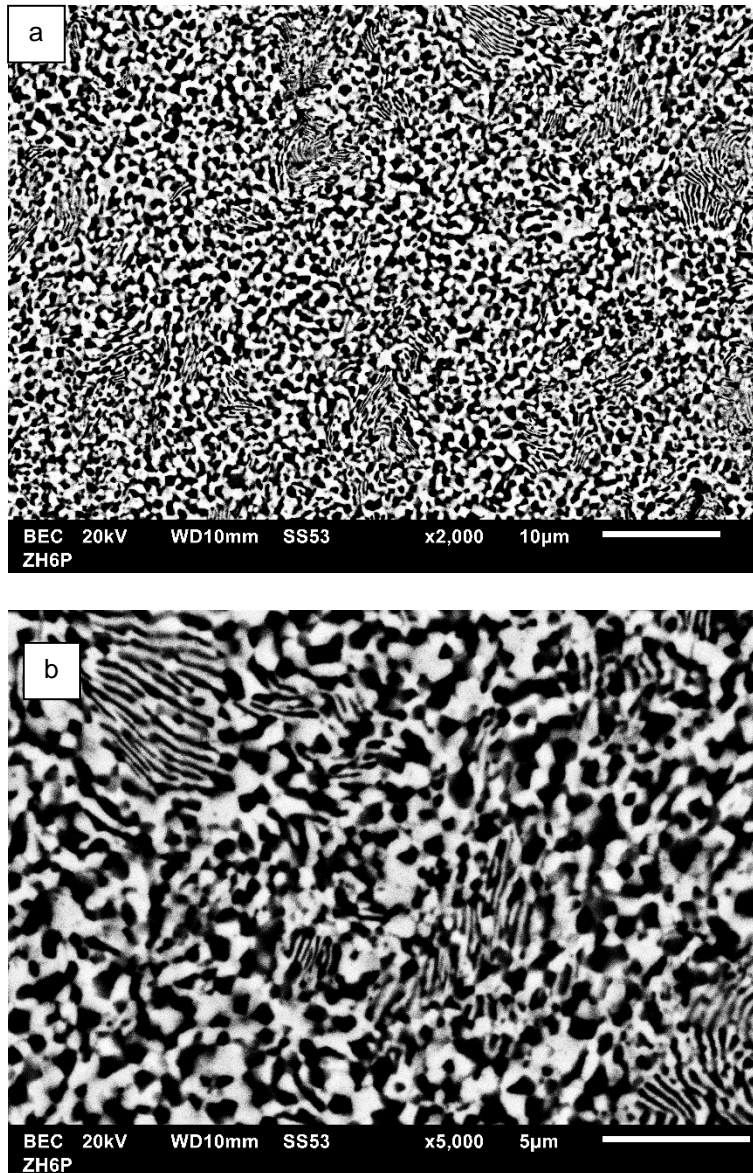


Fig. 4. 12 Micrografías de la microestructura de la muestra Z48H6P a) vista general en donde se observa una mezcla de morfologías, laminar y de grano fino. b) vista a 2000 X en la que se muestran los detalles finos, observando un incremento en la fracción de granos finos en comparación con Z48H2P.

Cualitativamente las muestras homogenizadas presentaron una mejor evolución microestructural para formar granos finos en comparación con las muestras de colada procesadas anteriormente, ya que la deformación plástica severa ayuda a fragmentar la microestructura laminar de las fases α y η , obteniendo granos finos equiaxiados con algunas zonas laminares, proponiendo obtener la microestructura de granos finos, partiendo de una muestra homogénea a través del procesamiento ECAP [43-46].

Es importante señalar que, estas zonas laminares presentes en las muestras procesadas con 2 y 6 pasos de ECAP, se mantienen porque la deformación no es

totalmente homogénea. Debido a que la muestra se divide en tres partes las cuales son: 1) la cabeza, que es la primer parte de la muestra que pasa por la intersección de los ángulos Θ y ψ , no experimenta deformación plástica, causada por el flujo heterogéneo del material, 2) Cuerpo: es la zona en la que existe el estado estable de la deformación plástica debido al flujo uniforme del material sobre el plano de corte, 3) Cola: la deformación plástica no homogénea está relacionada con el hecho de que esta zona no atraviesa por completo el plano de corte al igual forma que la cabeza [44] estas zonas se presentan en la figura 4.13.

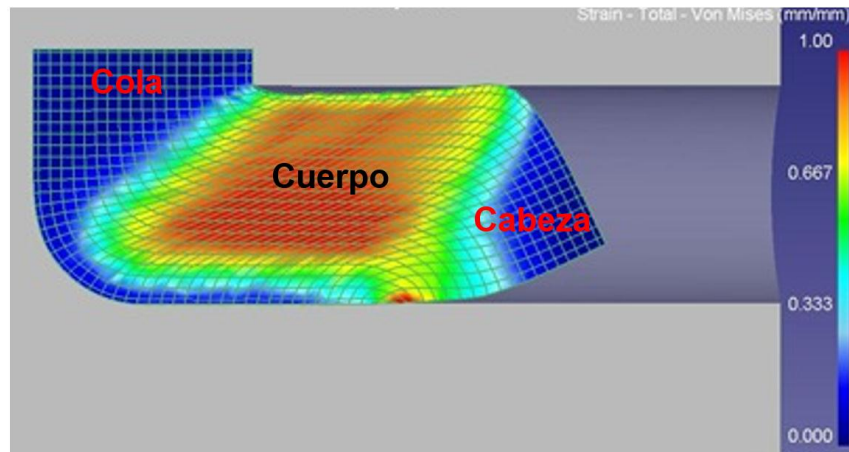


Fig. 4. 13 Distribución de la deformación plástica real después de un paso de extrusión en canal angular constante en condiciones de simulación [45].

La deformación plástica homogénea, se concentra en el cuerpo de la pieza de trabajo y se incrementa con el número de pasos del procesamiento, por esa razón en 6 pasos de ECAP, se presenta una mayor presencia de zonas con granos finos, debido a que la deformación se hace más uniforme conforme se va rotando la pieza debido a la ruta de procesamiento Bc, generando zonas con deformaciones más homogéneas.

- **Procesamiento de 2 y 6 pasos de ECAP en muestras homogenizadas durante 48 horas con un posterior tratamiento de recocido (C6).**

La muestra Z48H2P fue sometida a varios tiempos de tratamientos térmicos los cuales fueron 30, 120 y 180 min con el fin de generar un refinamiento de la microestructura a través de una recristalización similar a una esferoidización por medio de este tratamiento.

La esferoidización consiste en la migración de la interface de las fases por difusión para lograr formar granos con morfología equiaxial, ayudando a reducir la energía superficial en comparación con una morfología laminar, la globulización puede

además considerarse como un tipo de recristalización dinámica porque incluye nucleación y migración durante la deformación, también se han presentado casos de recristalización dinámica durante el ECAP [35] a temperatura ambiente, debido a que la gran cantidad de defectos generados por la deformación plástica severa, facilita la globulización sin someter la muestra a un tratamiento térmico [52-54].

La microestructura de la muestra Z48H2P + 30TTR siguió presentando zonas laminares como se muestra dentro de las elipses marcadas en la micrografía de la figura 4.14, sin embargo las zonas laminares se redujeron significativamente al incrementar el tiempo de recocido sobre la muestra. La micrografía de la figura 4.15 corresponde a la muestra Z48H2P + 120TTR en la que se observa la formación de bandas de fase α y las morfologías de los granos no son completamente equiaxiales, presentando una apariencia similar a granos elongados. La mezcla de morfologías se siguió presentando, como se puede ver dentro de las elipses en las imágenes, además existen granos con tamaños desproporcionados, lo cual se asocia con la heterogeneidad de la deformación plástica como ya se explicó anteriormente en la figura 4.13.

La micrografía de la muestra Z48H2P + 180TTR se presenta en la figura 4.16 observando una apariencia similar a las muestras Z48H2P + 30TTR y Z48H2P + 120TTR, determinando que bajo estas condiciones de trabajo aún no es posible obtener la microestructura referida, debido a la mezcla de morfologías que se siguieron presentando. Sin embargo, en todos estos casos se observó aparentemente una reducción en las zonas laminares, al incrementar el tiempo de recocido y apoyado por la deformación severa [52].

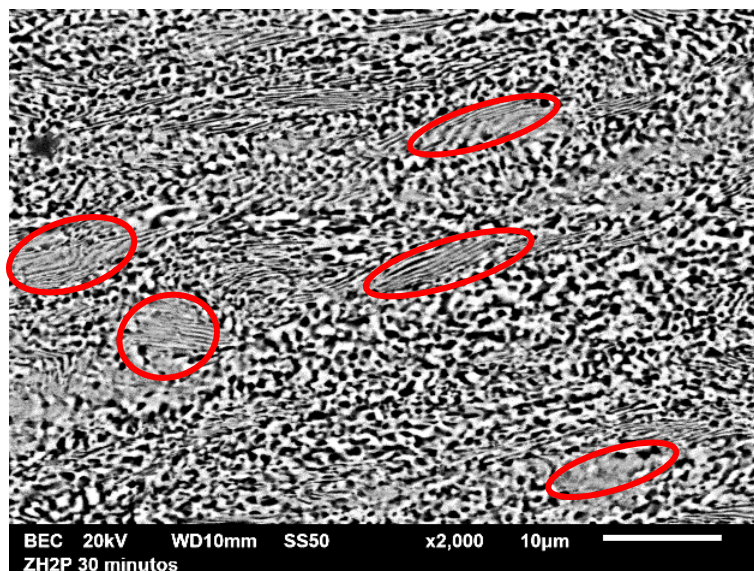


Fig. 4. 14 Micrografía de la microestructura de la muestra Z48H2P + 30TTR.

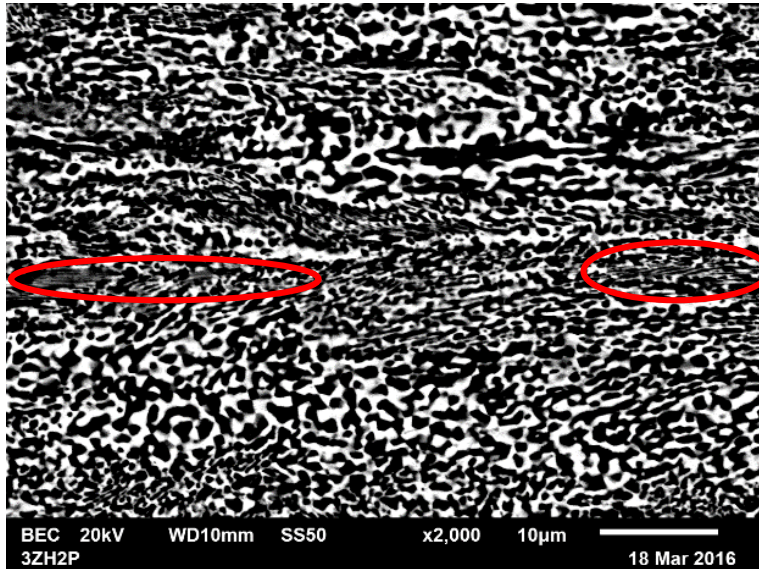


Fig. 4. 15 Micrografía de la microestructura de la muestra Z48H2P + 120TTR.

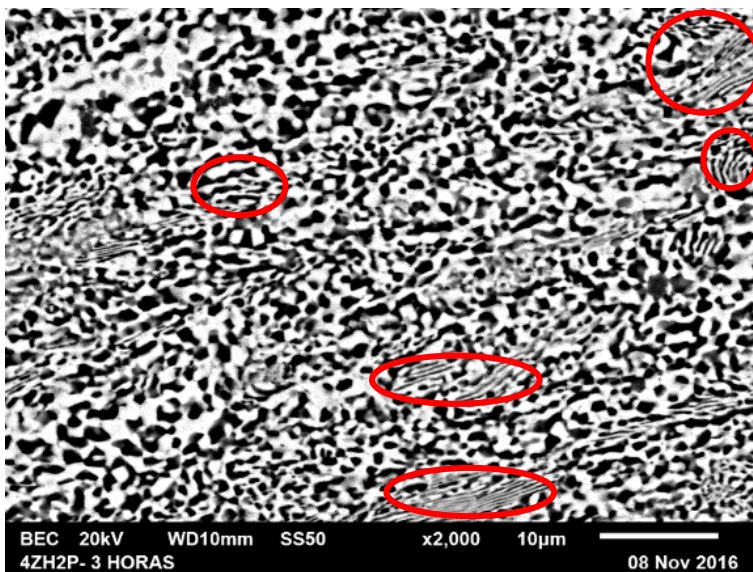


Fig. 4. 16 Micrografía de la microestructura de la muestra Z48H2P + 180TTR.

Las microestructuras de la muestra Z48H6P recocida durante 30 y 120 minutos (Z48H6P + 30TTR y Z48H6P + 120TTR) presentaron una mezcla de morfologías, sin embargo, tienen una mayor formación de granos finos, ya que su morfología es más equiaxial en comparación con las otras condiciones de procesamiento, estos resultados se presentan en la figura 4.17 y 4.18 respectivamente, en donde se presentan zonas con remanente laminar señalado por las elipses.

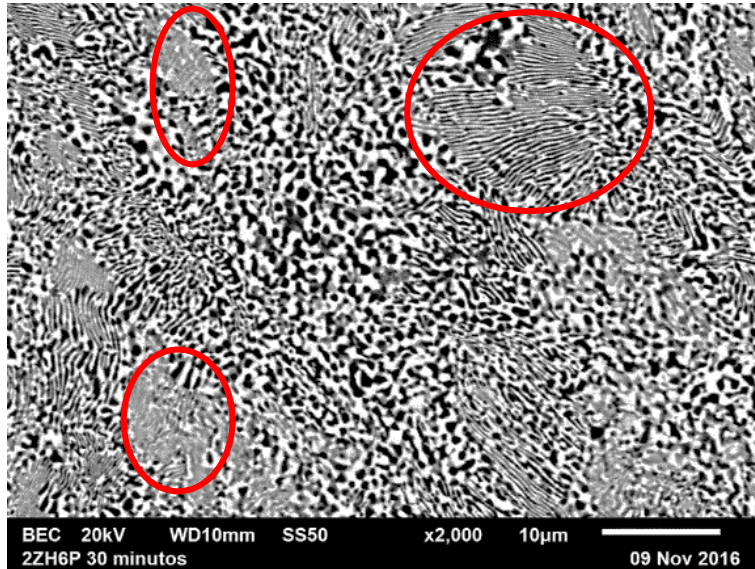


Fig. 4. 17 Micrografía de la microestructura de la muestra Z48H6P + 30TTR.

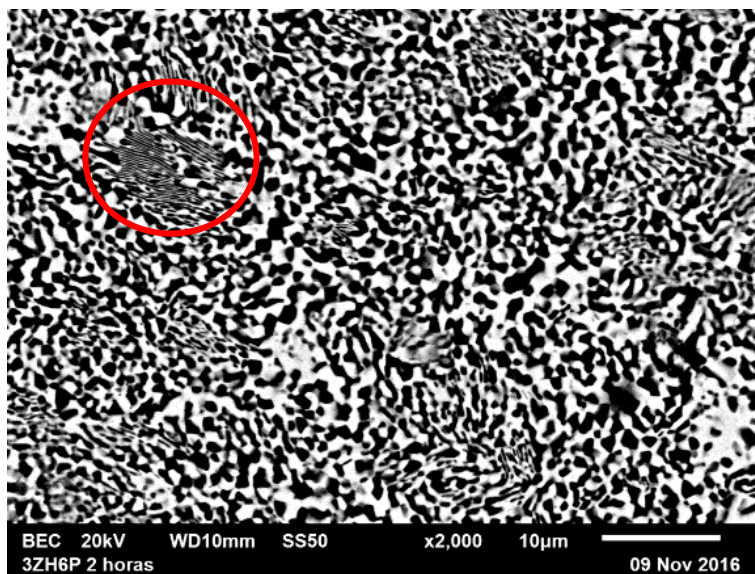


Fig. 4. 18 Micrografía de la microestructura de la muestra Z48H6P + 120TTR.

En la micrografía de la figura 4.19, correspondiente a la muestra Z48H6P + 180TTR, se observa la menor cantidad de zonas laminares, con respecto a las muestras anteriores.

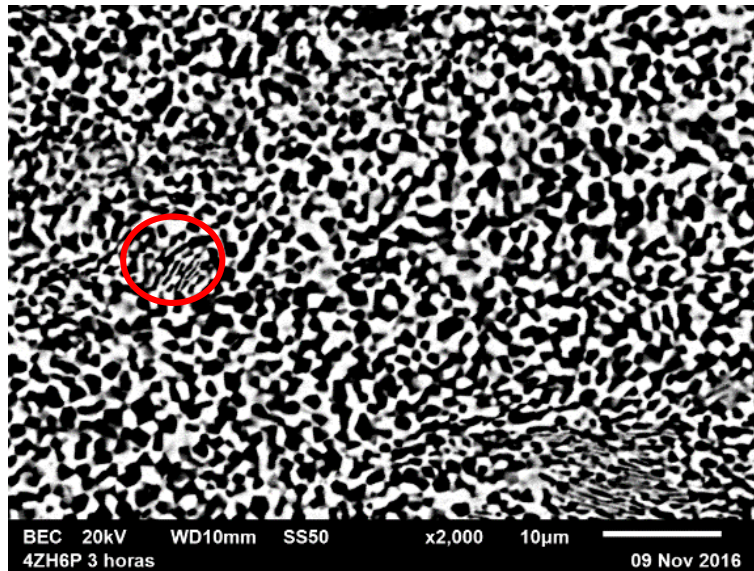


Fig. 4. 19 Micrografía de la microestructura de la muestra Z48H6P + 180TTR.

4.2 Cuantificación de la fracción laminar en función de las condiciones de procesamiento.

Se determinó la fracción laminar remanente de acuerdo a los resultados de las condiciones 3 y 4, estos resultados se presentan en la tabla 4.1 y son graficados en la figura 4.20, en donde se muestra que la fracción laminar se va reduciendo conforme se incrementa la deformación severa, logrando una reducción de la microestructura laminar hasta un 29% en volumen de zonas laminares durante un procesamiento de 6 pasos de ECAP, esta es después reducida hasta valores de 6.8% con ayuda del tratamiento térmico de recocido a 250 °C durante 180 min (muestra Z48H6P + 180TTR) debido al mecanismos de esferoidización de las zonas laminares.

Tabla 4. 2 Resultados de cuantificación de la fracción laminar de las muestras procesadas por 2 y 6 pasos por ECAP con sus respectivos tiempos de tratamientos térmicos.

Z48H2P				
Tiempo de recocido a 250°C (min)	0	30	120	180
% en volumen de zonas laminares	68.2	36.2	25.2	18.2
Desviación estándar	1.3	1.7	1.9	1.6
Z48H6P				
Tiempo de recocido a 250°C (min)	0	30	120	180
% en volumen de zonas laminares	29.5	12.7	8.2	6.8
Desviación estándar	12.6	7.1	5.3	4.3

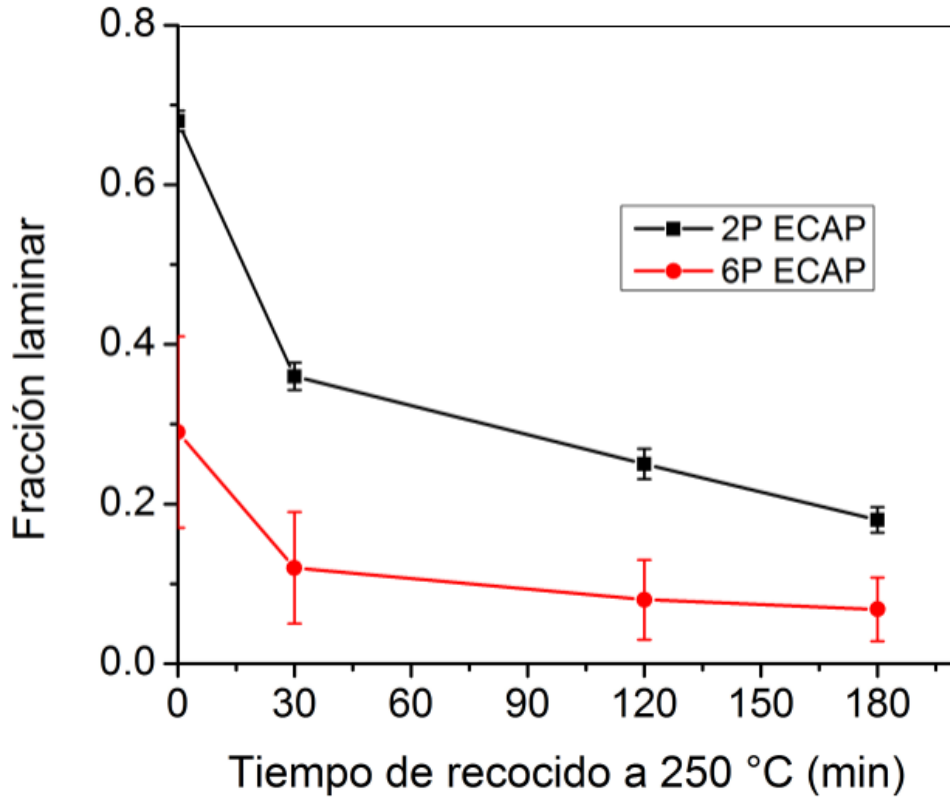


Fig. 4. 20 Evaluación de la fracción laminar con respecto al tiempo de recocido de cada procesamiento realizado.

De acuerdo a los resultados presentados anteriormente, se eligió la condición Z48H6P como la que presenta la menor cantidad de fracción laminar posterior al procesamiento por ECAP de todas los especímenes deformados. Por lo que se procedió a evaluar el tamaño de grano obtenido en esta condición con sus respectivos tratamientos térmicos por medio del método de intersección lineal [40].

En los trabajos revisados sobre el procesamiento por ECAP en aleaciones eutectoides Zn-22%Al [22, 24-26, 30-38], no se reporta ninguna cuantificación de regiones laminares, en las muestras que inician el procesamiento con una microestructura laminar, por lo cual es importante determinar el comportamiento de las propiedades mecánicas cuando se presente una mezcla de morfología de granos finos con zonas laminares, ya que aún se desconoce su efecto.

4.3. Medición de tamaño de grano.

Los resultados obtenidos del tamaño de grano se presentan en la tabla 4.2 estos valores se obtuvieron en al menos 20 campos a una magnificación de 3000 X siguiendo el método de intersección lineal como se mencionó anteriormente. Los resultados se compararon con trabajos de otros investigadores que lograron obtener un tamaño de grano submicrométrico ($<1\mu\text{m}$) en el sistema eutectoide Al-Zn.

Se evaluó el tamaño de grano y se observó un crecimiento de grano conforme aumentaba el tiempo de recocido, sin embargo, este crecimiento no es severo debido, a que la fase α en cierto punto restringe la migración de los bordes de grano [51]. Se puede ver que el tamaño obtenido por pura deformación producto del ECAP por 6 pasos fue de $0.56\mu\text{m}$, y al añadir un proceso de recocido, el tamaño de grano se incrementó hasta $1.07\mu\text{m}$ después de 180 minutos de recocido, estos resultados se presentan en la tabla 4.2.

Es importante mencionar que todos estos tamaños obtenidos se encuentran dentro de una característica microestructural superplástica ya que el límite de tamaño de grano para este comportamiento es menor a $10\mu\text{m}$. Por lo tanto, se determinó que la condición más favorable para poder generar un comportamiento superplástico fue la muestra Z48H6P + 180TTR (figura 4.21) ya que presentó la menor fracción laminar con respecto a los otros especímenes experimentados, por lo cual se maquinaron probetas bajo esta condición para evaluar su propiedades mecánicas y de este modo compararlas con la condición de Z48H y Z48H6P.

Tabla 4. 3 Resultados de tamaño de grano de la muestra Z48H6P con sus correspondientes tratamientos térmicos de recocido.

Z48H6P				
Tiempo de recocido a 250°C (min)	0	30	120	180
Tamaño de grano (μm)	0.56	0.71	1.01	1.07
Tamaño de grano ASTM	18.3	17.63	16.62	16.44
Desviación estándar	2.01	1.41	0.99	0.93

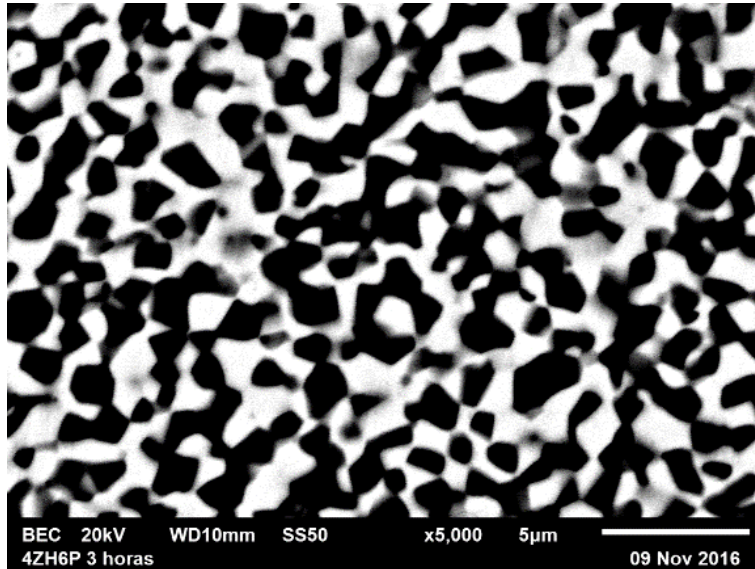


Fig. 4. 21 Micrografía de la microestructura de la muestra Z48H6P + 180TTR en la cual se presentó la menor fracción laminar remanente y un tamaño de grano de 1.07 μm .

Por otra parte el tamaño de grano se aproximó a los trabajos de Kumar et al. [33] y Kawasaki y Langdon [22, 23, 25] en el sistema eutectoide Zn-22%Al. Estas investigaciones se realizaron con el procesamiento ECAP a una temperatura de 200 °C en ambos casos, a diferencia de este trabajo, el cual fue procesado a temperatura ambiente. Además estos investigadores procesaron por 8 pasos por la ruta Bc logrando obtener tamaños de grano de 0.9 μm en ambos trabajos referidos. En el presente trabajo se logró obtener tamaños de entre 0.56 hasta 1.07 μm sin descartar que todos estos resultados presentaron zonas remanentes de morfología laminar el cual como se había mencionado anteriormente no existen reportes en las investigaciones. Además la microestructura de partida de los trabajos de los investigadores mencionados fue de granos de tamaño promedio de 1.8 μm . El menor tamaño de grano obtenido en la aleación eutectoide Zn-22%Al partiendo de una microestructura laminar es hasta el momento de 0.2 μm obtenido mediante una combinación de procesamientos a 350 °C y a temperatura ambiente. Los trabajos en los que el procesamiento por ECAP se realizó a temperatura ambiente partiendo de una microestructura laminar siguiendo la ruta Bc fueron realizados por Tanaka et al. [26] y Demirtas et al. [36, 37] los cuales generaron un tamaño de grano de 0.3 y 0.4 μm respectivamente, sin embargo no existe reporte de la cuantificación de la fracción de zonas laminares en estos trabajos.

4.4 Difracción de rayos X para la identificación de fases principales en las muestras de colada y homogenizada durante 48 horas.

A las muestras en estado de colada y homogenizadas por 48 horas se les realizaron pruebas de difracción de rayos X para determinar las principales fases que existen en la aleación. La comparación de los resultados de estas muestras demostraron que las fases principales son η y α , además se observa un ligero desplazamiento de estos picos en la muestra de colada con respecto a la homogenizada, lo cual se atribuye a la variación en la composición que existe en la muestra de colada. Además estos resultados demuestran que no existe la presencia de compuestos intermetálicos como épsilon (ϵ) y tau (τ) debido a que los picos principales se sitúan en valores 2θ de 41.9 y 44.1 respectivamente, los cuales están presentados en el difractograma de la figura 4.22 como líneas punteadas. Como se había mencionado anteriormente se propone que el cobre se incorpora como solución sólida en las fases de equilibrio (α y η).

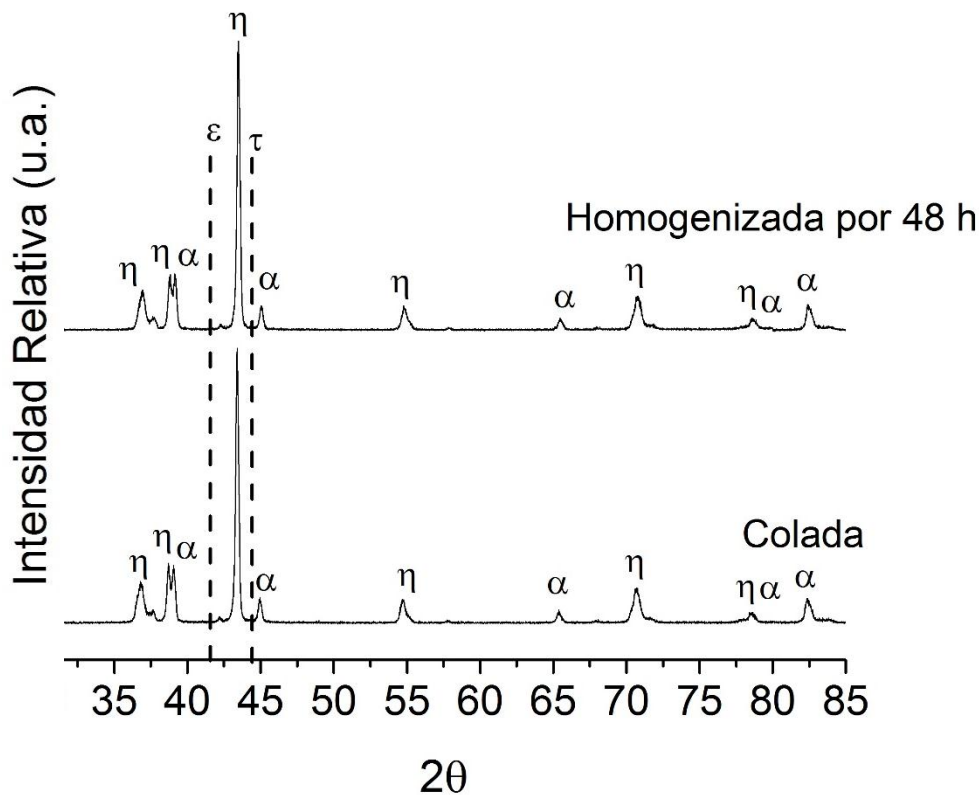


Fig. 4. 22 Difractograma de rayos X de muestras ZC (colada) y Z48H (homogenizada durante 48 h) en donde se observa la ausencia de las fases épsilon y tau.

4.5 Propiedades mecánicas en función del cambio en la microestructura.

Los resultados de la fuerza necesaria para el procesamiento de ECAP presentaron un comportamiento opuesto al endurecimiento por deformación. También se estudió el cambio en la dureza de las muestras homogenizadas durante 48 horas después de ser procesadas por 2 y 6 pasos de ECAP (condición 4). En este apartado se estudiará y se propondrá una respuesta a los comportamientos observados.

4.5.1 Ablandamiento por deformación.

Los valores de fuerza que se requieren para el procesamiento con ECAP, mostraron una reducción en cada paso, debido al cambio microestructural de una morfología laminar (que es la que presenta la mayor resistencia) a granos finos. Además se considera como posible mecanismo el deslizamiento por borde de los granos formados durante el procesamiento ECAP, los cuales evitan la formación de dislocaciones en la red, provocando una reducción en la fuerza requerida para su deformación. Los límites de grano (equiaxiales) pueden presentar deslizamiento por borde de grano con poca deformación plástica, principalmente en las interfaces η/η , seguido de las interfaces η/α y finalmente entre α/α [22, 23].

La deformación plástica severa, se incrementa con el número de pasos de ECAP, fragmentando las láminas de la microestructura homogenizada, incrementando la formación de granos finos provocando un efecto de reducción de la fuerza del procesamiento como se observa en la figura 4.23.

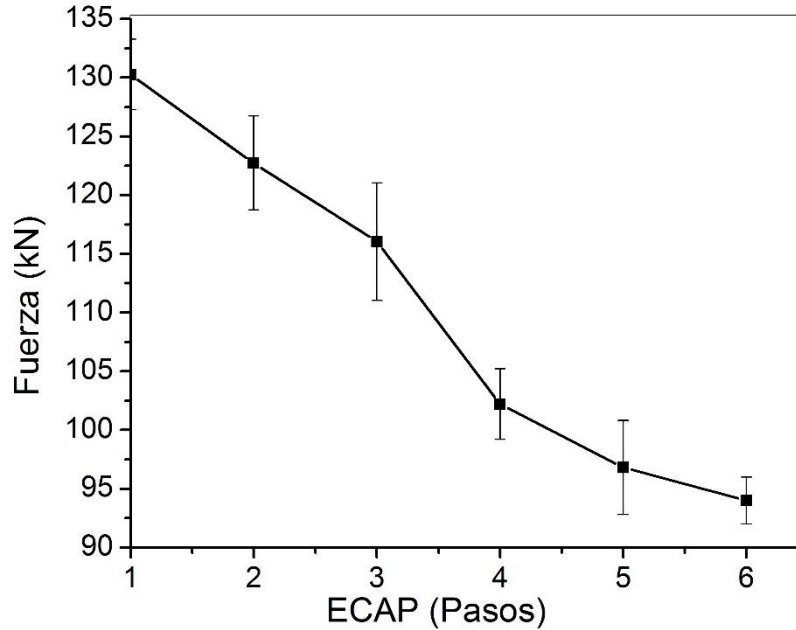


Fig. 4. 23 Gráfica que muestra la fuerza requerida en cada ensayo de ECAP.

De acuerdo a los resultados obtenidos se observa un comportamiento diferente al que comúnmente presentan las aleaciones, ya que su comportamiento generalmente es un endurecimiento por deformación debido a que la deformación plástica genera dislocaciones las cuales al incrementar su número poco a poco impiden su movimiento en la red cristalina del material, generando así un incremento en la resistencia del material. Este es el principal mecanismo que establece el endurecimiento por deformación. Sin embargo este mecanismo no se considera en este material debido al cambio en la morfología microestructural y al deslizamiento de borde de grano que se está considerando, presentando un comportamiento diferente.

Los ensayos de microdureza Vickers demostraron el mismo comportamiento opuesto a las aleaciones deformadas en frío, confirmando un fenómeno de ablandamiento por deformación que se presentó durante el procesamiento por ECAP en la aleación Zn-21%Al-2%Cu, ya que el valor de este parámetro fue reduciendo a medida que la deformación se fue incrementando (figura 4.24).

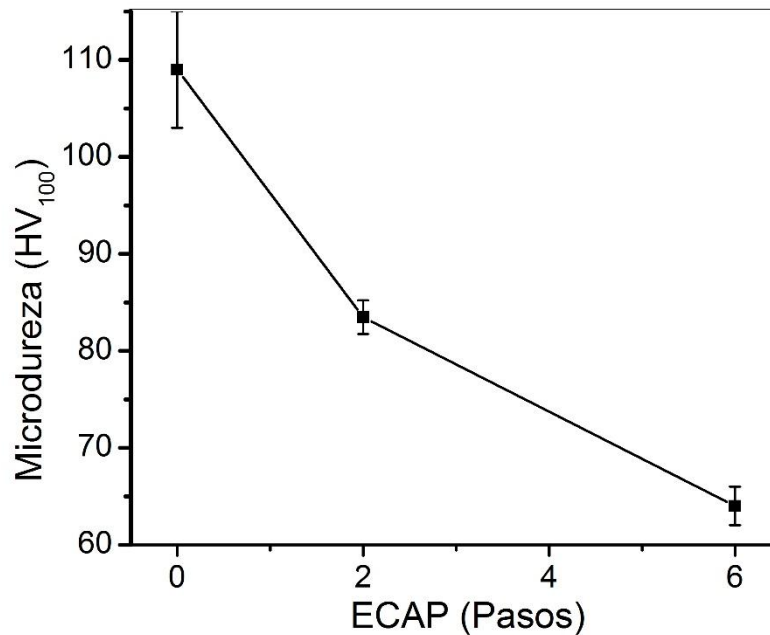


Fig. 4. 24 Gráfica de la evaluación de la microdureza en la muestra Z48H procesada en 2 y 6 pasos de ECAP.

4.5.2 Endurecimiento por recocido.

Los materiales deformados en frío comúnmente se someten a un tratamiento térmico de recocido para recrystalizar el material o para poder aliviar los esfuerzos mecánicos residuales mediante la aniquilación de las dislocaciones provocadas durante la deformación en frío.

La evaluación de microdureza en función de los diferentes tiempos de tratamiento de recocido a los que fueron sometidas las muestras después del procesamiento por ECAP, demostró un comportamiento de endurecimiento, que se atribuye a una recrystalización que se genera a partir de las zonas de alta energía, que son los límites de grano de ángulo alto [20, 35], provocadas por el ECAP, ya que está es una de las características en la microestructura que adquieren los materiales durante este procesamiento, provocando hasta cierto punto un endurecimiento por recocido en esta aleación como se presentan en la figura 4.25. Este comportamiento también se ha reportado en trabajos realizados por Yang et al. [35, 36]. Proponiendo que existe una recrystalización en la aleación.

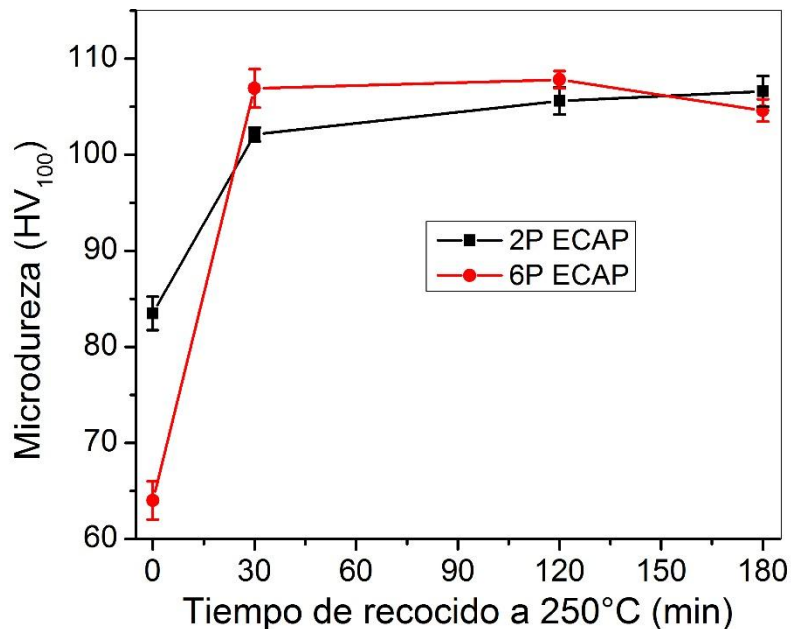


Fig. 4. 25 Gráfico de microdureza en función de los tiempos de recocido a 250 °C en las muestras procesada por 2 y 6 pasos de ECAP partiendo de una microestructura homogenizada a 350 °C por 48 h.

4.5.3 Comportamiento en tensión.

El esfuerzo de cedencia y el máximo esfuerzo de tensión de la muestra Z48H6P fueron obtenidos de la curva de esfuerzo-deformación, que se presenta en la figura 4.26. Estos valores son 17.18 y 34 MPa, respectivamente. En cambio para la muestra Z48H6P+180TTR se obtuvo una cedencia de 13.80 MPa y un máximo esfuerzo de tensión de 27.5 MPa como se presenta en la figura 4.27. Se observa que la cedencia y el máximo esfuerzo en tensión se redujo al cambiar la microestructura de una morfología laminar a una de granos finos, lo cual fue medido en la muestra Z48H6P + 180TTR.

Esta reducción fue debió a que la microestructura de granos finos en dicha muestra, se presenta en mayor fracción en volumen (0.932), con lo cual se puede inferir que el deslizamiento por borde de grano es el mecanismo dominante y es promovido debido a que las regiones laminares remanentes se encuentran en muy baja cantidad. Los valores de cedencia para una muestra con una microestructura completamente laminar (295 MPa) se tomaron de otros trabajos de la literatura [7,12-14] y son comparados con los resultados de esta tesis. Esta comparación permite observar una reducción de hasta 95% en el esfuerzo de cedencia para la muestra Z48H6P + 180 TTR y de 94% para la muestra Z48H6P.

Esta reducción del esfuerzo de cedencia se ha presentado en otros trabajos en los que se realizaron ensayos de tensión a temperatura ambiente para una aleación eutectoide Zn-22%Al. Tanaka et al. [26] procesaron dicha aleación mediante 8 pasos de ECAP hasta obtener un tamaño de grano de 1.3 μm . En estas condiciones se realizaron ensayos de tensión a temperatura ambiente a una velocidad de 10^{-5}s^{-1} reportando un esfuerzo de cedencia de 40 MPa, que equivale a una reducción del 60 % respecto al valor de cedencia para la aleación eutectoide Zn-22%Al con morfología laminar.

Por otro lado, Demirtas et al. [36] procesaron una aleación Zn-22%Al por medio de 8 pasos de ECAP a diferentes temperaturas obteniendo un tamaño de grano de 0.2 μm . También se realizaron ensayos de tensión a temperatura ambiente y se logró obtener un esfuerzo de cedencia de 90 MPa para una rapidez de deformación de 10^{-3}s^{-1} . Desafortunadamente en ambos trabajos referidos, la fracción laminar remanente no es medida ni reportada y por tanto el comparativo hecho con esta tesis posee cierta incertidumbre ya que la cedencia en ambos casos es mayor.

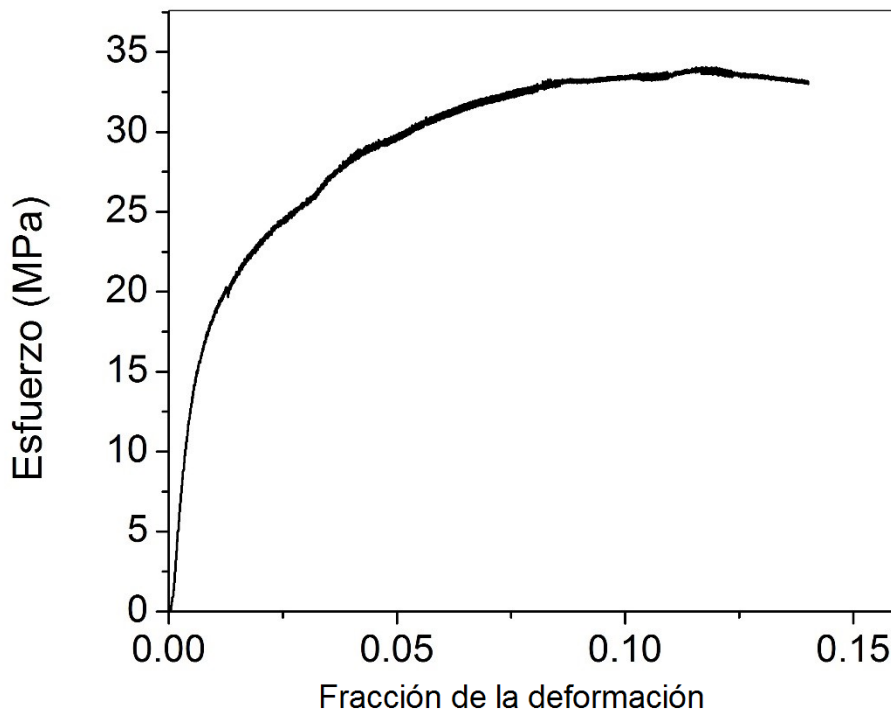


Fig. 4. 26 Curva esfuerzo deformación convencional de la muestra Z48H6P.

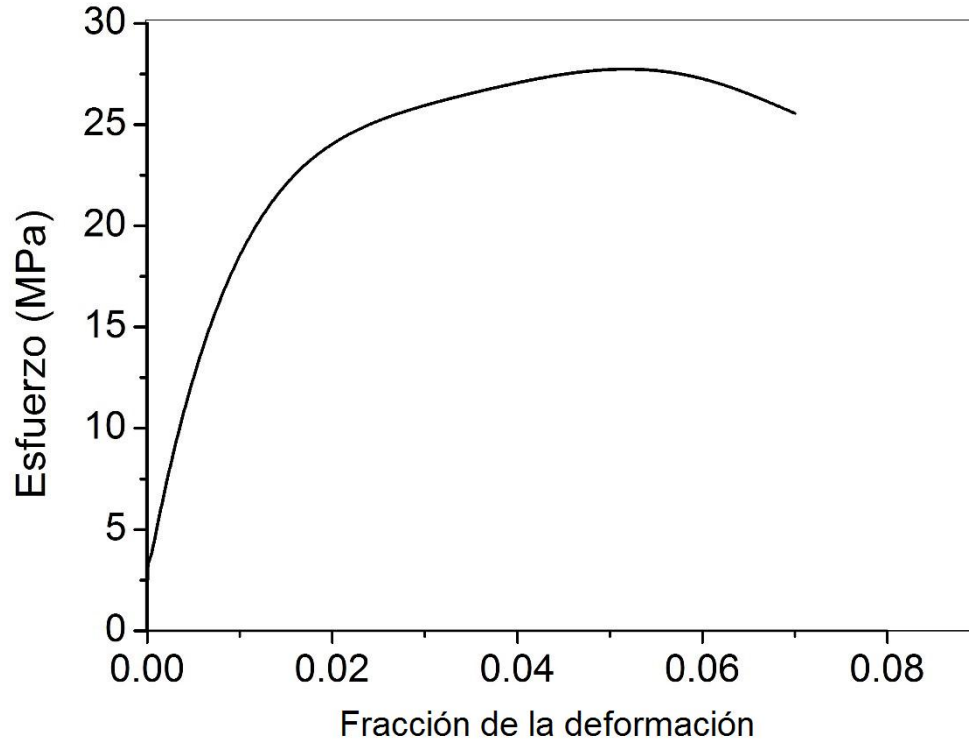


Fig. 4. 27 Curva esfuerzo deformación convencional de la muestra Z48H6P + 180TTR.

Conclusiones

- 1) La aleación Zn-21%Al-2%Cu con una microestructura de colada se procesó con 2 y 6 pasos de ECAP a temperatura ambiente. La microestructura resultante presentó segregación de fases muy evidente, aun después de realizar tratamientos térmicos de recocido. No fue posible obtener la microestructura de granos finos bajo estas condiciones.
- 2) Se determinó que la condición para obtener la microestructura de granos finos equiaxiados fue: 1) Homogenizar la muestra de colada durante 48 h a 350 °C, 2) Procesar con 6 pasos de ECAP a temperatura ambiente siguiendo la ruta Bc, 3) realizar un tratamiento térmico de recocido a 250 °C durante 180 min y 4) Enfriar en agua con hielo. Se obtuvo un 93.2% de granos finos con un tamaño promedio de 1.17 μm .
- 3) La aleación con una microestructura laminar tiene un esfuerzo de cedencia de 240 MPa y una microdureza de 110 HV, después de ser procesada con 6 pasos de ECAP el esfuerzo de cedencia disminuyó a 17.18 MPa y su microdureza fue de 65 HV, a este comportamiento se le conoce como ablandamiento por deformación. Las aleaciones que presenta esta importante reducción en la cedencia pueden ser conformadas superplásticamente.
- 4) Se observó una recuperación en los valores de la microdureza después de realizar un tratamiento térmico de recocido a 250 °C durante 180 min obteniendo valores de 105 HV. Este comportamiento puede relacionarse con un proceso de endurecimiento por recocido, que se logra al hacer una homogenización para llevar la aleación a una microestructura laminar.

Referencias

- [1] S.H.J. Lo, S. Dionne, M. Sahoo, H.M. Hawthorne, Mechanical and Tribological Properties of Zinc Aluminum Metal-Matrix Composites, *Journal of Materials Science* 27(21) (1992) 5681-5691.
- [2] V.M.L. Hirata, M.S. Munoz, J.C.R. Hernandez, Y.H. Zhu, Milling characteristics of extruded eutectoid Zn-Al alloy, *Materials Science and Engineering a Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 247(1-2) (1998) 8-14.
- [3] D. Villegas-Cardenas, V.M. Lopez-Hirata, M.L. Saucedo-Munoz, M. Morales-Rodriguez, E.O. Avila-Davila, J. Radilla-Chavez, Optimization of the cost of alloys Zn-Al-Cu of a certain hardness, *Dyna* 90(5) (2015) 484-490.
- [4] M. Krupinski, B. Krupinska, K. Labisz, Z. Rdzawski, T. Tanski, Effect of chemical composition modification on structure and properties of the cast Zn-Al-Cu alloys, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers Part L-Journal of Materials-Design and Applications* 230(3) (2016) 805-812.
- [5] E.M. Ahmed, Physical properties of Zn-22 wt.% Al-x wt.% Ce melt spun eutectoid alloy, *Crystal Research and Technology* 47(6) (2012) 689-695
- [6] Z.C. Wu, S. Sandlobes, L. Wu, W.P. Hu, G. Gottstein, S. Korte-Kerzel, Mechanical behaviour of Zn-Al-Cu-Mg alloys: Deformation mechanisms of as-cast microstructures, *Materials Science and Engineering a Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 651 (2016) 675-687.
- [7] R. Campos C., Jesús Negrete S., Luis Hernández H. G. Torres V., Efecto del recocido en las propiedades mecánicas de aleaciones Zn-Al, VI Congreso de la Academia Nacional de Ingeniería, 1980, pág. 289.
- [8] M.A.M. Arif, M.Z. Omar, N. Muhamad, J. Syarif, P. Kapranos, Microstructural Evolution of Solid-solution-treated Zn-22Al in the Semisolid State, *Journal of Materials Science & Technology* 29(8) (2013) 765-774.
- [9] Naziri H. y Pearce R., "The Influence of Copper Additions on the Superplastic Forming Behavior of the Zn-Al eutectoid", *Int. J. Mech., Sci.*, Vol. 12, pp. 513-521, 1970.
- [10] Langdon T.G., Seventy-five years of superplasticity: historic developments and new opportunities, *Journal of materials Science*, Vol. 44, (2009) 5998-6010.
- [11] 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, *Materials Science and Engineering a Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 241(1-2) (1998) 122-128.

- [12] Torres-Villaseñor G., Microestructura y propiedades mecánicas del Zinalco, Ciencia, Vol. 39,(1993) 23-50.
- [13] J.J. Negrete, 1989, Extrusión de tochos de zinalco con estructura modificada mediante tratamiento termico, Memoria del XV Congreso, Academia Nacional de Ingeniería, 1989.
- [14] M.R. Azpeitia, E.E.M. Flores, G.T. Villasenor, Superplastic behavior of Zn-Al eutectoid alloy with 2% Cu, Journal of Materials Science 47(17) (2012) 6206-6212.
- [15] M. Kawasaki, T.G. Langdon, Developing superplasticity and a deformation mechanism map for the Zn-Al eutectoid alloy processed by high-pressure torsion, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 528(19-20) (2011) 6140-6145.
- [16] C.Y. Lin, H.J. Tsai, C.G. Chao, T.F. Liu, Effects of equal channel angular extrusion on the microstructure and high-temperature mechanical properties of ZA85 magnesium alloy, Journal of Alloys and Compounds 530 (2012) 48-55.
- [17] T. Tanaka, H. Watanabe, K. Higashi, Microstructure in Zn-Al alloys after equal-channel-angular extrusion, Materials Transactions 44(9) (2003) 1891-1894.
- [18] G. Purcek, O. Saray, I. Karaman, M. Haouaoui, Microstructural Evolution and Mechanical Response of Equal-Channel Angular Extrusion-Processed Al-40Zn-2Cu Alloy, Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science 40A(11) (2009) 2772-2783.
- [19] P.A. González, C. Luis Perez, Y. Garcés, J. Gil Servillano, ECAE una tecnología de procesado emergente para producir propiedades relevantes en materiales metálicos, Revista de Metalurgia de Madrid 37,(6)(2001) 673-692
- [20] R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement, Progress in Materials Science 51(7) (2006) 881-981.
- [21] C.Y. Lin, H.J. Tsai, C.G. Chao, T.F. Liu, Effects of equal channel angular extrusion on the microstructure and high-temperature mechanical properties of ZA85 magnesium alloy, Journal of Alloys and Compounds 530 (2012) 48-55.
- [22] M. Kawasaki, T.G. Langdon, Flow behavior of a superplastic Zn-22% Al alloy processed by equal-channel angular pressing, Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing 503(1-2) (2009) 48-51.

- [23] M. Kawasaki, T.G. Langdon, The significance of grain boundary sliding in the superplastic Zn-22 % Al alloy processed by ECAP, *Journal of Materials Science* 48(13) (2013) 4730-4741.
- [24] 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, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 241(1-2) (1998) 122-128.
- [25] M. Kawasaki, T.G. Langdon, Grain boundary sliding in a superplastic zinc-aluminum alloy processed using severe plastic deformation, *Materials Transactions* 49(1) (2008) 84-89.
- [26] T. Tanaka, H. Watanabe, K. Higashi, Microstructure in Zn-Al alloys after equal-channel-angular extrusion, *Materials Transactions* 44(9) (2003) 1891-1894.
- [27] G. Purcek, O. Saray, I. Karaman, M. Haouaoui, Microstructural Evolution and Mechanical Response of Equal-Channel Angular Extrusion-Processed Al-40Zn-2Cu Alloy, *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science* 40A(11) (2009) 2772-2783.
- [28] R.Rodríguez, J. A. Benito, J. M. Cabrera, Procesos de severa deformacion plastica para obtener materiales de grano nanometrico y ultrafinos, *Revista de Ingenieria e Investigacion* 27(1)(2007)101-105
- [29] K. Furuno, H. Akamatsu, K. Oh-ishi, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon, Microstructural development in equal-channel angular pressing using a 60 degrees die, *Acta Materialia* 52(9) (2004) 2497-2507.
- [30] T.G.L. Y. Huang, Characterization of deformation processes in a Zn-22%Al alloy using atomic force microscopy, *Journal of materials science* 37 (2002) 4993-4998.
- [31] T. Tsutomu, H. Kenji, Superplasticity at Room Temperature in Zn-22Al Alloy Processed by Equal-Channel-Angular Extrusion, *Materials Transactions, The Japan Institute of Metals*, 2004, pp. 1261-1265
- [32] G. Purcek, Improvement of mechanical properties for Zn-Al alloys using equal-channel angular pressing, *Journal of Materials Processing Technology* 169(2) (2005) 242-248.
- [33] P. Kumar, C. Xu, T.G. Langdon, Mechanical characteristics of a Zn-22% Al alloy processed to very high strains by ECAP, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 429(1-2) (2006) 324-328.

- [34] S.H. Xia, J. Wang, J.T. Wang, J.Q. Liu, Improvement of room-temperature superplasticity in Zn-22 wt.%Al alloy, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 493(1-2) (2008) 111-115.
- [35] C.-F. Yang, J.-H. Pan, M.-C. Chuang, Achieving high strain rate superplasticity via severe plastic deformation processing, *Journal of Materials Science* 43(18) (2008) 6260-6266.
- [36] 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, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 620 (2015) 233-240.
- [37] 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, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 644 (2015) 17-24.
- [38] M.E. Cetin, M. Demirtas, H. Sofuoglu, O.N. Cora, G. Purcek, Effects of grain size on room temperature deformation behavior of Zn-22Al alloy under uniaxial and biaxial loading conditions, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 672 (2016) 78-87.
- [39] ASTM E562, Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count
- [40] ASTM E112, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size
- [41] Rodríguez Hernández M. G., Caracterización de la microestructura de la aleación Zn-21%Al-2%Cu deformada superplásticamente usando la técnica de OIM-EBSD, Tesis de maestría, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, 2012
- [42] R. Abbaschian, L. Abbaschian, R. E. Reed-Hill, *Physical Metallurgy Principles*, Cengage Learning (2009).
- [43] T. Kvackaj, J. Bidulska, R. Kocisko, R. Bidulsky, Effect of severe plastic deformation on the properties and structural developments of high purity Al and Al-Cu-Mg-Zr aluminium alloy, *Slovakia* (2011) 3-26
- [44] H.S. Kim, Finite element analysis of equal channel angular pressing using a round corner die, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 315(1-2) (2001) 122-128.
- [45] H.S. Kim, M.H. Seo, S.I. Hong, Plastic deformation analysis of metals during equal channel angular pressing, *Journal of Materials Processing Technology* 113(1-3) (2001) 622-626.

- [46] T. Suo, Y. Li, Y. Guo, Y. Liu, The simulation of deformation distribution during ECAP using 3D finite element method, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 432(1-2) (2006) 269-274.
- [47] A.J. Palomares-Garcia, M.T. Perez-Prado, J.M. Molina-Aldareguia, Effect of lamellar orientation on the strength and operating deformation mechanisms of fully lamellar TiAl alloys determined by micropillar compression, *Acta Materialia* 123 (2017) 102-114.
- [48] Z.X. Zhang, S.J. Qu, A.H. Feng, J. Shen, Achieving grain refinement and enhanced mechanical properties in Ti-6Al-4V alloy produced by multidirectional isothermal forging, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 692 (2017) 127-138.
- [49] 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, *Journal of Alloys and Compounds* 663 (2016) 775-783
- [50] Z.X. Zhang, S.J. Qu, A.H. Feng, J. Shen, D.L. Chen, Hot deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy: Effect of initial microstructure, *Journal of Alloys and Compounds* 718 (2017) 170-181.
- [51] F.D. Fischer, H. Clemens, T. Schaden, F. Appel, Compressive deformation of lamellar microstructures - a short review, *International Journal of Materials Research* 98(11) (2007) 1041-1046.
- [52] Y. Ito, S. Murakami, N. Tsuji, SEM/EBSD Analysis on Globularization Behavior of Lamellar Microstructure in Ti-6Al-4V During Hot Deformation and Annealing, *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science* 48A(9) (2017) 4237-4246.
- [53] L. Li, J. Luo, J.J. Yan, M.Q. Li, Dynamic globularization and restoration mechanism of Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr alloy during isothermal compression, *Journal of Alloys and Compounds* 622 (2015) 174-183.
- [54] S. Zharebtsov, M. Murzinova, A. Salishchev, S.L. Sennatin, Spheroidization of the lamellar microstructure in Ti-6Al-4V alloy during warm deformation and annealing, *Acta Materialia* 59(10) (2011) 4138-4150.
- [55] V. Paidar, M. Yamaguchi, Constrained deformation of a lamellar structure, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing* 462(1-2) (2007) 460-464.

[56] C.F. Yang, J.H. Pan, T.H. Lee, Work-softening and anneal-hardening behaviors in fine-grained Zn-Al alloys, *Journal of Alloys and Compounds* 468(1-2) (2009) 230-236

[57] J.W. Christian, *The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Part I*, Pergamon, (2002) 34-36.