

04.70.24

| | |
|-----------------------|-------------|
| C.N.E.A. Biblioteca | |
| ARCHIVO PUBLICACIONES | |
| NO 1 | AÑO 1970 |

PMM/C-44

Comisión Nacional de Energía Atómica
dependiente de la Presidencia de la Nación

CAMBIOS EN LA MICROESTRUCTURA DE LA
ALEACION SUPERPLASTICA Zn - 20% Al

C.A.G. Pagnano y M. Victoria

7c z

PROGRAMA MULTINACIONAL DE METALURGIA
Programa Regional de Desarrollo Científico y Tecnológico - OEA

IV Jornadas Metalúrgicas
Sociedad Argentina de Metales
Córdoba, noviembre de 1970.

Departamento de Metalurgia
Buenos Aires - Argentina

Comisión Nacional de Energía Atómica
dependiente de la Presidencia de la Nación

CAMBIOS EN LA MICROESTRUCTURA DE LA
ALEACION SUPERPLASTICA Zn - 20% Al

C.A.G. Pagnano y M. Victoria

PROGRAMA MULTINACIONAL DE METALURGIA
Programa Regional de Desarrollo Científico y Tecnológico - OEA

IV Jornadas Metalúrgicas
Sociedad Argentina de Metales
Córdoba, noviembre de 1970.

Departamento de Metalurgia
Buenos Aires - Argentina

CAMBIOS EN LA MICROESTRUCTURA DE LA
ALEACION SUPERPLASTICA Zn-20 % Al

C. A. G. Pagnano (*)

M. Victoria (**)

R E S U M E N

La aleación Zn-20 % Al es superplástica para tamaños de fase menores que 10 μ y temperaturas homólogas de 0,5.

Se ha estudiado la evolución de la microestructura, debida no tan solo a la temperatura de ensayo, sino a parametros tales como esfuerzo aplicado, la deformación y la velocidad de deformación. En particular interesa saber si la forma de las fases presentes permanece equiaxial durante el proceso de deformación.

Para llevar a cabo el estudio se realizaron ensayos en los cuales se compara la microestructura de la probeta ensayada bajo tracción con probetas recocidas a misma temperatura. Se encuentra que la cinética de crecimiento es fuertemente acelerada por la presencia de un esfuerzo aplicado y deformación combinados.

Se han realizado también observaciones metalográficas durante el proceso de deformación, de zonas previamente reticuladas, estudiándose en una misma zona el deslizamiento de borde de grano durante el proceso de deformación. Se comprueba que es esta una contribución importante a la deformación plástica total.

(*) Programa Multinacional de Metalurgia, OEA. (Centro Técnico de Aeronáutica, S. P. Brasil)

(**) Comisión Nacional de Energía Atómica.

CAMBIOS EN LA MICROESTRUCTURA DE LA

ALEACION SUPERPLASTICA Zn-20 % Al

1. INTRODUCCION

En forma genérica, se designa como metal o aleación superplástica a aquella que presenta, bajo determinadas condiciones de ensayo, una alta resistencia a la formación de estricción.

Esta propiedad, a la que se suman los bajos esfuerzos de fluencia normalmente asociados con la condición superplástica, ha despertado un gran interés por sus posibles aplicaciones tecnológicas. Es de particular importancia la posibilidad de usar técnicas de trabajado hasta ahora reservadas al moldeo de vidrios y plásticos (1).

Las condiciones necesarias para que una aleación sea superplástica son las siguientes:

- 1 - Estructura fina, con tamaño de grano o fase menor que 10μ . La estructura debe ser estable a altas temperaturas.
- 2 - Temperatura de ensayo en el entorno de $0,5 T_m$ donde T_m es la temperatura de fusión.
- 3 - Alto valor de la sensibilidad a la velocidad de deformación, definida como $m = \frac{\partial \log \sigma}{\partial \log \dot{\epsilon}}$, normalmente $m > 0,4$ en condiciones superplásticas.

Bajo estas condiciones, en las aleaciones estudiadas hasta el presente, se encuentra superplasticidad bajo velocidades de deformación $\dot{\epsilon}$ que van de 10^{-3} a 10^2 min^{-1} , según la aleación (2-6).

El efecto producido por los bordes de grano como agentes de ablandamiento de un material, a altas temperaturas, es un problema metalúrgico aun no resuelto. El efecto es más notorio en materiales de grano fino, cual es el caso de las aleaciones superplásticas.

Según algunos autores (1, 6-9) al deformar una aleación superplástica, existe una recuperación dinámica que requiere que el tamaño de celda de la subestructura para esta aleación sea más grande que el tamaño de grano correspondiente, de tal manera que las dislocaciones que deslizan son siempre eliminadas en el borde de grano, no

ocurriendo entonces endurecimiento por trabajado. Puede esperarse que, para un conjunto dado de condiciones (temperatura y velocidad de deformación) exista un tamaño de grano crítico por encima del cual el estado superplástico desaparece, ya que las variaciones correspondientes del tamaño de subgrano son pequeñas.

En la bibliografía se encuentran versiones contradictorias respecto a lo que ocurre con el tamaño de grano durante la deformación en estado superplástico. Algunos autores (2, 10) examinaron la estructura de la aleación eutéctica Zn-Al, antes y después de la deformación sin encontrar diferencias significativas en el tamaño de fase. Por otro lado, Kossowsky et al (11) encontraron un crecimiento del tamaño de fase durante la deformación, pero no realizaron un estudio sistemático de la cinética de crecimiento.

En cuanto al mecanismo de deformación de estas aleaciones, existe evidencia para los sistemas Mg-Al (12) y Pb-5 % Cd (9) de que el proceso toma lugar predominante por deslizamiento de bordes de grano y se han propuesto diversos mecanismos que controlan la velocidad de deslizamiento del borde de grano (6).

El presente trabajo tiene como objetivo estudiar, en el eutéctico Zn-Al, los detalles de los cambios microestructurales durante el proceso de deformación superplástico, para obtener una información sistemática y cualitativa, que permitiría una mejor evaluación de la importancia que tienen las variaciones de subestructura durante el mencionado proceso.

2. TECNICAS EXPERIMENTALES

La aleación de Zn-20 % Al fué preparada a partir de Zn 99,9 y Al 99,99, en crisoles de grafito. Los lingotes fueron homogeneizados a 375°C durante una semana para ser luego deformados en frío en una forja rotativa (swaging) hasta una reducción del 50 %. Luego de maquinar las probetas a un diámetro de 6 mm y una longitud de deformación de 20 mm, se las solubilizó durante 2 horas a 375°C para templarlas en agua con hielo. La solución sólida templada revierte exotérmicamente luego de algunos minutos, dando como resultado una estructura fina de granos equiaxiales de ambas fases, según puede apreciarse en la figura 3.

Los ensayos de tracción se llevaron a cabo en una máquina de ensayos Instron, a la que se le adicionó un horno de baño de aceite de siliconas, controlado dentro de $\pm 2^\circ\text{C}$ y en el que se burbujea nitrógeno para mantener una temperatura uniforme. Se le adicionó también un sistema donde sin desmontar las mordazas o modificar el eje de carga, es posible la observación de la muestra previo pulido con tampon.

La preparación metalográfica de las probetas se llevó a cabo por pulido mecáni-

co seguido de pulido electrolítico y ataque en una solución de NaOH (10 %).

En todos los casos el tamaño de fase fué determinado como la media de las intersecciones lineales obtenidas sobre una microfotografía. Para la observación bajo el microscopio electrónico se prepararon réplicas de carbono sombreadas con oro en un ángulo de 45°.

El reticulado usado para detectar desplazamientos entre granos, se marcó mecánicamente con una punta de tungsteno montada en un mecanismo que permite su desplazamiento continuo.

En cuanto a las probetas examinadas en la microsonda, fueron pulidas con pasta de diamante y ligeramente atacadas para facilitar la identificación de las fases.

3. DISCUSION DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES

a) Condiciones para la presencia de superplasticidad

Se realizaron ensayos a diferentes temperaturas y velocidades de deformación buscando las condiciones óptimas para obtener superplasticidad. Los resultados obtenidos coinciden con los determinados anteriormente (2, 5). El rango de velocidades de deformación se halla entre 10^{-1} a 10^{-2} min^{-1} para una temperatura de 250°C. En la figura 1 se muestra una probeta deformada en 1250 % bajo estas condiciones.

Se verificó además que el recocido previo de 2 horas a 250°C propuesto por Backofen et al (2) no es necesario, ya que todas las probetas resultaron superplásticas con solo los tratamientos indicados anteriormente, obteniéndose elongaciones de ~ 1000 % en todos los casos.

El valor promedio, en la ecuación

$$\sigma = K\dot{\epsilon}^m$$

obtenido para m es de 0,5, que concuerda con el obtenido por otros autores para la deformación superplástica (5, 11, 13, 14).

En una serie de ensayos realizados en una máquina de ensayos Tinus Olsen, se mantuvo $\dot{\epsilon} = \text{cte}$ mediante la variación continua de la velocidad del cabezal de la máquina. En este tipo de ensayo se observó la presencia de endurecimiento por deformación. Este es más notable cuanto menor la velocidad de deformación. Este hecho indicaría que el endurecimiento está asociado al crecimiento de las fases durante el proceso de deformación. Este resultado concuerda con los obtenidos por Naziri et al (7), si

se tiene en cuenta que en este último caso, así como también en los ensayos realizados en la máquina Instron en el presente trabajo es la velocidad del cabezal de tracción h que se mantiene constante.

b) Identificación de las fases presentes

Se comparó en distintas probetas la imagen óptica directa obtenida luego de atacar con NaOH (Figura 9) con la imagen electrónica por la microsonda de una misma probeta (Figura 10). Resulta así que en la imagen óptica lo que se presenta claro es la fase rica en Zn y lo oscuro es la rica en Al. Este resultado contradice la identificación de fases que se encuentra en la literatura (11).

c) Cambios en la subestructura

En las figuras 2 a 6 se muestra la evolución de la subestructura a través del procesamiento de la probeta. Un primer cambio es el que ocurre entre la estructura bruta de colada (Figura 2) a aquella previa al ensayo (Figura 3) es decir, de una estructura laminar típicamente entectoide a una dispersión fina de precipitados equiaxiales de las dos fases.

En las figuras 3 a 6 pueden seguirse los cambios morfológicos ocurridos durante la deformación. Se puede notar en esta secuencia las siguientes características:

- i) Los granos permanecen equiaxiales durante la deformación y prácticamente no hay diferencia entre lo observado en una sección longitudinal (Figura 5) y una transversal (Figura 6) de una probeta deformada el 500 % a 250°C con $\dot{\epsilon} = 0,2 \text{ min}^{-1}$. Se observa también un crecimiento considerable de las fases, comparando con el tamaño previo al ensayo (Figura 3).
- ii) Se verificó también el crecimiento de las fases, aunque menos intenso, en una región no deformada de la probeta (cabeza), como lo muestra la figura 4. Esto implica que el crecimiento de las fases no está solo asociado con la deformación, sino también a la presencia de un esfuerzo aplicado.

Con el objeto de comprobar el efecto del esfuerzo aplicado sobre la cinética de crecimiento se compararon los tamaños de fase obtenidos durante ensayos a 250°C y velocidad de cabezal (v_c) $0,05 \text{ cm/min}$ con aquellos obtenidos por recocidos isotérmicos a la misma temperatura. La diferencia puede apreciarse en la Figura 7 que corresponde a especímenes con una misma morfología inicial, similar a la de la figura 3. Según los gráficos de la figura 7, en ambos casos la estructura es más o menos estable hasta un tiempo τ , que es distinto según se tenga o no esfuerzo aplicado.

Greenwood (15) ha calculado, considerando una de las fases como precipitado y la otra como matriz, que

$$\tau = \frac{\bar{r}_0^2 kT}{2\gamma - \Omega s} \cdot \frac{C\bar{r}_0 + D}{CD} \quad (1)$$

donde

- \bar{r}_0 : radio inicial medio del precipitado
- γ : energía interfacial
- Ω : volumen atómico de
- s : solubilidad de la partícula de radio infinito
- D : coeficiente de difusión del soluto
- T : temperatura en grados Kelvin
- k : constante de Boltzman
- C : constante

Luego de transcurrido el tiempo τ , en ambos casos la variación del radio promedio \bar{r} es $\bar{r} \propto t^{1/2}$ donde t es el tiempo a temperatura. Esto indicaría (15) que el crecimiento es controlado por difusión y no por la interfase. Para este caso la ecuación que describe el crecimiento es

$$\bar{r}^2 = 8Ds\gamma - \Omega t / 9kT \quad (2)$$

A partir de los datos de la figura 7 se puede ahora comparar el coeficiente de difusión de la probeta con esfuerzo aplicado D_E con aquel de la probeta recocida D_R . Como en el caso de crecimiento controlado por difusión se tiene $C\bar{r}_0 \gg D$ se obtiene, a partir de (1)

$$D_E = \frac{T_R}{T_E} D_R$$

y según los falores obtenidos (figura 7) $D_E \sim 10 D_R$.

d) Variación del esfuerzo de fluencia $\sigma_{0,2}$ con el tamaño de fase

En este caso se utilizaron los valores del tamaño de grano obtenidos en el ítem anterior, mientras se medía simultáneamente el esfuerzo de fluencia para cada tamaño de fase. Al ensayar una única probeta (a 250°C y $V_m = 0,05 \text{ cm/min}$) se debe hacer una corrección por el aumento de longitud de la probeta y la consiguiente disminución de $\dot{\epsilon}$. Para ello se usó el valor de $m = 0,5$ determinado anteriormente y se graficó la expresión

$$\left(\sigma_{0,2} / \dot{\epsilon}^{0,5} \right) \times \bar{L}$$

donde \bar{L} es el tamaño de fase promedio. Se obtuvo así el gráfico indicado en la figura 8 en donde se verifica $\sigma \propto L$ en concordancia con resultados obtenidos anteriormente (4, 5, 14, 16)

e) Mecanismo de deformación

En las figuras 11 a 14 se muestra una secuencia de microfotografías obtenidas de la misma zona del espécimen, previamente marcada, durante un ensayo a 250°C y $V_m = 0,05 \text{ cm/min}$. Se observa un intenso deslizamiento de los bordes de grano (las rectas marcadas se tornan curvas y presentan discontinuidades) como en las zonas A y B y también la aparición de granos nuevos en la superficie producidos aparentemente por deslizamiento del interior de la probeta, como en C. En algunos casos la rotación del grano, saca fuera de foco zonas del espécimen (D).

En ninguno de los casos observados se encontró formación de cavidades, aún a las mayores deformaciones obtenidas.

3. CONCLUSIONES

- 1) La aleación Zn-20 % Al con tamaño de fase $< 5\mu$ ensayada a una temperatura de 250°C y $\dot{\epsilon} = 0,03 \text{ min}^{-1}$ es superplástica y $\dot{\epsilon}$, σ y \bar{L} están relacionados empíricamente por:

$$\dot{\epsilon} = \frac{K \sigma^2}{L^2}$$

- 2) En las mismas condiciones de ensayo enumeradas arriba, las fases permanecen equiaxiales.
- 3) No son necesarios recocidos en la aleación después de solubilizadas y templadas, para que se obtenga superplasticidad.
- 4) Las fases crecen considerablemente durante el ensayo. La comparación con tamaños obtenidos por recocidos a la misma temperatura implica que con la tensión aplicada y deformación existe un aumento de coeficiente de difusión que controla el crecimiento de las fases. Es del orden de 10 veces más grande para ensayos a 250°C y $V_m = 0,05 \text{ cm/min.}$ que durante recocido a la misma temperatura.
- 5) Debido al crecimiento de las fases hay un aumento en el esfuerzo de fluencia durante el ensayo a $\dot{\epsilon} = \text{const.}$
- 6) Como los granos permanecen equiaxiales, hay un notable giro relativo de los mismos. Al no observarse presencia de dislocaciones en los granos durante el ensayo (12, 14) se concluye que el deslizamiento de bordes de grano es el modo dominante durante la deformación superplástica del eutectoide Zn-Al.

AGRADECIMIENTOS

El presente trabajo ha sido llevado a cabo en los Laboratorios de Metalurgia de la CNEA dentro del programa del Plan Multinacional de Metalurgia de la OEA. Se agradece también el uso de las facilidades del servicio de Microsonda Electrónica del Departamento de Metalurgia de la CNEA.

BIBLIOGRAFIA

- (1) H. W. Hayden, R. C. Gibson y J. H. Brophy, *Scientific American*, 220 No. 3, pag. 28 (1969).
- (2) W. A. Backofen, I. R. Turner y D. H. Avery, *ASM Trans. Quat*, vol 57, pag. 980 (1964).
- (3) D. H. Avery y W. A. Backofen, *ASM Trans. Quat*. vol. 58, pag. 551 (1965).
- (4) D. L. Holt y W. A. Backofen, *ASM Trans. Quat*. vol. 59, pag. 755 (1966).
- (5) D. L. Holt, *TMS of AIME*, vol. 242, pag. 25 (1968).
- (6) T. H. Alden, *The Journal of the Australian Institute of Metals*, vol. 14, No. 4, pag. 207 (1969).
- (7) H. Naziri y R. Pearce, *Scripta Met.*, vol. 3, pag. 811 (1969).
- (8) F. Garofalo, *Fundamentals of Creep and Creep Rupture in Metals*, N. Y. 1965 (Mac. Millan).
- (9) T. H. Alden, *ASM Trans. Quat*. vol. 61, pag. 559 (1968).
- (10) C. M. Packer y O. D. Sherby, *ASM Trans. Quat*, vol. 60, pag. 21 (1967).
- (11) R. Kossowsky y T. H. Bechtold, *TMS of AIME*, vol. 242, pag. 716 (1968).
- (12) D. Lee, *Acta Met.*, vol. 17, pag. 1057 (1969).
- (13) H. W. Hayden, R. C. Gibson, H. F. Merrick y J. H. Brosky, *Trans. ASM*, vol. 60, pag. 3 (1967).
- (14) A. Bally M. M. Hutchison, *Metal Science Journal*, vol. 3, pag. 1 (1969)
- (15) G. W. Greenwood, *Particle Coarsening, The Mechanism of Phase Transformation in cristaline Solids*, The Institute of Metals, London, 1969.
- (16) H. W. Hayden y J. H. Brophy, *Trans. ASM*, vol. 61, pag. 542 (1968).

F I G U R A S

- Figura 1: Zn-20 % Al; solubilizada 2 h a 375°C. Templada. Probeta deformada a 250°C y 10^{-1} min^{-1} , comparada como era antes del ensayo. Alargamiento 1250 %.
- Figura 2: Zn-20 % Al. Bruto de colada. Aumento 5.300 X.
- Figura 3: Zn-20 % Al. Solubilizada 2 h a 375°C. Templada. Micrografía Electrónica de probeta antes del Ensayo. Aumento 17.000 X.
- Figura 4: Zn-20 % Al. Solubilizada 2 h a 375°C. Templada. Micrografía Electrónica de sección transversal de la cabeza de una probeta deformada a 250°C, 10^{-1} min^{-1} , hasta 500 %. Aumento 8.300 X.
- Figura 5: Zn-20 % Al. Idem anterior. Sección longitudinal de zona deformada. Aumento 8.300 X.
- Figura 6: Zn-20 % Al. Idem anterior. Sección longitudinal de zona deformada. Aumento 8.300 X.
- Figura 7: Zn-20 % Al. Solubilizada 2 h a 375°C. Templada. Variación del crecimiento de las fases con el tiempo para una probeta recocida a 250°C y otra ensayada a 250°C y $V_m = 0,05 \text{ cm/min}$.
- Figura 8: Zn-20 % Al. Solubilizada 2 h a 375°C. Templada. Temperatura de ensayo 250°C con $V_m = 0,05 \text{ cm/min}$. Grafico $(\sigma_{0,2}/\dot{\epsilon}^{0,5}) \times \bar{L}$
- Figura 9: Zn-20 % Al. Solubilizada 2 h a 375°C. Templada y recocida a 250°C. Aumento: 1000 X.
- Figura 10: Misma probeta de la Fig. 9. Imagen Electrónica. Aumento 400 X.
- Figura 11: Zn-20 % Al. Solubilizada 2 h a 375°C. Templada y recocida. Probeta antes de deformar. Aumento 1000 X.
- Figura 12: Idem, misma zona. Probeta deformada 8,5 %. Aumento 1000 X
- Figura 13: Idem, misma zona. Probeta deformada 17 %. Aumento 1000 X.
- Figura 14: Idem, Idem. Aumento 2000 X.



Fig. 1

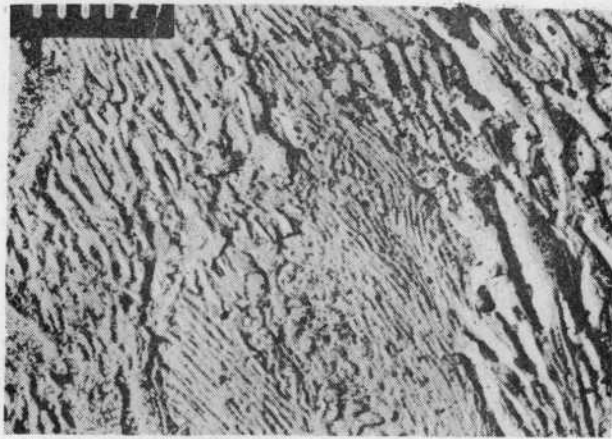


Fig. 2

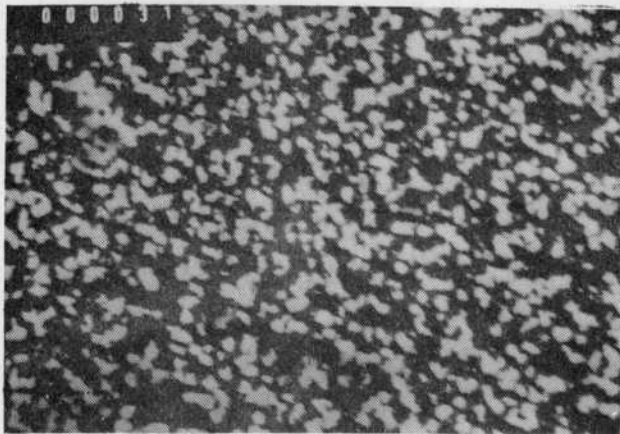


Fig. 3

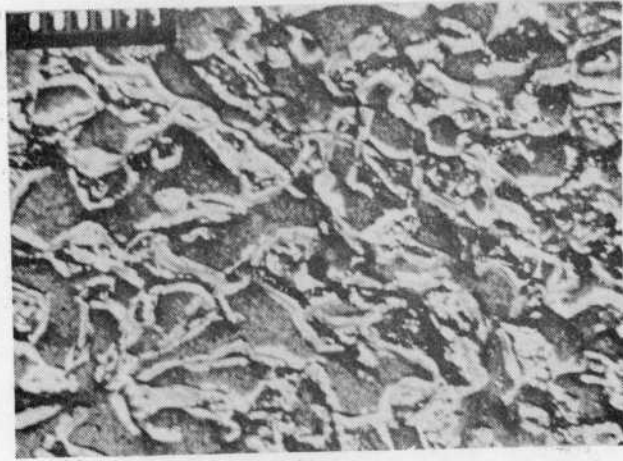


Fig. 4

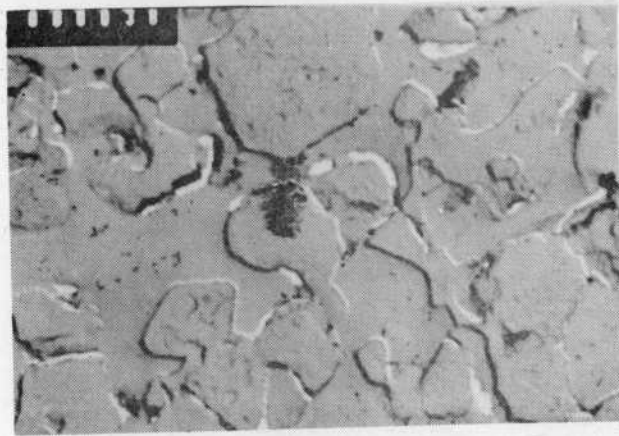


Fig. 5

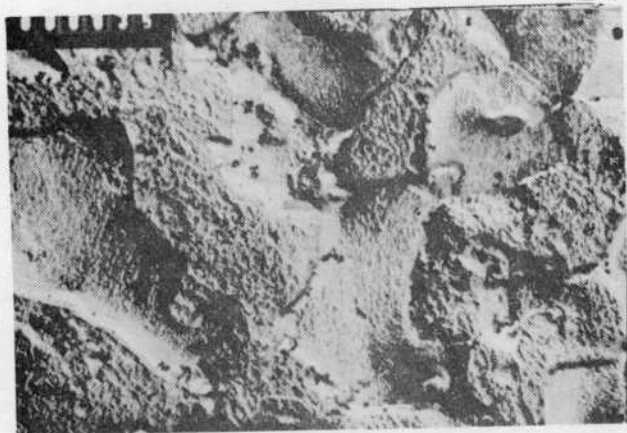


Fig. 6

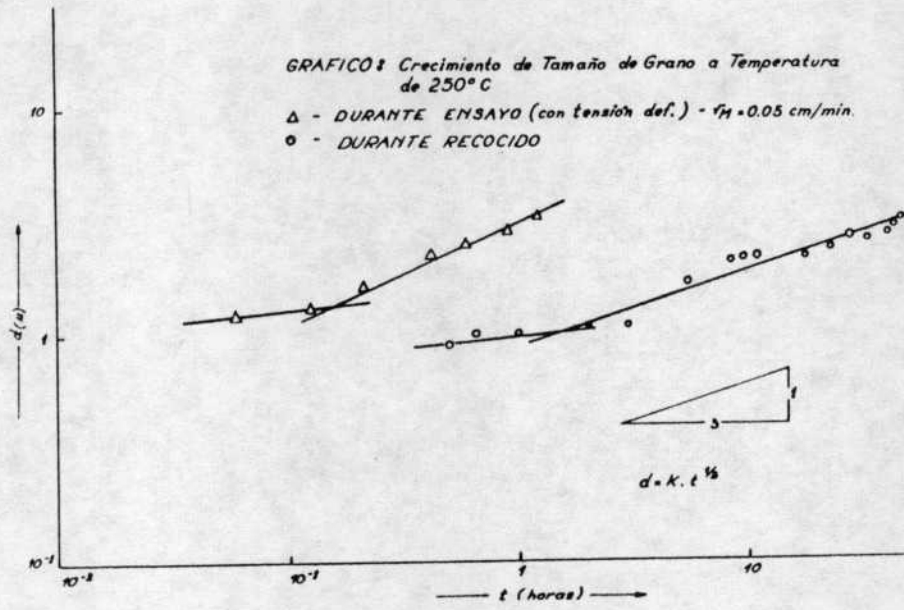


Fig. 7

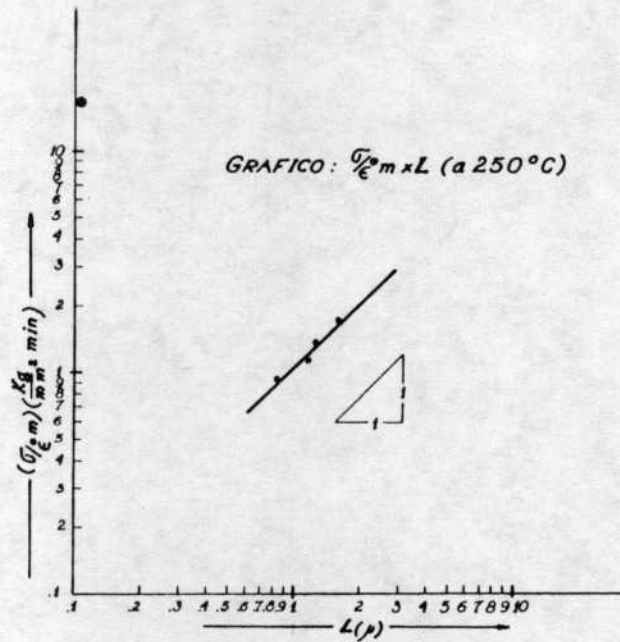


Fig. 8

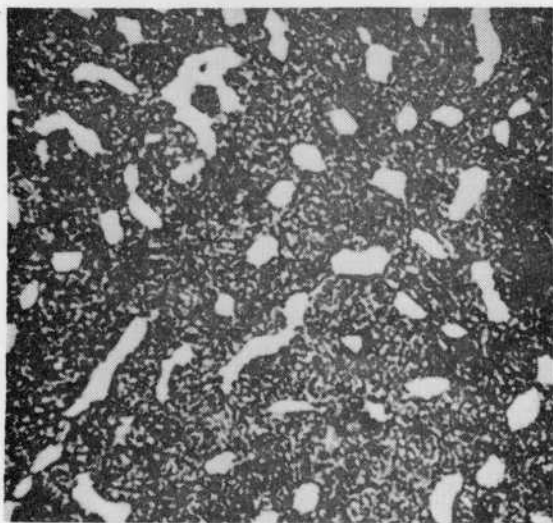


Fig. 9

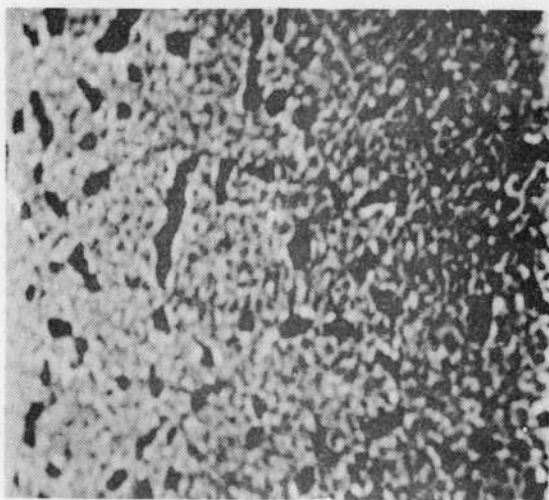


Fig. 10

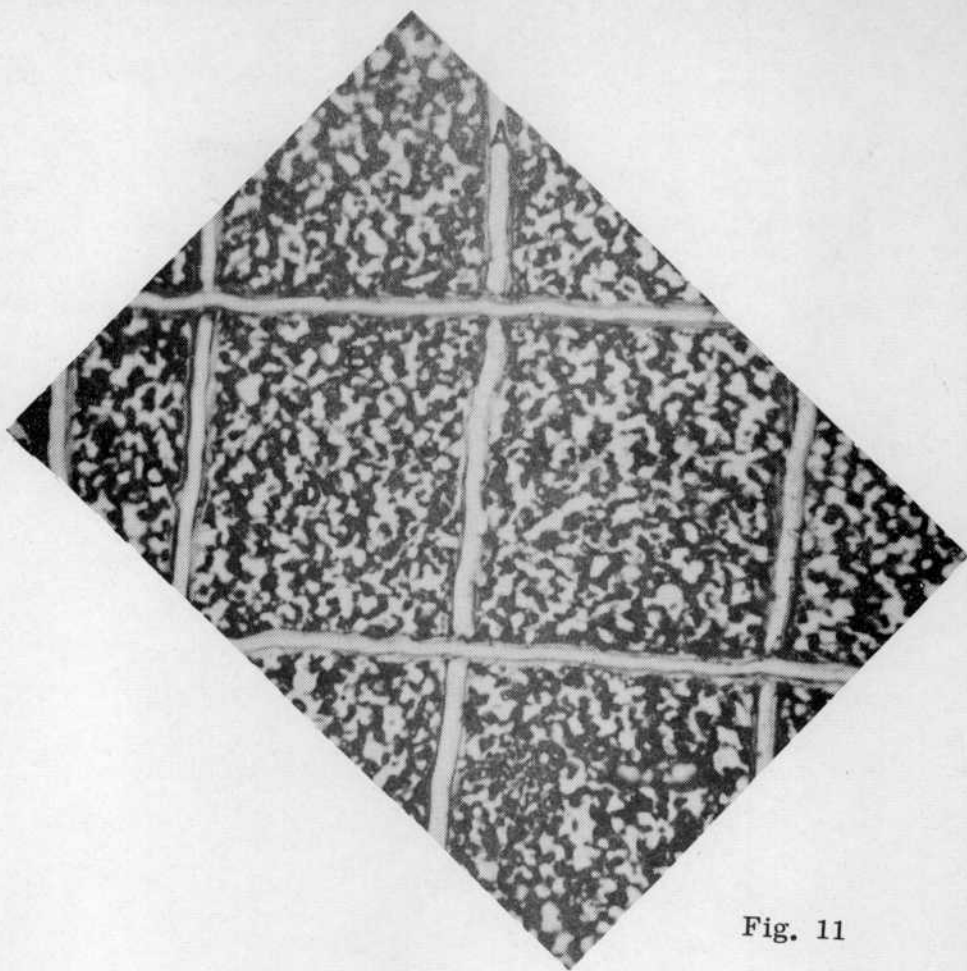


Fig. 11

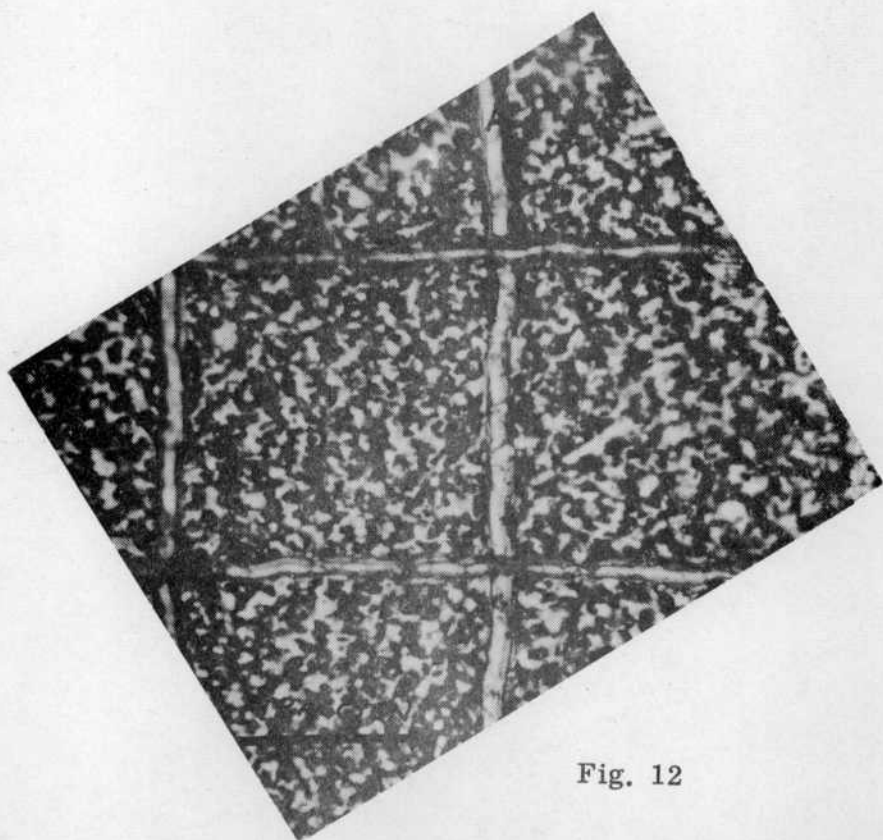


Fig. 12

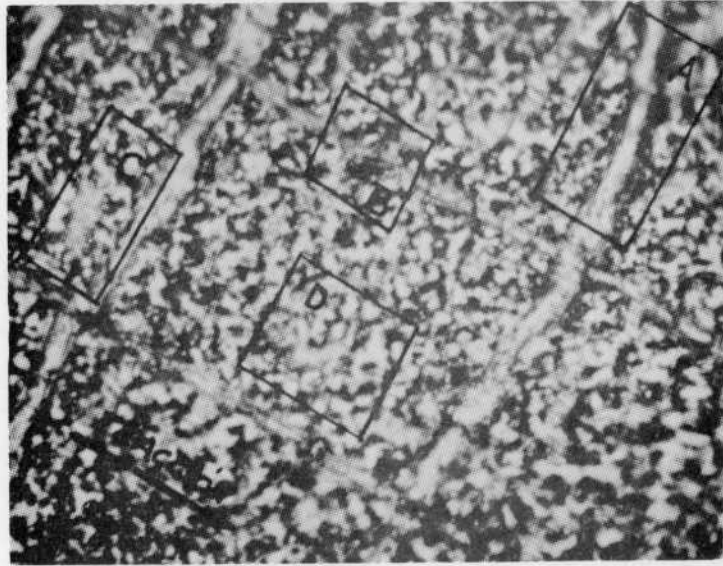


Fig. 13

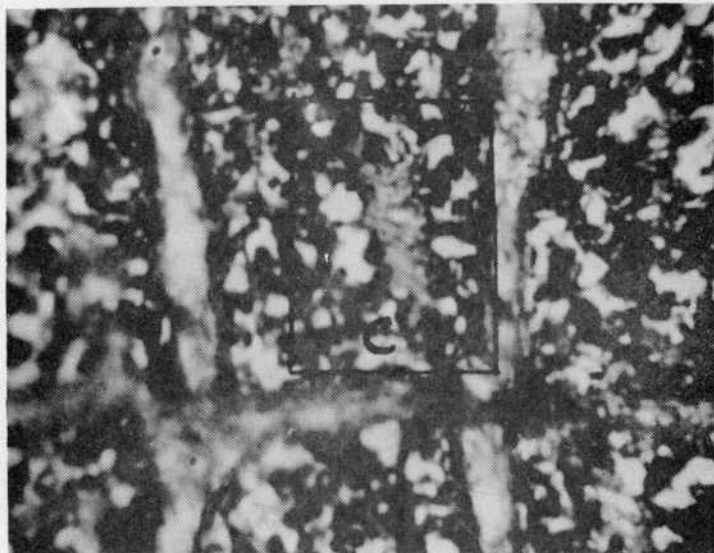


Fig. 14