



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA
QUÍMICA E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA METALÚRGICA

SECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E
INVESTIGACIÓN

*“EFECTO DE LAS FASES PRESENTES EN EL
COMPORTAMIENTO PLÁSTICO DE LA ALEACIÓN
Zn-22%Al-2%Cu A TEMPERATURA AMBIENTE”*

TESIS QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS
CON ESPECIALIDAD EN INGENIERÍA METALÚRGICA

PRESENTA

Ing. Diego Israel Rivas López

DIRECTORES DE TESIS

Dr. Héctor J. Dorantes Rosales

Dr. Víctor M. López Hirata



MÉXICO, D.F.

ENERO 2004



INSTITUTO POLITECNICO NACIONAL

COORDINACIÓN GENERAL DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

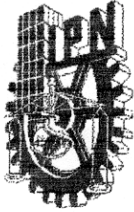
CARTA CESION DE DERECHOS

En la Ciudad de México el día 07 del mes Junio del año 2004, el (la) que suscribe Diego Israel Rivas López alumno (a) del Programa de Maestria en ciencias con especialidad en Ingenieria Metalúrgica con número de registro B010831, adscrito a E.S.I.Q.I.E.-IPN, manifiesta que es autor (a) intelectual del presente trabajo de tesis bajo la dirección de Dr. Héctor Javier Dorantes Rosales y ceden los derechos del trabajo intitulado **"EFECTO DE LAS FASES PRESENTES EN EL COMPORTAMIENTO PLÁSTICO DE LA ALEACIÓN Zn-22%Al-2%Cu A TEMPERATURA AMBIENTE"**, 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 drivas_metal@hotmail.com. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

Diego Israel Rivas López

Nombre y firma



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 10 del mes de Diciembre del 2003 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 DE LAS FASES PRESENTES EN EL COMPORTAMIENTO PLÁSTICO DE LA ALEACIÓN Zn-22%Al-2%Cu A TEMPERATURA AMBIENTE"

Presentada por el alumno:

RIVAS

Apellido paterno

LÓPEZ

materno

DIEGO ISRAEL

nombre(s)

Con registro: B

0	1	0	8	3	1
---	---	---	---	---	---

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

Co-director

DR. HECTOR JAVIER DORANTES ROSALES

DR. VICTOR MANUEL LÓPEZ HIRATA

DR. JORGE ROBERTO VARGAS GARCIA

DR. JOSE MANUEL HALLEN LOPEZ

DR. JOSE DE JESUS CRUZ RIVERA

ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERIA QUIMICA E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS SECCION DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACION

DR. JOSE FEDERICO CHAVEZ ALCALA

EL PRESIDENTE DEL COLEGIO

DR. ROBERTO LIMAS BALLESTEROS

AGRADECIMIENTOS

Al Instituto Politécnico Nacional, a la Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas y al Departamento de Ingeniería Metalúrgica. Por la formación Profesional.

A CEGEPI y PIFI por el apoyo económico brindado para la realización de este trabajo.

Agradecimientos

Al Dr. Héctor Javier Dorantes Rosales, que me ha permitido formar parte de su equipo de trabajo, por medio de lo cual he aprendido profesionalmente todo lo que sé. Por su amistad y por enseñarme que hay que crecer siempre a pesar de cualquier circunstancia y que cualquier objetivo se alcanza trabajando.

Al Dr. Víctor M. López Hirata por su paciencia y experiencia prestada para la elaboración de este trabajo y de mi formación profesional.

Al MC. Felipe Hernández por la amistad y apoyo brindados junto con la valiosa enseñanza de crecimiento personal y profesional.

A Jorge H. Olvera por ser el mejor amigo que se pueda tener.

A mis compañeros de grupo quienes siempre me ayudaron durante esta aventura Palmerin, Rodolfo, Nicolás y Mario.

Dedicatorias

A dios por seguirme dando más de todo en esta vida.

A mis padres, Susana y José por darme la oportunidad de vivir, guiarme para ser lo que soy, y por ser mi máximo orgullo para mi.

A mis hermanos quienes son parte importante de mi y de quien siempre he sentido apoyo y amor. Patricia e Iván.

A cada uno de mis familiares que por igual siempre me han dado un buen ejemplo y fortaleza para seguir siempre adelante.

A Mayanin quien me acompaña en el final de esta etapa y quien me inspira para ir por más.

CONTENIDO

	TEMA	Página
	RESUMEN.	i
	ABSTRACT.	ii
	LISTA DE TABLAS.	iii
	LISTA DE FIGURAS.	iv
I.-	INTRODUCCIÓN.	1
II.-	ANTECEDENTES TEÓRICOS.	4
2.1.	Superplasticidad.	4
2.1.1.	Tipos de Superplasticidad.	5
2.1.2.	Superplasticidad Estructural.	6
2.1.3.	Conformado Superplástico.	9
2.1.4.	Aspectos Mecánicos de la Superplasticidad.	9
2.1.5.	Efecto de la Temperatura en la Superplasticidad.	13
2.1.6.	Modelos Característicos y Relaciones Constitutivas.	13
2.1.6.1.	Acomodamiento por Difusión.	14
2.1.6.2.	Acomodamiento por Movimiento de Dislocaciones.	16
2.1.6.3.	Modelos Combinados.	17
2.2.	Transformaciones de Fase.	18
2.3.	Precipitación Celular.	20
2.4.	Sistema Zn-Al.	21
2.5.	Aleaciones Eutectoides Modificadas con Cu.	22

TESIS MAESTRIA	CONTENIDO	I.P.N.
2.6.	Deformación Plástica por laminación de la Aleación Zn-22Al-2Cu.	25
2.7.	Ensaye de Tensión.	28
2.7.1	Curva Esfuerzo Deformación Ingenieril.	31
2.7.2	Deformación Uniforme y no Uniforme del Espécimen de Ensayo.	33
2.7.3	Curva Esfuerzo Verdadero-Deformación Verdadera .	34
2.8.	Cambios Propiciados en la Aleación Zn-Al Mediante la Prueba de Tensión.	40
III.-	DESARROLLO EXPERIMENTAL.	41
3.1.	Material.	41
3.2.	Preparación de Muestras.	41
3.3.	Tratamiento Térmico de Homogeneización.	42
3.4.	Tratamiento de Enfriamiento Controlado.	42
3.5.	Cuantificación de las Microestructuras Presentes.	44
3.6.	Prueba Mecánica de Tensión para la Determinación del Coeficiente de Sensibilidad a la Velocidad de Deformación (m).	44
3.7.	Prueba del Coeficiente de Sensibilidad a la Velocidad de Deformación Mediante la Prueba de Tensión.	45
3.8.	Preparación Metalográfica.	45
3.9.	Caracterización por Microscopía Electrónica de Barrido.	46
3.10.	Caracterización por Microscopía Electrónica de Transmisión.	47
IV.-	RESULTADOS	48
4.1.	Evolución Microestructural de los Enfriamientos Continuos.	48
4.2.	Microscopia Electrónica de Transmisión.	53

TESIS MAESTRIA	CONTENIDO	I.P.N.
4.3.	Determinación de las Fases Presentes en las Micrografías Obtenidas del Temple a Distintas Temperaturas de la Aleación Zn-22%Al-2%Cu.	58
4.4.	Ensayo de Tensión.	59
4.4.1.	Probetas de Tensión.	59
4.4.2.	Curvas Carga-Elongación.	60
4.4.3.	Porcentajes de Alargamiento.	62
4.4.4.	Gráficas del Coeficiente de Sensibilidad.	63
4.4.5.	Coeficiente de Sensibilidad a la Velocidad de Deformación.	65
4.4.6.	Fracturas Obtenidas del Ensayo de Tensión.	67
4.4.7.	Análisis de la Superficie de las Muestras Sometidas a Tensión.	69
4.4.8.	Aplicación del Ensayo de Tensión a una Muestra, con el Coeficiente de Sensibilidad a la Velocidad de Deformación Mayor a $m = 0.3$ a Temperatura Ambiente.	72
V	DISCUSIÓN DE RESULTADOS	77
5.1.	Análisis Microestructural.	77
5.2.	Comportamiento Plástico.	78
5.3.	Coeficiente de Sensibilidad a la Velocidad de Deformación a Temperatura Ambiente.	81
5.4.	Prueba del coeficiente de sensibilidad a la Velocidad de Deformación Mayor a 0.3 a Temperatura Ambiente.	82
VI	CONCLUSIONES.	84
VII	BIBLIOGRAFÍA.	85

RESUMEN

El efecto de las fases presentes en el comportamiento plástico de la aleación eutécticoide Zn-22%Al-2%Cu fue investigado mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), Microscopía Electrónica de Transmisión (MET) y ensayos de tensión.

La aleación Zn-22%Al-2%Cu fue solubilizada a 350°C, y se enfrió bajo el régimen de enfriamiento controlado a una velocidad de 1.56 °C/min. Posteriormente, las muestras de la aleación se templaron desde 350°C, 290°C, 275°C, 273°C y 260°C. Dichos tratamientos promovieron la formación de distintas cantidades de microconstituyentes y se sometieron al ensayo de tensión dinámico a temperatura ambiente, de los cuales se determinaron los valores del coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación, m , para cada caso.

Los resultados indican que en la aleación Zn-22%Al-2%Cu se obtienen valores de hasta $m=0.46$ a temperatura ambiente. Para un valor de prueba igual a $m=0.4$ y una velocidad de deformación de 0.1 mm/min (4×10^{-3} 1/s) se obtuvo una elongación de la probeta del 80% y un valor de deformación real de $\epsilon=44.4\%$, lo cual demuestra que no se presentó superplasticidad a temperatura ambiente para este coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación. Sin embargo, se pudo establecer que el material presentó una alta plasticidad a temperatura ambiente en el ensayo de tensión. Adicionalmente, los resultados muestran que el factor más importante al deformar la aleación Zn-22%Al-2%Cu a temperatura ambiente, es la microestructura y el tipo de las fases presentes, más importante incluso que el valor del coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación m . Finalmente, podemos establecer que un valor de m superior a 0.3 no es indicativo de que ocurra superplasticidad a temperatura ambiente en este material.

ABSTRACT

The effect of the phases on the plastic behavior of the eutectoid alloy Zn-22%Al-2%Cu was studied using Scanning Electron Microscopy (SEM), Transmission Electron Microscopy (TEM) and tension tests. The Zn-22%Al-2%Cu alloy was solution-treated at 350 °C and then cooled at a rate of 1.56 °C/min. Subsequently, the samples of the alloy were quenched from 350°C, 290°C, 275°C, 273°C and 260°C. These treatments promoted the formation of microconstituents with several amounts. Specimens with these microstructure were subjected at dynamic tension tests at room temperature in order to determine the values of sensibility coefficient at the deformation rate m for each case. These results show the m values were up to 0.46 at room temperature in the alloy Zn-22%Al-2%Cu, For a value equal at $m = 0.4$ and a deformation rate of 0.1 mm/min (4×10^{-3} 1/s), it was obtained an elongation of about 80% and a value of real deformation about $\epsilon = 44.4\%$. This indicated that superplasticity at room temperature was not present for those sensibility coefficient and deformation rate. However, it was concluded that the material presented a high plasticity at room temperature. Results indicated that the most important factor for room temperature deformation is the microstructure and type of phases during the deformation, and less important is the value of sensibility coefficient at deformation rate m . Finally, we can conclude that a value of m up 0.3 is not indicative conclusive for superplasticity at room temperature in this material.

LISTA DE TABLAS

Tabla	Descripción	Página
1	Secuencia de laminación de la muestra recocida.	26
2	Secuencia de laminación de la muestra templada envejecida.	26
3	Secuencia de laminación de la muestra templada.	27
4	Composición química y nominal.	41
5	Variación de los porcentajes de microestructura de las muestras templadas desde 280, 278, 275 y 273 °C.	58
6	Valores de Carga- Elongación, alcanzados durante el ensaye de tensión para las muestras templadas desde: 350°C, 290°C, 275°C, 273°C y 260°C.	60
7	Porcentajes de alargamiento de las probetas sometidas a tensión de las muestras templadas desde 350, 290, 275, 273 y 260°C.	62
8	Valores del coeficiente de sensibilidad a la deformación plástica para temperaturas de 260, 273, 275, 290 y 350°C a diferentes velocidades de deformación.	66
9	Resumen de las propiedades superplásticas del Zn y algunas aleaciones comerciales [29] y la aleación del presente estudio*.	81

LISTA DE FIGURAS

Figura	Descripción	Página
1	Medición de la variación del esfuerzo de flujo de acuerdo a la velocidad de deformación para un eutéctico superplástico Al-Mg a diferentes temperaturas y tamaños de grano [12].	11
2	Representación esquemática de los tres estados de deformación plástica isotérmica en aleaciones superplásticas [10].	12
3	Modelo de permutaciones [14].	14
4	Modelo de acomodamiento de los granos por movimiento de dislocaciones [15].	16
5	Modelos de acomodamiento de los granos debido a la movilidad de dislocaciones en el manto [17].	17
6	Transformación alotrópica [21].	18
7	Reacciones de cuatro fases en un sistema ternario, representadas en un sistema de coordenadas composicionales [20].	20
8	Diagrama de fases binario del sistema Zn-Al [3].	21
9	Diagramas del ternario Zn-Al-Cu. a) 350°C y b) 250°C [20].	24
10	(A) Fotografías de la muestra original, (B) La muestra templada e inmediatamente laminada y (C) templada-envejecida 10 horas a temperatura ambiente [11].	25
11	Curva típica esfuerzo-deformación de un metal [25].	28
12	Probeta plana de tensión estándar [25].	29
13	Espécimen en la máquina de ensayo [25].	30
14	Gráfica carga-elongación [25].	30
15	Curva de Esfuerzo Deformación Ingenieril [25].	32
16	Deformación uniforme y no uniforme [25].	34

17	Comparación entre curvas de esfuerzo verdadero-deformación verdadera y esfuerzo-deformación [25].	36
18	Determinación empírica del coeficiente de endurecimiento K , y del exponente de endurecimiento por deformación, n a partir de una gráfica de $\log \epsilon$ - $\log \sigma$ [25].	37
19	Curva esfuerzo-deformación de (a) un material plástico perfecto, (b) un material frágil y elástico perfecto [25].	38
20	Curva carga-elongación mostrando $dP = 0$ a la carga máxima [25].	38
21	Dimensiones de la probeta de ensaye para tensión.	42
22	Gráfica de velocidad de enfriamiento tomada con a) termopar externo y b) termopar del horno.	43
23	Superficies de análisis para MEB de la probeta de tensión.	46
24	Representación esquemática de la forma de las muestras para MET.	47
25	Micrografías de MEB de la aleación Zn-22%Al-2%Cu enfriadas a una velocidad de 1.56 °C/min, temperaturas de temple: a) 290, b) 285 y c) 283°C.	48
26	Micrografías de MEB de la aleación Zn-22%Al-2%Cu enfriadas a una velocidad de 1.56°C/min, temperaturas de temple: a) 280, b) 278, c) 275 y d) 273°C.	50
27	Micrografías de MEB de la aleación Zn-22%Al-2%Cu enfriadas a una velocidad de 1.56°C/min., temperaturas de temple: a) 270, b) 260, c) 250 y d) 240°C.	51
28	Diagrama de mezcla de microestructuras de acuerdo a la temperatura de templado.	52
29	Micrografías de MET de la muestra templada a) campo claro y b) patrón de difracción de electrones por área selecta $B=001$.	53
30	Micrografías de MET de la muestra templada: a) formación de granos nanométricos, b) patrón de difracción y c) crecimiento de grano.	54

31	Micrografías de MET campo claro de a) la formación del eutéctico o microestructura de equilibrio de la muestra templada a 260°C y b) la microestructura de grano equiaxial templada a 290°C.	55
32	Micrografías de MET de la formación de la microestructura laminar de equilibrio y de granos nanométricos de la muestra templada a 275°C.	56
33	a) micrografía de MET, en campo claro del intermetálico, metaestable CuZn ₄ dentro de una matriz de grano equiaxial, b) patrón de difracción del intermetálico CuZn ₄ .	57
34	Probeta de tensión modelo a) y Probetas templadas a b) 290 °C, c) 275°C, d) 273°C y e) 260 °C y sometidas a la dinámica de tensión.	59
35	Curvas carga-elongación para las muestras ensayadas en tensión a diferentes velocidades de deformación 0.05, 0.1, 0.2, 0.4, 0.8, 1.6, 3.2, 6.4 y 12.8 mm/min. y templadas a diferentes temperaturas a) 350°C, b) 290°C, c) 275°C, d) 273°C, y e) 260°C.	61
36	Graficas para el cálculo del coeficiente de sensibilidad a la deformación a distintas velocidades en muestras templadas a diferentes temperaturas a) 350°C, b) 290°C, c) 275°C, d) 273°C, y e) 260°C.	64
37	Micrografías de las superficies de fractura de las muestras ensayadas en tensión y templadas a diferentes temperaturas a) 350°C, b) 290°C, c) 275°C, d) 273°C y e) 260°C.	68
38	Micrografías a bajos aumentos de las superficies de las muestras sometidas a tensión y templadas a diferentes temperaturas: a) 350°C, b) 290°C, c) 275°C, d) 273°C y e) 260°C.	70
39	Micrografías que presentan un acercamiento, de los huecos que se presentan en las muestras de templadas a: a) 350°C, b) 290°C, c) 275°C, d) 273 y e) 260°C.	71
40	Curva Carga-Elongación, de la muestra templada desde una temperatura de 350°C, y deformada a temperatura ambiente, a una velocidad de 0.1mm/min.	72

41	a) y b) Superficie de fractura, de la muestra templada desde una temperatura de 350°C, y deformada a temperatura ambiente, a una velocidad de 0.1mm/min.	73
42	Superficie de la muestra templada desde una temperatura de 350 °C, y deformada a temperatura ambiente, a una velocidad de 0.1mm/min.	74
43	Evidencia fotográfica de la aparición de la fase intermetálica de equilibrio τ , a lo largo de la probeta de tensión, templada desde 350°C, y sometida a una velocidad de deformación de 0.1 mm/min.	76

I. INTRODUCCIÓN

El desarrollo de las aleaciones Zn-Al surgió debido a la posibilidad de que este tipo de aleaciones pudiesen sustituir en algunas de sus aplicaciones a las aleaciones de aluminio. Esto es muy importante ya, que como es bien conocido. México es dependiente del aluminio de otros países debido a que en nuestro país no existe la bauxita, materia prima convencional de la cual se obtiene el aluminio. Las aleaciones Zn-Al combinan una resistencia, cercana a la del acero estructural, y una resistencia a la corrosión similar a la que presenta el aluminio y con un peso específico intermedio entre ambos [1].

Por otro lado, las aleaciones Zn-Al poseen propiedades superplásticas a temperaturas relativamente bajas (250°C), lo cual viene acompañado de una gran capacidad de deformación con lo que se obtienen piezas de formas intrincadas y con finos detalles. La adición de cobre a las aleaciones base Zn-Al aumenta sus propiedades mecánicas, (p. e. esfuerzo de cedencia, resistencia al impacto, resistencia a la termofluencia y a la corrosión), [2,3]. Sin embargo, esta adición promueve la formación de fases intermetálicas, que representan la principal razón por la cual este tipo de aleaciones fracasaron al introducirlas de forma comercial, ya que la hacen susceptible de envejecimiento aún a temperatura ambiente, lo que trae consigo una inestabilidad dimensional [2].

En aleaciones eutectoides Zn-Al la adición de 2-5%Cu en peso, promueve la formación de pequeñas cantidades del intermetálico CuZn_4 (ϵ) y la fase ternaria τ' [2-4]. De acuerdo al diagrama de equilibrio, la fase (ϵ) CuZn_4 es una fase metaestable, la cual transforma mediante la reacción de cuatro fases, α (rica en aluminio)+ $\epsilon \rightarrow \eta$ (rica en zinc)+ τ' . La formación de la fase τ' viene acompañada de un cambio de volumen de 4.48%, provocando una expansión lineal de 1.65% en la aleación. La transformación de la fase metaestable (ϵ), a la fase estable τ' , puede ser obtenida por medio de tratamientos térmicos de envejecido por debajo de 250°C [2,5-7], por deformación [3-8] y por aleado mecánico [9].

Por otra parte, se ha observado que ocurre precipitación discontinua, la cual toma lugar mediante la reacción $\eta' \rightarrow \eta + \alpha$ [6]. Dichas transformaciones de fase están íntimamente relacionadas con las propiedades mecánicas de estas aleaciones. Por lo tanto, las posibles condiciones de conformado y sus usos dependen de las fases presentes, así como su microestructura [10].

Durante la laminación de la aleación Zn-22%Al-2%Cu templada e inmediatamente deformada se obtuvo un 98% de reducción con un 3500% de alargamiento sin la aparición de grietas [11]. Estos resultados indicaron que la aleación Zn-22%Al-2%Cu presentó una gran ductilidad a temperatura ambiente a partir de la muestra templada. Cabe señalar, que este fenómeno no había sido estudiado en este tipo de aleaciones, lo cual repercutiría grandemente durante un proceso de conformado. Los resultados de DRX demostraron que la fase presente durante la laminación de la muestra templada, es la fase β (rica en aluminio) con estructura cúbica centrada en las caras. Esta fue inestable a temperatura ambiente y transformó mediante la reacción eutectoide $\beta \rightarrow \alpha + \eta$. La transformación se vio favorecida por la deformación plástica. A partir de estos resultados, se sugirió que aparentemente el material tiene un comportamiento “superplástico”; ya que cumple con el requerimiento de granos muy finos para que ocurra dicho fenómeno.

Durante la laminación de la aleación después del tratamiento de recocido, se obtuvo un 57% de reducción con un 100% de alargamiento máximo antes de la aparición de las grietas. La microestructura proveniente del tratamiento de recocido consistió en un arreglo laminar de las fases η (rica en cinc) con estructura hexagonal compacta, α (rica en aluminio), y partículas incoherentes de la fase ϵ (CuZn_4) con estructura hexagonal compacta. La evolución microestructural durante la laminación mostró un rompimiento de la microestructura laminar provocando el agrietamiento interlaminar. Adicionalmente, se observó la posible formación de la fase τ' [11].

Cabe señalar que el conformado apropiado de una muestra a temperatura ambiente para este tipo de aleación, permitirá un alto ahorro energético y económico, ya que por lo general, este mismo se llevó acabo a temperaturas entre 200 a 250 °C.

El objetivo principal de este trabajo es estudiar el efecto de las microestructuras características sobre la deformación plástica a temperatura ambiente, de la aleación Zn-22%Al-2%Cu.

II. ANTECEDENTES TEÓRICOS

2.1. Superplasticidad.

La superplasticidad puede definirse como la propiedad que poseen ciertos materiales de alcanzar grandes alargamientos en un ensayo de tracción sin que se produzca estricción o ruptura. En los metales este fenómeno no suele observarse ni siquiera a altas temperaturas. En un ensayo de tracción típico de un metal, después de alcanzarse alargamientos que no exceden el 50% suele formarse una estricción como paso previo a la rotura. Sin embargo, si se siguen ciertas normas en su proceso de elaboración y su ensayo, es posible que una serie de aleaciones metálicas tengan un comportamiento superplástico [10].

Los materiales superplásticos son sólidos policristalinos. Durante la aplicación de un esfuerzo uniaxial de tensión, a elongaciones mayores del 200% antes de la aparición de la fractura, son generalmente indicativos de superplasticidad, aunque en varios materiales se pueden llegar a obtener alargamientos hasta de 1000%, las elongaciones más grandes reportadas son de 4850 % en una aleación eutéctica de Pb-Sn y la mas grande de 5500% en una aleación de bronce al aluminio [12].

Observaciones acerca de la aparición de comportamiento superplástico fueron hechas después de los años 20`s por Hargreaves y Jenkins. Sin embargo, la más espectacular de las observaciones fue echa por Pearson en 1934. El cual trabajo sobre el eutéctico Bi-Sn, reporto una elongación en tensión de 1950% sin aparición de falla alguna. El término superplasticidad fue concebido por Bochvar y Sviderskaya en 1945 al describir la gran ductilidad observada en aleaciones Zn-Al. El termino Superplasticidad se deriva del prefijo latino “super” que significa exceso, y de la palabra griega “plástikos” el cual significa dar forma [12].

Las aleaciones Zn-Al presentan comportamiento superplástico con contenidos de Zn-22Al% en peso (composición cercana a la eutectoide), con adiciones mínimas de otros elementos aleantes que generalmente elevan sus propiedades mecánicas y su resistencia a la termofluencia [19]. Para obtener la superplasticidad en éste tipo de aleaciones, primeramente el material debe de ser sometido a un tratamiento de homogeneizado alrededor de 337 a 400 °C por un tiempo que puede variar de 70 a 100 hrs. Con el objeto de romper con la estructura proveniente de la fundición y con lo que se obtiene una solución sólida de la fase β , posteriormente se busca tener una fase duplex de fases α y η finamente distribuida, esto se logra por medio de un enfriamiento brusco a 0 °C o a temperaturas cercanas, con lo cual además se rompe con la estructura proveniente de la fase β . La estructura obtenida se trabaja a temperaturas de alrededor de 250-270 °C presentándose entonces la superplasticidad, y en donde se pueden observar deformaciones altas sin la aparición de fractura alguna.

2.1.1. Tipos de Superplasticidad.

Existen dos tipos de comportamiento superplástico: micrograno o superplasticidad microestructural y de transformación o superplasticidad ambiental. El más estudiado y utilizado industrialmente ha sido el micrograno, ya que se considera el más importante visto de manera comercial [12].

El fenómeno de superplasticidad ha sido observado invariablemente bajo estas dos condiciones:

- (1) La existencia de una microestructura característica que es estable durante la prueba de tensión, o
- (2) Ciertas condiciones ambientales especiales durante la deformación.

Los materiales en el primer grupo se dice que exhiben superplasticidad estructural algunas veces referida como isotérmica. Los materiales en el segundo grupo se dice que presentan superplasticidad ambiental [13].

2.1.2. Superplasticidad Estructural.

Esta forma de superplasticidad ocurre cuando un material es deformado a temperaturas que generalmente son mayores a 0.5 de T_m , donde T_m es la temperatura de fusión en grados Kelvin, donde se presenta una microestructura fina y grano equiaxial que se mantiene estable durante la deformación. Los requisitos estructurales para que se presente la superplasticidad son los siguientes [12-13]:

i. Tamaño de grano pequeño

La superplasticidad por micrograno aparece en materiales con tamaño de grano fino, usualmente de menores de 10 μm , cuando estos son deformados mediante tensión dentro de un rango de velocidades de 10^{-5} a 10^{-1} s^{-1} . La deformación superplástica se caracteriza por bajos esfuerzos de flujo y esto combinado con una alta uniformidad en el flujo plástico, hace ver a los materiales superplásticos interesantes desde el punto de vista comercial. Para el conformado superplástico se utilizan técnicas similares a las que han sido desarrolladas para el conformado de termoplásticos.

Además invariablemente es muy difícil observar superplasticidad en materiales de una sola fase debido a que el crecimiento de grano es muy rápido.

ii. Presencia de una segunda fase

Con el fin de mantener un tamaño de grano pequeño a la temperatura de deformación y por el tiempo involucrado, la presencia de una segunda fase en los límites de grano de la matriz es requerida.

Por esta razón, la mayoría de los materiales superplásticos están basados en composiciones eutectoides, eutécticas o monotécticas. La inhibición del crecimiento de grano es usualmente mejorada si la cantidad de la segunda fase es incrementada, siempre y cuando el tamaño de esta fase permanezca pequeña y su distribución uniforme.

iii. Resistencia de la segunda fase

Existe evidencia que sugiere que la resistencia relativa de la matriz y la segunda fase, constituye un importante parámetro en el control de la cavitación durante la deformación superplástica. Por ejemplo, la adición deliberada de partículas duras de Ag_3Sn a la aleación superplástica Pb – Sn propició que esta aleación cavitará durante la deformación siendo que esta aleación normalmente no cavita. De estas observaciones, se puede deducir que la resistencia de la segunda fase debe ser similar a la resistencia de la matriz.

iv. Tamaño y distribución de la segunda fase.

Si la segunda fase es considerablemente más dura que la matriz, ésta deberá estar distribuida uniformemente y en partículas finas dentro de la matriz. En esta forma, la cavitación durante la deformación superplástica puede ser inhibida mediante varios mecanismos de recuperación que ocurren en la vecindad de la partícula.

v. Naturaleza del límite de grano.

Los límites de grano entre granos adyacentes de la matriz deberán ser de ángulo grande (i.e. desordenados), debido a que el deslizamiento del límite de grano es el modo de deformación predominante durante el flujo superplástico. Los límites de grano de ángulo pequeño, no se deslizan bajo esfuerzos cortantes.

vi. Movilidad del límite de grano

Los límites de grano en aleaciones superplásticas deberán ser móviles. Durante el deslizamiento del límite de grano han sido observadas concentraciones de esfuerzo en puntos triples y otras obstrucciones a lo largo de los límites de grano. La capacidad del límite de grano de ser móvil (i.e. migración del límite de grano) permite una reducción de las concentraciones de esfuerzo. El hecho de que los granos de materiales superplásticos permanezcan esencialmente equiaxiales aun después de muy altas deformaciones es una evidencia indirecta de que la migración del límite de grano esta ocurriendo.

vii. Forma del grano

La forma de los granos debe ser equiaxial para que al ser aplicado un esfuerzo cortante, los granos se deslicen.

viii. Resistencia a la separación de los límites de grano

Los límites de grano en la matriz no deben ser propensos a separación bajo cargas de tensión.

2.1.3. Conformado Superplástico.

El conformado superplástico de partes encuentra muchos usos particularmente en la industria aeroespacial, el forjado superplástico de las aleaciones base níquel han sido usadas para la fabricación de discos de turbinas junto con sus paletas o cuchillas integradas, la conjunción de la difusión y el conformado superplástico (DB-SPF) de aleaciones de titanio es utilizada para producir ventiladores y aspas de compresores [13].

Las aleaciones de aluminio pueden ser usadas en la fabricación de estructuras o superficies de control y en pequeña escala elementos estructurales donde se requiera un bajo peso y una alta rigidez. Ninguna aplicación aeroespacial de las aleaciones base aluminio incluye contenedores de superficies o perfiles complejos o paneles decorativos de revestimientos de las estructuras tanto internas como externas [12].

2.1.4. Aspectos Mecánicos de la Superplasticidad.

La característica mecánica más importante de un material superplástico es la sensibilidad del esfuerzo de flujo a velocidades altas de deformación, refiriéndonos a este como a m , el cual está definido por:

$$\sigma = k \dot{\epsilon}^m \quad (1).$$

Donde σ es el esfuerzo de flujo, $\dot{\epsilon}$ es la velocidad de deformación y k es una constante del material que depende tanto de la temperatura del ensayo como de la microestructura y de las imperfecciones de la red del material. El valor m es el coeficiente de sensibilidad del esfuerzo de flujo a la velocidad de deformación y determina la velocidad a la cual el cuello progresa después de que el flujo plástico comienza. Es un hecho experimental que entre mayor sea el exponente m mayor será la elongación de la probeta hasta la falla. Este valor está definido como:

$$\sigma = k\varepsilon^m \quad (2).$$

$$\ln \sigma = \ln k + m \ln \varepsilon \quad (3).$$

$$m = \left(\frac{\delta \ln \sigma - \ln k}{\delta \ln \varepsilon} \right) \quad (4).$$

Si la superplasticidad es considerada como un tipo de comportamiento de termofluencia entonces la ecuación se puede escribir como:

$$\dot{\varepsilon} = k' \sigma^n \quad (5).$$

Donde n es el coeficiente de endurecimiento por deformación, el cual es igual a $1/m$. Para un comportamiento superplástico en caliente, m debe de tener un valor mayor o igual a 0.3, para los materiales superplásticos el valor está entre 0.3 a 0.8. La presencia de un cuello en un material sujeto a un esfuerzo de tensión lleva consigo una alta velocidad de deformación de forma local. Para un valor alto de m , ocurre un incremento en el adelgazamiento y en el esfuerzo de flujo dentro de la región del cuello. De esta forma la región del cuello sufre el endurecimiento por deformación el cual evita que el cuello se siga desarrollando. Así una alta sensibilidad a la velocidad de deformación confiere una alta resistencia al desarrollo del cuello. Esto resulta en valores altos de elongación característicos de materiales superplásticos [12].

Lo anterior lo podemos visualizar desde el gráfico logarítmico figura 1 donde se observa la relación entre σ y $\dot{\epsilon}$. La pendiente de la gráfica es igual a m . En la práctica los materiales más superplásticos muestran una variación en el esfuerzo de flujo con la velocidad de deformación. En la figura 1 se muestra que existe un máximo en el coeficiente de sensibilidad al esfuerzo de flujo a la velocidad de deformación para diferentes velocidades de deformación.

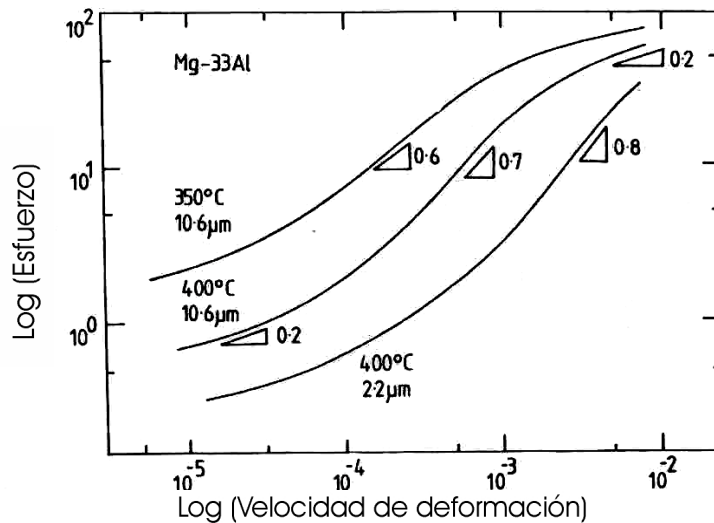


Figura 1. Medición de la variación del esfuerzo de flujo de acuerdo a la velocidad de deformación para un eutéctico superplástico Al-Mg a diferentes temperaturas y tamaños de grano [12].

Un valor mayor a 0.3 de m delinea el comienzo de un comportamiento superplástico, figura 2 (región II). La región de altas velocidades de deformación figura 2 (región III), se cree que corresponde a una recuperación convencional por dislocaciones que se da en la termofluencia (la ley del poder de la termofluencia). Las deformaciones contenidas en esta región conducen a la observación de líneas de deslizamiento y al desarrollo de altas densidades de dislocaciones contenidas en los granos. La textura cristalográfica contenida en estos materiales incrementa lo que significa que existe una elongación del grano durante la deformación [12].

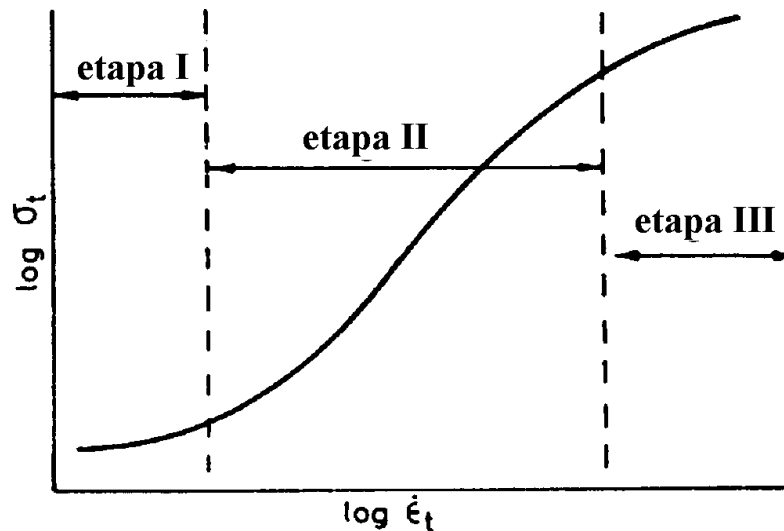


Figura 2. Representación esquemática de los tres estados de deformación plástica isotérmica en aleaciones superplásticas [10].

En la región superplástica, (región II), donde se observan altas deformaciones uniformes, los estudios experimentales han demostrado que la velocidad es el único mecanismo que controla la deformación, sin embargo, el deslizamiento del borde de grano y la rotación de grano contienen una substancial aportación a la deformación total. En contraste con la región III, los granos permanecen equiaxiales durante la deformación, y los materiales que muestran inicialmente una microestructura laminar, desarrollan microestructuras equiaxiales. La texturización cristalográfica puede ser reducida durante la deformación en esta región [12]. Estudios de microscopía electrónica de transmisión han demostrado una evidencia limitada de la actividad de las dislocaciones en el grano de materiales superplásticos deformados. En donde el esfuerzo de flujo σ se disminuye, y la sensibilidad del esfuerzo de flujo a la velocidad de deformación m se incrementa, con el incremento de la temperatura, T , y la disminución del tamaño de grano, (figura 1). La elongación en esta región tiende a aumentar con el incremento de m [12].

El comportamiento mecánico de los materiales superplásticos es muy sensible a la temperatura y el tamaño de grano. En general, el incremento de la temperatura o la disminución en el tamaño de grano, tienen un efecto similar en la variación del esfuerzo de flujo el cual involucra a la velocidad de deformación [12].

2.1.5. Efecto de la Temperatura en la Superplasticidad.

La superplasticidad es un fenómeno de alta temperatura ya que ocurre arriba 0.5 de la temperatura absoluta de fusión. La influencia de la temperatura en la relación esfuerzo de flujo / velocidad de deformación está bien documentada como se muestra a continuación. Los cambios que ocurren cuando se incrementa la temperatura de deformación son los siguientes:

1. El esfuerzo de flujo se ve reducido. Este efecto es más notorio a velocidades de deformación altas.
2. El valor máximo de m se incrementa y es desplazado a mayores velocidades de deformación.
3. Las transiciones entre las regiones I / II y II / III son desplazadas a velocidades mayores.

En los extremos de la región II los valores m son menos sensibles a los cambios de temperatura.

2.1.6. Modelos Característicos y Relaciones Constitutivas.

Uno de los principales factores dentro de la superplasticidad es el papel que juega el deslizamiento de los límites de grano, GBS por sus siglas en ingles *Grain Boundary Sliding*. La compatibilidad de los granos durante el GBS se mantiene por procesos de acomodamiento, los cuales pueden involucrar: migración del límite de grano, rotación de grano, movimiento difusional o de dislocaciones. La mayoría de los procesos propuestos en la literatura generalmente consideran alguno de los procesos de acomodamiento, junto con el GBS. Los mecanismos de deslizamiento, pueden ser divididos en tres grupos:

- a) Acomodamiento por difusión
- b) Acomodamiento por movimiento de dislocaciones, y
- c) Modelos combinados teniendo elementos de los dos anteriores.

2.1.6.1. Acomodamiento por Difusión.

Para que los granos mantengan la compatibilidad durante el proceso de deformación, Ashby y Verral [14] propusieron un modelo en el cual los granos sufren un transitorio pero complejo cambio de forma o deformación de acomodamiento (ver figura 3). El acomodamiento es donde acompañado por transporte difusional, debido al incremento transitorio en el área del límite de grano durante el proceso de reordenamiento de los granos, la deformación esta limitada a muy bajas velocidades de deformación por un esfuerzo límite.

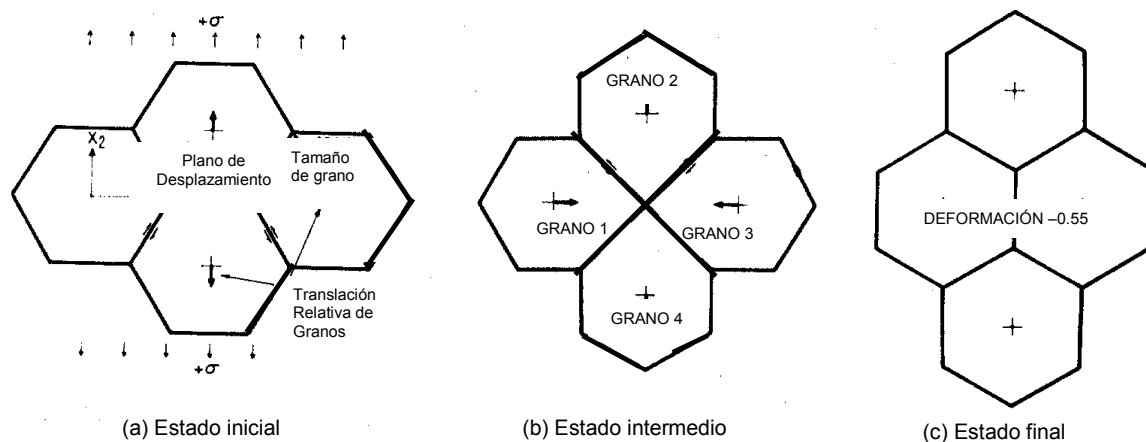


Figura 3. Modelo de permutaciones [14].

A altas velocidades de deformación en donde el movimiento de dislocaciones contribuye predominantemente al total de la deformación, la elongación del material es adquirida por el cambio de forma individual de cada uno de los granos. A velocidades intermedias, estos dos mecanismos se superponen uno a otro. Y debido a que los dos mecanismos son independientes y ocurren simultáneamente, la velocidad de deformación total $\dot{\epsilon}_{Tot.}$, será la suma de la contribución de velocidad de cada uno de los procesos, i.e.,

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_{acm.dif.} + \varepsilon_{fjodis} \quad (6).$$

Donde

$$\varepsilon_{acm.dif} = 100 \frac{\Omega}{kT d^2} \left(\sigma - \frac{0.72\Gamma}{d} \right) D_v \cdot \left(1 + \frac{3.3\delta}{d} \frac{D_{gb}}{D_v} \right) \quad (7).$$

$$\varepsilon_{fjodedisl} = A \frac{D_v G b}{kT} \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n \quad (8).$$

Donde:

Ω =volumen atómico;

Γ =energía libre de límite de grano;

δ =espesor del límite de grano;

D_v = coeficiente de difusión volumétrico;

D_{gb} = coeficiente de del límite de grano.

Mediante el modelo anterior se ha predecido que a una temperatura dada, las curvas de σ_{real} vs. ε , se interceptaran a una temperatura dada para diferentes tamaños de grano, así como una dependencia de la energía de activación con la temperatura.

2.1.6.2 Acomodamiento por Movimiento de Dislocaciones.

Ball y Hutchison [15] propusieron un modelo en el que grupos de granos se deslizan conjuntamente hasta que granos orientados desfavorablemente obstaculizan este deslizamiento (figura 4). La concentración de tensiones que se produce se elimina por un movimiento de dislocaciones que controla el proceso de deformación según la ecuación:

$$\varepsilon = C \frac{Gb}{kT} D_{gb} \left(\frac{b}{d} \right)^2 \left(\frac{\sigma}{G} \right)^2 \quad (9).$$

Donde C = constante;

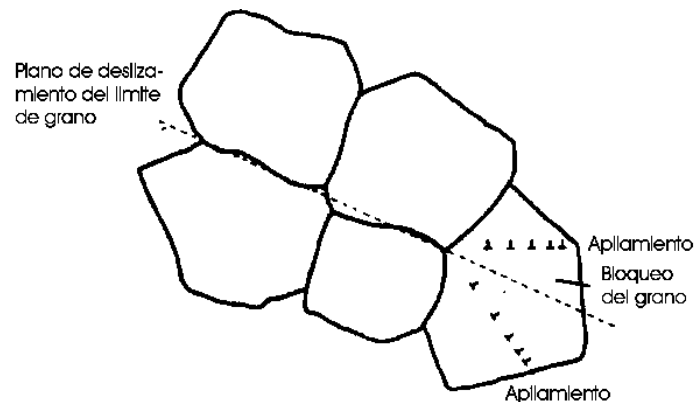


Figura 4. Modelo de acomodamiento de los granos por movimiento de dislocaciones [15].

Mukherjee [16] modifica este modelo haciendo deslizar los granos individualmente y considerando la generación de dislocaciones en las imperfecciones de los límites de los granos. Por su parte Gifkins [17] desarrolló una teoría de deslizamiento de bordes de grano en la cual el acomodamiento era llevado a cabo por un movimiento de dislocaciones en las proximidades de los límites de grano. De esta manera, el grano se divide en un núcleo y en una zona periférica en donde existen dislocaciones que se apilan en los puntos triples. La ecuación que rige el comportamiento es similar a la ecuación (9) con la diferencia que el valor de la constante difiere, (ver figura 5).

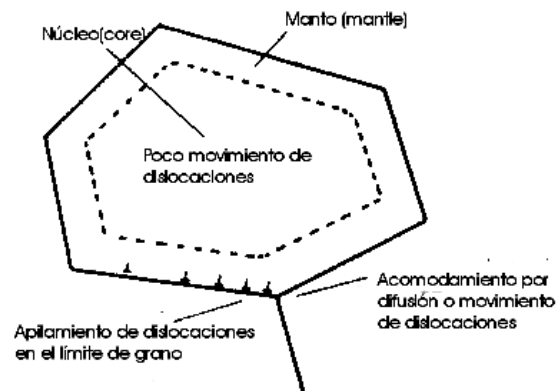


Figura 5. Modelo de acomodamiento de los granos debido a la movilidad de dislocaciones en el manto [17].

2.1.6.3. Modelos Combinados.

Gosh y Raj [18] sugieren un modelo que explica las aparentes similitudes entre los parámetros de deformación en la región I y III. Este modelo está basado en la distribución de algunos parámetros significativos para el proceso de deformación consideró que debe existir una distribución bimodal del tamaño de grano, y una gran diferencia en la difusividad de las dos fases. Por lo tanto la variación del esfuerzo con la velocidad de deformación será influenciada por la proporción relativa de las dos fases o por el tipo de distribución del tamaño de grano. En este último caso los granos más finos se podrán deformarse por los mecanismos del núcleo y los más grandes por el mecanismo de recuperación por movimiento de dislocaciones.

2.2. Transformaciones de Fase.

Las transformaciones de fase en estado sólido en aleaciones, a una presión constante que involucran pocas fases han sido clasificadas en varios tipos [20].

Para sistemas monarios existe solamente un tipo de transformación:

$$\alpha \rightarrow \beta \text{ Transformación de fase alotrópica} \quad (10).$$

Esta transformación se presenta en diversos metales, ya que, puede existir más de un tipo de estructura cristalina dependiendo de la temperatura. En la figura 6 se muestra el diagrama hipotético de equilibrio, que muestra la transformación alotrópica [21].

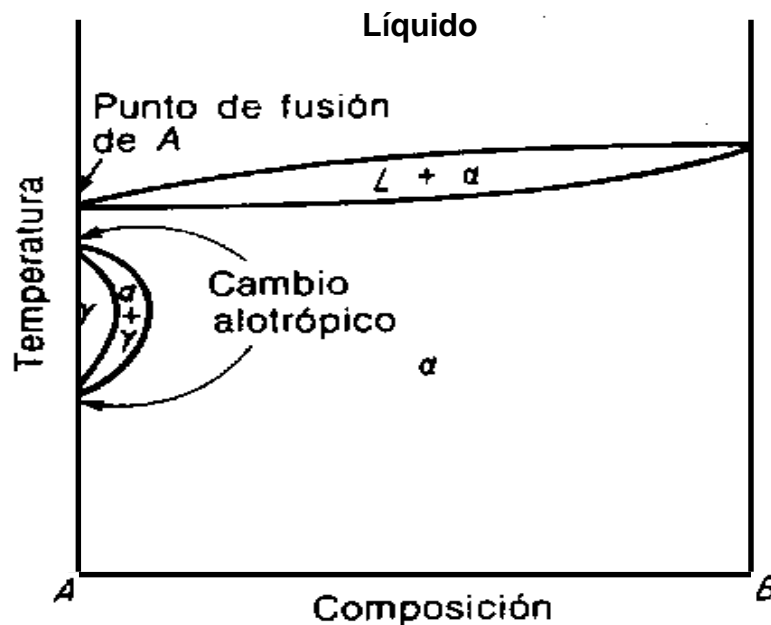
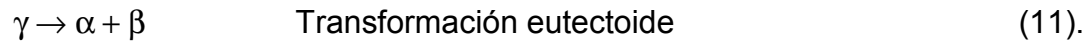


Figura 6. Transformación alotrópica [21].

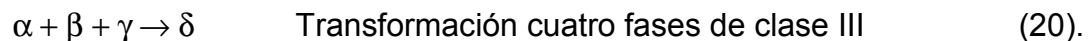
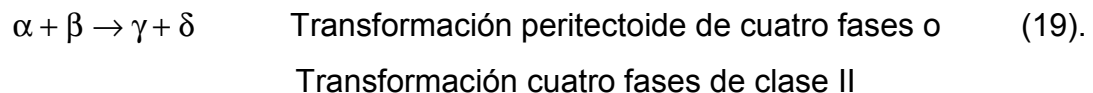
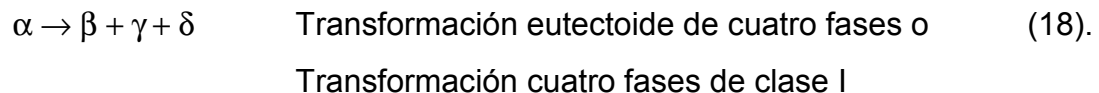
En sistemas binarios existen dos principales tipos de transformaciones de fase:



La reacción eutectoide es común en el estado sólido muy semejante a la reacción eutéctica, pero no incluye al líquido. En este caso, una fase sólida se transforma, al enfriarse en dos fases sólidas nuevas, la reacción peritectoide es medianamente común en el estado sólido la fase sólida nueva suele ser una fase intermedia o una solución sólida. La reacción peritectoide tiene la misma relación a la reacción peritética que la eutectoide tiene a la eutéctica. Esencialmente es el reemplazo de un líquido por un sólido [20].



En sistemas ternarios existen tres tipos de transformaciones de fase:



La figura 7 muestra las transformaciones de cuatro fases de clase I, II y III.

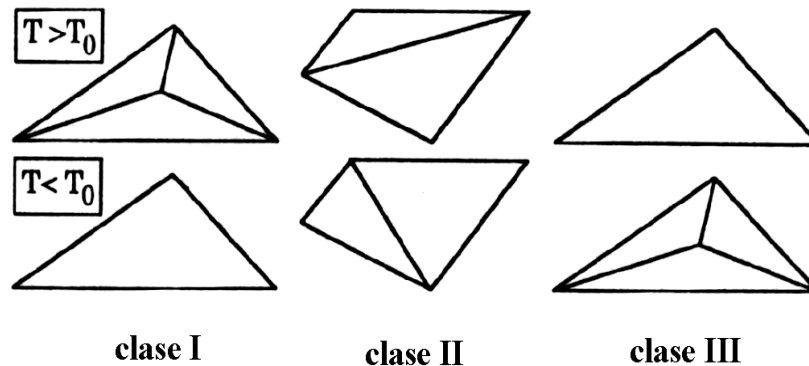


Figura 7. Reacciones de cuatro fases en un sistema ternario, representadas en un sistema de coordenadas composicionales [20].

2.3. Precipitación Celular.

La precipitación celular es también conocida como precipitación discontinua debido a que la composición de la matriz cambia discontinuamente con el paso del frente celular [22]. La reacción se encuentra en una gran variedad de sistemas de precipitación, regularmente a temperaturas homólogas bajas, donde la difusión del límite de grano se espera que sea un mecanismo dominante del transporte de materia. La reacción discontinua es capaz de desestabilizar la microestructura a temperaturas relativamente bajas y es por lo tanto de interés práctico [20].

Las reacciones eutéctoides son muy similares a las reacciones de precipitación celular. La diferencia consiste en que la precipitación celular no está asociada con una forma particular del diagrama de fase, aunque la sobresaturación es un prerrequisito obvio. Adicionalmente, la precipitación celular involucra la descomposición de una fase sobresaturada, la cual puede escribirse como:



donde α' es la matriz sobresaturada, α es la misma fase, pero con un contenido de soluto más bajo, y β es el precipitado de equilibrio [22].

2.4. Sistema Zn-Al

La figura 8 muestra el diagrama de equilibrio del sistema Zn-Al. Este sistema presenta solubilidad del zinc en aluminio ilimitada en el líquido y la solubilidad del aluminio en zinc es limitada e incrementa 0.6% Al a 250°C hasta 1% Al a 375°C [4]. Adicionalmente, la aleación presenta una reacción eutéctica, $L \rightarrow \beta + \eta$, a 380°C en aproximadamente Zn-5% Al, y una reacción eutectoide, $\beta \rightarrow \alpha + \eta$, en Zn-22% Al a 275 °C. Posteriormente, se presenta un campo de fases de alta temperatura que se extiende hasta 80% de Zn representada por las fases α, α' y β donde ocurre una reacción pseudoeutectoide, $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta$ a 69% de Zn [4].

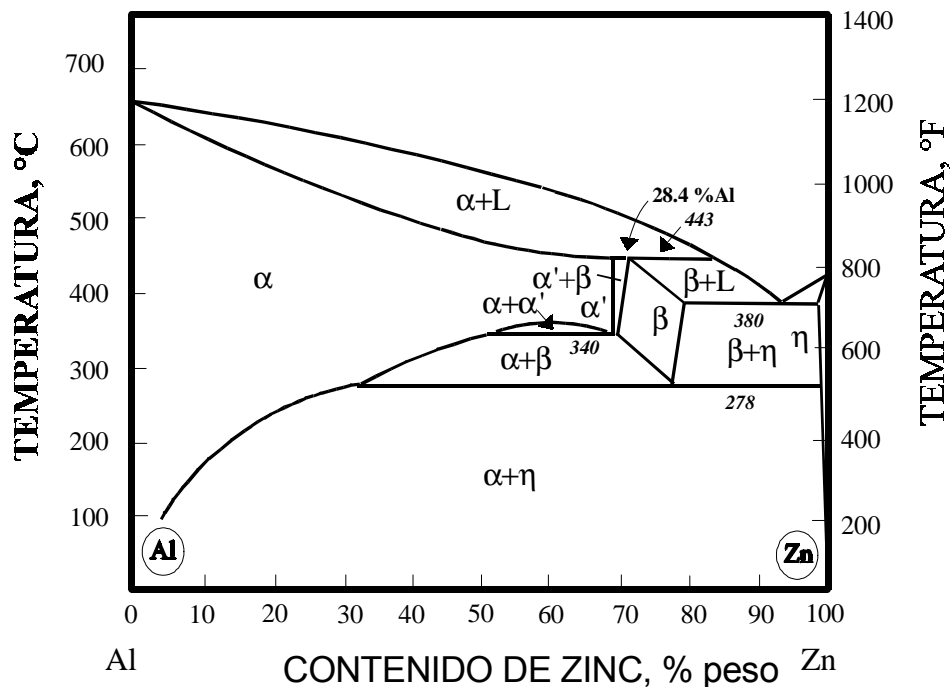


Figura 8. Diagrama de fases binario del sistema Zn-Al [3].

Las fases α y β son soluciones sólidas ricas en aluminio con una estructura cúbica centrada en las caras (*ccc*), α' es una solución sólida sobresaturada rica en aluminio con una estructura (*ccc*) y η es una solución sólida rica en zinc con estructura hexagonal compacta. (*hcp*) [4].

2.5. Aleaciones Eutectoides Modificadas con Cu.

Las aleaciones Zn-Al son generalmente endurecidas con adiciones de cobre y magnesio; sin embargo, estos elementos forman compuestos intermetálicos y pueden afectar las reacciones en el estado sólido. Las adiciones de cobre entre 1 y 4%, aumentan la resistencia a la tensión, a la termofluencia y proporcionan resistencia a la corrosión. Sin embargo, la ductilidad de las aleaciones Zn-Al disminuye con el incremento del contenido de cobre. Por lo tanto, el contenido de cobre depende del valor deseado de ductilidad y resistencia. Investigaciones en el sistema Zn-Al sobre el contenido de cobre han demostrado que entre 1 y 2.5% de cobre se obtienen la mejor combinación de resistencia a la tensión y ductilidad en aleaciones con 22% de aluminio este contenido de cobre tiene un efecto nulo sobre la ductilidad [4]. La adición del cobre a estas aleaciones induce la aparición de las fases metaestables provocando una inestabilidad dimensional de la aleación, lo cual es indeseable para la obtención de piezas con dimensiones precisas [2].

En aleaciones binarias Zn-Al, la adición de 1-4% de cobre promueve la formación de una fase intermetálica, ε , la cual es inestable a temperatura ambiente. El contenido de cobre de la fase ε es alrededor de 16% peso y su composición es cercana a CuZn_4 . La fase ε tiene una estructura cristalina hexagonal compacta similar a la estructura de la fase η con una sustitución al azar de átomos de Zn por Cu. La fase ε promueve la formación de una nueva fase intermetálica τ' mediante una reacción de cuatro fases de clase II [20], en la cual la fase α se combina con la fase metaestable ε para producir la fase τ' y η : $\alpha + \varepsilon \rightarrow \tau' + \eta$. La fase τ' contiene aproximadamente 56% peso de Cu 31% peso de Al y 13% peso de Zn, la fase es estable a temperatura ambiente. Esta fase es cercana a $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}$ y tiene una estructura romboédrica ordenada [23].

Por lo tanto, las aleaciones binarias Zn-Al con adiciones de cobre son susceptibles al envejecido, aún a temperatura ambiente, debido a que no todas las fases presentes posteriores a un vaciado o a un tratamiento térmico son de equilibrio. Las investigaciones sobre las aleaciones Zn-Al-Cu han mostrado que las fases de equilibrio se obtienen cuando ocurre la reacción de cuatro fases, $\alpha + \varepsilon \rightarrow \eta + \tau'$, la cual puede llevarse a cabo mediante tratamientos térmicos de envejecido por debajo de 268°C [2,5-7], deformación [3-8] y aleado mecánico [9].

La reacción de cuatro fases no solamente involucra la formación de las fases más estables de acuerdo al diagrama de equilibrio, sino que es la responsable de la inestabilidad dimensional de las aleaciones comerciales durante el envejecido. Las fases producidas de la reacción de cuatro fases tienen una gravedad específica más baja que las fases reactantes, lo cual resulta en una expansión durante su envejecido [7].

Una explicación de la inestabilidad de la aleación atribuida a la reacción de cuatro fases fue realizada mediante la regla de la palanca y un balance de masa, donde se muestra la forma cuantitativa de la reacción de cuatro fases usando proporciones atómicas:

$$0.79\varepsilon + 0.21\alpha = 0.65\eta + 0.35 \tau' \quad (22).$$

Donde el lado izquierdo de la reacción tiene un volumen atómico medio de 14.478 Å³/átomo y el lado derecho de 15.126 Å³/átomo. Por lo tanto, el cambio en volumen es 0.64 Å³/átomo o 4.48%, lo cual corresponde a una expansión lineal de 1.65% [4]. La figura 9 muestra los cortes isotérmicos de los diagramas de equilibrio ternarios del sistema Zn-Al-Cu a 350 y 250 °C. La aleación Zn-22Al-2Cu a 350°C se encuentra en la región de la fase (β), mientras que a 250°C las fases presentes son: α , τ' y η las cuales son fases de equilibrio finales.

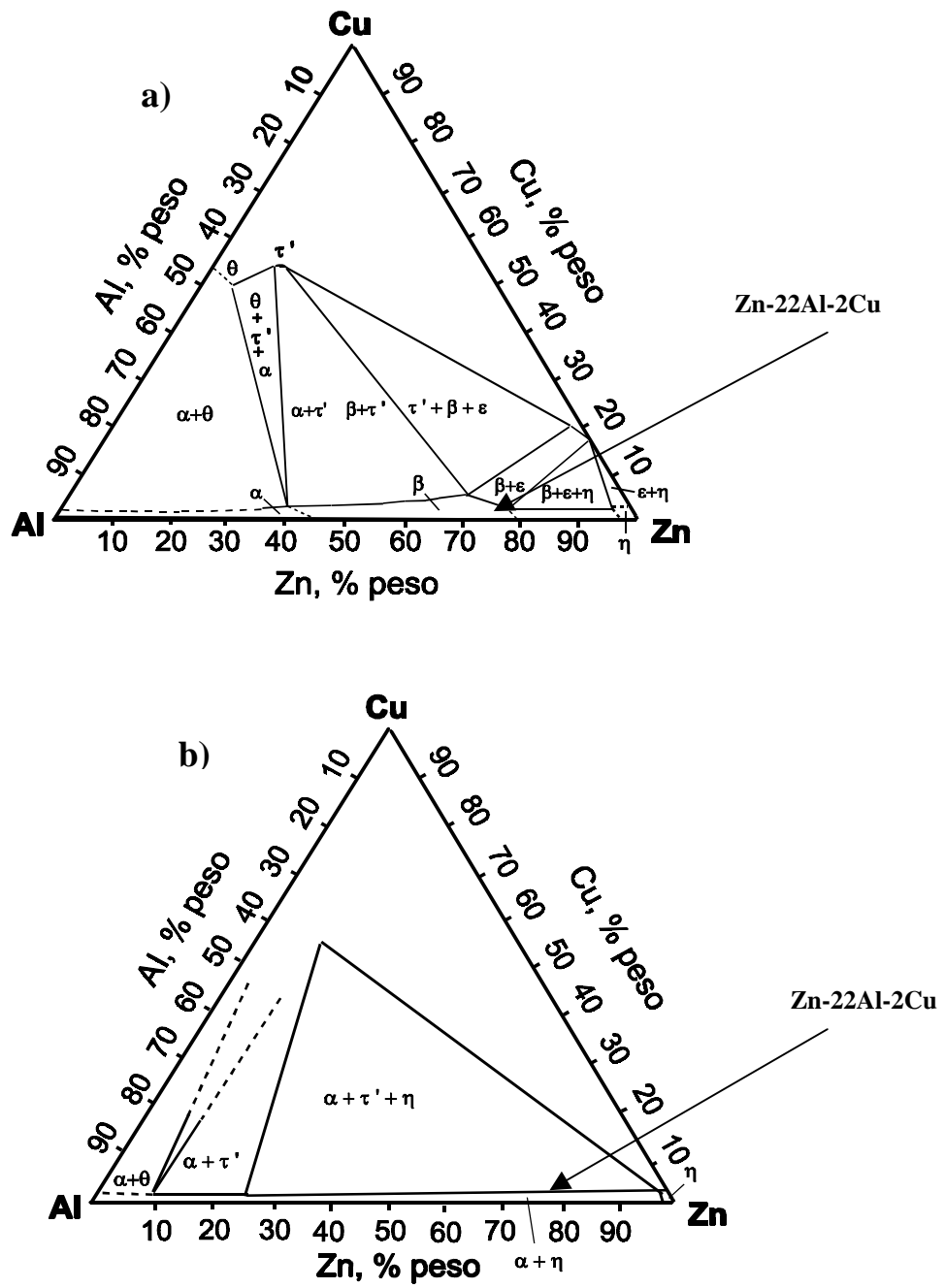


Figura 9. Diagramas del ternario Zn-Al-Cu. a) 350°C y b) 250°C [20].

2.6. Deformación Plástica por Laminación de la Aleación Zn-22Al-2Cu.

Las muestras de la aleación Zn-22Al-2Cu provenientes de los tratamientos térmicos de recocido, temple envejecido y temple han sido deformadas plásticamente mediante el proceso de laminación. En las tablas 1,2 y 3 se muestran las secuencias de laminación para cada tratamiento térmico. Durante la laminación de las muestras recocida y templada-envejecida se observaron la aparición de grietas en los bordes de las muestras a 57.84% y 19.8% de reducción, respectivamente. Mientras que, en la muestra templada no se observó la presencia de grietas obteniéndose una reducción del 97.64% [11].

La muestra templada y laminada muestra un aparente comportamiento superplástico a temperatura ambiente y esto se ve reflejado en un alargamiento de 3510% sin la aparición de grietas (ver tabla 3), mientras que en las muestras recocida y templada-envejecida se obtuvieron alargamientos del 102% y 19.2 %, respectivamente. La figura 10 muestra los resultados de la laminación para la muestra templada e inmediatamente deformada (B), templada-envejecida a temperatura ambiente durante 10 horas (C) y la muestra original (A) [11].

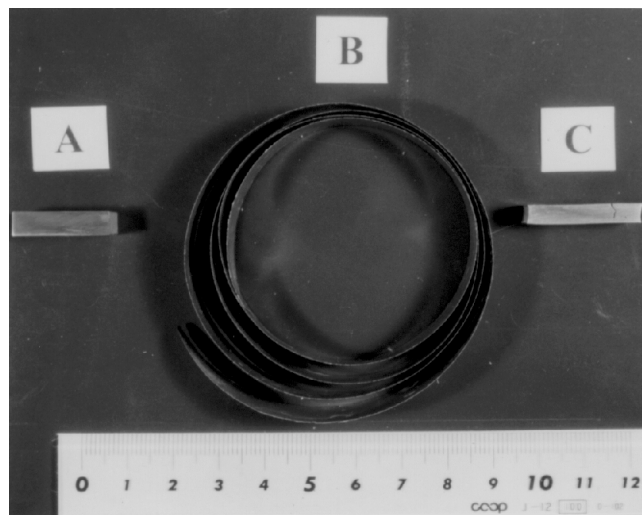


Figura 10. (A) Fotografías de la muestra original, (B) La muestra templada e inmediatamente laminada y (C) templada- envejecida 10 horas a temperatura ambiente [11].

Tabla1. Secuencia de laminación de la muestra recocida.

N° de pase	Altura (cm)	Reducción %	Ancho (cm)	Largo (cm)	Alargamiento %
1	0.510	0.00	1.120	2.050	0
2	0.470	7.84	1.120	2.100	2.43
3	0.440	13.72	1.125	2.250	9.75
4	0.415	18.62	1.135	2.450	19.51
5	0.380	25.49	1.175	2.550	24.39
6	0.355	30.39	1.175	2.680	30.73
7	0.345	32.35	1.180	2.830	38.04
8	0.315	38.23	1.250	3.050	48.78
9	0.280	45.09	1.250	3.250	58.53
10	0.245	51.96	1.280	3.750	82.92
11*	0.215	57.84	1.320	4.150	102.43
12	0.180	64.70	1.320	4.900	139.02
13	0.160	68.62	1.320	5.350	160.97
14	0.135	73.52	1.320	6.450	214.63
15	0.120	76.47	1.320	7.200	251.21

* Aparición de grietas superficiales

Tabla 2. Secuencia de laminación de la muestra templada envejecida.

<i>N° de pase</i>	<i>Altura (cm)</i>	<i>Reducción %</i>	<i>Ancho (cm)</i>	<i>Largo (cm)</i>	<i>Alargamiento %</i>
<i>0</i>	<i>0.515</i>	<i>0</i>	<i>1.135</i>	<i>2.035</i>	<i>0</i>
<i>1</i>	<i>0.510</i>	<i>0.97</i>	<i>1.135</i>	<i>2.035</i>	<i>0</i>
<i>2</i>	<i>0.485</i>	<i>5.82</i>	<i>1.200</i>	<i>2.120</i>	<i>4.17</i>
<i>3</i>	<i>0.450</i>	<i>12.62</i>	<i>1.300</i>	<i>2.260</i>	<i>11.05</i>
<i>4 *</i>	<i>0.413</i>	<i>19.80</i>	<i>1.170</i>	<i>2.425</i>	<i>19.16</i>

* Aparición de grietas superficiales

Tabla 3. Secuencia de laminación de la muestra templada.

N° DE PASE	ALTURA (<i>cm</i>)	REDUCCIÓN %	ANCHO (<i>cm</i>)	LARGO (<i>cm</i>)	ALARGAMIENTO %
1	0.510	0	1.120	2.050	0
2	0.475	6.86	1.120	2.100	2.38
3	0.450	11.76	1.120	2.220	8.29
4	0.420	17.64	1.140	2.385	16.34
5	0.390	23.52	1.180	2.500	21.95
6	0.345	32.35	1.180	2.710	32.19
7	0.320	37.25	1.225	2.975	45.12
8	0.285	44.11	1.230	3.285	60.24
9	0.245	51.96	1.280	3.700	80.48
10	0.215	57.84	1.320	4.140	101.95
11	0.175	65.68	1.320	4.875	137.80
12	0.140	72.54	1.325	5.660	176.09
13	0.120	76.47	1.325	7.000	241.46
14	0.085	83.33	1.325	9.200	348.78
15	0.050	90.19	1.325	13.480	557.56
16	0.040	92.15	1.325	23.300	1036.58
17	0.030	94.11	1.325	32.500	1485.36
18	0.025	95.09	1.325	37.000	1704.87
19	0.020	96.07	1.325	43.000	1997.56
20	0.016	96.86	1.325	55.500	2607.31
21	0.014	97.25	1.325	65.000	3070.73
22 *	0.012	97.64	1.325	74.000	3509.75

* Sin aparición de grietas

2.7. Ensayo de Tensión.

El ensayo de tensión constituye la manera más usual de determinar las propiedades mecánicas de los materiales metálicos. Durante este tipo de ensayo la velocidad se mantiene constante y se determina la carga aplicada, en función de la variación de la longitud que sufre la probeta. La figura 11 muestra una curva esfuerzo-deformación típica de un metal, en donde se muestran dos intervalos de interés. El primero es el intervalo elástico, en el que la carga es función lineal de la elongación (Ley de Hooke). El segundo intervalo de interés es el plástico que se caracteriza por una pendiente de la curva carga-elongación mucho menor a la del intervalo elástico, cuando se retira la carga en algún punto del intervalo plástico. El material se descarga elásticamente pero en él se observa una deformación permanente. En este intervalo se aprecia un máximo de la carga. Experimentalmente puede demostrarse que para elongaciones cercanas a este máximo, la probeta empieza a deformarse localmente (formándose una estricción) para producirse a continuación la rotura del material [24].

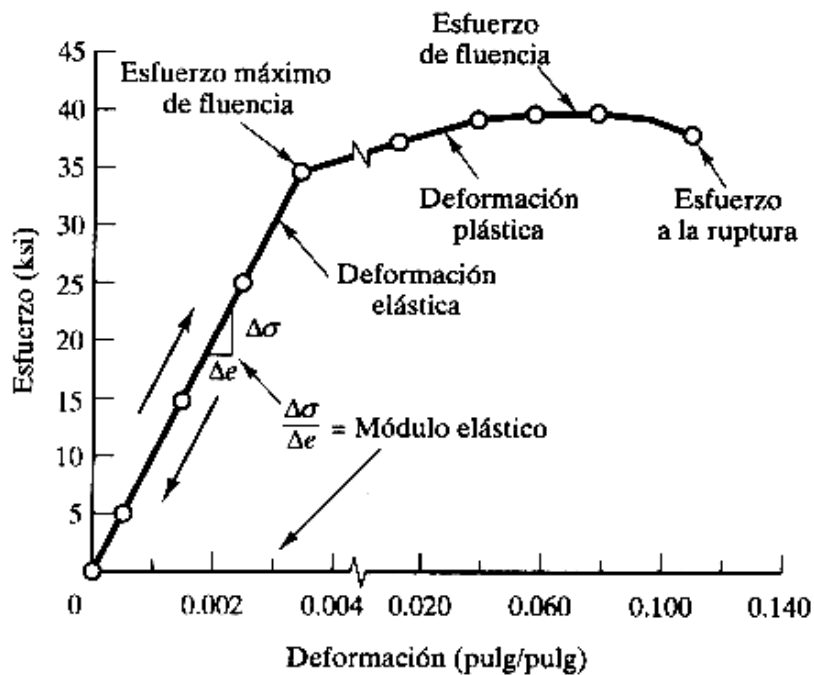


Figura 11. Curva típica esfuerzo-deformación de un metal [25].

La norma E-8 de la ASTM (American Society for Testing and Materials) permite determinar el esfuerzo de fluencia, el esfuerzo máximo de fluencia a la tensión, así como la ductilidad de un metal. Esta prueba se inicia con la preparación y maquinado del espécimen o probeta estándar, ver figura 12. El ejemplo que se muestra corresponde a un espécimen plano. En la medida de lo posible se preparan probetas de tamaño estándar. Sin embargo, si el tamaño original del producto o muestra es pequeño, o si solo se dispone de una cantidad limitada de material, hay especificaciones equivalentes de tamaño inferior al estándar que se pueden maquinar y someter al ensayo [25].

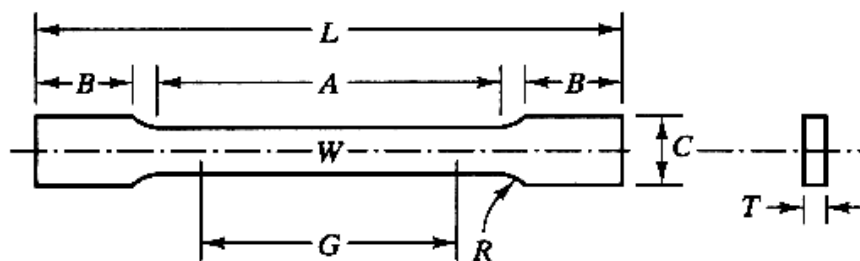


Figura 12. Probeta plana de tensión estándar [25].

Las probetas maquinadas tienen secciones mayores en los extremos y una sección reducida en el medio, El material de la sección reducida es la parte de la probeta que realmente, se somete a la carga y al alargamiento. Antes de iniciar el ensayo se marca cierta longitud en la sección reducida que servirá para determinar la ductilidad después del ensayo. Esta longitud se denomina (longitud de trabajo o calibre); la longitud estándar es de 50 mm (2 pulgadas).

Para iniciar la prueba se sujeta la muestra maquinada en ambos extremos con las mordazas del equipo para el ensayo de tensión figura 13 un extremo está sujeto al cabezal móvil y la otra en el cabezal estacionario. A la sección de calibre se acopla un extensómetro que es un dispositivo para medir la extensión. Cuando se pone en funcionamiento la máquina de ensayo la mordaza móvil deforma el espécimen y se determina la resistencia al movimiento por medio de una celda de carga calibrada [25].

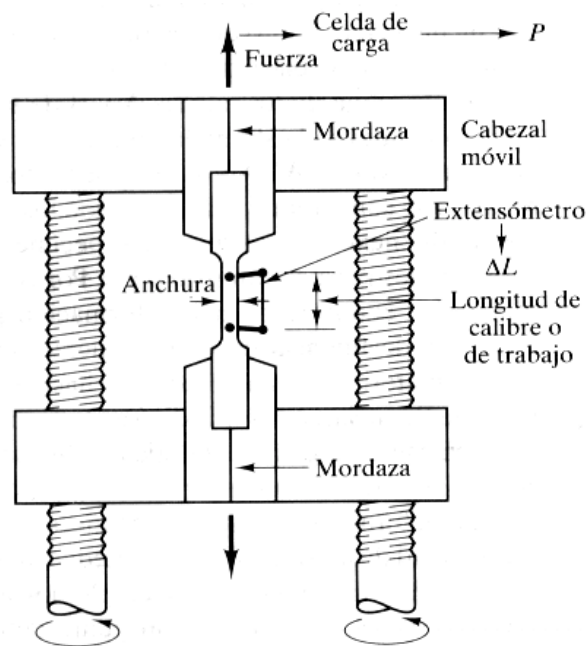


Figura 13. Especimen en la máquina de ensayo [25].

Simultáneamente, el extensómetro mide la sección de calibre. Se obtiene una gráfica de carga- elongación $P-\Delta L$ como se muestra en la figura 14.

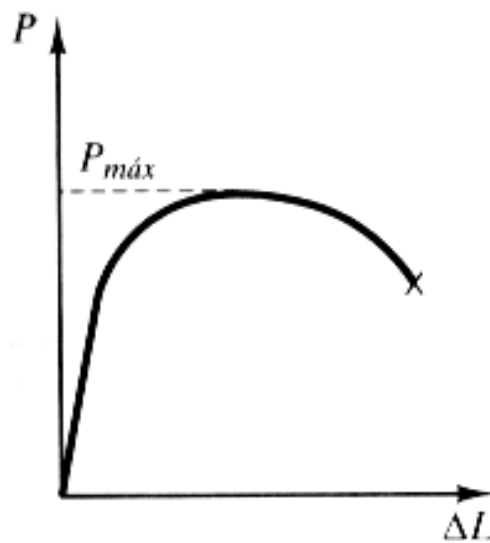


Figura 14. Gráfica carga-elongación [25].

En la práctica, no se suelen usar curvas carga-elongación a la hora de representar los valores obtenidos en un ensayo de tracción. La gráfica carga elongación se puede convertir en dos tipos de curvas esfuerzo-deformación.

La curva esfuerzo-deformación nominal o ingenieril o la curva esfuerzo verdadero-deformación verdadera. Esta última también es llamada curva esfuerzo de fluencia, porque representa las verdaderas características de la fluencia plástica del material. Se utilizan diferentes símbolos para el esfuerzo y la deformación a fin de distinguir entre estas dos curvas. En el primer caso se utiliza s para el esfuerzo y e para la deformación. En el caso de esfuerzo y deformación verdadera se utiliza σ para el esfuerzo y ϵ para la deformación [25].

2.7.1. Curva de Esfuerzo Deformación Ingenieril.

Se obtiene a partir de los datos carga-elongación $P-\Delta L$ de la siguiente manera. El esfuerzo ingenieril se obtiene dividiendo la carga P en cada momento, entre el área original del espécimen, A_0 , mientras que la deformación ingenieril se obtiene dividiendo la elongación ΔL , en cada instante entre la longitud de calibre original, L_0 . Por lo tanto, cada punto de la curva de $P-\Delta L$ se convierte en $s - e$ mediante las formulas:

$$s = \frac{P}{A_0} \quad (23).$$

$$e = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (24).$$

Los puntos convertidos se utilizan para trazar la curva $s - e$ figuras que tienen fundamentalmente la misma forma que la curva $P-\Delta L$.

Las curvas $s - e$ de los materiales dúctiles muestran tres partes características: (1) Una porción lineal inicial que se conoce como región elástica, (2) una porción cuya pendiente disminuye continuamente a medida que el esfuerzo aumenta hasta que la pendiente se hace cero, (**conocida como la región de endurecimiento por deformación**) y (3) una porción donde el esfuerzo se reduce y donde el espécimen se adelgaza y exhibe una deformación no uniforme hasta que se rompe [25].

La porción lineal refleja la respuesta del material de acuerdo con la ley de Hooke para deformaciones pequeñas:

$$s = E * e \quad (25).$$

Por lo tanto, si se incrementa la sensibilidad de la deformación en esta región, como se muestra en la figura 15, el módulo de Young E del material es la pendiente de esta porción lineal inicial. Si el material se alarga en esta región, se comporta elásticamente.

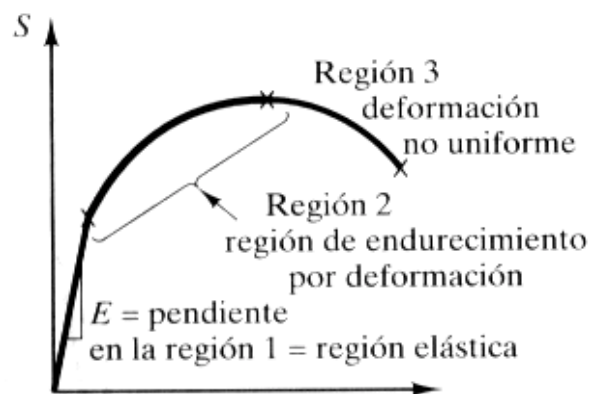


Figura 15. Curva de esfuerzo deformación ingenieril [25].

Cuando pasa de la porción lineal a la segunda región, el material experimenta una deformación plástica, lo que significa, que se produce un cambio de forma permanente después de que se retira la carga. En este caso el cambio de forma se refleja en una extensión permanente de la longitud ΔL , o e . En términos del diagrama $s - e$. La e no regresa a cero cuando se retira la carga o el esfuerzo. El valor de e cuando $s = 0$ se conoce como deformación permanente [25].

2.7.2. Deformación Uniforme y no Uniforme del Espécimen de Ensayo.

Tomando en cuenta las marcas de calibre como se muestra en la figura 16, el material se contrae lentamente a medida que se alarga en sentido del eje de tensión. Inicialmente el material se contrae uniformemente entre las marcas de calibre. Esta contracción (deformación) uniforme significa que el espécimen presenta la misma dimensión lateral (o la misma sección transversal) en los puntos de la sección reducida, conforme aumenta la longitud entre las marcas, L_0 . Si se toma la longitud de las marcas de calibre en un momento cualquiera y se multiplica por el área instantánea y por la densidad del material, se obtiene el volumen del material entre las marcas, en virtud de que la masa se conserva y que la densidad es la misma, este volumen es constante, cuando la deformación es uniforme [25].

$$A_0 L_0 = AL = Cte. \quad (26).$$

La deformación uniforme de la sección de calibre ocurre hasta la carga máxima figura 16a. Poco después de alcanzarla carga máxima, la sección de calibre presenta una contracción en un área y se observa un adelgazamiento o cuello del espécimen, figura 16b. Puesto que el área adelgazada es más pequeña, la deformación consecuente se concentra en ella y requiere una carga menor, esta región es la número 3 de la curva $s - e$, en la figura 15.

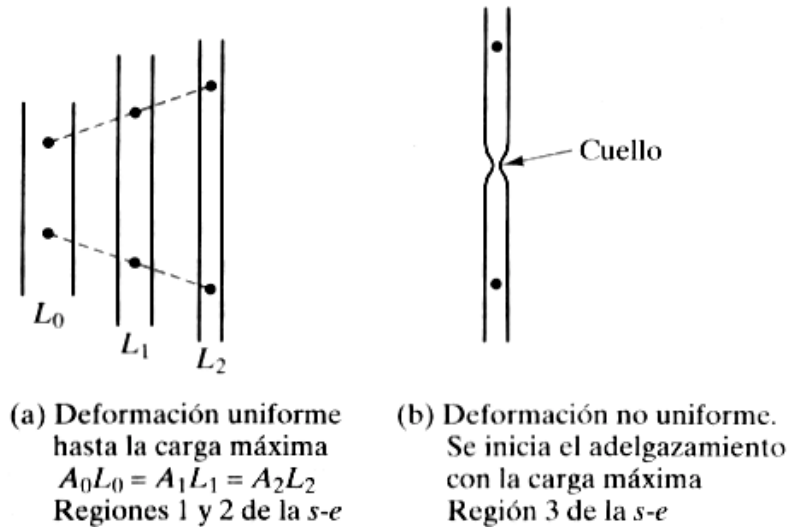


Figura 16. Deformación uniforme y no uniforme [25].

2.7.3. Curva de Esfuerzo Verdadero Deformación Verdadera.

La curva de esfuerzo-deformación ingenieril no representa una indicación precisa de los esfuerzos verdaderos y deformaciones verdaderas del material, porque se basa en las dimensiones de área y longitudes de calibre originales del espécimen. Estas dimensiones cambian continuamente en el transcurso del ensayo, y el esfuerzo real o verdadero en un momento dado es mucho mayor que el representado por la curva $s - e$. Si bien la curva $s - e$ es suficiente para el diseño porque subestima la capacidad real de material, la curva de esfuerzo verdadero deformación verdadera $\sigma - \epsilon$ es la propiedad más importante en las operaciones de formado o manufactura porque describe las necesidades de carga real del material para la ulterior deformación o flujo de los elementos sólidos. Por esta razón la curva $\sigma - \epsilon$ se suele llamar curva de esfuerzo de fluencia. El esfuerzo verdadero se define como la carga entre el área real instantánea:

$$\sigma = \frac{P}{A_{inst}} \quad (27).$$

La deformación verdadera se define como:

$$d\varepsilon = \frac{dL}{L_{inst}} \quad \text{ó} \quad \varepsilon = \int_{L_0}^L \frac{dL}{L} = \ln \frac{L}{L_0} \quad (28).$$

por lo tanto, para convertir la curva de P- ΔL en una curva de esfuerzo verdadero deformación verdadera, se obtiene para cada punto (P- ΔL).

$$L = L_0 + \Delta L \quad (29).$$

y se determina ε con la ecuación 26, de la ecuación $A_0 L_0 = AL = cte.$ se obtiene el área instantánea, con la cual se determina σ . Con fines de comparación en la figura 16 se muestra un esquema de ambas curvas. Finalmente podemos ver que:

$$\varepsilon = \ln(1 + e) \quad \text{y que} \quad \sigma = s(1 + e) \quad (30).$$

Estas son validas hasta la carga máxima. Después de este valor es necesario determinar el esfuerzo verdadero a partir de mediciones reales de carga y área de sección transversal. La deformación verdadera deberá basarse en mediciones reales de área o diámetro.

Para deformaciones pequeñas:

$$\varepsilon = \ln(1 + e) \approx e \quad \text{y} \quad \sigma \approx s \quad (31).$$

Por lo tanto, como se observa en la figura 17, la porción inicial de la curva es la misma, después de la deformación elástica la curva $\sigma - \varepsilon$ comienza a apartarse de la curva $s - e$ y siempre muestra un mayor esfuerzo que la curva ingenieril, porque el área instantánea disminuye continuamente. La curva de esfuerzo verdadero deformación verdadera aumenta de forma monótona hasta el punto de fractura o ruptura [25].

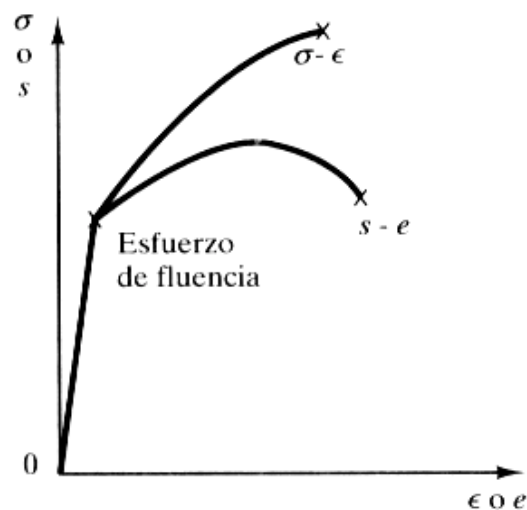


Figura 17. Comparación entre curvas de esfuerzo verdadero-deformación verdadera y esfuerzo-deformación [25].

Debido a la importancia de esfuerzo de fluencia, o verdadero, se han hecho numerosos esfuerzos por ajustar la curva $\sigma - \varepsilon$ a una ecuación matemática, la que mejor se ajusta es la ecuación:

$$\sigma = K\varepsilon^n \quad (32).$$

Donde K es el coeficiente y n es el exponente o índice de endurecimiento por deformación. Esta ecuación es empírica y se obtiene al graficar los logaritmos de $\log \sigma$ y $\log \epsilon$, la gráfica es lineal y la pendiente representa a n y K es el valor de σ cuando $\epsilon = 1$, Como se muestra en la figura 18.

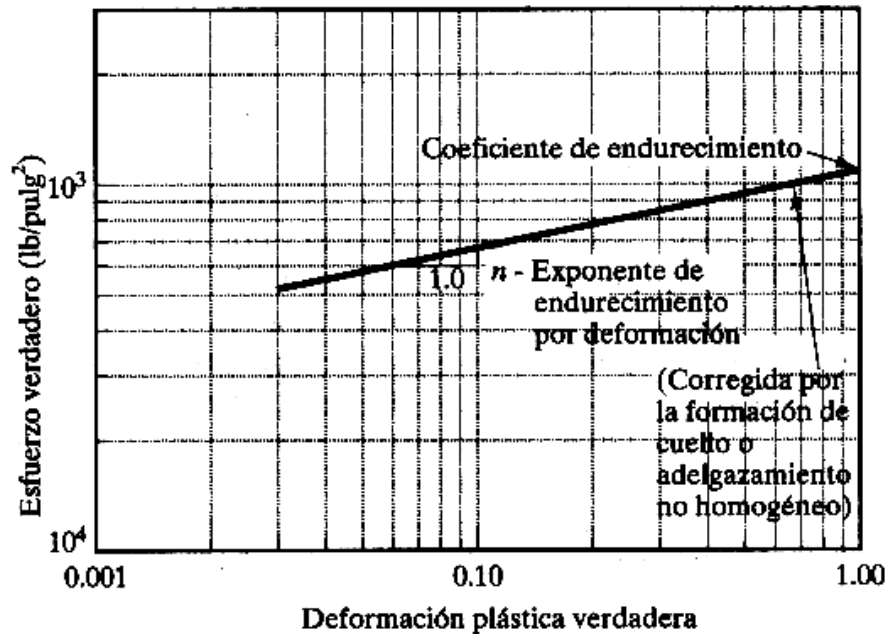


Figura 18. Determinación empírica del coeficiente de endurecimiento K , y del exponente de endurecimiento por deformación, n a partir de una gráfica de $\log \epsilon$ - $\log \sigma$ [25].

Para adquirir una perspectiva de la importancia del exponente de endurecimiento por deformación y del endurecimiento por deformación mismo, considérese un material perfectamente plástico con $n = 0$ y un material perfectamente elástico (frágil) con $n = 1$. En la figura 19 se muestran estos ejemplos gráficamente, donde un material perfectamente plástico no presenta endurecimiento por deformación, y se deforma de manera continua cuando el material alcanza su esfuerzo de fluencia del material [25].

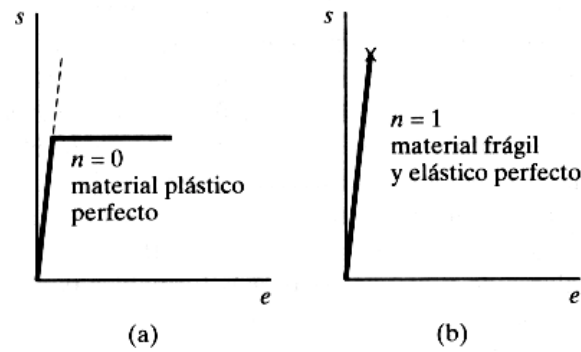


Figura 19. Curva esfuerzo-deformación de (a) un material plástico perfecto, (b) un material frágil y elástico perfecto [25].

Para poder conformar un material se deben tener valores de n entre 0.1 a 0.5. Esto nos lleva a la importancia del endurecimiento por deformación de un material, como ya se ha indicado este es el aumento de resistencia de los materiales cuando han sido deformados plásticamente. La deformación uniforme se produce solamente hasta la carga máxima. En este punto la curva P - ΔL se hace horizontal o en términos matemáticos, decimos que $dP = 0$, como se muestra en la figura 20.

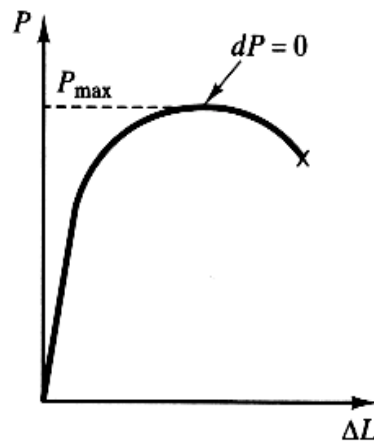


Figura 20. Curva carga-elongación mostrando $dP = 0$ a la carga máxima [25].

En este punto existe adelgazamiento que representa una falla y por lo cual se conoce como punto de inestabilidad, ahora en base a la definición de esfuerzo verdadero, en cualquier momento dado la carga es.

$$P = \sigma * A \quad (33).$$

Diferenciando e igualando a cero en el punto de estabilidad, tenemos que:

$$dP = \sigma dA + A d\sigma = 0 \quad (34).$$

$$\frac{d\sigma}{\sigma} = -\frac{dA}{A} = \frac{dL}{L} = d\varepsilon \quad (35).$$

Reordenando los términos tenemos:

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \sigma \quad (36).$$

y finalmente:
$$nK\varepsilon^{n-1} = K\varepsilon \quad (37).$$

De donde se obtiene que

$$n = \varepsilon_u \quad (38).$$

Por lo tanto esto prueba que el exponente de endurecimiento por deformación es igual a la deformación verdadera uniforme hasta la carga máxima en virtud de que en las operaciones de formado es deseable un esfuerzo verdadero uniforme más grande, se prefiere un material con valor de n más alto [25].

2.8 Cambios Propiciados en la Aleación Zn-Al Mediante la Prueba de Tensión.

Se han encontrado cambios microestructurales y de transformaciones de fase durante la aplicación de la prueba de tensión, en la aleación Zn-Al_{20.2}-Cu_{1.8},% peso donde la estructura laminar cambia parcialmente a una estructura esferoidal, en la parte de ruptura después del ensaye de tensión, mientras que en el resto de la probeta permanece estable. Por difracción de rayos X se han encontrado que ocurren dos transformaciones de fase, la fase metaestable η' y la transformación de cuatro fases $\alpha + \varepsilon \rightarrow \tau' + \eta$, por lo que se dice que una prueba de tensión induce tanto cambios microestructurales, así como transformaciones de fase [26]. Las transformaciones de fase y los cambios microestructurales también han sido reportados durante la prueba de termofluencia en la aleación Zn₇₆ Al₂₂ Cu₂ (% peso), donde se muestra la misma descomposición de la fase η' y la transformación de cuatro fases $\alpha + \varepsilon \rightarrow \tau' + \eta$, observando que la fractura fue iniciada en la estructura esferoidal, y propagada a través de los límites de la estructura laminar fina [27].

Se han examinado las propiedades del eutectoide Zn-22Al-2Cu después de ser laminado en frío y en caliente (240°C), observando si se mantiene alguna característica de superplasticidad. Y se ha determinado que a partir de una estructura de granos equiaxiales obtenida de ambas laminaciones, el material laminado en frío tiene un coeficiente de sensibilidad a la deformación igual a 0.3 y el material laminado en caliente de 0.15 no teniendo dependencia significativa de la velocidad de deformación, y lo que atribuyen en el primer caso a la incoherencia de los granos en el primer caso y a la coherencia de los mismos en el segundo caso [28].

III. DESARROLLO EXPERIMENTAL

El estudio del comportamiento plástico de la aleación Zn-22%Al-2%Cu, fue investigado mediante la aplicación de pruebas de tensión y caracterizado mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) y microscopía electrónica de transmisión (MET).

3.1. Material.

La aleación Zn-22%Al-2%Cu se preparó a partir de la fusión de los elementos puros. La composición química se muestra en la tabla 4.

Tabla 4. Composición química y nominal.

Elemento	Composición nominal	Composición química
Zn	76	75
Al	22	21
Cu	2	1.6
Fe	---	0.015

3.2. Preparación de Muestras.

Se prepararon dos tipos de muestras, las primeras fueron cortadas en rectángulos de 10mm de longitud por 5mm de ancho y 5mm de espesor, las cuales fueron empleadas para la caracterización y cuantificación de los microconstituyentes presentes. El segundo tipo de muestras fueron las preparadas para los ensayos de tensión. Cabe señalar que debido a la cantidad limitada de material disponible para la experimentación, se maquinaron probetas más pequeñas a las estándar. Se tuvo el cuidado de guardar la proporcionalidad y la geometría requerida por la norma oficial E-8 de la ASTM, teniendo como dimensiones las mostradas por la figura 21.

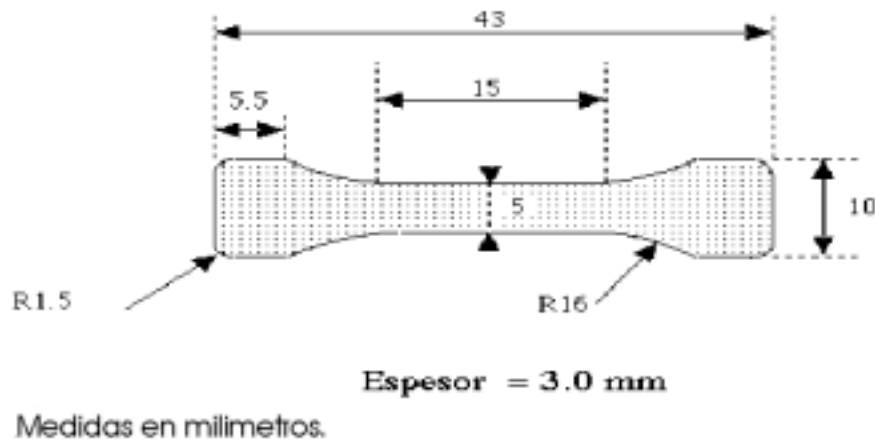


Figura 21. Dimensiones de la probeta de ensayo para tensión.

3.3. Tratamiento Térmico de Homogeneización.

Las muestras fueron térmicamente homogeneizadas a 350°C durante 7 días, con la finalidad de romper la estructura de colada proveniente de fusión.

3.4. Tratamiento de Enfriamiento Controlado.

El tratamiento de enfriamiento controlado se realizó elevando la temperatura de las muestras a 350°C durante aproximadamente una hora donde se obtiene la solubilización de la muestra a una sola fase (β). A partir de esta temperatura, las muestras fueron sometidas a la velocidad de enfriamiento controlado de 1.56 °C/s. Esta velocidad de enfriamiento fue determinada mediante el monitoreo de la temperatura del horno. La figura 22 muestra los resultados que fueron obtenidos de la medición de la temperatura con un termopar externo figura 22 a). La desviación estándar fue de 3.03 °C y la velocidad de enfriamiento fue de 1.56 °C/s. Los datos experimentales fueron ajustados polinomialmente. El termopar del horno figura 22 b), mostró una desviación estándar de 5.08 °C y la velocidad de enfriamiento obtenida fue de 1.87 °C/s.

Durante el enfriamiento, las muestras fueron templadas en distintas temperaturas: 240, 250, 260, 265, 270, 273, 275, 278, 280, 283, 285 y 290 °C. Con la finalidad de obtener y retener en distintas proporciones la microestructura laminar y de grano equiaxial, microestructuras características de la aleación.

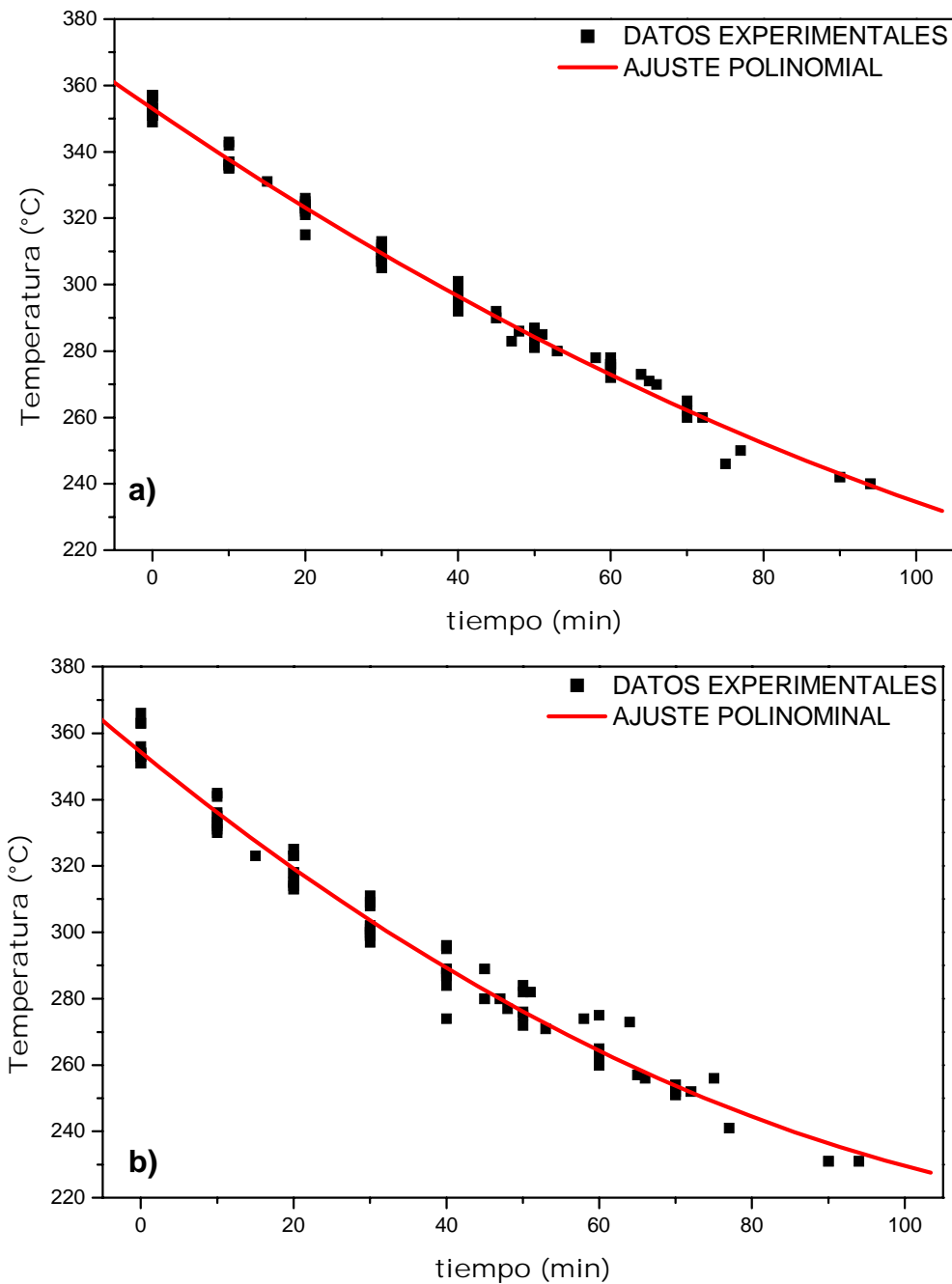


Figura 22. Gráfica de velocidad de enfriamiento tomada con a) termopar externo y b) termopar del horno.

3.5. Cuantificación de las Microestructuras Presentes.

Debido al régimen controlado de enfriamiento se obtuvieron muestras con mezclas tanto de la microestructura de equilibrio laminar como de grano equiaxial, a ciertas temperaturas de temple. Para determinar los porcentajes en los cuales cada una de estas microestructuras se encontraban presentes, se recurrió al programa SIGMA-SCAN-PRO. Este programa permite mediante la delimitación con distintos colores sobre una imagen digitalizada, cuantificar el área que cada una de éstas abarca, de acuerdo al total del área de la imagen. La delimitación manual de cada microconstituyente y el cálculo del área de las mismas se realizó dentro de un grupo de 8 micrografías tomadas a 1000X y 1500X seleccionadas al azar dentro de las muestras, que presentaron mezcla de ambas microestructuras.

3.6. Prueba Mecánica de Tensión Para la Determinación del Coeficiente de Sensibilidad a la Velocidad de Deformación (m).

Las muestras enfriadas en el intervalo entre 260°C a 350°C y templadas, fueron sometidas, a cuando menos dos ensayos de tensión, en una máquina de tensión SHIMADZU AUTOGRAPH AGS-G. El cual mediante la programación del software SHIMADZU CONTROL TESTING V 3.0, se pudieron obtener gráficas Carga-Elongación, en las que se estableció una dinámica en cuanto a la variación de la velocidad de deformación. Los valores de las velocidades de prueba fueron de 0.05, 0.1, 0.2, 0.4, 0.8, 1.6, 3.2, 6.4 y 12.8 mm/min. Estos cambios fueron de forma ascendente. Los cambios de la velocidad de deformación se realizaron según la muestra fue mostrando una estabilización en el valor máximo de carga para cada una de las velocidades. Esta dinámica en el ensayo de tensión fue necesaria, ya que a partir de los puntos de la carga máxima para cada velocidad de prueba, se tienen los datos necesarios para el cálculo del coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación. La estabilización dependió directamente de la microestructura presente en cada muestra. A partir de los datos

obtenidos, se calcularon, las velocidades reales de deformación y la deformación real, para los puntos de estabilización, y los cálculos del coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación (m), ya que al tomar cada pareja de puntos y graficarlos de manera logarítmica, y al unir cada uno de los puntos, se obtuvieron líneas cuya pendiente representa el valor de el coeficiente de sensibilidad a la deformación.

3.7. Prueba del Coeficiente de Sensibilidad a la Deformación Mediante la Prueba de Tensión.

Las muestras que mostraron valores de coeficiente de sensibilidad a la deformación mayor a $m = 0.3$, y cuyo control sobre los microconstituyentes presentes al presentar estos valores de m fue el adecuado, fueron sometidas a una ensaye de tensión, en el cual se mantuvo el valor de la velocidad constante, con la finalidad de ver el comportamiento plástico de la muestra, este comportamiento se vio reflejado en una gráfica Carga-Elongación.

3.8. Preparación Metalográfica.

La preparación metalográfica se realizó antes y después del tratamiento de enfriamiento controlado y de las pruebas de tensión. Esto consistió en desbastar las muestras con lijas de carburo de silicio de los siguientes grados 150, 220, 400, 600, 1000, 2000. Posteriormente, las muestras fueron pulidas con alúmina de $0.3\mu\text{m}$, $0.05\mu\text{m}$, y finalmente con MgO hasta obtener un acabado espejo. La finalidad de esta etapa fue, revelar la microestructura de las muestras y remover cualquier residuo ajeno a la muestra que se hubiese podido agregar a la misma durante el corte y su estancia en el horno, lo cual afectaría su análisis.

3.9. Caracterización por Microscopía Electrónica de Barrido

Para la caracterización mediante MEB se utilizó un microscopio electrónico JEOL-6300 con una distancia de trabajo de 15 mm, voltaje de 20 kV y con señal de electrones retrodispersados, para obtener un contraste composicional de las fases presentes. Dicho contraste se obtiene a partir de las muestras pulidas a espejo debido a que el Zn y el Al tienen pesos atómicos diferentes: $PA_{Zn} = 65.38$ g/gmol y $PA_{Al} = 26.98$ g/gmol. Por lo tanto, no es necesario un ataque químico de las muestras, como comúnmente se realiza para observar la microestructura de una aleación. Mediante esta caracterización se observaron los cambios microestructurales provocados en las muestras durante el régimen de enfriamiento controlado y el temple de las mismas a diferentes temperaturas, con lo cual se obtuvo la evidencia fotográfica para la cuantificación de los microconstituyentes. Por otra parte, las muestras que fueron sometidas a tensión, también se analizaron mediante esta técnica, las áreas mostradas en la figura 23 fueron las de principal interés durante el análisis, el área de la fractura que se encuentra de forma paralela al eje de carga y el área superficial puliendo una de las caras del espécimen.

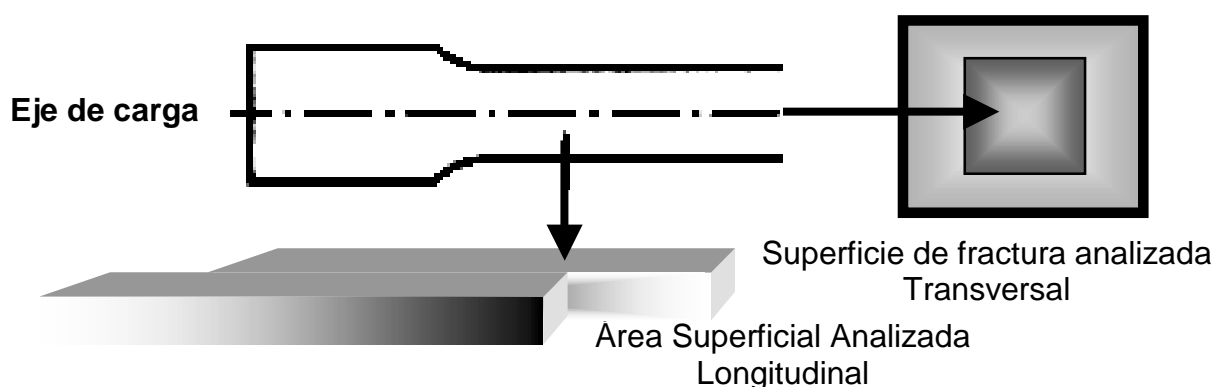


Figura 23. Superficies de análisis para MEB de la probeta de tensión.

3.10. Caracterización por Microscopía Electrónica de Transmisión.

Las observaciones por MET se realizaron en un microscopio JEOL-2000-FXII equipado con un espectrómetro de energía dispersa (EDS) para realizar microanálisis de los elementos presentes en cada fase. La caracterización por MET se realizó con un voltaje de 200kV. Se emplearon las técnicas convencionales de campo claro, campo oscuro y difracción de área selecta. Las muestras empleadas para su caracterización por MET se prepararon a partir de placas de tamaños de 1 cm x 1 cm x 0.2 cm. Dichas placas se desbastaron gradualmente con lijas de SiC de grados 600, 1000, 1500 y 2000 hasta obtener un espesor de 300 μm . Posteriormente, se cortaron discos de 3 mm de diámetro con una cortadora de electroerosión y desbastadas hasta obtener un espesor aproximado de 150 μm . Subsecuentemente, las muestras fueron pulidas electrolíticamente mediante un aparato FISHIONE de dos jets, con 80 V y 90 mA, hasta obtener una perforación en el centro de la muestra. La figura 24 muestra esquemáticamente la forma de las muestras posterior a su perforación. El electrolito empleado en el pulido electroquímico fue de 10% de HClO_4 y 20% de Glicerina en alcohol metílico enfriado a una temperatura de -50°C en un baño María con CO_2 sólido. Debido a que esta etapa de preparación es la más importante para su posterior caracterización por MET, se deben tener cuidados extremos empleando reactivos químicamente puros.

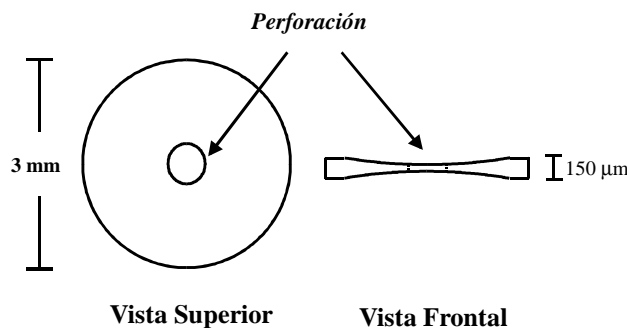


Figura 24. Representación esquemática de la forma de las muestras para MET.

IV RESULTADOS

4.1. Evolución Microestructural de los Enfriamientos Continuos.

En las figuras 25, 26 y 27 se muestran las micrografía obtenidas por microscopía electrónica de barrido de la aleación Zn-22%Al-2%Cu, empleando electrones retrodispersados para obtener un contraste composicional, de las muestras sometidas a la velocidad de enfriamiento de $1.56^{\circ}\text{C}/\text{min}$. La figura 25 muestra la microestructura obtenida en las muestras templadas desde 290, 285 y 283°C . La microestructura consiste de una matriz de granos equiaxiales de las fases α y η que rodean a la fase ϵ CuZn_4 (zonas blancas).

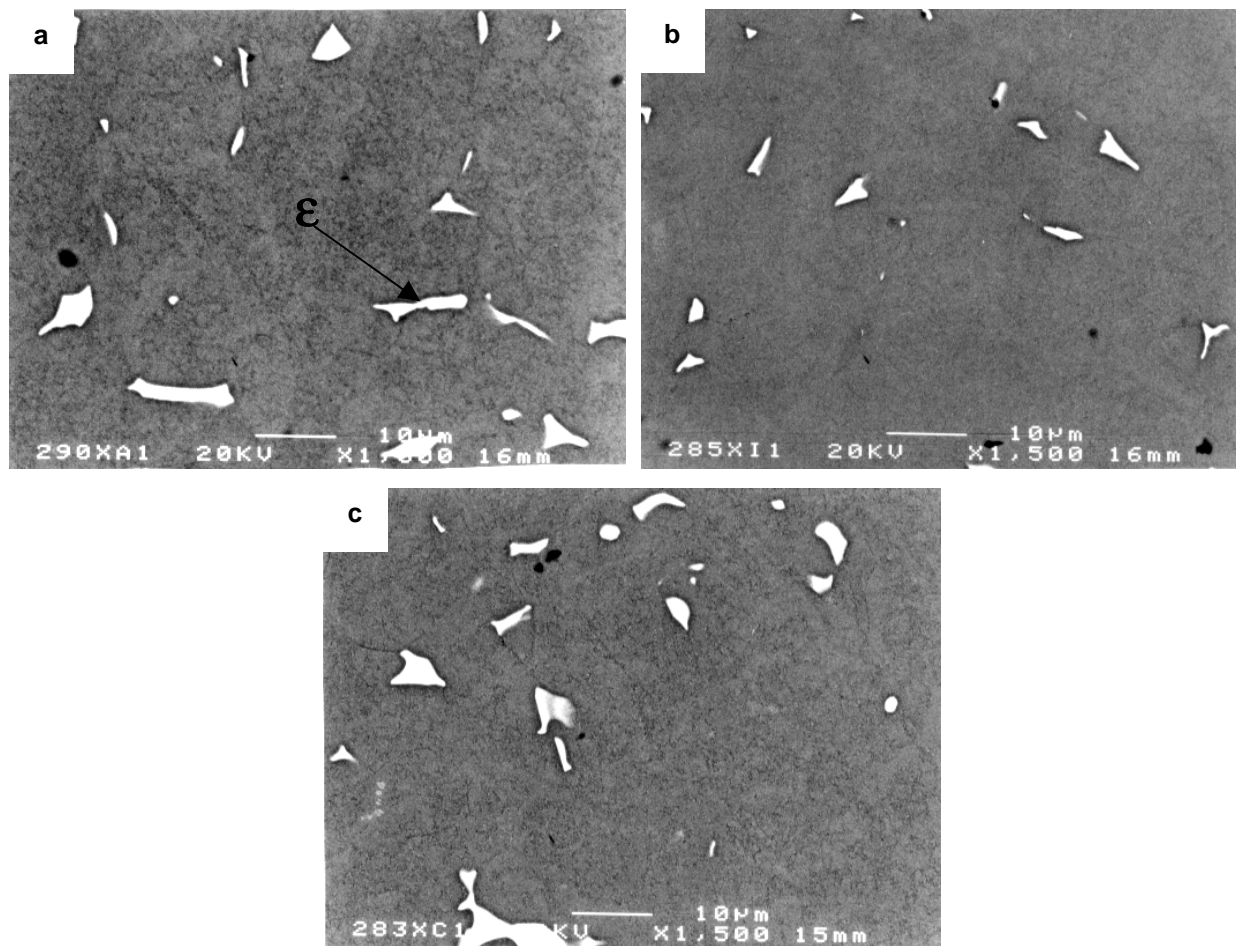


Figura 25. Micrografías de MEB de la aleación Zn-22%Al-2%Cu enfriadas a una velocidad de $1.56^{\circ}\text{C}/\text{min}$, temperaturas de temple: a) 290, b) 285 y c) 283°C .

La figura 26 muestra la microestructura de la aleación Zn-22%Al-2%Cu, templada desde 280, 278, 275 y 273 °C. Se puede observar la precipitación eutectoide, por la presencia de laminillas alternadas de las fases η y α . Esta precipitación aumenta conforme se disminuye la temperatura de temple. De acuerdo a la bibliografía y al diagrama de fases, la temperatura de transformación eutectoide ocurre a 275°C para el diagrama binario [3], mientras que para el diagrama ternario se ha reportado que ocurre a 276 y a 278°C [20]. Es decir, los resultados concuerdan con la bibliografía, teniendo el inicio de la transformación eutectoide en un intervalo de 280 a 275°C. La microestructura laminar de la figura 26 es señalado con “L”, mientras que la estructura laminar gruesa con “PD” debido a que proviene de una precipitación discontinua de $\eta' \rightarrow \eta + \alpha$. El resto de la microestructura corresponde a granos equiaxiales de las mismas fases α y η . Estas microestructuras aparecen rodeando a la fase ε CuZn₄.

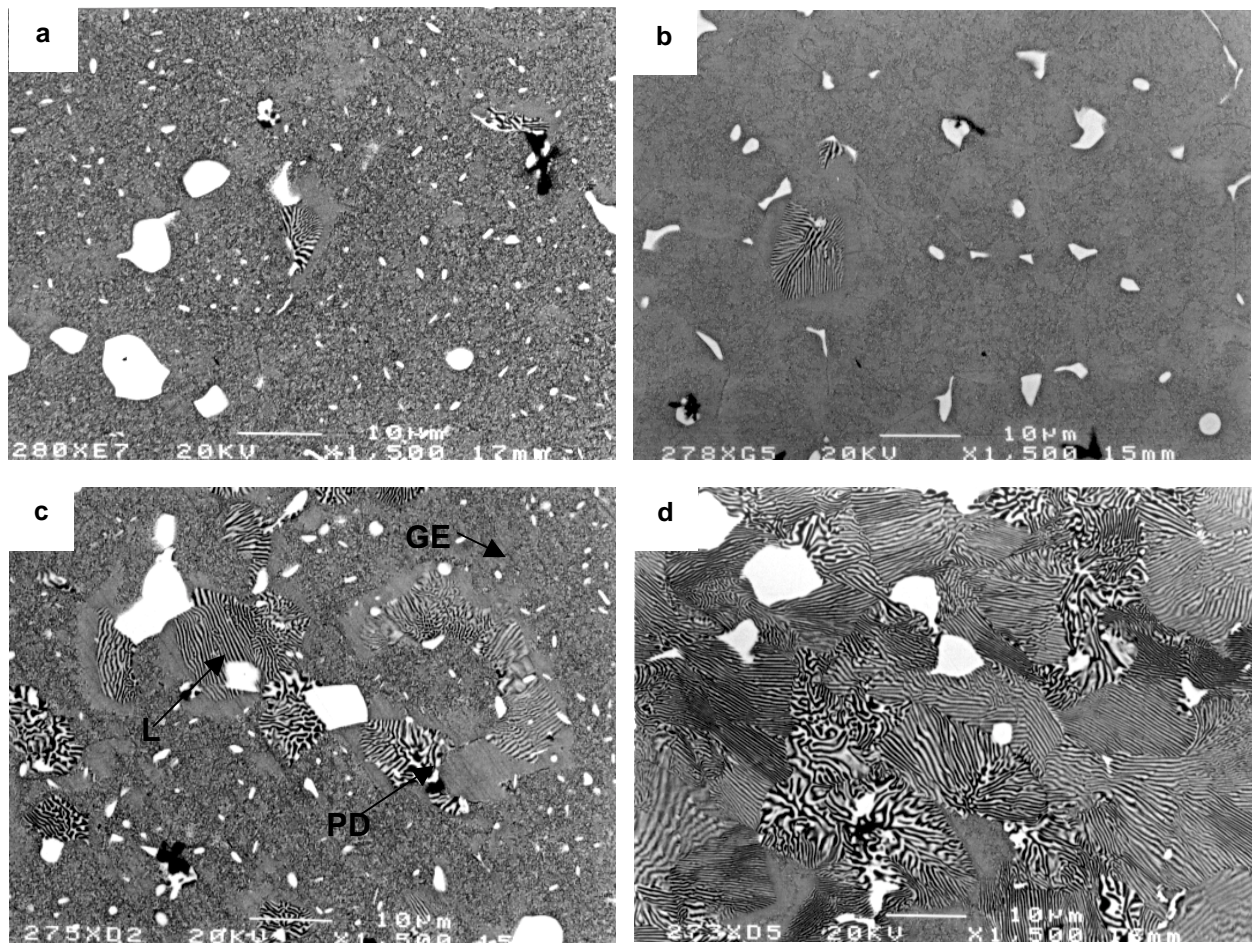


Figura 26. Micrografías de MEB de la aleación Zn-22%Al-2%Cu enfriadas a una velocidad de 1.56°C/min, temperaturas de temple: a) 280, b) 278, c) 275 y d) 273°C.

La figura 27 ilustran la microestructura de las muestras templadas a 270, 260, 250 y 240 °C. En donde se aprecia la formación exclusivamente de la microestructura laminar fina y gruesa, las cuales corresponden la microestructura eutectoide y a la precipitación discontinua que rodean a la fase metaestable ϵ CuZn_4 .

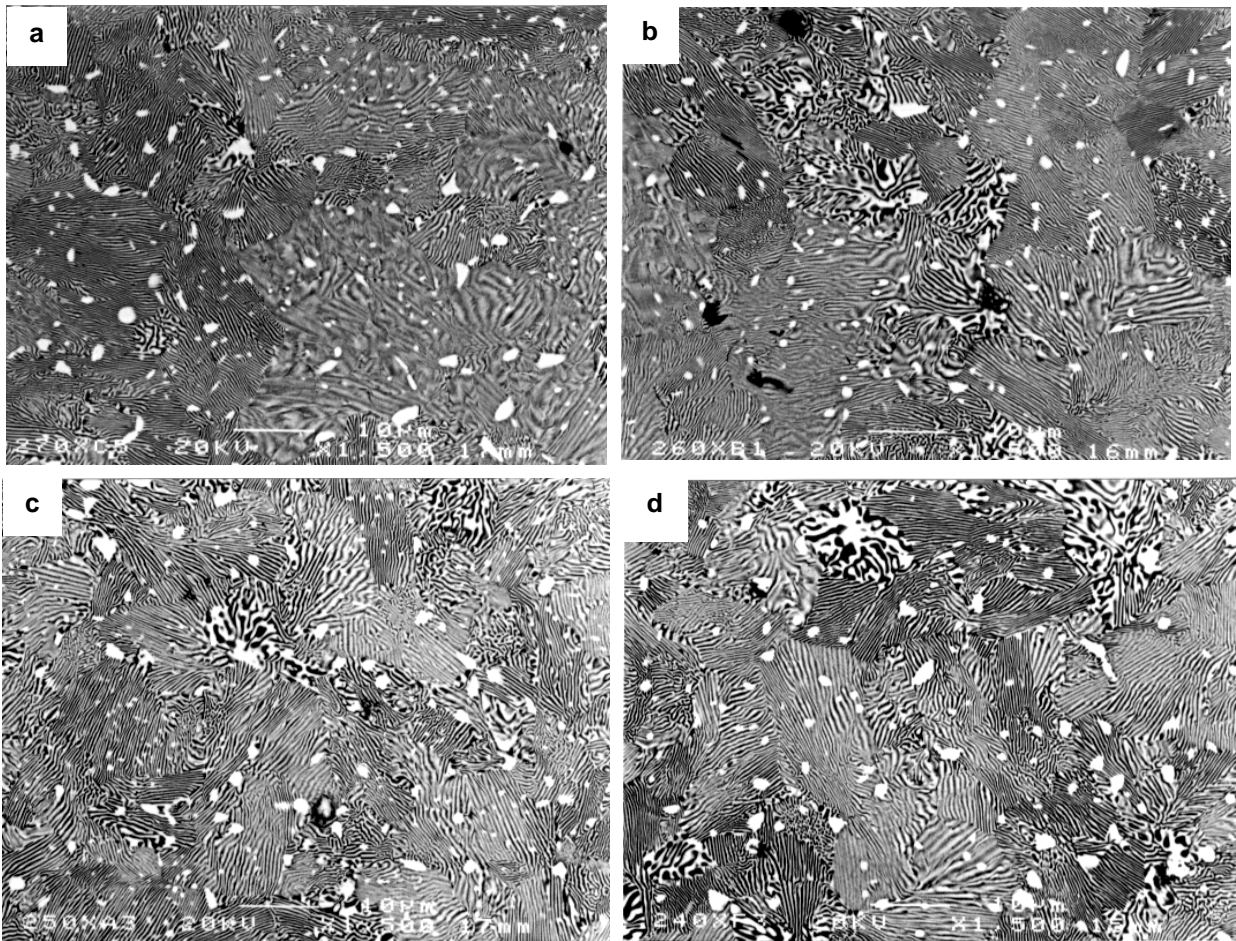


Figura 27. Micrografías de MEB de la aleación Zn-22%Al-2%Cu enfriadas a una velocidad de 1.56°C/min., temperaturas de temple: a) 270, b) 260, c) 250 y d) 240°C.

Mediante las micrografías anteriores se establece que existe un rango de temperaturas, figura 28, en donde al templar una muestra, se pueden obtener la microestructura de equilibrio eutectoide junto con la precipitación discontinua al 100%, o la microestructura de grano equiaxial en su totalidad, o una mezcla de estos microconstituyentes. Esto depende directamente de la temperatura de templado. Adicionalmente se puede observar que la figura 28 concuerda con lo predicho en el diagrama de fases [20].

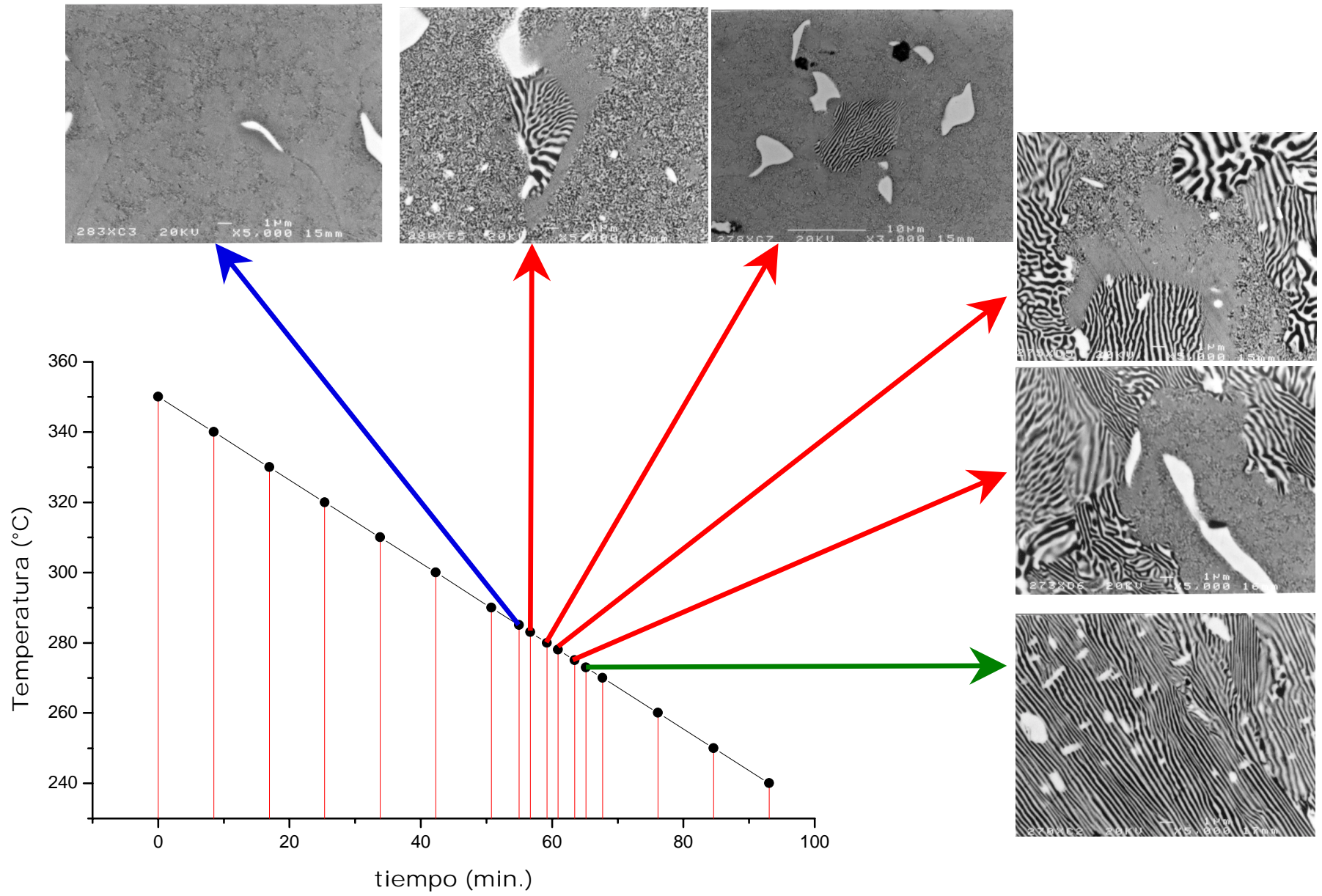


Figura 28 Diagrama de mezcla de microconstituyentes de acuerdo a la temperatura de templado.

4.2. Microscopia Electrónica de Transmisión.

En las figuras 29, 30, 31, 32, 33 y 34 se muestran las micrografía obtenidas por Microscopía Electrónica de Transmisión de la aleación Zn-22%Al-2%Cu. En donde podemos observar la coexistencia de tanto la microestructura laminar de equilibrio, como la de grano equiaxial, así como cada uno de estos microconstituyentes por separado. El análisis por microscopía electrónica de transmisión se llevó a cabo primeramente sobre las muestras templadas, debido a que la fase β transforma a temperatura ambiente. Por lo tanto, se preparó una muestra para MET inmediatamente después del temple. En la figura 29 a) se puede observar una micrografía en campo claro, la cual muestra que solamente la fase β esta presente en la muestra templada. La caracterización de la estructura se realizó mediante patrones de difracción figura 29 b), obteniendo que la fase β , posee una estructura cúbica centrada en las caras (FCC).

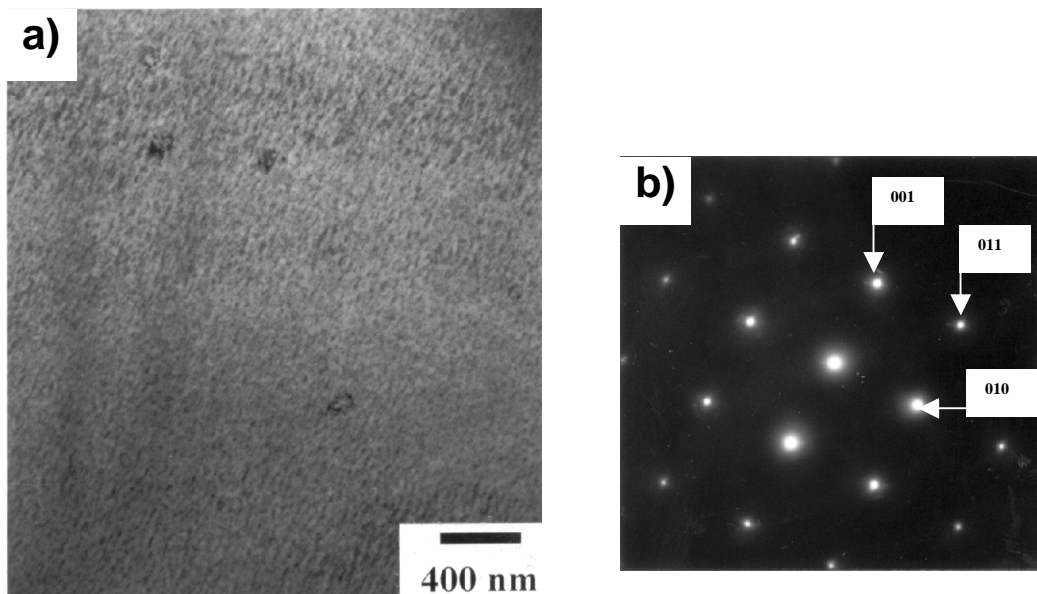


Figura 29. Micrografías de MET de la muestra templada: a) campo claro y b) patrón de difracción de electrones por área selecta, B=001.

La figura 30 muestra la formación de granos nanométricos de las fases η y α de la muestra templada y envejecida dentro del MET. El campo claro de la figura 30 a) muestra el tamaño nanométrico y la incoherencia de los mismos durante su aparición, el tamaño de los granos se confirma mediante el patrón de difracción de anillos figura 30 b), el cual es característico de granos extremadamente finos. La figura 30 c) muestra una micrografía en campo claro de la muestra después de un periodo de tiempo. Se puede apreciar el crecimiento de los granos equiaxiales de las fases α y η , y la de coherencia entre los mismos, alcanzando el orden de micras.

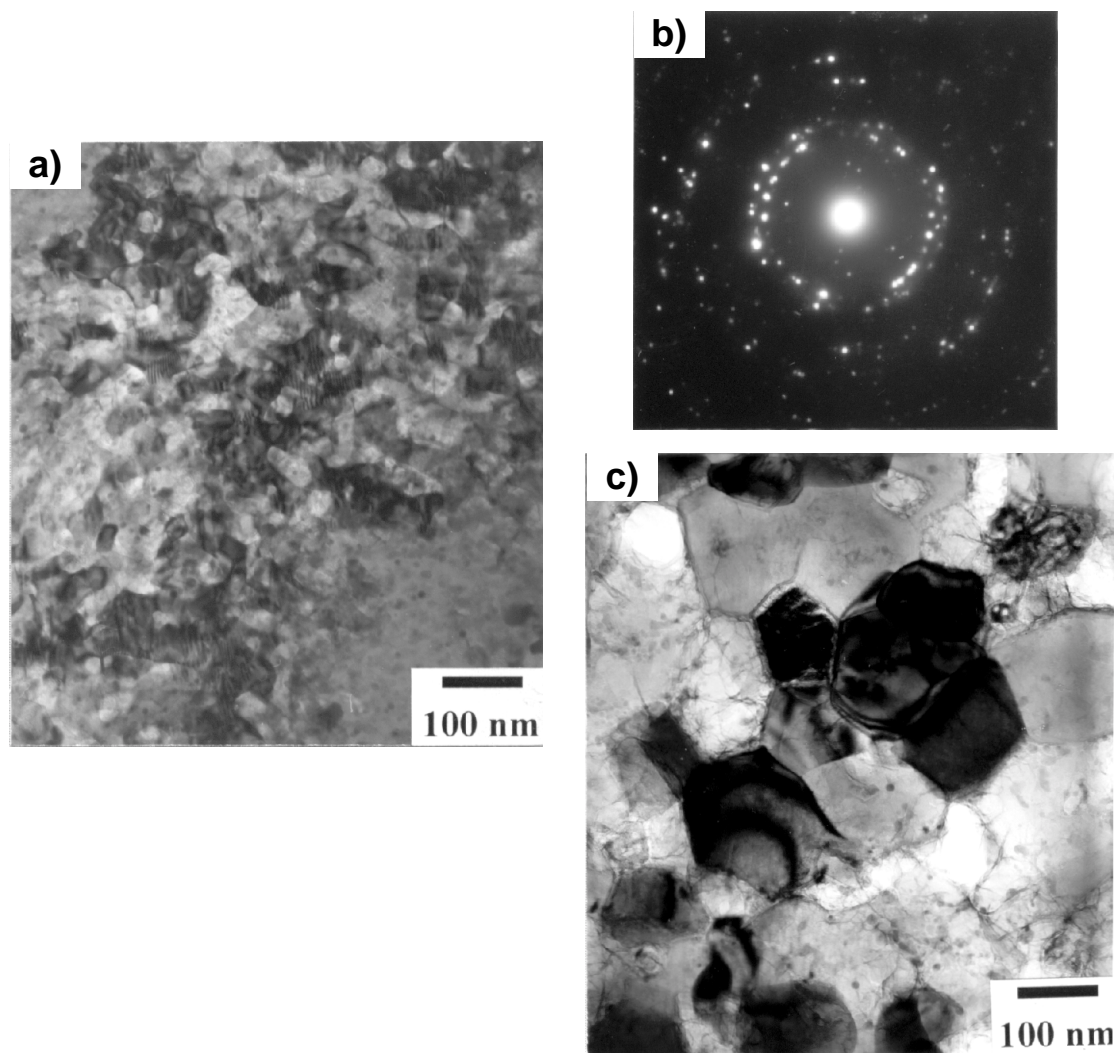


Figura 30. Micrografías de MET de la muestra templada: a) formación de granos nanométricos, b) patrón de difracción y c) crecimiento de grano.

La figura 31 a) muestra la formación de la microestructura de equilibrio consistente del eutéctico de las fases η y α , que forma laminillas de forma alternada, de una muestra templada por debajo de la temperatura de transformación. En la figura 31 b), se observa la microestructura de grano equiaxial de una muestra templada, por arriba de la temperatura de transformación.

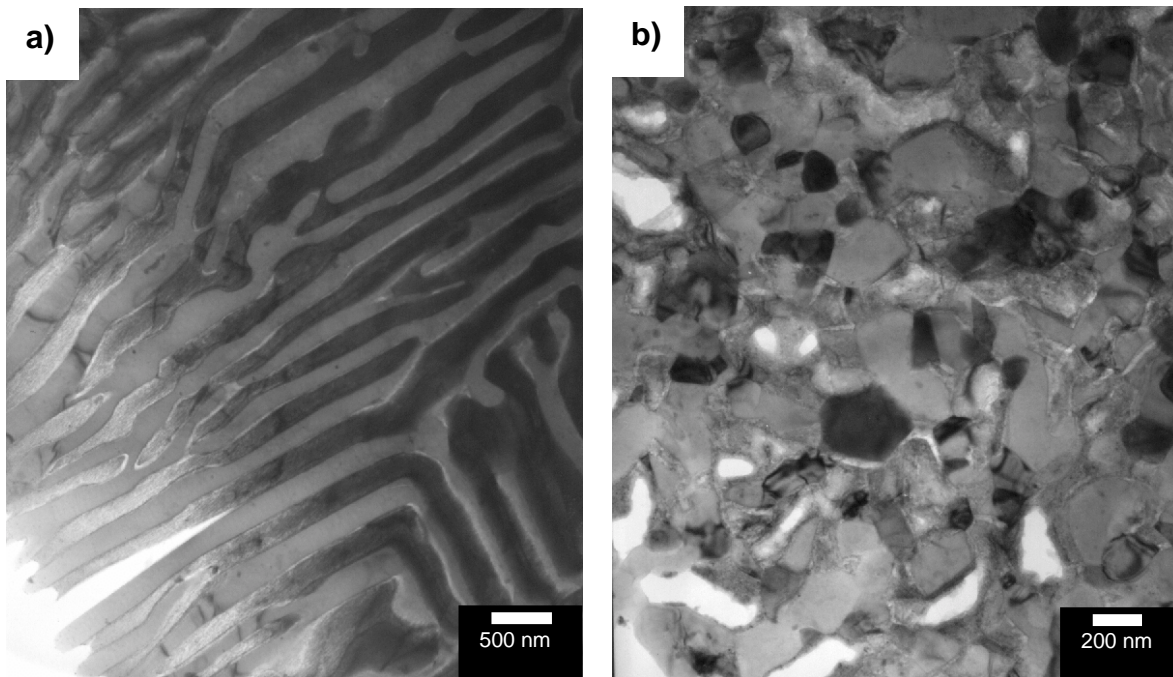


Figura 31. Micrografías de MET campo claro de a) la formación del eutéctico o microestructura de equilibrio de la muestra templada a 260°C y b) la microestructura de grano equiaxial templada a 290°C.

La figura 32 muestra micrografías de campo claro de un espécimen de la aleación Zn-22%Al-2%Cu enfriadas desde 350°C a una velocidad de 1.56°C/min. y templada a 275°C. Donde se observa y confirman los resultados obtenidos vía Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), los cuales predicen la coexistencia de la microestructura laminar de equilibrio y la de granos equiaxial, de las fases η y α , en la figura 32 a), b), c) y d) se observan en distintas zonas dicha coexistencia.

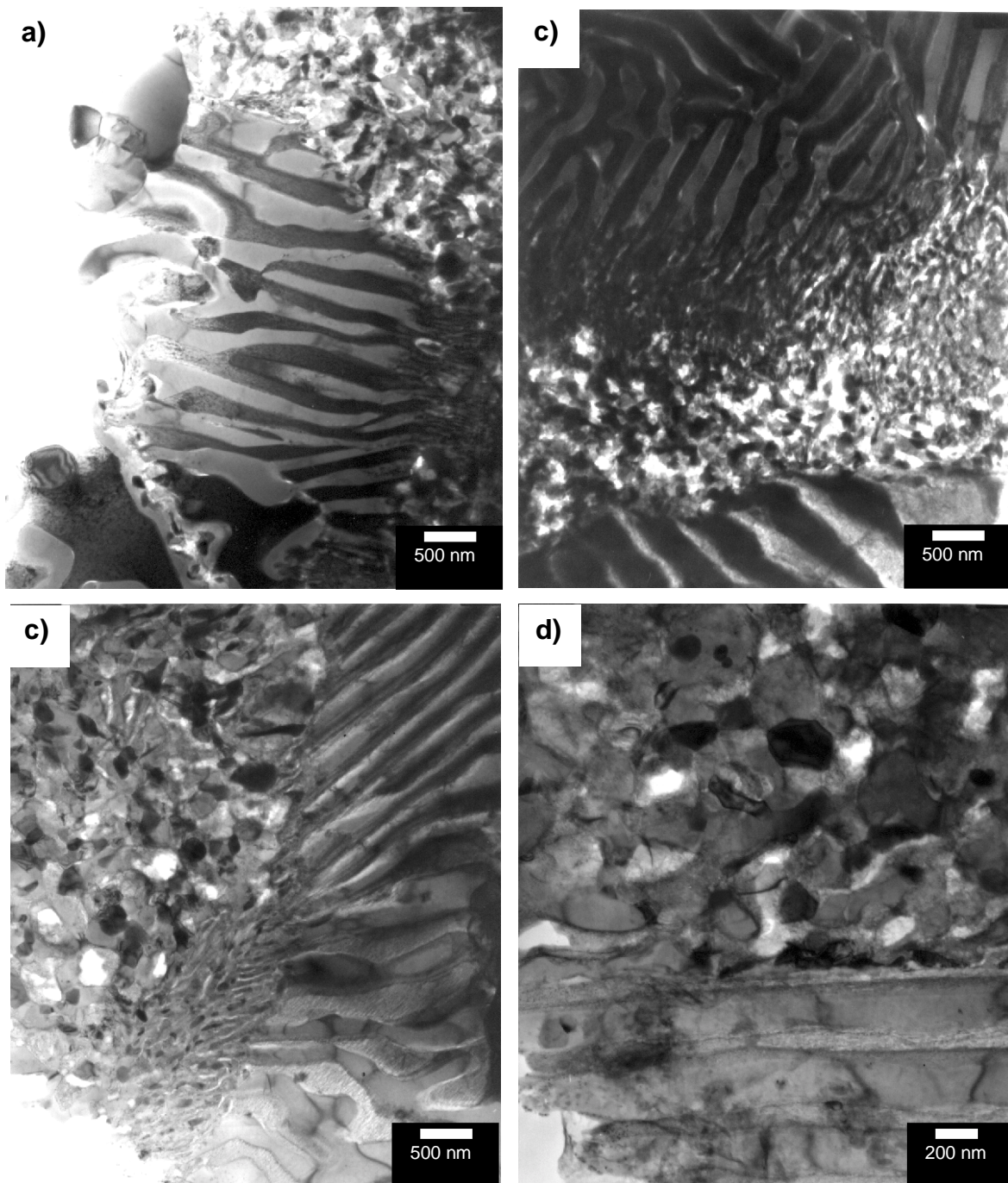


Figura 32. Micrografías de MET a), b), c), y d) de la formación de tanto la microestructura laminar de equilibrio como de la de granos nanométricos de la muestra templada a 275°C.

La figura 33 a) muestra una micrografía de MET en campo claro del intermetálico, metaestable CuZn_4 , lo cual confirma la aparición característica del mismo, para nuestra aleación Zn-22\%Al-2\%Cu . Dicha fase aparece rodeada por la microestructura de grano equiaxial. Por otro lado, se muestra en la figura 33 b) el patrón de difracción, del intermetálico, el cual confirma la estructura del mismo.

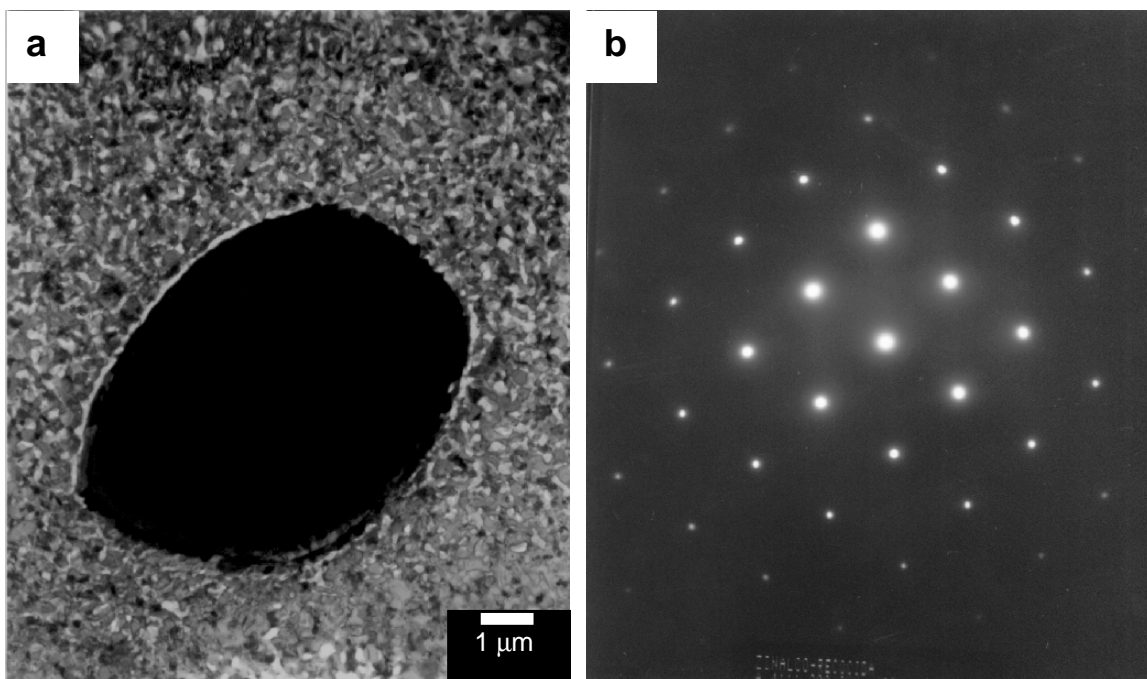


Figura 33. a) micrografía de MET, en campo claro del intermetálico, metaestable CuZn_4 dentro de una matriz de grano equiaxial, b) patrón de difracción del intermetálico CuZn_4 .

4.3. Determinación de las Fases Presentes en las Micrografías Obtenidas del Temple a Distintas Temperaturas de la Aleación Zn-22%Al-2%Cu.

Utilizando fotomicrografías digitalizadas de la Microscopia Electrónica de Barrido y el software SIGMA SCAN PRO, se obtuvieron los porcentajes de microconstituyentes de las muestras templadas a diferentes temperaturas. La tabla 5 muestra el porcentaje de la microestructura laminar y de grano equiaxial. Se cuantificó en su conjunto a la microestructura laminar fina de equilibrio junto con la precipitación discontinua de la aleación, y por otra parte la de grano equiaxial.

Tabla 5. Variación de los porcentajes de microestructura de las muestras templadas desde 280, 278, 275 y 273 °C..

Temperatura	%laminar fina y gruesa	% grano equiaxial
283°C	0	100
280°C	4.44	95.56
278°C	4.65	95.35
275°C	44.84	55.16
273°C	85.67	14.33
270°C	100	0

Se puede observar que la microestructura laminar de equilibrio se presenta gradualmente en el intervalo de temperaturas de 283 a 270°C.

4.4. Ensayo de Tensión.

4.4.1. Probetas de Tensión.

La figura 34 muestra las probetas que fueron ensayadas en tensión, sometidas con anterioridad a las temperaturas de temple de: 350°C, 290 °C, 275°C, 273°C y 260°C. Estas muestras fueron sometidas a tensión debido a la representatividad de las cantidades de microconstituyentes, tanto de equilibrio o laminar y la de grano equiaxial presente durante los ensayos. De estas muestras se obtuvieron las curvas Carga-Elongación de donde fueron obtenidos los valores necesarios para el posterior cálculo de la sensibilidad a la velocidad de deformación. En el caso de la muestra templada a 350°C, fue ensayada a una velocidad constante, hasta su fractura después de haber obtenido su coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación.

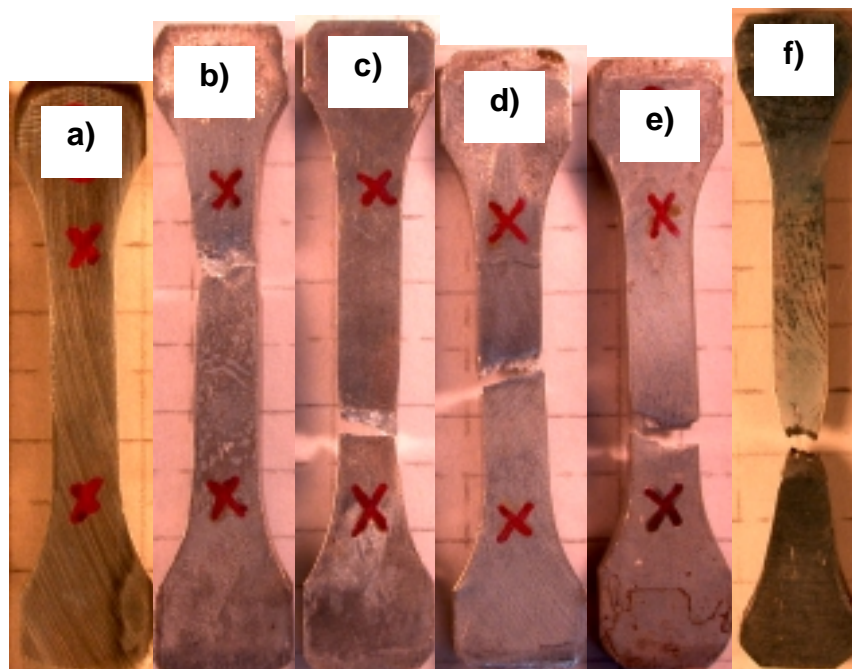


Figura 34 a) Probeta de tensión modelo, probetas templadas a b) 290 °C, c) 275°C, d) 273°C y e) 260 °C y sometidas a la dinámica de tensión y f) Probeta templada a 350 °C ensayada a una velocidad de 0.1 mm/min.

4.4.2. Curvas Carga-Elongación.

La figura 35 muestra las gráficas Carga-Elongación para las muestras templadas desde: a) 350°C, b) 290°C, c) 275°C, d) 273°C y e) 260°C. Como se puede observar, se incluyó de manera adicional la probeta que fue templada desde 350°C, con el objeto de ver si el sobreenfriamiento tiene efecto sobre la ductilidad del material. Partiendo del hecho de que tanto a 290°C como a 350°C se tiene 100% de microestructura de grano equiaxial al final de la deformación. La tabla 6 muestra los valores máximos de carga y elongación alcanzados, durante la dinámica de la prueba de tensión, para las muestras templadas desde: 350°C, 290°C, 275°C, 273°C y 260°C.

Tabla 6. Valores de Carga- Elongación, alcanzados durante el ensaye de tensión para las muestras templadas a: 350°C, 290°C, 275°C, 273°C y 260°C.

Temperatura de Temple °C. Velocidad de Deformación mm/min.	350		290		275		273		260	
	Carga (KN)	Elongación (mm.)	Carga (KN)	Elongación (mm.)	Carga (KN)	Elongación (mm.)	Carga (KN)	Elongación (mm.)	Carga (KN)	Elongación (mm.)
0.05	2.9	2.9	3.4	2.8	4.4	3.1	6.8	6.1	4.8	1.7
0.1	3.4	3.7	4.0	4.7	5.3	4.1	6.9	6.3	4.6	1.8
0.2	3.7	5.0	4.3	5.5	6.0	5.2	7.0	6.4	4.5	1.9
0.4	4.0	5.8	4.4	5.6	6.5	6.1	7.1	6.5	4.5	2.0
0.8	4.2	6.1	4.4	5.8	6.8	6.8				
1.6	4.3	6.3	4.4	5.9	7.0	7.3				
3.2					7.1	7.5				
6.4					7.2	7.9				

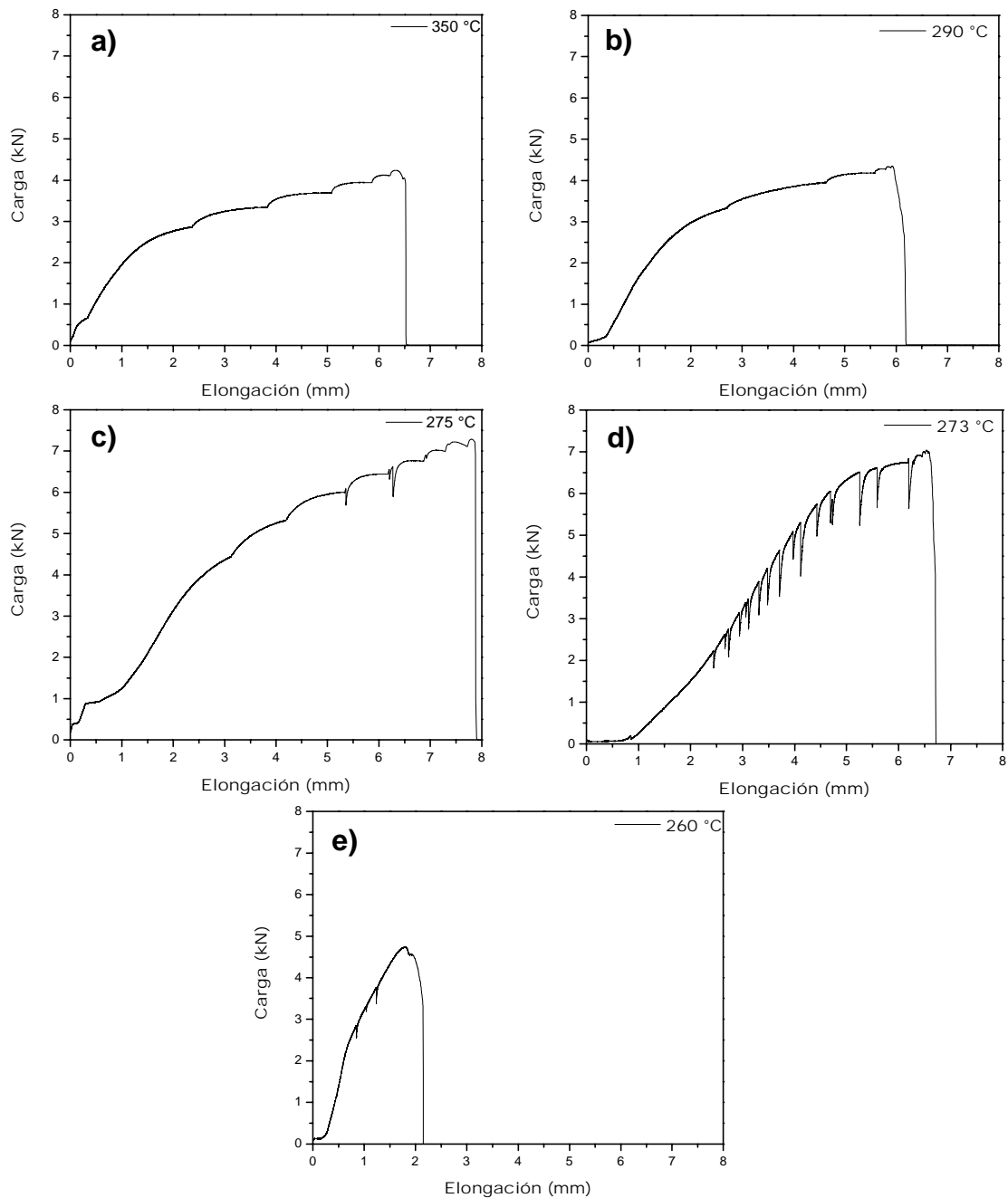


Figura 35 Curvas carga-elongación para las muestras ensayadas en tensión a diferentes velocidades de deformación 0.05, 0.1, 0.2, 0.4, 0.8, 1.6, 3.2, 6.4 y 12.8 mm/min. y templadas a diferentes temperaturas a) 350°C, b) 290°C, c) 275°C, d) 273°C, y e) 260°C.

4.4.3. Porcentajes de Alargamiento.

El porcentaje de alargamiento con respecto a la sección ensayada de 15 mm de la probeta de tensión se muestra en la tabla 7. En donde se observa que las muestras templadas a 275°C y 273°C se consiguen los mayores porcentajes de alargamiento, lo que es atribuido a la mezcla de microestructuras. Sin embargo, las gráficas Carga-Elongación y los datos que se obtienen de ella no muestra la sensibilidad a la deformación plástica de las microestructuras y de las fases η y α tanto en estado laminar como de grano equiaxial de forma directa. Para la temperatura de 260°C, es donde se tiene la menor cantidad de alargamiento ya que como se observó con anterioridad se llega rápidamente al punto de cedencia. Por otro lado, las probetas templadas a 350°C y 290°C, muestran alargamientos moderados, siendo a estas temperaturas donde se presentan las mejores condiciones de ductilidad después de realizar el estudio de sensibilidad a la deformación.

Tabla 7. Porcentajes de alargamiento de las probetas sometidas a tensión de las muestras templadas a 350, 290, 275, 273 y 260°C.

Temperatura (°C)	Alargamiento (mm)	Alargamiento %
350	6.311	42.07
290	5.912	39.41
275	7.8	52
273	6.538	43.58
260	1.944	12.96

4.4.4. Gráficas del Coeficiente de Sensibilidad a la Velocidad de Deformación.

En la figura 36 se muestran graficados de forma logarítmica los valores de los puntos máximos de carga para cada velocidad de deformación, tabla 6, después de ser transformados a valores de esfuerzo de flujo real y velocidad real. Al unir por una línea recta cada uno de los puntos se obtiene una pendiente, cuya magnitud representa el coeficiente de sensibilidad a la deformación m . Para las figuras 36 a), b), c) y d), se observa que las pendientes son de valor positivo, y la tendencia de los puntos junto con los de las pendientes indican la capacidad positiva ante la deformación plástica. Los valores más adecuados para el flujo plástico se presentaron en las velocidades más pequeñas, disminuyendo esta capacidad conforme esta aumenta.

Los valores de m más elevados, fueron de 4.7, 4.0, y 3.7 los cuales se presentaron en las muestras templadas a 290°C, 350°C, y 275°C, respectivamente, a la velocidad de deformación más baja, lo que nos indica que aún a temperatura ambiente el material presenta índices de sensibilidad similares, que aparecen durante la deformación de un material superplástico.

En el caso de la figura 36 e), donde se tiene microestructura 100% laminar se observan pendientes incluso negativas, lo cual nos indican que el material en estas condiciones y a estas velocidades de deformación no presenta una buena plasticidad.

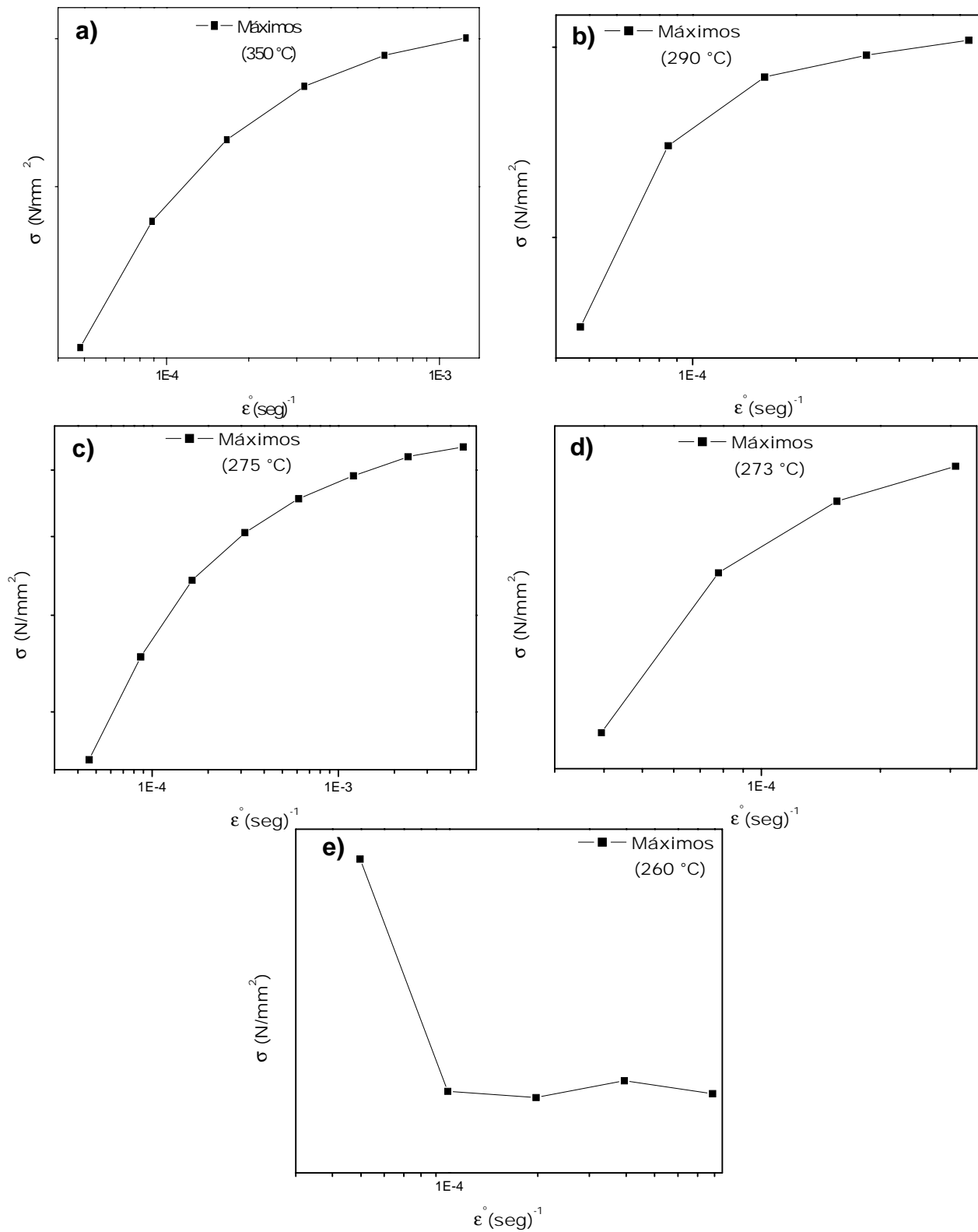


Figura 36 Graficas para el cálculo del coeficiente de sensibilidad a la deformación a distintas velocidades en muestras templadas a diferentes temperaturas a) 350°C, b) 290°C, c) 275°C, d) 273°C, y e) 260°C.

4.4.5. Coeficiente de Sensibilidad a la Velocidad de Deformación.

Los coeficientes de sensibilidad fueron calculados a partir de los valores de carga, elongación y velocidad de deformación, transformados a valores de esfuerzo de fluencia del material real, y velocidad de deformación real para cada una de las muestras templadas a las temperaturas de interés. Como se puede observar el valor mas alto de sensibilidad y por lo tanto las mejores condiciones para el deformado plástico del material se presenta a la temperatura de 290°C, a la velocidad de 0.1 mm/min. Esto puede ser causado principalmente a la temperatura de temple es más cerca a la línea de transformación de fases, y provoca que aparezcan mas rápidamente los granos de tamaño nanométrico. Estos, como sabemos, son un requisito para activar los mecanismos que permiten deformar superplásticamente a un material. Para el caso de las muestras templadas a 350 y 275°C, se presentan igualmente coeficientes altos de sensibilidad. Estos indican una condición adecuada para el flujo plástico. En la tabla 8 se muestran los valores del coeficiente de sensibilidad a la deformación plástica para temperaturas de 260, 273, 275, 290 y 350°C a diferentes velocidades de deformación.

Tabla 8 Valores del coeficiente de sensibilidad a la deformación plástica para temperaturas de 260, 273, 275, 290 y 350°C a diferentes velocidades de deformación.

Temperatura de temple (°C)	Esfuerzo (N/mm ²)	Velocidad de deformación $\dot{\epsilon}$ (Seg. ⁻¹)	Coeficiente de sensibilidad (m)
260	353.672933	4.95855E-05	
260	343.5	9.87654E-05	-0.042356086
260	343.237467	0.00019725	-0.001105324
260	343.958667	0.000394104	0.003032565
260	343.3984	0.000786906	-0.002357515
273	635.07	3.93657E-05	
273	658.107378	7.78889E-05	0.052217946
273	668.671111	0.000155089	0.023121562
273	673.900089	0.00030953	0.011271939
275	358.128711	4.59694E-05	
275	454.376333	8.68101E-05	0.374415371
275	542.373333	0.000163889	0.278581427
275	605.5764	0.000314852	0.168822024
275	655.028978	0.000611565	0.118235336
275	690.768	0.001204456	0.078382192
275	721.8652	0.002367529	0.065157131
275	738.213333	0.004678363	0.032879744
290	0.165627426	4.70757E-05	
290	0.269008807	8.49041E-05	0.464802564
290	0.316463874	0.000161938	0.161146051
290	0.32589266	0.000320837	0.048368670
290	0.332272956	0.000637592	0.032912378
350	219.393778	4.82812E-05	
350	280.506667	8.84643E-05	0.405790814
350	328.6888	0.000166317	0.251091511
350	364.643333	0.000319744	0.158819766
350	387.436	0.000628634	0.089687017
350	400.6468	0.00125131	0.048706761

4.4.6. Fracturas Obtenidas del Ensaye de Tensión.

La figura 37 muestra las superficies de fractura a de las muestras templadas a: a) 350, b) 290, c) 275, d) 273 y e) 260°C y sometidas al ensaye de tensión a temperatura ambiente. Aquí se puede observar que se trata de una fractura totalmente del tipo dúctil para los especímenes a), y b). En el caso de los especímenes c), y d). Se aprecia una superficie de fractura donde existe la mezcla, de tipos de fractura dúctil frágil, de esto se deduce, que entre mas se tenga presente a la estructura de equilibrio laminar se tendrá mayor cantidad de fractura frágil. En la última muestra e), la superficie de fractura muestra un comportamiento totalmente frágil. Estas observaciones concuerdan totalmente, con los datos obtenidos de las pruebas de tensión y del cálculo de sensibilidades.

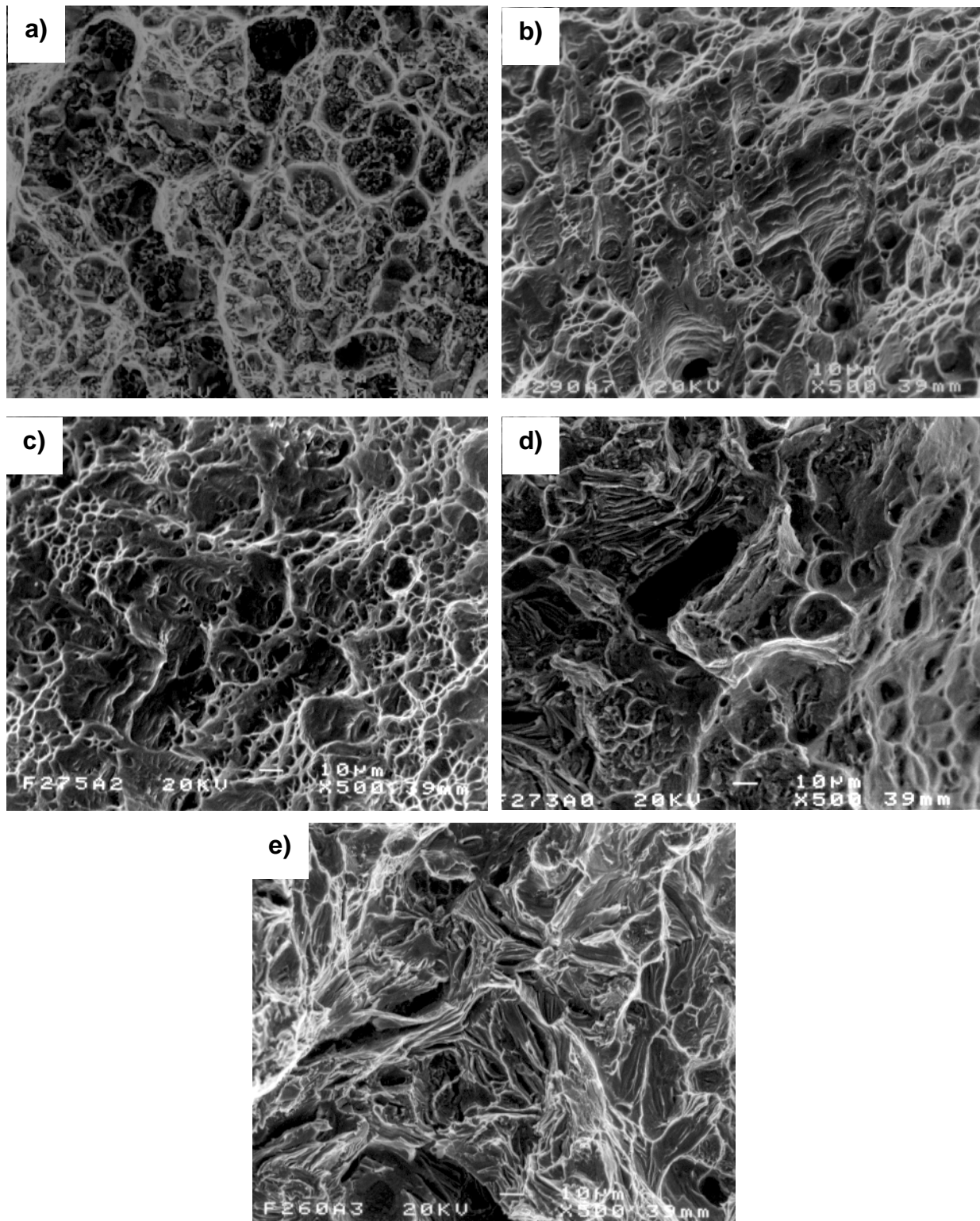


Figura 37. Micrografías de las superficies de fractura de las muestras ensayadas en tensión y templadas a diferentes temperaturas a) 350°C, b) 290°C, c) 275°C, d) 273°C, y e) 260°C.

4.4.7 Análisis de la Superficie de las Muestras Sometidas a Tensión.

Las figuras 38 y 39. Nos dan una perspectiva a bajos y altos aumentos, de lo que sucede a lo largo de la probeta de tensión, de manera superficial después del ensaye de tensión. Como se puede observar existe una gran cantidad de huecos, repartidos uniformemente a lo largo del espécimen. Cabe señalar que estos huecos fueron encontrados de forma superficial y sin que la superficie de estudio, fuera pulida antes de su análisis vía MEB, ya que al pulir cada una de las muestras, y realizar el análisis posterior mediante MEB, la mayor parte de la superficie, poseía una superficie uniforme. En la muestra templada y ensayada a 350°C se encuentra la mayor cantidad de huecos. Esto sugiere que entre más alta sea la temperatura de templado, la densidad de huecos será mayor, ya que estos disminuyen hasta ser casi imperceptibles para la muestra que fue templada a 260°C. La figura 39 muestra un acercamiento de los huecos que se presentan en las muestras de templadas a: a) 350°C, b) 290°C, c) 275, d) 273°C y e) 260°C. Es claro que estos huecos se presentan en la zona, donde están, las fases: (α y η), dispuestas en forma de grano equiaxial. La cantidad de huecos disminuye, conforme baja la temperatura de templado de las muestras, ya que estos mismos no se presentan en la fase laminar.

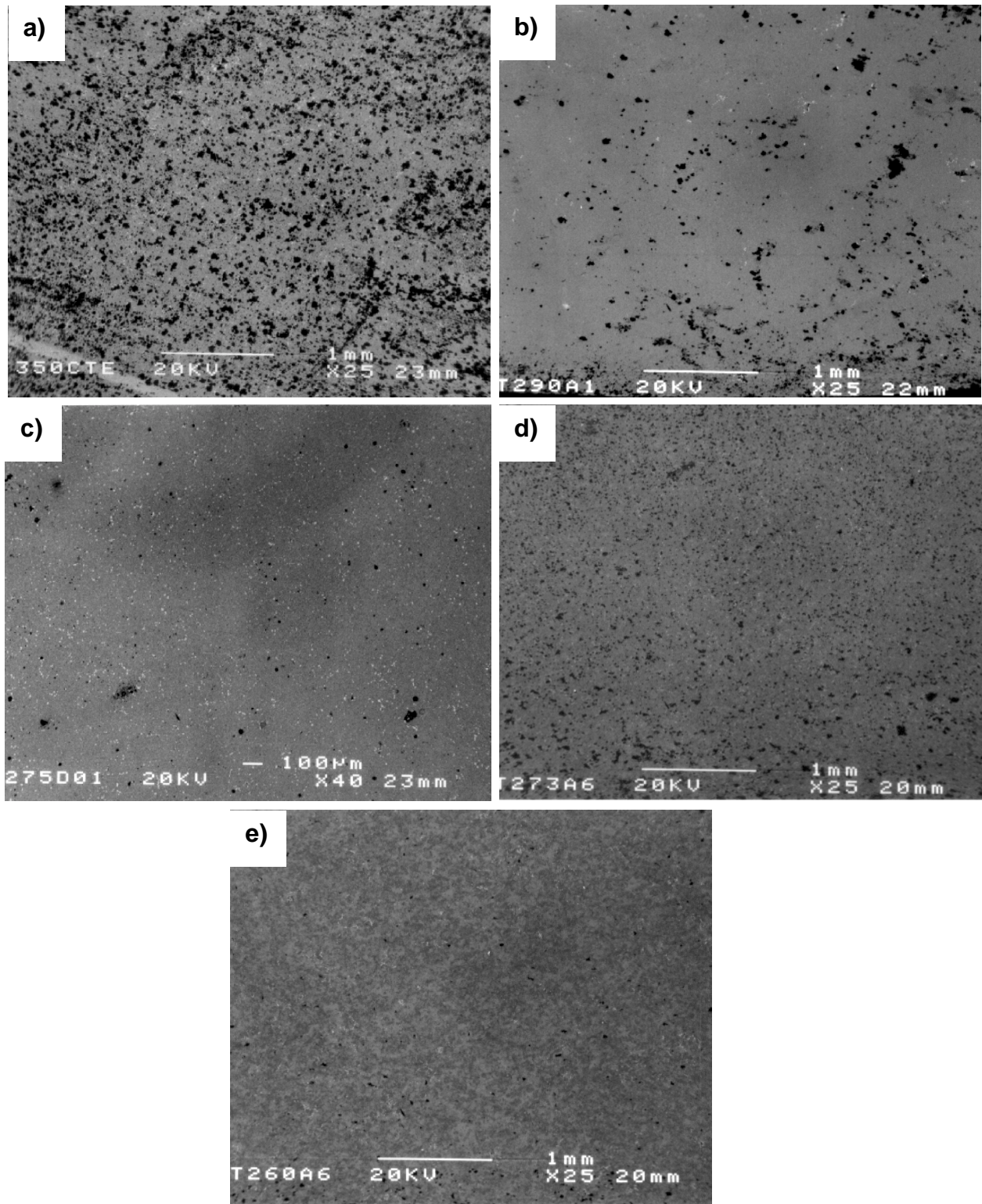


Figura 38. Micrografías a bajos aumentos de las superficies de las muestras sometidas a tensión y templadas a diferentes temperaturas: a) 350°C, b) 290°C, c) 275°C, d) 273°C y e) 260°C.

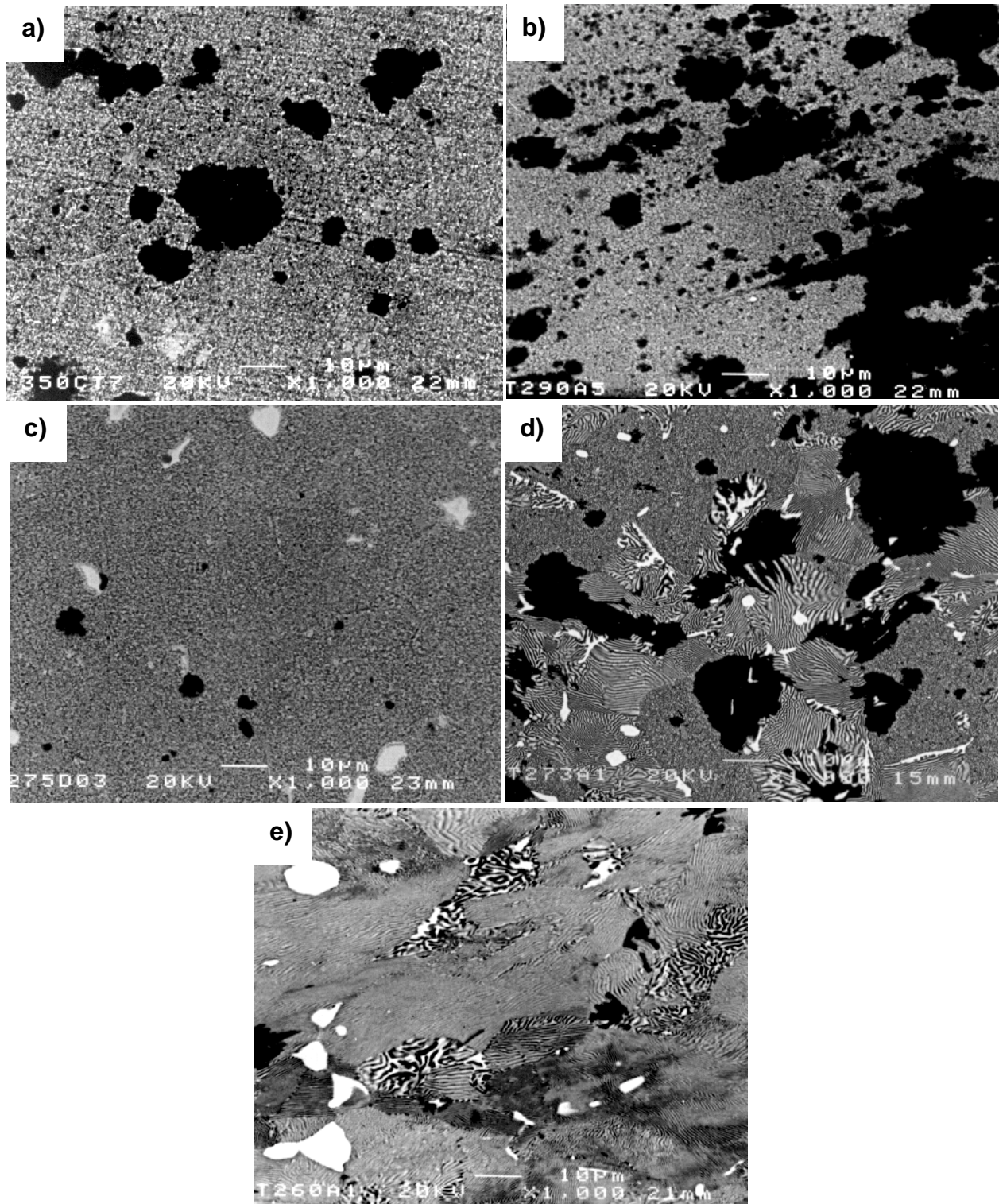


Figura 39. Micrografías que presentan un acercamiento, de los huecos que se presentan en las muestras de templadas a: a) 350°C, b) 290°C, c) 275°C, d) 273°C y e) 260°C.

4.4.8. Aplicación del Ensayo de Tensión a Una Muestra, con el Coeficiente de Sensibilidad a la Velocidad de Deformación Mayor a $m=0.3$ Temperatura Ambiente.

Los resultados del estudio de sensibilidad plástica arrojaron, valores del coeficiente de sensibilidad m , superiores a 0.3. Esto sugiere que el material podría presentar superplasticidad, durante su deformación. En base a esto, se realizó un ensayo de tensión en una probeta templada desde una temperatura de 350°C, asegurando con esto, la obtención de la fase β durante el ensayo de tensión, y la posterior transformación de esta en microestructura de grano equiaxial, en un 100%, durante y después de la realización de la prueba. La figura 40 muestra la curva Carga-Elongación, obtenida, de la muestra templada a 350°C, al ser deformada a una velocidad, de 0.1 mm/min. Lo que indica que se ensayo con un coeficiente de sensibilidad a la deformación de aproximadamente $m = 0.4$. De esta prueba, se pueden ver que se presenta, un comportamiento característico de materiales superplásticos, ya que en primer lugar, durante la elongación del material, no se existe un punto de cedencia bien definido, y en segundo lugar, el valor de la carga necesaria para deformación es bajo.

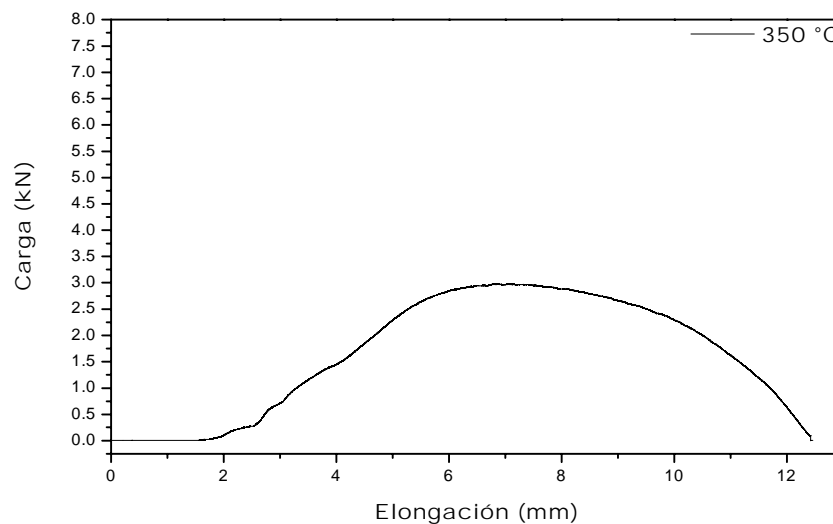


Figura 40. Curva Carga-Elongación, de la muestra templada desde una temperatura de 350°C, y deformada a temperatura ambiente, a una velocidad de 0.1mm/min.

Por otro lado, la elongación con respecto a la longitud de trabajo, fue superior al 80 % ya que superó los 12 mm. En la figura 41 a) se aprecia la superficie de fractura de la muestra. Aquí se reafirma el comportamiento plástico de la misma, al presentar una fractura del tipo dúctil. Adicionalmente, la figura 41 b) muestra que el área de fractura obtenida la cual es mas pequeña que las obtenidas, durante las pruebas anteriores. Esto sugiere que, debido a la plasticidad del material, se puede obtener, un cuello mas definido, antes de que el material falle.

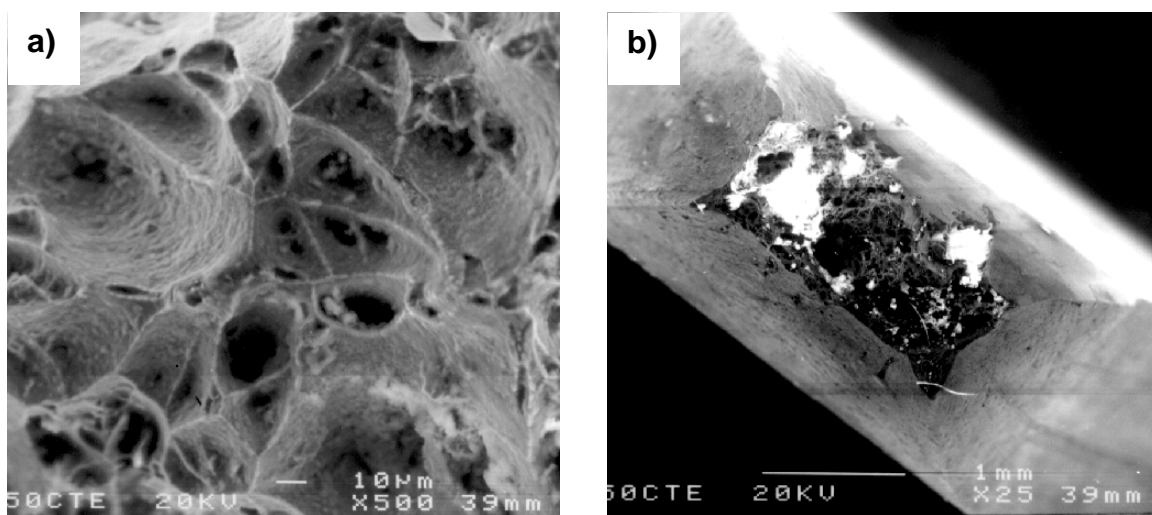


Figura 41. a) y b) Superficie de fractura, de la muestra templada desde una temperatura de 350°C, y deformada a temperatura ambiente, a una velocidad de 0.1mm/min.

La figura 42 muestra una micrografía del MEB de la superficie de la muestra después del ensaye de tensión, sin ser ésta pulida antes del análisis. En ésta se aprecian una gran cantidad de huecos, los cuales están presentes a lo largo de toda la probeta. La densidad de los mismos es menor al acercarse a la zona del cuello o de falla del material. Cabe señalar que estos huecos, únicamente, se presentan en la superficie, ya que al preparar metalográficamente la muestra, estos disminuyen.

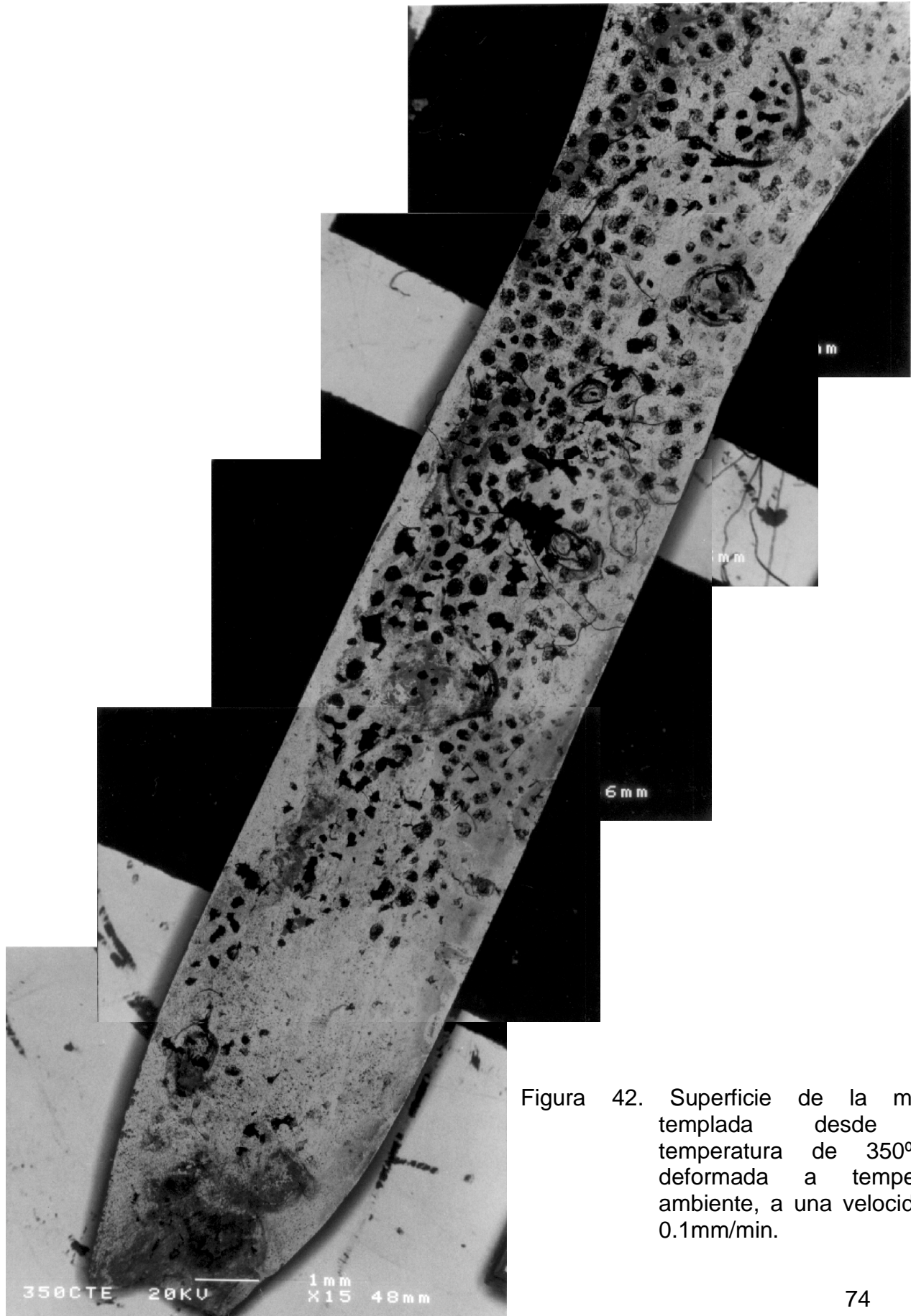


Figura 42. Superficie de la muestra templada desde una temperatura de 350°C, y deformada a temperatura ambiente, a una velocidad de 0.1mm/min.

Finalmente, durante el análisis de la muestra en el MEB, se observó que en la zona del cuello parte de la fase intermetálica metaestable ε transforma parcialmente a la fase intermetálica de equilibrio τ' . Esto indica que la deformación plástica, durante la prueba de tensión contribuye a la obtención de la fase de equilibrio τ' , aún siendo esta deformación a temperatura ambiente. Cabe mencionar que conforme se analizaron zonas más alejadas del cuello, se tiene una menor cantidad de la fase intermetálica de equilibrio. Esta tendencia es seguida, hasta que se llega a la parte de las cabezas de la muestra, donde la presencia de τ' es nula. Las figuras 43 a) y b), muestran la zona del cuello, donde alrededor de la fase ε , se presenta la fase de equilibrio τ' . En las figuras 43 b) y c), se aprecia una disminución en la cantidad de τ' presente, ya que este análisis, se realizó, en una distancia intermedia entre el cuello y la parte más alejada de la zona de fractura que es en este caso y como se aprecia en la figura 43, es la cabeza de la probeta. Finalmente, las figuras 43 c) y d), corresponden a la zona mas alejada, del cuello. Aquí se aprecia que no existe evidencia alguna de la aparición de la fase intermetálica τ' .

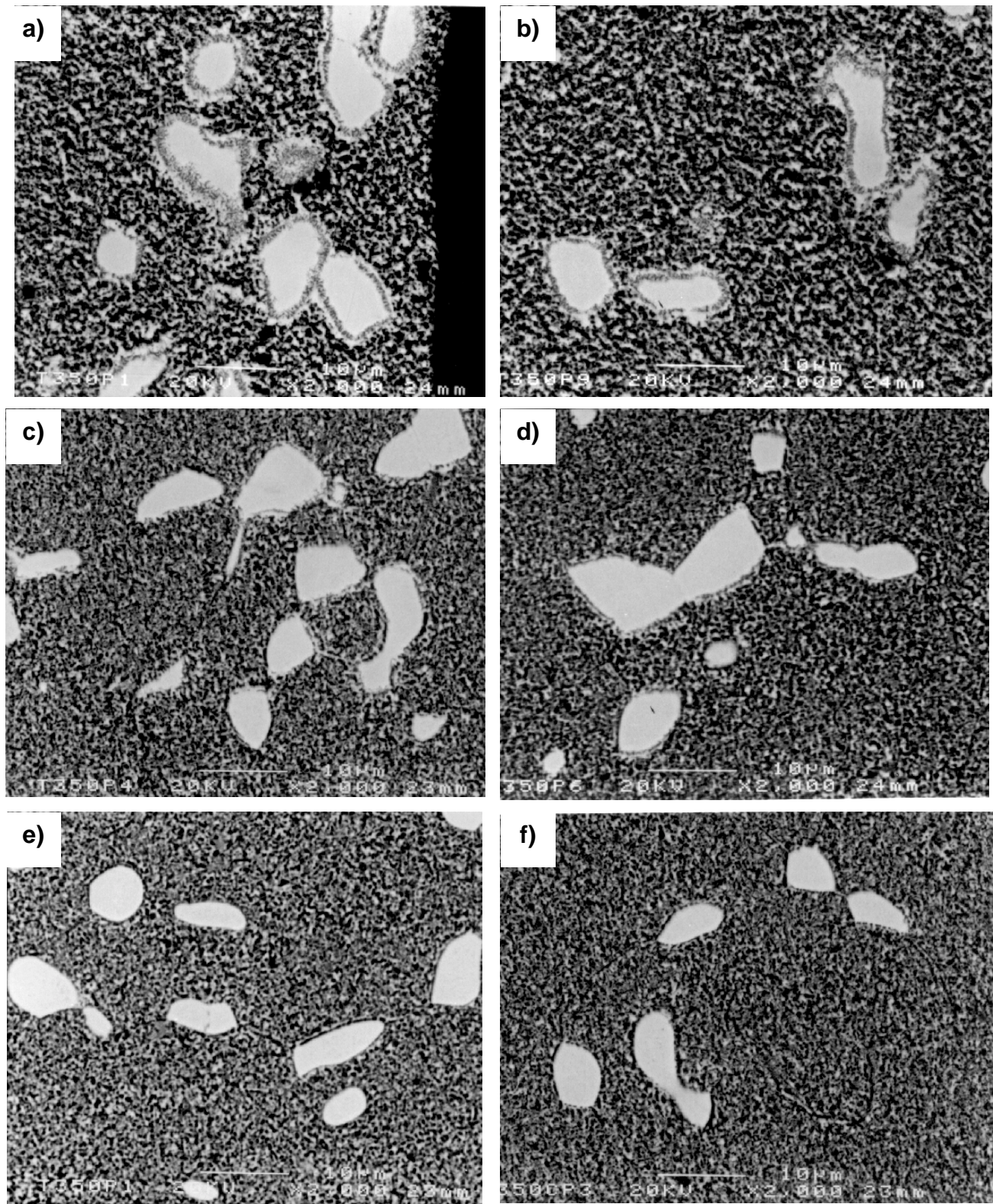


Figura 43. Evidencia fotográfica de la aparición de la fase intermetálica de equilibrio τ' , a lo largo de la probeta de tensión, templada desde 350°C, y sometida a una velocidad de deformación de 0.1 mm/min.

V. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

5.1. Análisis Microestructural.

La microestructura de equilibrio en aleaciones Zn-Al, la cual consiste de laminillas alternadas de las fases α (rica en Al) y η (rica en Zn), se puede obtener mediante un tratamiento térmico de recocido a partir de un intervalo de temperaturas de 337-400°C de acuerdo al diagrama de equilibrio [4]. Mientras que un tratamiento de temple a partir de dicho intervalo de temperatura, promueve la formación de una microestructura de fase duplex, la cual consiste de granos equiaxiales de las fases α y η [22]. Esta microestructura ha sido reportada como superplástica en ensayos de tensión a alta temperatura en un intervalo de 250-270°C [10, 12, 22]. De acuerdo a los diagramas de fase Zn-Al y Zn-Al-Cu [4, 20], la temperatura de la descomposición eutectoide, $\beta \rightarrow \alpha + \eta$ ocurre a 278°C y 276°C, respectivamente. Los resultados obtenidos muestran que la descomposición eutectoide en la aleación Zn-22%Al-2%Cu ocurre a partir de una temperatura de 280°C, valor de temperatura cercano a la temperaturas antes mencionadas. Sin embargo, los resultados mostraron que existe un intervalo de aproximadamente 7°C, para la velocidad de enfriamiento de 1.56 °C/min, en el cual se puede obtener una mezcla de la microestructura laminar (equilibrio) y la fase β , la cual se transforma posteriormente en granos equiaxiales, en la aleación Zn-22%Al-2%Cu. Es decir, es posible obtener diferentes fracciones de ambas microestructuras entre 280 y 273°C. Al ser la temperatura de temple de las muestras más cercana al límite inferior del intervalo, se obtiene predominantemente la microestructura de equilibrio eutectoide. Por el contrario, al ser la temperatura de temple más cercana al límite superior del intervalo, se retendrá a la fase β en mayor cantidad y por lo tanto la microestructura predominante final será de grano equiaxial de las fases η y α con partículas de la fase ϵ .

Krupkowski y colaboradores [31] mostraron en aleaciones Zn-22, 30 y 40%Al, que la fase β no puede ser retenida a temperatura ambiente y transforma a una mezcla de las fases α y η , en un lapso tiempo de 90 minutos (5.4 ks). Recientes investigaciones [32], mostraron que la adición de 2% de cobre a la aleación Zn-22%Al, permite retener la fase β en un tiempo de 400 minutos (24 ks). Esto permite establecer que las microestructuras presentes inicialmente durante la deformación por tensión en las muestras templadas a temperaturas que se encuentran dentro del intervalo de mezcla de microconstituyentes consiste de la fase β y laminillas alternadas de las fases α y η . Estos resultados fueron corroborados mediante MET, donde se muestra que después del tratamiento de temple, la fase β está presente, transformando in-situ a granos nanométricos incoherentes y posteriormente a granos micrométricos coherentes.

5.2. Comportamiento Plástico.

Evidentemente a partir de los resultados, los ensayos de tensión se realizaron con 100% de fase β , una mezcla de fase β y microestructura laminar, y 100% microestructura laminar, como se muestra en la tabla 5. Aparentemente durante el ensayo de tensión, la fase β transforma a granos equiaxiales, de acuerdo a los resultados de MET. Se puede observar claramente en la figura 35, el aumento en la plasticidad de la aleación Zn-22%Al-%Cu, en las condiciones de 100% fase β , en comparación con la condición de 100% microestructura laminar. Por lo tanto, se puede establecer que la microestructura dura y frágil es la laminar, mientras que la fase β en transformación en granos equiaxiales incoherentes, es la suave y dúctil. Resultados similares en la aleación Zn-22%Al-2%Cu muestran una gran plasticidad por laminación a temperatura ambiente, atribuida a la presencia de la fase β , inmediatamente después del tratamiento de temple [35].

Los mayores valores de resistencia se obtuvieron para la muestra templada a 275°C, con aproximadamente 45% de microestructura laminar, así como el valor más alto de elongación. Este comportamiento ha sido atribuido a que se presenta un mecanismo de refinamiento por trabajo mecánico [12], donde la microestructura más dura y frágil, para nuestro caso la microestructura laminar, se fragmenta. A su vez la microestructura más plástica y suave, para nuestro caso la fase β y la microestructura de grano equiaxial que aparece durante el ensaye, se infiltra y separa a las fases más duras. Esta interacción de microestructuras permite obtener el refinamiento de los granos equiaxiales nanométricos incoherentes y el deslizamiento de los límites de los mismos los cuales aparecen durante la deformación, lo que contribuye a un alargamiento mayor al del resto de las muestras durante la prueba dinámica de tensión. Es decir, se tienen dos mecanismos de deformación presentes. Para la probeta templada a 273 °C, el comportamiento en cuanto a carga es similar, nuevamente atribuido a la mezcla de microconstituyentes, sin embargo, el alargamiento alcanzado fue menor, debido a que la contribución porcentual de la fase más suave y plástica es menor.

Para el caso de las probetas templadas a 350°C y 290°C donde durante la prueba dinámica de tensión se encuentra presente la fase β y la subsecuente transformación a la microestructura de grano equiaxial, se muestran valores de resistencia máxima muy similares entre si, e inferiores a los de las mezclas de microestructuras. Esto se atribuye a que la plasticidad de la fase β y aparición de los granos equiaxiales nanométricos incoherentes durante la deformación permite una facilidad relativa en cuanto a la carga necesaria para la deformación, el alargamiento de las muestras es menor al de las mezclas de microconstituyentes. Los mecanismos propuestos para que se presente superplasticidad en presencia de granos equiaxiales, los cuales podrían estar operando en la aleación, son el mecanismo de deslizamiento de grano (GBS) [14] y el deslizamiento cooperativo de límites de grano (CGBS) [33,34].

Recientes investigaciones [28] han demostrado que a partir de muestras templadas y laminadas hasta un 90% de su espesor en frío, se obtienen una microestructura de grano equiaxial nanométrico incoherente y que a partir de estas condiciones, aplicando el ensaye de tensión se llegan a obtener alargamientos de hasta 160% para una velocidad de deformación de 2×10^{-3} (1/s), dando como valor máximo de coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación $m=0.3$ a temperatura ambiente. También se ha reportado [33,34] que durante la deformación de una probeta de tensión a temperatura ambiente, obtenida del proceso de extrusión y laminada a baja temperatura se obtiene una microestructura de grano equiaxial, de la cual al deformar plásticamente se presenta una deformación homogénea a nivel macroscópico, parcialmente inhomogéneo a nivel mesoscópico ya que se presenta el deslizamiento cooperativo de los límites de grano (CGBS). Mediante este mecanismo de deformación se registro, un alargamiento máximo del 28.5% para una velocidad de deformación de 0.1 mm/min (4×10^{-3} 1/s).

Por otra parte, en el análisis superficial de las muestras sometidas a la dinámica de tensión, la mayor cantidad de huecos se presentan en las probetas templadas a 350 y 290°C, lo que reafirma que, la fase β y la microestructura de grano equiaxial presentes durante la deformación, atribuyéndolo a que posiblemente ocurren los mecanismos de deformación (GBS) [14] y (CGBS) [33,34], ya que durante el deslizamiento de los granos aparecen una mayor cantidad de huecos. Por otra parte, la cantidad de huecos disminuyen en las muestras donde existe una mezcla de microestructuras, atribuyéndolo en este caso a un posible mecanismo de deformación de refinamiento por trabajo mecánico [12] como se mencionó anteriormente. Esto provocaría que los mecanismos GBS y CGBS, no predominen provocando una disminución de huecos. En la muestra donde se presenta únicamente la microestructura de equilibrio, no existen huecos superficiales ya que no existen las condiciones para una deformación plástica que permitan la creación de dichos huecos. Finalmente, podemos señalar que aún siendo más favorable para la deformación la

microestructura de grano equiaxial. Esta termina por ceder primero, principalmente por que no existe la energía necesaria que se presentan durante la deformación en pruebas de superplasticidad a alta temperatura [12].

5.3. Coeficiente de Sensibilidad a la Velocidad de Deformación a Temperatura Ambiente.

Mediante este coeficiente se determina la sensibilidad de un material a ser deformado plásticamente a una velocidad dada [12]. Este coeficiente no depende únicamente de la cantidad de elongación obtenida durante el ensaye dinámico de tensión, sino que también depende fuertemente tanto del valor de carga y la velocidad de deformación para la obtención de la deformación permanente. La tabla 9 muestra las propiedades superplásticas del Zn y algunas aleaciones comerciales. Donde la aleación Zn-22%Al-4%Cu muestra un valor máximo del coeficiente de sensibilidad de $m = 0.65$ a una temperatura de 250 °C [29].

Tabla 9. Resumen de las propiedades superplásticas del Zn y algunas aleaciones comerciales [29] y la aleación del presente estudio*.

Material.	Valor Máximo de (<i>m</i>).	Alargamiento %.	Intervalo de Temperatura (K).
Zn (Comercial).	0.2	409	343
Zn-4.9 Al (eutéctica).	0.68	300	633
Zn-18 Al	0.6		623
Zn-22 Al (eutectoide).	0.7	290	573
Zn-36 Al	0.5		623
Zn-40 Al	0.65	1300	523-573
Zn-50 Al	0.3	1000	523-573
Zn-22 Al-0.1 Cu.	0.65		523
Zn-22 Al-4 Cu.	0.5	1000	523
Zn-22 Al-0.02Mn.	0.5	1000	523
<u>Zn-22 Al-2 Cu*</u>	0.46	80	293

Los resultados del trabajo muestran que durante la deformación a temperatura ambiente se alcanzó un valor para el coeficiente de sensibilidad a la deformación de $m = 0.46$ en la probeta que fue templada desde 290°C . Este valor según referencias bibliografía indica que un material se comportaría superplásticamente durante una prueba de tensión [12]. Cabe señalar que este valor fue obtenido de una muestra ensayada directamente del temple, sin que ésta fuese deformada plásticamente antes de la prueba [28]. De igual forma podemos observar que para el caso de temple a 350 y 275°C , se tienen coeficientes de sensibilidad a la velocidad de deformación nominalmente altos, mayores a 0.3 , sin embargo, tanto en estas muestras como en el espécimen templado a 273°C se ven pendientes de valores positivos lo que indican su posibilidad de realizar deformaciones positivas. Para el caso de la muestra con microestructura 100% laminar templada a 260°C , se ve tanto en la tendencia de la gráfica como en los valores de m una tendencia negativa lo que nos muestra su poca eficiencia a fluir de forma plástica.

5.4. Prueba del Coeficiente de Sensibilidad de Velocidad de Deformación Mayor a 0.3 a Temperatura Ambiente.

La muestra templada a partir de 350°C con un 100% de fase β , fue ensayada a una velocidad constante de $0.1\text{mm}/\text{min}$. Los resultados de las pruebas dinámicas de tensión mostraron que bajo esta condición el valor de m es de 0.4 , el cual ha sido reportado en materiales que presentan superplasticidad [1, 20, 29]. Evidentemente, el comportamiento reflejado por la curva es el de un material altamente plástico ya que no se observa una caída abrupta en el valor de carga, lo que nos indicaría la falla del material, y como se observa la elongación del material se registra hasta que el valor de carga llega al mínimo obteniéndose de esto una elongación del 80% y una deformación real del 44.4% . Recientes investigaciones [28] en las cuales se obtuvieron deformaciones reales del 160% a temperatura

ambiente para a la aleación Zn-22%Al-2%Cu a partir de granos equiaxiales incoherentes consideran que el material presenta superplasticidad a temperatura ambiente, siendo para este caso el valor de coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación de $m=0.3$ para una velocidad 1×10^{-3} 1/s. A partir de este criterio podemos considerar que para nuestro material aun siendo cuatro veces más alta la velocidad de deformación 4×10^{-3} 1/s, se logra obtener un coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación mayor de $m=0.4$, pero finalmente una deformación real de una cuarta parte (44.4%) a la obtenida por Torres y colaboradores [28], Lo que nos muestra que estos valores corresponden a características de alta plasticidad para el Zn-22%Al-2%Cu a temperatura ambiente y que más importante que el valor de m para deformación a temperatura ambiente, la plasticidad obtenida dependerá fuertemente de la microestructura y el tipo de las fases presentes durante la deformación.

Finalmente, se observa que en la zona del cuello se presenta claramente la transformación de la fase intermetálica ε a la fase de equilibrio τ' mediante la reacción de cuatro fases $\alpha + \varepsilon \rightarrow \tau' + \eta$, ya que la zona de apariencia grisácea alrededor de las partículas blancas de la fase ε confirman esta transformación. De esto se puede asegurar que durante el ensaye de tensión a temperatura ambiente, existe la energía necesaria para la transformación de fase. Este fenómeno sólo se ha observado durante el ensaye de termofluencia a 150 °C [27]. Y al igual que en este ensaye al alejarse de la zona de mayor deformación, la cantidad transformación de fase inducida es menor.

VI. CONCLUSIONES

- 1) El enfriamiento desde 350°C a 273 –280°C, con una velocidad de enfriamiento de 1.56 °C/min para la aleación Zn-22%Al-2%Cu presentó una mezcla de fases. Esta consistió de la microestructura de equilibrio (laminillas alternadas) de las fases η y α , y granos equiaxiales de las mismas fases, provenientes de la descomposición de la fase β .
- 2) Los mayores alargamientos en la aleación Zn-22% Al-2% Cu durante la dinámica de determinación del coeficiente de sensibilidad a la deformación mediante tensión a temperatura ambiente, se presentó en los especímenes cuya microestructura es mixta con un 45% laminar-55% grano equiaxial. Por lo que se concluye que la microestructura de las fases presentes influye directamente en la capacidad de deformación en la aleación Zn-22%Al-2%Cu a temperatura ambiente.
- 3) La aleación Zn-22% Al-2% Cu alcanzó valores del coeficiente de sensibilidad a la deformación m superiores a 0.3 a temperatura ambiente, de hasta 0.46, como los que presentan típicamente durante la deformación a $0.5 T_{fus}$ los materiales superplásticos.
- 4) El valor de $m = 0.46$ fue el coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación más alto que se presenta en la muestra templada a 290°C.
- 5) Se pueden alcanzar coeficientes de sensibilidad a la deformación superiores a 0.3, lo que indica una alta plasticidad de las fases y la microestructura, pero no es suficiente para poder obtener elongaciones de tipo superplástico.

VII. BIBLIOGRAFÍA

- 1) G. Torres Villaseñor, J. Negrete y I Valdés, Propiedades y usos del Zinalco, Instituto de Investigaciones en Materiales Universidad Nacional Autónoma de México, Revista Mexicana de física, vol. 31 (3), pp. 489-501 (1985).
- 2) R. Ciach, J. Król and Kwegrzyn - Tasior, Studies on for Phases Transformation in AlZn78 Alloy Containig 1-3 per cent of copper ,Bulletin de L'académie Polonaise des Sciences, série des sciences techniques, vol.17 (4) (1959).
- 3) G. Torres Villaseñor y J. Negrete,Zinalco, a New Alloy for Extrusion,Instituto de investigaciones en materiales U.N.A.M. Instituto de Metalurgia, Universidad Autonoma de San Luis Potosi, (1994).
- 4) N. Mykura, y. H. Zhu y S. Murphy, Solid Sate Reactions in Zn-Al Based Alloys, Canadian Metall. Quart., vol. 25 (2), pp. 152-159 (1986).
- 5) S. Murphy, Solid-Phase Reactions in the low-copper part of the Al-Cu-Zn system, Z. Metallkde, vol. 71, pp. 96-102 (1980).
- 6) Y. H. Zhu, Phase Transformations of Eutectoid Zn-Al Alloys, Advanced in Science, Technology and Applications of Zn-Al alloys. ed. by g. Torres Villaseñor y Y. H. Zhu., pp. 76-87 (1994).
- 7) H. J. Dorantes Rosales, Tesis Doctoral, E.S.I.Q.I.E.-I.P.N. 2000.
- 8) Y. H. Zhu, Tensile Stress Induced Microestructural Change and Phase Transformations in Extruded Zn-Al Alloy, J. of Materials Science Letters, vol. 15, pp. 1888-1890 (1996).

- 9) V. M. López Hirata, y. H. Zhu, M. Saucedo Muñoz y F. Hernández, Mechanical Alloying of Zn-Rich Zn-Al-Cu Alloys, *z. metallk.*, vol. 89, (3), pp. 230-232 (1998).
- 10) O. Ruano, Superplasticidad, *Rev. Metal. CENIM*, vol. 18, pp. 275-285 (1982).
- 11) D. I. Rivas López, Tesis Licenciatura, E.S.I.Q.I.E.-I.P.N.2001.
- 12) J. Pilling y Norman Ridley, Superplasticity in crystalline solids, *The Institute of Metals*, pp. 1-10 (1989)
- 13) O. D. Sherby and P.M. Burke, *Progress in Materials Science*, vol.13,(1968).
- 14) M. R. Ashby and R.A. Verral, *Acta. Met.*21, pp.149 (1973).
- 15) A. Ball and M.M. Hutchinson J, Superplasticity in the Aluminium-Zinc Eutectoid. *The Metals and Metallurgy Trus. Met. Sc*, vol. 3, pp.1 (1969).
- 16) A. K. Mukherjee, *Mater. Sci,Eng*,8, pp83 (1971),
- 17) R. C. Gifkinsi "Superplastic Forming of structural alloys" N.E. Paton and C.H. Hamilton(Eds.),Warrendale PA. *Met. Soc. AIME*, pp. 3 (1982).
- 18) A. K. Ghosh and R.Raj, *Acta Met.*,29, pp. 607 (1981),
- 19) Y. H. Zhu y S. Murphy, A General Rule of Decomposition Reaction in Supersaturated Zn-Al Base Alloys, *Chin. j. Met. Sci. Technol.*, vol. 2, pp. 105-116 (1986).

- 20) M. Hillert, Phase Equilibria, Phase Diagrams and Phase Transformations, their thermodynamic basis, ed. Cambridge University Press, New York, USA, pp. 294-296 (1998).
- 21) A. Sidney H., Introduction to Physical Metallurgy, pp. 113, copyright 1974.
- 22) Metals Handbook, ASM, Metals Park, Ohio, USA, vol. 6, pp. 629-630.
- 23) K. Lohberg, The Changes of the Volumes of Zinc-Aluminium-Copper Alloys connected with the transition equilibrium $\epsilon + \alpha_1 \rightarrow \eta + \tau'$ at 268°C, vol. 74, pp. 456-457 (1983).
- 24) W. D. Callister, Jr, Ciencia e Ingeniería de los Materiales, REVERTÉ, S.A. (1995)
- 25) P. L. Mangonon, Ciencia De Materiales, Selección y Diseño, Pearson Educación, pp. 140-146 (2001).
- 26) Y. H. Zhu, y Eligio Orozco, Metallurgical and Materials Transactions. Volume, 26A, Octubre pp. 2611-2615 (1995).
- 27) Y. H. Zhu, Eligio Orozco and J. Torres, Tensile Creep Deformation and Microstructural Change in Cast Zn-Al Alloy, Instituto de Investigación en Materiales UNAM, Materials Transactions, JIM, vol., 38, (6) pp. 521-525. (1997),
- 28) G. Torres Villaseñor and J. Negrete, A Reinvestigation Of The Mechanical History On Superplasticity Of Zn-22Al-2Cu At Room Temperature, Instituto de Investigación en Materiales UNAM, Materials Sciences Forum vols, 243-245, pp. 553-556. (1997).

- 29) M. E. Houghton and M. T. Murray, AN INTRODUCTION TO ZINC ALLOYS, Metals Forum, pp. 220 (1983).
- 30) Y. H. Zhu, Eligio Orozco, Effects of Tensile Stress on Microstructural Change, Instituto de Investigación en Materiales UNAM, Metallurgical and Materials Transactions A, JIM, vol, 26A, pp 2611-2615. October (1995).
- 31) A. Krupkowski, R. Ciach y J. Krol, Descomposition of the α' -Phase in the Zn- Al Alloys with 60-78 per cent of Zinc, Bull. Acad. Pol. Sci., vol. 15(11), pp. 25-29 (1967).
- 32) H. J. Dorantes Rosales. V.M. López Hirata, β' Phase Descomposition in a Zn-22%Al-2%Cu Alloy During Isothermal Aging, Journal of Materials Science Letters vol. 20, pp. 1573-1575 (2001).
- 33) J. D. Munoz-Andrade, A Mendoza-Allende, G. Torres-Villaseñor, Cooperative Grain Boundary Sliding at Room Temperature of a Zn-20.25Al-1.8%Cu, Superplastic Alloy, Materials Science Forum, vols. 357-359, pp 551-558 (2001).
- 34) J. D. Munoz-Andrade, A Mendoza-Allende, G. Torres-Villaseñor, Mapping of the granular flow during Superplastic Deformation of Microsample of Zn-20.25Al-1.8%Cu, alloy at room temperature, Journal of Materials Science vol. 36, pp. 1-5 (2001).
- 35) H. J. Dorantes, D. I. Rivas Microestructural Changes of the As-Quenched Zn-22mass%Al-2mass%Cu alloy during Cold Rolling, Materials transactions vol, 43 (5), pp. 1-3 (2002).