



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

**ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA
QUÍMICA E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS**

**“EFECTO DEL Cu Y Zn EN LAS PROPIEDADES
SUPERPLÁSTICAS DE LAS ALEACIONES Al-Mg”**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

**MAESTRO EN CIENCIAS CON ESPECIALIDAD
EN INGENIERÍA METALÚRGICA**

P R E S E N T A :

MARCO ANTONIO GARCÍA BERNAL

ASESOR:

DR. DAVID HERNÁNDEZ SILVA



MÉXICO, D.F

ENERO DEL 2005



INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL

COORDINACION GENERAL DE POSGRADO E INVESTIGACION

ACTA DE REVISION DE TESIS

En la Ciudad de México, D. F. siendo las 12:00 horas del día 15 del mes de Noviembre 2004 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de Tesis designada Por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de la ESIQIE para examinar la tesis de grado titulada:
"EFECTO DEL Cu Y Zn EN LAS PROPIEDADES SUPERPLÁSTICAS DE LAS ALEACIONES Al-Mg"

Presentada por el alumno:

GARCÍA

Apellido paterno

BERNAL

materno

MARCO ANTONIO

nombre(s)

Con registro: A

0	2	0	1	3	2
---	---	---	---	---	---

Aspirante al grado de:

MAESTRO EN CIENCIAS CON ESPECIALIDAD EN INGENIERIA METALURGICA

Después de intercambiar opiniones los miembros de la Comisión manifestaron **SU APROBACION DE LA TESIS**, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.

LA COMISION REVISORA

Director de Tesis

DR. DAVID HERNÁNDEZ SILVA

DR. HÉCTOR DORANTES ROSALES

DRA. MANUELA DÍAZ CRUZ

DR. HEBERTO BALMORI RAMÍREZ

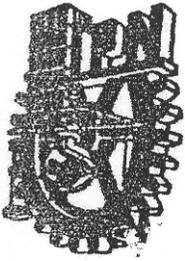
DR. SEBASTIÁN DÍAZ DE LA TORRE

DR. VÍCTOR MANUEL LÓPEZ HIRATA



EL PRESIDENTE DEL COLEGIO

ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERIA
QUIMICA E INDUSTRIAS QUIMICAS
SECRETARIA DE ESTUDIOS DE
DR. ROBERTO LIMAS BALLESTEROS



INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL

COORDINACIÓN GENERAL DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

CARTA CESION DE DERECHOS

En la Ciudad de México el día 2 del mes Diciembre del año 2004, el (la) que suscribe Marco Antonio García Bernal alumno (a) del Programa de Maestría en Ciencias con Esp. en Ing. Metalúrgica con número de registro A020132, adscrito a ESIQIE, manifiesta que es autor (a) intelectual del presente trabajo de tesis bajo la dirección de Dr. David Hernández Silva y ceden los derechos del trabajo intitulado Efecto del Cu y Zn en las Propiedades Superplásticas de las Aleaciones Al-Mg, al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y del director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección E-mail: gb_mai@yahoo.com. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

Marco Antonio García Bernal

Marco A. García B.

Nombre y firma

Dedicatorias

Este trabajo esta dedicado a Dios y a mi Familia.

"Es, pues, la fe la certeza de lo que se espera, la convicción de lo que no se ve."

Hebreos 11:1

Agradecimientos

- ✓ Al Instituto Politécnico Nacional, a la Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas y al Departamento de Ingeniería Metalúrgica. *Por la formación que he adquirido.*

- ✓ A las diversas instituciones. *Por el apoyo económico otorgado por medio de las becas CONACYT, GAID, PIFI e Institucional del IPN.*

- ✓ A los doctores David Hernández Silva, Manuela Díaz Cruz, Sebastián Díaz de la Torre, Héctor Javier Dorantes Rosales, Heberto Balmori Ramírez y Victor Manuel López Hirata. *Por sus valiosos comentarios en la elaboración de este trabajo.*

- ✓ A todos los profesores del Departamento de Ingeniería Metalúrgica, al personal del Departamento de Ingeniería Metalúrgica y al personal de la Sección de Graduados. *Por su ayuda.*

- ✓ Al Departamento de Ingeniería Mecatrónica del Tecnológico de Estudios Superiores de Ecatepec, y al Laboratorio de Metalurgia de la Escuela Superior de Ingeniería Mecánica y Eléctrica Unidad Ticomán. *Por su cooperación.*

De manera muy especial quiero resaltar mi agradecimiento a todos aquellos quienes de una u otra forma influyeron en la elaboración de este trabajo.

- ✓ A Dios en nombre de su hijo Jesucristo. Por alimentar mi espíritu con sabiduría, inteligencia y serenidad.

- ✓ A mis padres, María de los Ángeles Bernal Murillo y Juan Carlos García Hernández, así como a mis hermanos. *Por su amor, paciencia y apoyo en todos los aspectos, y sobre todo por creer en mi.*

- ✓ A mi amiga y compañera de cubículo, Alicia A. Pech. *Por su maravillosa amistad, confianza e inestimable ayuda.*

- ✓ A mi asesor, Dr. David Hernández Silva. *Por su orientación y apoyo para la elaboración de este trabajo, y en especial por la amistad y confianza que me brindó.*

- ✓ A mis compañeros de cubículo, Luis, Alfonso, Isabel, Vladimir, César, Lilliana y Esmeralda. *Por su amistad, enseñanzas y apoyo.*

- ✓ A mis compañeros de posgrado. *Por su amistad y ayuda.*

Contenido

Resumen	I
Abstract	II
Nomenclatura	III
Lista de tablas y figuras	IV
I Introducción	1
II Antecedentes	3
2.1 Historia de la superplasticidad	3
2.2 Tipos de superplasticidad	3
2.3 Resultados experimentales típicos	5
2.4 Efectos de la temperatura	7
2.5 Efectos del tamaño de grano	8
2.6 Mecanismos de deformación	8
2.7 Mecanismos de falla	10
2.8 Aleaciones Al-Mg	11
2.9 Diagramas de fase de los sistemas Al-Mg-Cu y Al-Mg-Zn	15
III Procedimiento experimental	17
3.1 Composición de las aleaciones	17
3.2 Fusión de las aleaciones	18
3.3 Tratamiento termomecánico	19
3.4 Estimación del exponente "m"	19
3.5 Ensayos de superplasticidad	22
3.6 Caracterización metalográfica	22
3.7 Propiedades mecánicas a temperatura ambiente	23
IV Resultados	24
4.1 Composición química de las aleaciones	24
4.2 Microestructura después del Tratamiento termomecánico	24
4.3 Propiedades mecánicas a temperatura ambiente	26
4.4 Exponente "m"	28
4.5 Ensayos de superplasticidad	34
4.6 Microestructura después de la deformación superplástica	37

V	Discusión	45
5.1	Tratamiento termomecánico	45
5.2	Propiedades mecánicas a temperatura ambiente	47
5.3	Propiedades superplásticas	48
5.4	Microestructura después de la deformación superplástica	49
VI	Conclusiones	53
	Referencias	54

Resumen

En este trabajo se estudió el efecto de la concentración de Cu y Zn sobre las propiedades superplásticas de las aleaciones Al-Mg. Primero, 8 aleaciones Al-4.5%pesoMg con diferentes concentraciones de Cu (0.5, 1.0, 1.5 y 2.0%peso) y de Zn (1.0, 2.0, 3.0 y 4.0%peso) fueron fundidas bajo la protección de una atmósfera de argón. Posteriormente, dichas aleaciones fueron sometidas a un tratamiento de homogeneización a 430 °C durante 72 h antes de un tratamiento termomecánico de laminación a 380 °C. Después de este tratamiento, la microestructura mostró un refinamiento de grano conforme la concentración de Cu o Zn fue incrementada. Se estimó la sensibilidad a la velocidad de deformación en el intervalo de temperaturas de 300 a 450 °C y de velocidades de deformación de 10^{-5} a 10^{-2} s⁻¹. Los valores resultantes de sensibilidad fueron tan altos como 0.6 a temperaturas de 300 y 350 °C a bajas velocidades de deformación, y de 0.3 a temperaturas de 400 y 450 °C a través de un amplio rango de velocidades de deformación. Ya que estos valores son indicativos de superplasticidad, se decidió realizar las pruebas de superplasticidad a 400 y 450 °C, y velocidades de deformación de 5×10^{-4} , 1×10^{-3} , 5×10^{-3} y 1×10^{-2} s⁻¹. Se realizaron pruebas superplásticas adicionales en las aleaciones Al-4.5Mg-XCu a 500 °C en el mismo rango de velocidades de deformación. Alargamientos máximos de hasta 373% y 407% pudieron ser alcanzados en las aleaciones Al-4.5Mg-1.5Cu a 500 °C y 1×10^{-2} s⁻¹, y Al-4.5Mg-4.0Zn a 450 °C y 5×10^{-3} s⁻¹, respectivamente. La microestructura de las probetas deformadas superplásticamente reveló refinamiento en el tamaño de grano, el cual fue atribuido a un proceso de recristalización dinámica durante los ensayos de tensión. Uno de los resultados más interesantes fue la observación de dos procesos de recristalización distintos en la misma probeta, uno de recristalización continua y otro discontinua en la región del cuello.

Abstract

In this work, the effect of Cu and Zn concentration on the superplastic properties of Al-Mg alloys was studied. First, eight Al-4.5wt.%Mg alloys with several Cu (0.5, 1.0, 1.5 and 2.0wt.%) and Zn (1.0, 2.0, 3.0 and 4.0wt.%) concentrations were melted in an argon atmosphere. Later, these alloys were homogenized at 430 °C for 72 h before a hot-rolling at 380 °C. After this treatment, the microstructure showed a grain refinement as Cu or Zn concentration was increased. The strain – rate sensitivity in the range of temperatures from 300 to 450 °C and strain rates from 10^{-5} to 10^{-2} s⁻¹ was estimated. The resulting sensitivity values were as high as 0.6 at temperatures of 300 and 350 °C at low strain rates, and 0.3 at temperatures of 400 and 450 °C through a wide strain rates range. Due to the fact that these values are indicative of superplasticity, it was decided to carry out superplastic tests at temperatures of 400 and 450 °C, and strain rates of 5×10^{-4} , 1×10^{-3} , 5×10^{-3} and 1×10^{-2} s⁻¹. Further superplastic tests on the Al-4.5Mg-XCu alloys were performed at 500 °C within the same range of strain rates. Maximum tensile elongations of up to 373% and 407% could be achieved in the Al-4.5Mg-1.5Cu at 500 °C and 1×10^{-2} s⁻¹, and Al-4.5Mg-4.0Zn at 450 °C and 5×10^{-3} s⁻¹ alloys, respectively. The microstructure of superplastically deformed samples revealed grain size refinement, which was attributed to a dynamic recrystallization process during tensile tests. One of the most interesting results was the observation of two different recrystallization processes in the same sample, one of continuous recrystallization and the other one of discontinuous recrystallization in the necking region.

Nomenclatura

- A Área instantánea
- A_0 Área original
- e Deformación o deformación ingenieril
- K Constante del material
- L Longitud instantánea
- L_0 Longitud original
- m Exponente de sensibilidad a la velocidad de deformación
- P Carga
- s Esfuerzo o esfuerzo ingenieril
- T Temperatura
- v Velocidad de deformación de la máquina de tensión
- ε Deformación real
- $\dot{\varepsilon}$ Velocidad de deformación real
- σ Esfuerzo real o esfuerzo de flujo

Tablas

No.	Leyenda	Pág.
1	Fases sólidas presentes a las temperaturas de ensayo [23]	15
2	Composición química nominal de las aleaciones en % peso (Al es el resto)	18
3	Composición química de las aleaciones en % peso (Al es el resto)	24
4	Propiedades mecánicas a temperatura ambiente	27

Figuras

No.	Leyenda	Pág.
1	Ejemplo de la deformación superplástica de un acero ultra alto carbono X140 Cr2 Al7 ensayado a una $T = 880\text{ }^{\circ}\text{C}$ y una $\dot{\epsilon} = 3 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$	1
2	Ejemplo del formado superplástico a partir de aleaciones de Al	1
3	Dependencia de la velocidad de deformación con (a) el esfuerzo de flujo, y (b) el exponente de sensibilidad a la velocidad de deformación	7
4	Modelo ilustrando el mecanismo de deslizamiento de límite de grano (DLG) acomodado por deslizamiento de dislocaciones involucrando los pasos secuenciales de deslizamiento y ascenso	9
5	Mecanismos generadores de cavitación: (a) GBS que no es completamente acomodado en los puntos triples de límite de grano y partículas residiendo en los límites; (b) intersecciones de deslizamiento intragranular con partículas residiendo en los límites; (c) condensación de vacancias en los límites; y (d) fractura de partículas	10
6	Esquema ilustrando del inicio del cuello	11
7	Secciones de la esquina rica en Al a 375 y 460 °C del diagrama de fases ternario Al-Mg-Cu [23]	16
8	Diagrama solvus de la esquina de Al en el sistema Al-Mg-Zn [23]	16
9	Diagrama del procedimiento experimental	17
10	Esquema del horno eléctrico de tubo vertical tipo Tamman	19
11	Probeta utilizada para ensayo a tensión	20
12	Equipo utilizado en los ensayos de tensión a alta temperatura	20
13	Curva carga – alargamiento a una temperatura constante con cambios en la velocidad de deformación	21
14	Microestructura de las aleaciones después del Tratamiento Termomecánico. Aleaciones 1, 2, 3 y 4 (la numeración corresponde con las tablas 2 y 3)	25
15	Microestructura de las aleaciones después del Tratamiento Termomecánico. Aleaciones 5, 6, 7 y 8 (la numeración corresponde con las tablas 2 y 3)	26

LISTA DE TABLAS Y FIGURAS

16	Curvas esfuerzo-deformación de las aleaciones conteniendo Cu ensayadas a temperatura ambiente y una velocidad de deformación de 1 mm/min 8 (la numeración corresponde con las tablas 2 y 3)	27
17	Curvas esfuerzo-deformación de las aleaciones conteniendo Zn ensayadas a temperatura ambiente y una velocidad de deformación de 1 mm/min 8 (la numeración corresponde con las tablas 2 y 3)	28
18	Curva carga – desplazamiento a una temperatura constante. Cada escalón corresponde a un cambio en la velocidad de deformación	29
19	Esfuerzo real en función de la velocidad de deformación a diferentes temperaturas de las aleaciones a) Al-4.5Mg-0.5Cu, b) Al-4.5Mg-1.0Cu, c) Al-4.5Mg-1.5Cu y d) Al-4.5Mg-2.0Cu.	30
20	Esfuerzo real en función de la velocidad de deformación a diferentes temperaturas de las aleaciones a) Al-4.5Mg-1.0Zn, b) Al-4.5Mg-2.0Zn, c) Al-4.5Mg-3.0Zn y d) Al-4.5Mg-4.0Zn.	31
21	Sensibilidad a la velocidad de deformación “m” en función de la velocidad de deformación real a diferentes temperaturas de las aleaciones a) Al-4.5Mg-0.5Cu, b) Al-4.5Mg-1.0Cu, c) Al-4.5Mg-1.5Cu y d) Al-4.5Mg-2.0Cu.	32
22	Sensibilidad a la velocidad de deformación “m” en función de la velocidad de deformación real a diferentes temperaturas de las aleaciones a) Al-4.5Mg-1.0Zn, b) Al-4.5Mg-2.0Zn, c) Al-4.5Mg-3.0Zn y d) Al-4.5Mg-4.0Zn.	33
23	Probetas de la Aleación 3 (Al-4.5Mg-1.5Cu) ensayadas a 500 °C	34
24	% Alargamiento en función de la velocidad de deformación para las diferentes aleaciones conteniendo Cu a (a) 400, (b) 450 y (C) 500 °C, y aleaciones conteniendo Zn a (d) 400 y (e) 450 °C	35
25	Probetas de la Aleación 8 (Al-4.5Mg-4.0Zn) ensayadas a 450 °C	36
26	Curvas esfuerzo-deformación de las aleaciones que alcanzaron la mayor ductilidad de cada grupo de aleaciones	36
27	Micrografías mostrando la cavitación en la aleación 3 (Al-4.5Mg-1.5Cu) ensayadas a 500 °C y diferentes velocidades de deformación (a) 5×10^{-4} , (b) 1×10^{-3} , (c) 5×10^{-3} y (d) $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	37
28	Micrografías mostrando la cavitación en la aleación 8 (Al-4.5Mg-4.0Zn) ensayadas a 450 °C y diferentes velocidades de deformación (a) 5×10^{-4} , (b) 1×10^{-3} , (c) 5×10^{-3} y (d) $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$	38
29	Micrografías de diferentes secciones de la aleación 3 (Al-4.5Mg-1.5Cu) ensayada a 500 °C y una velocidad de deformación de $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ con una ductilidad del 373%.	39
30	Micrografías de diferentes secciones de la aleación 8 (Al-4.5Mg-4.0Zn) ensayada a 450 °C y una velocidad de deformación de $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ con una ductilidad del 407%.	40
31	Micrografías de diferentes secciones de la aleación 1 (Al-4.5Mg-0.5Cu) ensayada a 500 °C y una velocidad de deformación de $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ con una ductilidad del 303%.	42

LISTA DE TABLAS Y FIGURAS

32	Micrografías de diferentes secciones de la aleación 7 (Al-4.5Mg-3.0Zn) ensayada a 450 °C y una velocidad de deformación de $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ con una ductilidad del 313%.	43
33	Micrografías de diferentes secciones de la aleación 3 (Al-4.5Mg-1.5Cu) ensayada a 500 °C y una velocidad de deformación de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ con una ductilidad del 43%.	44
34	Micrografías tomadas después del Tratamiento Termomecánico mostrando partículas intermetálicas en las aleaciones (a) 1 (Al-4.5Mg-0.5Cu) y (b) 4 (Al-4.5Mg-2.0Cu).	46
35	Micrografías mostrando la cavitación. Probetas conteniendo Cu ensayadas a 500 °C y $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, (a) Aleación 1 (Al-4.5Mg-0.5Cu) y (b) Aleación 4 (Al-4.5Mg-2.0Cu).	46
36	Patrón de difracción de rayos X de la aleación Al-4.5Mg-1.5Cu.	47

I Introducción

“La superplasticidad es la habilidad de un material policristalino de exhibir un alargamiento muy alto en tensión, con sólo una formación muy gradual del cuello”. Los materiales superplásticos tienen esta característica por que ellos exhiben esfuerzos de flujo “ σ ”, los cuales son muy sensibles a la velocidad de deformación “ $\dot{\epsilon}$ ”. Es decir, ellos poseen un alto exponente a la velocidad de deformación “ m ” en la relación $\sigma = K\dot{\epsilon}^m$, con valores típicos ≥ 0.3 . Cuando el exponente de sensibilidad a la velocidad de deformación es 1, se dice que el material exhibe un comportamiento viscoso Newtoniano. Es decir, el material podría comportarse como el vidrio a alta temperatura. Un ejemplo del comportamiento de un material superplástico se observa en la figura 1.



Figura 1. Ejemplo de la deformación superplástica de un acero ultra alto carbono X140 Cr2 Al7 ensayado a una $T = 880 \text{ }^\circ\text{C}$ y una $\dot{\epsilon} = 3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Tal comportamiento inusual es de interés por varias razones. Primero, todavía hay un entendimiento limitado de los mecanismos que actúan en el proceso de deformación. Segundo, el fenómeno tiene importantes implicaciones para la industria, ver figura 2. Respecto a este último punto se puede decir que los materiales con propiedades superplásticas pueden ser usados para producir componentes en formas complejas que están muy cerca de la dimensión final, minimizando los costos.

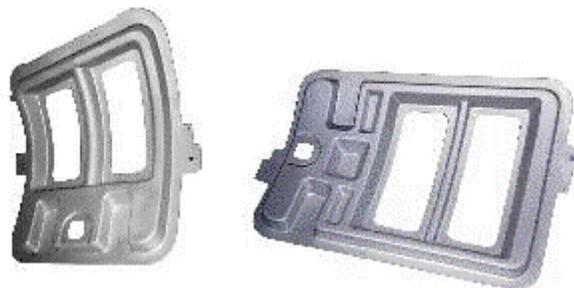


Figura 2. Ejemplo del formado superplástico a partir de aleaciones de Al. Componentes de formado superplástico para el Learjet 45 muestran como una hoja de una aleación de Al reemplaza a 50 componentes ensamblados.

Actualmente hay un gran interés de reemplazar partes automotrices hechas de acero por aleaciones base Al-Mg, pues estas mejoran la eficiencia de combustible y requerimientos ambientales debido a su excelente relación peso-resistencia. El formado convencional de aleaciones de aluminio es limitado debido a su baja formabilidad, conduciendo a un diseño de partes ineficiente y un aumento en el costo por ensamble, por lo que el formado superplástico de las aleaciones Al-Mg ha venido adquiriendo cada vez más importancia.

Desde hace más de 15 años, se han hecho considerables esfuerzos sobre estudios de superplasticidad en aleaciones Al-Mg, exhibiendo una alta sensibilidad a la velocidad de deformación aún cuando se forma un tamaño de grano grande (teniendo exponentes $m \approx 0.33$ y alargamientos máximos del orden del 300%). Frecuentemente se han añadido diversos elementos a las aleaciones base Al-Mg para mejorar sus propiedades superplásticas, tales como Mn, Cu, Cr, Zr, Sc y Si entre los más comunes. Siendo de especial interés el sistema Al-Mg-Cu, ya que el incremento del Cu ha demostrado incrementar de manera considerable las propiedades superplásticas. Sin embargo, hasta ahora el efecto del Cu sólo se ha estudiado a bajas concentraciones y temperaturas muy elevadas, haciendo falta un estudio que involucre mayores cantidades de Cu y menores temperaturas. Además, al existir la hipótesis de que el incremento de las propiedades superplásticas en las aleaciones Al-Mg-Cu, se da en solución sólida, surge un interés por conocer el efecto de la concentración de Zn en las aleaciones Al-Mg, ya que éste elemento tiene una gran solubilidad en el Al.

De esta manera el objetivo de este trabajo es el de investigar los efectos de la concentración de Cu y Zn sobre las propiedades superplásticas en tensión de la aleación base Al-4.5%(en peso) Mg a bajas temperaturas (300-450°C) y en un rango de velocidades de deformación de 10^{-5} a 10^{-2} s^{-1} . Para lo cual se proponen las siguientes composiciones: Al-4.5%Mg-0.5, 1, 1.5, y 2%Cu así como Al-4.5%Mg-1, 2, 3 y 4%Zn. También es interesante conocer la evolución microestructural de las aleaciones antes y después de la deformación superplástica ya que estudios similares a este trabajo han dejado un vacío en este renglón.

II Antecedentes

2.1 Historia de la superplasticidad

Estudios fenomenológicos en superplasticidad desde Bengough a Person y Backofen son descritos en muchas revistas [1-3]. Antes de 1964, el objetivo principal era obtener alargamiento extremo en ensayos de tensión uniaxial. La explotación tecnológica entró en juego sólo después de los trabajos pioneros de Backofen y sus colaboradores [4]. La mayoría de los estudios posteriores en el comportamiento mecánico de materiales superplástico también ha empleado el ensayo de tensión uniaxial, pero con énfasis en la sensibilidad a la velocidad de deformación de flujo. La naturaleza física de la deformación superplástica ha sido investigada a fondo. Muchas teorías físicas han sido propuestas. Un número de aplicaciones tecnológicas han resultado.

No se reconoce en muchas revistas que por un largo periodo en la historia, materiales parecidos a los superplásticos han estado en uso. Sherby y Wadsworth [2,3] han sugerido que la historia de la superplasticidad data desde el periodo de Bronce alrededor del año 2500 AC. En ese reporte, bronces de arsénico y los famosos aceros de Damasco (~300 AC) han sido presentados como ejemplos de materiales superplásticos.

Hilos de oro y plata, tan bien como hojas de oro muy delgadas usadas en varios países por siglos y en muchas aplicaciones, como también la deformación del vidrio común a elevadas temperaturas, pueden ser considerados como materiales que exhiben comportamiento superplástico si la superplasticidad fuera definida como alargamiento extremo resultado de un flujo homogéneo.

Desde un punto de vista científico / tecnológico, el reporte más antiguo se remonta a 1912 [2,4], en el cual un latón ($\alpha+\beta$) fue extendido en tensión hasta un 163 % de alargamiento a 700 °C.

2.2 Tipos de superplasticidad

Básicamente, pueden diferenciarse dos tipos de comportamiento superplástico. El primero suele denominarse superplasticidad ambiental, la cual es observada en materiales sujetos a condiciones ambientales especiales. El segundo tipo, superplasticidad estructural, es observado

en materiales de grano fino. Hoy en día está bien establecido que la mayoría de los materiales policristalinos incluyendo metales, cerámicos y materiales compuestos pueden ser transformados a un estado superplástico mediante una apropiada preparación estructural (refinamiento del tamaño de grano), por lo que este tipo de superplasticidad ha sido el más estudiado y es la de mayor importancia tecnológica.

A continuación se describen los requisitos estructurales para el desarrollo de materiales superplásticos [2,3]:

- Tamaño de grano fino. Uno de los mayores requerimientos para la superplasticidad estructural es que el tamaño de grano, debe de ser pequeño. Típicamente, valores de tamaño de grano menores de 15 μm son requeridos para el comportamiento superplástico. Sin embargo, las aleaciones Al-Mg han demostrado un comportamiento superplástico a pesar de poseer un tamaño de grano grueso.
- Presencia de una segunda fase. Para mantener un tamaño de grano fino a la temperatura del formado superplástico, y para los tiempos comprendidos durante el formado superplástico, la presencia de una segunda fase en los límites de grano de la matriz es requerida. La inhibición del crecimiento del grano usualmente se mejora si la cantidad de la segunda fase se incrementa, siempre y cuando el tamaño de la segunda fase se mantenga fino y su distribución uniforme.
- Resistencia de la segunda fase. Hay evidencia sugiriendo que las relativas resistencias de la matriz y la segunda fase constituyen un parámetro importante en el control de la cavitación durante el flujo superplástico. Por ejemplo, la adición deliberada de partículas duras de Ag_3Sn en la aleación superplástica Pb-Sn (la cual normalmente no cavita) se encontró que causa cavitación nucleada exclusivamente en las intercaras matriz/partícula. De estas y otras observaciones, se puede deducir que la resistencia de la segunda fase debería ser similar a la resistencia de la fase matriz.
- Tamaño y distribución de la segunda fase. Si la segunda fase es considerablemente más dura que la fase matriz, ésta debería estar uniformemente distribuida y en forma de partículas finas dentro de la matriz. En la forma de partículas finas pero duras, la cavitación durante el flujo superplástico puede de hecho ser inhibida por varios mecanismos de recuperación ocurriendo en la vecindad de la partícula.

- Naturaleza del límite de grano. Los límites de grano entre los granos de matriz adyacente deberían ser de ángulo alto, debido a que el deslizamiento de límite de grano es generalmente el mecanismo predominante de deformación durante el flujo superplástico y límites de ángulo bajo, no se deslizan fácilmente bajo los apropiados esfuerzos cortantes.
- Movilidad de los límites de grano. Los límites de grano en aleaciones superplásticas deber ser móviles. Durante el deslizamiento de límite de grano, concentraciones de esfuerzos se desarrollan en puntos triples y otras obstrucciones a lo largo del límite de grano. La habilidad de los límites de grano a moverse (migración de límite de grano) permite la reducción de estas concentraciones de esfuerzos. El hecho de que los granos de materiales superplásticos permanezcan esencialmente equiáxicos aún después de deformaciones muy grandes es evidencia indirecta de que la migración de límite de grano ocurrió.
- Forma del grano. Las forma del grano debería ser equiáxico a fin de que el límite de grano pueda experimentar un esfuerzo cortante permitiendo el deslizamiento de límite de grano.
- Límites de grano y su resistencia a la separación en tensión. Límites de grano en la fase matriz no deben ser propensos a una fácil separación en tensión.

2.3 Resultados experimentales típicos

Históricamente, para investigar la respuesta mecánica de los materiales superplásticos se han utilizado ensayos de tensión, los cuales por lo regular son llevados a cabo a temperatura constante. Durante los ensayos de tensión normalmente la velocidad de deformación se mantiene constante cuando se desea conocer el máximo alargamiento del material, y varía cuando se quiere determinar el exponente de sensibilidad a la velocidad de deformación. Es decir, ensayos de cambio de velocidad de deformación. Ahora, en un ensayo de tensión uniaxial a temperatura y tamaño de grano constante, los datos de carga axial y alargamiento son convertidos en una gráfica $s - e$, $\sigma - \epsilon$ usando los conceptos de deformación uniforme y volumen constante [5,6]. Es decir:

$$s = \frac{P}{A_0} \quad (1)$$

$$e = \frac{(L - L_0)}{L_0} \quad (2)$$

$$\sigma = \frac{P}{A} \quad (3)$$

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{L}{L_0}\right) \quad (4)$$

donde "s" es el esfuerzo ingenieril, "e" es la deformación ingenieril, "σ" es el esfuerzo verdadero o esfuerzo de flujo, "ε" es la deformación verdadera, P es la carga axial, A₀, A son las áreas transversales original e instantánea (= A₀L₀/L) y L₀, L son las longitudes original e instantánea calibradas de la probeta.

Las gráficas de lnσ - lnε, figura 3 (a), a deformación constante son obtenidas de las gráficas esfuerzo-deformación, otra vez asumiendo deformación uniforme y volumen constante. La velocidad de deformación verdadera o instantánea es dada por

$$\dot{\varepsilon} = \frac{v}{L} \quad (5)$$

La sensibilidad a la velocidad de deformación del esfuerzo de flujo es definida como sigue:

$$\sigma = K\dot{\varepsilon}^m \quad (6)$$

donde K es una constante del material y m es el exponente de sensibilidad a la velocidad de deformación. Como se puede observar la ecuación (6) ignora el endurecimiento por deformación, el cual es una suposición razonable ya que durante el flujo superplástico hay una ausencia de crecimiento de grano. Algunos resultados típicos son mostrados en la figura 3 (b). Por conveniencia la curva lnσ - lnε puede ser dividida en tres regiones, ver figura 3 (a), donde las regiones I y III muestran exponentes $m \leq 0.3$, mientras que en la región II, el cual es considerado el régimen superplástico, se observan exponentes $m \geq 0.3$ siendo también donde los mayores alargamientos se suscitan.

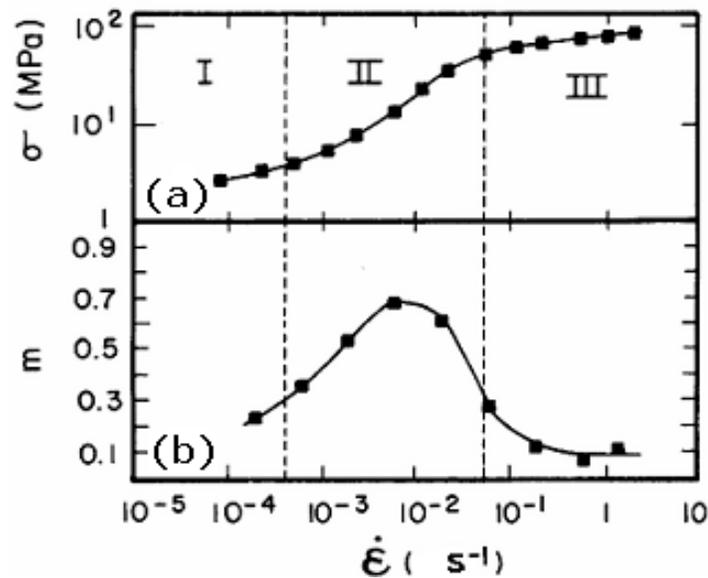


Figura 3. Dependencia de la velocidad de deformación con (a) el esfuerzo de flujo, y (b) el exponente de sensibilidad a la velocidad de deformación [1].

2.4 Efectos de la temperatura

La superplasticidad es un fenómeno de alta temperatura, ocurriendo generalmente sólo por encima de la mitad del punto de fusión. La influencia de la temperatura en la relación $\ln\sigma - \ln\dot{\epsilon}$ esta bien documentada en un amplio rango de materiales. Los siguientes cambios ocurren con el incremento de la temperatura de deformación [1]:

1. El nivel total del esfuerzo de flujo es reducido, dicho efecto es menos marcado a altas velocidades de deformación. Además, la dependencia de la temperatura con el esfuerzo de flujo en la condición superplástica es mucho mayor que en la condición normal de grano grueso.
2. El valor máximo de m se incrementa y es desplazado a velocidades de deformación más altas.
3. Ambas transiciones entre las regiones I/II Y II/III son desplazadas a velocidades de deformación más altas.
4. En las regiones I y II, el valor de m es menos sensible a variaciones de temperaturas que en la región superplástica II.

2.5 Efectos del tamaño de grano

El comportamiento superplástico normalmente es observado para tamaños de grano pequeños, diámetros $\leq 15\mu\text{m}$. Por debajo de este valor, la influencia total de la disminución del tamaño de grano sobre la relación $\ln\sigma - \ln\dot{\epsilon}$ es similar al incremento de la temperatura de deformación. Disminuyendo el tamaño de grano [1]:

1. Disminuye el esfuerzo de flujo en todas las velocidades de deformación excepto en la región III. El efecto es más marcado a bajas velocidades de deformación.
2. Desplaza la transición entre las regiones II y III a velocidades de deformación más altas.
3. Incrementa el valor máximo de m y lo mueve a velocidades de deformación más altas.

2.6 Mecanismos de deformación

Continuos debates en el campo de la metalurgia se han dado en la materia de mecanismos de deformación, los cuales proveen los niveles extremadamente altos de ductilidad experimentados en metales superplásticos. Sin embargo, el mecanismo de acomodamiento dominante es asociado con el deslizamiento de límite de grano (DLG) comúnmente nombrado GBS por su nombre en inglés Grain Boundary Sliding.

Aunque el DLG es reconocido como el principal mecanismo este no puede ser llevado a cabo sin los demás mecanismos de acomodamiento, en particular aquellos, los cuales se relacionan con el límite de grano. Como lo son flujo difusional, deslizamiento y ascenso de dislocaciones y recristalización.

En el caso de las aleaciones base Al-Mg, diversos trabajos se han enfocado en identificar los mecanismos dominantes durante la deformación. Los resultados de estos trabajos muestran que la deformación superplástica esta dominada por dos mecanismos de deformación, el DLG figura 4 y Termofluencia por obstaculización de solutos (TOS) normalmente denominado SDC (Solute-Drag Creep) [7, 8].

El primer mecanismo (DLG) normalmente requiere de un tamaño de grano estable menor a $15\mu\text{m}$, con la ventaja de que los materiales presentan una alta ductilidad sin cuello o ruptura debido a la alta sensibilidad a la velocidad de deformación, $m = 0.5$. Sin embargo, debido tanto al procesamiento y aleantes especiales necesarios para crear tales granos finos y estables, los materiales superplásticos generalmente se encarecen.

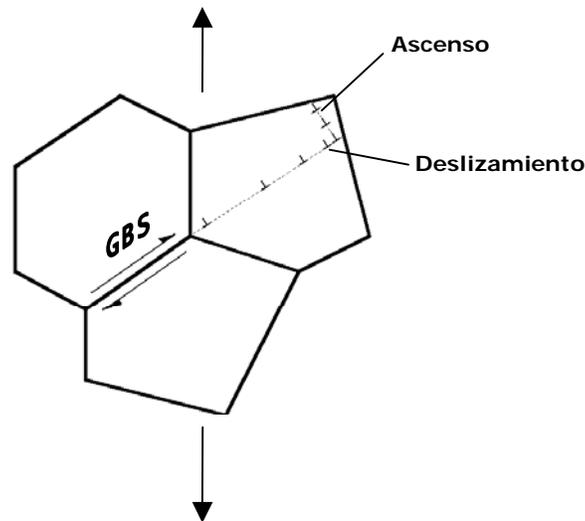


Figura 4. Modelo ilustrando el mecanismo de deslizamiento de límite de grano (DLG) acomodado por deslizamiento de dislocaciones involucrando los pasos secuenciales de deslizamiento y ascenso [9].

El segundo mecanismo (TOS), es un mecanismo basado en el deslizamiento de dislocaciones, en donde el movimiento individual de dislocaciones causa deformación plástica. Este mecanismo ocurre cuando los átomos de soluto (Mg) obstaculizan el deslizamiento de dislocaciones y se caracteriza por una relativamente alta sensibilidad a la velocidad de deformación, $m = 0.33$, alcanzando alargamientos superiores a 300%. A diferencia del DLG el TOS es independiente del tamaño de grano, por lo que no requiere de costosos procesamientos y de la adición de aleantes para crear y mantener un tamaño de grano fino, lo cual le da una ventaja económica [10].

Investigaciones recientes en aleaciones de aluminio 5083 han mostrado que el mecanismo de deformación dominante cambia de DLG a TOS conforme la velocidad de deformación se incrementa y la temperatura disminuye [8].

2.7 Mecanismos de falla

Durante el formado superplástico la ductilidad de las aleaciones base Al-Mg se ve limitada por dos mecanismos de falla compitiendo mutuamente: cavitación y desarrollo de cuello.

El primer mecanismo es la falla que se da durante el formado superplástico debido a la nucleación, crecimiento y eventual coalescencia de cavidades o huecos. La cavitación generalmente progresa durante la deformación así que la fracción de volumen de las cavidades tiende a ser más grande en regiones que son más delgadas, llevando a una falla local. A pesar de su importancia, los mecanismos de formación de cavidades no han sido completamente entendidos. La figura 5 resume los mecanismos que pueden contribuir a la presencia de tales cavidades.

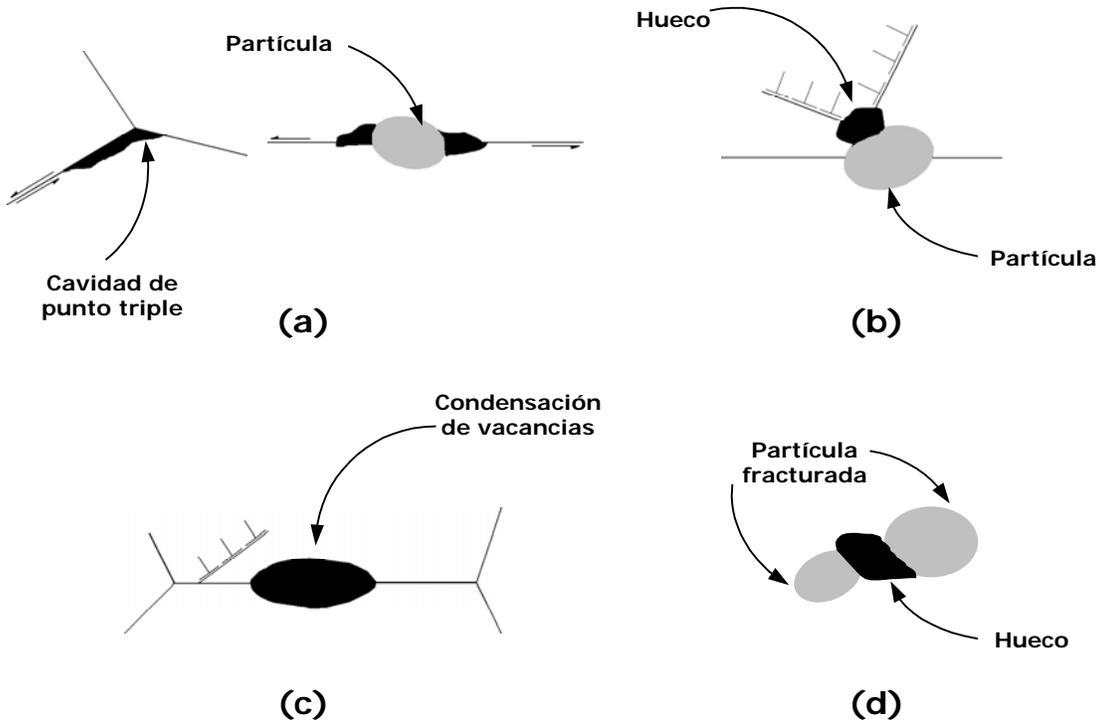


Figura 5. Mecanismos generadores de cavitación: (a) GBS que no es completamente acomodado en los puntos triples de límite de grano y partículas residiendo en los límites; (b) intersecciones de deslizamiento intragranular con partículas residiendo en los límites; (c) condensación de vacancias en los límites; y (d) fractura de partículas [11].

El otro mecanismo de falla denominado cuello comienza en el esfuerzo máximo, cuando el incremento en resistencia del material debido al endurecimiento por deformación es menor que la disminución en la habilidad de soportar la carga debido a la disminución en el área transversal de la probeta. En otras palabras, el cuello comienza cuando el incremento en esfuerzo debido a la reducción en área transversal comienza a exceder el incremento en la habilidad de soportar la carga debido al endurecimiento por deformación. Figura 6.

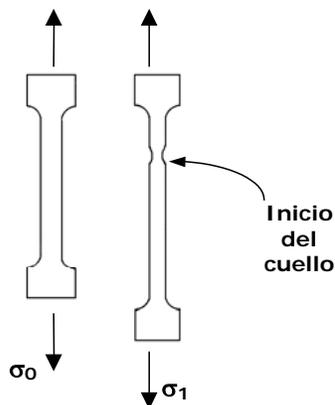


Figura 6. Esquema ilustrando del inicio del cuello.

En los materiales superplásticos un valor alto del exponente de sensibilidad a la velocidad de deformación m inhibe el cuello debido al efecto de endurecimiento localizado [12]. Este efecto presume un realce del esfuerzo en la región donde se inicia el cuello debido al incremento de velocidad de deformación en dicha región por la disminución en longitud al tomar la sección del cuello como una miniprobeta empotrada en la probeta de ensayo.

2.8 Aleaciones Al-Mg

A continuación se describen algunos estudios en aleaciones Al-Mg que han exhibido un comportamiento superplástico:

Watanabe y colaboradores [13], modificaron una aleación comercial Al-Mg (AA 5083) mediante la adición de cobre, haciéndola superplástica. La composición de dicha aleación fue nominalmente 5 % Mg, 0.7 % Mn, 0.12 % Fe, 0.13 % Cr y 0.10% Si. Él mostró que, con la adición progresiva de cobre (0.2, 0.4 y 0.6 % de Cu) el tamaño de grano fue refinándose después del laminado en caliente y en frío. El

tamaño de grano lo refinó mediante laminado en frío seguido por un tratamiento de recristalización. El tamaño de grano de la aleación 0.6% Cu fue el menor, siendo de $10\mu\text{m}$. Obtuvo un alargamiento del 700% a una velocidad de deformación de $2.8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ a $550\text{ }^\circ\text{C}$, con un exponente de sensibilidad a la velocidad de deformación de 0.7.

Salama y McNelley [2], estudiaron las propiedades de una aleación Al-10%Mg conteniendo pequeñas adiciones de zirconio (0.2%) o manganeso (0.5%). Los autores mostraron que, cuando se tiene un grano grueso, estas aleaciones son superplásticas a bajas temperaturas ($300\text{ }^\circ\text{C}$) en contraste con las aleaciones de aluminio superplásticas donde la superplasticidad es sólo observada a elevadas temperaturas ($475\text{-}550\text{ }^\circ\text{C}$). Además, la resistencia de las aleaciones Al-10%Mg a temperatura ambiente fue superior con respecto a otras aleaciones Al-Mg debido al incremento en endurecimiento por solución sólida. Ambas aleaciones estudiadas por Salama y McNelly se comportaron de manera similar. Comparando la aleación Al-10Mg-0.1Zr de grano grueso ($d=40\mu\text{m}$) y la de grano fino ($d=3\mu\text{m}$) a $300\text{ }^\circ\text{C}$, la de grano grueso exhibió un valor máximo de m de 0.33 con un alargamiento máximo del 200%. Por otro lado, la aleación de grano fino exhibió un valor de m cercano a 0.5 con un alargamiento máximo de 500%.

McNelley y colaboradores [14], Mostraron que alargamientos substanciales ($>500\%$) pueden ser obtenidos a 300°C ($\sim 0.7T_f$) mediante procesamiento termomecánico de una aleación Al-10Mg a una velocidad de deformación de $2\text{-}5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Laminando en caliente a $300\text{ }^\circ\text{C}$, lo cual es por debajo de la línea de solvus del magnesio, conduce a una alta densidad de dislocación inicial.

Verma y colaboradores [15], investigaron el procesamiento termomecánico de una aleación de aluminio 5083 (Al-4.7Mg-0.7Mn), encontrando que, la ruta de laminado en frío y recocido fue la mejor con un tamaño de grano de $9\mu\text{m}$ en comparación con la ruta de laminado en caliente que dio un tamaño de grano de $39\mu\text{m}$. El máximo alargamiento fue del 600% a $550\text{ }^\circ\text{C}$.

Woo, y colaboradores [16], estudiaron el comportamiento de la ductilidad en tensión de aleaciones binarias Al-Mg de grano grueso conteniendo 5.3, 7 y 11% de Mg, respectivamente. La aleación Al-7Mg mostró la mejor ductilidad en tensión, obteniendo un alargamiento máximo del 350% a 450°C y $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Ellos mostraron que aumentando el contenido de magnesio se redujo el tamaño de grano debido a una mayor presencia de precipitados de segunda fase en la matriz de Al, sin embargo, no pudieron aclarar, porque, a pesar de que

la aleación Al-11Mg resultó la de microestructura más fina, no fue la que resultó con el mayor alargamiento.

Kim y Shin [17], obtuvieron una aleación Al-7Mg-1Fe de alta velocidad de deformación a partir de un lingote utilizando sólo el proceso de laminado en caliente. La microestructura final mostró la formación de subgranos dentro de granos de 10-15 μ m. Se observó una dispersión uniforme de Al₃Fe. Se obtuvieron alargamientos arriba del 450% a una velocidad de deformación de 10⁻¹ s⁻¹ a 465 °C y 480 °C.

Nieh y colaboradores [18], estudiaron una aleación Al-6Mg-0.3Sc, dicha aleación laminada en frío presentó superplasticidad a altas velocidades de deformación, ($\sim 10^{-2}$ s⁻¹). A una velocidad de deformación de 10⁻² s⁻¹ para un rango amplio de temperaturas (475-520 °C) obtuvieron alargamientos arriba del 1000%.

También dentro de un amplio rango de velocidades (10⁻³ -10⁻¹ s⁻¹) se alcanzaron alargamientos por arriba del 500%. La presencia de Sc en la aleación resultó en una distribución uniforme de finos precipitados Al₃Sc los cuales efectivamente inmovilizaron los límites de grano y subgrano durante la recristalización estática y dinámica. Como resultado, la aleación retiene su tamaño de grano fino ($\sim 7\mu$ m), aun después de la deformación superplástica (>1000%).

Taleff y colaboradores [10], ensayaron diferentes aleaciones binarias y ternarias de Al conteniendo entre un 2.8 y un 5.5% de Mg. Bajo condiciones en las cuales el mecanismo de TOS controla la deformación, las concentraciones de Mg de 2.8 a 5.5% en peso no afectaron la ductilidad en tensión ni influyó significativamente sobre la sensibilidad a la velocidad de deformación o el esfuerzo de flujo. El proceso TOS no mostró una dependencia con el tamaño de grano en aleaciones binarias Al-Mg. La adición de aleantes ternarios como Mn y Zr disminuyó la sensibilidad a la velocidad de deformación durante TOS, afectando negativamente la ductilidad, lo cual fue atribuido a la transición de la falla controlada por cuello en las aleaciones binarias a la falla controlada por cavitación en las aleaciones ternarias. Un incremento en la concentración de elementos ternarios, lo cual puede incrementar el porcentaje de volumen de partículas, incrementa la cavitación.

Hosokawa y colaboradores [19], investigaron el comportamiento superplástico y la cavitación a 613-693K y a 10⁻⁴-10⁻² s⁻¹ en una aleación Al-4.5Mg-0.09Si y en otra Al-4.5Mg-0.2Si conteniendo

partículas de segunda fase de Mg_2Si . Ambas aleaciones mostraron alargamientos cerca del 350% a 380 °C y a $10^{-3} s^{-1}$. La aleación con 0.2Si mostró una mayor cavitación que la de 0.09Si. Lo que indica que al aumentar la adición de Si se promueve la formación de cavidades. Estudios después de la deformación superplástica mostraron que el alargamiento obtenido en la aleación con 0.2Si fue menor que para la de 0.09Si, atribuyéndose tal comportamiento al incremento de cavitación.

Bae y Gosh [20], investigaron la cavitación causada por el endurecimiento superplástico de una aleación Al-4.7Mg-0.8Mn-0.4Cu de grano fino en un rango de velocidades de $10^{-4} - 10^{-2} s^{-1}$ y en un rango de temperaturas de 450-550 °C. Como resultado obtuvieron que: con el incremento en la deformación impuesta, la densidad de población de cavitación se incrementa, el crecimiento de la cavitación se debe a la deformación plástica en la matriz, la fracción de volumen total de cavidades se incrementa exponencialmente con el esfuerzo.

Iwasaki y colaboradores [21], investigaron el comportamiento de la cavitación a 380 °C y a $10^{-3} s^{-1}$ para una aleación Al-4.5Mg-0.05Fe y Al-4.5Mg-0.2Fe conteniendo principalmente partículas cristalinas de Al_mFe . Ellos obtuvieron las siguientes conclusiones: la mayoría de las cavidades nuclearon en las intercaras entre la partícula y la matriz tanto en los límites de grano como en el interior del mismo, el incremento en contenido de Fe promueve la formación de cavidades debido al incremento en la velocidad de nucleación, es importante reducir el tamaño de las partículas para limitar el daño causado por el desarrollo de la cavitación.

Taleff y colaboradores [22], ensayaron en tensión una aleación de Al experimental y 5 comerciales a altas temperaturas (225 °C a 500 °C) en un rango de velocidades de 2×10^{-5} a $10^{-1} s^{-1}$. La aleación de Al experimental contenía 5% en peso de Zn. Las aleaciones comerciales incluyeron las aleaciones de aluminio 5182, 5724, 7150, 6111, y 6022. Dos materiales 5182 fueron examinados, uno producido por métodos de procesamiento estándar de fundición y el otro por colada continua. Las aleaciones 5754 y 5182 exhibieron un régimen consistente con SDC. Dentro de este régimen, la aleación 5754 y 5182 (la última producida por métodos estándar) exhibieron ductilidades en tensión de hasta 140%. La aleación 5182 (producida por colada continua) exhibió una ductilidad más baja a pesar de exponentes de esfuerzo similares. La ductilidad disminuyó debido al significativo crecimiento de grano dinámico y cavitación. Las aleaciones 7150, Al-5Zn, 6111, y 6022 exhibieron significativamente exponentes de esfuerzo más altos y ductilidades en tensión más bajas que los materiales de la serie 5000.

Hsiao y Huang [7], examinaron los mecanismos que controlan la deformación y el DLG durante superplasticidad de baja-, mediana-, y alta temperatura (LTSP, MTSP y HTSP) en aleaciones base Al-Mg 5083 de grano fino en función de la deformación. El DLG fue observado a temperaturas tan bajas como 200 °C. Con el incremento de deformación en LTSP desde etapas iniciales ($\varepsilon < 0.5$) a posteriores ($\varepsilon > 1.0$), la sensibilidad a la velocidad de deformación m , la fracción de límites de ángulo alto y la contribución del deslizamiento de límite de grano se incrementaron. Durante la etapa inicial de LTSP, hubo poca dependencia del tamaño de grano y el mecanismo de deformación primario fue el de TOS. En etapas posteriores, la dependencia del tamaño de grano se incrementó y el DLG gradualmente controló la deformación. Durante la MTSP y HTSP, la TOS y el DLG fueron los mecanismos de deformación dominante.

2.9 Diagramas de fase de los sistemas Al-Mg-Cu y Al-Mg-Zn

En la figura 7 y 8 se observan secciones de los diagramas de fases ternarios de los sistemas Al-Mg-Cu Y Al-Mg-Zn, respectivamente. Los puntos indican las composiciones nominales de las aleaciones en estudio. Las fases sólidas presentes a las temperaturas de ensayo de algunas aleaciones, según se puede observar en los diagramas, se muestran en la tabla 1.

Tabla 1. Fases sólidas presentes a las temperaturas de ensayo [23].

Aleaciones en % peso	Fases sólidas
Al-4.5%Mg-0.5, 1.0, 1.5 Y 2.0%Cu	α , (Al)
	S, Al ₂ CuMg
Al-4.5%Mg-1.0, 2.0, 3.0 Y 4.0%Zn	α , (Al)
	τ , Mg ₃ Zn ₃ Al ₂

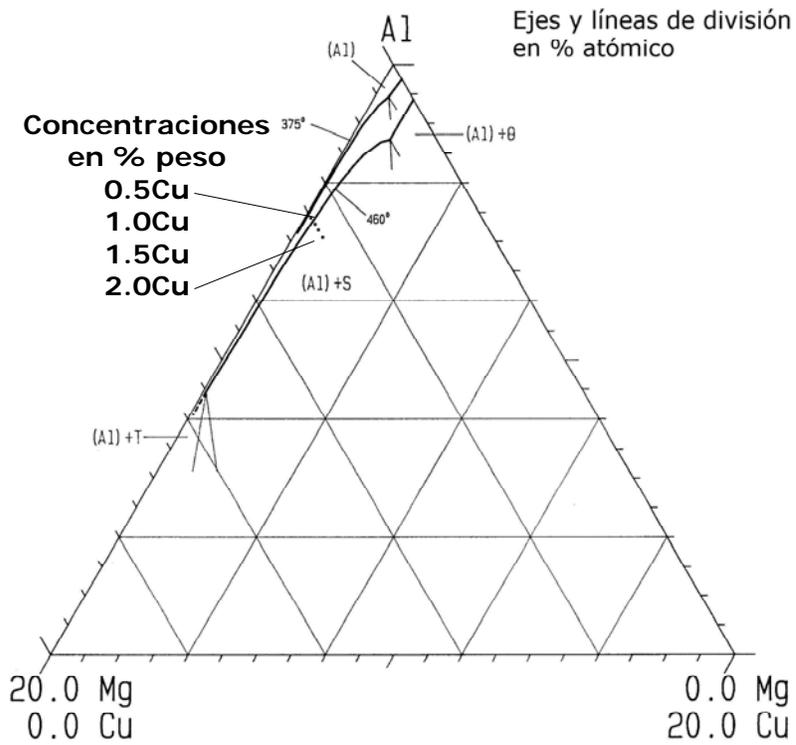


Figura 7. Secciones de la esquina rica en Al a 375 y 460 °C del diagrama de fases ternario Al-Mg-Cu [23].

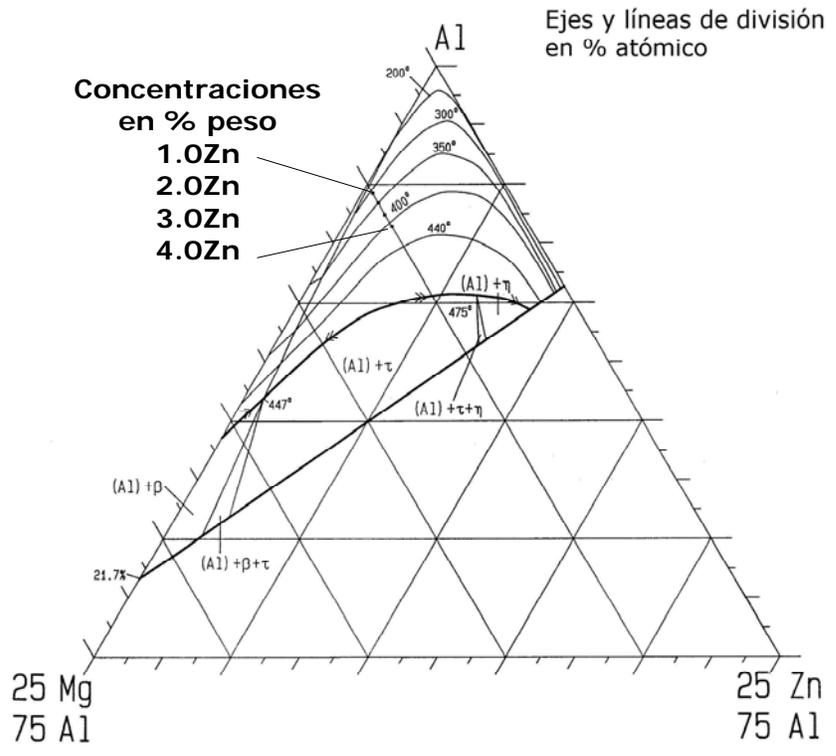


Figura 8. Diagrama solvus de la esquina de Al en el sistema Al-Mg-Zn [23].

III Procedimiento experimental

El procedimiento experimental, sigue la secuencia que se muestra en la figura 9:

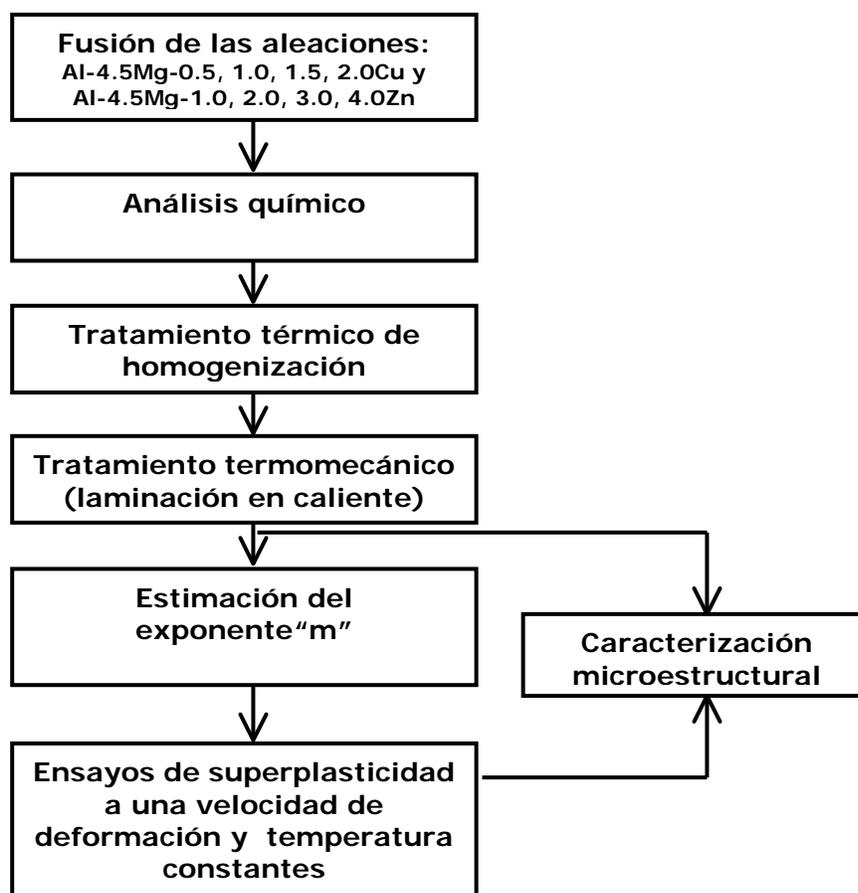


Figura 9. Diagrama del procedimiento experimental.

3.1 Composición de las aleaciones

La composición química nominal de cada una de las aleaciones que se prepararon se muestran en la tabla 2. Para eliminar las impurezas superficiales de los materiales que se utilizaron, en el caso del Al y Cu estos fueron pulidos químicamente con una solución de 80% HF y 20% HNO₃ a 100 °C, mientras que para el Mg se utilizó una solución compuesta sólo por HNO₃ a temperatura ambiente, después, en ambos casos los materiales se lavaron con agua y luego en alcohol para finalmente secarlos, el Zn sólo fue esmerilado y lavado con agua y jabón, enjuagado con alcohol y secado.

Tabla 2. Composición química nominal de las aleaciones en % peso (Al es el resto).

Aleación	Mg	Cu	Zn
1	4.5	0.5	-
2	4.5	1.0	-
3	4.5	1.5	-
4	4.5	2.0	-
5	4.5	-	1.0
6	4.5	-	2.0
7	4.5	-	3.0
8	4.5	-	4.0

3.2 Fusión de las aleaciones

La fusión de las diferentes aleaciones se realizó dentro de un horno eléctrico de tubo vertical tipo Tamman, utilizando crisoles de grafito bajo la protección de una atmósfera de argón de alta pureza. El calentamiento se llevó a cabo mediante un tubo exterior de grafito por el cual circula una corriente eléctrica, un esquema del horno se muestra en la figura 10. Primero fue introducida la carga de Al-Cu o Al-Zn (dependiendo de las aleaciones a fundir) en el crisol de grafito para después meter el crisol dentro del horno. Luego, antes de iniciar el incremento de temperatura, se dejó circular gas argón dentro del horno durante aproximadamente 20 min para limpiar la atmósfera dentro del mismo y reducir la oxidación de los materiales. Instante después, se incremento la temperatura hasta alcanzar los 1150 °C para el caso de los crisoles con Al-Cu y 750 °C con Al-Zn. Una vez fundidos ambos materiales, se bajó la temperatura manteniéndose a 800 °C en el caso de Al-Cu y sólo se mantuvo a 750 °C en la de Al-Zn para agregar el Mg. El metal fundido se agitó usando una varilla de alúmina por la cual se inyectaba argón con el fin de ayudar en la homogenización de la composición química, así como desgasificar el material. Completada la fusión se procedió a realizar el vaciado del metal fundido a una lingotera metálica previamente calentada a 450 °C con la finalidad de evitar un enfriamiento demasiado rápido que provoque defectos superficiales. Los lingotes obtenidos tuvieron las siguientes dimensiones: 100 mm de largo, 45 mm de ancho y 28 mm de espesor. Los lingotes fueron posteriormente maquinados en todas sus caras, dejando una superficie lisa, además de reducir su espesor de 28 a 25 mm para su paso a través de los rodillos del molino de laminación.

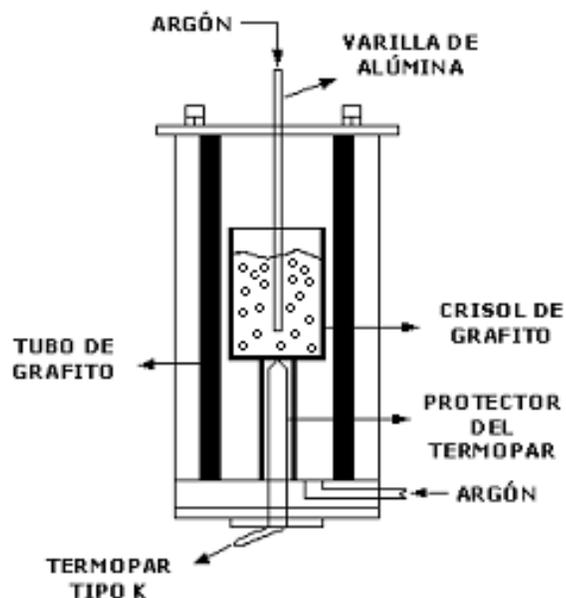


Figura 10. Esquema del horno eléctrico de tubo vertical tipo Tamman.

3.3 Tratamiento termomecánico

Los lingotes fueron homogenizados a 430 °C durante 72 h, para luego recibir un tratamiento termomecánico, en el cual los lingotes se laminaron en un molino de laminación Sir Jones Former Norton modelo DP – 008, a una velocidad de deformación de 20 mm/min y a una temperatura de 380 °C, misma que fue tomada con la ayuda de un termopar de contacto tipo K marca Fluke. Con este tratamiento se pretendió romper la estructura de colada, así como refinar la microestructura y obtener una distribución homogénea de partículas de segunda fase. Los lingotes con un espesor inicial de 25 mm se redujeron en 16 pasos hasta alcanzar un espesor de 5 mm, lo que significó una reducción del 80%.

3.4 Estimación del exponente “m”

A partir de las láminas se fabricaron probetas para realizar los ensayos en la maquina de tensión, las cuales fueron maquinadas en la dirección del laminado con sección transversal de 3.5 mm de espesor por 5 mm de ancho y una longitud $L_0 = 15$ mm como se muestra en la figura 11.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

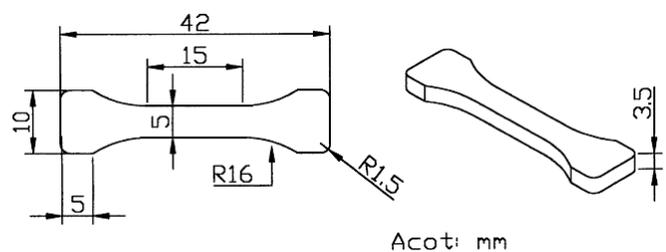


Figura 11. Probeta utilizada para ensayo a tensión.

Para determinar el exponente de sensibilidad a la velocidad de deformación se utilizó una máquina de ensayos Shimadzu AG-10TG. Una probeta fue montada en unas barras de sujeción hechas de la superaleación Incolloy MA959, las cuales a su vez fueron montadas en la máquina de ensayos. El calentamiento de la probeta durante el ensayo fue aplicado mediante un horno de radiación marca Research Inc. modelo E416P con un controlador de temperatura marca Research Inc. modelo 91, el cual mantuvo las probetas a una temperatura constante dentro de un rango de ± 1 °C. Los ensayos se realizaron bajo la protección de una atmósfera de argón de alta pureza. Los datos generados del ensayo fueron registrados en una computadora mediante el software Winsoft. En la figura 12 se puede observar el equipo utilizado para los ensayos de tensión a alta temperatura.

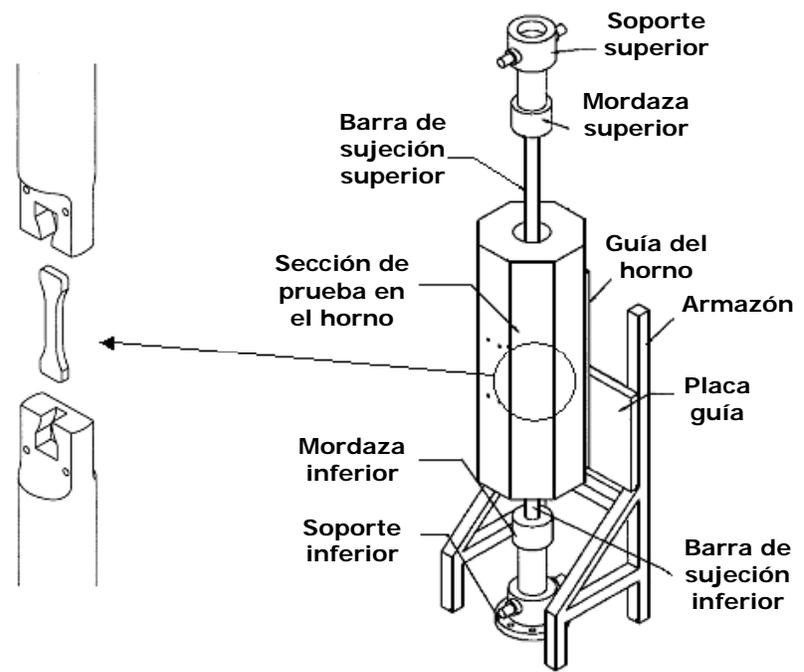


Figura 12. Equipo utilizado en los ensayos de tensión a alta temperatura.

El método que se aplicó para determinar el exponente “m” es un método denominado ensayos de salto de velocidad. En el cual primero, mediante un ensayo de tensión a elevada temperatura se genera una curva carga – desplazamiento, variando la velocidad de deformación, como la que se muestra en la figura 13, tal curva es hecha para una temperatura constante.



Figura 13. Curva carga – alargamiento a una temperatura constante con cambios en la velocidad de deformación.

Luego, con los pares de datos de carga máxima y su respectivo alargamiento, para cada velocidad de deformación, generamos la curva esfuerzo real - velocidad de deformación real, como la que se mostró en la figura 3 (a), utilizando las ecuaciones (3), (4) y (5) de la sección 2.3. Por último, se calcula el exponente “m” despejando de la ecuación (6) para obtener la siguiente relación:

$$m = \frac{\ln \sigma_2 - \ln \sigma_1}{\ln \dot{\epsilon}_2 - \ln \dot{\epsilon}_1} \quad (7)$$

La estimación del exponente “m” se realizó dentro del rango de velocidades de 10^{-4} a 10^{-2} s^{-1} y temperaturas de 300 a 450 °C para todas las aleaciones.

3.5 Ensayos de superplasticidad

Los ensayos de superplasticidad son ensayos de tensión a una velocidad y temperatura constante, en donde la probeta es llevada hasta su fractura para conocer su máximo alargamiento. Para este tipo de ensayos, se utiliza el mismo equipo mencionado en la figura 12. Estos ensayos se realizaron a 4 velocidades de deformación distintas, 5×10^{-4} , 1×10^{-3} , 5×10^{-3} y $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, y 2 distintas temperaturas, 400 y 450 °C, para todas las aleaciones. En el caso de las aleaciones conteniendo Cu, se realizaron pruebas adicionales a 500 °C para las mismas velocidades de deformación.

3.6 Caracterización metalográfica

La caracterización fue hecha mediante un microscopio óptico Karl Ziess modelo AXIOSKOP 2 MAT a todas las aleaciones después del tratamiento termomecánico y a algunas muestras deformadas superplásticamente. Debido a la dificultad de revelar el tamaño de grano, las aleaciones después del tratamiento termomecánico recibieron un tratamiento de solución a 450 °C por 15 min para luego ser enfriadas en agua y finalmente aplicarles un tratamiento de envejecido a 150 °C por 72 h, pues se encontró que un tratamiento de solución seguido de un envejecido decoraba los límites de grano con precipitados, lo cual ayudaba a revelar el límite de grano de las aleaciones Al-Mg [15, 24]. Todas las muestras fueron desbastadas con lijas del 500 hasta 4000 y pulidas con pasta de diamante de $1 \mu\text{m}$, enseguida fueron atacadas químicamente utilizando HF al 0.5% durante 3 - 5 min, así también se utilizó el reactivo Keller (190 ml de agua destilada + 5 ml HN + 3ml HCl + 2 ml HF) por un tiempo de entre 45 s a 8 min. De esta manera se observó el límite grano. El tamaño de grano se midió por medio del método de intercepción lineal sobre las caras laminadas. La observación de la distribución de partículas en las aleaciones después del tratamiento termomecánico y de la cavitación en las aleaciones deformadas superplásticamente, se hizo con las muestras sólo pulidas. Todas las micrografías fueron tomadas mediante una cámara digital de alta resolución conectada al microscopio y operada a través del software KS300 instalado en una computadora.

3.7 Propiedades mecánicas a temperatura ambiente

Adicionalmente, se determinaron las propiedades mecánicas a temperatura ambiente de las distintas aleaciones mediante ensayos de tensión convencionales a temperatura ambiente, obteniendo su esfuerzo de cedencia al 0.2 % de deformación, su esfuerzo último a la tensión y su alargamiento máximo.

IV Resultados

4.1 Composición química

La composición química de las aleaciones se obtuvo mediante un espectrómetro de emisión atómica. Los resultados se listan en la tabla 3. El Fe y Si sólo son impurezas.

Tabla 3. Composición química de las aleaciones en % peso (Al es el resto).

Aleación	Mg	Cu	Zn	Fe	Si
1	4.45	0.47	-	0.05	0.04
2	4.48	1.02	-	0.05	0.04
3	4.47	1.62	-	0.05	0.04
4	4.50	2.02	-	0.47	0.03
5	4.21	-	1.02	0.05	0.04
6	4.58	-	2.00	0.05	0.04
7	4.40	-	2.44	0.06	0.04
8	4.44	-	3.89	0.05	0.04

Como se puede observar, las composiciones resultantes de las distintas aleaciones son muy aproximadas a las que se propusieron en un principio, tabla 2, existiendo una variación mínima en la mayoría de ellas. En la aleación 7, el contenido de Zn es el que varía en un mayor grado, sin embargo como este se mantiene mayor que el de la aleación 6 y menor que el de 8, esta conserva una tendencia útil para los objetivos de este trabajo.

4.2 Microestructura después del tratamiento termomecánico

Las micrografías ópticas después del tratamiento termomecánico de las diferentes aleaciones se muestran en las figuras 14 y 15.

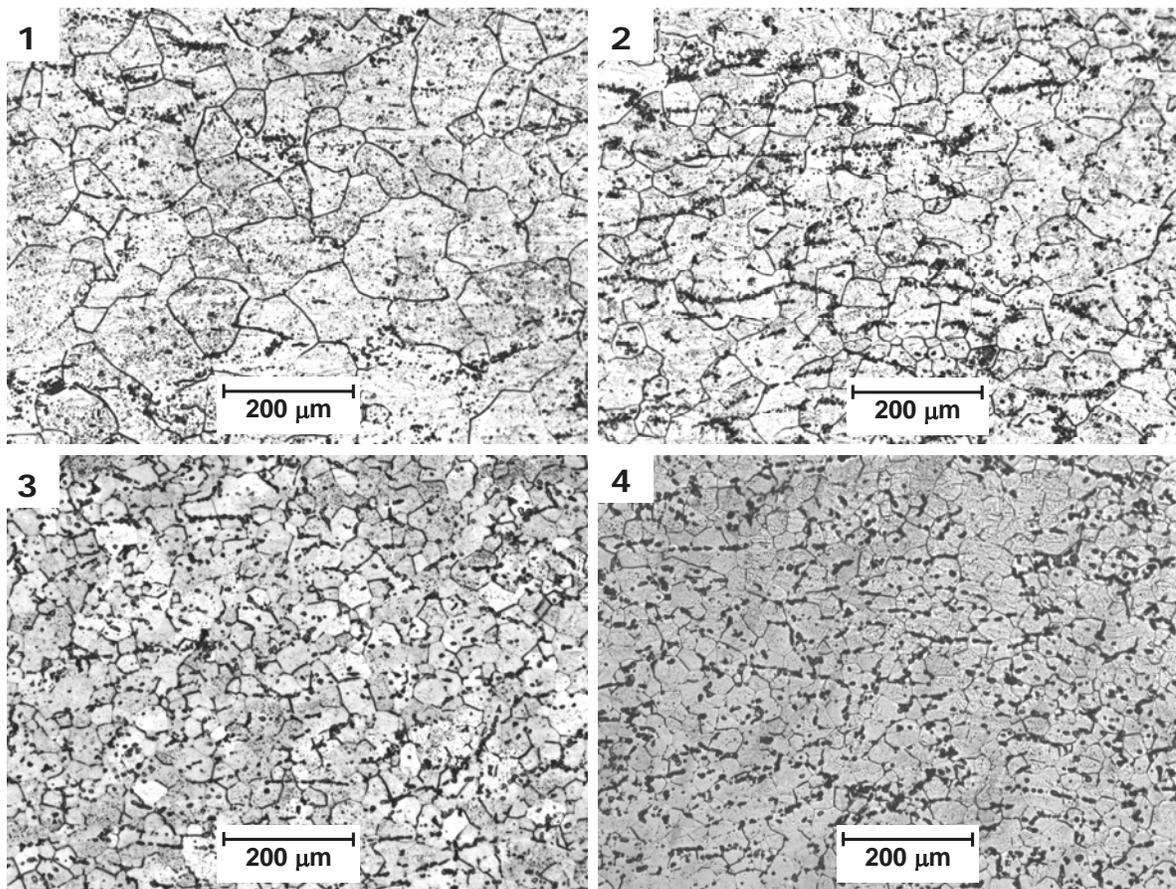


Figura 14. Microestructura de las aleaciones después del Tratamiento Termomecánico. Aleaciones 1, 2, 3 y 4 (la numeración corresponde con las tablas 2 y 3).

Podemos observar como al incrementar el contenido de Cu la microestructura se refina, aleaciones 1, 2, 3, y 4 con un tamaño de grano de 57, 46, 28 y 25 μm , respectivamente. En el caso de las aleaciones conteniendo Zn, sucede algo similar, al incrementar la cantidad de Zn, el tamaño de grano disminuye con excepción de la última aleación, aleaciones 5, 6, 7 y 8 con un tamaño de grano de 45, 40, 30 y 35 μm , respectivamente.

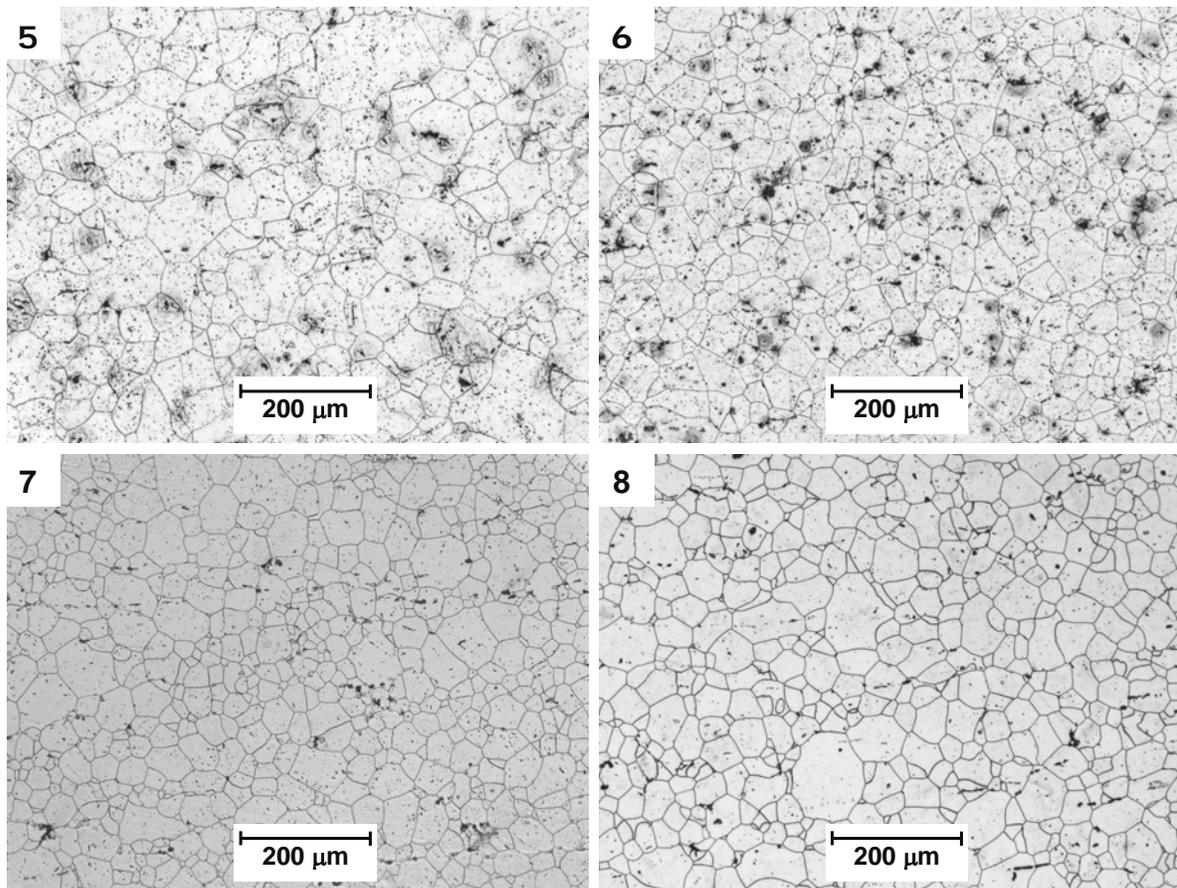


Figura 15. Microestructura de las aleaciones después del Tratamiento Termomecánico. Aleaciones 5, 6, 7 y 8 (la numeración corresponde con las tablas 2 y 3).

4.3 Propiedades mecánicas a temperatura ambiente

En la figura 16 se muestran las curvas esfuerzo-deformación de las distintas aleaciones conteniendo cobre, mientras que en la figura 17 se observan las curvas para las aleaciones conteniendo Zn. Para generar dichas curvas se utilizaron las ecuaciones (1) y (2) de la sección 2.3.

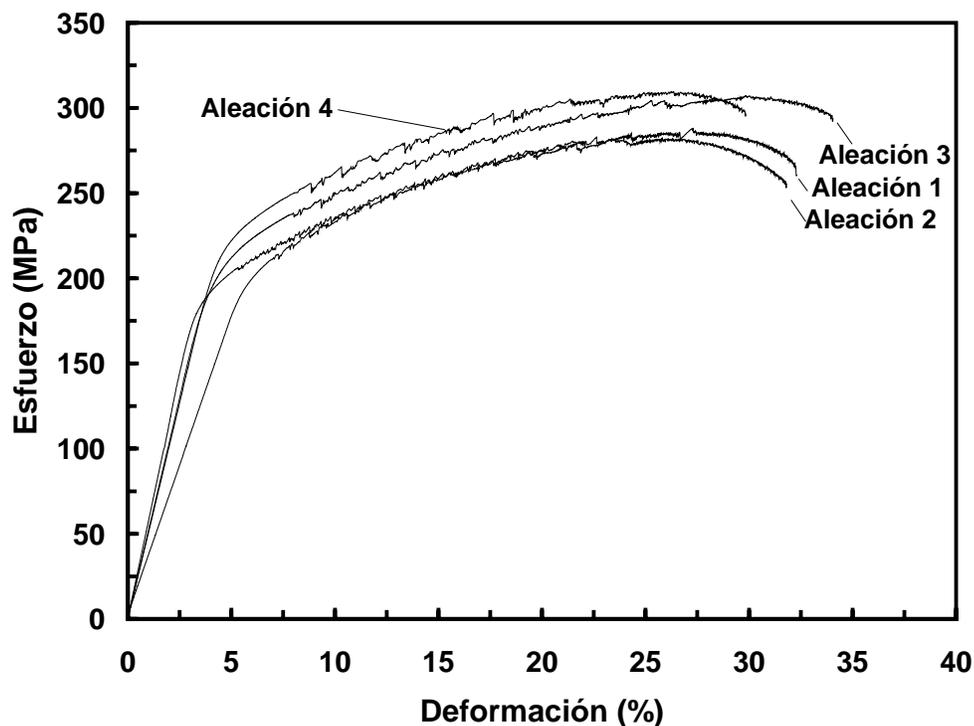


Figura 16. Curvas esfuerzo-deformación de las aleaciones conteniendo Cu ensayadas a temperatura ambiente y una velocidad de deformación de 1 mm/min (la numeración corresponde con las tablas 2 y 3).

A partir de las curvas en las figuras 16 y 17 se determinaron las propiedades mecánicas de cada una de las aleaciones, los resultados son listados en la tabla 4.

Tabla 4. Propiedades mecánicas a temperatura ambiente.

Aleación	Esfuerzo de cedencia _{0.2%} (MPa)	Esfuerzo último a la tensión (MPa)	Alargamiento (%)
1	179	288	28
2	195	282	25
3	189	307	28
4	210	310	24
5	149	285	40
6	165	290	34
7	211	309	24
8	181	304	29

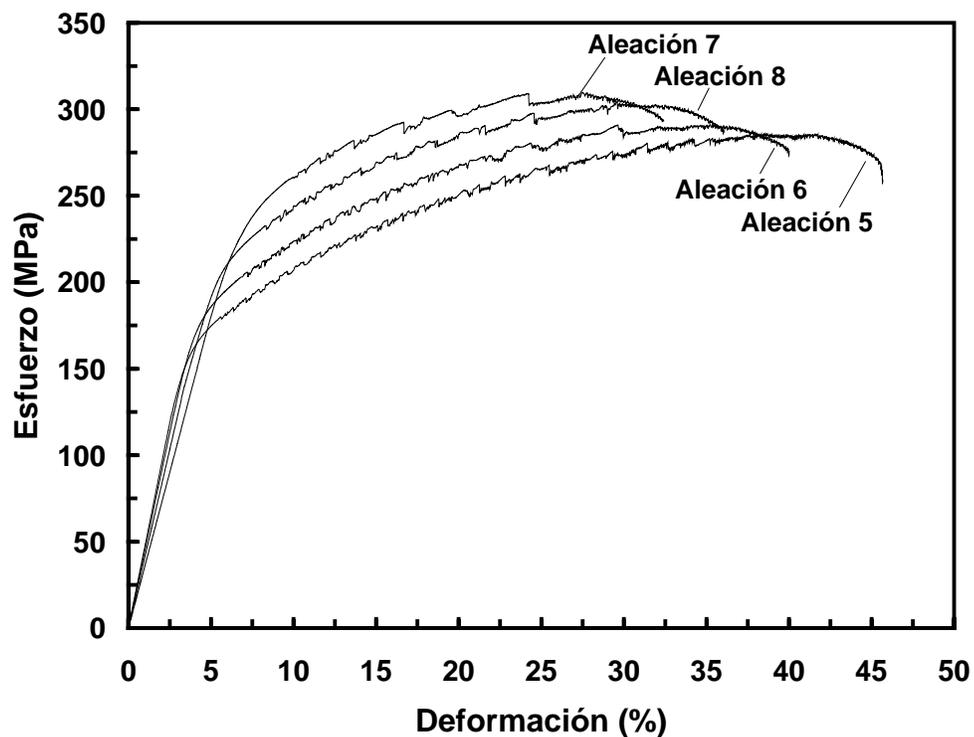


Figura 17. Curvas esfuerzo-deformación de las aleaciones conteniendo Zn ensayadas a temperatura ambiente y una velocidad de deformación de 1 mm/min (la numeración corresponde con las tablas 2 y 3).

En las figuras 16 y 17 se puede observar que en la zona plástica de las curvas hay una serie de serraciones las cuales son características en las aleaciones Al-Mg.

De manera general, las aleaciones muestran buenas propiedades mecánicas a temperatura ambiente, registrando valores muy similares de esfuerzo, con tendencias típicas, es decir, al incrementar ya sea el contenido de Cu o Zn, la resistencia se incrementa pero la ductilidad disminuye.

4.4 Exponente "m"

Un ejemplo de las curvas generadas a partir de los ensayos de tensión a alta temperatura con cambios de velocidad de deformación se muestra en la figura 18, en donde, cada escalón de la curva representa un cambio en la velocidad de deformación.

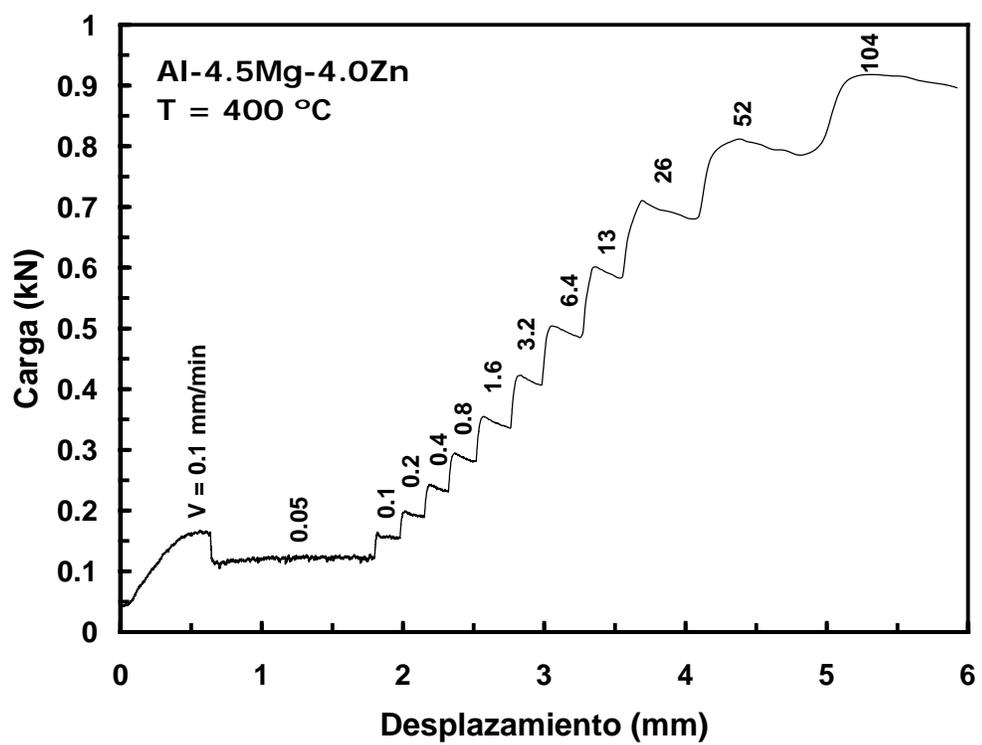


Figura 18. Curva carga – desplazamiento a una temperatura constante. Cada escalón corresponde a un cambio en la velocidad de deformación.

Tanto el esfuerzo de flujo como la sensibilidad a la velocidad de deformación “m” en función de la velocidad de deformación se muestran en las figuras 19 y 21, para el caso de las aleaciones con Cu, así como en las figuras 20 y 22 para las aleaciones con Zn. En estas figuras se observa el típico efecto de la temperatura y de la velocidad de deformación sobre el esfuerzo de flujo. Al incrementar la temperatura el esfuerzo de flujo disminuye y al incrementar la velocidad de deformación el esfuerzo de flujo se incrementa. Las curvas de esfuerzo de flujo fueron generadas a partir de un ajuste que se llevo a cabo con la ayuda del software Curve Expert 1.3. En cuanto a los valores de “m”, es notorio que a las temperaturas más bajas, “m” varía drásticamente con la velocidad de deformación, siendo mayor a bajas velocidades y menor a velocidades más altas. Sin embargo, a temperaturas más altas (400-450 °C), “m” se mantiene estable con un promedio de 0.3. Por lo anterior los ensayos de superplasticidad a velocidad de deformación constante se realizaron a esas dos temperaturas y a diferentes velocidades de deformación en el rango de 5×10^{-4} y $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

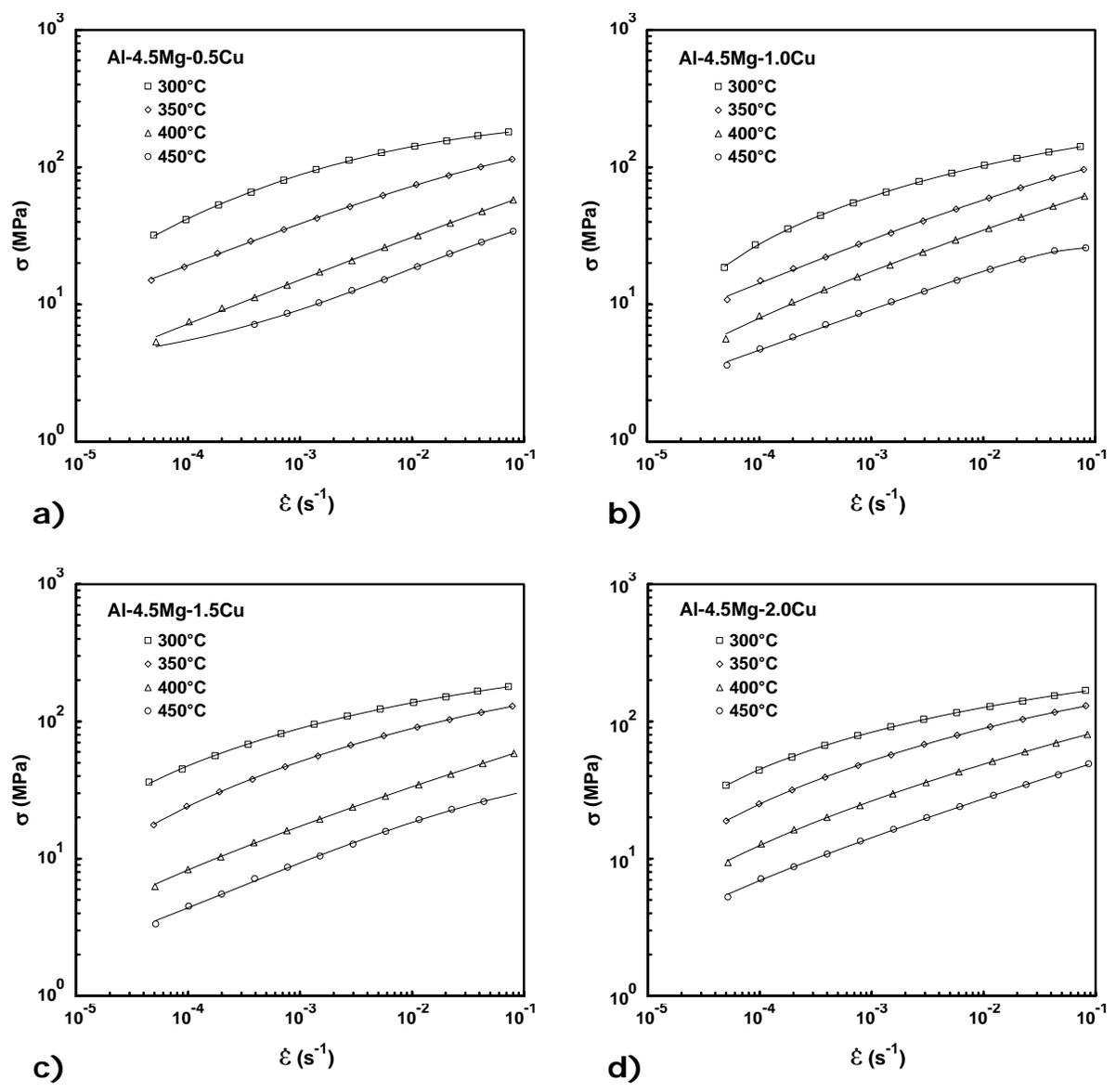


Figura 19. Esfuerzo real en función de la velocidad de deformación a diferentes temperaturas de las aleaciones a) Al-4.5Mg-0.5Cu, b) Al-4.5Mg-1.0Cu, c) Al-4.5Mg-1.5Cu y d) Al-4.5Mg-2.0Cu.

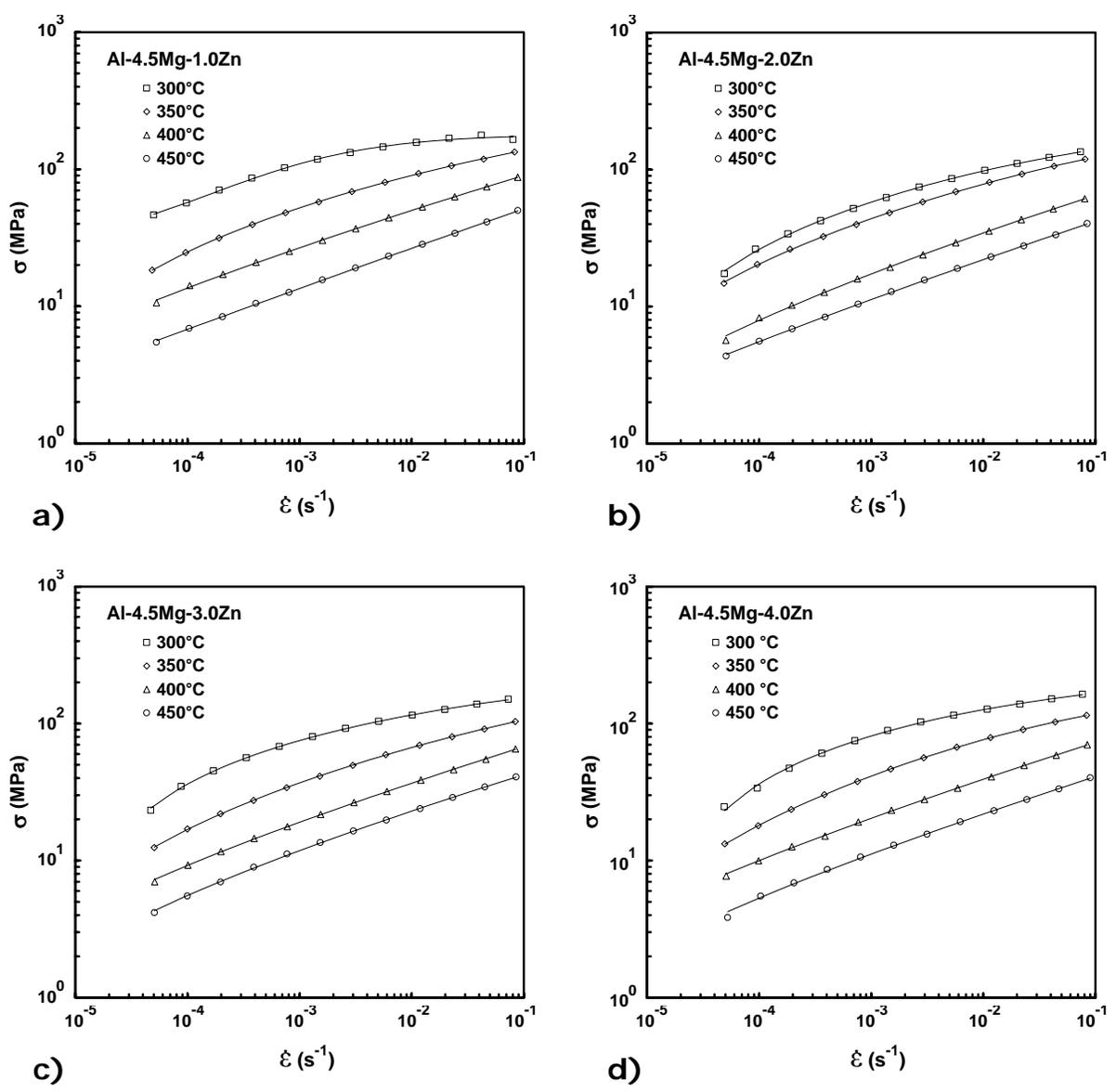


Figura 20. Esfuerzo real en función de la velocidad de deformación a diferentes temperaturas de las aleaciones a) Al-4.5Mg-1.0Zn, b) Al-4.5Mg-2.0Zn, c) Al-4.5Mg-3.0Zn y d) Al-4.5Mg-4.0Zn.

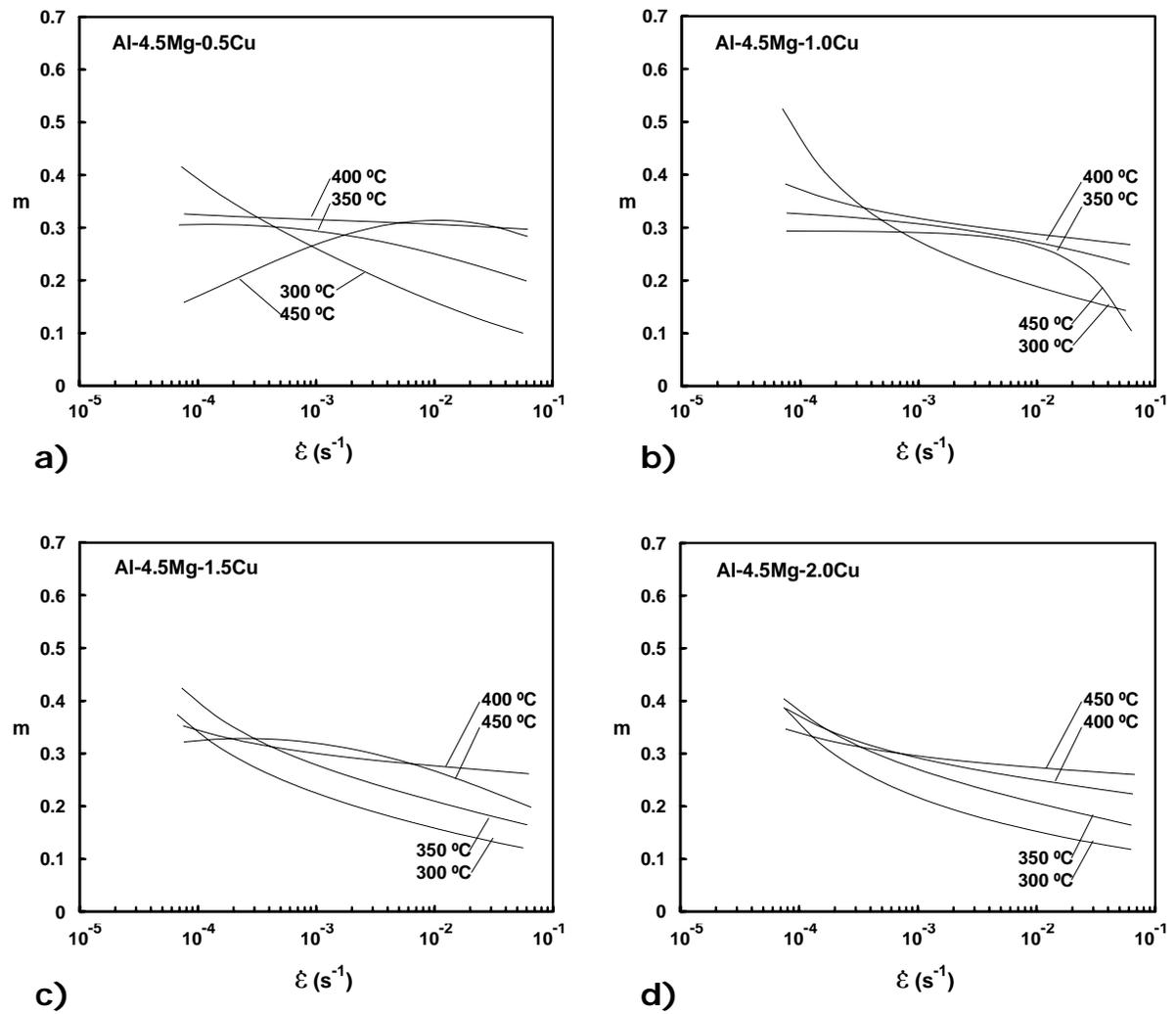


Figura 21. Sensibilidad a la velocidad de deformación "m" en función de la velocidad de deformación real a diferentes temperaturas de las aleaciones a) Al-4.5Mg-0.5Cu, b) Al-4.5Mg-1.0Cu, c) Al-4.5Mg-1.5Cu y d) Al-4.5Mg-2.0Cu.

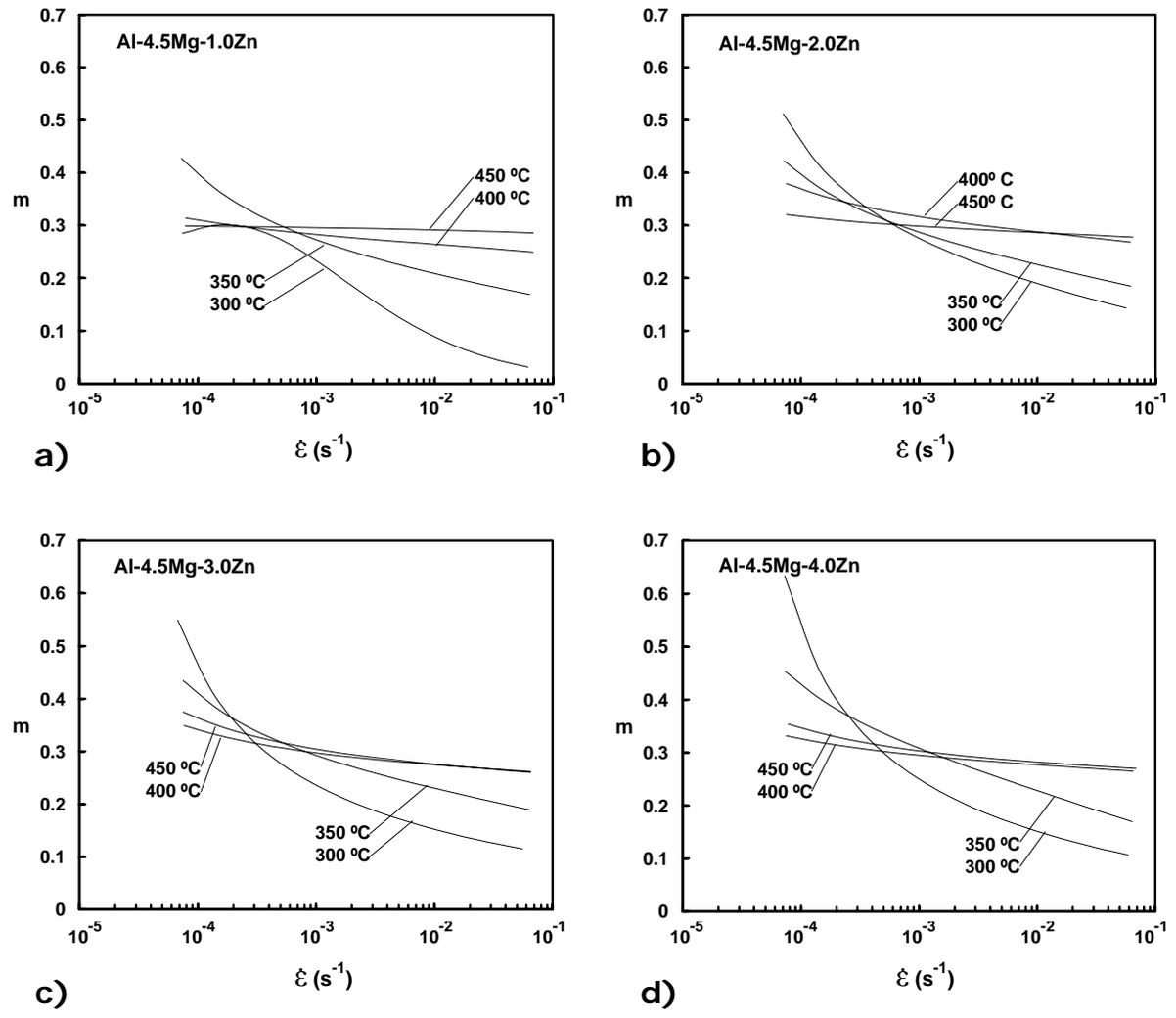


Figura 22. Sensibilidad a la velocidad de deformación “m” en función de la velocidad de deformación real a diferentes temperaturas de las aleaciones a) Al-4.5Mg-1.0Zn, b) Al-4.5Mg-2.0Zn, c) Al-4.5Mg-3.0Zn y d) Al-4.5Mg-4.0Zn.

4.5 Ensayos de superplasticidad

Debido a que durante los ensayos a velocidad de deformación constante se logró observar que los mejores alargamientos se obtuvieron a las temperaturas más altas en todas las aleaciones, decidimos realizar una serie adicional de ensayos a 500 °C para las aleaciones conteniendo Cu.

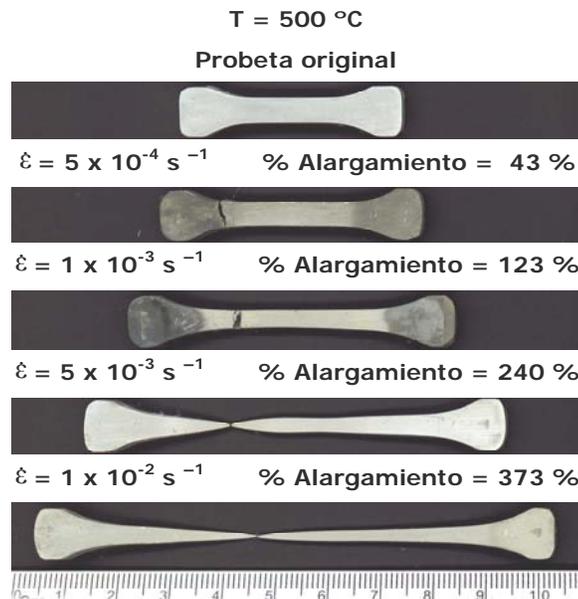


Figura 23. Probetas de la Aleación 3 (Al-4.5Mg-1.5Cu) ensayadas a 500 °C.

En la figura 23 se observan los alargamientos alcanzados por la aleación 3 con 1.5%(en peso)Cu. Dentro de las aleaciones con Cu esta aleación es la que obtuvo el mayor alargamiento con un 373 % a una velocidad elevada de $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

El % de alargamiento en función de la velocidad de deformación de todas las aleaciones ensayadas superplásticamente a diferentes temperaturas ya sea conteniendo Cu o Zn es mostrado en la figura 24, donde se observa como de forma general al incrementar la temperatura se incrementa la ductilidad, así como también en la mayoría de casos, se observa una mejor ductilidad a altas velocidades de deformación.

RESULTADOS

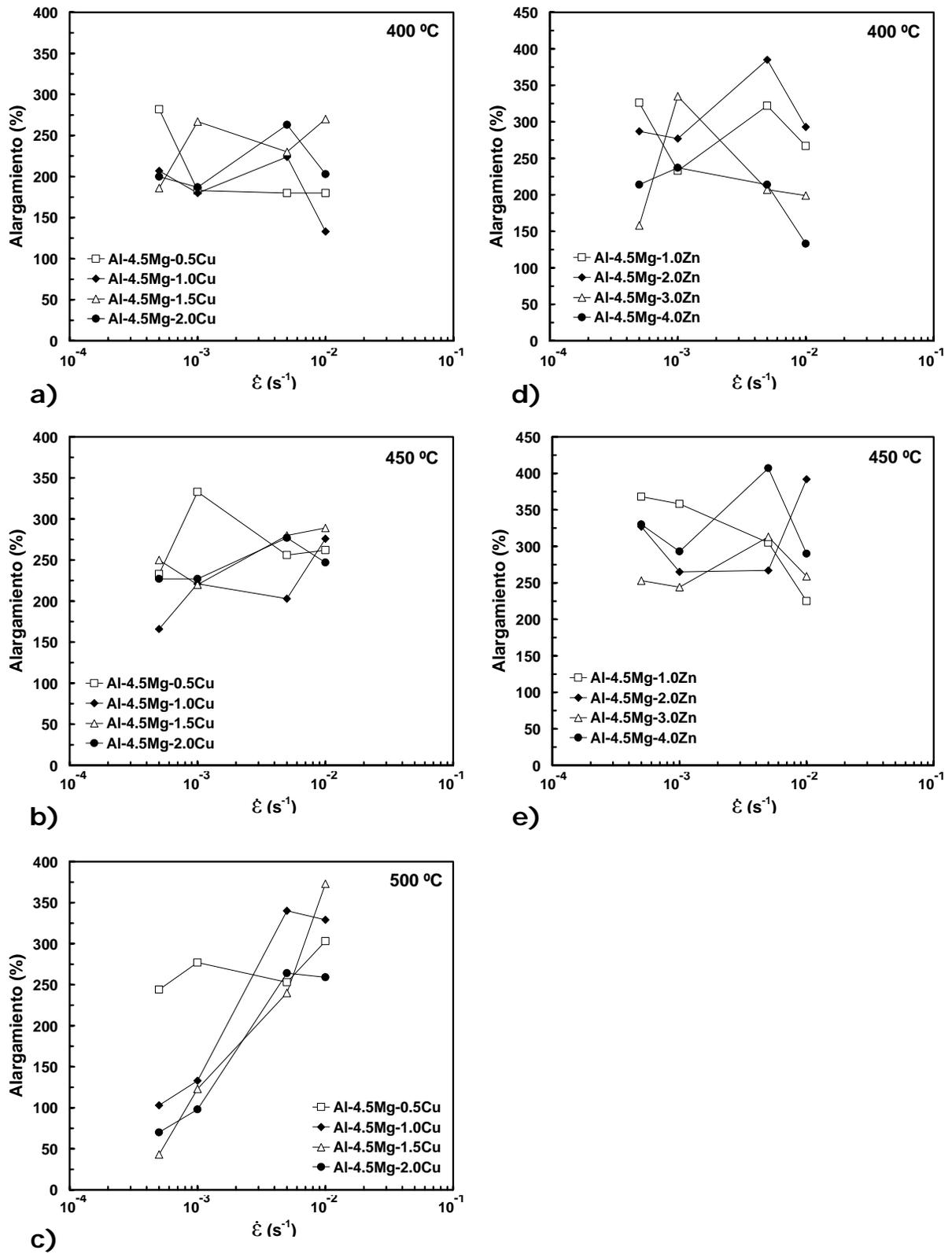


Figura 24. % Alargamiento en función de la velocidad de deformación de las diferentes aleaciones conteniendo Cu a (a) 400, (b) 450 y (c) 500 °C, y aleaciones conteniendo Zn a (d) 400 y (e) 450 °C.

El mayor alargamiento en el caso de las aleaciones con Zn se obtuvo en la aleación 8 a una temperatura de 450 °C y una velocidad de deformación de $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, como se observa en la figura 25. Las curvas esfuerzo – deformación de las aleaciones que obtuvieron los mejores alargamientos de cada grupo de aleaciones son mostradas en la fig. 26.

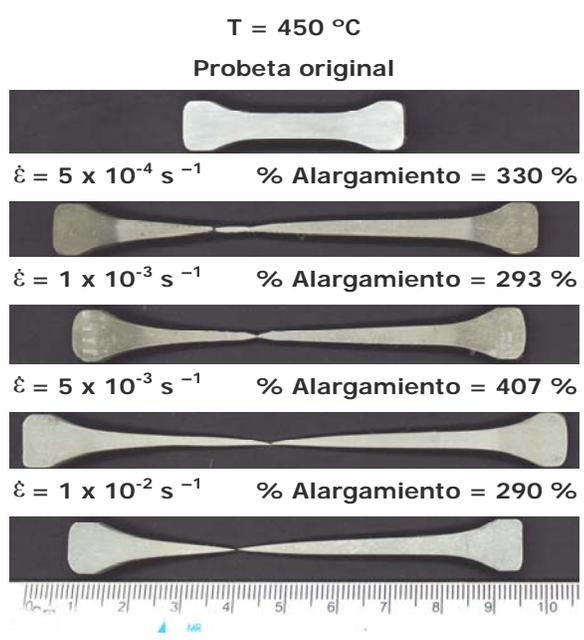


Figura 25. Probetas de la Aleación 8 (Al-4.5Mg-4.0Zn) ensayadas a 450 °C.

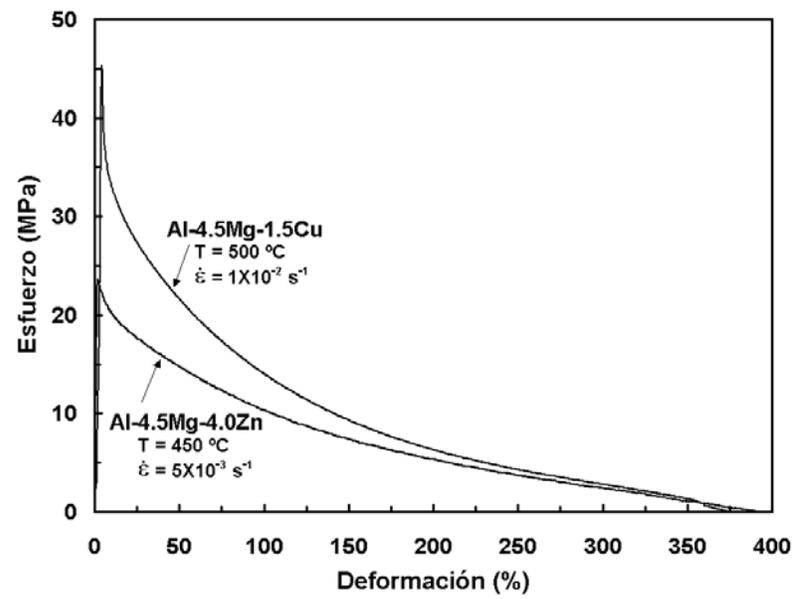


Figura 26. Curvas esfuerzo-deformación de las aleaciones que alcanzaron la mayor ductilidad de cada grupo de aleaciones.

4.6 Microestructura después de la deformación superplástica

Se realizó un análisis metalográfico de algunas de las probetas ensayadas superplásticamente, las probetas seleccionadas fueron aquellas que mostraron los mayores % de alargamiento, es decir, aquellas aleaciones conteniendo Cu o Zn ensayadas a 500 y 450 °C respectivamente.

Primero se tomaron algunas fotos de las probetas deformadas después de ser pulidas, con el objeto de observar la cavitación presente.

Para tratar de visualizar la dependencia de la cavitación con la velocidad de deformación para ambos casos, aleaciones con Cu o Zn, se analizaron dos aleaciones que son mostradas en las figuras 27 y 28.

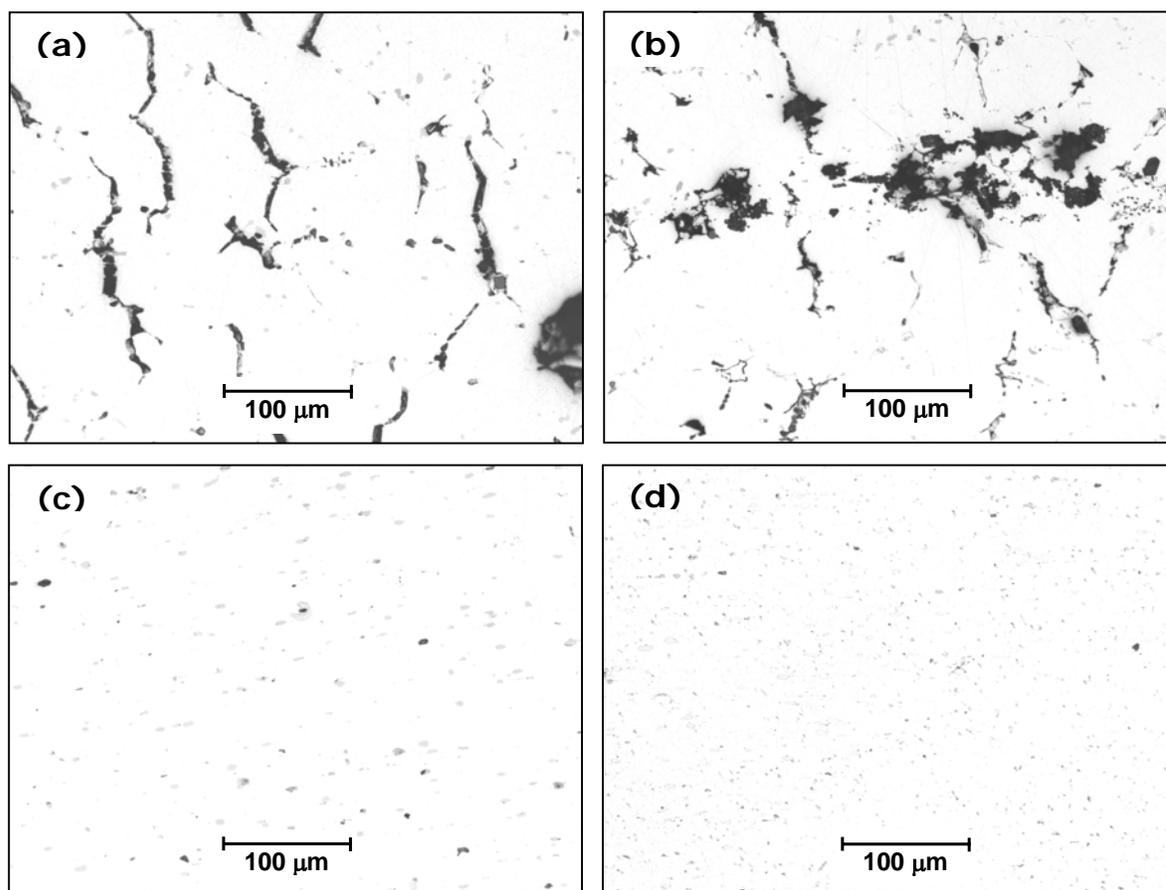


Figura 27. Micrografías mostrando la cavitación en la aleación 3 (Al-4.5Mg-1.5Cu) ensayadas a 500 °C y diferentes velocidades de deformación (a) 5×10^{-4} , (b) 1×10^{-3} , (c) 5×10^{-3} y (d) $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

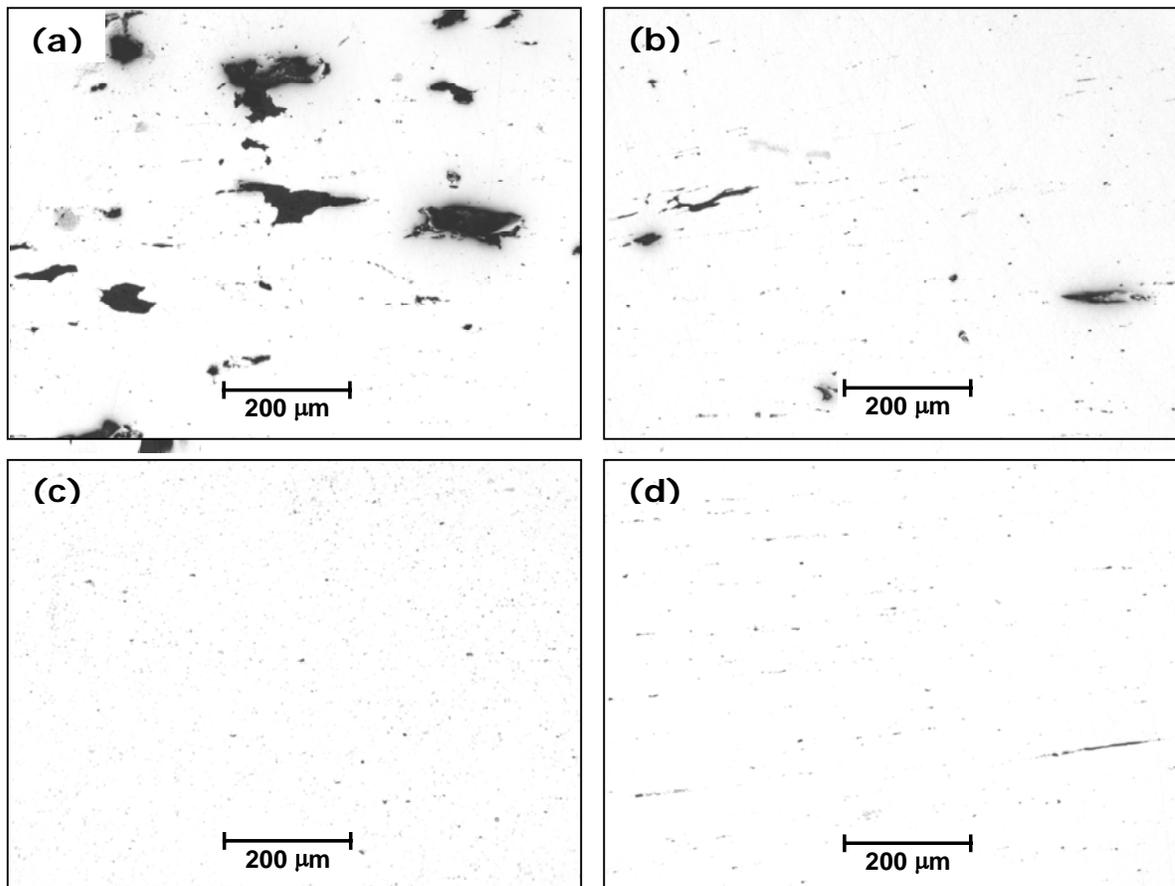


Figura 28. Micrografías mostrando la cavitación en la aleación 8 (Al-4.5Mg-4.0Zn) ensayadas a 450 °C y diferentes velocidades de deformación (a) 5×10^{-4} , (b) 1×10^{-3} , (c) 5×10^{-3} y (d) $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

Con el objeto de apreciar los cambios microestructurales de las probetas deformadas, se tomaron micrografías de tres diferentes secciones, de la cabeza donde se supone que la deformación es muy limitada, de la parte media, y de la punta, donde se tiene la máxima deformación. En las figuras 29 y 30, se observan las microestructuras correspondientes a tres diferentes regiones de las probetas deformadas que alcanzaron los alargamientos máximos para cada grupo de aleaciones, las aleaciones con Cu y las aleaciones con Zn. Al lado de cada micrografía se muestra el tamaño de grano calculado.

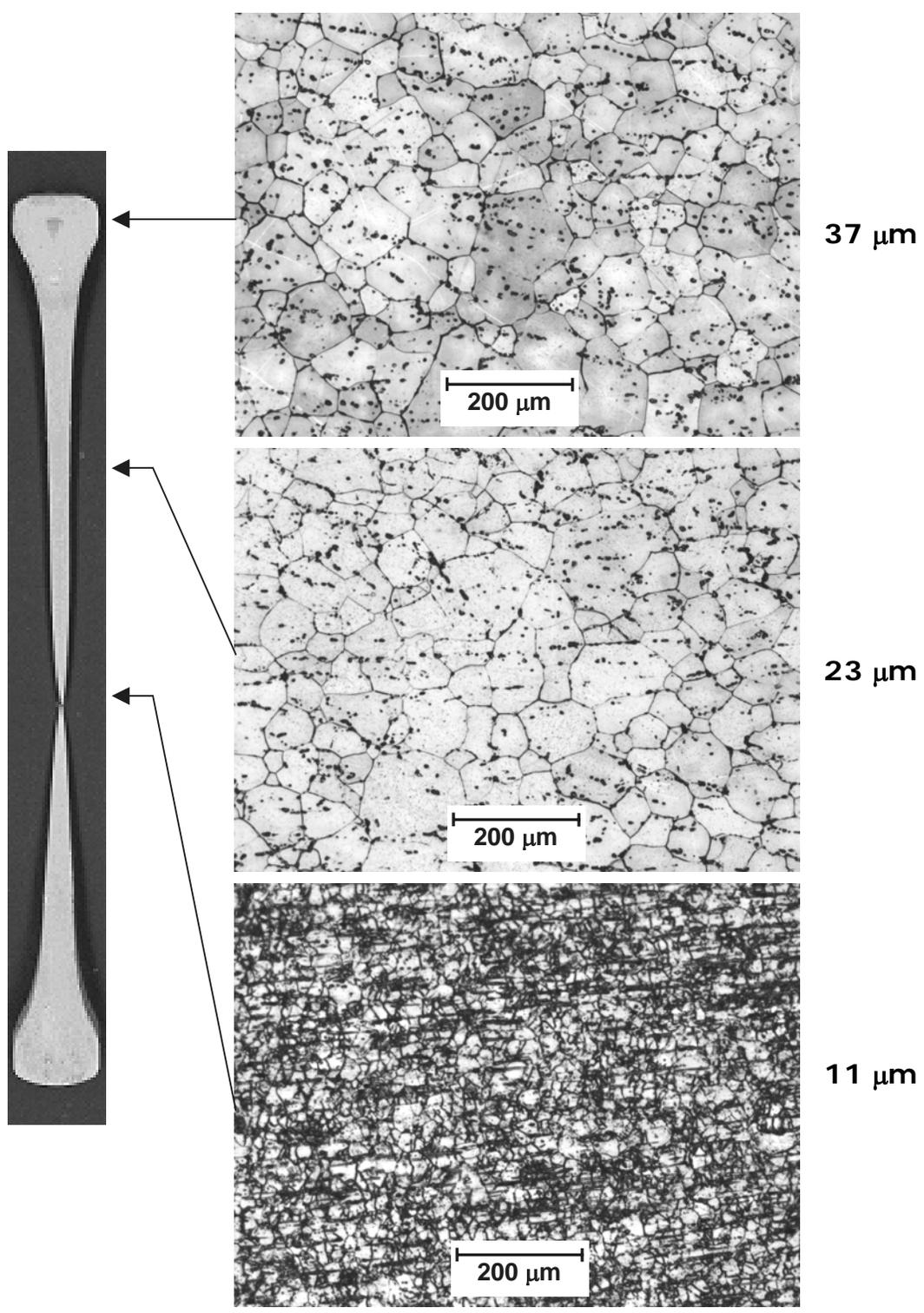


Figura 29. Micrografías de diferentes secciones de la aleación 3 (Al-4.5Mg-1.5Cu) ensayada a 500 °C y una velocidad de deformación de $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ con una ductilidad del 373%.

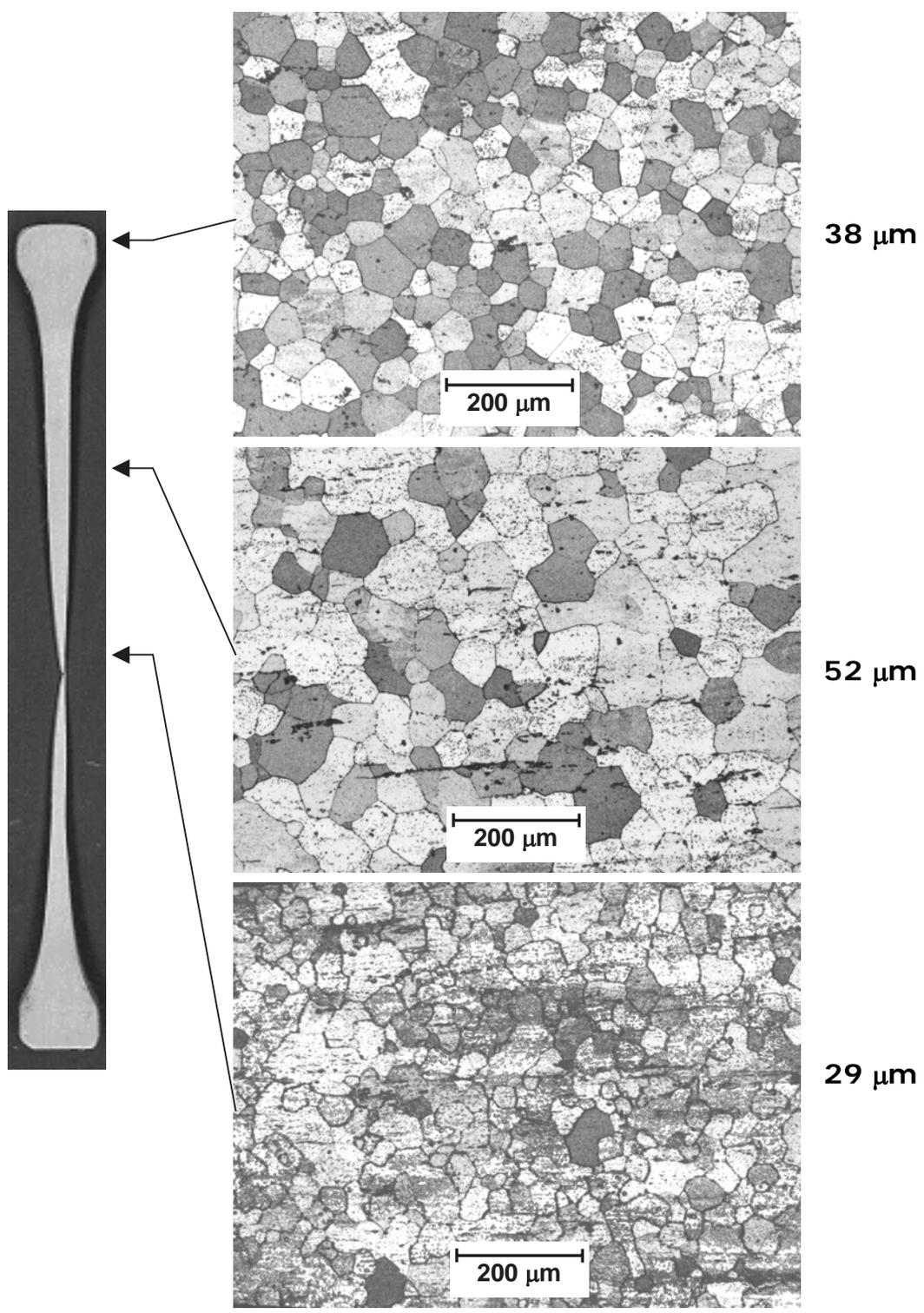


Figura 30. Micrografías de diferentes secciones de la aleación 8 (Al-4.5Mg-4.0Zn) ensayada a 450 °C y una velocidad de deformación de $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ con una ductilidad del 407%.

De esta manera se puede observar como la microestructura tanto de la aleación conteniendo Cu como la aleación con Zn, figuras 29 y 30, se refina hacia la punta de la probeta durante el proceso de deformación superplástica. Ambas aleaciones muestran un crecimiento de grano en la cabeza de la probeta, pero una refinación de este en la punta, siendo mayor en la aleación de Cu. Sin embargo, mientras que la aleación con Cu presenta en su parte media un tamaño de grano menor que el de la cabeza y mayor que el de la punta, en la parte media de la aleación con Zn se ve un crecimiento de grano todavía mayor que el de la cabeza.

En otras aleaciones ensayadas superplásticamente bajo condiciones distintas de velocidad de deformación también se observó la misma refinación del grano hacia la punta, sin embargo en algunas probetas con concentraciones menores de Cu o Zn, se observó un crecimiento de grano anormal en la punta, como se muestra en las figuras 31 y 32. En la primer figura, se exhibe la microestructura de una probeta deformada de la aleación 1, es decir, con el menor contenido de Cu, la cual es la única aleación del grupo de las aleaciones Al-4.5Mg-XCu que mostró este crecimiento anormal de grano en la punta. En la segunda figura, se observa el mismo efecto en la punta, pero de una probeta de la aleación 7, perteneciente al grupo de las aleaciones con Zn, la cual no fue la única en la que se observó este crecimiento anormal de grano en la punta, ya que también se observó en la aleación 5 ensayada a las mismas condiciones y en la aleación 8 ensayada a la misma temperatura, pero a una velocidad de deformación mayor. De entre las características de este crecimiento anormal de grano se puede decir que, aunque sólo fue visto en la aleación con el menor contenido de Cu y en tres aleaciones conteniendo diferentes concentraciones de Zn, la aleación con Cu es en donde se puede ver el mayor crecimiento de algunos granos así como una mayor extensión de este fenómeno. En el caso de las aleaciones con Zn también se observó que tanto el crecimiento anormal de algunos granos en la punta como la extensión de este fenómeno disminuyó de la aleación 5 con menor contenido de Zn a la aleación 7 con mayor concentración de Zn.

Por el contrario, en el caso de las aleaciones conteniendo Cu ensayadas a bajas velocidades de deformación, es decir 5×10^{-4} y $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, se observó un crecimiento de grano en la punta. Como se muestra en la figura 33.

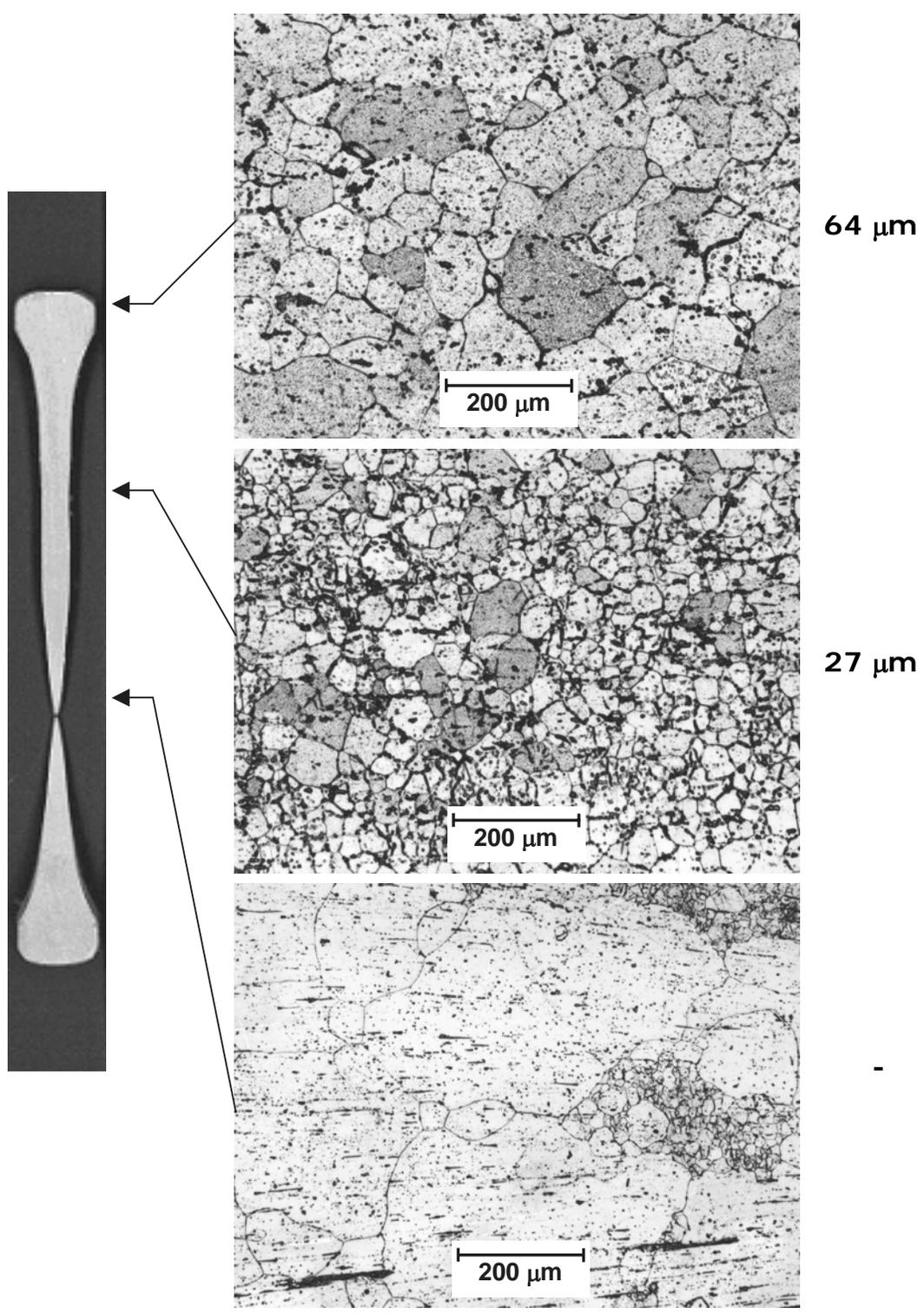


Figura 31. Micrografías de diferentes secciones de la aleación 1 (Al-4.5Mg-0.5Cu) ensayada a 500 °C y una velocidad de deformación de $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ con una ductilidad del 303%.

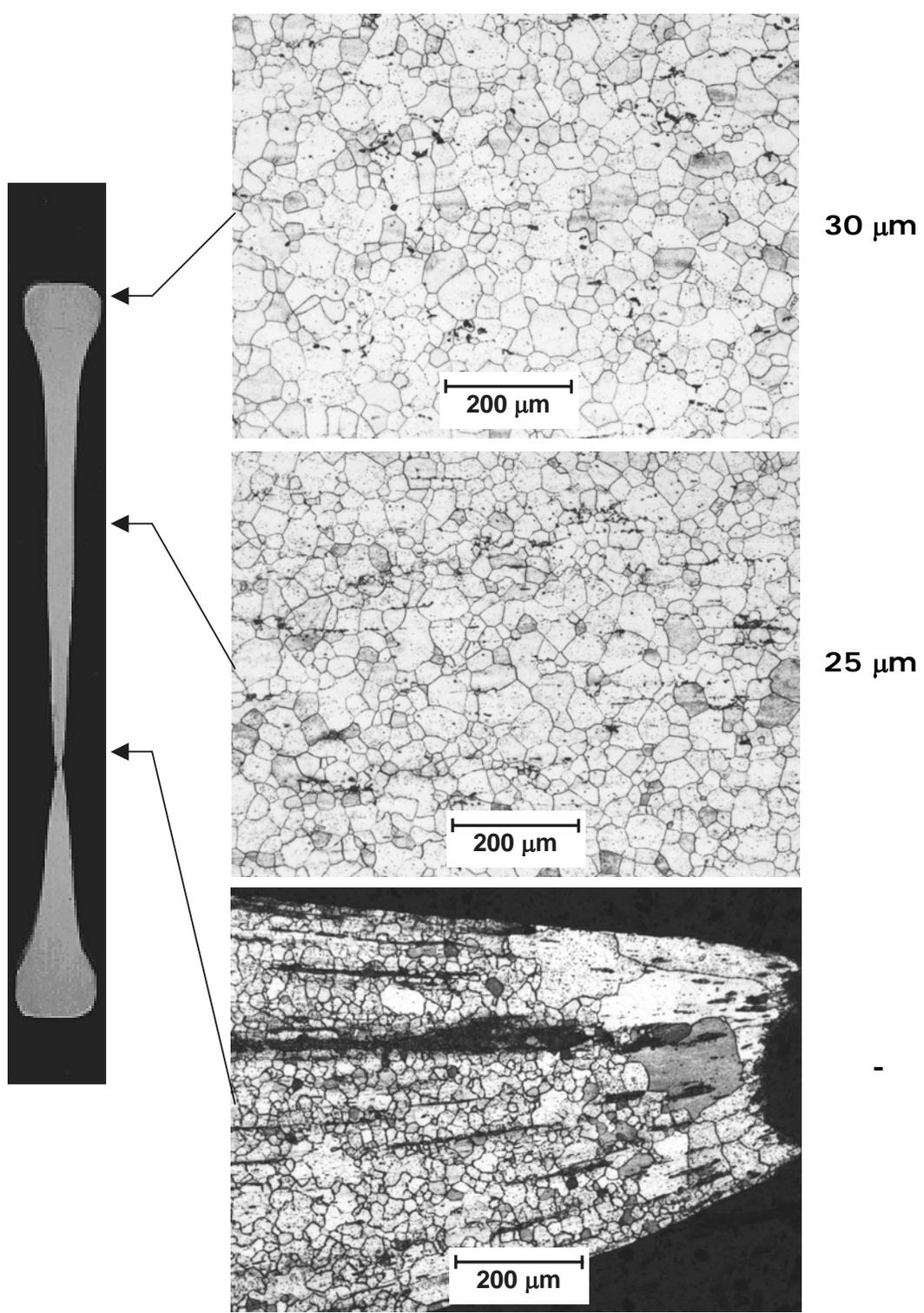


Figura 32. Micrografías de diferentes secciones de la aleación 7 (Al-4.5Mg-3.0Zn) ensayada a 450 °C y una velocidad de deformación de $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ con una ductilidad del 313%.

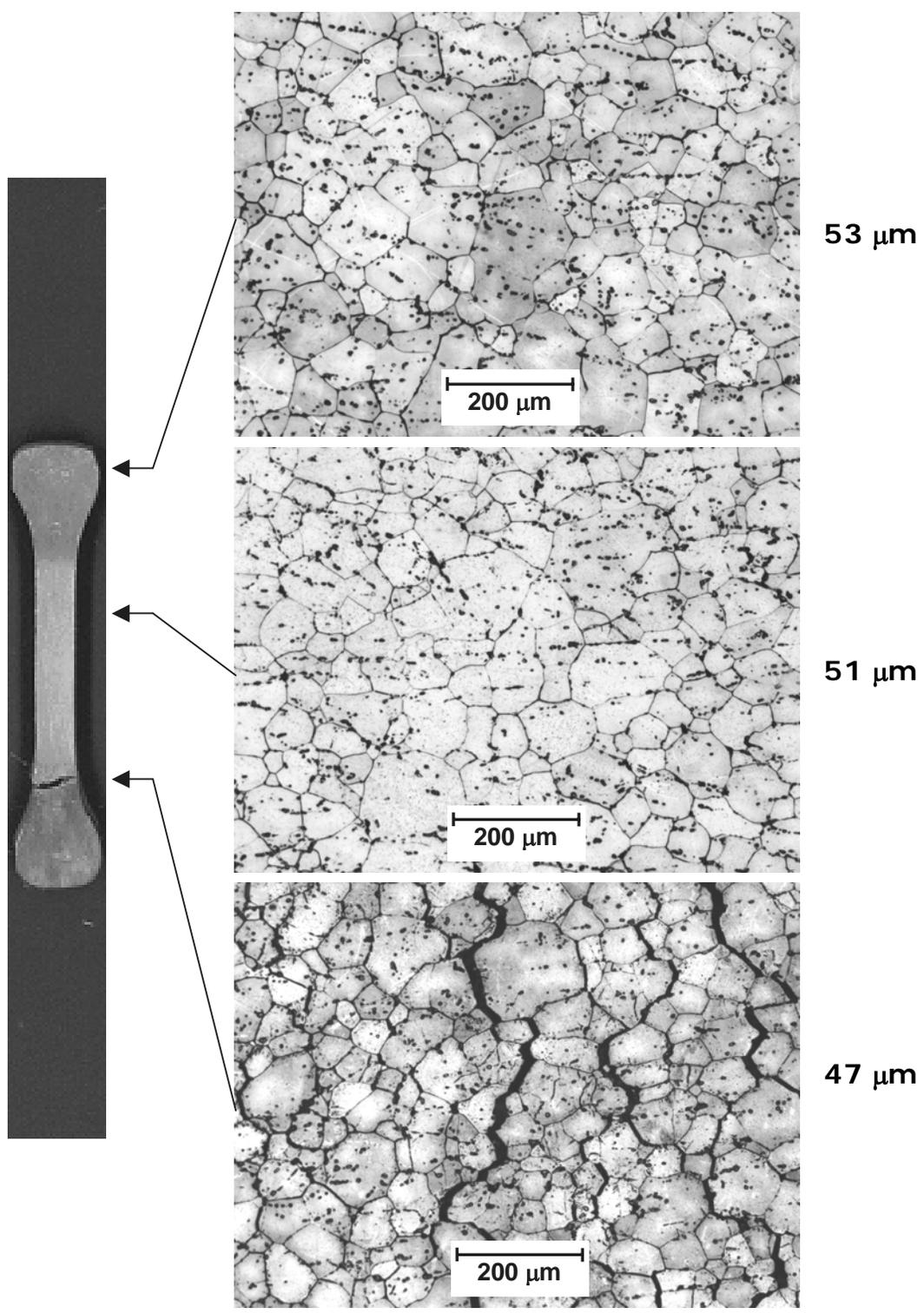


Figura 33. Micrografías de diferentes secciones de la aleación 3 (Al-4.5Mg-1.5Cu) ensayada a 500 °C y una velocidad de deformación de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ con una ductilidad del 43%.

V Discusión

5.1 Tratamiento termomecánico

La finalidad de este tratamiento fue la de romper la estructura de colada, así como refinar la microestructura y obtener una distribución homogénea de partículas de segunda fase, todo esto tratando de no generar esfuerzos internos en el material, por lo cual se aplicó un proceso de laminación en caliente a una temperatura de 380 °C, temperatura a la cual se encuentra presente una segunda fase intermetálica S en el caso de las aleaciones con Cu y τ en el caso de la aleación con 4.0%Zn según se muestra en los diagramas de fase de ambas aleaciones, figuras 7 y 8, dicha fase intermetálica juega un rol importante ya que durante el proceso de deformación interviene un proceso de recristalización en el cual la segunda fase en forma de partículas intermetálicas más duras que la matriz promueve la formación de núcleos así como limita el crecimiento del tamaño de grano, proceso mediante el cual se logra refinar la microestructura. Por otro lado el proceso de deformación permite la distribución homogénea de dichas partículas de segunda fase que a su vez ayudará a la estabilización del tamaño de grano durante las pruebas superplásticas.

Como resultado del proceso termomecánico se observó una refinación del tamaño de grano al aumentar la concentración de 0.5 a 2.0%Cu y de 1.0 a 4.0%Zn como se muestra en las figuras 14 y 15. La refinación del tamaño de grano en las aleaciones con Cu guarda una relación con el aumento del tamaño de partículas intermetálicas como se observa en la figura 34. Sin embargo, esta característica no es del todo buena ya que dichas partículas pueden funcionar como sitios de nucleación para la cavitación durante las pruebas superplásticas [1, 8, 11, 20 y 26]. En el caso de las aleaciones conteniendo Zn es probable que la refinación del tamaño de grano se haya dado en buena parte por el incremento de átomos de soluto de Zn en solución sólida según se observa en su diagrama de fases, figura 8.

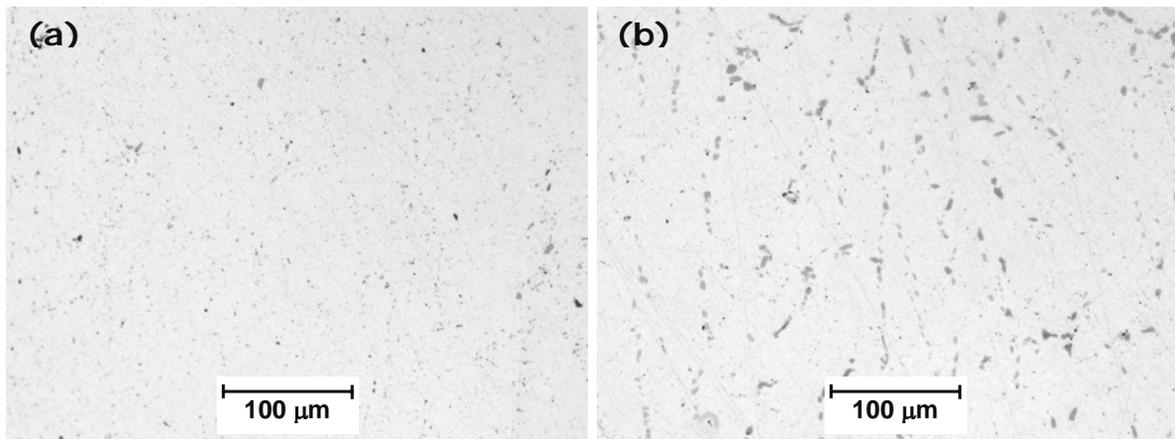


Figura 34. Micrografías tomadas después del Tratamiento Termomecánico mostrando partículas intermetálicas en las aleaciones (a) 1 (Al-4.5Mg-0.5Cu) y (b) 4 (Al-4.5Mg-2.0Cu).

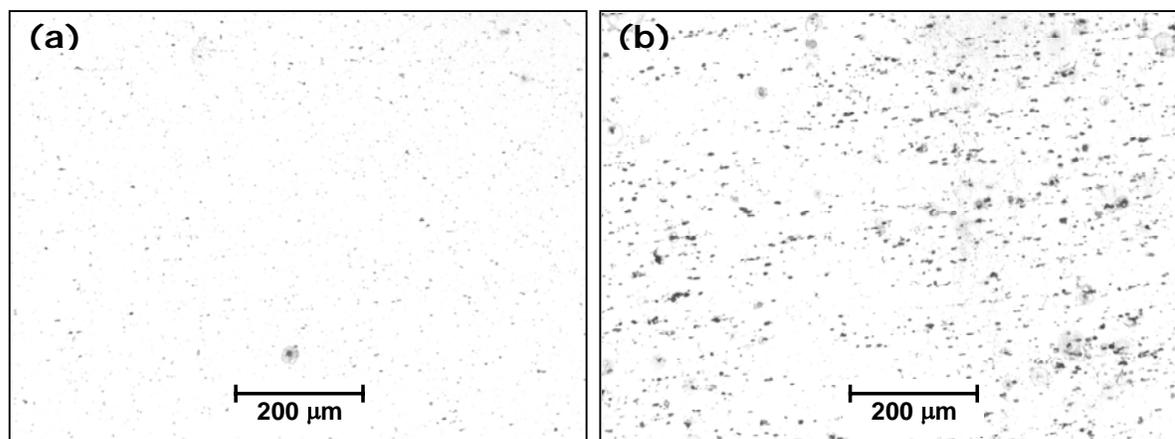


Figura 35. Micrografías mostrando la cavitación. Probetas conteniendo Cu ensayadas a 500 °C y $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, (a) Aleación 1 (Al-4.5Mg-0.5Cu) y (b) Aleación 4 (Al-4.5Mg-2.0Cu).

La fase en forma de partículas intermetálicas que se observa en la figura 34 (b) se presume ser la fase sólida S, Al_2CuMg según se observa en el diagrama de fases ternario del sistema Al-Mg-Cu, figura 7. Además, un análisis por difracción de rayos X sobre la aleación Al-4.5Mg-1.5Cu, figura 36, indicó la presencia de tal fase.

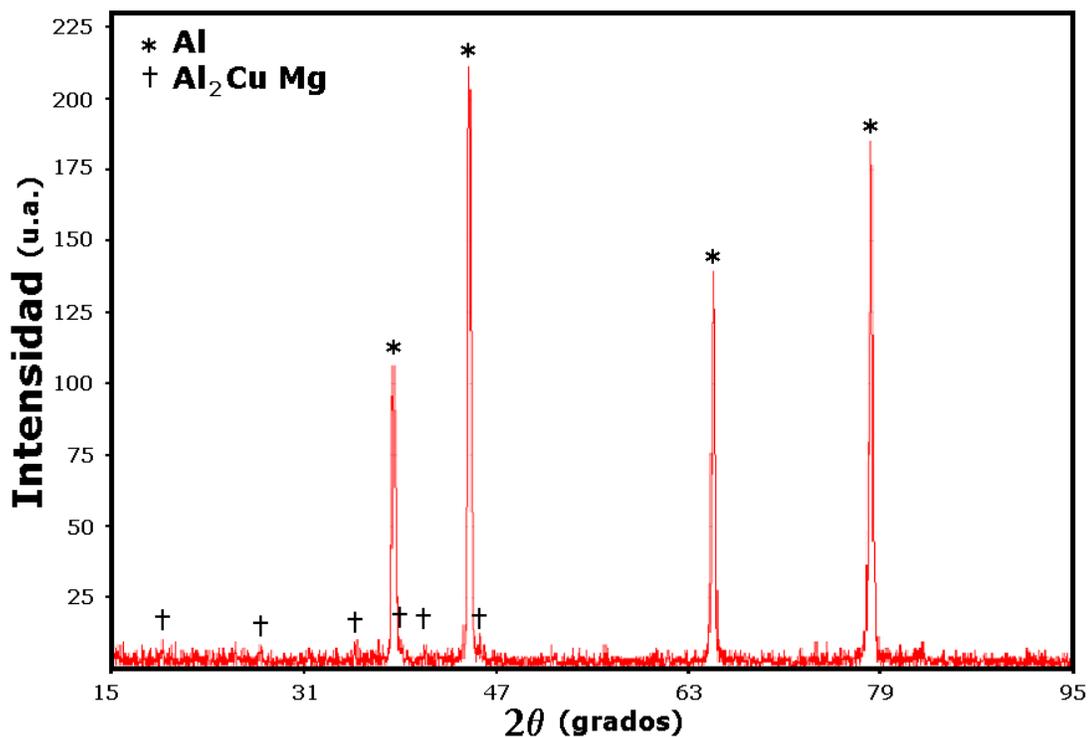


Figura 36. Patrón de difracción de rayos X de la aleación Al-4.5Mg-1.5Cu.

5.2 Propiedades mecánicas a temperatura ambiente

A partir de las curvas esfuerzo – deformación, figuras 16 y 17, se determinaron las propiedades mecánicas de cada aleación, las cuales se listan en la tabla 4. Todas las aleaciones en sus curvas esfuerzo – deformación muestran serraciones continuas bien conocidas con el nombre de efecto Portevin – Le Chatelier [25]. Efecto es generado por las interacciones entre los átomos de soluto y las dislocaciones en las aleaciones Al-Mg. En otras palabras, las atmósferas creadas por los átomos de soluto de Mg obstaculizan el movimiento de las dislocaciones, lo que ocasiona esos brinco en las curvas esfuerzo – deformación.

En cuanto a las propiedades listadas en la tabla 4, en general, se puede apreciar que las distintas aleaciones Al-Mg con Cu o altos contenidos de Zn presentan propiedades mecánicas, en especial el del esfuerzo de cedencia, ligeramente superiores a otras aleaciones Al-Mg como son las 5083-O que tiene el mismo contenido de Mg, las cuales presentan un esfuerzo de cedencia = 145 MPa y un esfuerzo último a la

tensión = 290 MPa [27]. Por otro lado, es evidente que al incrementar la concentración ya sea de Cu o Zn, tanto el esfuerzo de cedencia como el esfuerzo último a la tensión se incrementan, debido al incremento de partículas intermetálicas de segunda fase como las mostradas en la figura 34, que obstaculizan el movimiento de las dislocaciones. En forma contraria, al incrementar la concentración de Cu o Zn su ductilidad disminuye, lo cual es un efecto normal al incrementar la resistencia de las aleaciones, efecto que es más marcado en el caso de las aleaciones con Zinc.

5.3 Propiedades superplásticas

Como se puede observar en las curvas de esfuerzo de flujo – velocidad de deformación de todas las aleaciones, figuras 19 y 20, conforme se aumenta la concentración de Cu o Zn, el esfuerzo de flujo disminuye, lo cual es lógico debido al refinamiento del tamaño de grano al aumentar la concentración de Cu o Zn [24]. Con respecto al exponente de sensibilidad a la velocidad de deformación que se muestra en las figuras 21 y 22, es claro que el valor más alto de m el cual oscila para las aleaciones con Cu entre 0.4 -0.45 y en el caso de las aleaciones con Zn entre 0.43 - 0.65 se encuentra a la velocidad de deformación más baja, lo cual es común, y a las temperaturas más bajas, 300 y 350 °C. Sin embargo, en todas las aleaciones es visible que a altas velocidades de deformación sucede lo contrario, es decir, m aumenta conforme se incrementa la temperatura siendo muy interesante que a altas velocidades de deformación y altas temperaturas, m tiene un valor estable de 0.3 en todas las aleaciones, valor que según diversos estudios [10,28] es indicativo de superplasticidad por TOS (Termofluencia por obstaculización de solutos). El otro mecanismo de deformación común en este tipo de aleaciones, DLG (Deslizamiento de límite de grano), se dice ocurrir cuando $m = 0.5$. [10, 28], por lo que este mecanismo podría acontecer a bajas velocidades de deformación. Otra detalle es que no se observa alguna tendencia en los valores de m al aumentar el contenido de Cu, no obstante, al incrementar el contenido de Zn m aumenta pero sólo a bajas temperaturas, 300 y 350 °C.

Los resultados de las pruebas superplásticas que se muestran en la figura 24 indican un evidente realce de la ductilidad al incrementar la temperatura, en las aleaciones con Cu, figura 24 (a), (b) y (c) se alcanzaron los mejores alargamientos a una temperatura de 500 °C a las velocidades de deformación más altas, encontrándose una gran

diferencia con los alargamientos alcanzados a bajas velocidades. En cambio a las temperaturas de 400 y 450 °C, aunque se observa también un incremento en ductilidad conforme aumenta la velocidad de deformación, la diferencia entre bajas y altas velocidades no es tan grande, es más hay varias pruebas a bajas velocidades que muestran una mejor ductilidad en comparación con pruebas a velocidades de deformación superiores, este realce en ductilidad a bajas velocidades podría explicarse por la existencia de dos mecanismos de deformación a diferentes velocidades de deformación, hecho que ha sido señalado en estudios previos [8], donde se establece la existencia de DLG a bajas velocidades de deformación y de TOS a altas velocidades de deformación. En tales trabajos también se establece que conforme se incrementa la temperatura el DLG es el mecanismo de deformación dominante. Sin embargo, para poder analizar si tales suposiciones suceden, es necesario realizar un análisis metalográfico de las probetas deformadas superplásticamente.

De la figura 24 también es apreciable como la concentración ya sea de Cu o Zn afecta la ductilidad, ya que a bajos contenidos de Cu o Zn, es decir 0.5%pesoCu o 1.0%pesoZn, la mejor ductilidad se exhibe a bajas velocidades de deformación, en cambio a concentraciones de 2.0%pesoCu o 4.0%pesoZn, la mejor ductilidad se observa a velocidades de deformación superiores. Lo anterior tiene una explicación si se toma en cuenta que al aumentar la concentración de Cu o Zn también se refinó el tamaño de grano, lo cual produce que las mejores ductilidades se desplacen a velocidades de deformación mayores.

5.4 Microestructura después de la deformación superplástica

Las muestras pulidas de probetas deformadas conteniendo Cu y ensayadas a 500 °C y $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, mostraron un aumento en la cavitación al incrementar el contenido de Cu como se exhibe en la figura 35 (a) y (b). Este considerable aumento en cavitación se atribuye a la distribución de grandes partículas intermetálicas presentes al aumentar la concentración de Cu, figura 34 (b). En las figuras 27 y 28 se observa el comportamiento de la cavitación con la velocidad de deformación en dos diferentes aleaciones, una con 1.5%Cu y otra con 4.0%Zn. En el caso de la primer aleación ensayada a 500 °C en el rango de velocidades de 5×10^{-4} a $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ se aprecia un incremento considerable de la cavitación al disminuir la velocidad, lo cual es normal al considerar que a bajas velocidades el material no se comportó superplásticamente. De igual manera en la aleación con 4.0%Zn, figura

25, ensayada a 450 °C se observa un aumento de la cavitación a bajas velocidades, sin embargo dicho comportamiento no se puede considerar una tendencia ya que la cavitación no muestra una dependencia con la velocidad de deformación a diferentes temperaturas [29].

Por otra parte, analizando algunas muestras atacadas químicamente de probetas deformadas de distintas aleaciones: Al-4.5%Mg-1.5%Cu ensayada a 500 °C en un rango de velocidades de 5×10^{-4} a $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, Al-4.5%Mg-4.0%Zn ensayada a 450 °C en un rango de velocidades de 5×10^{-4} a $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, Al-4.5%Mg-0.5,1.0,1.5,2.0%Cu ensayadas a 500 °C y $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y Al-4.5Mg-1.0,2.0,3.0,4.0%Zn ensayadas a 450 °C y $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, se observa en la mayoría de ellas un refinamiento del tamaño de grano hacia la punta, ver figuras 29 y 30. Dicho fenómeno de refinamiento es un indicativo de que el material sufrió un proceso de recristalización dinámica durante la deformación. Comparando las aleaciones que mostraron la mayor ductilidad de cada grupo de aleaciones, figuras 29 y 30, encontramos que la aleación con Cu alcanzó un tamaño de grano en la punta de 11 μm de un tamaño inicial de 28 μm , en cambio la aleación con Zn tuvo un tamaño de grano en la punta de 29 μm de un tamaño inicial de 35 μm , lo que indica un proceso de recristalización dinámica durante la deformación, siendo mayor en la aleación con Cu. Sin embargo, tomando en cuenta el tamaño de grano en la región de la cabeza y la parte media de la aleación con Cu y Zn, es evidente que en la primera aleación el refinamiento se da desde la parte media, en cambio en la segunda aleación, el refinamiento sólo se da en la punta. Lo anterior se explica a partir del mecanismo de recristalización, en el cual se requiere de una deformación crítica que genere la suficiente energía de deformación para comenzar el proceso de recristalización, por lo que al incrementar la deformación, habrá más núcleos disponibles y el tamaño de grano recristalizado disminuirá. Lo anterior explica el refinamiento de grano en la punta, ya que hacia la punta se incrementa la deformación por la reducción en espesor del material. Así también, el mayor refinamiento de grano en la aleación con Cu se explica por la velocidad de deformación a la cual se ensayó este material, ya que al aumentar la velocidad de deformación, hay menos tiempo para que los procesos de recuperación se lleven a cabo ocasionando se almacene una mayor energía de deformación.

Debido a la recristalización durante la deformación de las aleaciones con Cu, se puede presumir que el mecanismo de deformación dominante fue el DLG ya que el tamaño de grano en algunas de estas aleaciones fue $< 15 \mu\text{m}$, sin embargo es evidente que la recristalización es un proceso que requiere de una deformación crítica inicial para que

este comience, lo que lleva a pensar que al inicio de la deformación el mecanismo de deformación pudo ser el de TOS pues este es independiente del tamaño de grano, además valores de $m = 0.33$ [10,28] señalan la presencia de este mecanismo. En las aleaciones con Zn el tamaño de grano en la punta no fue $< 15 \mu\text{m}$, por lo que el mecanismo de deformación dominante pudo ser el de TOS durante toda la deformación. Un indicativo más de la presencia de TOS en ambas aleaciones es el alto punto de cedencia de las curvas esfuerzo – deformación, figura 26 [30]. Es importante notar que si en una prueba superplástica se presenta un proceso de recristalización, el cual a su vez produce cambios substanciales en el tamaño de grano del material, el valor estimado del exponente “m” pierde importancia como indicador de las propiedades superplásticas ya que al estimar “m” se considera un tamaño de grano constante.

Un resultado interesante fue que algunas aleaciones presentarán un crecimiento anormal de grano en la punta. En las figuras 31 y 32 se observa un ejemplo de este fenómeno. Este crecimiento anormal de grano en la punta fue observado sólo en la aleación con 0.5%Cu ensayada a $500 \text{ }^\circ\text{C}$ y $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, y en las aleaciones con 1.0 y 3.0%Zn probadas a $450 \text{ }^\circ\text{C}$ y $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, así como también en la aleación con 4.0%Cu ensayada a $450 \text{ }^\circ\text{C}$ y $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. A partir de los resultados se observaron las siguientes características de este fenómeno: 1) El crecimiento anormal de grano es inhibido al incrementar la concentración de Cu o Zn como al disminuir la velocidad de deformación y 2) Aunque este crecimiento anormal de grano sólo se observó en una aleación con Cu y en tres con Zn, la aleación con Cu fue la que presentó un tamaño de grano mayor así como una mayor extensión de este fenómeno, en otras palabras, al incrementar la temperatura de ensayo se inhibe este fenómeno pero tanto el crecimiento del tamaño de grano anormal así como la extensión de tal fenómeno es mayor. Del punto 1 se puede obtener que la presencia del crecimiento anormal de grano esta en parte relacionado con la presencia de partículas intermetálicas o átomos de soluto ya que al disminuir la concentración del elemento aleante también disminuye el número de partículas o átomos de soluto dando como resultado que algunos granos crezcan en forma discontinua. La anterior hipótesis se refuerza con el punto 2, ya que al incrementar la temperatura también causa la disolución de las partículas intermetálicas dando el mismo efecto. Sin embargo, dicho incremento de temperatura también trae consigo el realce de los procesos de recuperación llevando a un menor número de núcleos y por lo tanto a granos más grandes, así como también el realce de la migración del límite de grano que lleva a lo mismo [30]. Este efecto de crecimiento anormal de grano es visto también durante el proceso normal de

recristalización del aluminio cuando el material es fuertemente deformado a una elevada temperatura [31].

A pesar de que hubo un refinamiento de grano en la mayoría de las aleaciones analizadas, en el caso de las aleaciones conteniendo Cu ensayadas a 500 °C y $5 \times 10^{-4} - 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, hubo un crecimiento de grano, lo que llevo a una pobre ductilidad. En la figura 33 se muestra un ejemplo de este crecimiento de grano. La causa de que en esta no haya habido una recristalización dinámica recae en la baja velocidad de deformación.

VI Conclusiones

1. Al incrementar la concentración de Cu de 0.5 a 2.0% peso o Zn de 1.0 a 4.0% peso en la aleación base Al-4.5Mg, existe un refinamiento de tamaño de grano después del tratamiento termomecánico, siendo mayor en el caso de la adición de Cu.
2. El tamaño de las partículas intermetálicas en las aleaciones Al-4.5Mg-1.0, 1.5 y 2.0Cu tuvo un efecto desfavorable en la deformación a alta temperatura, llevando a una mayor cavitación.
3. Las aleaciones que mostraron el mejor comportamiento superplástico en ambos grupos, aleaciones con Cu y aleaciones con Zn, fueron la aleación Al-4.5Mg-1.5Cu ensayada a 500 °C y una velocidad de deformación de $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ alcanzando un alargamiento del 373%, y la aleación Al-4.5Mg-4.0Zn ensayada a 450 °C y $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ que alcanzó un 407%.
4. El tamaño de grano de las probetas con adición de Cu ensayadas a 500 °C y altas velocidades de deformación ($5 \times 10^{-3} - 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) señaló un refinamiento de grano durante los ensayos de tensión, lo cual fue atribuido a un proceso de recristalización dinámica y por ende a la hipótesis de que en las primeras etapas de la deformación el mecanismo dominante fue el de TOS y en etapas posteriores el DLG. En las aleaciones con Zn ensayadas a 450 °C el mecanismo de deformación dominante fue el de TOS debido a que el refinamiento de grano no fue suficiente para que se presentara DLG.
5. Las aleaciones con Cu deformadas superplásticamente a velocidades menores mostraron un refinamiento de grano menor, el cual no fue suficiente para que se llevara a cabo el DLG. Es más, en algunas aleaciones conteniendo Cu hubo un crecimiento dinámico de grano que no permitió un comportamiento superplástico.
6. En algunas aleaciones con Cu o Zn ensayadas a alta temperatura se observaron dos procesos de recristalización independientes, uno de recristalización discontinua en la región del cuello y otra de recristalización continua en el resto de la sección de prueba. Se observó una relación entre la aparición de dicho fenómeno con una alta velocidad de deformación así como con la concentración de Cu o Zn.

Referencias

1. Edington J. W., Melton K. N. y Cutler C. P. : Superplasticity. Prog. Mater. Sci. 21 : 61-158, (1976).
2. Sherby O. D. y Wadsworth J. : Superplasticity - Recent Advances and Future Directions. Prog. Mater. Sci. 33 : 169-221, (1989).
3. Sherby O. D. : Advances in Superplasticity and in Superplastic Materials. ISU International 29 : 698-716, (1989)
4. Backofen W. A., Turner G. R. and Avery D. H. : Superplasticity in an Al – Zn Alloy. Trans. Am. Soc. Metals 57 : 980-990, (1964).
5. Padmanabhan K. A., Vasin R. A. y Enikeev F. U.: Superplastic Flow: Phenomenology and Mechanics. Springer, (2001).
6. Dieter G. E. : Mechanical Metallurgy. McGraw-Hill, (1988).
7. Hsiao I. C. y Huang J. C. : Deformation Mechanics during Low- and High-Temperature Superplasticity in 5083 Al-Mg Alloy. Metall. Mater. Trans. 33A : 1373-1384, (2002)
8. Kulas M. A., Green W. P., Pettengill E. C., Krajewski P. E. y Taleff E. M. : Superplastic Failure Mechanisms and Ductility of AA5083. Advances in Superplasticity and Superplastic Forming (Editado por Taleff E. M., Friedman P. A., Krajewski P. E., Mishra R. S. y Schroth J. G.), TMS, 127-138, (2004).
9. Hong S.I. : Influence of Solute – Dislocation Interaction on The Superplastic Behavior and Ductility of Al-Mg Alloys. Scripta Mater. 40 : 217-222, (1999).
10. Taleff E. M., Henshall G. A., Nieh T. G., Lesuer D. R. y Wadsworth J. : Warm – Temperature Tensile Ductility in Al-Mg Alloys. Metall. Mater. Trans. 29A : 1081-1091, (1998)
11. Oh-ishi K., Boydon J. F. y Mcnelley T. R. : Deformation Mechanisms and Cavity Formation in Superplastic AA5083. Advances in Superplasticity and Superplastic Forming (Editado por Taleff E. M., Friedman P. A., Krajewski P. E., Mishra R. S. y Schroth J. G.), TMS, 119-126, (2004).
12. Meyers M. A. y Chawla K. K. : Mechanical Behavior of Materials. Prentice Hall, (1999)
13. Watanabe H., Ohori K. y Takeuchi Y. Trans. Iron Steel Inst. Jpn. 27 : 730, (1987).
14. Ridley N. : Superplastic Microstructures. Mater. Sci. Technol. 6 : 1145-1156, (1990).
15. Verma R., Ghosh A. K., Kim S. y Kim C. : Grain Refinement and Superplasticity in 5083 Alloys. Mater. Sci. Eng. A191 : 143-150, (1995).

16. Woo S. S., Kim Y. R. y Shin D. H. : Effects of Mg Concentration on the Quasi-Superplasticity of Coarse-Grained Al-Mg Alloys. *Scripta Mater.* 37 : 1351-1358, (1997).
17. Kim J. K. y Shin D. H. : High Strain Rate Superplastic Behavior of Ingot Processed Al-Mg-Fe Alloy. *Scripta Materialia* 38 : 991-998, (1998).
18. Nieh T. G., Hsiung L. M., Wadsworth J. y Kaibyshev R. : High strain Rate Superplasticity in a Continuously Recrystallized Al-6%Mg-0.3%Sc Alloy. *Acta Mater.* 46 : 2789-2800, (1998).
19. Hosokawa H., Iwasaki H., Mori T., Mabuchi M., Tagata T. y Higashi K. : Effects Of Si on Deformation Behavior and Cavitation of Coarse-Grained Al-4.5Mg Alloys Exhibiting Large Elongation. *Acta Mater.* 47 : 1859-1867, (1999).
20. Bae D. H. y Ghosh A. K. : Cavity, Formation and Early Growth in a Superplastic Al-Mg Alloy. *Acta Mater.* 50 : 1011-1023, (2002).
21. Iwasaki H., Mori T., Hosokawa H., Tagata T., Mabuchi M. y Higashi K. : Cavitation Behavior of Coarse-Grained Al-4.5Mg Alloy Exhibiting Superplastic-Like Elongation. *Mat. Res. Symp. Proc.* 601 : 67-72, (2000).
22. Taleff E. M., Nevland P. J. and Krajewski P. E. : Tensile Ductility of several Commercial Aluminum Alloys at Elevated Temperatures. *Metall. Mater. Trans.* 32A 1119-1130, (2001)
23. Raghavan V.: *Phase Diagrams of Ternary Alloys*, ASM, Metals Park, (1987).
24. Bae D. H. y Ghosh A. K.: Grain Size and Temperature Dependence of Superplastic Deformation in an Al-Mg Alloy Under Isostructural Condition. *Acta Mater.* 48 : 1207-1224, (2000).
25. Sherby O. D. y Taleff E. M. : Influence of Grain Size, Solute Atoms and Second – Phase Particles on Creep Behavior of Polycrystalline Solids. *Mater. Sci. Eng.* A322 : 89-99, (2002).
26. Cleveland R. M., Ghosh A. K. y Bradley J. R. : Comparison of Superplastic Behavior in Two 5083 Aluminum Alloys. *Mater. Sci. Eng.* A00 : 1-9 (2002).
27. *ASM HANDBOOK Volumen 2*. ASM International, (1998).
28. Frost H. J. y Ashby M. F. : *Deformation Mechanism Maps*, Pergamon Press, (1982).
29. Bae D. H. y Ghosh A. K. : Cavitation in an Uniaxial Deformed Superplastic Al-Mg Alloy. *Mat. Res. Soc. Symp.* 601 : 61-66, (2000)
30. Agarwal S., Krajewski P. E. y Briant C. L. : Texture Development and Dynamic Recrystallization in AA5083 During Superplastic Forming at Various Strain Rates. *Advances in Superplasticity and Superplastic Forming* (Editado por Taleff E. M., Friedman P. A., Krajewski P. E., Mishra R. S. y Schroth J. G.), TMS, 95-107, (2004).
31. Gay A. G. : *Physical Metallurgy For Engineers*. Addison-Wesley, (1983)