

24 19



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

"ESTUDIO DE FRACTURA DE ALTA TEMPERATURA EN EL NIQUEL"

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

INGENIERO QUIMICO METALURGICO

P R E S E N T A:

VICTOR HUGO TAPIA RAMIREZ



MEXICO, D. F.

EXAMENES PROFESIONALES
FAC. DE QUIMICA

1986.



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

INDICE

INTRODUCCION	1
I CARACTERIZACION DEL MATERIAL	
1.1 Cambios estructurales en el recocido	5
1.1.1 Recuperación	10
1.1.2 Recristalización	16
1.1.3 Frecimiento de grano	27
1.1.4 Recristalización Secundaria	31
1.2 Preparación de la estructura del Ni 270 para realizar las pruebas de termofluencia	32
1.2.1 Propiedades del Ni 270	32
1.2.2 Tratamiento térmico	35
1.2.3 Determinación del tamaño de grano	35
1.2.4 Determinación de los parámetros de crecimiento de grano, E y n para el Ni 270.	38
II TERMOFLUENCIA	
2.1 Introducción	42
2.2 Etapas de la termofluencia	
2.2.1 Termofluencia primaria o de transición	46
2.2.2 Termofluencia secundaria	46
2.2.3 Termofluencia terciaria	48
2.3 Mecanismos de Termofluencia	
2.3.1 Deformación por deslizamiento	49
2.3.2 Formación de Subgranos	50
2.3.3 Deslizamiento de la frontera de grano	51
2.3.4 Migración de vacancias	53

2.4	Mapas de los mecanismos de deformación	56
2.5	Energía de Activación para Termofluencia Secundaria	58

DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.6	Máquina de Termofluencia	60
2.7	Probeta para la Prueba de Termofluencia	67
2.8	Cálculo de la masa M para producir un esfuerzo σ sobre la probeta	69
2.9	Prueba de Termofluencia	70

III FRACTURA Y CAVITACIÓN

Fractura

3.1	Introducción	73
3.2	Fractura Frágil	75
3.3	Fractura Dúctil	80
3.4	Fractura Intergranular	81
3.5	Fractura de Alta Temperatura	82
3.6	Mapas de los Mecanismos de Fractura	87

Cavitación

3.7	Introducción a la Cavitación	89
3.8	Nucleación de Cavidades	92
3.8.1	Teoría Clásica de Nucleación	93
3.9	Crecimiento de Cavidades en "Quasi-equilibrio"	98
3.10	Crecimiento de una Cavidad en Forma de Grieta	101
3.11	Efecto del flujo por Termofluencia en el crecimiento difusivo de cavidades.	105

3.12	Modelo de Pal y Ashby para el Crecimiento de Cavidades sobre la Frontera de Grano	108
3.13	Teoría de Sinterización y Crecimiento de Cavidades. Modelo de Trifunac	113

IV DETERMINACIÓN DEL DAÑO CAUSADO POR LA CAVITACION Y CINÉTICA DE SINTERIZACIÓN

4.1	Determinación del daño causado por la cavitación.	116
4.2	Histogramas en Área de la distribución de tamaños de cavidades.	125
4.3	Conversión de la distribución de tamaños de cavidades en una distribución en volumen por el método de Schwarz-Salzman.	129
4.4	Recorrido de sinterización de cavidades.	134
4.5	Determinación de la Cinética de Sinterización de Cavidades en el Hierro Puro (Fe 99.99)	140
4.6	Comparación del modelo de Trifunac con los resultados experimentales.	149
4.6.1	Ecuación de Trifunac para un crecimiento en forma lenticular de equilibrio	153

V	CONCLUSIONES	157
---	--------------	-----

	REFERENCIAS	159
--	-------------	-----

INTRODUCCION

La utilización de metales ó aleaciones aplicado en la fabricación de componentes capaces de soportar fuerzas ó cargas externas bajo altas temperaturas motivó el estudio de la termofluencia. Este fenómeno se define como la deformación plástica que tiene lugar a lo largo de un periodo prolongado de tiempo, como resultado de los esfuerzos aplicados a elevadas temperaturas. La fractura en estos materiales bajo condiciones de termofluencia es causada por el crecimiento y la coalescencia de cavidades sobre la frontera de grano. Esta fractura es peligrosa debido al gran deterioro de las propiedades mecánicas y lo sorpresivo de su ocurrencia por la poca deformación plástica que presenta. El fenómeno adquirió importancia para el diseño y la construcción de reactores nucleares por el peligro potencial que una falla de algún componente puede representar para el resto de la planta y sus alrededores. Esto originó el inicio de una constante investigación en la cavitación intergranular a principios de los sesentas. En el sector transporte e industrial resultó también ser de gran importancia debido a las aplicaciones tan comunes; turbinas de vapor, los motores de reacción, compresores y líneas de conducción de vapor de alta presión entre otras.

Algunos autores han propuesto mecanismos para explicar el crecimiento de cavidades basados en procesos controlados por difusión; Chuang, Rice, Ashby, Martínez, Nix y por mecanismos de deformación plástica; Wang, Martínez y Nix.

La sinterización de cavidades se ha convertido en un tema interesante como un método de eliminación de huecos en piezas de fundición ó la restauración de piezas cavitadas expuestas en condiciones de termofluencia, a nivel industrial. En estudios anteriores han utilizado procedimientos que involucran la regeneración de la estructura, el traslado de las fronteras de grano y el uso de una presión hidrostática externa; Stevens, Flewitt y Martínez.

En este trabajo se utilizó níquel puro para el estudio de la cavitación intergranular y la sinterización de cavidades. Una estructura estable y limpia representa una mayor seguridad y facilidad en la interpretación del proceso de nucleación, crecimiento y sinterización de cavidades que un sistema con presencia de impurezas, inclusiones ó una segunda fase.

La respuesta de la propiedades mecánicas de un material sujeto a termofluencia depende fuertemente de su microestructura. Por consecuencia aquí será importante el conocer los cambios estructurales que ocurren por procesos activados térmicamente. En el primer capítulo se hace referencia de los cambios microestructurales durante el recocido y la preparación de la microestructura para realizar las pruebas de termofluencia. En el capítulo II se define el concepto de termofluencia así como sus mecanismos y la prueba de termofluencia. En el capítulo III sobre la fractura, la teoría de nucleación y los modelos teóricos propuestos por: Hull y Rimmer para el crecimiento en cuasi-equilibrio, el de Chuang y Rice como un crecimiento en forma de grieta, ambos para cavidades aisladas sobre la frontera de grano, el de Rai y Ashby para el crecimiento de cavidades sobre la

frontera de grano, el modelo de Needleman y Rice que considera el efecto del flujo por termofluencia en el crecimiento difusivo de cavidades. Se incluye además la ecuación de Trinkaus para la sinterización de cavidades. En el capítulo IV se explica sobre la determinación del defecto crítico por la cavitación y la sinterización de cavidades. Se hace la comparación del modelo de Trinkaus con nuestros resultados para geometrías esféricas y lenticular de equilibrio de las cavidades.

CAPITULO I

CARACTERIZACION DEL MATERIAL

CAMBIOS ESTRUCTURALES DURANTE EL
RECOCIDO

PREPARACION DE LA ESTRUCTURA DEL
NIQUEL 270 PARA REALIZAR EL ESTUDIO
DE LA CAVITACION

1.3 CAMBIOS ESTRUCTURALES EN EL RECOCIDO

Para la elaboración mecánica de los metales se utilizan diversos métodos con los cuales se producen láminas, varillas, barras o perfiles a partir de la deformación de lingotes. Materiales con buenas propiedades mecánicas son obtenidos al pasar el metal entre rodillos cilíndricos, en el proceso de laminación, al presar entre un par de matrices en el proceso de forja, la compresión a través de un dado en el trefilado. Con estos procedimientos se obtienen características importantes como son su homogeneidad (ausencia de discontinuidades como rechupes, sopladuras, etc.) y una estructura granular más satisfactoria.

Durante la deformación se producen cambios en la morfología del grano, además de una generación y movimiento de dislocaciones. El movimiento de estas, a través del grano por sus sistemas de deslizamiento llegan ha interceptarse unas con otras. La interacción de dislocaciones, en consecuencia, produce complejas distribuciones que dificultan el paso de otras, haciendo que aumente el esfuerzo de fluencia. Este proceso se denomina endurecimiento por deformación. Debido a la deformación, además de sufrir un cambio en su forma, los granos se reorientan preferencialmente. Así se generan las propiedades direccionales de algunos materiales. Por lo anterior se hace necesario que entre cada deformación se induzca un ablandamiento para así poder realizar una posterior deformación.

Las propiedades de los metales dependen de su

microestructura. La deformación y el recocido son importantes procesos para efectuar cambios estructurales efectivos y un cambio resultante en sus propiedades.

El estado de un metal deformado en frío, produce una condición de alta energía interna, que en uno sin deformar. El recocido de un metal deformado involucra una variedad de procesos a través de los cuales el estado de deformación en frío es transformado continuamente a uno de menor energía. Cuando se aumenta la temperatura en tal estado, se activa la autodifusión permitiendo el regreso a un estado de menor energía.

Durante el recocido pueden ocurrir las transformaciones conocidas como recuperación, recristalización y crecimiento de grano, como se muestra en la figura 1.1. El primer proceso, denominado recuperación, usualmente se define como la restauración de las propiedades físicas de un metal deformado en frío. Aquí la restauración se produce por tiempos y temperaturas de tratamiento térmico que no causen modificaciones apreciables en la microestructura III. Se considera que en la recuperación se eliminan defectos de punto y lineales. Aquí se producen una reducción de las tensiones residuales y cambios en las propiedades eléctricas. Durante la recuperación se observa un aumento en la conductividad eléctrica, en la permeabilidad magnética y en las tensiones internas disminuyen.

Las propiedades que son controladas por dislocaciones no son afectadas a temperaturas de recuperación. Así, como no hay cambios en la textura del metal deformado en frío a causa de que no hay migración de fronteras de ángulos altos.

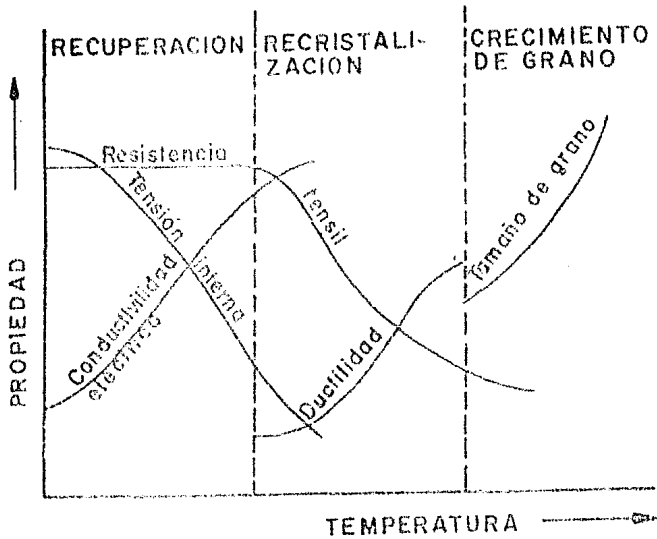


Fig. 1.1 Muestra los procesos de recuperación, recristalización y crecimiento de grano y los cambios significativos de propiedades en cada región.

Sólo las imperfecciones más móviles, pueden experimentar una reordenación ~~en la red~~. Se supone que se eliminan primeramente las vacancias y los átomos intersticiales existentes en las bandas de deslizamiento y que también pueden aniquilarse algunas dislocaciones de signo opuesto. Sin embargo, no se eliminan la mayor parte de dislocaciones ni la energía de deformación.

Algunas de las aplicaciones del recocido de recuperación es la eliminación de las tensiones del metal deformado en frío, para evitar agrietamiento por corrosión bajo tensión ó para reducir al mínimo las distorsiones producidas por las tensiones residuales.

En la recristalización, la cual se lleva a cabo principalmente por la migración de límites de grano de ángulos altos, causa una gran reorientación local. El reemplazamiento de la estructura deformada en frío, por una nueva de granos sin deformar se efectúa por medio de procesos de nucleación y crecimiento. Las principales propiedades que se restauran como se muestran en la figura 1.1 son: la disminución de la dureza, aumento en la ductilidad, la densidad de dislocaciones decrece considerablemente y los efectos de endurecimiento por deformación son eliminados.

Después de que ha ocurrido la recristalización de los granos completamente, un recocido adicional produce un incremento en el tamaño promedio de estos. Este último proceso denominado crecimiento de grano, se lleva a cabo por la migración de límites de grano en el agregado. A causa de que el volumen total de granos es constante, el incremento en el tamaño promedio de estos, es establecido por una disminución del número de ellos.

Por consecuencia su crecimiento reduce el total de la frontera de grano en la muestra.

La estructura de grano fino producida en la recristalización primaria puede experimentar un crecimiento de unos pocos granos, si se le somete a una temperatura más elevada. Este proceso se denomina usualmente como recristalización secundaria. Esto ocurre por la rápida migración de los límites creando granos secundarios muy grandes que avanzan a expensas de los ya recristalizados primarios. Los granos secundarios son más perfectos, esto es, disminuye aun más la densidad de dislocaciones remanentes de la recristalización primaria. La fuerza que impulsa al crecimiento de grano es: el decaimiento de la energía libre resultado de la disminución del área de la frontera de grano real, al incrementarse el tamaño de este.

1.1.1 RECUPERACION

Varias propiedades presentan características muy similares en su velocidad de recuperación isotérmica. El cambio de propiedades es alta al principio, decrece gradualmente conforme progresa la recuperación y en tiempos prolongados la velocidad de cambio es despreciable. Como se muestran en las gráficas de las figuras 1.2 y 1.3, en la disminución de la resistividad eléctrica y el endurecimiento por deformación residual en función del tiempo para varias temperaturas de recocido.

La recuperación de diferentes propiedades puede ocurrir a muy diversas velocidades. Así, un metal deformado en frío puede mostrar un completo espectro de fenómenos de recuperación. Esto puede corresponder a la serie de cinéticas de procesos complicados representadas por diferentes curvas de recuperación.

Estos cambios observados en las propiedades indican que, la velocidad de recuperación isotérmica es inversamente proporcional al tiempo de recocido tal que, [1];

$$dR/dt = a / t \quad (1-1)$$

donde R es la fracción de recuperación, t es el tiempo de recocido isotérmico y a es una constante dependiente de la temperatura. Así, para una temperatura determinada, la fracción de recuperación R es por integración de (1-1)

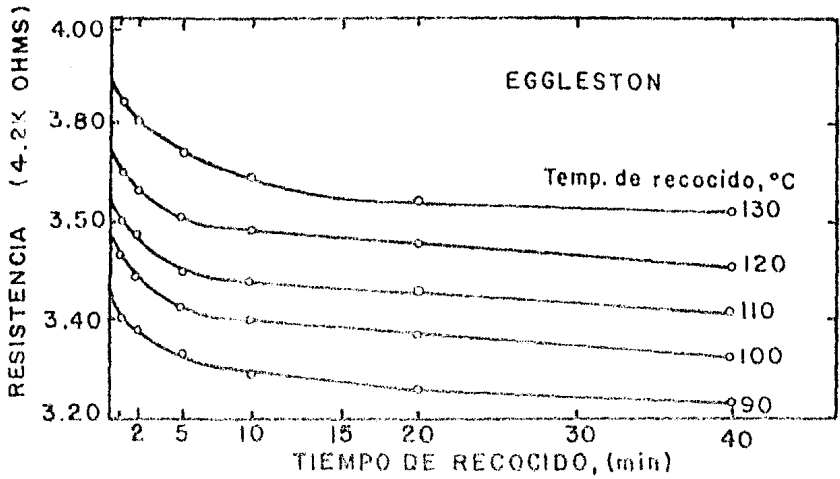


Fig.1.2 Cambio en la resistencia eléctrica en función del tiempo durante el recocido isotérmico para el cobre deformado en tensión.

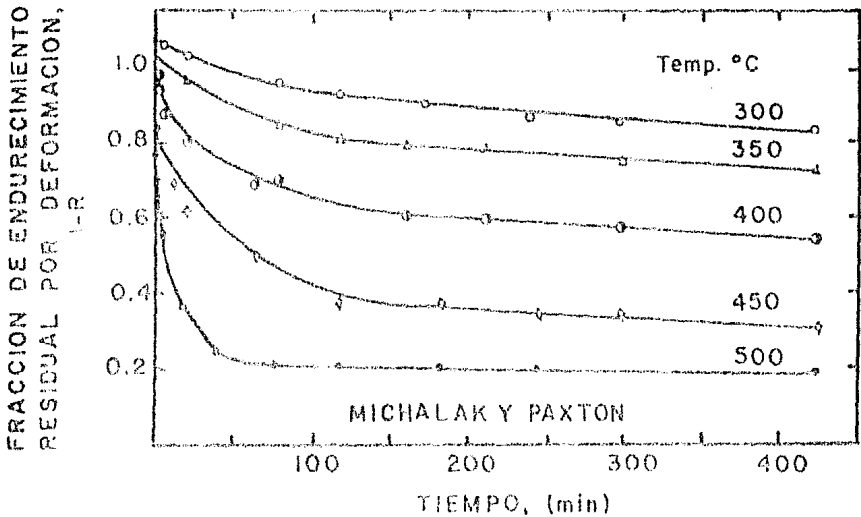


Fig. 1.3 Cambio en el endurecimiento residual por deformación en función del tiempo durante el recocido isotérmico a varias temperaturas, — para el Fe deformado 5% en tensión a 0°C

$$R' = a \ln t + b \quad (1-2)$$

donde b es una constante dependiente de la temperatura. La ecuación (1-2) muestra que si la fracción de recuperación R' es graficada contra el tiempo t de recocido en escala logarítmica, se obtiene una línea recta en la cual a viene a ser la pendiente y b la intersección de dicha recta.

La dependencia de la velocidad del proceso con la temperatura es generalmente del tipo Arrhenius, es decir, para la velocidad de cambio de alguna propiedad x , será

$$dx/dt \text{ ó } 1/t = A \exp(-Q/RT) \quad (1-3)$$

donde A es una cantidad cte, Q es la energía de activación para el proceso concerniente, R es la cte. de los gases y T la temperatura absoluta. Tomando el logaritmo de ambos lados de la ecuación (1-3), obtenemos

$$\ln(1/t) = \ln A - Q/RT \quad (1-4)$$

Así, cuando la velocidad δ ($1/t$) es graficada sobre escala logarítmica contra $1/T$, la pendiente de la línea recta es Q/R y la energía de activación Q , es obtenida.

La figura 1.4 muestra la dependencia de la temperatura con el tiempo requerido para recuperar la dureza por deformación en un cristal de Zinc (cortado) a varias fracciones de recuperación R' .

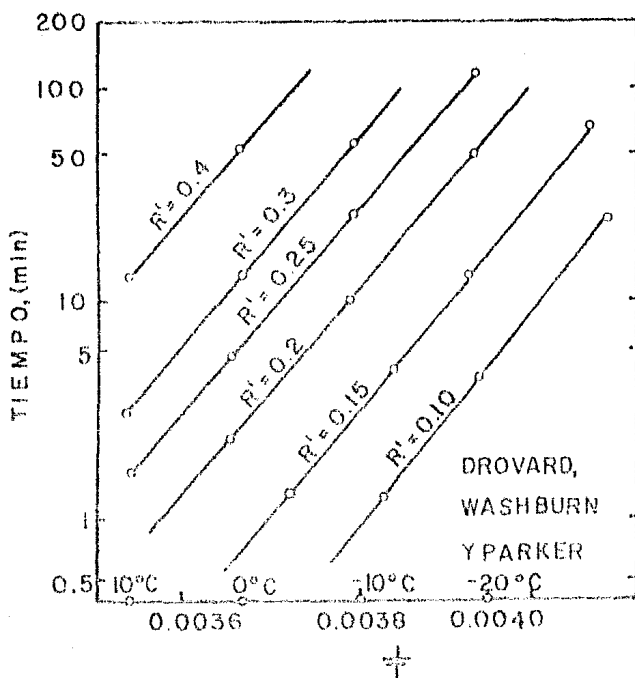


Fig.1.4 Dependencia de la temperatura con el tiempo de recocido isotérmico requerido para varias fracciones de recuperación en cristales individuales de Zn deformado a -50°C en corte puro.

De los trabajos de Broger, Washburn y Parker, (1) no significaron cambios en las pendientes de las líneas que fueron detectadas para rangos de recuperación de (R^2 0.1 a 0.4). El valor promedio de la pendiente o energía de activación para el proceso fue de 20 Kcal/mol ó 83.8 KJ/mol. Esto corresponde a la energía de activación por auto-difusión en la dirección del eje C de un zinc hexagonal. Suponiendo que el movimiento de vacancias en la red en la dirección del eje C, puede controlar la velocidad de los procesos de recuperación.

La aniquilación de dislocaciones de dipolo, es uno de los mecanismos que restablecen las propiedades de los metales deformados en frío. La aniquilación de dipolos puede ser descrita por una simple cinética de segundo orden

$$\frac{d\zeta}{dt} = -K\zeta^2 \quad (1-5)$$

ζ es la densidad de dipolos.

La misma cinética puede ser usada para describir aproximadamente la disminución de la densidad de dislocaciones durante el recocido. Por integración de la ec. (1-5) se obtiene

$$\zeta^{-1} - \zeta_0^{-1} = Kt \quad (1-6)$$

donde ζ_0 y ζ son la densidad de dislocaciones antes y después del recocido respectivamente y K una cte.

Para tiempos prolongados ($t \ll \zeta_0$) entonces la ecuación (1-6) nos da

$$\xi^{-1} = Kt \quad (1-7)$$

δ

$$d\xi / dt = -1 / Kt^2 \quad (1-8)$$

Los resultados de las investigaciones muestran que la energía almacenada por deformación en frío de un metal es proporcional a la densidad de dislocaciones.

La recuperación isotérmica de varias propiedades muestra características comunes [1]:

- 1.- No hay periodo de incubación.
- 2.- La velocidad de cambio es alta en un principio y disminuye al transcurrir el tiempo.
- 3.- A tiempos prolongados, las propiedades se aproximan a sus valores de equilibrio muy gradualmente.

Esta cinética indica que la velocidad de recuperación isotérmica es inversamente proporcional al tiempo de recocido.

Así, para una temperatura determinada, el total de recuperación es una función lineal de el logaritmo del tiempo.

Esta misma cinética es observada para el crecimiento poligonal y cristales poligonizados. Uno de los más importantes mecanismos microscópicos de recuperación es la aniquilación de dislocaciones de dipolo, la disminución de la densidad de dislocaciones y la liberación de energía almacenada. Durante el recocido pueden todas ellas ser representadas por una simple cinética de segundo orden.

1.1.2 RECRISTALIZACION

La recristalización ó recristalización primaria, ocurre por la nucleación y crecimiento de nuevos granos a expensas de la matriz deformada, [2]. Es observado comúnmente un periodo de incubación durante el cual es viable la formación de núcleos en sitios preferenciales. El crecimiento de los embriones cristalizados es irreversible en este periodo de incubación. La figura 1.5 muestra una curva de recristalización; manteniendo constante la temperatura de recocido, intensidad de deformación en frío, composición de la aleación y tamaño de grano. Como es mostrado aquí, durante los primeros momentos los embriones deberán adquirir un tamaño crítico después del cual crecerán con mayor velocidad. Mientras esto pasa, los embriones no son capaces de redisolverse debido a que no existe un procedimiento para crear de nuevo la estructura distorsionada cargada de dislocaciones que reemplazó el embrión. Simplemente esperan otra fluctuación térmica para aumentar su contenido energético. Si la temperatura es lo suficientemente elevada la nucleación puede tener lugar sin incubación, [3]. Estos núcleos son esencialmente libres de deformación y sus alrededores o parcialmente sus alrededores, están en un estado primitivo de deformación por fronteras de alto ángulo, las cuales son altamente móviles. Ellos son capaces de crecer por la migración de sus fronteras de alto ángulo fuera del centro de curvatura de la frontera dentro de la matriz. La energía impulsora para la recristalización es almacenada durante la deformación.

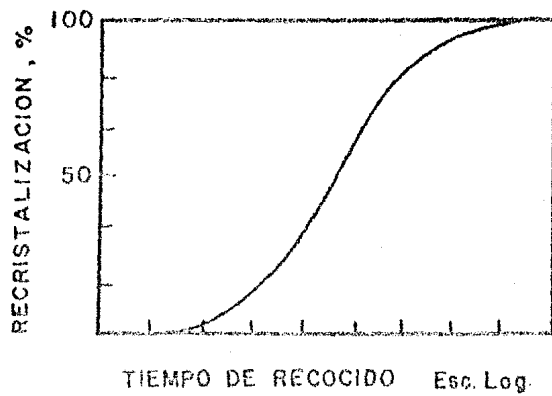


Fig. 1.5 Curva típica de recristalización isotérmica, [1].

VARIABLES QUE AFECTAN A LA RECRISTALIZACIÓN.

Para aplicaciones prácticas, la importancia de conocer las variables que afectan a los procesos de recristalización, se establecieron las siguientes ideas que son conocidas como, [1,4,5]:

"Leyes de ingeniería de la recristalización".

- 1.- Un mínimo de deformación es necesario para causar recristalización.
- 2.- En la disminución del grado de deformación, induce a el aumento en la temperatura requerida para causar recristalización.
- 3.- Al incrementar el tiempo de recocido disminuye la temperatura necesaria para la recristalización. Sin embargo, la temperatura es más importante que el tiempo. Doblando el tiempo de recocido es aproximadamente equivalente a incrementar la temperatura de recocido por 10 °C.
- 4.- El tamaño de grana final depende principalmente sobre el grado de deformación y para una menor extensión en la temperatura de recocido. En un mayor grado de deformación y una menor temperatura de recocido, produce un pequeño tamaño de grano recristalizado.
- 5.- A un mayor tamaño de grano original, mayor grado de deformación es requerido para producir una temperatura equivalente de recristalización.

- 6.- La temperatura de recristalización decrece con el incremento en la pureza del metal. La adición de una solución sólida a una aleación, siempre sube la temperatura de recristalización.
- 7.- El total de la deformación requerida para producir el comportamiento equivalente en la recristalización, se incrementa con la temperatura de trabajo.
- 8.- Para una reducción determinada de la sección transversal, diferentes procesos de conformado de metales así, como laminación, trefilado, etc., producen algunas diferencias efectivas en la deformación. Por lo tanto, no se pueden obtener comportamientos idénticos de recristalización.

La temperatura de recristalización depende de varios factores, unos de los cuales son los siguientes, [6]:

- 1.- La intensidad de la deformación plástica.
- 2.- El tamaño de grano previo a la deformación plástica.
- 3.- La temperatura a la cual la deformación plástica ocurre.
- 4.- El tiempo para el cual el metal deformado plásticamente es calentado para lograr la recristalización.
- 5.- La presencia de elementos disueltos ó sin disolver.

Además una de las principales variables que influyen en éste proceso, es el total de recuperación ó poligonización previa a el principio de la recristalización.

Una definición sobre la temperatura de recristalización para una aleación determinada y deformada intensamente en frío es: aquella en la que recristaliza totalmente en un tiempo aproximado de una hora [7].

Emética y clasificación de las teorías de recristalización.

Si la fracción de volumen del material recristalizado es graficado en función del tiempo durante el recocido isotérmico, la forma típica es como la mostrada en la fig. 1.5. El punto inicial de la curva corresponde al período de incubación durante el cual se establece la nucleación para la recristalización que tiene a ser formada. Esto es seguida por un período de rápido crecimiento de los nuevos granos a una velocidad aproximadamente cte. En tiempos prolongados el número de granos recristalizados aumenta, originando una disminución en su velocidad de crecimiento.

Las más ampliamente teorías fenomenológicas citadas de recristalización son las de Johnson y Nohl [8] y de Avrami [9]. Las cuales asumen que después del período de incubación la velocidad de crecimiento es lineal con el tiempo y que la frecuencia de nucleación es inversamente proporcional al tiempo promedio de incubación. Ellos usan esencialmente el mismo tratamiento al problema (En el cual, sólo difieren en la suposición sobre la forma en que, la frecuencia de nucleación es una función de el tiempo de incubación) y arriban a las mismas ecuaciones básicas.

La fracción de volumen recristalizado X_v , puede expresarse para recristalización isotérmica como

$$X_v = B t^k \quad (1-9)$$

Sin embargo, la ecuación (1-9), no representa fielmente a este proceso ya que para tiempos prolongados la velocidad de crecimiento es menor a la que se expresa en esta ecuación. Si usamos la expansión $1 - \exp(-y) \approx y$, $y \ll 1$ además para $t \rightarrow \infty$ ocurre que $X_v(t) \rightarrow 1$, obtendremos la forma válida para una distribución a la azar para tiempos cortos y largos

$$X_v = 1 - \exp(-Bt^k) \quad (1-9.1)$$

Johnson, Mehl y Avrami derivan la ecuación 1-9.1 para diferentes formas de recristalización:

Tipo de Recristalización	Johnson y Mehl $\dot{N} = \text{cte.}$	Avrami $\dot{N} = \dot{N}_0 \exp(-\beta T)$
3 Dimensiones (bulk)	$X_v = 1 - \exp(-fG^3 \dot{N} t^4 / 4)$	$X_v = 1 - \exp(-Bt^k)$ $3 \frac{k}{k-1} \frac{1}{k-1}$
2 Dimensiones (lámina)	$X_v = 1 - \exp(-fG^2 \dot{N} t^3 / 3)$	misma ecu. de arriba $2 \frac{k}{k-1} \frac{1}{k-1}$
1 Dimension (alambre)	$X_v = 1 - \exp(-fG \dot{N} t^2 / 2)$	misma ecu. de arriba $1 \frac{k}{k-1} \frac{1}{k-1}$

Donde:

- Xv fracción de volumen recristalizado
- t tiempo isotérmico de recocido
- \dot{N} frecuencia de nucleación
- f factor de forma
- G velocidad de crecimiento
- δ la menor dimensión de la muestra, así como espesor de la lámina ó diámetro del alambre
- \dot{N} número de sitios de nucleación
- V frecuencia de nucleación de cada sitio
- τ tiempo de incubación.

En la ecuación de la forma general (La ec. de Avrami), B y k son parámetros dependientes sobre el tiempo de recristalización.

Por ejemplo, en la recristalización de tres dimensiones, $B = (G^3 \dot{N} / 4k) \delta^3$. Estas ecu. fenomenológicas derivadas, asumen que, \dot{N} y G son independientes del tiempo. De acuerdo a la teoría de Johnson y Mehl, \dot{N} debe ser evaluado experimentalmente, mientras que Avrami asume que \dot{N} disminuye con el tiempo de incubación en una forma explícita.

Los resultados de los estudios de la cinética de recristalización son usualmente representados en una gráfica del log-log del volumen de recristalización contra el tiempo isotérmico de recocido.

Rearreglando la ec. 1-9.1 y obteniendo el logaritmo

$$\ln (1 - X_v) = - B t^k \quad (1-9.2)$$

o

$$\ln (1 / 1 - X_v) = B t^k \quad (1-9.3)$$

$$\text{Entonces } \log \ln (1 / 1 - X_v) = \log B + k \log t \quad (1-9.4)$$

Así, graficando $\ln (1 / 1 - X_v)$ y t en escala logarítmica, una línea recta puede ser obtenida, donde B será la intersección y k la pendiente de la línea recta. Un ejemplo es la figura 1.6. Aquí se muestra una desviación de las curvas marcadas con temperaturas de 155 y 130 °C, que se presenta debido a una retardación en la recristalización. Esto originado por lo que se conoce como recuperación concurrente durante este proceso. Usualmente ocurre un traslapeamiento entre los procesos de recuperación y recristalización y entre recristalización y crecimiento de grano. Esta recuperación concurrente, acontece en la matriz sin recuperar que durante la recuperación progresa y viene continuamente a reducir la energía disponible para el crecimiento de los granos recristalizados (11). Esto es un buen ejemplo que muestra que la recuperación y recristalización son procesos competitivos durante el recocido que dependen sobre el material, su pureza, condiciones de procesamiento y otros factores.

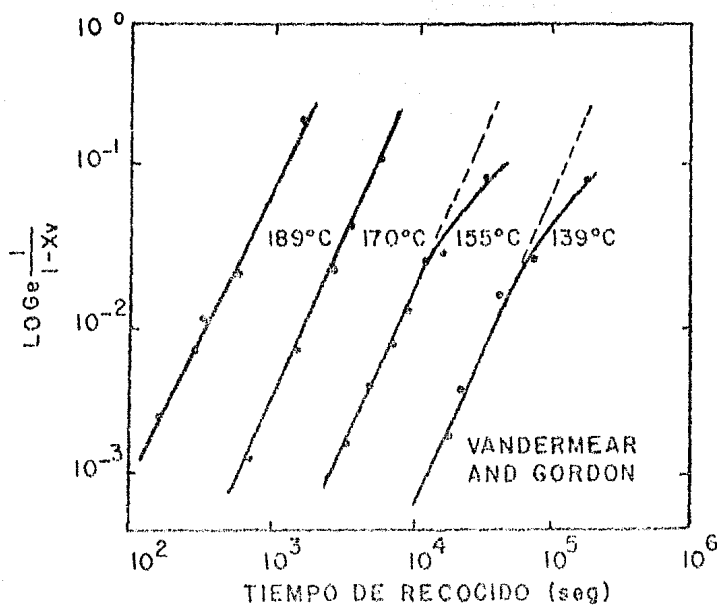


Fig. 1.6 Cinética de recristalización para la zona de refinación del aluminio, conteniendo 0.0069% atómico de cobre deformado 40% por laminación a 0°C para cada caso de recocido isotérmico indicando su temperatura.

Una relación típica entre la velocidad de reacción y la temperatura en grados kelvin es

$$\text{velocidad} = A \exp(-B/T) \quad (1-10)$$

o

$$1/\tau = A \exp(-E_a / RT) \quad (1-10.1)$$

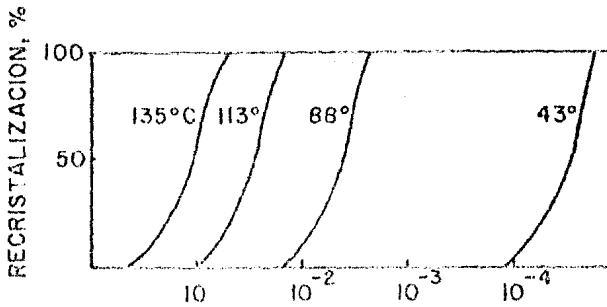
donde:

- τ tiempo requerido para una fracción determinada de recristalización. τ puede ser 50 %
- A cte. pre-exponencial
- R cte. de los gases $R = 1.987 \text{ cal/mol}^\circ\text{K}$
- T temperatura en grados Kelvin
- E_a Energía de activación para la recristalización en cal/mol

El significado físico de E_a no es completamente entendido, pero es probable que sea la suma de las energías de activación de diversos procesos involucrados en la recristalización [10].

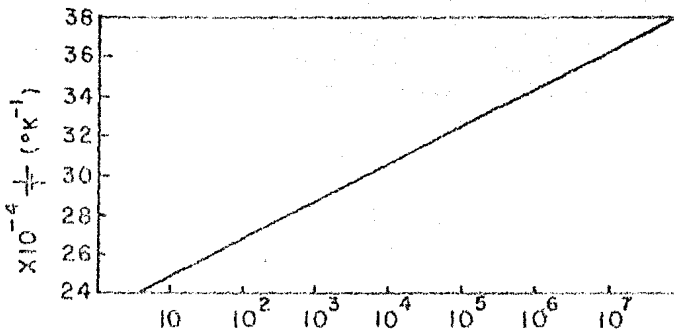
La ec. 1-10 puede ser graficada para varias temperaturas de tratamiento como lo muestra la fig 1.7 .

Si graficamos el logaritmo del tiempo para el 50 % de recristalización a varias temperaturas contra $1/T$ se obtiene una línea recta. fig 1.8 .



TIEMPO DE CALENTAMIENTO, (min)

Fig. 1.7 Recristalización isotérmica del cobre puro del 99.999% Laminado en frío (98%)



TIEMPO PARA UNA RECRISTALIZACION DEL 50%

Fig. 1.8 Representación por extrapolación de los datos obtenidos de las cuatro curvas de la fig. 1.7

1.2.1. RECRISTALIZACIÓN DE GRANO

De adicional evidencia de que la recrystalización se ha completado causa un incremento en el tamaño de grano. El proceso conocido como crecimiento de grano es realizado por la migración de las fronteras de grano. Este puede adicionalmente ser clasificado dentro de dos tipos "Normal ó continuo crecimiento de grano" y "Anormal ó discontinuo crecimiento de grano", también conocido como "Recristalización secundaria". La energía impulsora para el crecimiento es la energía interfacial de la frontera de grano, la magnitud de ésta es muy pequeña. Una estimación de la energía liberada para un aumento diez veces el diámetro promedio de grano de 10 a 100 micras, es del orden de 0.2 cal/cm³. Esto es aproximadamente 1/100 de la energía almacenada de la deformación en frío que es liberada previamente para ó durante la recrystalización. En contraste a el crecimiento de los nuevos granos en recrystalización, la frontera migra hacia el centro de curvatura en este proceso.

La cinética de crecimiento isotérmico de grano para metales puros y aleaciones de una fase fué establecida primero por Beck (11) de acuerdo con la ecuación empírica

$$D = K t^{\eta} \quad (1-11)$$

donde D, es el diámetro promedio de grano; t, es el tiempo de recocido y K y η son parámetros dependientes sobre el material y temperatura. Así, el log D, es graficado contra log t, una línea recta puede observarse, en la cual K será la intersección y η la pendiente, fig. 1.9.

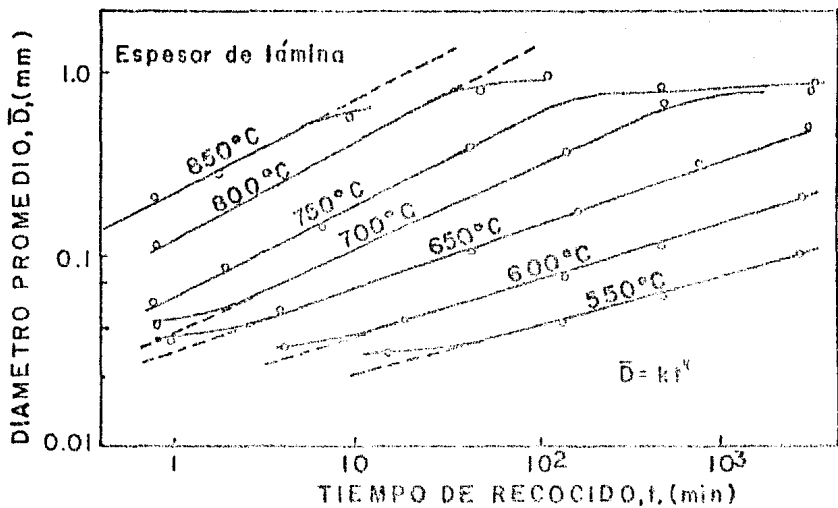


Fig. 1.9 Crecimiento de grano en la zona de refinación del Fe durante el recocido isotérmico.

Existe una desviación de la línea recta a tiempos de recocido cortos y bajas temperaturas, fig. 1.9. A causa de que la ec. 1-11 requiere que $D = 0$ a $t = 0$, lo cual no es el caso en crecimiento de grano. Es frecuente expresar de la forma [5,10]

$$D^{1/\eta} - D_0^{1/\eta} = C t \quad (1-11.1)$$

donde D_0 se refiere al diámetro de grano inicial antes de crecer y C es un parámetro similar a k en la ec. 1-11. En [5] a esta ec. la proponen como

$$C = k = 4 \gamma \Omega M / \delta \alpha$$

en donde γ , energía en la frontera de grano; Ω , volumen atómico; M , movilidad; δ , espesor de la frontera; α , cte. de proporcionalidad aprox. igual a 1.

El exponente η es usualmente < 0.5 , excepción de pocos casos y es 0.5 cerca de la temperatura de fusión. Los datos de crecimiento de grano en la literatura indican claramente que una ley parabólica de crecimiento es raramente observada experimentalmente. En metales de ultra alta pureza y altas temperaturas de recocido se alcanzan valores de 0.5, tabla I.

TABLA I

Metal	Temperatura °C	n	k^1 $\text{mm}^{1/n}/\text{min}^{-1}$
Aluminio (99,99 %)	400	0,1	3 E-9
	500	0,2	3 E-5
	500	0,5	3 E-1
Latón 70 Cu - 30 Zn	500	0,5	1,3 E-10
	600	0,2	6 E-5
	700	0,5	6 E-7
Hierro	500	0,1	2 E-15
	600	0,2	6 E-11
	800	0,5	4 E-4
Acero 1080	740	0,1	5 E-16
	870	0,2	1 E-9
	980	0,25	2 E-6

$D^{1/n} - D_0^{1/n} = k^1 t$; D y D_0 diámetros final e inicial en (mm),
exponente de crecimiento de grano, k^1 constante experimental y t
tiempo de recocido en (min). [10].

1.1.4 CRECIMIENTO DE GRANO ANORMAL O RECRISTALIZACIÓN SECUNDARIA

Esto usualmente ocurre bajo una ó más de las siguientes condiciones: 1) Hay una fina dispersión de la segunda fase; 2) Existe una fuerte y singular orientación en la textura y 3) Los granos primarios tienden a alcanzar el tamaño límite impuesto por el espesor de la lámina. Si alguna de las condiciones de arriba es lo suficientemente fuerte para inhibir el crecimiento general de los granos, el crecimiento anormal tiene lugar. Esto ocurre cuando la temperatura es lo suficientemente alta para admitir a unos pocos granos a vencer la fuerza inhibitoria y crecer desproporcionadamente [11]. Un requisito para el crecimiento anormal ó recrystalización secundaria es, por consiguiente la estabilidad de la matriz.

Del mismo modo la recrystalización primaria y los procesos de recrystalización secundaria, consisten de nucleación y crecimiento. Un periodo de incubación y crecimiento es usualmente observado. Así, la cinética de ambos procesos son enteramente similares.

1.1 PREPARACION DEL NIQUEL 270 PARA REALIZAR LAS PRUEBAS DE TERMOFLUENCIA

Para un adecuado estudio de la cavitación intergranular a temperaturas altas se requirió de una estructura estable y tamaño de grano grande. El material recibido fue níquel puro (designación comercial Ni 270, ASTM-F239), laminado. La figura 1.10 muestra la estructura del grano deformado severamente indicando la dirección del laminado sufrida. Con el propósito de regenerar esta estructura, se realizó un recocido al vacío.

1.2.1 PROPIEDADES DEL NIQUEL 270

Algunas de las propiedades de este material son la siguientes [11]:

Estructura FCC, Densidad 8.88 g/cc. a 20 °C, Temperatura de Fusión 1454 °C.

Composición Química: 99.97 min Ni, 0.02 max C, 0.005 max Fe, 0.001 max Cu, 0.001 max Mn, 0.001 max Si, 0.001 max S, 0.001 max Co, 0.001 max Cr, 0.001 max Ni, 0.001 max Ti.

Propiedades Mecánicas; Módulo de Young en tensión 207 GPa, Lámina recocida; resistencia tensil 345 MPa, Punto de fluencia 110 MPa, Elongación 45 %, Pureza 30 HRB.

La temperatura de recristalización es mostrada en la figura 1.11 para diferentes grados de deformación en un tiempo de 30 minutos.

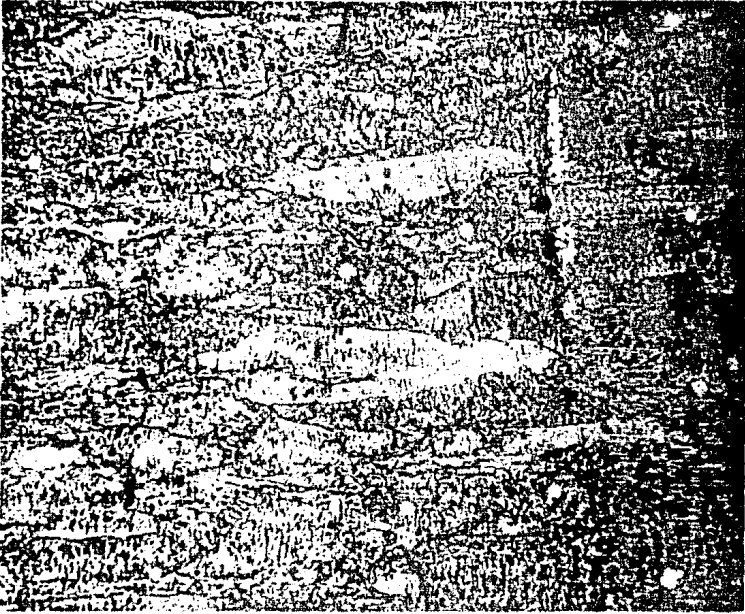


Fig. 1.10 Microestructura del níquel 270 que muestra la dirección de la deformación sufrida. Atacada químicamente en ácido acético más ácido nítrico 1:1. Fotomicrografía óptica 100X.

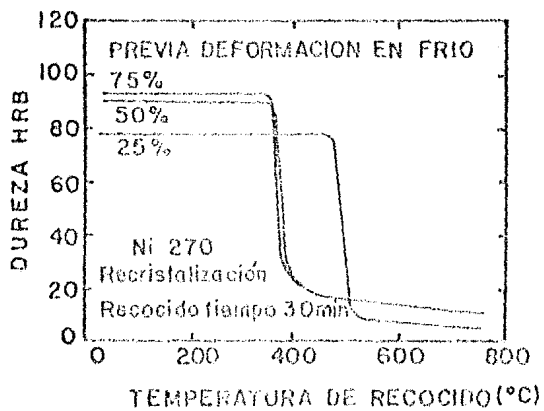


Fig. III

1.2.2 TRATAMIENTO TÉRMICO

El tratamiento térmico realizado al material de llegada, fué un recocido al vacío (0.001 torr aprox.) a una temperatura de 1000 °C con un tiempo de permanencia de 7 horas . El enfriamiento fué dentro del horno manteniendo el vacío hasta que la temperatura descendió por abajo de 100 °C. El ciclo térmico es mostrado en la figura 1.12 . La estructura del material obtenida después del tratamiento de crecimiento de grano es mostrado en la figura 1.13

1.2.3 DETERMINACION DEL TAMAÑO DE GRANO

La medición del tamaño de grano se efectuó por el método Planimétrico de Jofferies, en el cual se hace el conteo de granos contenidos dentro de una Área de 5000 μm^2 de un círculo de 79.8 mm de diámetro sobre una fotografía a 100 X. El número de granos dentro del área es igual a la semisuma del número de granos interceptados por el perímetro, más el número de granos incluidos completamente. Así, el número de granos por milímetro cuadrado es igual al producto de un factor k para 100 X , 112,133 y el número de granos determinados dentro del círculo.

Se determinó el diámetro de grano promedio de 0.23 mm para la muestra recocida al vacío durante 7 hrs. a 1000 °C.

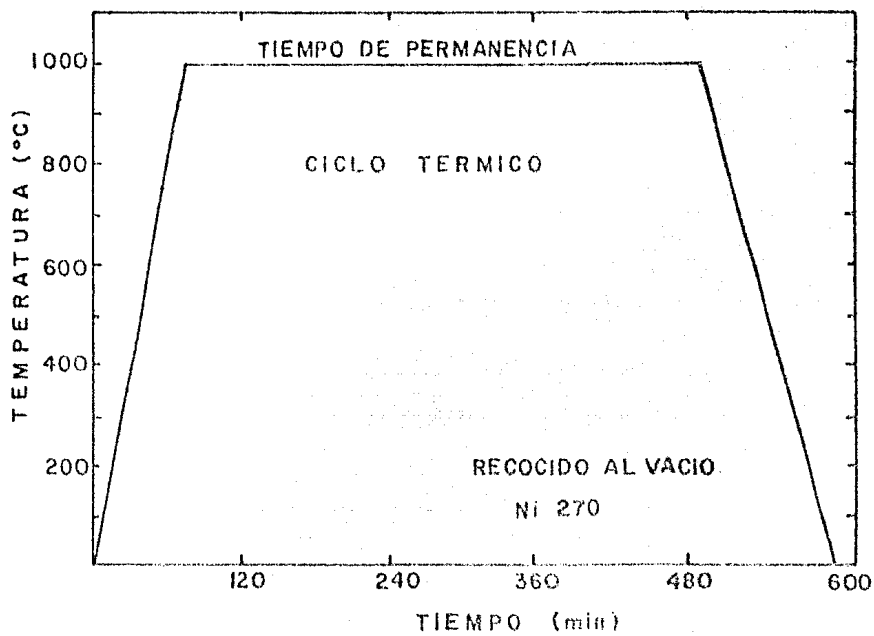


Fig. I.12



Fig. 1.13 Recristalización y crecimiento de grano en el níquel 270 deformado en frío. Recocido al vacío a 1000 °C durante 7 horas. Atacada químicamente en ácido acético más ácido nítrico 1:1 . Fotomicrografía óptica 100X.

DETERMINACION DE LA CONSTANTES k Y EL EXPOENTE n EN LA
 KINETICA DE CRECIMIENTO ISOTERMICO DE GRANO DEL Ni 270

La ecu. (11) de crecimiento de grano puede adoptar la forma:

$$p^{1/n} = kt^n \quad (1-11.2)$$

De esta manera se preparo el recubrido de cuatro muestras de Ni 270 maquinado a diferentes tiempos y a la misma temperatura. Estas se colocaron dentro de un horno tipo enfia cuando este alcanzó una temperatura de 1000 °C, despues del tiempo de procesamiento requerido para cada una, se retiraron para enfriarse a temperatura ambiente. Para determinar el tamaño de grano promedio para cada muestra se midió el diámetro mayor para cada grano sobre una lamina de cobre con una magnificación de 100 X. De esta manera obteniendo $p^{1/n}$ vs. t^n se calculó la constante k como la pendiente y el exponente n por medio del ajuste de varias líneas rectas por mínimos cuadrados a diferentes valores de n . Esta gráfica es mostrada en la figura 1.14.

Se debe considerar que el material inicial al ser calentado presenta los estados de recuperación y recristalización; este último proceso ocurre a 320 °C durante la primera hora de serrecido. Debido a que, las muestras de níquel fueron introducidas al horno cuando este alcanzó la temperatura de 1000 °C, todos los procesos ocurrieron en los primeros minutos del recubrido.

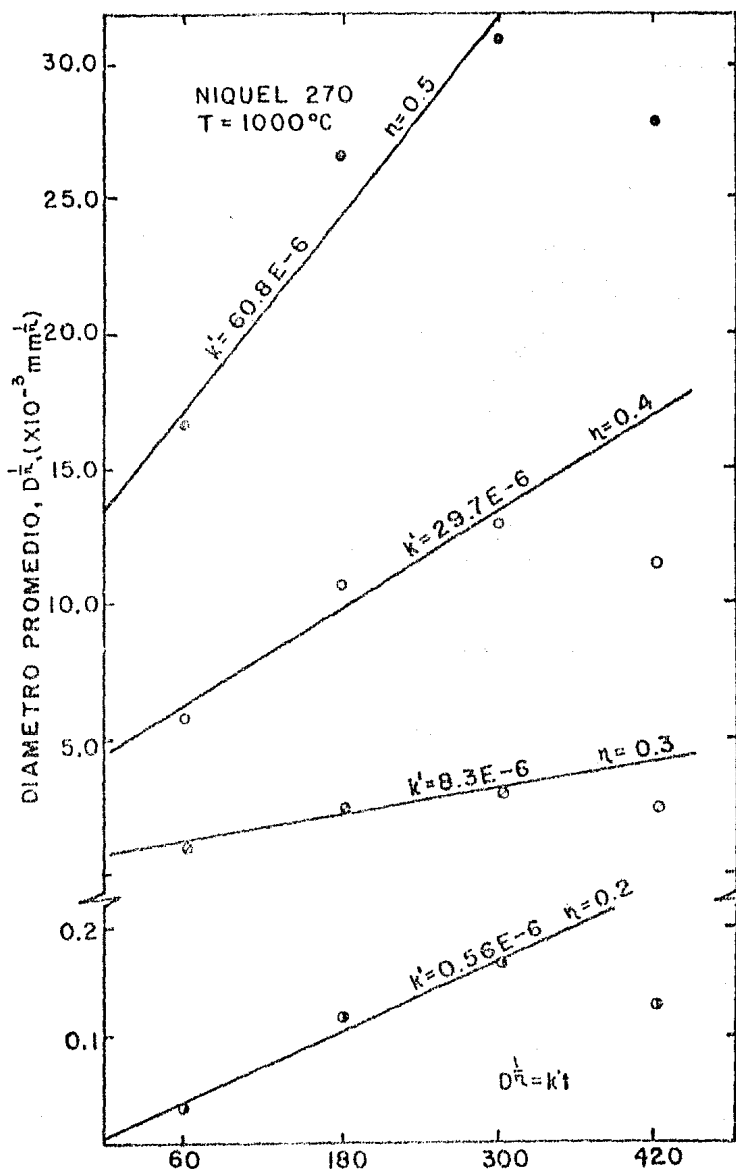


Fig. 1.14

Para cuando se retiro del horno la primera muestra, ésta ya presentaba recristalización completa y crecimiento de grano por lo que la segunda, mostro un crecimiento de grano mayor. De esta manera se puede calcular la cte. k' que sólo es la pendiente de la línea recta y el exponente n que satisface a dicho ajuste.

El valor de k' calculada es de $0.56 \text{ E-6 } (\text{mm}^5 \text{min}^{-1})$ y el exponente $n = 0.3$, con t en min y D en mm. Nuestra ec. 1-11.1 puede adoptar para el Ni 270 la forma

$$D^5 - D_0^5 = 0.56 \text{ E-6 } t \quad (1-11.3)$$

La desviación que presentan las curvas a tiempos prolongados de recocido, se puede suponer la misma explicación de la fig. 1.9.

CAPITULO II TERMOFLUENCIA

ETAPAS DE LA TERMOFLUENCIA

MECANISMOS DE TERMOFLUENCIA

PRUEBA DE TERMOFLUENCIA

TERMOFLUENCIA

2.1 INTRODUCCION

La deformación progresiva que ocurre en un metal sujeto a un esfuerzo constante, en alta temperatura, aplicada por un periodo de tiempo prolongado es llamada "termofluencia". Tal proceso donde la deformación es función del tiempo, depende de la temperatura y el esfuerzo. La dependencia de la deformación con el tiempo tiene importancia en aplicaciones en ingeniería cuando se requiere que componentes de motores, turbinas de gas y en diversos equipos industriales soporten condiciones severas de termofluencia y que no admitan cambios dimensionales significantes que les permitan ofrecer una seguridad durante un servicio prolongado. La termofluencia ocurre cuando esfuerzos del orden de $0.1\sigma_y$ y/o $F/10000$ son usados a temperaturas mayores de 0.3 a 0.4 de la temperatura de fusión, (T.f. expresada en escala absoluta), para materiales metálicos y mayores de 0.4 a 0.5 de la T.f. para cerámicos. Generalmente las aplicaciones en ingeniería donde se presenta la termofluencia tienen mayor interés cuando la temperatura es superior 0.5 de la T.f. [14].

A altas temperaturas y esfuerzos ocurren procesos difusivos los cuales afectan las propiedades mecánicas como la disminución de la resistencia tensil, el aumento en ductilidad, la dureza, etc. Ahora es preciso conocer la dependencia entre la resistencia a la tracción, el límite de fluencia con el tiempo que serán las propiedades que limiten la aplicación y/o vida útil de las aleaciones en ingeniería.

En condiciones de termofluencia los materiales se deforman porque ocurren incrementos en ; La movilidad de las dislocaciones por el mecanismo de ascenso, el cambio de sistemas de deslizamiento ó la adición de nuevos sistemas para algunos metales, el deslizamiento de las fronteras de grano, la recuperación que se ve implicada debido al proceso de deformación continua y bajo un esfuerzo cie. Además se presentan cambios estructurales causados por inestabilidades metalúrgicas como la recristalización, formación de microhuecos, precipitación de alguna fase que provoque fragilidad, y la interacción del metal con el medio ambiente que puede originar la corrosión intergranular, [15].

La velocidad de fluencia $\dot{\epsilon}$ es entonces el resultado de un balance entre procesos de endurecimiento y recuperación [16].

Despreciando la deformación instantánea ϵ_0 , la cual se produce al aplicar la carga, la termofluencia puede tener dos tipos; uno puramente transitorio donde sólo una etapa de la termofluencia es exhibido y el otro continuo cuando sus tres etapas estén presentes. Una forma idealizada de la curva de termofluencia se ilustra en la figura 2.1 que muestra las tres etapas en que se puede dividir, la primera donde la velocidad de fluencia decrece con el tiempo rápidamente, la segunda donde la velocidad permanece aproximadamente constante con el tiempo y finalmente una etapa en donde un incremento rápido de la fluencia termina con la fractura. La claridad con que éstas etapas puedan ser identificadas depende fuertemente del esfuerzo y la temperatura aplicadas.

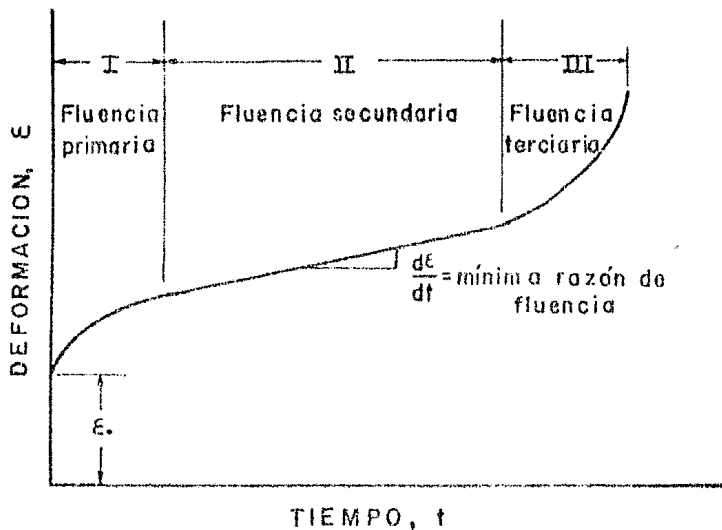


Fig. 2.1 Curva típica de fluencia mostrando las tres etapas.

Andrade [16] encontró que la curva de termofluencia a esfuerzo constante representa la superposición de dos procesos de termofluencia separados, que ocurren después de la deformación instantánea ϵ_0 . El primero, termofluencia transitoria que obedece una relación del tipo $\epsilon = \beta t^{1/3}$ y un segundo llamado termofluencia viscosa de velocidad de deformación cte., que es representado por la relación $\epsilon = kt$. Consecuentemente como ocurren ambos a la vez durante la termofluencia a temperaturas altas, los estados primario y secundario pueden representarse por la ecuación

$$\epsilon = \beta t^{1/3} + kt \quad (2-1).$$

2.2 ETAPAS DE LA TERMOFLUENCIA

2.2.1.- TERMOFLUENCIA PRIMARIA O DE TRANSICION

La primera etapa conocido como transición se inicia con una velocidad de deformación alta que gradualmente se reduce. Aquí, la resistencia de los materiales se incrementa en virtud de su propia deformación. Esta etapa puede predominar si la tensión y la temperatura son bajas lo que hace que la recuperación no se presente.

2.2.2.- TERMOFLUENCIA SECUNDARIA

La segunda etapa es un periodo donde la velocidad de deformación $\dot{\epsilon}$, es aproximadamente constante. Este comportamiento se ha explicado como un balance entre el endurecimiento por deformación y la recuperación. Suponemos que aquí interviene un balance entre la velocidad de recuperación, r , que se expresa por

$$r = - \dot{\sigma} / \dot{\epsilon} \quad (2-2.2)$$

y la velocidad de endurecimiento por deformación, h , expresada como

$$h = \dot{\sigma} / \dot{\epsilon} \quad (2-2.3)$$

Ambos procesos mantendrán un esfuerzo de flujo constante durante esta etapa, de manera que [4,16]

$$d\sigma = \frac{\partial \sigma}{\partial t} dt + \frac{\partial \sigma}{\partial \epsilon} d\epsilon = 0 \quad (2-2.3)$$

En consecuencia la velocidad de termofluencia en la etapa estacionaria $\dot{\epsilon}_{ss}$ será

$$\dot{\epsilon}_{ss} = d\epsilon / dt = - (\partial \sigma / \partial t) / (\partial \sigma / \partial \epsilon) = r / h \quad (2-2.4)$$

La velocidad de recuperación r , es gobernada por la velocidad de ascenso de dislocaciones la cual depende de la difusión y el esfuerzo.

$$r = A (\sigma / E)^p D \quad (2-2.5)$$

donde A y p son ctes., E es el módulo elástico, σ la tensión de termofluencia, D coeficiente de difusión. [16]

La velocidad de endurecimiento por deformación h , decrece de la cantidad inicial h_0 cuando se incrementa la tensión, [16].

$$h = h_0 (E / \sigma)^q \quad (2-2.6)$$

Entonces:

$$\dot{\epsilon}_{ss} = r/h = B (\sigma/E)^n D \quad (2-2.7)$$

donde B y n son nuevas ctes. provenientes de las ecuaciones 2-2.5 y 2-2.6, el exponente n ha sido calculado entre $n = 4$ y 5 [4.16]. Una relación empírica, similar para $\dot{\epsilon}$ es dada en [15] y se discute más adelante en los mecanismos de deformación ec. (2-3).

2.2.3 TERMOFLUENCIA TERCIARIA

La etapa terciaria ocurre cuando se produce una reducción efectiva del Área de la sección transversal causada por la formación de un cuello ó la acumulación de huecos (en especial sobre la frontera de grano). Además se suman una serie de inestabilidades metalúrgicas como la corrosión, la fractura intercrystalina y cambios microestructurales. Estè última puede ser el caso de aleaciones donde una segunda fase de partículas frágiles migran hacia la frontera de grano ó la disolución de una segunda fase que originalmente contribuía al fortalecimiento de la aleación [15].

Lo anterior origina una aceleración en la velocidad de fluencia y el balance entre los procesos de recuperación y endurecimiento se pierden [15,16]. Esta última etapa culmina con la fractura intergranular.

2.3 MECANISMOS DE TERMOFLUENCIA

Los principales procesos que gobiernan la deformación plástica a elevadas temperaturas son el movimiento de dislocaciones, la formación de subgranos, el deslizamiento de las fronteras de grano y la migración de vacancias. Tales procesos que son controlados difusivamente, sugirieron que la velocidad de deformación podría ser normalizada por el parámetro difusivo D , el módulo de corte y el vector de Burgers, de manera que esta fuera invariante en diferentes materiales. Una relación empírica similar a la ecuación (2-2.4) fué propuesta [15] de la forma siguiente

$$\dot{\epsilon}_{ss} = kT / D G b = A (\sigma / G)^n \quad (2-3)$$

donde $\dot{\epsilon}_{ss}$ es la velocidad de termofluencia en la etapa estable, k cte. de Boltzman, T temperatura absoluta, D difusividad, G módulo de corte, b vector de Burgers, σ tensión aplicada, A y n ctes. del material.

2.3.1 DEFORMACION POR DESLIZAMIENTO

La dirección del deslizamiento ocurre en los planos más compactos de la red cristalina, debido a que el deslizamiento es el resultado del movimiento de dislocaciones. Aquéllas que requieren de una menor energía se desplazan con más facilidad a causa de que la energía es proporcional al cuadrado del vector de Burgers. Aquéllas con un vector menor a lo largo de la dirección

más compacta serán las que requieran un menor esfuerzo [4]. El deslizamiento en materiales fcc es observado en el sistema $(111) \langle 110 \rangle$. En materiales con estructura bcc el sistema de deslizamiento más importante es el $(110) \langle 111 \rangle$ y trazas en los planos (211) y (321) . En metales hcp el plano basal es el más compacto por donde se efectúa generalmente el deslizamiento $(0001) \langle 1120 \rangle$.

En la superficie de un material deformado plásticamente, se observa la formación de una o más grupos de líneas delgadas y paralelas producidas por el deslizamiento de los planos cristalinos. A temperaturas bajas, un aumento en la deformación produce nuevas líneas de deslizamiento y no una continuación del proceso sobre las formadas primeramente, debido al aumento de la resistencia del plano para la continuación de la deformación. Sin embargo, con altas temperaturas, las líneas de deslizamiento se agrupan formando bandas gruesas restringiendo el deslizamiento entre ellas. Nuevos sistemas de deslizamiento que operan a temperaturas altas, disminuirán el esfuerzo necesario para continuar la deformación. Como en el caso del esfuerzo de corte resuelto para el circonio Zr de estructura hcp que actúa en el sistema $(1010) \langle 1210 \rangle$.

2.3.2 FORMACION DE SUBGRANOS

La producción en exceso de dislocaciones de un signo durante la deformación puede causar que la red cristalina sufra un doblado especialmente cerca de la frontera de grano [4].

El deslizamiento por ascenso de dislocaciones puede ocurrir fácilmente a temperaturas altas y un arreglo de estas dislocaciones puede originar la formación de nuevas fronteras de ángulos bajos. La densidad de dislocaciones del subgrano se incrementa durante el primer estado de termofluencia y permanece constante esencialmente durante la etapa secundaria de termofluencia. Los mayores subgranos son producidos a altas temperaturas y bajos esfuerzos ó a bajas velocidades de deformación.

2.3.3 DESLIZAMIENTO DE LA FRONTERA DE GRANO

A temperaturas altas los granos de un metal policristalino son capaces de moverse relativamente uno de otro. El deslizamiento de la frontera de grano es un proceso de corte, el cual ocurre en la frontera de grano [15]. Esto es promovido por el incremento de la temperatura y/o disminución de la velocidad de deformación. El deslizamiento de la frontera de grano depende de un proceso difusivo, dependiente además de la temperatura y la morfología de la frontera de grano. Los modelos propuestos por Herring y Coble [15], de un movimiento de hulto de dos granos se muestra en la figura 2.2 . Se observa que la separación de los granos es causada por la difusión de átomos de una frontera con esfuerzo tensil a una con esfuerzo de compresión, donde será necesario el deslizamiento para mantener la continuidad del grano durante un proceso de flujo difusional. La principal importancia del deslizamiento de la frontera es , sobre la iniciación de la fractura en dicha frontera.

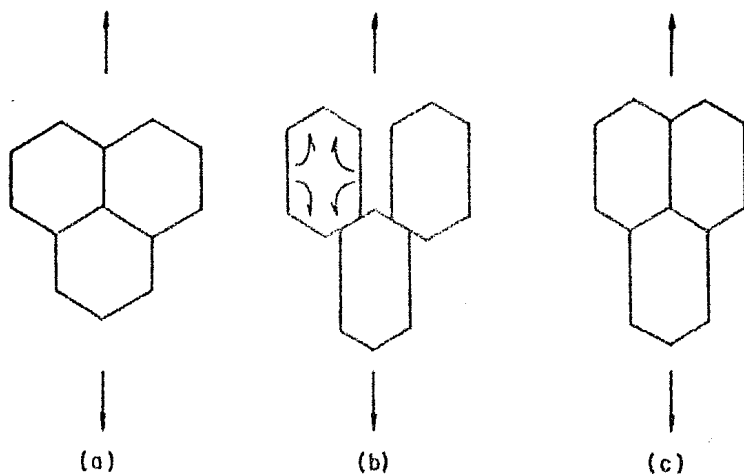


Fig. 2.2 Difusión atómica que origina la separación de frontera (b), acomodamiento por deslizamiento (c)

2.3.4 MIGRACION DE VACANCIAS

Condiciones que se producen en zonas locales, originan la migración de vacancias a lo largo de un gradiente de la frontera de grano que experimenta esfuerzos tensiles a fronteras bajo un estado de compresión [15]. Simultaneamente los átomos difunden en dirección opuesta, dirección de la enlongación del grano. Esto se muestra en la figura 2.3. Este gradiente es producido por un esfuerzo inducido que disminuye en energía para crear vacancias donde el esfuerzo tensil esta presente y un correspondiente incremento de la energía para crear vacancias a lo largo de la frontera en compresión.

La etapa estable de termofluencia puede ser descrita por la ec. (2-3), en donde $n = 1$ y $A = B(b/d^2)$, si $d =$ diámetro de grano y donde B adquiere valores entre 7 y 10 según [15,16], propuesto por Navarro-Herring como una difusión intergranular

$$\dot{\epsilon}_{ss} = \frac{B \sigma D_v b^3}{k T d^2} = \frac{B \sigma D_v \Omega}{k T d^2} \quad (2-3.1)$$

donde D_v es difusividad en volumen a través del interior del grano, Ω volumen atómico.

Una relativa aproximación del proceso de termofluencia difusional descrito por Coble [15] involucra la difusión atómica ó iónica difusión de bucle a lo largo de la frontera. El reduce la ecuación (2-3) con $n = 1$ y con $A = B(b/d)^3$ a la forma

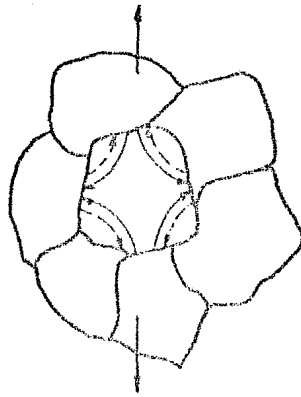


Fig. 2.3 Diagrama que muestra la dirección del flujo de vacancias (línea sólida) y flujo atómico (línea discontinua)

$$\dot{\epsilon}_{ss} = \frac{Bc Dgb W \sigma \Omega}{kTd^3} \quad (2-3.2)$$

donde W = espesor de la frontera de grano, $Bc \approx 50$, Dgb coeficiente de difusión de la frontera de grano. Ambas ecs. 2-3.1 y 2-3.2 describen a la termofluencia difusional presente, principalmente a bajos esfuerzos y temperaturas altas.

Adicionalmente Bird [15] propuso que la termofluencia a temperaturas arriba de 0.5 de la temp. de fusión, es controlado por un movimiento de dislocaciones y propuso que en la ec. (2-3) $n = 5$ y A es cte. La termofluencia por dislocaciones implica el ascenso de dislocaciones de borde y puede ser calculado como

$$\dot{\epsilon}_{as} = \frac{ADGb}{kT} \left(\frac{\sigma}{G} \right)^5 \quad (2-3.3)$$

2.4 MAPAS DE LOS MECANISMOS DE DEFORMACION .

Diferentes mecanismos de deformación independientes pueden presentarse según los diversos valores de esfuerzo y temperaturas. La preponderancia de alguno de ellos dependerá del intervalo de temperaturas y esfuerzo a que este sujeto un material. Ashby [14] resumió esta información en un mapa, colocando en la ordenada la temperatura homologa y en la abscisa un esfuerzo normalizado apropiadamente, figura 2.4. Una tercera variable, la velocidad de deformación es graficada aquí mismo obteniendo un mapa realmente útil. El conocimiento de dos de las tres variables hace posible el localizar un punto sobre el mapa, identificando el mecanismo dominante ó mecanismos, y obteniendo además el valor de la tercer variable. La línea de separación entre cada campo de deformación son definidas por las ecuaciones (2-3.1, 2, 3). Las líneas mismas, representan velocidades de deformación iguales para los mecanismos diferentes. Los puntos triples serán, cuando tres mecanismos diferentes produzcan iguales velocidades de deformación a un esfuerzo y una temperatura particulares. Son estos mapas un resumen del comportamiento de una aleación en condiciones de termofluencia, que ayuda ha seleccionar un material adecuado para cada aplicación. Además permiten el estudio de los efectos de la estructura y enlace atómico sobre el flujo plástico. Ayudan en la designación del experimento para estudiar un determinado mecanismo de flujo y en su localización, identificación y caracterización de mecanismos ausentes.

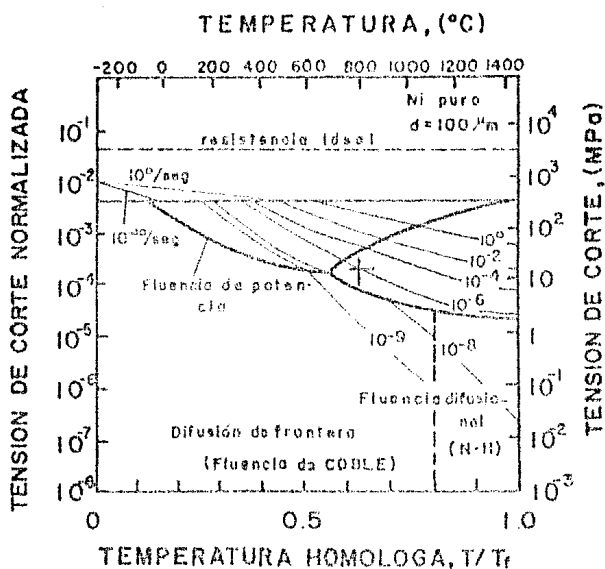


Fig. 2.4 Mapa de deformación para Níquel puro con diámetro de grano de 100 μm.

2.5 ENERGIA DE ACTIVACION PARA TERMOFLUENCIA SECUNDARIA

La suposición simple de que la termofluencia es un proceso térmicamente activado, el cual puede ser representado por una ecuación de velocidad del tipo Arrhenius;

$$\dot{\epsilon} = A \exp(-\Delta H/RT) \quad (2-4)$$

donde ΔH es la energía de activación que controla la velocidad del proceso, A es una constante pre-exponencial que es función de la frecuencia de vibración de la unidad de flujo, el cambio de entropía y los factores que dependen de la estructura del material, [4].

La determinación de la ΔH puede ser calculada, si suponemos que A permanece cte., con un pequeño cambio de la temperatura. Entonces

$$\Delta H = RT_1 T_2 \ln(\dot{\epsilon}_1 / \dot{\epsilon}_2) / (T_1 - T_2) \quad (2-4.1)$$

Una correlación de los datos de energías de activación para termofluencia y autodifusión es mostrada en la figura 2.5 para metales puros, donde se observen valores equivalentes para ambos procesos. Aquí la energía de activación para la autodifusión, es la suma de las energías para la formación y movimiento de vacancias y parece ser que las dislocaciones de ascenso, es la que controla la velocidad del proceso a temperaturas altas de termofluencia, [14]. Los valores de las ΔH a temperaturas abajo de 0.5 de T.f. son ΔH termof. < ΔH autodif. y a temperaturas arriba de 0.5 de T.f., ΔH termof. \approx ΔH autodif.

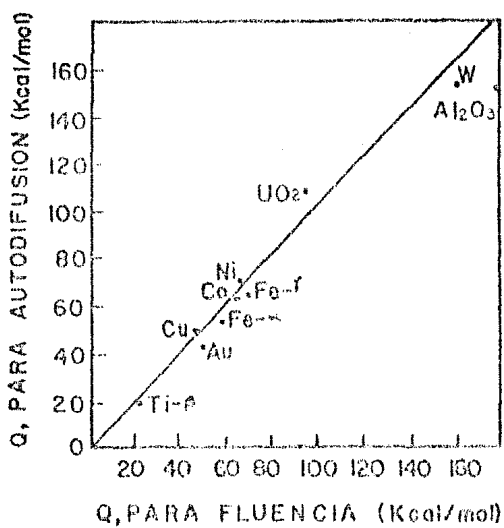


Fig. 2.5 Correlación entre Q_f y Q_{a-D} .

DESARROLLO EXPERIMENTAL

2.6 MÁQUINA DE TERMOFLUENCIA

El diseño de una máquina de termofluencia se basa fundamentalmente en el control de tres variables experimentales: el esfuerzo, la temperatura y la atmósfera. La variable dependiente es la deformación plástica, la cual se mide en función del tiempo. En la prueba de termofluencia se determina principalmente la deformación de un material producida por un esfuerzo σ constante aplicado. Específicamente que se cumpla $\sigma = P/A = \text{cte.}$ La principal función de una máquina de este tipo y a diferencia de otras para ensayos comunes de tracción y/o compresión, es que, tiene que compensar la fuerza P con la disminución del Área A de la sección transversal de la muestra debido a el alargamiento de la misma.

La máquina usada para realizar las pruebas de termofluencia en este trabajo se muestra en la figura 2.6 y fué diseñada y construida en el Instituto de Física de la UNAM. [17].

I Componentes de la Máquina.

- 1.- Una estructura de sostén de sus componentes, de construcción rígida hecha de ángulos de acero y la cual se mantiene nivelada.
- 2.- El sistema mecánico constituido por una leva fabricada de aluminio, la cual a través de flejes transmite la fuerza de la carga a la muestra. Esta conforma dos funciones:
 - 1) Un brazo de palanca constante en forma circular con

~~XXXXXXXXXX~~
centro en su eje de giro.

(1) Un brazo de palanca variable, con una geometría especialmente diseñada para que, mediante la reducción del brazo al girar la leva, la fuerza aplicada en la muestra se reduzca relativamente a la sección transversal A y asegurando así, el sostenimiento de un esfuerzo constante.

3.- Un horno cilíndrico plegable tipo tubo, que opera a temperaturas de hasta 1100 °C. Provisto de un tubo central de acero inoxidable 304, de un diámetro aprox. de 25 mm, que funciona como un contenedor de la atmósfera del experimento. Cerca de sus extremos tiene soldados en forma perpendicular a este, tubos más delgados dispuestos para la entrada y salida del gas que controle la atmósfera.

4.- Un sistema de mordazas y barras que pasan a través del tubo descrito en (3) fabricados de un material resistente a la termofluencia. Este conjunto está hecho de la aleación Inconel (76-Ni, 15.5-Cr, 7.0-Fe, 0.04-C).

5.- Un transformador diferencial de variable lineal TDVL, para medir la deformación plástica.

6.- Un reloj que registra el tiempo que dura el experimento y un sistema de interruptores que detiene el funcionamiento del reloj y del horno cuando termina el experimento.

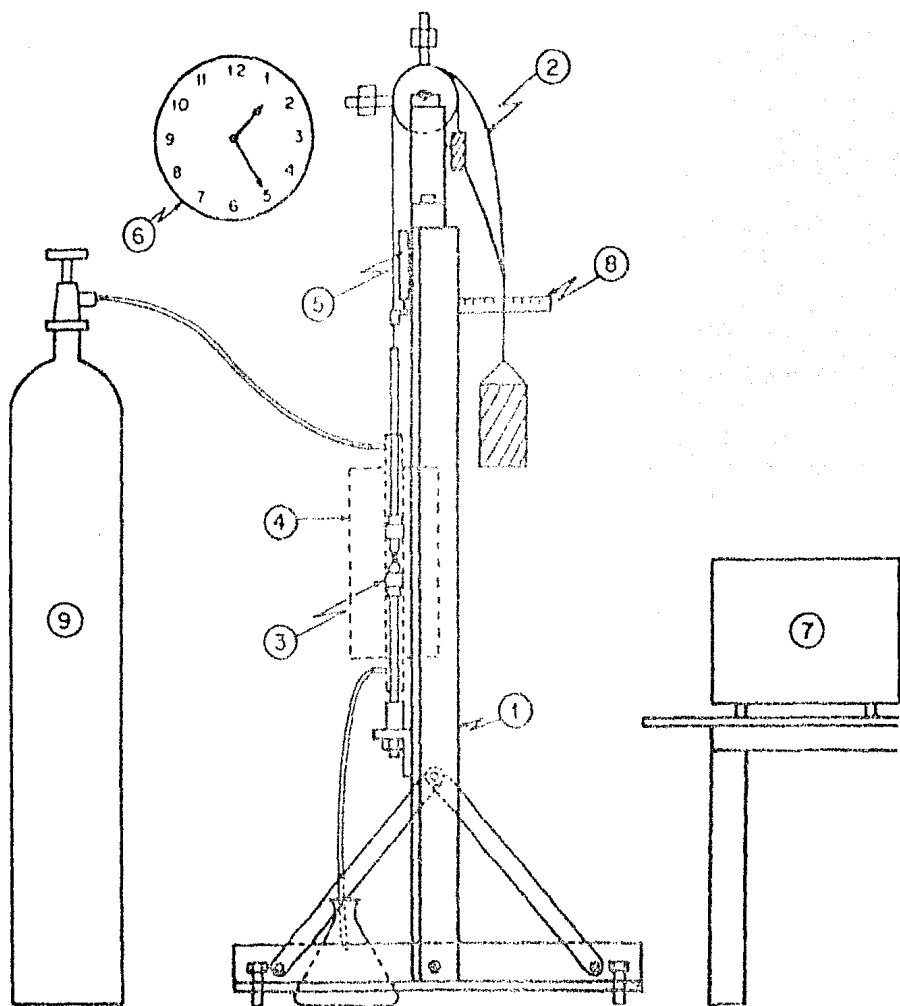


Fig. 2.6 Representación esquemática de la máquina de termofluencia: 1 estructura, 2 leva, 3 mordazas y muestra, 4 horno, 5 transformador de variable lineal, 6 reloj, 7 graficadora voltaje versus tiempo, 8 regla horizontal, 9 tanque de gas.

II Sistema mecánico.

El esfuerzo aplicado sobre la muestra es transmitido por un fleje colocado sobre el perfil de la leva, como se muestra en la Figura 2.6 . La carga aplicada W y la geometría de la leva mantienen la condición de un esfuerzo, σ constante. El esfuerzo está dado por

$$\sigma = \frac{P}{A} \quad (2-5)$$

donde P es la fuerza aplicada y A el área de la sección transversal de la muestra. Durante la deformación la sección transversal A decrece inversamente proporcional a la longitud instantánea, L , de acuerdo a la relación

$$L \cdot A = L_0 \cdot A_0 \quad (2-6)$$

donde A_0 y L_0 son el área y longitud inicial de la muestra. Debido a la deformación la longitud instantánea será

$$L = L_0 + \Delta L \quad (2-7)$$

Si uno de los brazos de palanca de la leva se hace variable r y el otro es constante, mediante un perfil circular de radio R y que ambos pueden establecer un equilibrio durante una deformación plástica lenta, en la termofluencia. Entonces es válido el uso del principio de Arquímedes que expresa para este caso

$$P R = W r \quad (2-8)$$

donde W es la carga aplicada. Ahora combinando las ecuaciones anteriores (2-5,6,8) se obtiene:

$$r L = \frac{\sqrt{R A_0 L_0}}{W} = r_0 L_0 \quad (2-9)$$

donde la cantidad $\sqrt{R A_0} / W$ expresa necesariamente el valor inicial r_0 del brazo de palanca variable.

J. Fuentes, J. Ramirez y L. Martinez [17], calcularon mediante estas ecuaciones la geometría de la leva. Localizando los puntos (x, y) de aplicación de la carga que describen el perfil de la leva cuando esta ha girado un ángulo θ originado por una pequeña elongación Δl de la muestra. Ellos encontraron dos ecuaciones paramétricas, las cuales son

$$\begin{aligned} x &= r \cos \theta + z \sin \theta \\ y &= r \sin \theta - z \cos \theta \end{aligned} \quad (2-10)$$

Para $r = V L_0 / (\theta + L_0/R)$ y $z = r [1 / (\theta + L_0/R)]$ donde $V = r_0 / R$, es la multiplicación de la carga, denominado ventaja de la máquina y r_0 es la posición inicial del brazo.

Para el diseño de esta máquina sus dimensiones son; $R = 60$ mm, $V = 3$ y $L_0 = 30$ mm. La figura 2.7 muestra la forma de la leva.

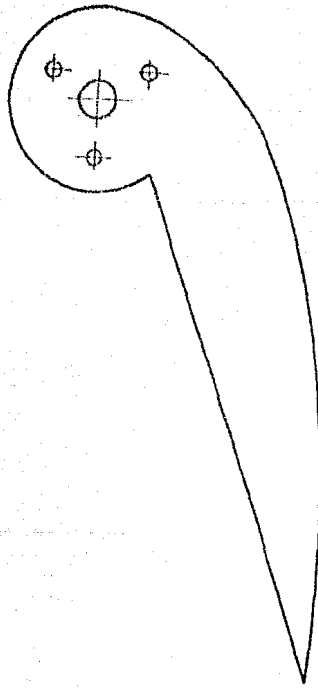


Fig. 2.7 Perfil de la leva

III Sistema de medición.

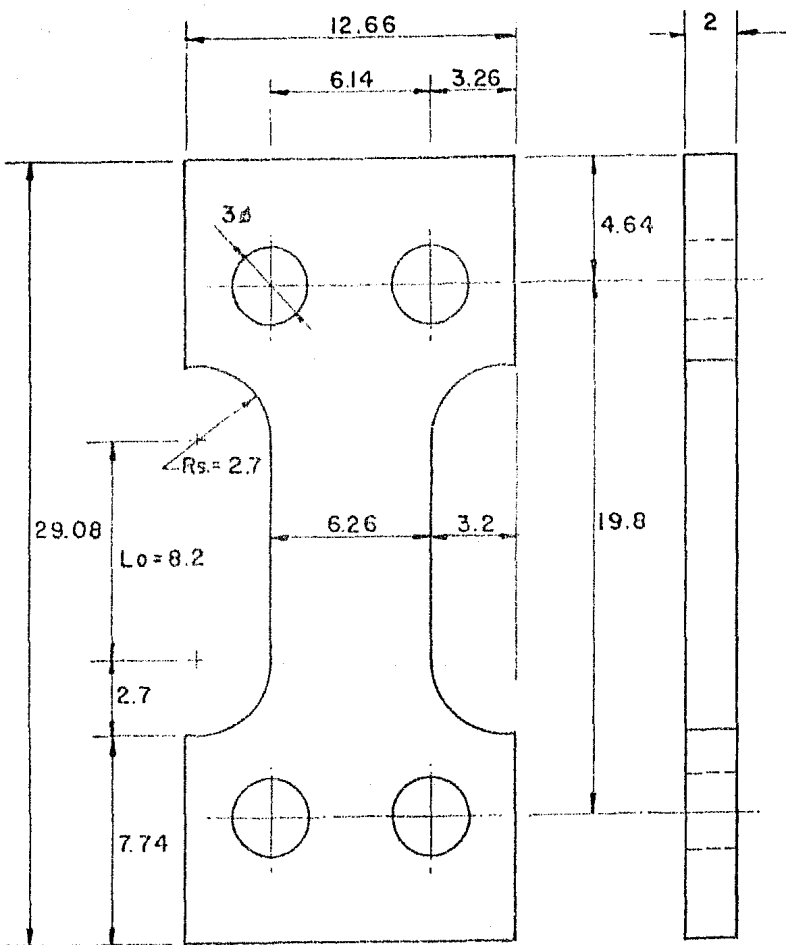
En la medición de la deformación durante la prueba de termofluencia se utiliza un transformador diferencial de variable lineal, TDVL. El cual es un sistema que consta de un cilindro metálico hueco que contiene tres bobinas y un núcleo magnético que puede deslizarse en el hueco del cilindro. El TDVL es un transductor electromecánico que transforma los desplazamientos del núcleo magnético con respecto al cilindro hueco en señales eléctricas. El modelo del TDVL utilizado es: 1000 DC - D S/N 2366 fabricado por Schaevitz Engineering. El cual es alimentado por corriente directa de un transformador de corriente alterna de 60 Hz y 127 Volt de alimentación que proporciona una salida de ± 15 Volt de DC. La señal de salida del TDVL es una corriente directa de ± 10 Volt, en donde se encuentra una zona en la que los cambios de posición del núcleo magnético con respecto al cilindro hueco producen cambios linealmente proporcionales en la corriente de salida, en Volt. En la calibración del TDVL se obtiene de una curva de desplazamiento contra voltaje. La pendiente de la zona lineal de la curva para el TDVL utilizado es de -0.4098 V/mm, dicho valor se usa para cuantificar la deformación en función del tiempo. La señal de salida del TDVL en voltios se alimenta a una graficadora de voltaje contra tiempo, modelo HP 7100- BM fabricada por Hewlett / Packard y así obtener finalmente la curva de termofluencia graficando la deformación como función del tiempo.

En la medición de la temperatura se utiliza un termopar tipo

K (Chromel-Alumel) el cual se instala de manera tal, que la punta esta en contacto con la parte central de la muestra.

2.7 PROBETA PARA LA PRUEBA DE TERMOFLUENCIA

La geometria de la probeta para el ensayo de termofluencia se muestra en la figura 2.8 . El diseño de las mordazas permiten anclar mediante dos pernos en cada extremo y además presionar sobre el Area de sujeción de la probeta, dejando libre la zona de trabajo con una longitud L_0 .



Esc. 5:1 Acot. mm.

Fig. 2.8 Probeta para el ensayo de termofluencia, Ni 270

2.8 CALCULO DE LA MASA N PARA PRODUCIR UN ESFUERZO σ SOBRE LA MUESTRA.

La masa que debe colocarse en el fleje del brazo de palanca variable, se calcula de acuerdo con el esfuerzo del experimento y la sección transversal de la muestra. La fuerza P transmitida a la muestra, puede ser calculada con la ec. (2-8) como:

$$P = \frac{r_0}{R} W = V W \quad (2-11)$$

donde W es la fuerza ejercida por la suma de las masas del fleje y del gancho cuyo subtotal se denomina como M_0 y la masa "M" que se cuelga es la ventaja, o factor de multiplicación de la carga. Entonces, la fuerza W será igual a $(M_0 + M)g$, donde g es la aceleración de la gravedad. La ec. (2-5) puede escribirse utilizando a (2-11) para obtener el esfuerzo,

$$\sigma = \frac{V (M_0 + M) g}{A_0} \quad (2-11.1)$$

de donde

$$M = \frac{\sigma A_0}{V g} - M_0 \quad (2-11.2)$$

Si el esfuerzo σ se da en MPa (mega pascales), A_0 en mm^2 y g en m/s^2 entonces M_0 y M se expresa en Kg. La capacidad máxima de esta máquina es de 25 Kg de carga aplicada, es decir, 735 newtons de fuerza sobre la probeta.

2.9 PRUEBA DE TERMOFLUENCIA

Las muestras de níquel 270, laminadas, son recocidas al vacío a 1000 °C durante 7 horas para obtener una estructura estable de grano grueso de 0.23 mm de diámetro. Tratamiento descrito en las ser. 1.2.2 y 1.2.3. Estas fueron sometidas a una prueba de termofluencia. Un esfuerzo de 20 MPa y una temperatura de 800°C en una atmósfera controlada por una mezcla gaseosa de 90 % H_2 + 10 % H_2 , fueron utilizadas. Dos de las muestras son deformadas, una a 5.6 % y la otra a 7.6 % donde se suspende la prueba. Bajo estas condiciones se induce la cavitación en la frontera de grano para este material.

La masa M utilizada para producir un esfuerzo de 20 MPa se calcula con la ecuación (2-11.2) para valores de $M = 2.96$, $A_0 = 12.8 \text{ cm}^2$ y se obtiene a $M = 8.602 \text{ Kg}$. El brazo de palanca variable se ajusta en la posición $g = 183.6 \text{ mm}$ para iniciar cada prueba, (17).

En la figura 2.9 se muestra la curva obtenida de deformación contra tiempo para una prueba de termofluencia a la ruptura. Se obtienen las tres etapas definidas claramente por los cambios de velocidad de deformación. Se observa que las muestras deformadas 5.6 % y 7.6 % están en la etapa secundaria con una velocidad de termofluencia mínima de $\dot{\epsilon}_{ss} = 10.8 \text{ E-6 seg}^{-1}$. Durante la segunda etapa se alcanza una deformación del 14 %, donde se inicia la última etapa que conduce a la fractura en un tiempo de 7800 seg.

71

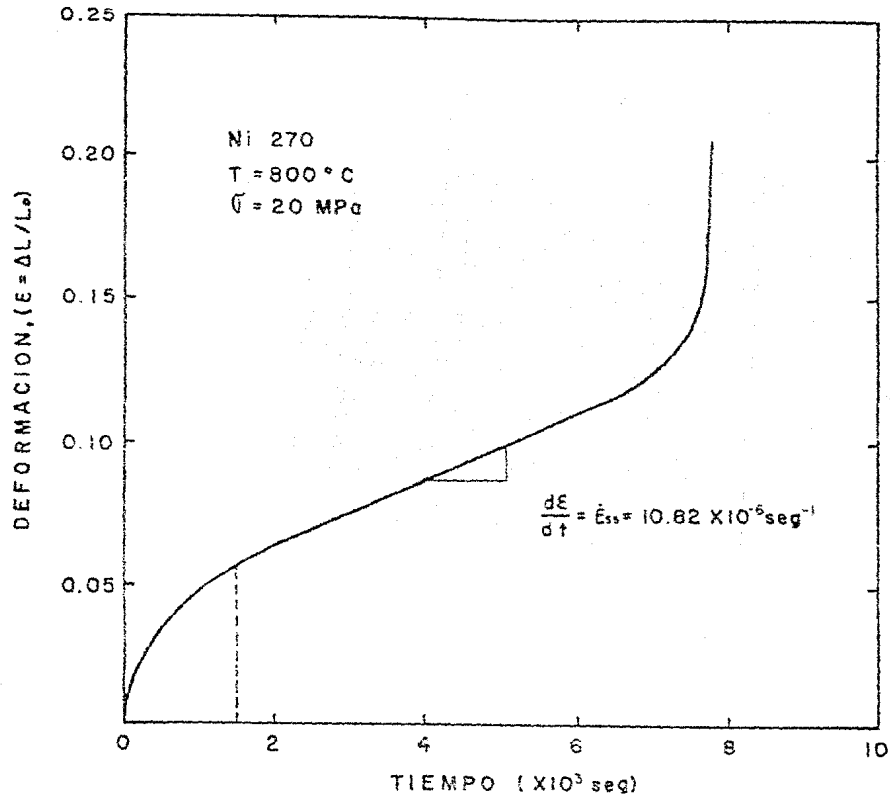


Fig. 2.9



CAPITULO III FRACTURA Y CAVITACION

FRACTURA

3.1 INTRODUCCION

La evolución de los procesos que propician la fractura son la iniciación de una grieta y la propagación de esta. El origen, la forma de las grietas, las dimensiones y la velocidad de propagación son características de cada tipo de fractura. La ocurrencia de un tipo depende del material, el esfuerzo, la temperatura, el tiempo y velocidad de aplicación de la carga.

En general hay dos tipos de fractura extremas: frágil y dúctil. Sin embargo existen merclas de comportamiento entre ellas en diversos materiales. La fractura frágil en metales se caracteriza por presentar una deformación escasa. En materiales cristalinos, las grietas se propagan a lo largo de los planos cristalográficos denominados planos de clivaje y los cambios de orientación de éstos entre cada grano y grano adyacente, originan una superficie granular y brillante a la luz, característica de la fractura frágil. La fractura dúctil es producida después de una extensa deformación plástica. La superficie de este tipo tiene apariencia opaca y fibrosa. La fractura dúctil es común por una gran absorción de energía anterior a la fractura, mientras que la frágil requiere de muy poca [18].

La fractura puede también ser clasificada con respecto a diversas características como; el grado de deformación previa a la fractura, modo cristalográfico y apariencia de ésta. Así para definir el grado relativo de deformación se expresa como dúctil ó frágil, en el modo cristalográfico se usará corte ó clivaje y en

la apariencia de la fractura será fibrosa ó granular. Como se indicó anteriormente, no se presenta un tipo definido de fractura sobre la superficie total de ella, sino una combinación. Es común expresar el % en área de cada tipo de fractura presente.

La fractura de corte ocurre como el resultado de un deslizamiento extenso sobre el plano (de deslizamiento), éste tipo es promovido por las tensiones de corte. Aquí, la superficie es comúnmente gris y fibrosa. La que ocurre por clivaje, es controlada por un esfuerzo frágil que actúa normal a un plano cristalográfico de clivaje, la apariencia de esta, es brillante y granular.

En policristales puede también ser clasificada como transgranular, en la cual la propagación de la grieta es a través del grano ó la intergranular, siendo a lo largo de la frontera de grano por donde se conduce la grieta. La ruta que el material siga será la elección de la que presente menor resistencia ya sea en la frontera ó através de grano mismo (4). Por ejemplo la existencia de una película frágil segregada en la frontera del grano puede contribuir a la fragilización de esta zona y así promover la fractura intergranular.

3.2 FRACTURA FRÁGIL

La fractura frágil a bajas temperaturas es caracterizada por una separación normal al esfuerzo tensil, es observada comúnmente en metales bcc y hcp, pero no en fcc, a menos que existan factores que contribuyan a la fragilización de las fronteras de grano [4]. La tendencia a este tipo de fractura es incrementada con la disminución de la temperatura, un incremento en la velocidad de deformación y condiciones de tensiones triaxiales (usualmente producidas por una rajura). La propagación de la grieta es rápida, con un mínimo de absorción de energía y de deformación plástica.

La teoría cohesiva condujo a la determinación de una resistencia teórica para materiales cristalinos, que en base a simples términos de parámetros básicos se pudiera expresar esta resistencia ideal

$$\sigma_{\text{máx.}} = (E \gamma_s / a)^{1/2} \quad (3-1)$$

donde $\sigma_{\text{máx.}}$ es la resistencia teórica, E es el módulo de Young, γ_s energía libre de superficie y a el espaciamiento interatómico. La ecuación (3-1) nos muestra que una alta fuerza cohesiva son relativas a módulos E grandes, además también contribuyen a esto temperaturas de fusión altas y pequeños coeficientes de expansión térmica. Sin embargo es observado que la resistencia típica en materiales cristalinos es de 10 a 1000 veces menor a los valores teóricos. Esta variación puede explicarse a la presencia de

defectos y/o grietas las cuales disminuyen el valor de la resistencia ideal que establece la ec. (3-1).

Griffith, propuso la primera explicación para entender la discrepancia entre la resistencia teórica y la real para materiales totalmente frágiles. En su teoría explica, que la falla de los materiales frágiles es producida por muchas grietas; finas, submicroscópicas y elípticas en el metal. Lo agudo de la punta de tales grietas, dara como resultado una concentración de esfuerzos muy alta, que podrá exceder la resistencia a la fractura teórica en esta área localizada y hacer que la grieta se propage aun cuando el resto del material esté sujeto a un esfuerzo tensil inferior. La figura 3.1 muestra esto. El esfuerzo máximo que esta operando en la punta de la cavidad puede expresarse como

$$\sigma_{\max} = 2 \sigma \left(\frac{2C}{r} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (3-2)$$

donde r es el radio de curvatura, en la punta de la cavidad y $2C$ es la longitud de la cavidad.

De acuerdo al criterio de Griffith, la grieta puede incrementar su tamaño sin un cambio total de la energía del sistema, bajo un esfuerzo constante. El establecio que la tensión para propagar la grieta en materiales frágiles es

$$\sigma = \sqrt{\frac{2 E \gamma_s}{\pi l C}} \quad (3-3)$$

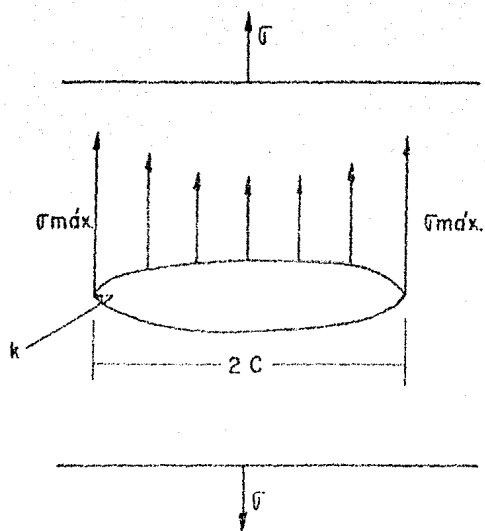


Fig 3.1 Modelo de una grieta elíptica

La ecuación (3-3) muestra que la tensión a la fractura es inversamente proporcional a la raíz cuadrada de la longitud de la grieta. figura 3.2.

En cristales donde aparentemente se rompen frágilmente se llega a producir una deformación plástica en las zonas o región cercana de la fractura. Drowan [16] adiciono un término a la ec. de Griffith (3-3), que comprende la energía necesaria para producir la deformación plástica en la región inmediata a la fractura. La ec. (3-3) puede adoptar ahora la forma;

$$\sigma \approx \sqrt{\frac{2 E (\gamma_s + P)}{\pi C}} \approx \sqrt{\frac{E P}{C}} \quad (3-4)$$

donde P es el trabajo por deformación plástica y γ_s puede en algunos casos ser despreciado frente a P , debido a que, $P \gg \gamma_s$. La concentración de esfuerzos en la extremidad de la fisura recién formada, expresada por la ec. (3-2), Fig. 3.1, puede disminuir en un principio por medio de la deformación plástica. La velocidad de propagación de las grietas aumentan rápidamente de cero a un tercio de la velocidad del sonido en dicho material en cuestión.

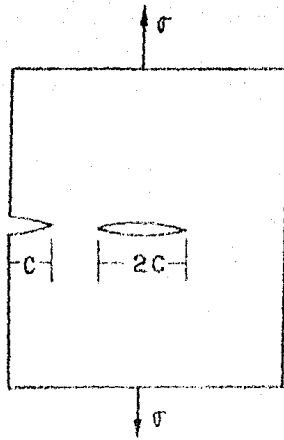


Fig. 3.2 Modelo de la grieta de Griffith.

3.3 FRACTURA DUCTIL

La fractura dúctil ocurre por un lento desgarramiento del metal con un gasto de energía considerable. Esta fractura es precedida por una localizada reducción en el diámetro, llamado a esta zona cuello o estrección. El cuello se forma en un punto de inestabilidad plástica local. Este se produce cuando la velocidad instantánea de incremento de la fuerza necesaria para provocar mayor deformación debido al endurecimiento por deformación, se hace igual a la velocidad instantánea de variación de fuerza que la sección debe resistir por disminución del área. La formación del cuello introduce un estado triaxial de tensiones en la región, produciendo la formación de finas cavidades, las cuales bajo una continua deformación, estas crecen y coalescen. Posteriormente las cavidades se propagan del centro hacia los extremos hasta alcanzar un plano de corte de aproximadamente 45° del eje tensil, para así, formar la típica fractura "copa-cono", con una superficie fibrosa y opaca [4].

Los sitios preferenciales para la formación de huecos son: inclusiones, partículas de una segunda fase ó finas partículas de óxidos. En metales de alta pureza, los huecos pueden formarse en los puntos triples de la frontera de grano [16].

3.4 FRACTURA INTERGRANULAR

La segregación química hacia las fronteras de grano o en la superficie de una grieta, disminuye la energía de superficie. La fragilidad causada en la frontera cambia el curso de la grieta que, en un principio ocurriría a través del grano por clivaje. En aceros austeníticos Cr-Ni, debido al efecto fragilizante de la precipitación intergranular de carburos se observa también este tipo de fractura. La fragilidad en el hierro por el fósforo es otro ejemplo, así como la del cobre por el antimonio y también la presencia de una película de una segunda fase frágil en la frontera de grano, causa también este mismo daño.

3.5 FRACTURA DE ALTA TEMPERATURA

Los metales presentan una transición de fractura transgranular a intergranular cuando se incrementa la temperatura [4]. Jeffries introdujo el concepto de "Temperatura Equicohesiva", ECT. Se define como la temperatura a la cual el grano y la frontera de grano tienen igual resistencia. Figura 3.3. Así mismo, tiene influencia la velocidad de deformación en la que una disminución de esta, se puede obtener una menor temp. ECT y con esto, se aumenta la tendencia a la fractura intergranular, ver fig. 3.3. Cuando el área de la frontera de grano es disminuida, (que se puede obtener con un tamaño de grano mayor) tendrá una alta resistencia arriba de la temp. ECT, a diferencia de uno de grano fino. Para metales de alta pureza, ocurre que, es posible obtener un intervalo de temperaturas en la cual la resistencia através del grano mismo y la frontera de este, no son muy diferentes. Esto se muestra en la fig. 3.3.

Des tipos de grietas intergranulares ocurren en materiales sujetos a condiciones de termofluencia y trabajado en caliente, la grieta tipo cuña y la formación de una cavidad aproximadamente esférica en la frontera de grano. Las grietas tipo cuña (w) se inician principalmente en los puntos triples de las fronteras de grano. Fig 3.4 y se propagan a lo largo de la frontera, la cual es aproximadamente normal al esfuerzo aplicado. La iniciación del deslizamiento en la frontera, es la concentración de esfuerzos. Para la formación de este tipo de grieta se requiere de

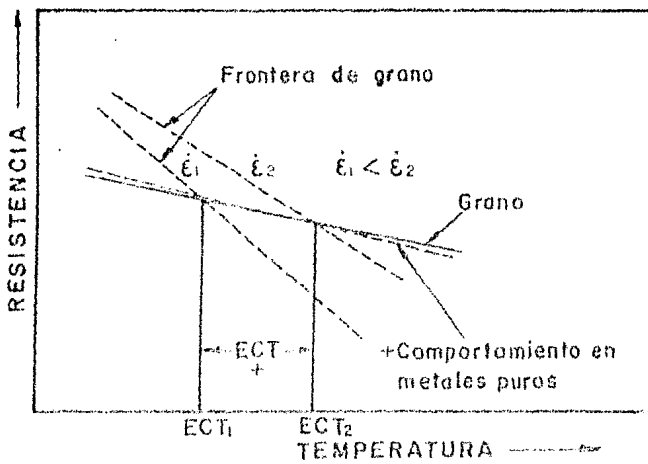


Fig. 3.3 Dependencia de la resistencia transgranular e intergranular en función de la temperatura

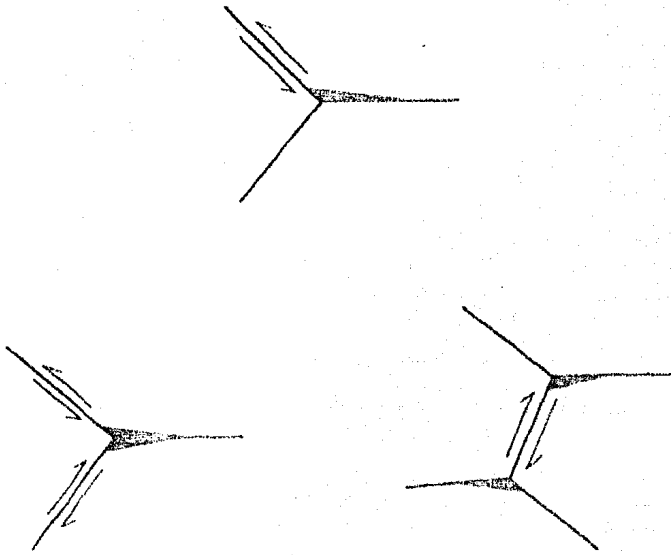


Fig. 3.4 Nucleación de grietas intergranulares en puntos triples por deslizamiento de las fronteras

Las cavidades en la frontera de grano redondas ó elípticas (tipo r), se forman a altas temperaturas de termofluencia y bajos esfuerzos. La presencia de un escalon sobre la frontera de grano puede contribuir a la nucleación de estas cavidades durante un deslizamiento de la frontera Fig. 3.5 (a) [19]. Los bucos son capaces de crecer enteramente por difusión atómica Fig. 3.5 (b).

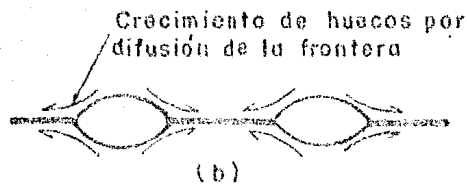
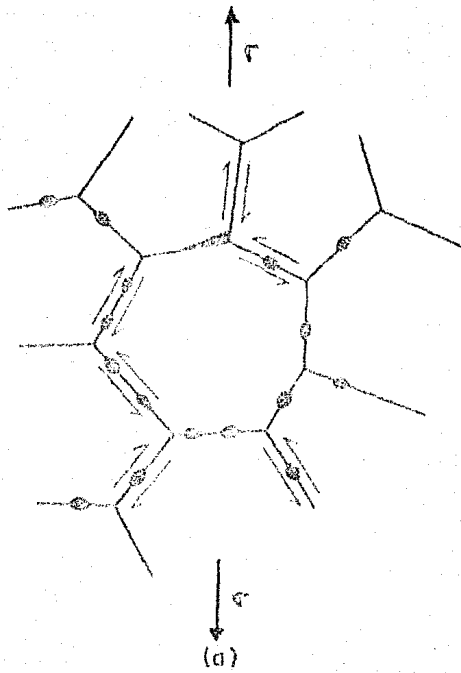


Fig. 3.5 Fractura intergranular por fluencia
(a) nucleación de huecos por deslizamiento de la frontera,
(b) crecimiento por difusión de la frontera

3.6 MAPAS DE LOS MECANISMOS DE FRACTURA

El comportamiento de la fractura en metales ó aleaciones puede ser resumido convenientemente, sobre unos mapas en los cuales se muestra el campo de régimen de cada uno de los mecanismos de fractura que se puede presentar a diferentes temperaturas y esfuerzos (16). La figura 3.5 muestra estos mapas para metales con estructuras fcc y bcc. En los metales bcc el comportamiento frágil es dividido en tres zonas. Uno de falla frágil de una grieta pre-existente; generalmente abajo del punto de fluencia, es llamado clivaje 1 ó fractura intergranular frágil RIF 1, dependiendo de la ruta de la fractura. Uno de falla casi totalmente frágil de una grieta nucleada por deslizamiento; generalmente abajo del punto de fluencia, es llamado clivaje 2 ó RIF 2 y uno de clivaje ó falla de la frontera frágil comúnmente después del punto de cedencia; el cual es medible la deformación de la falla, es llamado clivaje 3 ó RIF 3. En algunos casos se observa una mezcla de fracturas intergranular y transgranular, resultando de un pequeño cambio en el contenido de impurezas, textura ó temperatura que cause la desviación de un tipo a otro.

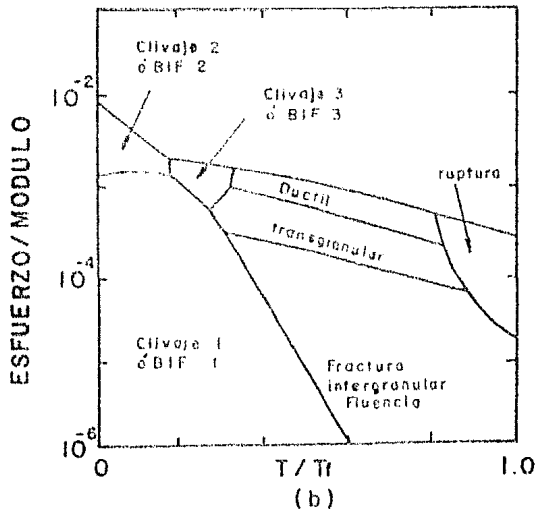
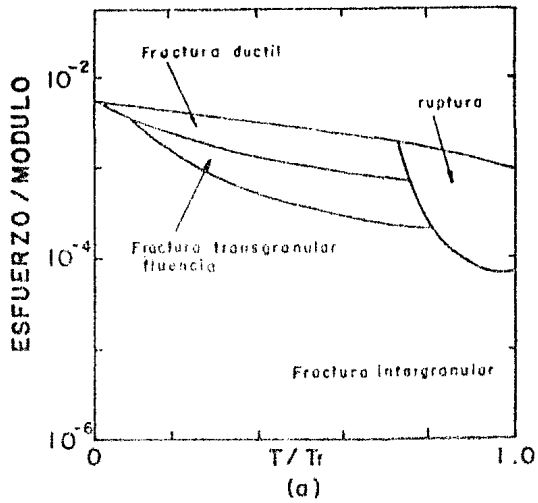


Fig. 3.6 Mapas de los mecanismos de fractura para materiales FCC (a) y BCC (b).

CAVITACION

3.7 INTRODUCCION A LA CAVITACION

Se ha establecido que la fractura intergranular normalmente prevalece en materiales a temperaturas altas [16]. Esta ocurre por la formación y crecimiento de cavidades en forma de grietas o redondas sobre la frontera de grano [20]. Por una cavidad redonda se entiende aquella que tiene curvatura constante en todos los puntos con excepción de aquellas donde se intersepta con fronteras de grano, inclusiones, etc. En estas intersecciones se debe definir la geometría por el equilibrio de las tensiones superficiales [21]. La formación de las cavidades redondas, puede tener diferentes geometrías dependiendo del lugar donde se forman. Este puede ser la unión de dos granos, tres ó cuatro granos. Así mismo puede originarse en la interfase de una inclusión presente en la frontera de grano. La combinación de la concentración de las tensiones y la baja energía en superficie de las inclusiones, hacen a estos sitios probables para nucleación de huecos.

El crecimiento de cavidades puede ser controlado enteramente por un proceso difusivo, Raj y Ashby [21]. En ocasiones se considera la influencia del flujo de materia por termofluencia de los alrededores de la matriz, cuando las fuerzas son mayores, Martínez y Hill [22]. Cuando un esfuerzo de tensión actúa sobre la superficie de la cavidad, causa un flujo de átomos de la superficie de la cavidad a la frontera de grano adyacente. De

esta manera la cavidad crece y el material se deforma [23]. Una descripción de este proceso involucra los potenciales químicos atómicos sobre las fronteras de grano y la superficie de la cavidad respectivamente.

Considerando una energía superficial isotrópica, sobre la superficie de la cavidad, el potencial químico atómico se expresa como

$$\Delta \mu_s = - \Omega \epsilon \kappa \quad (3-5)$$

donde Ω es el volumen atómico, ϵ es la curvatura de la superficie (definida positiva para una superficie cóncava). Sobre la frontera de grano el potencial químico está dado por

$$\Delta \mu_{GB} = - \Omega T_n \quad (3-6)$$

donde T_n es la tracción normal actuando sobre la frontera de grano [24]. El flujo atómico es contrario al gradiente de potencial. Esto indica que los átomos sobre una superficie tienden a fluir a regiones de alta curvatura y los átomos sobre la frontera de grano tienden a fluir hacia regiones de altas tracciones normales.

$$\text{Si} \quad \Delta \mu_{GB} < \Delta \mu_s \quad (3-7)$$

el crecimiento ocurrirá y en el caso contrario la cavidad se sinteriza (se cierra).

Además de lo ya descrito arriba, la forma de como las

cavidades evolucionan durante el crecimiento dependera básicamente sobre la magnitud de las diferencias entre la difusividad de la superficie de la cavidad y la difusividad de las fronteras de grano. Con esto, se desarrollaron modelos, uno de ellos, el de Hull y Kimber [253] para cavidades en "cuasi-equilibrio" y el de Chuang y Rice [20] para el crecimiento en forma de grieta.

3.8 NUCLEACION DE CAVIDADES

La nucleación ocurre invariablemente en regiones donde la deformación es no uniforme. Es precisamente por esta razón, que ellas nuclean y la fractura por termofluencia resulta ser intergranular. Se definen dos formas de cavidades en la sección (3.5): las tipo w (w), localizadas en los puntos triples y los pequeños poros ovalados a lo largo de la frontera de grano, tipo (r). Ambas, están íntimamente relacionadas con el cizallamiento que se produce en las fronteras de grano. Estos dos tipos de cavidades no se forman necesariamente con exclusión una de otra, sino que, pueden aparecer al mismo tiempo en la misma probeta, bajo condiciones apropiadas. Las cavidades tipo w, no se originan a menos que la concentración de esfuerzos exceda la resistencia cohesiva de la frontera de grano. En consecuencia la relevación de los esfuerzos por mecanismos tales como: el flujo plástico que ocurre en el grano, adelante del límite y la migración de la esquina de una frontera que se encuentre mayormente sometida a esfuerzos, evitarán la nucleación de huecos.

Algunos de los mecanismos básicos involucrados en la nucleación son debidos a discontinuidades sobre la frontera de grano que pudieran bloquear el deslizamiento, fig.1. Así como un escalón pre-existente que interfiera con la deformación por cizallamiento normal a lo largo de este mismo. Cuando el desplazamiento llegue a ocurrir aquí, causa concentraciones de esfuerzos en el escalón resultando la formación de un hueco. También la intercepción de una banda de deslizamiento con una

frontera de grano, es un sitio probable para la nucleación de cavidades. Cualquier factor que incremente la resistencia al cizallamiento en el interior de los granos, en este caso en sus límites y que cause mayor dificultad a la migración de la frontera de grano, tiende a provocar una fractura intergranular. Así, por ejemplo, la presencia de partículas no deformables sobre la frontera de grano, la teoría de nucleación clásica en su aplicación a la cavitación, generalmente resulta en una expresión del tipo Arrhenius, como se mostrará enseguida. Esta contiene un término exponencial que adquiere importancia cuando una pequeña variación de la energía libre de superficie, γ o en el esfuerzo tensil local σ_a , pueden inducir una gran variación en la velocidad de nucleación. Cualquiera de los dos γ o σ_a pueden ser influenciados por impurezas de metaloides. El subsecuente efecto sobre la cinética de este proceso, puede explicar parcialmente los efectos fragilizantes sobre el níquel y sus aleaciones, [26]. Por ejemplo la formación de un eutéctico Ni-Ni₃S₂ que forma una película en la frontera de grano, causa un potente efecto fragilizante debido a la baja solubilidad en el níquel y una baja energía de la interfase Ni₃S₂-Ni.

3.8.1 TEORIA CLASICA DE NUCLEACION

En la estructura de la teoría clásica de nucleación se considera en detalle, el cambio de la energía libre de Gibbs. Aquí se aplica para la formación de una cavidad de tamaño crítico, en equilibrio térmico y cinético con sus alrededores inmediatos, particularmente con la concentración local de

vacancias cerca de la frontera, [27]. Se asume, que la concentración local de esfuerzos normales a través de la interfase vienen a ser, aproximadamente homogéneos sobre la escala de la cavidad de tamaño crítico. También los esfuerzos de corte transmitidos a través de la frontera son de magnitud despreciable siendo así, relevados por el deslizamiento de la frontera.

Los factores que contribuyen al cambio de la energía libre del sistema son:

- a) El trabajo realizado por el esfuerzo normal σ_n , actuando a través de la frontera local del subsistema debido a el desplazamiento como resultado de la formación de la cavidad
- b) El cambio en el Área de la interfase y así la energía con el sistema
- c) El cambio de la energía elástica almacenada en el sistema, [27,28].

Esto último, del orden (σ_n^2/E) y como $E \gg \sigma_n$, el término (c) puede ser despreciado en comparación con (a), [21].

En el cambio de la energía libre de Gibbs de un sistema local que contiene una cavidad de radio r en el plano de la frontera, es [21,27,29]:

$$\Delta G = -r^3 F_V(\sigma) \sigma_n + r^2 [\gamma F_S(\sigma) - \gamma_B F_B(\sigma)] \quad (3-2)$$

donde las funciones $F_V(\alpha)$, $F_S(\alpha)$ y $F_B(\alpha)$ dependen del tipo de hueco y que corresponden a las propiedades geométricas como son; el volumen v , el área de la superficie libre s y el área de la frontera de grano desplazada B , respectivamente. Para dos granos juntos se calculó como;

$$F_V(\alpha) = \frac{2}{3} \pi (2 - 3\cos\alpha + \cos^3\alpha)$$

$$F_S(\alpha) = 4\pi (1 - \cos\alpha) \quad (3-9)$$

$$F_B(\alpha) = \pi \sin^2\alpha$$

donde 2α es el ángulo del extremo de una cavidad (fig. 3.7) y cuando α se incrementa a $\pi/2$, la ecuación (3-8) nos da el cambio en la energía libre para una geometría totalmente esférica. El radio crítico r_c , en el cual ΔG_c alcanza un máximo y la magnitud de este máximo, ΔG_c , puede ser calculado usando las ecuaciones (3-8) y (3-9). El resultado, es una forma general para todos los tipos de configuraciones de huecos;

$$r_c = 2\gamma / \sigma_n \quad (3-B.1)$$

y

$$\Delta G_c = \frac{r_c^3 F_V(\alpha) \sigma_n}{2} = \frac{4 F_V(\alpha) \gamma^3}{\sigma_n^2} \quad (3-B.2)$$

donde el término $r_c^3 F_V(\alpha)$, corresponde al volumen de un hueco de

tamaño crítico.

El número de núcleos críticos por unidad de Área es:

$$\rho_c = \rho_{\max} \exp(-\Delta G_c / kT) \quad (3-8.3)$$

donde el factor pre-exponencial ρ_{\max} , es el número máximo de sitios potencialmente nucleables en la frontera de grano por unidad de Área. ρ_{\max} , es determinado por el flujo de vacancias (dentro de una cavidad de tamaño crítico) desde los alrededores de la frontera, a través de la periferia de la cavidad y depende de la probabilidad, P_t , de la adición de una vacancia a el núcleo crítico, [21]. P_t , puede ser derivada de la frecuencia de salto de una vacancia que depende del coeficiente de autodifusión de la frontera D_B y se determina por

$$P_t = \rho_{\max} \cdot \frac{2\pi r_c \delta D_B}{\Omega^{4/3}} \exp(\sigma_n \Omega / kT) \quad (3-8.4)$$

Aquí, usualmente $\sigma_n \Omega / kT \ll 1$ y el término exponencial se puede aproximar como: $1 + \sigma_n \Omega / kT$. Así, sustituyendo las ecuaciones (3-8.1,2,4) en la ec. (3-8.3) se obtiene finalmente la velocidad de nucleación expresada como;

$$\dot{\rho} = \frac{4 \pi \delta^3}{\Omega^{4/3} \sigma_n} D_B \delta \left(1 + \frac{\sigma_n \Omega}{kT} \right) \cdot \left(\rho_{\max} - \rho \right) \cdot \exp \left(- \frac{\gamma^3}{\sigma_n^2 kT} F_v(\sigma) \right) \quad (3-8.5)$$

donde; γ , es la energía libre por unidad de Área de la matriz

del material; δ , espesor de la frontera; ρ , es la densidad de huecos en la frontera de grano; Ω , volumen atómico; kT , energía por átomo a una temp. determinada. Los términos $FV(\infty)$, δ y σ_n , γ son por lo tanto parámetros críticos que determinan la velocidad de nucleación \dot{Q} .

3.9 CRECIMIENTO DE CAVIDADES EN CUASI-EQUILIBRIO

Hull y Rimmer [25] fueron los primeros que estudiaron el crecimiento de cavidades por transporte de átomos de la superficie de la cavidad a la frontera de grano a través de la red o a lo largo de la frontera de grano. Ellos suponen, que durante el crecimiento de las cavidades, estas se mantienen cerca del equilibrio (redondas) y es llamado cuasi-equilibrio. Esto puede ocurrir, si la difusión sobre la superficie de la cavidad es rápida comparada a la cinética de crecimiento, específicamente

$$D_s \delta_s \gg D_G \delta_G \quad (3-9)$$

donde D_s y D_G son los coeficientes de difusión de la superficie y la frontera de grano respectivamente y δ_s y δ_G son el espesor de la interfase de la superficie y la frontera de grano respectivamente. La figura 3.7 muestra el crecimiento de una cavidad en cuasi-equilibrio propuesto por Hull-Rimmer.

Una de las expresiones de velocidad de crecimiento controlado por difusión fué dada por Speight y Beere [30].

$$\frac{da}{dt} = \frac{D_G \delta_G \Omega \sigma}{k T a^2} \quad (3-10)$$

donde se expresa en términos de la velocidad de crecimiento de la punta de la cavidad da/dt y depende linealmente del esfuerzo σ y la difusividad de la frontera de grano.

CRECIMIENTO DE CAVIDADES EN CUASI-EQUILIBRIO

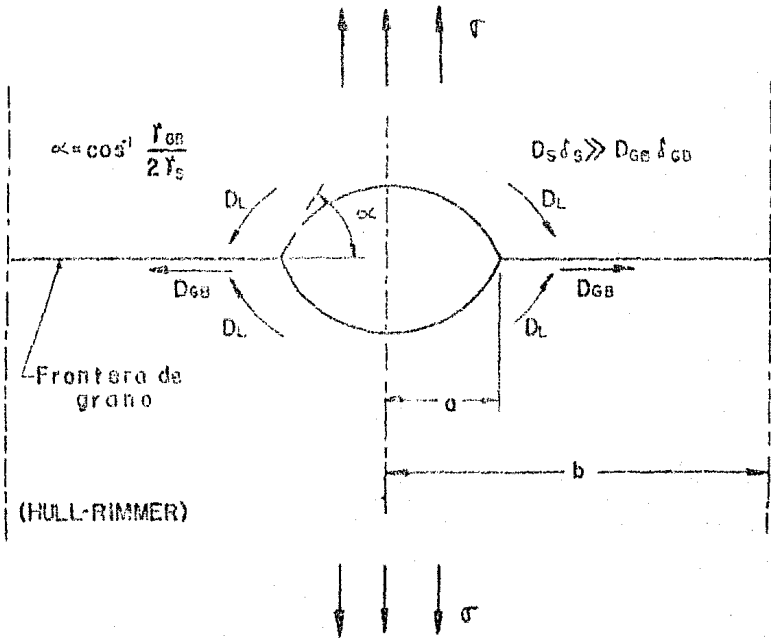


Fig. 3.7 Transporte atómico a lo largo de la frontera de grano y a través de la red

El modelo de Trincas (3) describe el crecimiento en cuasi-equilibrio de cavidades en las fronteras de grano dadas por

$$V(r) = \frac{2 \Omega D \delta b}{k T} (\zeta + P - 2 \zeta / r) \quad (3-11)$$

donde $D \delta b$ es el producto de la difusividad y el espesor de la frontera de grano, ζ el esfuerzo aplicado, ζ energía libre de superficie, k etc. de Boltzman y T la Temperatura absoluta.

La ec. (3-11) se usará en el capítulo IV para describir también el proceso de sinterización de cavidades.

3.10. DIFUSIÓN EN UNA CAVIDAD EN FORMA DE GRIETA

Debido a la difusividad de la superficie es mucho más rápida que la difusión de la frontera de grano y como los átomos son transportados de la superficie de la cavidad a la frontera de grano, la cavidad no alcanza la forma de equilibrio, como lo mostraron Chuang y Rice [30], figura 3.8. Esto conduce a un crecimiento de la cavidad en forma de grieta. Una evolución de la forma de la cavidad es mostrado en la fig. 3.9, para una relación de difusividades de $D_s / D_{GB} = 0.1$.

La cinética de crecimiento de una cavidad en forma de una grieta involucra el acoplamiento de la difusión de la superficie y de la frontera de grano. La frontera de grano actúa como un sumidero de materia para la cavidad, [32]. El flujo atómico sobre la superficie de la cavidad debe ser ajustado por un flujo de la frontera de grano en la punta de la cavidad y esto es servido por un acoplamiento de dos procesos difusivos (verificados por Chuang [33]). El fenómeno del crecimiento de una cavidad en forma de grieta dando dos casos extremos: uno de bajos esfuerzos y uno de altos esfuerzos.

En el caso de la cinética de crecimiento para muy bajos esfuerzos, se puede demostrar que cuando [32]

$$\frac{\sigma b}{\gamma_s} \left(\frac{D_s \delta_c}{D_{GB} \delta_{GB}} \right) \ll 1$$

donde b es un medio del espaciamento entre cavidades sobre la frontera de grano.

CRECIMIENTO EN GRIETA DE UNA CAVIDAD

$$D_s \delta_s \approx D_{GB} \delta_{GB}$$

CHUANG Y RICE

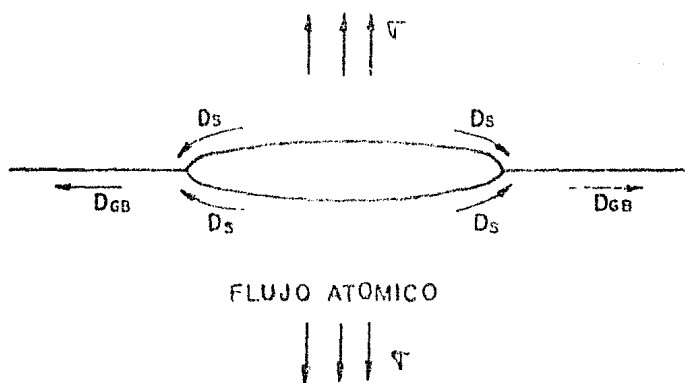


Fig. 3.8 Modelo de crecimiento en grieta para una cavidad

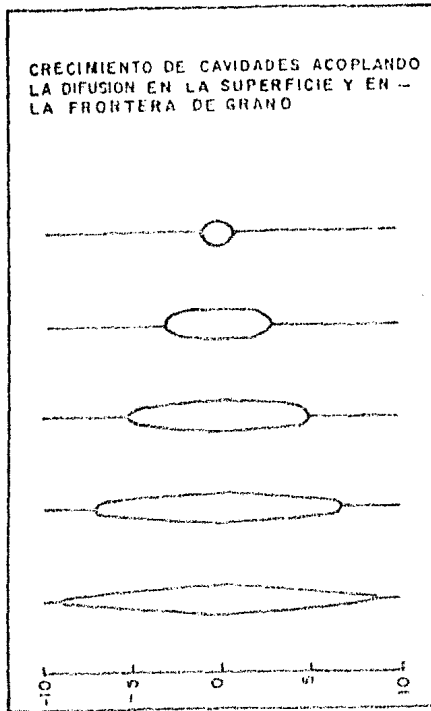


Fig. 3.9 Simetría de crecimiento de cavidades
para el caso $D_s \delta_s / D_{gr} \delta_{gr} = 0.1$

En la velocidad de crecimiento queda expresada como

$$\frac{da}{dt} = \frac{D_s \delta_s \Omega \sigma^3}{2 k T \gamma_s^2} \quad (3-12)$$

Cuando la difusividad en la superficie de la cavidad es grande o altos esfuerzos

$$\frac{\gamma_b}{\gamma_s} \left(\frac{D_s \delta_s}{D_{GB} \delta_{GB}} \right) \gg 1$$

La velocidad de crecimiento será:

$$\frac{da}{dt} = \frac{(D_{GB} \delta_{GB})^{3/2} \Omega \sigma^{3/2}}{2 (D_s \delta_s)^{1/2} k T \gamma_s^{1/2}} \quad (3-12.1)$$

3.11 EFECTO DEL FLUJO POR TERMOFLUENCIA EN EL CRECIMIENTO DIFUSIVO DE CAVIDADES

Aquí no se considera el transporte de materia a lo largo de la frontera de grano, bajo estas condiciones, el flujo por termofluencia afecta el tamaño y la forma de la cavidad, como se muestra en la figura 3.10. Needleman y Rice [34], el flujo por termofluencia causa que la cavidad se alargue perpendicularmente a la frontera de grano y con esto se incrementa su volumen. El cambio en la forma de la cavidad da como resultado una disminución del radio de la cavidad, en el plano de la frontera a' , como lo muestra la fig. Este cambio produce un gradiente de curvatura sobre la superficie de la cavidad causando un flujo atómico de la punta de la cavidad hacia las regiones de alta curvatura. Así mismo, la difusión de la superficie tiende a restaurar la forma de equilibrio de esta y produciendo así, un incremento neto en el radio de la cavidad. Bajo estas condiciones Needleman y Rice dieron una expresión que describe la velocidad de crecimiento de la cavidad

$$\frac{da}{dt} = \frac{a}{2} \dot{\epsilon} \quad (3-13)$$

donde $\dot{\epsilon}$ es la velocidad en termofluencia secundaria y descrita como una relación empírica propuesta en [15], ec. (2-3) y (2-3.3). Las ec. (2-3) y (2-3.3) se incorporan en la ec. (3-13):

CRECIMIENTO DE CAVIDADES CONTROLADO
POR FLUENCIA

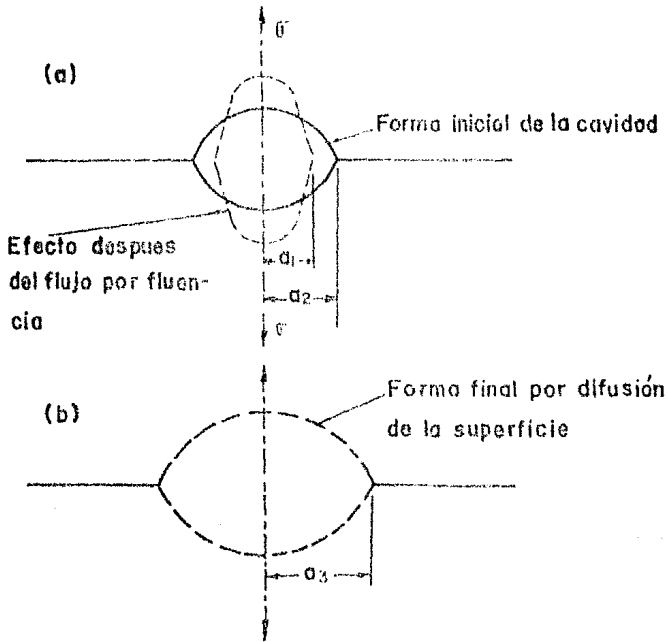


Fig. 3.10 Efecto de elongación por fluencia (a), restauración a la forma de equilibrio de la cavidad (b).

$$\frac{da}{dt} = \frac{a}{2} A D_L \frac{G \Omega^{1/3}}{kT} \left(\frac{\sigma}{G} \right)^5 \quad (3-13.1)$$

donde D_L es el coeficiente de autodifusión de la red,

3.12 MODELO DE RAJ Y ASHBY PARA EL CRECIMIENTO DE CAVIDADES SOBRE LA FRONTERA DE GRANO

Para el cálculo de crecimiento de cavidades Raj y Ashby, [21], consideran un arreglo periódico de huecos sobre una frontera de grano plana, en la cual un esfuerzo tensil σ es aplicado. El crecimiento de la cavidad se lleva a cabo por el transporte de materia de la superficie de la cavidad hacia las fronteras adyacentes, que puede ocurrir por la difusión de la materia a través la red y la frontera misma.

Debido al desplazamiento de las fronteras de grano y durante un crecimiento en estado estable, los esfuerzos de corte son relevados y sólo actúan los de tracciones normales, T_n , [27]. El exceso de potencial químico de los átomos en un punto de la f.g. relativo al esfuerzo es, [24]:

$$\Delta \mu = - T_n \Omega \quad (3-6)$$

donde la tracción normal, T_n , es positiva cuando es tensil.

La ecuación de transporte de difusión en la frontera, es impulsado por los gradientes de potencial químicos:

$$J_B = - \frac{D_B}{\Omega kT} \nabla (\Delta \mu) \quad (3-14)$$

En estas condiciones todas las partes de la frontera deben dar ó adicionar la misma cantidad de materia, así que:

$$\nabla^2 \phi_B = \beta \quad (3-14.1)$$

en donde β , es una cantidad constante y es igual a el número de átomos removidos por unidad de volumen de la frontera, la cual es a través de un espesor δ .

Las ecuaciones (3-14 y 3-14.1) conducen a la siguiente ecuación diferencial;

$$\nabla^2 (\Delta \mu) = - \frac{\beta k T \Omega}{D_B} \quad (3-14.2)$$

Como la difusión es a lo largo de la frontera de grano planar, tratado como un plano isotrópico, en donde sólo es importante la dirección radial [33], entonces se reduce a la forma en coordenadas polares con simetría circular;

$$\frac{1}{r} \left(\frac{\partial}{\partial r} \left(r \left(\frac{\partial \Delta \mu}{\partial r} \right) \right) \right) = - \frac{\beta k T \Omega}{D_B} \quad (3-14.3)$$

Esta última ecuación, se sujeta a dos condiciones de frontera;

$$\frac{\partial \Delta \mu}{\partial r} = 0 \quad \text{a} \quad r = 1$$

y sobre la superficie del hueco se asume que [25]

$$\Delta \mu = - \frac{2 \gamma \Omega}{r} \quad \text{a} \quad r = r_B$$

donde $2L$ es el espaciado promedio entre los huecos y r_B es el radio de curvatura de la proyección del hueco en la frontera de grano, r radio de curvatura de la superficie del hueco. Resolviendo la ec. (3-14.3) se puede obtener el potencial químico;

$$\Delta \mu = - \frac{\beta kT \Omega}{4 D_B} (r^2 - r_B^2) - \frac{\beta kT \Omega}{2 D_B} L^2 \ln \left(\frac{r_B}{r} \right) - 2 \frac{\delta \Omega}{r} \quad (3-14.4)$$

La condición de equilibrio mecánico requiere que

$$\pi L^2 \bar{v} \cos \theta = \int_{r_B}^L \pi 2 \pi R dr \quad (3-14.5)$$

En donde sustituyendo las ecuaciones (3-6 y 3-14.4) en la ec. (3-14.5) y resolviendo la integral, se obtiene una expresión de β , de la forma

$$\beta = \frac{\frac{2 D_B}{kT L^2} \left(\bar{v}_{\infty} - \frac{4 \delta}{L^2} (L - r_B) \right)}{\ln \left(\frac{r_B}{L} \right) + \frac{3}{4} + \frac{r_B^2}{L^2} \left(\frac{1}{4} - \frac{r_B^2}{L^2} - 1 \right)} \quad (3-14.6)$$

La velocidad de crecimiento de los huecos, es igual a la cantidad de materia adicionada en la frontera de grano;

$$\left(\frac{dV}{dt}\right)_B = -\beta \Omega \delta \pi (r^2 - r_B^2) \quad (3-14.7)$$

La solución equivalente para la difusión en volumen, por aproximación de la ec. (3-14.7), [2]), es;

$$\left(\frac{dV}{dt}\right)_{Vol. dif.} = \left(\frac{dV}{dt}\right)_B \frac{2 L D_v}{\pi \delta D_B} \quad (3-14.8)$$

en donde D_v es el coeficiente de autodifusión de la red.

Edward y Ashby [35], consideran los efectos del acoplamiento de la ley potencial de termofluencia con el crecimiento difusivo de cavidades. Ellos sugieren que la frontera de grano que esta entre cavidades, puede ser dividido en dos zonas:

- i) Una adyacente a la cavidad, llamada zona difusional, con una magnitud $\Delta = (D_B \delta \beta \Omega \epsilon / kT \dot{\epsilon})^{1/3}$, en donde $\dot{\epsilon}$ es la correspondiente velocidad de termofluencia de la matriz.
- ii) La otra intermedia, llamada zona de termofluencia, de magnitud $L - \Delta$.

Resumiendo, el crecimiento de la cavidad ocurre por; difusión de la frontera de grano cerca de la punta de la cavidad y por la ley potencial de termofluencia, fuera del alcance de la zona difusional.

Por sustitución de la ec. (2-3.3) para $\dot{\epsilon}$ en Δ se obtiene que $\Delta \propto 1 / (\dot{\epsilon})^{4/3}$, y es evidente que para altos esfuerzos Δ , es pequeño y el crecimiento de cav. es controlado por la ley potencial de termofluencia [36].

3.13 TEORIA DE SINTERIZACION Y CRECIMIENTO DE CAVIDADES

MODELO DE TRINKAUS

El cambio de volumen de una cavidad en la frontera de grano, f.q., es controlado por un proceso difusivo de vacancias. La concentración de vacancias es determinado por un equilibrio local, tal que, la f.q. es un perfecto sumidero de estas. El flujo de vacancias en una cav. es proporcional a su coeficiente de difusión en la f.q., D , y la diferencia en la concentración de vac. lejanas y próximas a la cav. es: [25,31,37]

$$\Delta C_v = C_0(\exp(\gamma \Omega / kT) - \exp(-(P - 2\gamma/r) \Omega / kT)) \quad (3-15)$$

donde; C_0 , es la conc. de vac. en el equilibrio con la ausencia de esfuerzos locales; P , es la presión de gas interna en la cavidad.

La velocidad de incremento en volumen resultado del flujo de vacancias, está aproximadamente dado por, [31];

$$\frac{dV}{dt} \cong 2\pi D_B \delta \left(\exp\left(\frac{\gamma \Omega}{kT}\right) - \exp\left(\frac{-(P - 2\gamma/r) \Omega}{kT}\right) \right) \quad (3-15.1)$$

$D_B = D_B^0 C_v$; es el coeficiente de autodifusión y δ , es el espesor efectivo de la f.q., a un esfuerzo libre.

El resultado de la linealización de la ec. (3-15.1) con respecto a γ y $(P - 2\gamma/r)$, es la ecuación de Trinkaus:

$$\frac{dv}{dt} = \frac{2 \pi \Omega n_B \delta}{kT} \left(\sigma + P - \frac{2 \gamma}{r} \right) \quad (3-11)$$

La ec (3-11) muestra que sólo los núcleos con radios $r_c \geq 2 \gamma / (\sigma + P)$, crecerán. Para radios menores a r_c , la aplicación del esfuerzo ó la misma presión interna P , no son suficientes para vencer la tensión superficial. En consecuencia, la velocidad de crecimiento es negativa ocurriendo así; la sinterización, [25].

CAPITULO IV DETERMINACION DEL DAÑO CAUSADO
POR LA CAVITACION

4.1 DETERMINACION DEL DAÑO CAUSADO POR LA CAVITACION

Las muestras sometidas a termofluencia son analizadas. Dos de estas, una cuando alcanzó una deformación de 5.6 % y la otra 7.6 % que se obtienen ambas en la zona estable de la curva de termofluencia fig. 2.9. Presentan cavitación en la frontera de grano, similar a la fig 3.5 (a) y se observa desprendimiento de algunas fronteras de grano. Lo anterior se puede atribuir al crecimiento y coalescencia de las cavidades implantadas. Así mismo, al desplazamiento de las fronteras de grano que originan la formación de una grieta iniciada generalmente en los puntos triples (conjunction de tres granos [21]) discutido en la secc. 3.5.

Para cuantificar el daño, se realiza la medición de los diámetros de cada cavidad en la población replantada sobre una área de aprox. 0.5 cm^2 . Se obtiene entonces una distribución de tamaños para cada muestra analizada. Con estas, se construyen las distribuciones correspondientes sobre el volumen. Posteriormente, la muestra analizada, se suelda a un recocido de sinterización y se construye nuevamente la distribución acumulada con la medición de los diámetros de las cavidades remanentes, sobre la misma área analizada antes del recocido. Así, mediante este método se puede entender la cinética y medir la velocidad de sinterización de las cavidades.

La preparación metalográfica realizada sobre las muestras sometidas a termofluencia consiste en el desbaste de una capa de aproximadamente 500 micras para asegurar una observación en el bulto de material, un pulido mecánico hasta alúmina de 0.05

micras con un líquido etéreo que resque las cavidades implantadas durante la termofluencia. Se utiliza un reactivo de ataque de una mezcla de Ácidos acético más nítrico 1:1.

La observación y medición de las cavidades se hace con la ayuda de un microscopio electrónico de barrido (marca Jeol modelo JSM - T 200). Se utiliza una amplificación de 2000 X, haciendo un barrido sobre el área de trabajo con una precisión de medición en cada cavidad de ± 0.25 micras.

En la figura 4.1 se observa cavidades implantadas sobre la frontera de grano, se muestra la forma en cuasi-equilibrio que posteriormente crecen y coalescen. En la figura 4.2 se muestra una cavidad en un punto triple. En la número 4.3 se tiene una cavidad fuera de su estado de equilibrio debido al deslizamiento de las fronteras de grano (f.g.). Esto ocurre, cuando la velocidad del deslizamiento de la f.g., es comparable a la velocidad de difusión de la superficie de la cavidad y esta puede entonces elongarse [23]. En las figuras 4.4, 4.5 y 4.6 se tiene deslizamiento de las fronteras de grano que originan la formación de las grietas tipo cuña, similares a las fig. 3.4 del capítulo III. En la número 4.7 se tiene una frontera completamente separada desarrollando, así, la fractura intergranular inducida por la cavitación en condiciones de termofluencia en el Níquel 270.

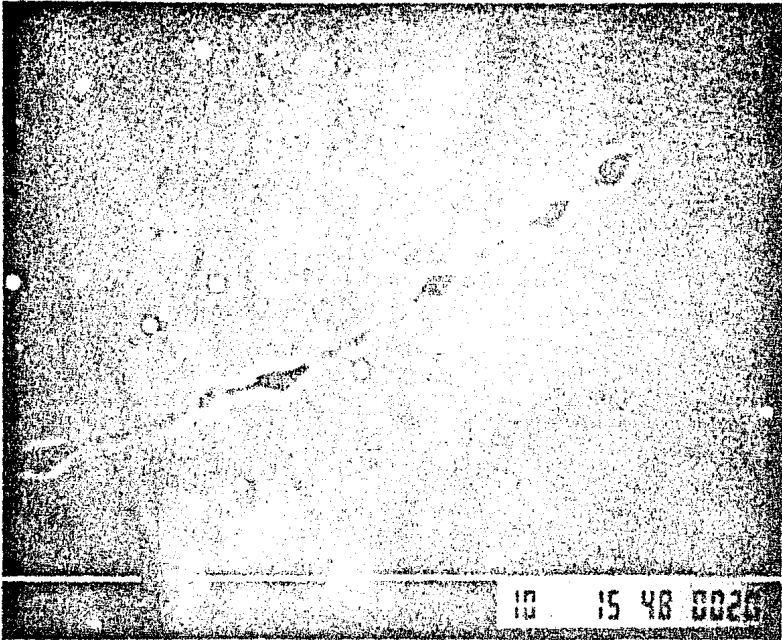


Fig. 4.1 Formación de cavidades de forma de cuasiequilibrio implantadas durante la prueba de fluencia a 800°C y 20 MPa. Atacada químicamente en ácido acético más ácido nítrico 1:1. Fotomicrografía obtenida en el microscopio electrónico de barrido, 2000X.

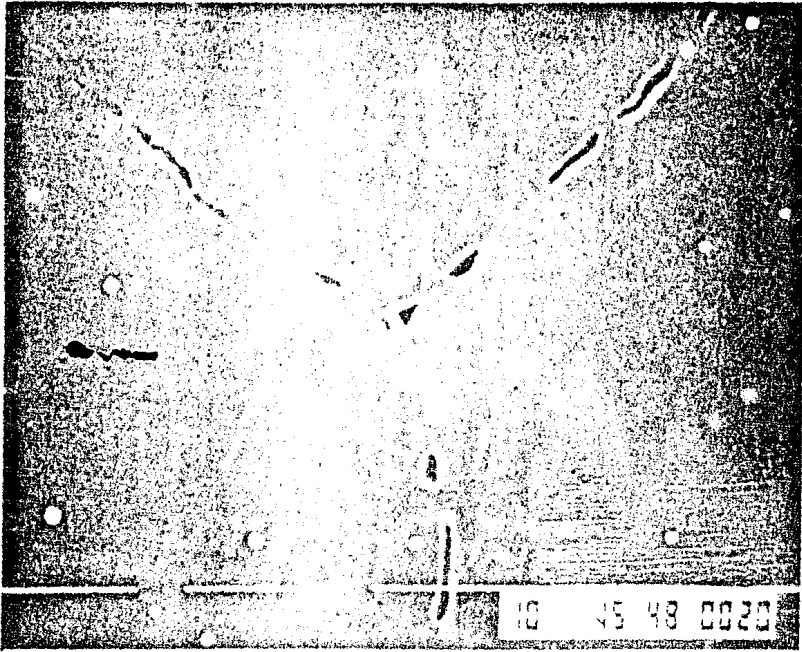


Fig. 4.2 Nucleación de una cavidad en un punto triple durante la prueba de fluencia a 800°C y 20 MPa. Atacada químicamente en ácido nítrico más ácido acético 1:1, 2000X.

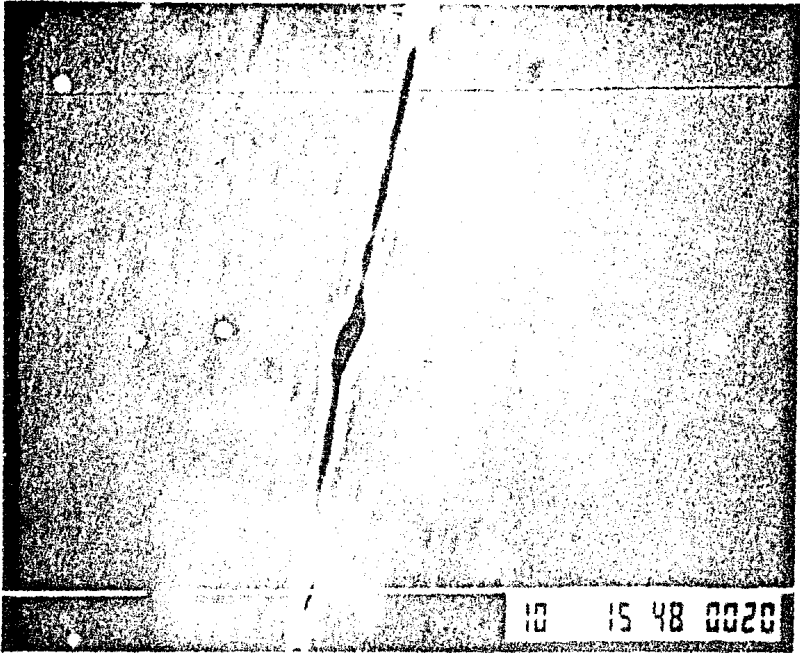


Fig. 4.3 Fotomicrografía de una cavidad fuera de su estado de equilibrio por un deslizamiento de la frontera de grano desarrollada durante la prueba de fluencia a 800°C y 20 MPa , $2000\times$.

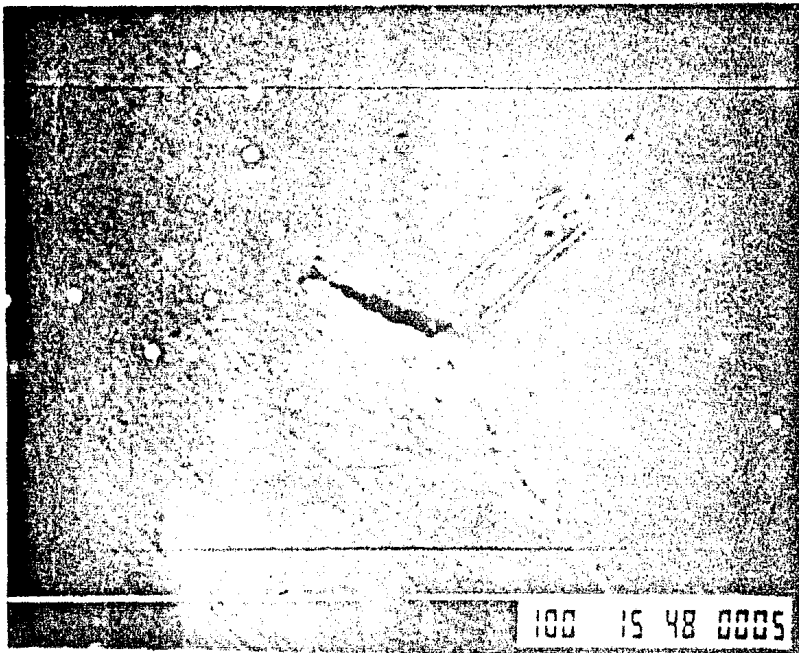


Fig. 4.4 Desarrollo de una fractura intergranular nucleada en un punto triple por el deslizamiento de las fronteras de grano, despues de una deformación del 7.6 % , 500X.

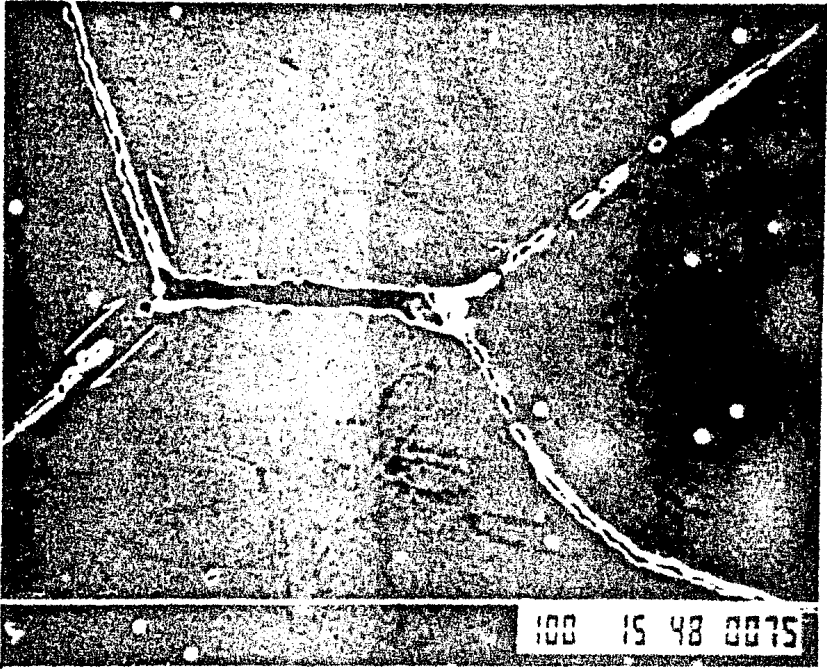


Fig. 4.5 Separación de la frontera de grano por deslizamiento durante la prueba de fluencia a 800°C y 20 MPa, 750X.

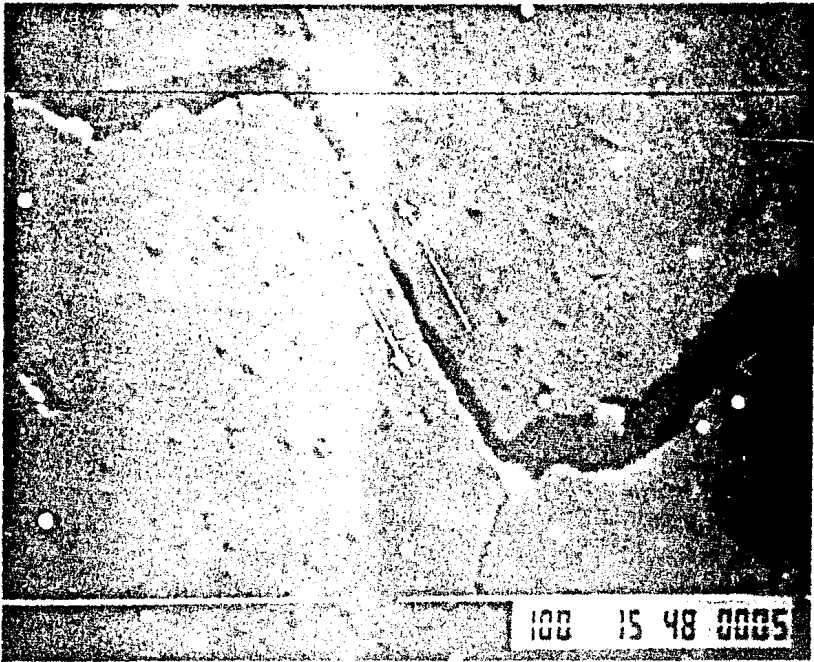


Fig. 4.6 Formación de grietas intergranulares originado por desdoblamiento de las fronteras de grano, después de la prueba de fluencia a 800°C , 20 MPa y una deformación del 7.6 % , 500X.

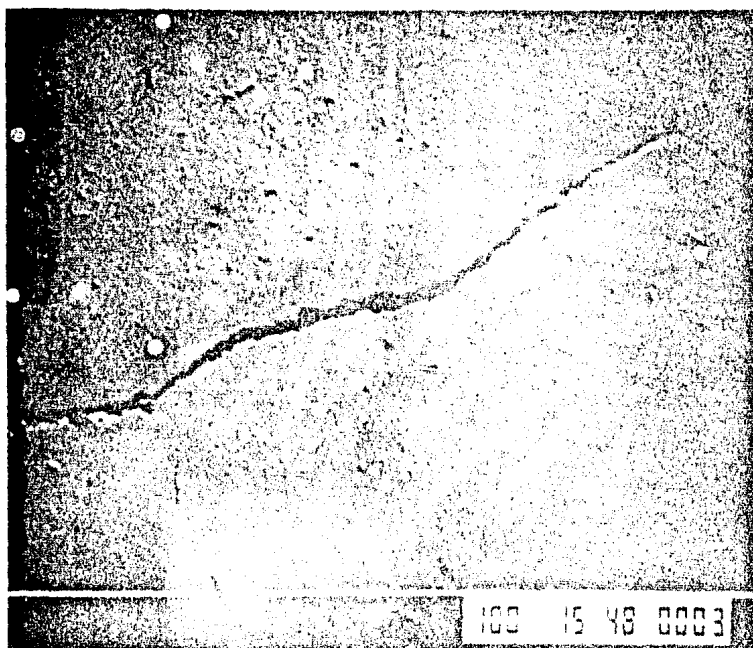


Fig. 4.7 Falla intergranular desarrollada en una muestra cavitada durante la prueba de fluencia a 800°C y 20 MPa, 350X.

4.2 HISTOGRAMA EN ÁREA DE LA DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑOS DE CAVIDADES

Para la muestra deformada 5.6 % se miden un total de 3163 diámetros de cavidades sobre un Área de 4.745 E-5 m^2 y 5124 diámetros sobre un Área de 4.293 E-5 m^2 en la muestra de 7.6 % .

La distribución de diámetros obtenida se transcribe a Histogramas en Área, figuras 4.8 y 4.9 , para las deformaciones del 5.6 % y 7.6 % respectivamente. Ambos representan el número de cavidades por unidad de Área y son normalizados adecuadamente por una unidad de longitud en metros ($D = 0.5 \text{ E-6 m}$) . Aquí es observado un cambio en la distribución hacia radios mayores para la muestra con mayor deformación, que se expresa también en el incremento del diámetro promedio de 2.12 micras hasta 2.61 micras.

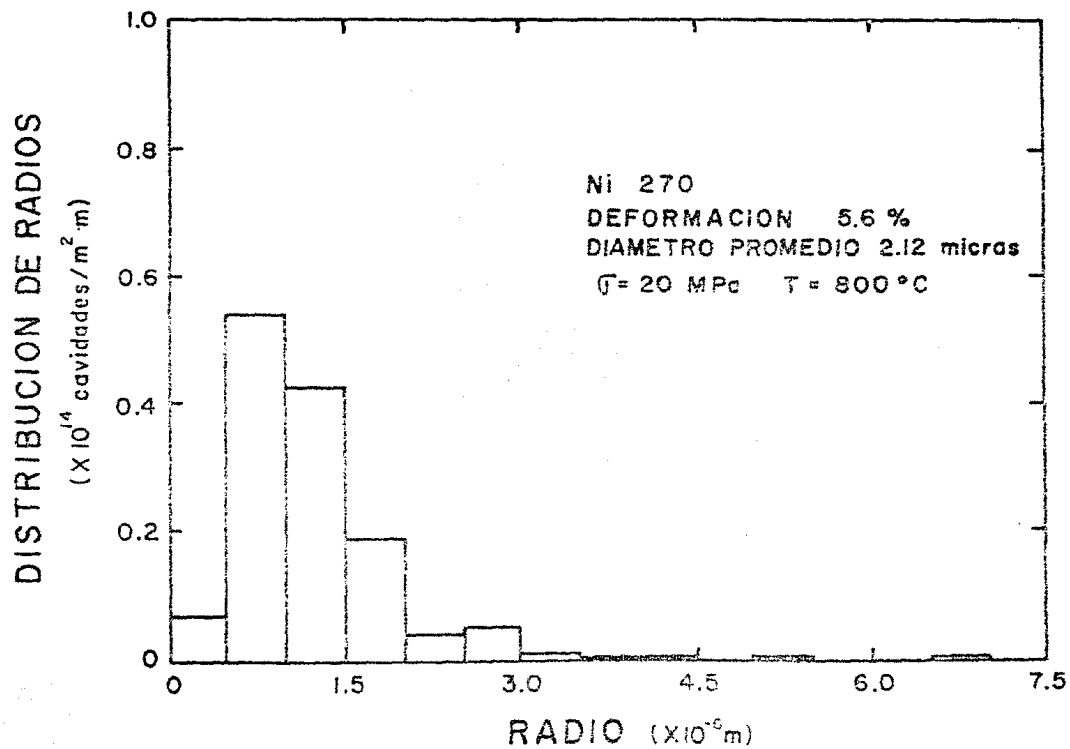


Fig. 4.8 Histograma en área de la distribución de los radios de cavidades, normalizado.

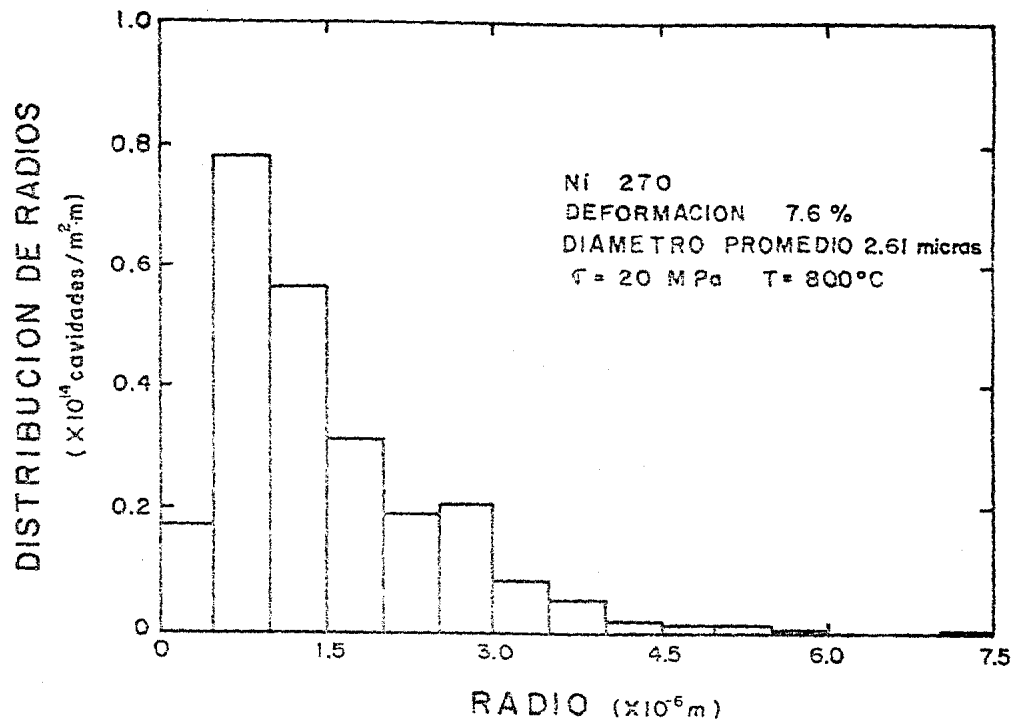


Fig. 4.9 Histograma en área de la distribución de los radios de cavidades, normalizado.

4.3 METODO DE SCHWARTZ-SALTYKOV PARA LA CONVERSION DE UNA DISTRIBUCION DE TAMAÑOS DE PARTICULAS EN AREA A UNA DISTRIBUCION EN VOLUMEN.

Para estudiar los procesos metalúrgicos como a solidificación, la recristalización, nucleación y crecimiento de partículas precipitadas etc. es necesario conocer distribuciones de tamaños y sus cambios con el tiempo.

La medición de una distribución de tamaños de partículas de un sistema polidisperso se consigue experimentalmente mediante un análisis de una estructura planar (análisis metalográfico). Sin embargo, el plano metalográfico obtenido corta a las partículas en un plano al azar, por consecuencia su medición no representa las dimensiones reales de las partículas. El método de Schwartz-Saltykov [38,39] calcula a partir de una distribución de tamaños de partículas por unidad de área obtenida de la medición experimental, a una distribución de tamaños en volumen. Este método considera fundamentalmente partículas con geometrias esféricas para su desarrollo.

Para nuestro caso se obtiene una distribución de tamaños en Área y por este método se hace la conversión, de Área a volumen.

La distribución en tamaños se puede dividir en un número de grupos k generalmente de 7 a 15 [38]. La relación del diámetro máximo con el número de grupos k , nos dará el ancho de clase de acuerdo a: $\Delta = D_{\max.} / k$, así para el primer grupo cuando $j = 1$ el diámetro de la partícula es Δ , para el segundo grupo k en $i = 2$ el diámetro será 2Δ y el diámetro máx. es $D_{\max.} = k\Delta$. Cada grupo k puede tener un determinado número

de secciones i con tamaños de partículas diferentes, por ejemplo, para el primer grupo con diámetros Δ puede tener partículas con tamaños de 0 a Δ y para el segundo grupo tendrán de Δ a 2Δ . El tamaño de cada grupo i será $NA(i)$.

La ecuación básica de Saltzykov relaciona el número de secciones en unidad de área para el número de partículas en unidad de volumen $Nv(i)$, para esferas de un diámetro:

$$NA(i) = \sum_{j=1}^K Nv(j) \Delta \alpha(i, j) \quad (4-1)$$

donde $\alpha(i, j) = \sqrt{j^2 - (i-1)^2} - \sqrt{j^2 - i^2}$, j , es el grupo de partículas formadas de una sección dada sobre el plano de pulido; i , es el tamaño del grupo de la sección.

La ec. (4-1) describe K ecuaciones simultaneas con las incógnitas $Nv(1), Nv(2), Nv(3), \dots, Nv(K-1), Nv(K)$ y resolviendo para cada grupo $Nv(i)$, se obtiene en forma general

$$Nv(i) = \frac{1}{\Delta} \sum_{j=1}^K \beta_{ij} Na(j) \quad (4-2)$$

donde β_{ij} es la matriz inversa de α_{ij} . Los coeficientes β_{ij} fueron calculados por Saltzykov y se expresan en una matriz, Tabla II.

Aquí se utiliza este método para la conversión del histograma en área a un histograma en volumen. El ancho de clase es 0.5 E-6 m y el valor de $NA(i)$ corresponde al número de

i \ j	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	+1.0000	-.1547	-.0360	-.0130	-.0061	-.0033	-.0020	-.0015	-.0009	-.0006	-.0005	-.0004	-.0003	-.0002	-.0001
2		+.5774	-.1529	-.0420	-.0171	-.0087	-.0051	-.0031	-.0021	-.0015	-.0010	-.0009	-.0006	-.0006	-.0004
3			+.4472	-.1382	-.0408	-.0178	-.0093	-.0057	-.0037	-.0026	-.0018	-.0013	-.0010	-.0007	-.0007
4				+.3379	-.1260	-.0386	-.0174	-.0095	-.0058	-.0038	-.0027	-.0020	-.0016	-.0012	-.0009
5					+.3333	-.1161	-.0366	-.0168	-.0094	-.0059	-.0040	-.0028	-.0021	-.0016	-.0013
6						+.3015	-.1081	-.0346	-.0163	-.0091	-.0058	-.0041	-.0028	-.0022	-.0016
7							+.2773	-.1016	-.0329	-.0155	-.0090	-.0057	-.0040	-.0029	-.0022
8								+.2592	-.0961	-.0319	-.0151	-.0088	-.0056	-.0039	-.0028
9									+.2425	-.0913	-.0301	-.0146	-.0085	-.0055	-.0039
10										+.2294	-.0872	-.0290	-.0140	-.0083	-.0054
11											+.2182	-.0836	-.0280	-.0136	-.0080
12												+.2085	-.0804	-.0270	-.0132
13													+.2000	-.0776	-.0261
14														+.1925	-.0750
15															+.1857
	+1.0000	+.4227	+.2583	+.1847	+.1433	+.1170	-.0988	+.0856	+.0753	+.0672	+.0610	+.0553	+.0511	+.0472	+.0441

Tabla II. Matriz de Saltykov, coeficientes β_{ij}

cavidades de la clase i en unidad de Area. $Nv(i)$ serán, las cavidades de la misma clase, pero en unidad de volumen. En las figuras 4.10 y 4.11 se muestran los histogramas en volumen para las muestras deformadas 5.6 % y 7.6 % respectivamente.

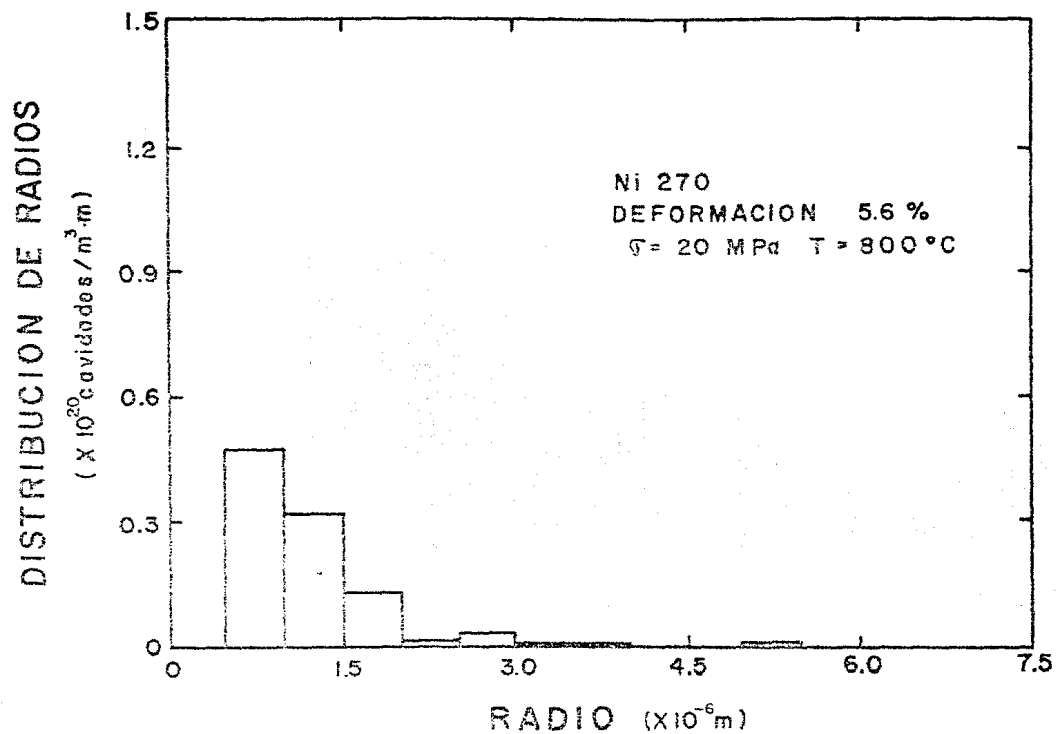


Fig. 4.10 Histograma en volumen de la distribución de radios de cavidades, normalizado.

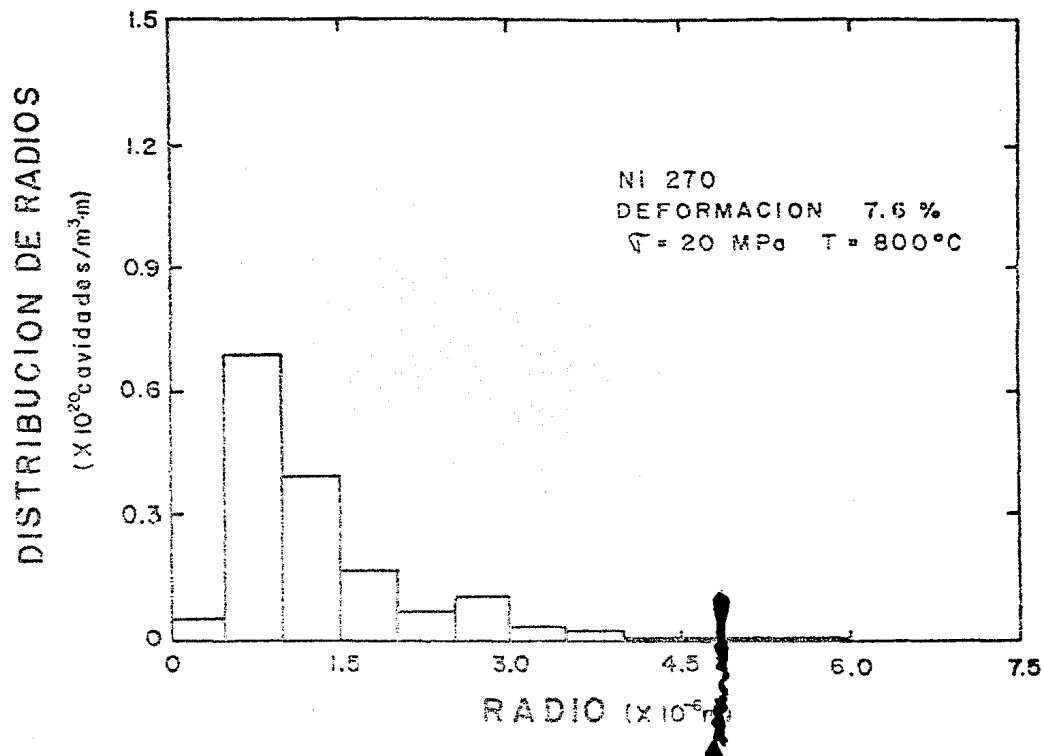


Fig.4.II Histograma en volumen de la distribución de radios de cavidades, normalizado.

4.4 RECOCIDO DE SINTERIZACION DE CAVIDADES

Diversos tratamientos de sinterización se realizan para recuperar las propiedades de materiales usados en condiciones de termofluencia. Procedimientos que involucren la regeneración de la estructura del grano, el traslado de las fronteras de grano, cavidades, el uso de una presión hidrostática externa durante el recocido, [37, 40].

PROCEDIMIENTO.

Se realiza un recocido al vacío en las muestras deformadas (5.6 % y 7.6 %) por termofluencia. Las muestras sinterizadas, se analizan nuevamente por la técnica usada al principio de este capítulo sección 4.1, para cuantificar la densidad de cavidades. La distribución de tamaños de cavidades se muestran en las figuras 4.12 y 4.13 para histogramas en Área y volumen de la muestra deformada 5.6 %. En las figuras 4.14 y 4.15 para histogramas en Área y volumen de la muestra deformada 7.6 %. Los diámetros promedio se incrementan para la muestra def. 5.6 %, de 2.12 a 2.72 micras, y para la muestra con def. de 7.6 %, es de 2.61 hasta 3.06 micras. La distribución se traslada hacia la derecha de la curva durante un sinterizado de 6.05 E+5 segundos a un esfuerzo igual a cero.

L. Martínez y J. H. Schneibel [41], determinaron el tiempo de sinterización por integración de la eq. de Trinkaus, en donde cavidades con $r < r_c$ desaparecen.

$$T_D = \frac{Fv(\alpha) 11 r_c^4}{4 \pi \Omega \delta bDb\delta} \quad (4-3)$$

$Fv(\alpha)$ se define como un factor de forma. $\Omega = 1.1 \text{ E-}29 \text{ m}^3$,
 $\delta bDb = 3.5 \text{ E-}15 \exp(-115 \text{ E}^4 / RT \text{ mol}) \text{ m}^3/\text{s}$, $\delta = 1.7 \text{ J / m}^2$,
 $k = 1.30 \text{ E-}23 \text{ J/mol}(\text{m}^2)^\alpha \text{E}$, $R = 8.314 \text{ J/mol}^\circ\text{E}$. $Fv(\alpha) \approx 2.95$;
 usando una relación $\delta b/\delta = 0.4$, [42]. Para $r_c = 1.8 \text{ E-}6 \text{ m}$,
 se obtiene $T_D \approx 60 \text{ Hrs.}$ Considerando este tiempo como
 característico para que el proceso de sinterización ocurra.

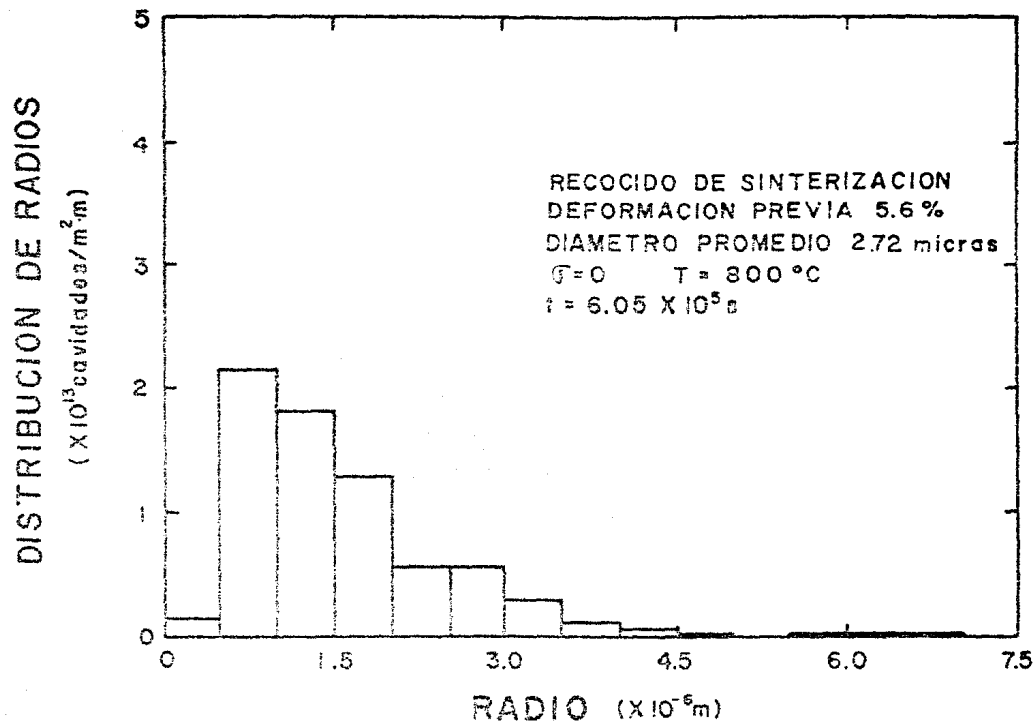


Fig. 4.12 Histograma en área de la distribución de los radios de cavidades, normalizado

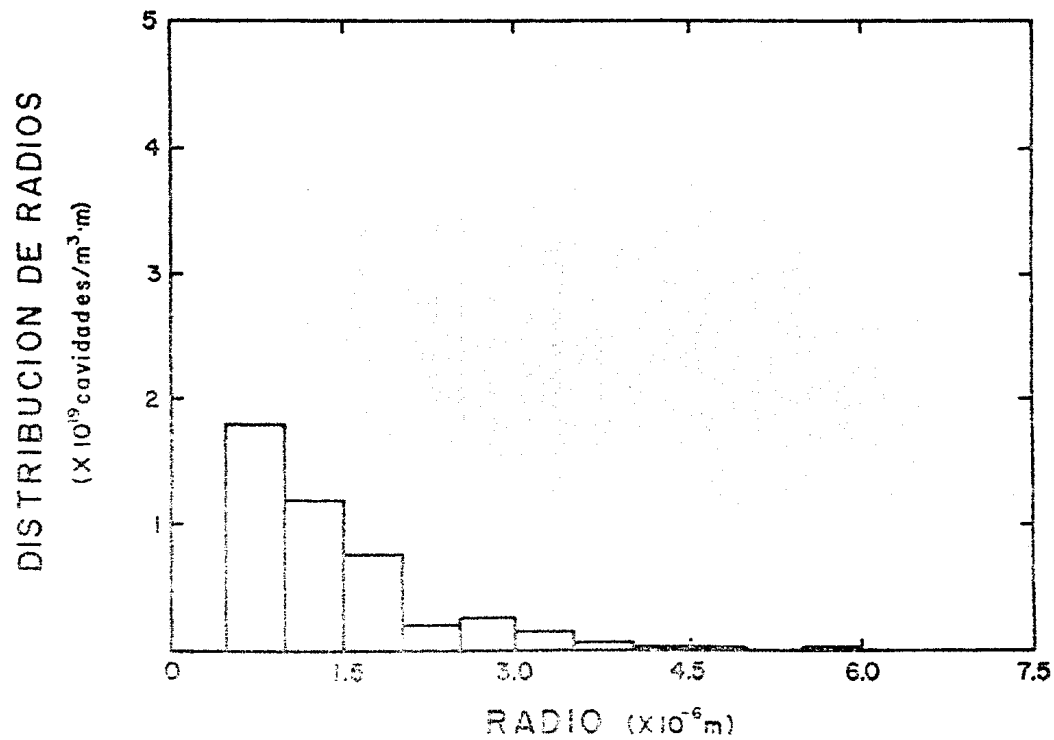


Fig. 4.13 Histograma en volumen de la distribución de radios de cavidades, normalizado.

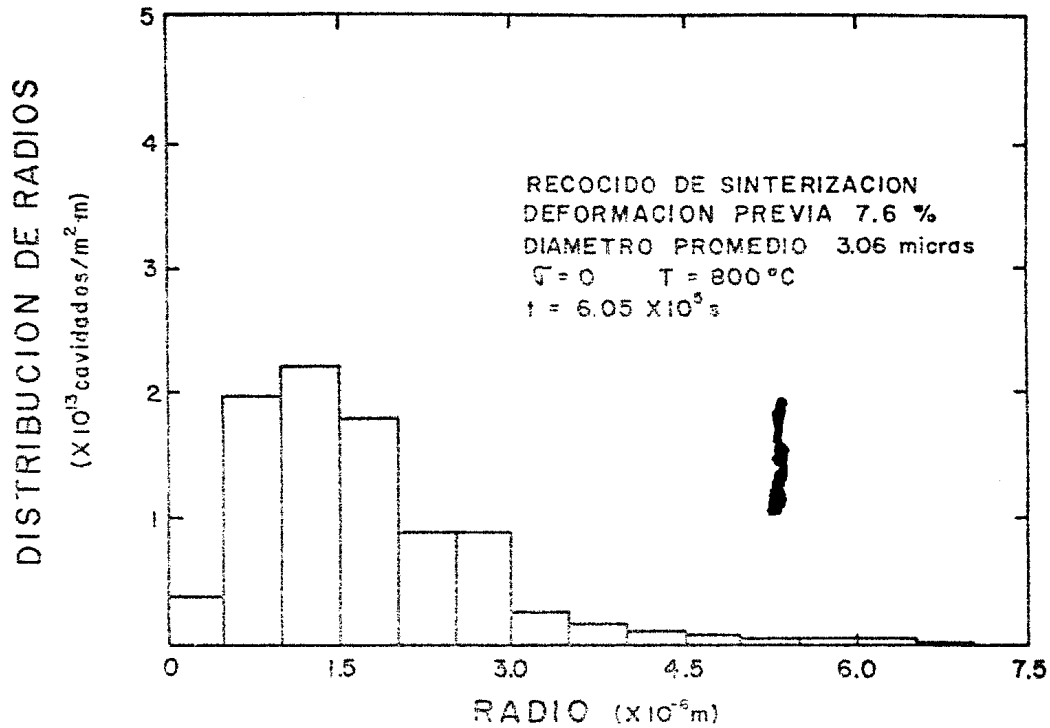


Fig. 4.14 Histograma en área de la distribución de radios de cavidades, normalizado.

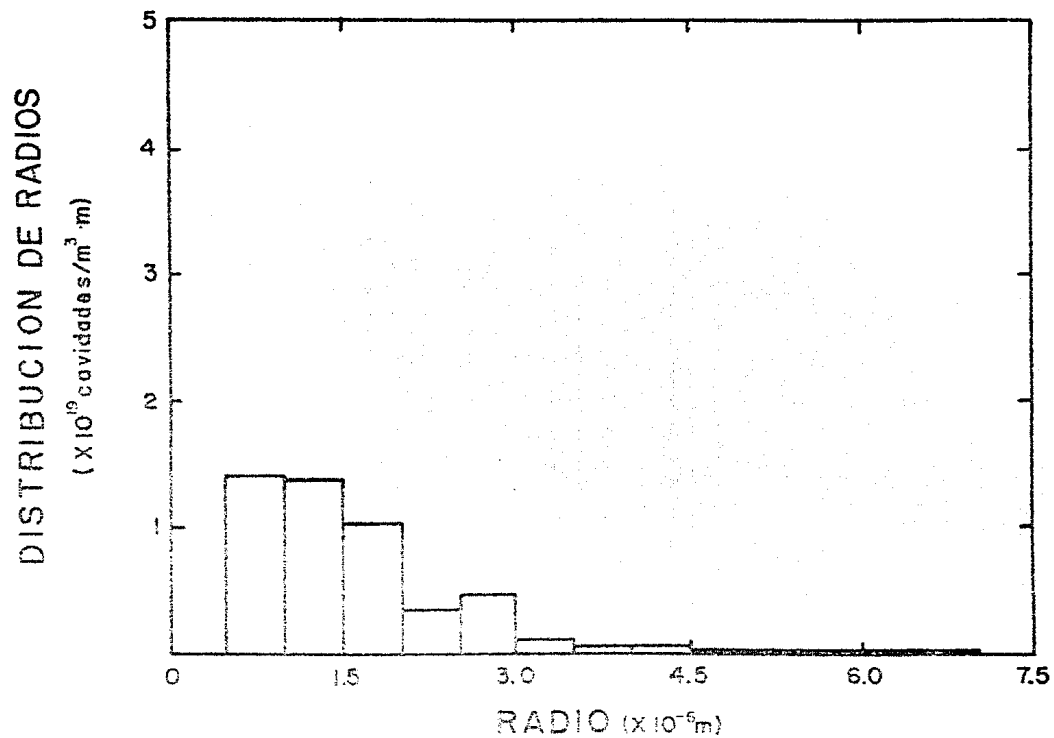


Fig. 4.15 Histograma en volumen de la distribución de radios de cavidades, normalizado.

4.5 DETERMINACION DE LA CINETICA DE SINTERIZACION DE CAVIDADES EN EL NIQUEL PURO (NI 270)

Un experimento de cinética de sinterización es usado, para determinar la cinética de eliminación de cavidades en el níquel puro. La comparación de la distribución de radios acumulados antes y después del recocido, nos proporciona la manera de medir la velocidad de sinterizado dependiendo del radio de la cavidad. La distribución acumulada en Área se gráfica en la Fig. 4.16 para la muestra con una deformación de 5.6 % . De la población de cavidades implantadas se midió un total de 3163 diámetros sobre un Área de $4.7 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2$. Después de un recocido al vacío durante 6.05 E+5 seg. a 800 °C , se midieron diámetros de 1655 cav. sobre la misma Área.

La conversión de estas distribuciones acumuladas en Área a las distribuciones acumuladas en volumen, se puede realizar mediante la siguiente relación, [43]

$$I_v = \frac{1}{h} (A S A^{-1}) I_a \quad (4-4)$$

en donde I_a e I_v corresponden a un arreglo en columna representando la distribución acumulada de radios en Área y volumen respectivamente, tablas III y IV ; h , es el ancho de clase; S , es la matriz de Saltykov [30], tabla II secc. 4.3

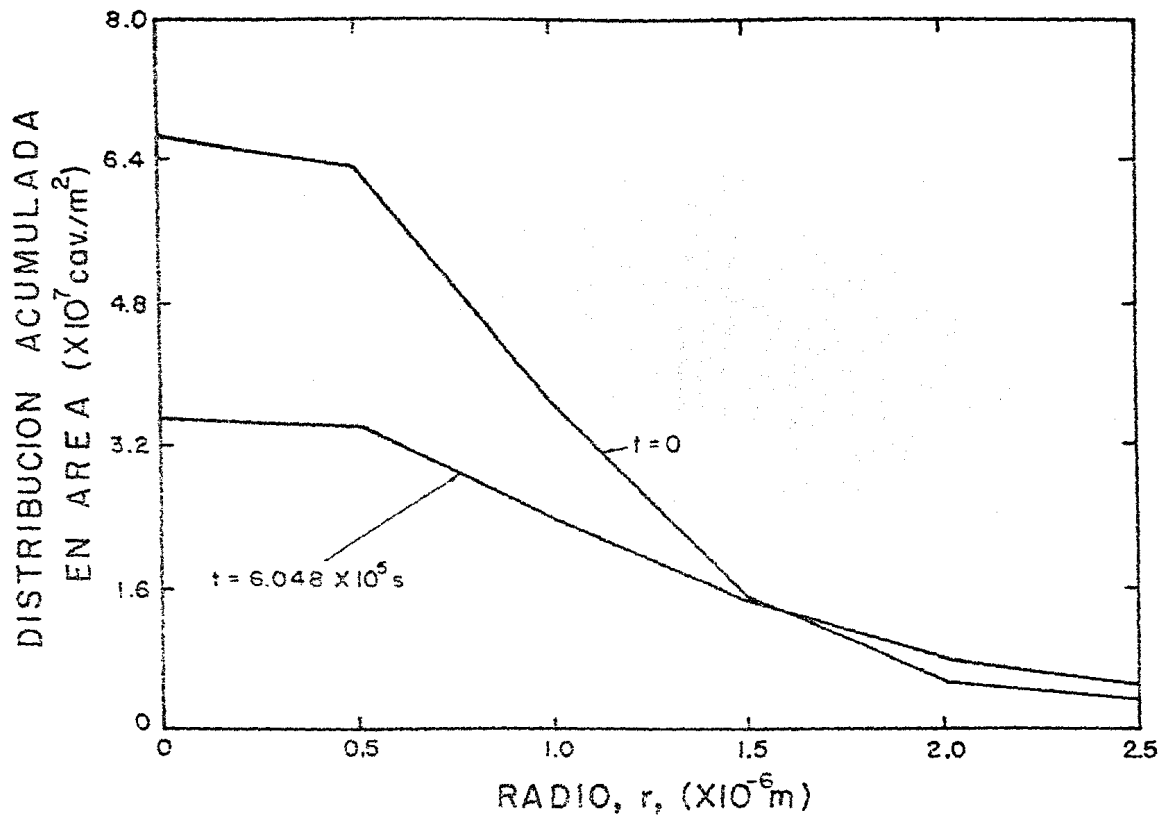


Fig. 4.16

Tabla III

Distribución de radios de cavidades acumulados en el Ni 270 después de una prueba de termofluencia a 20 MPa y 800 °C interrumpida cuando la deformación alcanzó 5.6 %

Radio de cavidad r , (1 E-6 m)	Número de cavidades	Densidad en Área de cav. con radios $\geq r$, 1 E+7 cav./m ² Ia	Densidad en vol. de cav. con radios $\geq r$, 1 E+13 cav./m ³ Iv
0.0	3162	6.6660	4.8833
0.5	3000	6.3246	4.8833
1.0	1718	3.6228	2.5042
1.5	712	1.5026	.8988
2.0	259	.5479	.2496
2.5	165	.3498	.1834
3.0	40	.0864	.0374
3.5	15	.0337	.0125
4.0	6	.0148	.0037
4.5	4	.0105	.0032
5.0	4	.0105	.0032
5.5	1	.0042	.0010
6.0	1	.0042	.0010
6.5	1	.0042	.0010
7.0	0	.0021	.0002
7.5	0	.0021	.0002
8.0	0	.0021	.0002
8.5	0	.0021	.0002
9.0	0	.0021	.0002
9.5	0	.0021	.0002
10.0	0	.0021	.0002

Tabla IV

Distribución de radios de cavidades acumulados en la muestra deformada por termofluencia (5.6 %) después de un recocido al vacío a 800 °C durante 6.05×10^5 segundos.

Radio de cavidad r, (1×10^{-6} m)	Número de cavidades	Densidad en Área de cav. con radios $\leq r$, 1×10^7 cav./m ²	Densidad en vol. de cav. con radios $\leq r$, 1×10^{13} cav./m ³
		Ia	Iv
0.0	1655	3.4900	1.3298
0.5	1623	3.4200	1.3298
1.0	1112	2.3435	1.3298
1.5	681	1.4352	.7306
2.0	377	.7945	.3441
2.5	246	.5184	.2384
3.0	112	.2360	.1039
3.5	43	.0906	.0340
4.0	21	.0443	.0169
4.5	7	.0148	.0036
5.0	5	.0105	.0029
5.5	5	.0105	.0029
6.0	3	.0063	.0016
6.5	2	.0042	.0012
7.0	1	.0021	.0008
7.5	1	.0021	.0008
8.0	0	0.0000	0.0000
8.5	0	0.0000	0.0000
9.0	0	0.0000	0.0000
9.5	0	0.0000	0.0000
10.0	0	0.0000	0.0000

La matriz A y inversa A⁻¹ están dadas por

$$A = \begin{pmatrix} 1 & 1 & . & . & 1 \\ 0 & 1 & 1 & . & 1 \\ 0 & 0 & 1 & . & 1 \\ . & . & 0 & 1 & . \\ . & . & . & . & . \\ 0 & 0 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

$$A^{-1} = \begin{pmatrix} 1 & -1 & 0 & . & 0 \\ 0 & 1 & -1 & . & 0 \\ . & . & . & . & . \\ . & . & . & . & . \\ . & . & . & . & . \\ 0 & 0 & 0 & 1 & -1 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

La matriz [ASA⁻¹] se muestra en la tabla V. Resolviendo la relación 4-4 se obtiene la distribución en volumen, figura 4.17

Las curvas de la figura 4.17 son unidas mediante segmentos horizontales, correspondiendo a los radios iniciales cuando t = 0 y radios finales de t = 6 (±5 seg. La relación de la magnitud de estos segmentos y el tiempo de recorrido, nos dará la velocidad de reducción del radio.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	+1.0000	-0.5774	-0.1641	-0.0738	-0.0414	-0.0263	-0.0182	-0.0133	-0.0101	-0.0080
2		+0.5774	-0.2831	-0.0965	-0.0483	-0.0291	-0.0193	-0.0140	-0.0105	-0.0082
3			+0.4472	-0.2076	-0.0730	-0.0376	-0.0232	-0.0159	-0.0116	-0.0089
4				+0.3780	-0.1706	-0.0606	-0.0315	-0.0196	-0.0136	-0.0100
5					+0.3333	-0.1480	-0.0527	-0.0275	-0.0172	-0.0120
6						+0.3013	-0.1323	-0.0472	-0.0247	-0.0155
7							+0.2774	-0.1207	-0.0431	-0.0225
8								+0.2582	-0.1117	-0.0398
9									+0.2425	-0.1044
10										+0.2294

Tabla V. Primeros 10X10 elementos de la matriz $[ASA^{-1}]$

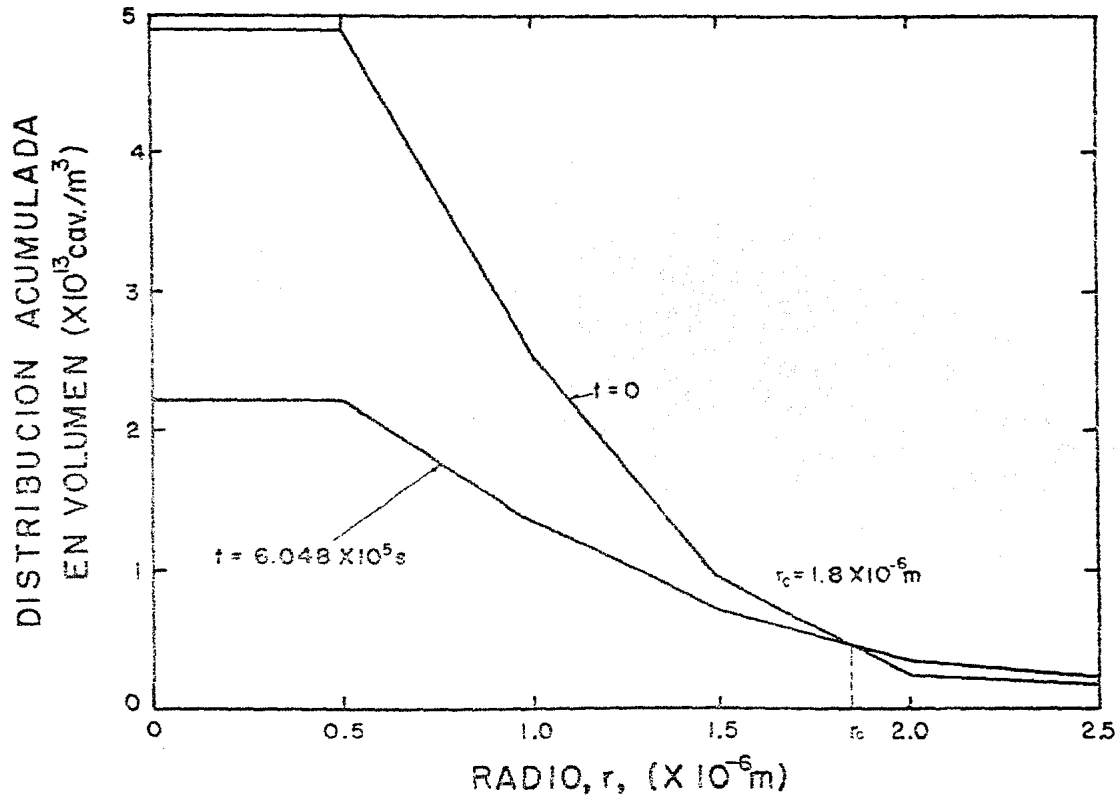


Fig. 4.17

Como la velocidad de sinterización isotérmica de cavidades, es función del radio se puede calcular como, [43]

$$V(\bar{r}) = \frac{r_f - r_i}{\Delta t} \quad (4-4.1)$$

donde $V(\bar{r}) = (r_f + r_i)/2$

La ec. (4-4.1), indica que la velocidad puede ser asociada en cualquier punto de la longitud de la barra $r_f - r_i$. Cuando la diferencia $(r_f - r_i) > 0$, la velocidad de crecimiento es positiva. Esto se muestra en la fig. 4.18 para radios $r > 1.8 \text{ E-6 m}$, que corresponde al radio crítico.

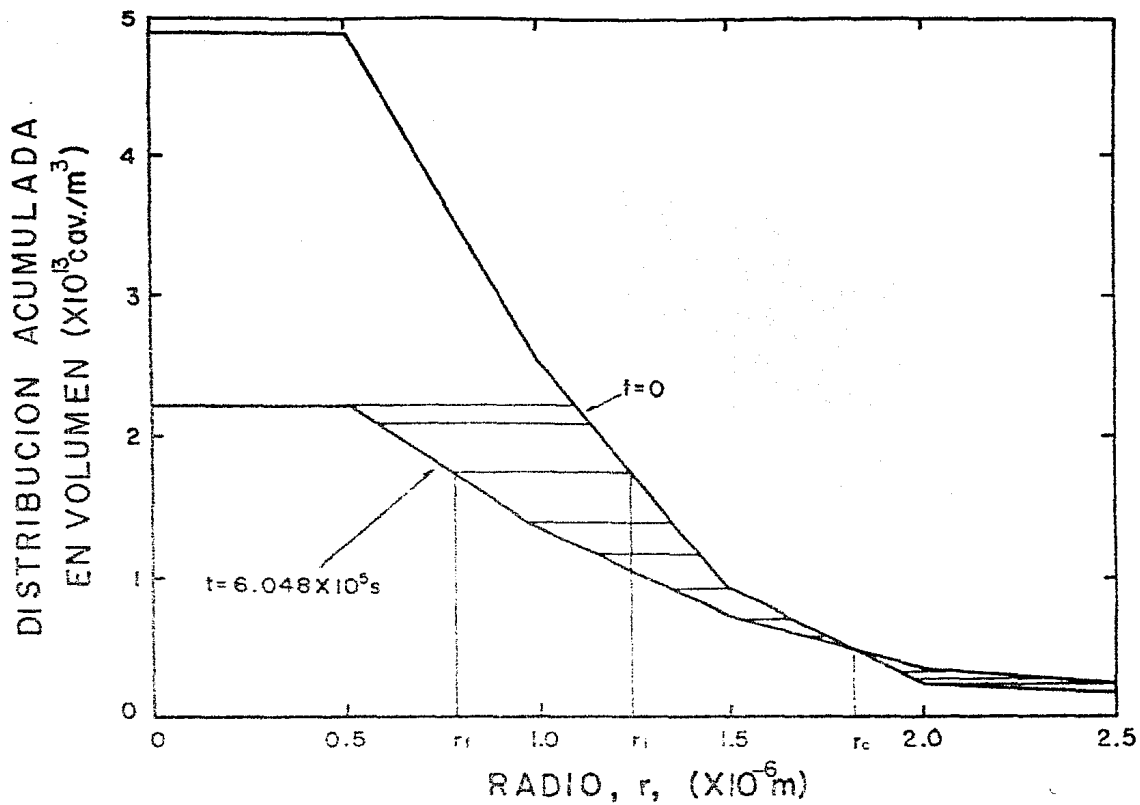


Fig. 4.18

4.6 COMPARACION DEL MODELO DE TRINKAUS CON LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES

El modelo de Trinkaus, para la velocidad de crecimiento o sinterización de cavidades aisladas sobre la frontera de grano, es utilizado aquí.

La ecuación de Trinkaus se puede expresar en función de la velocidad de crecimiento de radios de cavidad, suponiendo una geometría esférica. De la ec. (3-11) y del volumen de una esfera se obtiene

$$\frac{dr}{dt} = \frac{\Omega D_b \delta b}{2 kT r^2} \left(\mathcal{G} + P - \frac{2\delta}{r} \right) \quad (3-11.1)$$

en donde $\mathcal{G} = 0$, para nuestro experimento. Si, en un principio, consideramos la ausencia de la presión de gas interna, $P = 0$, la ec. (3-11.1) es graficada en la figura 4.19, con $\delta = 1.7 \text{ J / m}^2$, curva 1. Aquí es observada una gran discrepancia con la curva experimental, aún suponiendo valores para δ cinco veces menores a los determinados experimentalmente (42), curva 5. La ec. de Trinkaus considera que la velocidad $dr/dt = 0$ a $r = \infty$, es decir, que todas las cavidades se sinterizan independientemente del valor de la energía libre de superficie.

Stevens y Flewitt [37], trabajaron con una aleación de Ni - 2 % Cr modelaron una ecuación similar a la ec. (3-11.1) considerando una presión de gas interna P y la presencia de una presión hidrostática externa, P_h . El resultado del análisis de

su modelo, es el siguiente: Utilizando una presión $P = 0.1$ MPa y cavidades de 10 micras de radio y una $P_h = 0$ durante un tiempo de $t = 1 \text{ E}+8$ seg., la cavidad disminuye tan sólo 1 micra de su radio inicial y esta permanece cte. Con una $P_h = 1500$ Mpa en un tiempo $t = 1 \text{ E}+3$ seg. el radio final es 0.3 micras y permanece cte. Lo anterior significa indudablemente, que la presencia de un gas dentro de la cavidad evita la sinterización completa.

En la figura 4.18 se definen dos zonas. Una para radios subcríticos, es decir $r < r_c$ y una zona de radios supercríticos, $r > r_c$. El incremento de cavidades con radios $r > r_c$, nos da, la evidencia de la presencia de una presión de gas interna. Esta se desarrolla durante la termofluencia por la difusión externa de gas a lo largo de la frontera de grano y la difusión en bucle de átomos de gas intersticial. [37]. La presión interna P , vence al término $2\gamma/r$ cuando las cavidades alcanzan radios $\geq r_c$, que se puede considerar como una barrera energética.

La presión P , puede ser evaluada cuando la velocidad de crecimiento o sinterización es cero. Se determina de acuerdo a [43].

$$P = 2\gamma / r_c \quad (4-5)$$

La ec. (4-4.1) es graficada en la figura 4.19 señalada por barras de error. La ec. (3-11.1) es graficada aquí mismo, para una $P = 1.00$ MPa y $\gamma = 1.7 \text{ J} / \text{m}^2$, curva 6. Si la misma ec. (3-11.1) se grafica para diferentes valores de γ , se obtienen presiones de hasta 0.37 MPa, Curvas 7,8,9 y 10. Ver tabla VI.

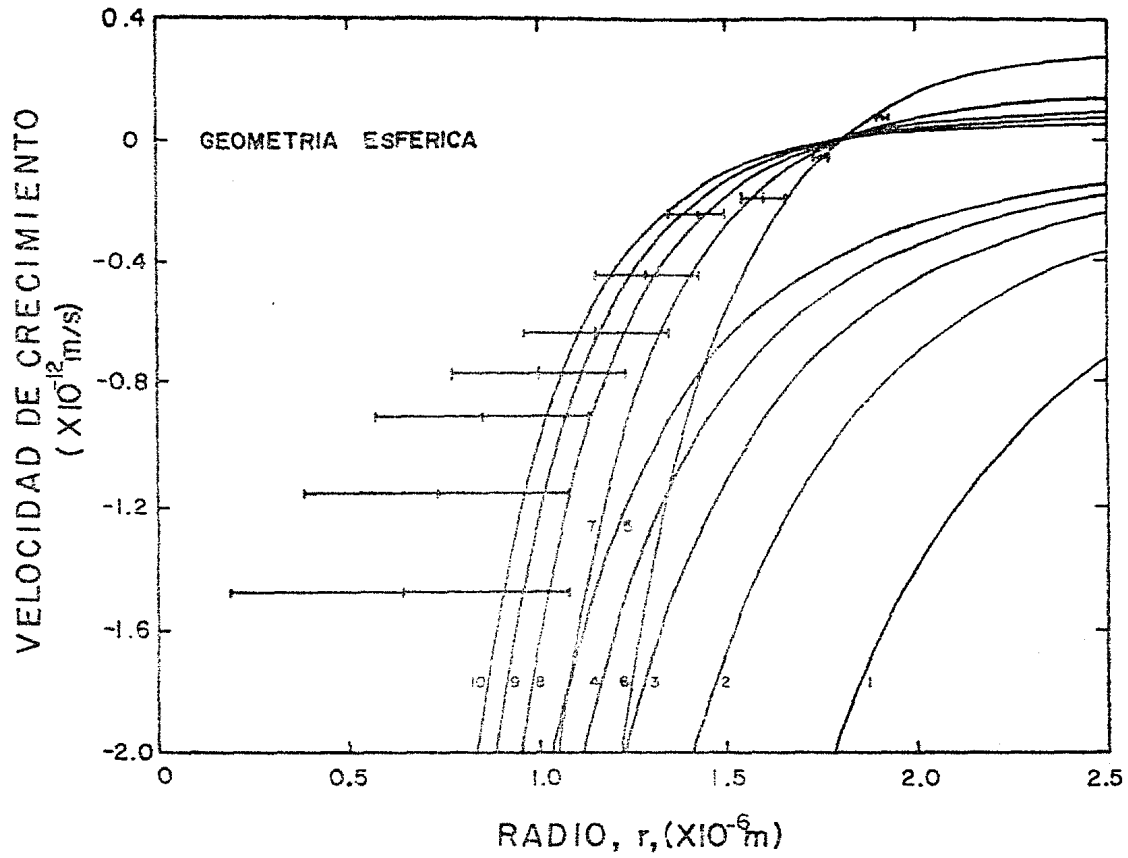


Fig. 4.19

Tabla VI

Curva	Presión de gas interna		Energía libre de superficie (J / m ²)
	(MPa)	(atm)	
1	0.0000	0.0000	1.7000
2	0.0000	0.0000	0.8500
3	0.0000	0.0000	0.5666
4	0.0000	0.0000	0.4250
5	0.0000	0.0000	0.3400
6	1.8888	18.6357	1.7000
7	0.9444	9.3178	0.8500
8	0.6296	6.2119	0.5666
9	0.4722	4.6589	0.4250
10	0.3777	3.7271	0.3400

4.6.1 ECUACION DE TRINKAUS PARA UN CRECIMIENTO EN FORMA LENTICULAR DE EQUILIBRIO

La formación de cavidades sobre la frontera de grano define geometrías cercanas a una esfera, que puede depender de parámetros básicos como la energía libre de superficie de la cavidad y la frontera de grano [21]. El volumen de un hueco de forma lenticular se puede calcular como $V = F_V(\alpha) r^3$, en donde r , es el radio de curvatura y $F_V(\alpha)$ se define en la ec. (3.9).

Sobre la esquina de la cavidad figura 3.7, el equilibrio de fuerzas está determinado por

$$2 \gamma \cos \alpha = \gamma_b \quad (4-6)$$

La ecuación de Trinkaus, definida para la velocidad de crecimiento en radio, es ahora:

$$\frac{dr}{dt} = \frac{2 \pi \Omega \sin \theta}{3 F_V(\alpha) D \Gamma r^2} \left(\sigma + P - \frac{2 \gamma}{r} \right) \quad (4-6.1)$$

en donde $F_V(\alpha)$ se determina por:

$$F_V(\alpha) = \frac{2}{3} \pi \left(2 - 3 \frac{\gamma_b}{2 \gamma} + \left(\frac{\gamma_b}{2 \gamma} \right)^3 \right) \quad (4-6.2)$$

Sustituyendo la ecuación 4.6.2 en 4.6.1 se obtiene:

$$\frac{dr}{dt} = \frac{\Omega \sin \theta}{2 \pi r^2} \left(\sigma + \frac{2\gamma}{r} \right) \left[\frac{1}{1 + \frac{\delta_b}{\delta} \left(\frac{1}{16} \left(\frac{\delta_b}{\delta} \right)^2 - \frac{3}{4} \right)} \right] \quad (4.6.3)$$

en donde, este último término corresponde a un ajuste por geometría que depende de la relación δ_b / δ .

Los valores de $\delta = 1.7 \text{ } \mu\text{m}^2$ y $\delta_b = 0.69 \text{ } \mu\text{m}^2$, dan una relación $\delta_b / \delta = 0.4$, (24). El factor geométrico resulta ser, un número independiente del radio de curvatura. La ecuación 4.6.3 es graficada en la figura 4.26 y se observa el acercamiento de las curvas hacia la izquierda aproximándose a los datos experimentales.

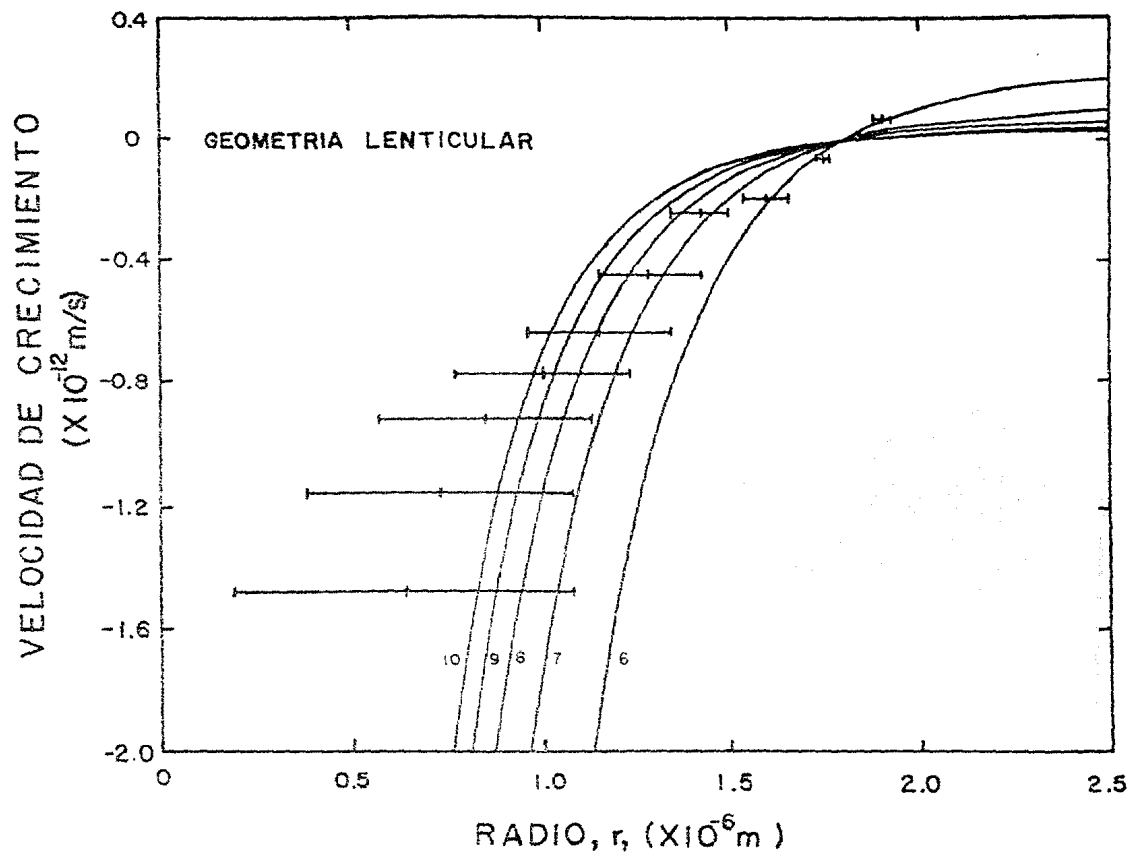


Fig. 4.20

CONCLUSIONES.

CONCLUSIONES

Un estudio de los cambios microestructurales que sufre un material durante el recocido fué realizado.

En la recuperación se restauran principalmente propiedades físicas sin la regeneración de la estructura. La cinética de este proceso indica que la velocidad de recuperación isotérmica es inversamente proporcional al tiempo de recocido. Así para una temperatura determinada, la cantidad de recuperación es una función lineal del logaritmo del tiempo.

La recristalización y el crecimiento de grano en donde ocurre una regeneración de la microestructura se realiza por nucleación y crecimiento. La cinética de ambos procesos se caracterizan por una correlación de una curva del tipo S entre el volumen de transformación y el tiempo de recocido.

El tamaño de grano determinado en la microestructura empleada para la prueba de termofluencia fué de 0.2 μm . Además fueron calculados los parámetros de crecimiento de grano $k' = 0.56\text{E-}6 \text{ mm}^5 \text{ min}^{-1}$ y $n = 0.2$, para el níquel puro.

Se pudo comprobar que la fractura en el níquel puro bajo un esfuerzo de 0.18 σ_y ($\sigma_y =$ punto de fluencia) y 0.62 de la temperatura de fusión (en escala absoluta), es intergranular y se origina por el crecimiento y la coalescencia de cavidades sobre la frontera de grano. Además se nuclearon grietas tipo cuffa en los puntos triples por el deslizamiento de las fronteras de grano, esto último como un mecanismo de deformación.

La población de cavidades sobre la frontera de grano y las grietas tipo cuffa son formadas al principio de la etapa estable.

Se determinó que la distribución de tamaños de cavidades obtenida durante la prueba de termofluencia es del tipo Log-normal.

En este trabajo se utilizó el recocido al vacío de una muestra cavitada como método de eliminación de sinterización de cavidades. La determinación de la cinética de sinterización consistió en la comparación de las distribuciones acumuladas de radios antes y después del recocido al vacío.

Considerando una presión de gas interna de 5×10^{-5} a nueve veces la presión atmosférica y energías de superficie de dos a tres veces menores a las determinadas experimentalmente, se obtiene una buena aproximación del modelo de Frankel con nuestro experimento. Una mayor aproximación se obtiene cuando este modelo es derivado para una geometría lenticular de equilibrio, lo cual es válido por las observaciones realizadas sobre la morfología de las cavidades.

REFERENCES

1. J.K. Tien and T.F. Elliott, "Metallurgical Treatises," Ed. Technology of Metallurgy Series AIME, p. 385. (1983).
2. R. W. Cahn, "Physical Metallurgy," N.H. Publishing Company, New York, Third Edition, (1977).
3. J. Wulff, "Ciencia de los Materiales," Vol. II, 2d ed., Ed. Limusa S.A., (1979).
4. G. E. Dieter, "Mechanical Metallurgy," McGraw-Hill, Second Ed., New York, (1979).
5. Shewman, "Transformation in Metals," McGraw-Hill, (1969).
6. D. S. Clark, Ph.D., "Physical Metallurgy for Engineers," D. Van Nostrand Company, Second Edition, (1962).
7. A. G. Guy, "Physical Metallurgy for Engineers," Ed. Addison Wesley, (1962).
8. W. A. Johnson and R. F. Mehl, Trans. AIME, 135, (1939), 416.
9. M. Arami ; J. Chem. Phys., 7, 103 (1939).
10. G. F. Carter, "Principles of Physical and Chemical Metallurgy," American Society for Metals, Metals Park, Ohio 44073, (1979).
11. Metals Handbook, Vol. 3, p.p. 131-132, American Society for Metals, (1980).
12. G. Kehl, "The Principles of Metallographic Laboratory Practice," McGraw-Hill, Third Ed., New York, (1949).

13. American Society for Testing Materials, ASTM, E 112-63.
14. M. F. Ashby, D. R. H. Jones, "Engineering Materials," Vol. 34, A. Wheaton, Co. LTD. Great Britain, (1980).
15. R. W. Hertzberg, "Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials," Ed. John Wiley, (1976).
16. R. E. Smallman, "Modern Physical Metallurgy," Ed. Fourth, Butterworth, London, (1983).
17. J. Fuentes Mava, J. Ramirez Bergman, L. Martinez Gómez, rev.: Instrumentación y Desarrollo, No. 3, Vol. 1, (1983), p. 17.
18. J. Wulff, "Ciencia de los Materiales," Vol. III, 2d ed., Ed. Limusa S.A., (1979).
19. S. H. Goods, T. B. Nieh : Scripta Met., Vol. 17, (1983), p. 23.
20. T. -J. Chuang and J. R. Rice: Acta Met., Vol. 21, (1973), p. 1625.
21. R. Rai and N. F. Ashby: Acta Met., Vol. 23, (1975), p. 653.
22. L. Martinez and W. D. Nix: Metall. Trans. A, Vol. 13 A, (1982), p. 427.
23. W. D. Nix, K.S. YU, and J.S. Wang: Metall. Trans. A, Vol. 14 A, (1983), p. 563.
24. C. Herring : J. appl. Phys., Vol. 21, (1950), p. 437.
25. D. Hull and R.F. Rimmer : Philos. Mag., Vol. 4, (1959), p. 573.
26. C. L. White, J. H. Schneibel and R. A. Padgett : Metall. Trans. A, Vol. 14 A, (1983), p. 595.

27. R. M. Pelloux, N. S. Stoloff, "Creep-Fatigue Environment Interactions," Conference Proceedings the Metallurgical Society of AIME, (1980), p. 46-85.
28. A. S. Argon : Scripta Met., Vol. 17, (1983), p. 5.
29. R. Raj : Acta Met., Vol. 26, (1978), P. 995.
30. M. V. Speight and W. Boere : Met. Sci., Vol. 9, (1975), p. 190.
31. H. Trinkaus : Scripta Metall., 15, (1981), p. 825.
32. I. Martinez , Tesis Doctoral, Universidad de México, UNAM, (1980).
33. T.-J. Chuang, K.I. Kagawa, J.R. Rice and L.B. Sills: Acta Met., Vol. 27, (1979), p. 265 .
34. A. Needleman and J.R. Rice : Acta Met., Vol. 28, (1980), p. 1315 .
35. G. H. Edward and M. F. Ashby : Acta Met., Vol. 27, (1979), p. 1505.
36. J. S. Wang, I. Martinez and W. D. Nix : Acta Met., Vol. 31, (1982), p. 873.
37. R. A. Stevens and P. E. J. Flewitt : Acta Met., Vol. 27, (1979), p. 67.
38. R. T. Dehoff, F. N. Rhines, " Quantitative Microscopy," Ed. McGraw-Hill, (1960).
39. R. T. Dehoff, " Quantitative Metallographyc," Transactions of the Metallurgical Society of AIME, Vol. 224, June (1967), p. 474.
40. I. Martinez, " Two dimensional model for intergranular void elimination by hot isostatic pressure," aceptado en Kinam.

41. L. Martinez and J. H. Schneibel: Phil. Mag. A, Vol. 51, 129,
(1985).
42. A. Kelly and G. W. Groves, " Crystallography and Crystal
Defects," Ed. Addison Wesley , Longman London,
(1970).
43. L. Martinez, J. Fuentes y V. H. Tapia, " Kinetics of cavity
sintering in pure nickel " , Aceptado en Acta Met.,

1984