

01127
7



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

**“VARIACIÓN DEL COMPORTAMIENTO
SUPERPLÁSTICO EN FUNCIÓN DEL ESPESOR DE
LA ALEACIÓN Cd-Zn”**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO MECÁNICO

P R E S E N T A:

FREDY CHAVARRÍA EMETERIO



ASESOR: DR. GABRIEL TORRES VILLASEÑOR

MÉXICO, D.F.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

2003

A



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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 esta 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.

***A mis padres, José Chavarría S. y Josefina Emeterio B.,
con el máximo agradecimiento, respeto y cariño, símbolos de
constancia y comprensión. Gracias por sus enseñanzas, su
paciencia y sus palabras de aliento cuando lo he necesitado.***

***A mis hermanos, Eric, Josué y Vero, con quienes he
tenido la dicha de crecer y compartir alegrías y tristezas a lo
largo de toda mi vida.***

***A mis amigos, y en especial a Fabiola y Rodica, por esos
momentos y experiencias que compartieron conmigo y que
me enriquecieron enormemente.***

Autorizo a la Dirección General de Bibliotecas de la
UNAM a difundir en forma digital el presente
contenido de mi obra en su totalidad.
NOMBRE: Fredy Chavarría Emeterio
FECHA: 9/Septiembre/2003
FIRMA: Fredy

AGRADECIMIENTOS.

Agradezco sinceramente al director de esta tesis, Dr. Gabriel Torres Villaseñor, por su ayuda incondicional, sus enseñanzas y apoyo para este trabajo.

A los miembros del jurado, Dr. Gabriel Torres Villaseñor, M. en I. Armando Ortiz Prado, Ing. Ubaldo Eduardo Márquez Amador, M. en I. Said Robles Casolco y Dr. Arturo Barba Pingarrón, por sus valiosos comentarios y el tiempo dedicado a la revisión de esta tesis.

Al M. en I. Said Robles Casolco por sus observaciones y consejos que fueron de gran ayuda para la consolidación de este trabajo.

Al Técnico Académico Carlos Flores Morales por su disponibilidad y ayuda en el microscopio electrónico de barrido.

A Ernesto Sánchez Collín, quien me brindó su apoyo para la realización de las pruebas mecánicas.

Al M. en I. Gabriel Lara por el soporte técnico en los procesos de fundición y laminación.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, CONACYT, por concederme una beca para realizar esta tesis bajo el proyecto NC 00204-U.

Al programa de becas de tesis de licenciatura de la UNAM, PROBETEL, por la beca recibida durante este trabajo de investigación.

A la Universidad Nacional Autónoma de México y a sus académicos por la formación y conocimientos adquiridos y por tener siempre las puertas abiertas a todos aquellos que quieren adquirir conocimiento.

Al Instituto de Investigaciones en Materiales por la oportunidad en tiempo y espacio para la realización de este trabajo de tesis.

ÍNDICE

Introducción.	1
I. Superplasticidad.	4
I.1 Antecedentes Históricos.	4
I.2 Tipos de superplasticidad.	6
I.3 Refinamiento de grano.	6
I.4 Requisitos para Superplasticidad.	9
I.5 Características de la superplasticidad.	11
I.6 Índice de sensibilidad a la rapidez de deformación “m”.	15
I.7 Variables de deformación.	17
I.8 Ductilidad y fractura en materiales superplásticos.	19
I.9 Aleaciones comerciales y aplicaciones.	23
I.10 Futuro de la superplasticidad.	26
II. Modelos de Deformación Superplástica.	29
II.1 Ecuaciones empíricas.	29
II.2 Modelos geométricos de deformación superplástica.	32
II.2.1 Modelo de Nabarro - Herring y Coble.	32
II.2.2 Modelo de Ashby & Verral.	34
II.2.3 Modelo de Spingarn & Nix .	37
II.2.4 Modelo de Gifkins “Core and mantle”.	39
II.2.5 Modelo de Ball & Hutchison.	41
II.2.6 Modelo de Valiev & Langdon.	42
II.2.7 Modelo de Gifkins “Emersión de granos”.	44
II.2.8 Modelo de Astanin & Kaibyshev.	45
III. Desarrollo Experimental.	49
III.1 Obtención de la aleación.	49
III.2 Fundición.	50
III.3 Laminación.	51
III.4 Preparación de probetas.	54
III.5 Ensayo de tracción.	54
III.6 Metalografía.	57

IV. Resultados y Discusión.	58
IV.1 Análisis mesoscópico.	58
IV.2 Análisis microscópico.	63
IV.2.1 Microestructura en la superficie.	63
IV.2.2 Microestructura en el interior.	65
IV.3 Análisis macroscópico.	68
IV.3.1 Composición.	68
IV.3.2 Probetas deformadas.	70
V. Conclusiones.	72
Referencias.	73

INTRODUCCIÓN.

Basta voltear a nuestro alrededor para darnos cuenta de todos los avances tecnológicos que el hombre ha logrado, día a día estos avances crecen rápidamente y con ello surge la necesidad de crear nuevos materiales con mejores propiedades, por ejemplo, se busca mejorar la resistencia mecánica, lograr mayor ligereza, mejorar la maquinabilidad, conseguir mayor resistencia a altas temperaturas o mejorar las propiedades eléctricas, entre otras, todo esto con el menor costo posible y con una viabilidad que garantice su aplicación comercial. Los materiales superplásticos son una opción que resuelven en gran medida algunas de estas necesidades.

La superplasticidad es un fenómeno que se presenta en algunos materiales que cuentan con la característica de poder ser deformados excesivamente sin fracturarse, esto permite obtener geometrías extremadamente complejas de los plásticos pero con la resistencia de los metales.

En las últimas décadas el estudio del fenómeno superplástico se ha intensificado y ha tenido avances sorprendentes; aunque no se ha logrado comprender completamente los mecanismos de deformación del fenómeno, se han logrado aplicaciones innovadoras que aprovechan las propiedades de estos materiales y la baja energía que se requiere para su conformado.

Por las grandes ventajas que ofrecen los materiales superplásticos sobre aleaciones convencionales en diversos campos industriales, la investigación sobre éste fenómeno es estratégica para cualquier país que aspire a un desarrollo tecnológico con proyección a futuro, por ello no resulta extraño que las primeras aplicaciones superplásticas ocurrieran en los países desarrollados en las áreas aeroespacial, militar y automotriz.

En México nos encontramos todavía lejos de poder competir al mismo nivel de aquellos países que empezaron una investigación ardua sobre el tema hace treinta años, sin embargo, en esta última década se han realizado investigaciones novedosas cuyo objetivo es iniciar una intensa exploración sobre el fenómeno para lograr nuevas aplicaciones con materias primas nacionales y de esta manera no depender del desarrollo tecnológico de otros países.

Las aleaciones superplásticas con mayores avances tecnológicos a escala mundial son aquellas basadas en aluminio y titanio, sin embargo, éstas son sumamente caras y caen fuera del contexto industrial nacional.

La industria metal-mecánica mexicana enfrenta el reto de aprovechar las materias primas nacionales y utilizar nuevas tecnologías como la superplasticidad para no quedarse rezagada y tener proyección en el panorama internacional. Es necesario revivir las industrias minera y de la transformación mediante el descubrimiento de nuevas propiedades y usos de los metales que se producen en el país.

Muchos materiales importantes en la producción minera nacional, como es el caso del cadmio, plomo y el bismuto están desapareciendo del contexto industrial principalmente por la introducción, cada vez más fuerte, de los polímeros. Si se logra sacar ventaja de las propiedades superplásticas podrían ser nuevamente competitivos en el terreno industrial, sustituyendo a los plásticos en diversas aplicaciones pero con la gran ventaja de ser mucho más resistentes.

En México se pueden obtener aleaciones superplásticas basadas en Cd, Zn, Pb y Sn. Éstos son elementos de alta abundancia y con bajo punto de fusión, que quizá no puedan competir contra la baja densidad de las aleaciones en base Al y Ti, pero no cabe duda que pueden alcanzar propiedades mecánicas similares o superiores a éstas. Con los elementos antes mencionados se podrían fabricar desde envases para bebidas hasta la fabricación de elementos más grande como tanques de almacenamiento.

El sistema Cd-Zn presenta superplasticidad en el punto eutéctico y su obtención es relativamente fácil, por esta razón el estudio sobre el fenómeno superplástico en esta aleación es importante para iniciar una búsqueda que de origen a nuevas aplicaciones industriales.

Se ha demostrado que el conformado superplástico es un proceso de manufactura viable y que ofrece gran versatilidad, inicialmente lo adoptó la industria aeroespacial y poco a poco fue ganando terreno en otras áreas.

Actualmente existe un gran número de procesos de conformado superplástico, los cuales se basan en el proceso de termoformado por tener un comportamiento de deformación más parecido al de los plásticos que al de los metales. Con el conformado superplástico se consigue la ventaja de fabricar piezas complejas en una sola operación, mientras que en los procesos tradicionales de manufactura se requieren etapas posteriores para ensamblados o acabados. El material de trabajo que es utilizado comúnmente en el conformado de materiales superplásticos es en forma de lámina, en donde uno de los factores que es sumamente importante y que desempeña un papel crítico en el proceso, es el espesor de lámina, con él se asegura el éxito o fracaso del conformado superplástico.

Por una parte, el espesor es importante para que el material no presente fallas por adelgazamiento extremo al deformarse. Y por otro lado existe el riesgo de que en las zonas más delgadas se pierdan las características superplásticas.

Por esta razón es necesario estudiar a fondo el papel que desempeña el espesor de la lámina para lograr optimizar el material aprovechando al máximo las propiedades superplásticas sin que éste presente fallas.

En este trabajo se persiguen varios objetivos. El primero de ellos es determinar el efecto del espesor del material sobre el comportamiento superplástico; el segundo consiste en analizar los mecanismos de deformación que dan origen al fenómeno; y el último objetivo, que no es exclusivo de este trabajo sino que se comparte con otros estudios del fenómeno, consiste en despertar el interés por una búsqueda de aplicaciones superplásticas de materiales que se producen en el país.

Entre más se comprenda el fenómeno de la superplasticidad mejores serán los frutos que se puedan cosechar, por esta razón es necesario estudiar a fondo todos los parámetros que inducen cambios importantes en el comportamiento superplástico.

Sin lugar a dudas, los materiales superplásticos tienen un futuro promisorio ya que su conformado es mucho más fácil que el de los metales tradicionales. Aunque todavía faltan muchos estudios por realizarse para comprender en su totalidad el fenómeno, se cuentan con los conocimientos suficientes para aprovechar al máximo las propiedades de estos materiales para diseñar nuevos procesos y cambiar en buena medida el panorama actual de la industria

Algún día muchos artículos que hoy se fabrican de plástico, cuya resistencia mecánica es pobre, o de metales pesados, que requieren grandes cantidades de energía para su producción, se podrán hacer con el metal superplástico más resistente y más liviano.

I. SUPERPLASTICIDAD

I.1 Antecedentes Históricos.

La superplasticidad es un fenómeno que ha despertado interés en las últimas décadas por las enormes ventajas que ofrece. Se podría pensar que es un fenómeno descubierto recientemente cuyo origen se remonta al siglo XX, sin embargo existe la posibilidad de que las primeras aplicaciones de este fenómeno tuvieran lugar hace bastantes siglos atrás.

La referencia más antigua se podría situar en la edad de bronce, 2000 AC, en Turquía; en este sitio se emplearon bronce con 10% arsénico que pudieron presentar comportamiento superplástico¹. Posteriormente se encuentran los famosos aceros de Damasco, utilizados desde el año 300 AC hasta finales del siglo XIX, en los cuales el material de fabricación fue acero con 1.6-1.9 % de carbono, esta aleación también pudo presentar las características propias de la superplasticidad².

Posteriormente hay un gran salto hasta la edad moderna donde se inició formalmente el estudio del fenómeno. En 1912, Bengough³ dio la primera referencia moderna del comportamiento superplástico en un material metálico (latón) en donde alcanzó una elongación del 163% a 700°C.

En 1928, Jenkins⁴ estudió los sistemas eutécticos de Cd-Zn, Pb-Sn, en donde logró una elongación entre 300 y 400%. En su estudio publica la primera foto de probetas deformadas superplásticoamente, figura 1.1.



Fig. 1.1 Primera foto publicada de una muestra deformada superplásticamente.

Pearson⁵ en 1934 trabajó con la aleación Bi-Sn, con la que logró deformaciones de 1950% (figura 1.2), en su estudio afirma que la superplasticidad se origina por estructura fina en materiales de dos fases.

En la década de los cuarenta Sauerwald⁶, afirmó que aleaciones en base aluminio y zinc exhiben buena ductilidad. También patentó algunas aleaciones superplásticas.

Bochvar y Sviderskaya⁷ en 1945, acuñan el nombre de sverhplastichnost (plasticidad ultra alta) para hacer referencia al fenómeno de extrema ductilidad. Sus investigaciones fueron la base de un gran número de estudios posteriores.

En 1947 Lozinky y Simeonova⁸ usaron por primera vez el término superplasticidad en inglés "Superplasticity" en los Chemical Abstracts, pero fue hasta 1959 cuando el término apareció de forma definitiva en artículos.

Underwood⁹, en 1962 trabajó con la aleación monotectoide Zn-Al, logró 650% de elongación a 250°C. Demostró que solamente con un proceso de templado se puede lograr propiedades superplásticas.

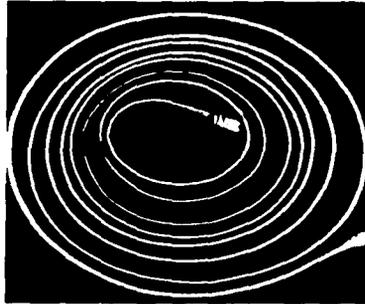


Fig. 1.2 La famosa fotografía publicada por Pearson en 1934. Bi-Sn, 1950%.

Backofen¹⁰ en 1964, al trabajar con aleaciones Zn-Al y Pb-Sn, demostró que los materiales superplásticos se pueden deformar en formas prácticas con simple presión de aire, la foto que publicó se muestra en la figura 1.3.

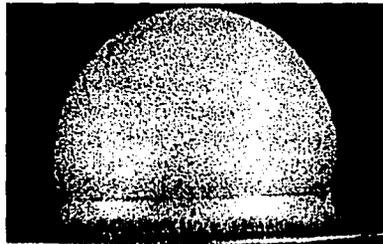


Fig. 1.3 Foto publicada por Backofen en 1964

Sin lugar a dudas las investigaciones de Backofen marcaron la pauta para un estudio intenso del fenómeno superplástico. En las últimas décadas han surgido un sinnúmero de publicaciones y se han logrado alcances sorprendentes. A partir de los setentas se han conformado materiales empleando las propiedades superplásticas, principalmente en la industria aeroespacial. También se ha logrado el comportamiento superplástico en materiales que tradicionalmente eran considerados frágiles como las cerámicas e intermetálicos. En los últimos años se ha puesto especial énfasis en la superplasticidad a altas velocidades de deformación y de materiales nanofásicos. El panorama de los materiales superplásticos es realmente promisorio en diversas aplicaciones.

I.2 Tipos de superplasticidad.

La superplasticidad es la capacidad de ciertos materiales para presentar grandes deformaciones uniformes en tensión (sin formación de cuellos), antes de fracturarse¹¹. Para deformaciones uniaxiales, elongaciones mayores a 200% son indicadoras de comportamiento superplástico¹².

Existen dos tipos de superplasticidad que se presenta en sólidos cristalinos: superplasticidad estructural o de microgranos y la superplasticidad de esfuerzos internos o ambiental.

En la superplasticidad estructural, como su nombre lo indica, es necesario que el material tenga una estructura fina, es decir, el tamaño de grano debe ser pequeño con un valor alrededor de 10 μm y debe permanecer estable durante la deformación¹³. Este tipo de superplasticidad generalmente se logra a rapidez de deformación situadas entre 10^{-5} y 10^{-1} /s y a una temperatura alrededor de 0.5 T_m , donde T_m es la temperatura de fusión del material en valor absoluto. En este tipo de superplasticidad el mecanismo de deformación se lleva a cabo principalmente por deslizamiento en la frontera de grano.

La superplasticidad de esfuerzos internos o ambiental se logra a una temperatura cercana a la de fusión, 0.9 T_m , y para que se presente es necesario realizar previamente en el material ciclos térmicos cercanos a un cambio de fase para generar esfuerzos internos y de esta manera permitir una deformación plástica alta cuando se aplican cargas externas pequeñas. El mecanismo de deformación es básicamente por actividad de dislocaciones por lo que el grano fino no es una condición necesaria¹⁴.

La superplasticidad estructural es la más importante comercialmente y ha recibido mucho más atención que la superplasticidad de esfuerzos internos.

I.3 Refinamiento de grano.

El tamaño de grano es de suma importancia en la superplasticidad, el refinamiento de granos es necesario para lograr que los materiales que en principio no son superplásticos presenten este comportamiento. Los materiales en los que se logra producir más fácilmente una microestructura fina son aquellos que se encuentran en el punto eutéctico o eutéctide, por ejemplo Pb-Cd, Zn-Al, Cd-Zn y Al-Cu entre otros. Existen varios métodos para lograr una estructura con granos finos, entre ellos se puede mencionar: separación de fase, transformación de fase, trabajo mecánico con recristalización y técnicas avanzadas de deformación plástica severa.

Trabajo mecánico con recristalización.

En aleaciones de más de una fase se puede lograr una microestructura fina si se realiza trabajo en caliente a temperaturas cercanas a 0.5 T_m . La fracción volumétrica de cada fase debe ser similar. Después del trabajo en caliente se realiza trabajo en frío. Como

las fases tienen diferentes propiedades mecánicas, el trabajo mecánico fragmenta a la fase dura y deforma a la fase dúctil. En la fase suave se infiltra y separa la fase dura. Finalmente las fases se recristalizan y con ello se forma una microestructura fina, ver figura 1.4.

Entre las aleaciones que se pueden tratar con este proceso se encuentran: algunos eutécticos como Cd-Zn, Pb-Sn y Bi-Sn, algunas aleaciones base Ti, aceros inoxidable y aceros con alto contenido de carbono.

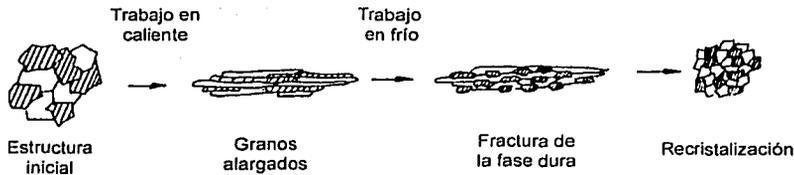


Fig. 1.4. Refinamiento de grano por trabajo mecánico con recristalización.

En aleaciones de una sola fase cuya microestructura contiene precipitados se aplica trabajo en frío y recristalización para lograr la estructura fina. Estos materiales consisten casi en su totalidad de una matriz dúctil con una fracción volumétrica de precipitados menor al 10%. Las aleaciones que contienen partículas pequeñas desarrollan una microestructura fina durante los primeros pasos de la deformación superplástica por recristalización in situ. En algunas aleaciones base Al este proceso es muy común. La alta densidad de dislocaciones que se forman por el trabajo mecánico introduce dentro de la microestructura un número elevado de sitios potenciales para el proceso de nucleación por recristalización subsecuente.

Refinamiento por transformación de fase.

Diversos estudios han mostrado que ciclos térmicos de un material alrededor de una transformación de fase puede originar una estructura con granos muy finos. Los ciclos térmicos alrededor de la transformación de fase refina la estructura hasta que se alcanza el tamaño de grano de saturación. La deformación superplástica debe llevarse a cabo donde ambas fases estén presentes para evitar crecimiento de grano. Es decir, a temperaturas bajas se tiene una fase y a temperaturas altas está presente otra; alrededor de la temperatura de transformación de fase se encuentran las dos. Con ciclos térmicos se generan granos cada vez más pequeños hasta llegar a un punto de saturación. El resultado final es una estructura muy fina y para lograr el comportamiento superplástico es necesario llevar al material a la temperatura de transformación para que ambas fases estén presentes e inhibir crecimiento de grano. El proceso se ilustra en la figura 1.5.

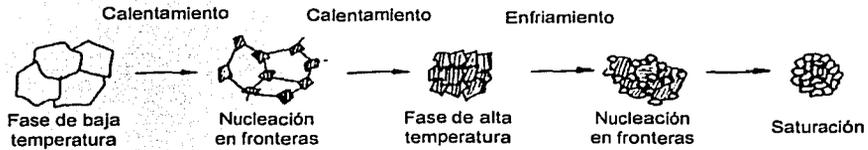


Fig. 1.5 Refinamiento de grano por transformación de fase.

Refinamiento de grano por separación de fase.

Es posible llevar un material de dos fases a una temperatura en donde solo una de ellas esté presente. Por ejemplo, con un templado, se produce una solución supersaturada, del tipo martensita. Un tratamiento de recocido posterior genera una separación de las fases de la microestructura meta estable. Si se generan varios sitios para originar el proceso de nucleación, entonces se puede lograr una estructura con granos finos (figura 1.6). En algunas aleaciones en base titanio y en el sistema Zn-Al este método proporciona resultados satisfactorios.

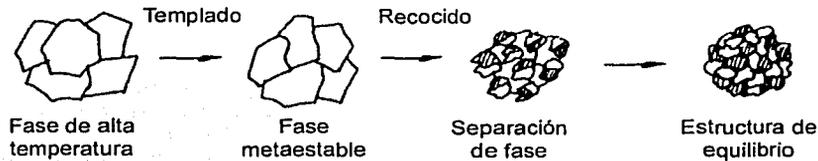


Fig. 1.6 Refinamiento de grano por separación de fase

Cuando es difícil obtener una estructura fina con los procesos anteriores o cuando se busca que la rapidez de deformación se incremente a niveles comerciales, las aleaciones producidas por metalurgia de polvos son una opción viable. En la tecnología de polvos se aumenta la temperatura, el material se compacta y se extruye para obtener una estructura fina. Se debe tener cuidado de que los polvos estén libres de óxidos, ya que de lo contrario el material se puede fragilizar.

Deformación plástica severa.

Los procesos modernos que se utilizan para lograr un refinamiento de grano ultra fino se basan en aplicar una deformación plástica severa al material con el objetivo de producir un esfuerzo cortante alto que fracture a las fases. Dentro de estas técnicas existen dos que han adquirido importancia en los últimos años: HTP por sus siglas en inglés (High Torsion Pressure) y ECAP (Equal Channel Angular Pressing). Con estos métodos se logran

grandes deformaciones manteniendo más o menos las dimensiones originales de la muestra.

En HTP se aplican esfuerzos de torsión a un disco a causa de la fricción que se origina por los efectos de una presión externa alta¹⁵, el esquema del proceso se presenta en la figura 1.7 a.

En ECAP el material es extruído en un dado cerrado que tiene dos canales del mismo radio, en este proceso la muestra presenta deformación homogénea produciendo esfuerzos cortantes que fracturan a las fases. El proceso se puede repetir para lograr granos sumamente finos¹⁶. El proceso se muestra en la figura 1.7 b.

Con los procesos tradicionales se alcanzan tamaños de grano entre 1-10 μm . Con metalurgia de polvos los granos pueden llegar a medir 0.5 μm pero se tiene la desventaja de que pueden existir poros residuales y por otro lado no se puede procesar grandes cantidades de material. Con deformación plástica severa se logran tamaños de grano entre 1 y 3 μm al aplicar ECAP y del orden nanofásico de 100 nm cuando se usa HPT¹⁷.

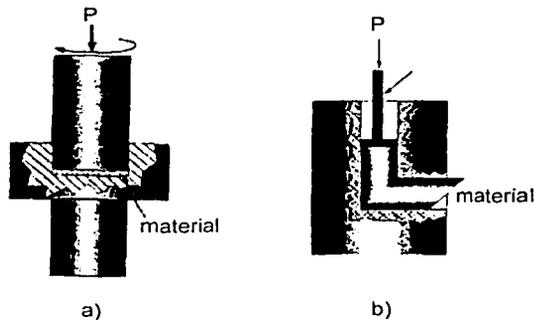


Fig. 1.7 Procesos de deformación plástica severa: a) HTP, b) ECAP

Aunque las tendencias están encaminadas a lograr granos cada vez más finos, se ha señalado que hay un tamaño crítico de grano por debajo del cual las propiedades superplásticas disminuyen¹⁸. El problema con microestructuras sumamente finas es que el crecimiento de grano es más propenso en las condiciones de deformación superplástica o inclusive desde la etapa de procesamiento¹⁹.

1.4 Requisitos para Superplasticidad.

Para que un material presente comportamiento superplástico es necesario que cumpla una serie de condiciones, entre las más importantes tenemos las que se relacionan con el tamaño de grano, la presencia de una segunda fase y las fronteras de grano.

Tamaño de grano.

El tamaño de grano debe ser pequeño, generalmente debe ser menor a 10 μm . Si el tamaño de grano disminuye, la rapidez de deformación aumenta, tal como indica la siguiente ecuación²⁰:

$$\varepsilon \propto d^{-p} \quad (1.1)$$

donde $p = 2$ o 3 .

Por lo tanto reduciendo el tamaño de grano se pueden conseguir rapidezces de deformación altas, lo cual es de gran interés para los procesos comerciales.

La forma de los granos debe ser equiaxial y éstos deben encontrarse distribuidos uniformemente y sin presentar orientación preferencial.

Segunda fase.

La presencia de una segunda fase es muy importante para los materiales superplásticos, es difícil encontrar comportamiento superplástico en materiales de una sola fase debido a que presentan crecimiento de grano con mayor facilidad a las temperaturas de deformación. Para mantener una estructura fina durante la deformación es necesario la presencia de una segunda fase o partículas distribuidas uniformemente en las fronteras de grano²¹.

Por otra parte, las propiedades mecánicas relativas entre ambas fases, (la matriz y la segunda fase), son un parámetro importante para controlar la formación de cavidades durante la deformación plástica. La resistencia de la segunda fase no debe ser tan diferente a aquella de la matriz. Si la segunda fase es mucho más dura que la matriz, entonces no se presentará superplasticidad debido al surgimiento de cavidades.

En la interfaz entre la matriz y la segunda fase o entre la matriz y la partícula la deformación no es homogénea, en estos sitios existen concentradores de esfuerzos que pueden provocar falla prematura.

Fronteras de grano.

Los ángulos entre los granos deben ser altos y desordenados. Entre más desorden en la estructura atómica en la frontera, se presentará menos resistencia para el deslizamiento de granos.

La composición química en la frontera de grano juega también un papel importante en el deslizamiento. Si la composición difiere entre los dos granos, la facilidad para el deslizamiento es mayor, mientras que para granos adyacentes con composición similar, el

deslizamiento sucede con mayor dificultad. Es decir, el deslizamiento entre granos de distinta fase es mucho mayor que el deslizamiento entre granos de la misma fase²².

Las fronteras de grano deben presentar gran movilidad. Durante la deformación superplástica se presentan concentraciones de esfuerzos en los puntos triples y otros sitios, por lo tanto, las fronteras de grano deben tener gran movilidad para relajar estos esfuerzos. La movilidad de las fronteras de grano es de vital importancia, si éstas no tienen la capacidad para migrar y relajar esfuerzos, la fractura se presentará prematuramente.

1.5 Características de la superplasticidad.

La observación más espectacular relacionada con superplasticidad ha sido en el sentido de las deformaciones extremas que se obtienen y que en ocasiones alcanzan varios cientos por ciento. Una de las características más importantes de los materiales superplásticos es el alto valor del índice de sensibilidad a la rapidez de deformación definido por la ecuación²³:

$$\sigma = K\dot{\epsilon}^m \quad (1.2)$$

donde σ es el esfuerzo de fluencia, $\dot{\epsilon}$ la rapidez de deformación, K es una constante que depende de condiciones experimentales como la temperatura y tamaño de grano, y m es el índice de sensibilidad a la rapidez de deformación.

La pendiente de la curva rapidez de deformación-esfuerzo en escala logarítmica es el índice de sensibilidad a la rapidez de deformación. En esta curva de tipo sigmoidal se distinguen claramente tres regiones.

Región I.

Es la zona de baja rapidez de deformación. El valor del índice de m se encuentra entre 0.1 y 0.3. La evidencia experimental en esta región es limitada y en ocasiones contradictoria. Se ha sugerido que el valor bajo de m en esta región sólo es aparente y resulta de un esfuerzo umbral o por los efectos de inestabilidad microestructural (endurecimiento por el crecimiento de grano). Otras investigaciones indican que a bajas rapidez de deformación, el valor de m aumenta alcanzando valores cercanos a la unidad, por lo que se podría establecer que los mecanismos dominantes de deformación son los procesos difusivos²⁴.

El esfuerzo umbral se ha considerado constante, función del tamaño de grano o de la rapidez de deformación. El esfuerzo umbral es igual al esfuerzo que debe ser excedido antes de que las dislocaciones en la frontera puedan iniciar la deformación²⁵. Se ha afirmado que el esfuerzo umbral afecta a la región I y II, y se presenta en todos los materiales superplásticos cuyos efectos son más pronunciados en la superplasticidad a alta rapidez de deformación²⁶. Cuando la temperatura aumenta y el tamaño de grano

disminuye, los efectos en el esfuerzo umbral son más notorios. Se han creado tablas donde se especifica el esfuerzo umbral para distintos materiales²⁷.

Región II.

En esta zona se encuentra el régimen superplástico. El valor de m es mayor a 0.3 por lo que se observa una deformación uniforme. No se ha encontrado un mecanismo único de deformación, sin embargo se afirma que el deslizamiento en las fronteras de grano es el proceso que contribuye en mayor medida. Los granos se mantienen equiaxiales y la actividad de dislocaciones es limitada. La temperatura y tamaño de grano juegan un papel importante.

En la región II el esfuerzo de fluencia es pequeño y el endurecimiento por deformación es despreciable.

El flujo de materiales superplásticos es isotrópico con bajos esfuerzos de fluencia. La superplasticidad se ha observado dentro de rangos variados de temperatura, composición química y estructuras cristalinas²⁸.

En esta región existe gran resistencia a la deformación localizada por lo que se obtienen deformaciones grandes sin formación de cuello. Las propiedades superplásticas se conservan en tensión, torsión, compresión o fatiga.

Región III.

Es la zona de alta rapidez de deformación, en donde el mecanismo de deformación es por la actividad de dislocaciones. El valor de m es bajo y se encuentra entre 0.1 y 0.3. En esta zona se ha observado crecimiento de grano.

Como resultado del continuo deslizamiento de dislocaciones sobre planos limitados, el grano se alarga en dirección paralela al eje de tracción. El deslizamiento en las fronteras de grano en esta región es un mecanismo con poca contribución a la deformación total. En esta región, la rapidez de deformación es independiente del tamaño de grano²⁹.

La curva rapidez de deformación – esfuerzo es importante en el estudio del fenómeno superplástico, ya que en ella se observan las tres regiones y el valor del índice de sensibilidad a la rapidez de deformación máximo; sin embargo existen otras curvas que se emplean en el estudio superplástico de un material, por ejemplo, aquella que relaciona a la rapidez de deformación y el porcentaje de deformación y la que relaciona a la rapidez de deformación y al índice de sensibilidad. En la figura 1.8 se observan las tres curvas más representativas en el estudio del fenómeno.

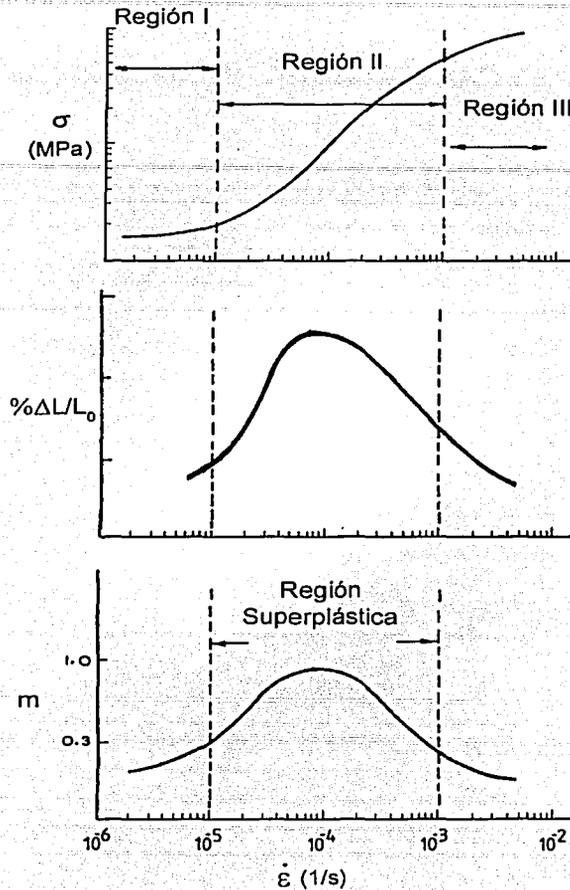


Fig. 1.8 Curvas características del comportamiento superplástico.

Para comenzar un estudio sobre superplasticidad es necesario tener claro la diferencia entre plasticidad y superplasticidad³⁰:

En superplasticidad:

-El comportamiento es inelástico con alto valor del índice de sensibilidad a la rapidez de deformación "m".

- El efecto de endurecimiento es secundario.
- No hay orientación preferencial de los granos.
- La deformación es principalmente por deslizamiento en la frontera de grano con acomodo por dislocaciones y difusión.
- La deformación reduce anisotropía.
- Fractura por formación de cavidades o inestabilidad en el flujo plástico.

En plasticidad:

- Comportamiento inelástico con baja sensibilidad a la rapidez de deformación.
- El esfuerzo aumenta por efectos de endurecimiento.
- Hay texturizado (los granos se orientan en la dirección del flujo plástico).
- La deformación se origina por movimiento de dislocaciones. Los granos no se mueven, siempre tienen los mismos "vecinos".
- Fractura por formación de cavidades e inestabilidad (cuello).

En deformación plástica tradicional, las dislocaciones se mueven a través de los planos de deslizamiento, se deslizan y ascienden hasta llegar a las fronteras, ahí se apilan otras dislocaciones y por consiguiente se aumenta el esfuerzo (el material se endurece).

En la superplasticidad, las dislocaciones sólo actúan como acomodadores para mantener continuidad de granos. En la figura 1.9 se observa la respuesta de materiales superplásticos y de materiales convencionales bajo la acción de una carga externa.

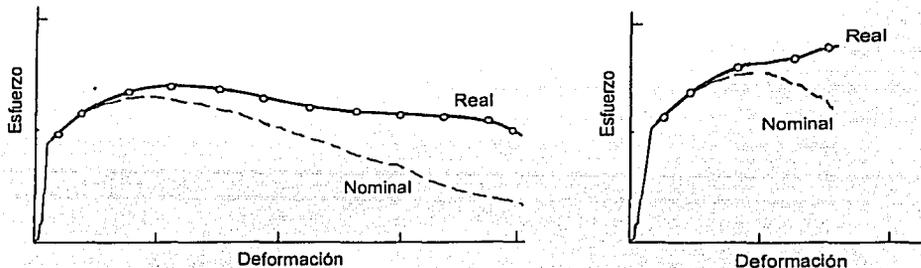


Fig. 1.9 Curva esfuerzo-deformación para materiales superplásticos (izquierda) y para materiales convencionales (derecha).

También es importante señalar la diferencia entre termofluencia y superplasticidad.

En termofluencia suceden tres mecanismos de deformación: movimiento de dislocaciones, deslizamiento en las fronteras de grano y flujos difusivos. Todos actúan independientemente, sin embargo en algunos casos uno permite el acomodo de otro³¹.

Hay quienes consideran el fenómeno superplástico como un caso particular del de termofluencia. No obstante, la superplasticidad se ha estudiado como un fenómeno por sí mismo por las características singulares que presenta. Para empezar, el fenómeno de termofluencia sucede a altas temperaturas ($0.9 T_m$), el proceso de deformación dominante es a través de difusión y movimiento de dislocaciones, las velocidades de deformación son muy bajas y es independiente del tamaño de grano. En cambio el fenómeno superplástico sucede a temperaturas menores ($0.5 T_m$), el mecanismo de deformación dominante es por deslizamiento en la frontera de granos, se puede presentar a altas velocidades de deformación (superplasticidad a alta rapidez de deformación^{32, 33}) y por último, el tamaño de grano juega un papel sumamente importante.

1.6 Índice de sensibilidad a la rapidez de deformación “m”.

El parámetro más importante en la superplasticidad es el índice de sensibilidad a la rapidez de deformación. El valor de “m” indica la facilidad para lograr una deformación uniforme y no localizada³⁴.

El valor de m está estrechamente relacionado con la ductilidad de un material superplástico, un valor alto es necesario para conseguir comportamiento superplástico en aleaciones metálicas. Cuando m es bajo, los esfuerzos generados en la zona de cuello generan que la rapidez de deformación aumente en esa región, por lo que el cuello se forma rápidamente provocando una fractura prematura y por consiguiente baja elongación. Cuando m es grande, la velocidad de deformación se distribuye a lo largo de toda la muestra originando eliminación de cuellos pronunciados y por consiguiente grandes elongaciones.

Las bases del flujo superplástico se encuentran en el alto índice de rapidez de deformación. Para materiales convencionales el valor de m es menor a 0.2, para los materiales superplásticos se encuentra por arriba de 0.3 y para un comportamiento viscoso ideal m es igual a la unidad³⁵. En los materiales superplásticos se desprecia el endurecimiento por deformación, es decir, el valor de n es de cero.

Para entender mejor el papel que desempeña el índice de sensibilidad a la rapidez de deformación “m” y el índice de endurecimiento “n” se puede observar la figura 1.10.

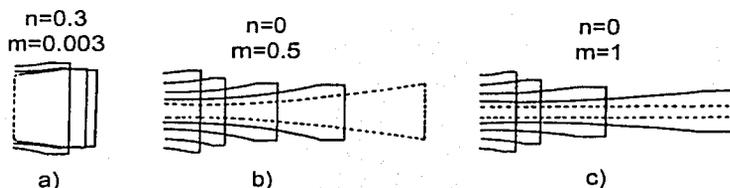


Fig. 1.10 Efectos del índice de sensibilidad a la rapidez de deformación y del índice de endurecimiento.

En la figura 1.10 se muestra la geometría de diferentes muestras después de ser deformadas, en a) se observa la respuesta de un material convencional, $n=0.3$ y $m \approx 0$; en b) la de un material superplástico, $n=0$, $m=0.5$, y en c) la de un material superplástico ideal, $n=0$ y $m=1$.

Existe una relación estrecha entre la elongación total que se alcanza antes de la falla y el índice de sensibilidad. Generalmente, cuando hay un valor máximo de m también se logra la máxima elongación. La relación entre m y elongación se muestra en la figura 1.11.

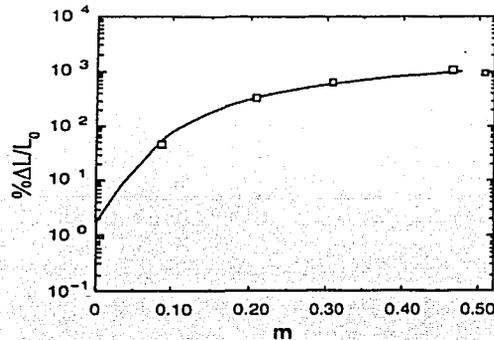


Fig. 1.11 Curva típica entre m y la elongación.

Se han propuesto diversas aproximaciones matemáticas cuyo origen radica en la experimentación, para relacionar a la elongación máxima y el valor del índice de sensibilidad. Entre ellas se encuentran las siguientes.

Si se considera que la deformación es relativamente uniforme, la elongación se puede evaluar cuantitativamente con la expresión³⁶:

$$\%elongación = e_0 + 100 \left[\left(1 - \alpha^{\frac{1}{m}} \right)^{-m} - 1 \right] \quad (1.3)$$

donde e_0 es la elongación para $m=0$ y α se refiere al área mínima inicial. Generalmente se toman los valores de $e_0=40\%$ y de $\alpha=0.99$ respectivamente.

Otra relación que involucra a m y a la elongación es³⁷:

$$\%elongación = (100^m - 1) \times 100 \quad (1.4)$$

por último, una ecuación empírica que también es común es la siguiente³⁸:

$$\% \text{elongación} = Bm^2 (d_0 / l_0) \times 100 \quad (1.5)$$

donde B es una constante, d_0 es el diámetro inicial y l_0 es la longitud inicial.

En la mayoría de los casos, aun cuando m es alto la elongación se ve reducida por la formación de cavidades, los efectos se pueden reducir al aumentar la temperatura.

Para obtener m existen varios métodos. El más común es usando la curva rapidez de deformación - esfuerzo de fluencia que se consigue experimentalmente. Basta con el ajuste matemático de esta curva y por derivación se obtiene la pendiente, este valor representa el índice de sensibilidad a la rapidez de deformación.

Existe otro método en donde se aplican diferentes rapidezces de deformación en el mismo ensayo de tracción y con los datos que se obtienen y la ayuda de un algorítmico se obtiene el valor de m . Otras técnicas para obtener m es aplicando el ensayo de relajación de esfuerzos, con indentación de muestras o inclusive con ensayos de torsión.

1.7 Variables de deformación.

El tamaño de grano y la temperatura son las dos variables independientes más importantes, mientras que el esfuerzo, la rapidez de deformación, la deformación y el índice de sensibilidad son las variables dependientes de mayor importancia.

Esfuerzo.

A diferencia de los materiales convencionales, en los materiales superplásticos el esfuerzo de fluencia decrece al disminuir el tamaño de grano como lo indica la ecuación siguiente³⁹:

$$\sigma \propto d^{-a} \quad (1.6)$$

donde "d" es tamaño de grano y "a" es una constante con valores de 0.5 a 3.0.

El esfuerzo disminuye al aumentar la temperatura o al incrementar el ángulo entre los granos.

Rapidez de deformación.

Al disminuir el tamaño de grano la rapidez de deformación del régimen superplástico aumenta, como lo muestra la relación⁴⁰:

$$\dot{\epsilon} \propto \frac{1}{d^b} \quad (1.7)$$

donde "b" tiene valores de 1 a 5.

En general, si se mantiene constante la temperatura y el tamaño de grano, al aumentar la rapidez de deformación las propiedades superplásticas disminuyen como se aprecia en la figura 1.12.

Al aumentar temperatura la rapidez de deformación incrementa, es decir la curva rapidez de deformación-esfuerzo se desplaza hacia la derecha.

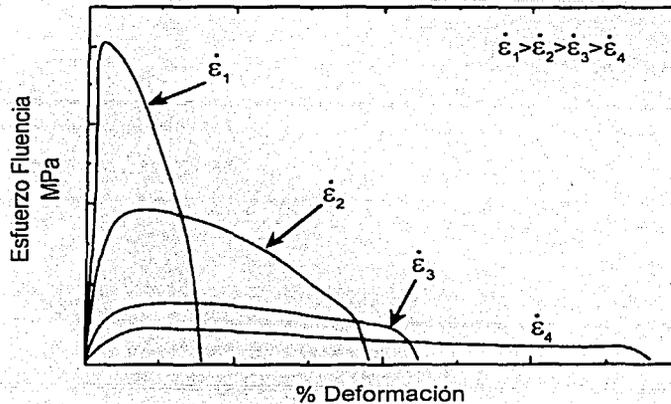


Fig. 1.12 Efecto de la rapidez de deformación.

Índice de sensibilidad a la rapidez de deformación.

El valor de m depende de las variables dependientes e independientes. Al disminuir el tamaño de grano o al aumentar la temperatura el índice de sensibilidad aumenta. La rapidez de deformación óptima para el comportamiento superplástico generalmente corresponde a aquella donde se presenta el valor máximo de "m".

Los efectos de la temperatura en m son más significativos en la región II que en la I o en la III. Es decir, en la región II el material es más sensible al efecto de la temperatura.

Temperatura

La dependencia de la rapidez de deformación y el esfuerzo de fluencia con la temperatura se muestra con las expresiones⁴¹:

$$\dot{\epsilon} \propto \exp(-Q_{\sigma} / KT) \quad (1.8)$$

$$\sigma \propto \exp(-Q_{\epsilon} / KT) \quad (1.9)$$

donde Q es la energía de activación, K es la constante de Boltzman y T la temperatura a la cual se lleva a cabo la deformación. El efecto de la temperatura se observa en la figura 1.13.

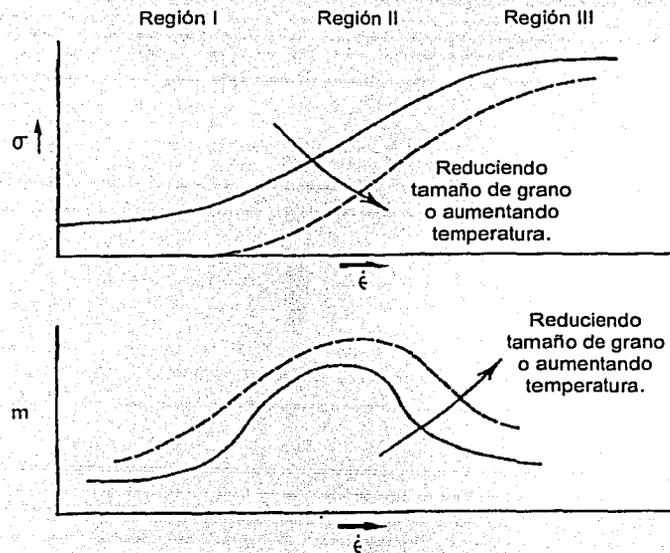


Fig. 1.13 Efecto de la temperatura y tamaño de grano.

1.8 Ductilidad y fractura en materiales superplásticos.

La falla de un material superplástico durante la deformación se debe a dos mecanismos, por una parte se involucra un proceso macroscópico relacionado con flujo plástico inestable (formación de cuello) y por otro lado existe la formación microscópica de cavidades en el interior de la muestra⁴².

Cuando la fractura sucede por la formación de microcavidades, la falla es más abrupta, mientras que cuando la falla es por flujo inestable, el material alcanza un adelgazamiento muy fino, figura 1.14. En el primer caso, aunque en los materiales superplásticos las cavidades se mantienen estables debido al alto valor de m, la falla es

inminente cuando se alcanza el 30% en fracción volumétrica de éstas⁴³. Por otro lado, cuando se presenta un flujo plástico ideal el material se adelgaza hasta un punto muy fino en donde ya no es posible más deformación considerando el número reducido de granos que se encuentran en la sección transversal, algunos experimentos muestran que el adelgazamiento mínimo es aproximadamente 10 veces el tamaño de grano⁴⁴.

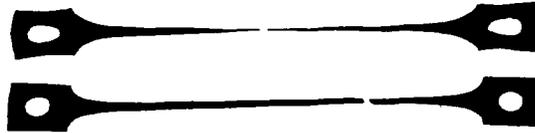


Fig. 1.14 Falla por flujo inestable (arriba) y falla por cavidades (abajo)

En muchos materiales con propiedades superplásticas la falla generalmente sucede por nucleación, crecimiento y coalescencia de cavidades (figura 1.15). En este sentido, las elongaciones que se alcanzan son menores que aquellas esperadas para un valor determinado de m .

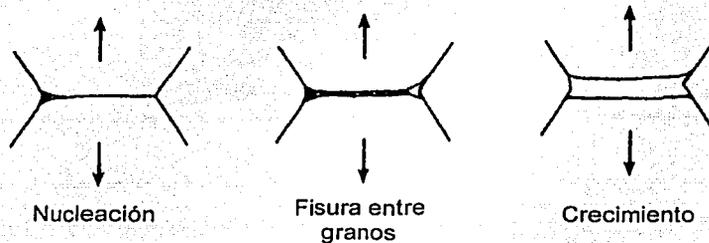


Fig. 1.15 Formación de cavidades.

Nucleación.

La formación de cavidades entre los granos está íntimamente ligada al mecanismo de deformación. En los materiales superplásticos, cuando el proceso de acomodación del deslizamiento en las fronteras de grano no es suficientemente rápido para relajar los esfuerzos que impone la rapidez de deformación, se originan concentraciones de esfuerzos y por consiguiente las cavidades "nuclean". Los sitios comunes son los puntos triples, las partículas intergranulares o las fronteras de grano con continuidad limitada.

Los factores que influyen en la nucleación son aquellos relacionados con la microestructura del material como el tamaño de grano, la fracción volumétrica y distribución de partículas duras dentro del material, la proporción y propiedades de las fases

y aquellos relacionados con las condiciones de deformación tales como rapidez de deformación, temperatura y estado de esfuerzos.

La presencia de partículas duras aumenta significativamente la formación de cavidades. Esto se debe a que estas partículas tiene una capacidad limitada para contribuir en el proceso de acomodo del deslizamiento de granos. También el tamaño de grano influye significativamente. Si el tamaño es grande, las cavidades surgen más fácilmente, mientras que al reducirlo o al aumentar la temperatura se minimiza la formación de cavidades.

El crecimiento de cavidades.

En la mayoría de los materiales superplásticos que son deformados en condiciones óptimas, el crecimiento de las cavidades en un principio se da por flujo de vacancias a lo largo de las fronteras de granos hacia la cavidad, sin embargo, cuando las cavidades alcanzan un radio entre 0.5 y 1.5 μm , el crecimiento de éstas es por deformación plástica de la matriz que las rodea. En la mayoría de los casos el proceso dominante y que provoca el crecimiento de las cavidades es el que se origina por deformación plástica⁴⁵.

En el crecimiento por plasticidad las cavidades son elípticas (eje mayor en dirección de esfuerzo). Mientras que en el crecimiento por difusión las cavidades son circulares.

Coalescencia.

Después del crecimiento empieza el proceso de coalescencia. La coalescencia origina cavidades más grandes y su volumen se incrementa a una tasa mayor de la que lo haría cada uno de sus constituyentes. La unión de cavidades es el paso previo a la fractura del material.

La forma en que las cavidades se desarrollan depende de la rapidez de deformación, es decir, la región en donde se lleva a cabo la deformación (región I, II o III) determina la forma de las cavidades⁴⁶.

En la región III las cavidades son pequeñas y alargadas, orientadas paralelamente al eje de tensión. La unión de cavidades no es muy común.

En la región de transición de la zona II a la III, las cavidades son mayores en tamaño, más uniformemente distribuidas y con menos orientación.

En la región de transición de la región I a la II, donde la elongación es máxima, las cavidades son más grandes, con una distribución más uniforme. Se observa de manera discreta unión de cavidades.

En la región I se aprecia crecimiento de grano, las cavidades son más grandes y numerosas que en cualquier otra zona. El crecimiento y unión de cavidades son muy importantes.

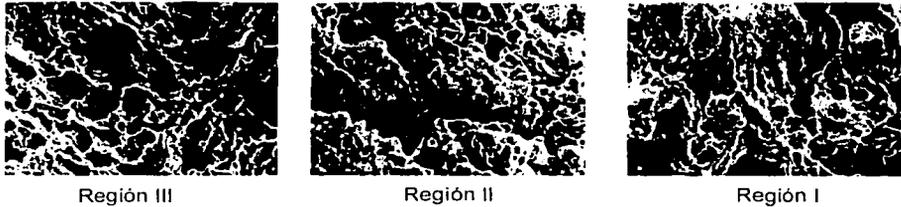


Fig. 1.16 Formación de cavidades en las diferentes regiones.

La dependencia del comportamiento de las cavidades con respecto a la rapidez de deformación es una consecuencia del cambio del mecanismo de acomodo de los granos, es decir, en la región I, los procesos difusivos son los más importantes; en la región II el deslizamiento en las fronteras de grano es el mecanismo dominante, y por último, en la región III la actividad de dislocaciones es la que gobierna a la deformación. En otras palabras, la formación de microcavidades depende de la rapidez de deformación ya que al variar esta última el mecanismo de acomodo cambia y por ende el comportamiento de las cavidades también se modifica.

Aun cuando las elongaciones que se logran en la región I y III son similares, el proceso de formación de cavidades que conduce a la falla es bastante diferente.

Las microcavidades representa un problema en las partes fabricadas por conformado superplástico debido al daño que se produce dentro de la pieza y también por la posibilidad de flujo localizado y fractura prematura durante la deformación. Por otro lado, la deformación biaxial es más propensa a la formación de cavidades que la deformación uniaxial. Esto es importante puesto que los procesos industriales se realizan con estados de esfuerzos 2D y 3D, por este motivo se han aplicado técnicas para controlar la formación de cavidades, entre ellas destacan:

- Producir granos más pequeños y uniformes en el material.
- Aplicar un esfuerzo hidrostático al momento de la deformación (se genera un esfuerzo de compresión que inhibe crecimiento de cavidades). Con un esfuerzo hidrostático de 0.5 a 0.8 veces el esfuerzo de fluencia en las condiciones superplásticas, se logra eliminar virtualmente la formación de cavidades.

En general, los factores que aumentan las propiedades superplásticas, por ejemplo, valor de m alto, temperatura alta y reducción de la rapidez de deformación entre otros, también disminuyen la formación de cavidades.

1.9 Aleaciones comerciales y aplicaciones.

Los materiales superplásticos que se han explotado en mayor medida a nivel comercial son aquellos basados en Al, Ti, Fe, Ni y Mg, sin embargo se han reportado un gran número de aleaciones que presentan comportamiento superplástico. Actualmente existe información detallada sobre éstos materiales y sus propiedades como temperatura, índice de sensibilidad "m", rapidez deformación y elongación en diversas fuentes^{47, 48}.

Aluminio

Sólo pocos materiales superplásticos se encuentran disponibles comercialmente. La mayoría son aleaciones de aluminio. De éstas, solo tres acaparan más del 90% de las aplicaciones: Al 2004, Al 7045 y Al 5083. La aleaciones Al 2004 y Al 7045 se usan en la industria aeroespacial. El Al 7045 en componentes estructurales principalmente. Finalmente el Al 5083 se usa en diversas aplicaciones en donde no se requieren de propiedades sumamente sofisticadas o cuando es necesario alta resistencia a la corrosión.

El aluminio se conforma a temperaturas entre 430 y 540 °C. Las rapidezces de deformación caen entre 10^{-4} a 10^{-2} /s⁴⁹. Las principales aplicaciones de las aleaciones superplásticas de aluminio se encuentran en la industria aeroespacial, militar, ferroviaria, arquitectónica y automotriz. Se han fabricado desde paneles decorativos hasta elementos estructurales de alta ligereza para la industria espacial.

Aceros.

El acero es quizá el material más versátil y es uno de los más importantes en aplicaciones estructurales, por lo tanto no resulta nada extraño que se buscaran las propiedades superplásticas en este metal.

Los aceros que han mostrado propiedades superplásticas son aquellos que contienen más de 1% de carbono, los aceros de baja y media aleación y finalmente los aceros inoxidables.

Los aceros inoxidables superplásticos ofrecen muy buena resistencia mecánica y a la fatiga así como mayor resistencia a la corrosión comparada con los aceros inoxidables tradicionales.

Los aceros con altos contenidos de carbono (UHCS) también han sobresalido por sus propiedades superplásticas. La temperatura que se requiere para su conformado oscila entre los 750 °C y las rapidezces de deformación son de 10^{-1} /s⁵⁰. Con ellos se han producido tubos extruidos, moldes para plásticos y diversos dispositivos estructurales.

Titanio.

Las aleaciones de titanio se han utilizado para fabricar elementos de aviación de alto rendimiento, con estos materiales se ha ahorrado hasta 30 % en peso y 50% en costos. La mayoría de las aplicaciones que se la han dado a las aleaciones de titanio superplásticas

se encuentran en la industria aeroespacial para conformar cámaras de vacío, tanques de combustible especiales, ventiladores y paneles de control. En aplicaciones no aeroespaciales se puede mencionar el conformado de cabezas de palos de golf.

El conformado superplástico del titanio junto con el proceso de soldadura por difusión han sustituido piezas que estaban constituidas de varias partes; la aleación que se utiliza en mayor medida es Ti-6Al-4V. La temperatura del conformado se encuentra alrededor de 869 y 920 °C y las rapidezces de deformación típicas oscilan entre 10^{-4} y $10^3/s$ ⁵¹.

Níquel.

Las aleaciones de níquel se han usado para fabricar discos de turbinas ya que tienen alta resistencia a la termofluencia. La aleación con más aplicación es aquella que se conoce comercialmente como INCONEL 718, la versión superplástica se le denomina 718SPF y con ella se han fabricado componentes de turbinas de gas para aplicaciones aeroespaciales.

Magnesio.

El magnesio tiene la ventaja inherente de ser ligero, además de ser un elemento abundante, sus aplicaciones se encuentran en la industria ferroviaria principalmente. Otra característica del magnesio y sus aleaciones es su estabilidad dimensional y maquinabilidad. Puede tener gran potencial en la industria automotriz y aeroespacial por su resistencia mecánica y resistencia al desgaste. La desventaja del magnesio es su baja resistencia a la corrosión. La temperatura de conformado oscila entre 300 a 350 °C y las rapidezces de deformación alrededor $10^{-4} /s$ ⁵².

Muchos materiales superplásticos exhiben elongaciones mayores a 500%. Para muchas aplicaciones las deformaciones necesarias son típicamente menores a 200 % o 300%. Estas elongaciones son suficientes para conformar formas complejas usando la tecnología de la superplasticidad⁵³.

El conformado superplástico es una herramienta viable para la fabricación de partes complejas que se usa principalmente en las industrias aeroespacial y automotriz, dando a la manufactura la capacidad de grandes deformaciones sin fractura con la aplicación de bajas presiones. El conformado superplástico se realiza en caliente utilizando como gas de trabajo hidrógeno o argón, el conformado de lámina es el más usado y se aplican técnicas similares al termoformado en plásticos.

En la actualidad existe un grupo amplio de procesos de conformado superplástico, entre los procesos que destacan encontramos los siguientes: conformado con hembra simple, conformado con hembra compleja, conformado superplástico reversible, conformado asistido por pistón y finalmente conformado superplástico con soldadura por difusión.

Existen ventajas y desventajas al aplicar la tecnología supeplástica⁵⁴, entre ellas se pueden mencionar:

Ventajas:

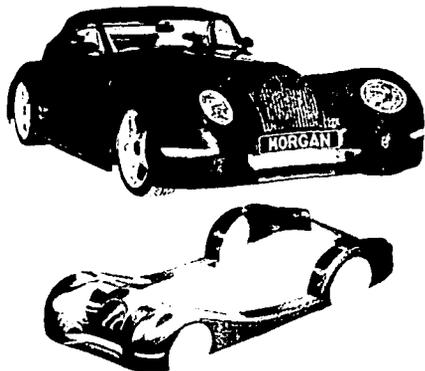
- Se obtiene gran formabilidad comparada con procesos comunes, inclusive para materiales de baja ductilidad. Se pueden obtener grandes deformaciones en una sola operación así como producir piezas con formas muy complejas.
- Los procesos de unión y maquinado posterior se pueden eliminar.
- La presión de trabajo se reduce dramáticamente, por lo que se usa maquinaria más ligera.
- Existe optimización en el material, es decir, se desperdicia muy poco material, esto toma importancia para aleaciones de titanio y aleaciones de aluminio.
- Se produce microestructura uniforme lo que conduce a propiedades mecánicas constantes a lo largo de toda la pieza.
- El tamaño de grano característico de los materiales superplásticos y su estructura uniforme mejora algunas propiedades como resistencia mecánica, ductilidad y resistencia a la fatiga.

Desventajas:

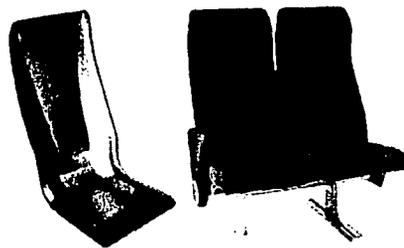
- Las propiedades de termofluencia son generalmente inferiores a aquellas que se obtienen con procesos convencionales de conformado.
- En general el conformado superplástico no es adecuado para grandes volúmenes de producción, por lo que el proceso se puede aplicar en producciones de bajas a medianas (50 a 2000 piezas).
- Los procesos de conformado de metales tradicionales trabajan con rapidez de deformación tres o cuatro veces mayores en orden de magnitud que aquellas utilizadas en el conformado superplástico.
- Puede haber variación en el espesor de la pieza final.
- El material de trabajo es más caro en la condición superplástica que en la no superplástica.

En la actualidad la tecnología superplástica ha incursionado en diversos mercados como el de la industria aeroespacial, ferroviaria, arquitectónica, en aparatos médicos y

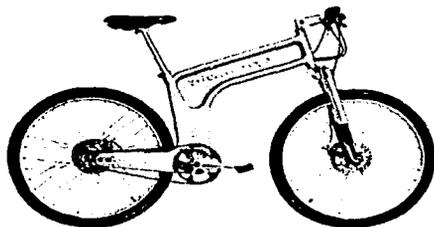
electrónicos. En las siguientes imágenes se muestran algunas de las aplicaciones comerciales que utilizan el conformado superplástico.



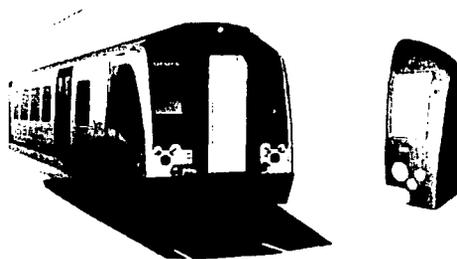
*Aero 8 de Morgan Motor Company.
Chasis con SPF con aleación de Al.*



Asientos de Al 5083, industria ferroviaria.



Aleación de Al 5083. Modelo biomega MN01.



Siemens desarrolló para Desiro la cara posterior de un tren en UK..

I.10 Futuro de la superplasticidad.

Aunque la superplasticidad ofrece grandes ventajas a la industria de la transformación por la facilidad de conformado y la baja energía que se requiere, todavía no se ha logrado el desarrollo espectacular que se esperaba en el terreno industrial. Actualmente el conformado superplástico es una tecnología que ha incursionado en diversas áreas como la aeroespacial y automotriz con una viabilidad comprobada, sin

embargo existen diversos factores que restringen su aplicación comercial en los artículos de uso cotidiano.

Por una parte se encuentran los factores económicos y por otra aquellos que se involucran en el proceso de diseño.

Dentro de los factores económicos se encuentra el costo total del producto final, éste debe ser competitivo comparado con aquel que se consigue con los procesos tradicionales. El costo total incluye el del material y el del proceso de conformado. En este sentido, se observa que el tiempo para conformar el material es clave para bajar los costos de producción, cuanto más rápido sea, los costos se reducen. La gran desventaja de la superplasticidad es que las rapidezces de deformación son relativamente bajas comparadas con aquellas que se utilizan en la industria.

Por otra parte, el conformado superplástico ya debe ser parte integral en el proceso de diseño, es decir, se deben tomar en cuenta las ventajas que se ofrece con esta tecnología para los nuevos diseños o bien para la sustitución de partes en los modelos existentes.

Los obstáculos económicos y de diseño son la respuesta común para explicar la falta de incursión de la tecnología superplástica a un mayor número de aplicaciones, pero la realidad es que existen razones de mayor peso que impiden el desarrollo total de la superplasticidad⁵⁵.

El problema real es que se deben llevar a cabo grandes retos técnicos para cambiar de la tecnología tradicional a la superplástica. Por ejemplo, no hay datos suficientes acerca de los procesos de conformado superplástico, es decir, no se ha desarrollado un estado del arte apropiado.

Por otro lado, se debe reorientar la investigación en la comunidad científica y empezar a estudiar procesos de manufactura que tomen ventaja de las propiedades superplásticas y darle la misma importancia que se le ha dado al desarrollo de nuevos materiales.

Los pasos necesarios para lograr que el conformado superplástico incursione en un mayor número de áreas comerciales son:

1. Desarrollo de materiales resistentes a la corrosión a altas temperaturas y a la termofluencia para usarse en dados y herramental para el conformado superplástico. Hay un tremendo vacío en las aleaciones disponibles que poseen buenas propiedades mecánicas a alta temperatura. Para los dados en el conformado superplástico se debe encontrar un material resistente a la termofluencia, que soporte corrosión a alta temperatura, con buena resistencia a la fatiga, buena resistencia mecánica a 1000 °C, fácil de producir y con buena maquinabilidad. Esta aleación no existe y no se ha puesto interés en desarrollarla

2. Métodos rápidos para cambiar dados en producción. Se debe reducir el tiempo en la producción de las piezas. Esto se debe de llevar a cabo al implementar nuevos métodos para cambiar dados, así como reducir los tiempos para calentarlos y enfriarlos.

3. Diseño de prensas y componentes. Las prensas que se han desarrollado hasta el momento para el conformado superplástico son sumamente especializadas. Para las prensas se requieren materiales similares a aquellos que se deben usar para la fabricación de los dados. Pocos avances tecnológicos se han hecho al respecto en los últimos 25 años.

4. Desarrollo de mejor herramental. El herramental con materiales cerámicos abre un panorama nuevo que beneficia al conformado superplástico, con estos materiales se puede bajar el costo y tiempo para en el proceso de producción.

Aparte de la mejora en los procesos de conformado existen otras líneas de investigación del fenómeno superplástico para lograr mayores aplicaciones comerciales, entre ellas se pueden mencionar:

- Superplasticidad a alta rapidez de deformación (HSRS por sus siglas en inglés), cada vez más rápida y a temperaturas más bajas.
- Mejorar superplasticidad en materiales cerámicos, intermetálicos, compuestos y materiales nanofásicos.
- Desarrollar nuevas aleaciones.
- Crear nuevos métodos para refinar grano.
- Encontrar una ecuación constitutiva general y con ello mejorar los modelos computacionales.

De todas las anteriores a la que se le ha dado más importancia es a la primera.

Sin lugar a duda, muchos artículos que hoy se fabrican de plástico, cuya resistencia mecánica es pobre, o de metales pesados, que requieren grandes cantidades de energía para su producción, se podrán hacer con el metal superplástico más resistente y más liviano.

II. MODELOS DE DEFORMACIÓN SUPERPLÁSTICA.

II.1 Ecuaciones empíricas.

Uno de los puntos clave en el estudio del fenómeno superplástico es generar ecuaciones empíricas, semi-empíricas o teóricas que relacionen el esfuerzo, la deformación y la rapidez de deformación tomando en cuenta la temperatura y variables estructurales como el tamaño de grano. Estas ecuaciones se llaman ecuaciones constitutivas o ecuaciones de estado.

En un principio, el esfuerzo se consideró función de la deformación, rapidez de deformación y temperatura, es decir:

$$\sigma = f(\dot{\epsilon}, \epsilon, T) \quad (2.1)$$

Algunos experimentos revelaron que la relación 2.1 no existe si se permiten cambios en la temperatura, entonces para condiciones isotérmicas se estableció:

$$\sigma = f(\dot{\epsilon}, \epsilon) \quad (2.2)$$

La primera de las dos formas explícitas de la ecuación 2.2 fue:

$$\sigma = K\dot{\epsilon}^n \epsilon^m \quad (2.3)$$

donde k , n y m son constantes.

Posteriormente se estableció:

$$\sigma - \sigma_0 = K_1 \dot{\epsilon}^n \epsilon^m \quad (2.4)$$

donde σ_0 es el llamado esfuerzo umbral y k_1 otra constante.

En ambos casos "m" y "n" dependen de las condiciones experimentales, deformación, rapidez de deformación, temperatura y tamaño de grano.

Para deformaciones a temperaturas por debajo de $0.4 T_m$ los efectos por el endurecimiento por deformación son los que dominan, por lo tanto m tiende a 0 y n usualmente se encuentra en un rango entre 0.1 y 0.3. Entonces la ecuación 2.4 se reduce a:

$$\sigma = K\dot{\epsilon}^n \quad (2.5)$$

Para un material con flujo newtoniano-viscoso ideal, $\sigma_0 = 0$, $n=0$ y $m=1$, y la ecuación 2.4 se convierten en:

II. Modelos de deformación superplástica

$$\sigma = K\varepsilon \quad (2.6)$$

En el caso de la deformación superplástica, n es muy pequeño o cero, y el esfuerzo σ_0 puede ser despreciado, m se encuentra entre 0.3 y 0.9, por lo que la ecuación empírica del fenómeno superplástico es:

$$\sigma = K\varepsilon^m \quad (2.7)$$

que describe la relación entre el esfuerzo y la rapidez de deformación de manera adecuada.

Sin embargo la ecuación general del comportamiento superplástico que incluye los efectos de la temperatura y el tamaño de grano es⁵⁶:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{AGb}{KT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n D_0 \exp(-Q/KT) \quad (2.8)$$

donde d es el tamaño de grano, b es el vector de Burgers, σ es el esfuerzo de fluencia, G es el módulo cortante, D_0 es el coeficiente de difusión, Q es la energía de activación, K es la constante de Boltzman, T es la temperatura en grado Kelvin, A es una constante que depende del mecanismo de deformación, n es el exponente del esfuerzo con valor típico de 2 y p es el exponente del tamaño de grano con valor entre 2 y 3.

Se han propuesto diversas teorías para explicar el origen del fenómeno superplástico, sin embargo ninguna ha sido capaz de describir las características mecánicas y microestructurales del fenómeno en su totalidad.

Una teoría satisfactoria para explicar la deformación superplástica debe tomar en cuenta los siguientes aspectos⁵⁷:

- El deslizamiento en la frontera de grano está presente durante el flujo superplástico, evidencia de ello es la apariencia rugosa y granular en la superficie de las muestras deformadas.
- Esfuerzos cortantes que no están en equilibrio actúan en diferentes fronteras de grano lo que origina la rotación de éstos.
- Algunos granos se mueven de forma independientemente con respecto a sus "vecinos".
- La forma de los granos permanece aproximadamente equiaxial durante la deformación aunque el alargamiento de grano puede ocurrir, éste es pequeño comparado con el que sufre la muestra en su totalidad.
- Existe actividad difusiva, evidencia de ello es que variables que realzan los procesos difusivos también son favorables para el comportamiento superplástico.

II. Modelos de deformación superplástica

- La anisotropía en la microestructura de la muestra se elimina conforme ocurre la deformación, la tasa para eliminarla depende de la orientación del grano y la naturaleza de las fases.
- El movimiento de dislocaciones no contribuye de manera directa en la deformación total.
- La retención de granos equiaxiales se puede explicar por la combinación de mecanismos, por ejemplo, difusión y movimiento de dislocaciones. No obstante, se opta por una teoría que explique en su totalidad el fenómeno sin recurrir a multimecanismos.
- Si el deslizamiento de las fronteras de grano es el mecanismo dominante, entonces se requiere de un proceso de acomodo como flujo difusivo o movimiento de dislocaciones.

Otro rasgo característico de la superplasticidad es que a nivel macroscópico la deformación parece homogénea, sin embargo a nivel mesoscópico la deformación no presenta uniformidad⁵⁸.

Para desarrollar una teoría que explique satisfactoriamente el fenómeno de la superplasticidad se ha recurrido a diferentes niveles de estudio: macroscópico, mesoscópico y microscópico, como se indica en la figura 2.1.

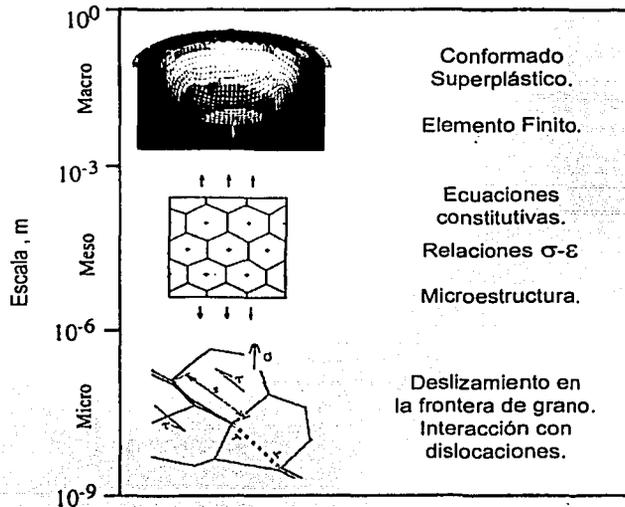


Fig. 2.1 Niveles de estudio del fenómeno superplástico.

Nivel macroscópico: su límite es hasta 10^{-3} m: en este nivel la mecánica del medio continuo es de gran utilidad. Se consideran sólo propiedades globales del material y su macroestructura.

Nivel mesoscópico: se encuentra en el rango $10^{-6} - 10^{-3}$ m. En este nivel se estudian grupo de granos.

Nivel microscópico: su escala se encuentra entre $10^{-9} - 10^{-6}$ m. Se estudian los defectos cristalinos (vacancias, dislocaciones, fronteras de grano), en este nivel no se puede relacionar directamente a las propiedades microscópicas con las macroscópicas del material.

II.2 Modelos geométricos de deformación superplástica.

Se han realizado grandes esfuerzos para formular una teoría única que explique en su totalidad el fenómeno superplástico, se han propuesto una serie de modelos, algunos se basan en el fenómeno de termofluencia, otros consideran deslizamiento de las fronteras de grano con acomodo difusional o deslizamiento de granos con acomodo de dislocaciones, también se ha propuesto elevación de granos y deslizamiento de grupo de granos o una combinación de todos ellos. A continuación se exponen los más representativos.

II.2.1 Modelo de Nabarro-Herring y Coble.

En un principio se buscó explicar el fenómeno de la superplasticidad en términos del fenómeno de termofluencia, en este sentido resaltan los modelos de Nabarro & Herring⁵⁹ y el de Coble⁶⁰.

El proceso difusivo se considera necesario para que se presente deformación superplástica. La importancia que desempeña el proceso difusivo se ve claramente con el hecho de que al favorecer el mecanismo de difusión también se incrementan notablemente las propiedades superplásticas⁶¹.

En ambos modelos sólo existe difusión entre los granos como mecanismo de deformación. La temperatura necesaria para el fenómeno es de $0.9 T_m$, donde T_m es la temperatura absoluta de fusión del material, ya que en estas condiciones la movilidad de átomos es rápida. Los granos deben ser pequeños para propiciar que el proceso difusivo se desarrolle más rápidamente; al encontrarse los granos pequeños, las zonas de frontera de grano aumentan produciendo de esta manera mayor área para el proceso difusivo.

Los esfuerzos cambian el potencial químico de los átomos en las fronteras de granos, de esta manera hay flujo de vacancias de las zonas de tensión a las de compresión mientras que el flujo de átomos surge en la dirección opuesta y esto conduce al alargamiento de granos⁶².

En ambos modelos existen tres hechos fundamentales:

1. Los granos se alargan y sufren aproximadamente la misma deformación que la muestra.
2. No hay movilidad en los granos, es decir, los granos no cambian de vecinos.
3. El número de granos en el área seccional (área paralela al eje de tensión) se mantiene constante.

La diferencia entre ambos modelos es la trayectoria que siguen los átomos durante la difusión. En el modelo de Nabarro-Herring el transporte de materia es por difusión a través de la red cristalina, mientras que en el modelo de Coble, el flujo de materia no es por la red cristalina sino por las fronteras de grano. La representación esquemática de ambos modelos se observa en la figura 2.2.

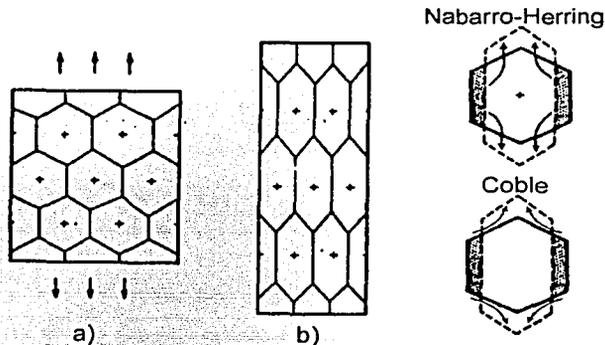


Fig. 2.2 Modelos de flujo difusivo, a) estado inicial, b) estado final.

Se ha encontrado evidencia experimental que indica que los modelos anteriores son inadecuados por las siguientes razones⁶³:

- Nabarro-Herring predicen rapidezces de deformación demasiado bajas por varios órdenes de magnitud. Por su parte el modelo de Coble predice correctamente rapidezces de deformación para algunas aleaciones, mientras que para otras, la aproximación es bastante pobre.
- En ambos modelos el índice de rapidez de deformación es independiente de la rapidez de deformación y tiene el valor de la unidad, contrario a lo que se ha observado experimentalmente.
- Ambos modelos consideran alargamiento de granos, sin embargo, este hecho no se observa experimentalmente.

- No pueden explicar la rotación de granos que se observa durante el flujo superplástico.
- Si se considera el alargamiento de granos entonces las trayectorias de difusión aumentan por lo que estos procesos son auto limitantes y por ende no pueden dar origen a deformaciones superplásticas.

Los modelos anteriores están basados en un proceso netamente difusivo y con rapidez de deformación muy lentas, ambos distan mucho de explicar en su totalidad el mecanismo de deformación en la superplasticidad, más bien estos modelos son comúnmente empleados para explicar el fenómeno de termofluencia.

II.2.2 Modelo de Ashby & Verral.

El modelo de Ashby & Verral⁶⁴ es el más importante dentro de los mecanismos que consideran procesos difusivos, además este modelo sentó las bases para futuros estudios del fenómeno. Ashby & Verral señalaron que se pueden alcanzar grandes deformaciones con deslizamiento en la frontera de grano y con procesos difusivos como mecanismo de acomodo.

El modelo es en dos dimensiones en donde se consideran granos de forma hexagonal y del mismo tamaño en donde la temperatura debe ser mayor a $0.3T_m$. El modelo indica que la deformación está controlada por mecanismos de difusión y por la capacidad de las fronteras de absorber o emitir defectos de punto, durante el proceso de acomodo los granos se mueven perpendicularmente unos con respecto a otros.

Las características más importantes en este modelo son: por un lado, los granos cambian de vecinos y por otro, los granos no se alargan significativamente.

La deformación de la muestra se alcanza por la transición relativa de granos. El número de granos en una dirección perpendicular al eje de tensión disminuye y aumenta en la dirección paralela a la carga.

La figura 2.3 representa esquemáticamente el modelo propuesto por Ashby & Verral. Se observa el movimiento relativo de cuatro granos y su acomodo por difusión.

En este modelo se distinguen cuatro fenómenos irreversibles: difusión, reacción en las interfaces, deslizamiento en fronteras y fluctuaciones el área de las fronteras⁶⁵.

1. Existe un proceso difusivo por el cual los granos temporalmente cambian de forma favoreciendo un proceso de acomodo de deformación. El mecanismo de acomodo ocurre por difusión en el interior de cada grano así como por las fronteras de grano.

2. Reacción en la interfaz. Las fronteras de granos son imperfectas, en ellas existe gran cantidad de defectos de punto (vacancias). Las vacancias se eliminan o se agregan a la frontera.
3. Deslizamiento en la frontera de grano. Al ocurrir el movimiento de granos por el proceso de difusión se producen esfuerzos de corte, estos esfuerzos provocan que los granos se deslicen unos con otros a través de las fronteras de grano.
4. Fluctuaciones en la longitud de las fronteras. El área en las fronteras de grano incrementa conforme se pasa del estado inicial al estado intermedio, lo que provoca que se almacene energía en el sistema. Conforme se pasa del estado intermedio al estado final el área de las fronteras disminuye por lo que se libera energía. No hay manera de que esta energía se aproveche por otros granos por lo que se debe disipar en forma de calor.

Las fluctuaciones en las fronteras de los granos provocan un esfuerzo umbral, abajo del cual no puede ser posible la fluencia del material. El esfuerzo umbral que predice el modelo es ligeramente bajo comparado con el experimental.

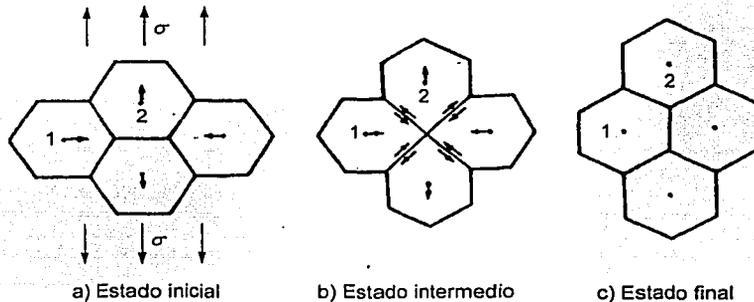


Fig. 2.3 El estado inicial a), el estado intermedio b) y estado final en c). La forma de los granos en el estado inicial y final es idéntica pero el arreglo de los granos ha cambiado (deformación=0.55).

El proceso real de deformación, seguramente es más complejo, sin embargo el modelo propuesto contiene los mecanismos básicos que permiten una aproximación adecuada al modelo real.

En el modelo propuesto por Ashby & Verral, el proceso de acomodo involucra difusión en cada uno de los granos así como en las fronteras como se observa en la figura 2.4.

Dado que todos los granos no son del mismo tamaño y de forma hexagonal, la rotación de ellos es un factor importante. La rotación de granos se presenta por la

probabilidad de que un grano se encuentre rodeado de granos con diferente tamaño y con una posición particular de ángulos.

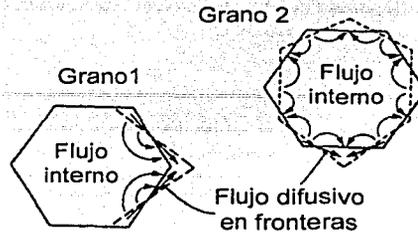


Fig. 2.4 Caminos de difusión en el modelo de Ashby-Verral

Este modelo de Ashby & Verral es adecuado para bajas velocidades de deformación y temperaturas altas. En este modelo se establece que la deformación superplástica, el mecanismo difusivo y el de dislocaciones se combinan para generar grandes deformaciones, cada uno puede contribuir desde 1 a 99 %. A altas rapidezces de deformación, el modelo dominante es por dislocaciones, mientras que a bajas rapidezces de deformación, el dominante es el de deslizamiento de granos con acomodo difusivo. En el régimen superplástico, existe una combinación de ambos.

La deformación ocurre por deslizamiento en la frontera de grano que cambia temporalmente su forma y se reacomoda por difusión. Sin embargo Ashby-Verral no son capaces de explicar deformaciones mayores a 0.55 y no predicen la aparición de nuevos granos asociados con el incremento en el área superficial.

Existen diversas ideas en contra del acomodo de flujo superplástico únicamente por difusión, éstas son⁶⁶:

- Algunos flujos difusivos propuestos por Ashby & Verral ocurren en direcciones opuestas en la misma frontera de grano. La difusión que se induce por la aplicación de un esfuerzo actuando perpendicular a las fronteras de grano es físicamente imposible.
- La deformación no es simétrica.
- Rotación real de granos no se presenta, es decir, la red cristalina de cada grano no gira, la rotación que se observa en el modelo sólo es aparente.
- La rapidez de deformación que predice la ecuación es de aproximadamente dos órdenes de magnitud más rápida.
- Granos alargados deberían ser aparentes en la microestructura.
- El esfuerzo umbral que se predice es muy bajo.

- El proceso sólo sucede una vez y genera como máximo una deformación de 0.55.
- En ocasiones predice valores de m más grandes que los obtenidos experimentalmente.
- El flujo de átomos propuesto en el modelo de Ashby & Verrall no es posible. No hay manera de que el flujo de átomos pueda empezar. Por lo tanto la trayectoria difusiva no es correcta.

Diferencias entre el modelo de Ashby & Verrall y el de Nabarro-Herring.

Los procesos de difusión recuerdan al modelo de Nabarro-Herring, sin embargo existen diferencias. En los modelos de Nabarro-Herring y Coble, existe transporte de materia dentro o alrededor de los granos provocando de esta manera alargamiento de ellos y por ende, deformación. El deslizamiento de granos no es importante en el modelo de Nabarro-Herring ni en el de Coble, contrario a lo que se establece en el modelo de Ashby, en donde el deslizamiento de granos desempeña un papel importante en el proceso de deformación. En el modelo de Ashby la cantidad de materia que se mueva por flujo difusivo por unidad de deformación es menor que aquella que consideran Nabarro-Herring y Coble. La longitud de los caminos de difusión es menor en el modelo de Ashby, por lo que se acelera el transporte difusivo. Existen más vías de flujo difusivo en la teoría de Ashby (6 caminos para difundir en lugar de 4).

Se ha argumentado que los modelos de difusión son inadecuados para explicar las características del fenómeno superplástico, sin embargo, el modelo de Ashby & Verrall ha sido discutido ampliamente inclusive en tiempos recientes.

II.2.3 Modelo de Spingarn & Nix.

El modelo de Spingarn & Nix⁶⁷ se basa en el de Ashby & Verrall, en él se propone un flujo difusivo diferente en donde cada grano tiene el mismo cambio de forma manteniendo simetría en la deformación y por ende un proceso de transición más realista.

Spingarn & Nix proponen un flujo que cumple con las condiciones de equilibrio en la frontera de grano. El proceso de traslación relativa de granos sólo se puede llevar a cabo con la ayuda de migración de las fronteras y no sólo con el proceso difusivo propuesto por Ashby. El modelo considera un arreglo de dos dimensiones de granos hexagonales y de tamaño y forma uniforme, esta teoría explica la deformación para materiales de una fase y para materiales de dos fases.

En este nuevo modelo juegan un papel importante los potenciales químicos y el flujo difusivo, los cuales van cambiando conforme los granos se alargan. Spingarn & Nix argumentan que en el modelo de Ashby existen varias condiciones físicas que no son

posibles. Primero, en un arreglo de granos idénticos, la simetría que existe entre ellos impide flujo difusivo de un extremo de la frontera de grano a otro, es decir, el movimiento de átomos en el grano uno no es permitido (ver figura 2.4), el flujo debe partir de un punto intermedio de la frontera y no en los extremos. Segundo, en un material de una fase los flujos difusivos en cada frontera de grano deben ser los mismos y por último, no existe manera de que los átomos en el modelo de Ashby empiecen a fluir. Spingarn & Nix se basan en un modelo propuesto por Lee⁶⁸ en donde se cumplen las condiciones de equilibrio que, según ellos, el modelo de Ashby no cumple. El modelo se representa esquemáticamente en la figura 2.5.

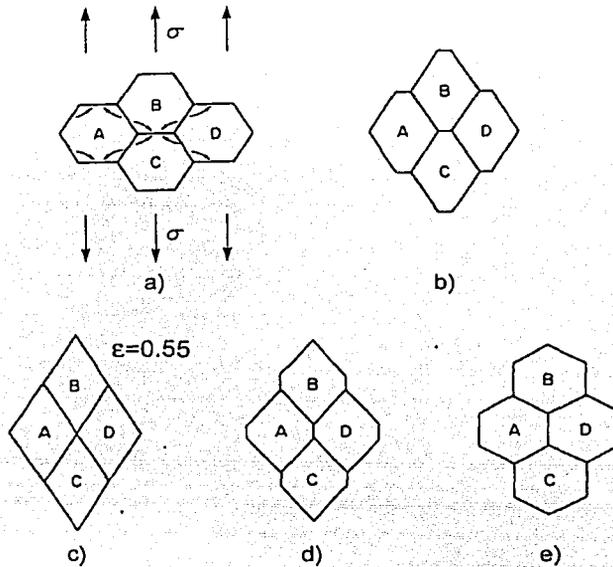


Fig. 2.5 Acomodo de granos por flujo difusivo.

En el modelo de Ashby los flujos difusivos son a través de la red cristalina o la frontera de grano, Spingarn & Nix proponen una trayectoria diferente en donde todos los granos sufren el mismo cambio de forma.

Pocos estudios se han realizado para explicar el proceso difusivo en materiales de dos fases. Este modelo es uno de ellos. El proceso involucra los mismos pasos que en los materiales de una fase, la diferencia radica en la forma final de los granos que va a depender de la capacidad de difusión de las fases presentes. Las fases se deforman por procesos difusivos y deben mantener continuidad. Los átomos fluyen de un punto intermedio de la frontera de grano y se dirigen hacia un extremo y viceversa. La tasa de flujo difusivo en ambas fases es diferente por lo que las fronteras de grano se curvan gradualmente, la fase que tenga la capacidad de difundirse más rápido es la que separa a la otra conforme la deformación ocurre, como se muestra en la figura 2.6.

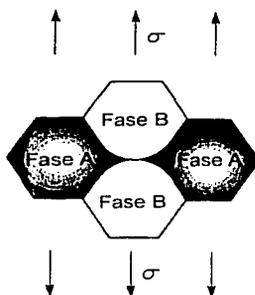


Fig. 2.6 Acomodo del deslizamiento de granos en materiales de dos fases.

La rapidez de deformación para materiales de dos fases es similar a aquella de materiales de una fase multiplicado por el porcentaje volumétrico de la fase que se difunde más rápido.

II.2.4 Modelo de Gifkins “Core and mantle”.

Este modelo de Gifkins⁶⁹ pertenece a aquellos que consideran al movimiento de dislocaciones como parte fundamental para lograr grandes deformaciones sin alargamiento aparente de los granos.

Gifkins propuso que los granos se pueden dividir en dos regiones, la parte central del grano que llamó “core”, en donde el comportamiento es el de un cristal normal y por otro lado, la periferia del grano que nombró “mantle”, donde el proceso de acomodo del deslizamiento de las fronteras de grano ocurre por movimiento de dislocaciones. Los espesores de ambas partes, el interior y exterior, varían según las condiciones experimentales. La región de la periferia es de extrema importancia en el comportamiento de materiales con granos muy finos, como en el caso de superplasticidad, y su espesor decrece al mejorar las condiciones experimentales con lo que se favorece el deslizamiento de granos. Si los granos se consideran hexagonales, entonces el espesor de la región exterior es de aproximadamente 0.07 veces el diámetro del grano, en un material superplástico típico tendría un espesor de 30 a 70 nm⁷⁰.

El movimiento de dislocaciones en la región “mantle” acomoda el deslizamiento de granos durante la deformación superplástica. Las dislocaciones en la frontera de grano se agrupan en puntos triples. Las concentraciones de esfuerzos en estos puntos provocan una disociación de estas dislocaciones en la red cristalina. El deslizamiento y ascenso de estas últimas alrededor de las fronteras adyacentes relajan los esfuerzos. Algunas de las dislocaciones se aniquilan o se recombinan para formar nuevas dislocaciones en la frontera de grano. La representación esquemática del modelo se muestra en la figura 2.7

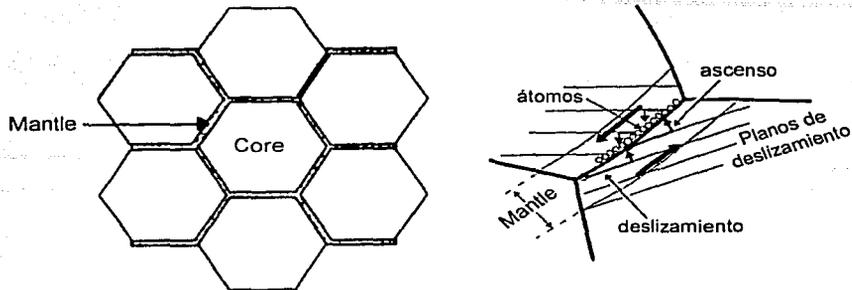


Fig. 2.7 Modelo de Gifkins "Core-Mantle"

El deslizamiento de los granos ocurre en la región externa, en la zona cercana a la frontera de grano. La deformación plástica se puede considerar producto de dos procesos independientes en materiales con granos finos. En un proceso, el deslizamiento de grano con acomodo por deslizamiento de dislocaciones ocurre en la región externa (mantle); y en el otro proceso, el deslizamiento de las dislocaciones ocurre en la región central (core). Cuando el primer proceso domina, entonces el comportamiento superplástico se manifiesta y cuando el segundo proceso domina entonces se espera una ductilidad normal⁷¹.

La interacción entre dislocaciones en el "core" y el "mantle" puede ser despreciada y por lo tanto no existe endurecimiento por deformación. Este modelo se puede aplicar bien en la zona de bajo esfuerzo del régimen superplástico; en la región de baja rapidez de deformación se prefiere el modelo de Ashby.

Como en el caso de los modelos difusivos, en esta teoría también se encuentran algunas críticas⁷², por ejemplo:

- La corroboración experimental del modelo se basa por el ajuste de curvas. Por lo tanto las buenas aproximaciones que se logran no se atribuyen al modelo en sí, más bien se debe el ajuste correcto de valores experimentales. Inclusive Gifkins señala en este modelo que los valores numéricos que predice el modelo no concuerdan totalmente con los experimentos a menos que se consideren otros procesos de deformación.
- No se establece claramente la aplicación de este modelo en las tres regiones de deformación supeplástica.
- El valor que se fija en algunas variables no tiene bases experimentales.
- El espesor del core y el mantle se usan como parámetros de ajuste, esto es, dependen de las condiciones experimentales.
- El modelo no explica claramente la orientación de granos.

II.2. 5 Modelo de Ball & Hutchison.

El modelo de Ball & Hutchison⁷³ también considera necesario el movimiento de las dislocaciones durante la deformación superplástica. Ball & Hutchison establecen que el deslizamiento de los granos se dificulta por la generación de un apilamiento de dislocaciones en las fronteras.

En este modelo se considera que el movimiento de dislocaciones involucra dos pasos secuenciales, tanto deslizamiento como ascenso a través de la red cristalina. El proceso más lento es el que controla la tasa de flujo plástico.

Al deslizarse las fronteras de grano existen concentraciones de esfuerzos en puntos triples que limitan deslizamiento. La relajación de estos esfuerzos se da por el movimiento de dislocaciones en el interior del grano ya sea por apilamiento, ascenso o dispersión hacia granos adyacentes en donde se repite el mecanismo.

La tasa con la que los granos se deslizan está controlada por la capacidad de remover apilamientos de dislocaciones en la red cristalina⁷⁴.

Existen granos que obstruyen el deslizamiento entre grupo de granos (existe plano de deslizamiento de granos) y por ende se generan concentraciones de esfuerzos. Para relajarlos es necesario el movimiento de las dislocaciones, tanto deslizamiento y ascenso. Con el deslizamiento, las dislocaciones atraviesan los granos y se apilan en el extremo opuesto de la frontera, mientras que con el ascenso, los esfuerzos se relajan con mayor facilidad y se libran partículas que limitan el flujo plástico, permitiendo de esta manera mayor deformación. El modelo se muestra en la figura 2.8.

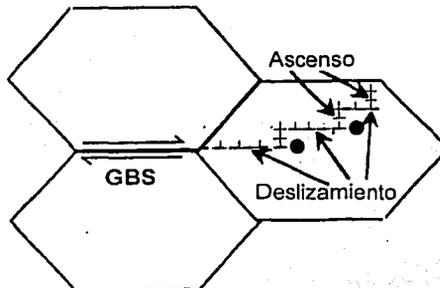


Fig. 2.8 Modelo de Ball-Hutchison

También existe rotación de granos durante el deslizamiento, con lo que se cambia continuamente el plano más favorable de deslizamiento y por consiguiente, se evita alargamiento de los granos.

El modelo presenta también algunas limitaciones, entre ellas se pueden mencionar⁷⁵:

- No toma en cuenta la variación sigmoide de la curva rapidez de deformación-esfuerzo.
- Se considera que los granos se mueven en grupo de cuatro, cuando existen evidencias que los granos se mueven individualmente.
- El modelo no se puede aplicar a materiales de dos fases debido a que la fluencia de las fases es diferente.
- Los mecanismos de dislocaciones no explican los resultados experimentales que se han observado en lo que se refiere a la ausencia de endurecimiento por deformación, recristalización y esfuerzos bajos de fluencia.
- Se predicen apilamientos de dislocaciones, sin embargo no se han observado experimentalmente de manera significativa.

II.2.6 Modelo de Valiev & Langdon.

Otro modelo que apoya el deslizamiento de las fronteras de grano con movimiento de dislocaciones como proceso de acomodación es el que propone Valiev & Langdon⁷⁶. En él se da especial énfasis a las dislocaciones dentro de la red cristalina y se estudia el papel de las dislocaciones intragranulares en la deformación superplástica.

Valiev & Langdon aseguran que la deformación no es uniforme y es oscilatoria en naturaleza, por lo que la contribución a la deformación total por el movimiento de las dislocaciones varía, en ocasiones es de signo positivo y en otras es de signo negativo. Su estudio revela que la contribución neta es aproximadamente cero.

En el fenómeno de la superplasticidad, el mecanismo dominante de deformación es el deslizamiento en la frontera de grano, mientras que el movimiento de dislocaciones intragranulares sirve sólo como proceso de acomodación, este proceso tiene un efecto directo en la deformación total ya que con él se generan las dislocaciones en la frontera necesarias para relajar esfuerzos.

El deslizamiento de granos en la frontera ocurre por el movimiento de dislocaciones alrededor de los límites de grano, esto origina concentración de esfuerzos en puntos triples o cualquier otro obstáculo. Estas concentraciones se relajan por la generación y movimiento de dislocaciones dentro de la red cristalina, por lo tanto, las dislocaciones atraviesan todo el grano, se apilan y finalmente son absorbidas en las fronteras del grano opuesto. El proceso se ve esquemáticamente en la figura 2.9.

Una cuestión importante en este modelo es que no existen obstáculos en el movimiento de las dislocaciones dentro del grano, por lo que las dislocaciones son absorbidas rápidamente por las fronteras de grano.

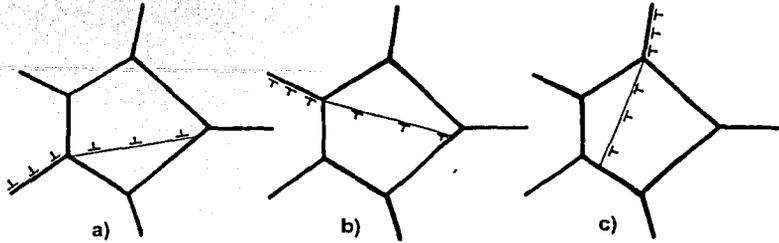


Fig. 2.9 Modelo de Valiev-Langdon

El modelo explica diversas características de la deformación superplástica, por ejemplo, el hecho de que no hay cambio significativo en la forma de los granos y la poca contribución a la deformación total por movimiento de dislocaciones. Las dislocaciones intragranulares no contribuyen en la deformación más bien sirven como mecanismo de acomodo, sin embargo tienen gran influencia en el proceso de deformación ya que la absorción constante de dislocaciones de la red cristalina sirve para el deslizamiento de las fronteras de grano al proporcionar dislocaciones que relajan esfuerzos. Las dislocaciones en la frontera juegan un papel más importante en el proceso de deformación que aquellas en la red interna (intragranulares).

Dado que la contribución neta de la deformación por dislocaciones es de aproximadamente cero, los granos se mantienen equiaxiales inclusive a grandes elongaciones.

En los modelos propuestos por Gifkins, Ball & Hutchison y Valiev & Langdon se considera al movimiento de dislocaciones, de una forma u otra, como parte fundamental para alcanzar el comportamiento superplástico. Sin embargo existen diversos argumentos en contra de estas teorías, entre ellos se puede mencionar⁷⁷:

- Los modelos de dislocaciones no predicen un esfuerzo umbral para la deformación plástica. (Región I).
- No hay mecanismo implícito por el cual la red cristalina pueda rotar en el modelo de Ball & Hutchison.
- El alargamiento de granos es implícito en cualquier modelo dislocativo.
- El apilamiento de dislocaciones no se ha reportado experimentalmente.

II.2.7 Modelo de Gifkins (Elevación de granos).

Este nuevo modelo propuesto por Gifkins⁷⁸ trata de explicar las características de deformación superplástica que se observan experimentalmente asumiendo que los granos se mueven uno con respecto a otro sin cambio significativo en su forma. La mayoría de los modelos de deformación superplástica son en dos dimensiones, Gifkins propone un modelo en tres dimensiones en donde el deslizamiento en las fronteras es acomodado por la elevación de granos de capas inferiores. Gifkins también considera rotación de granos involucrando flujo plástico en la zona cercana a las fronteras. Una característica importante del modelo de Gifkins es que los granos no tienen que ser uniformes y regulares para lograr el comportamiento superplástico.

Conforme el deslizamiento de granos comienza a formar vacíos, granos de capas inferiores emergen para cubrir esos huecos. En el nuevo modelo propuesto por Gifkins no se crean vacíos entre granos. Al inicio se genera una pequeña fisura, pero conforme ésta va creciendo, los granos de la capa siguiente llenan el vacío. Sin embargo esto involucra un proceso inestable en las fronteras así como migración para ajustar los diedros, lo que origina que las fronteras de grano se curven, tanto en el grano que emerge como en los granos originales como se muestra en la figura 2.10.

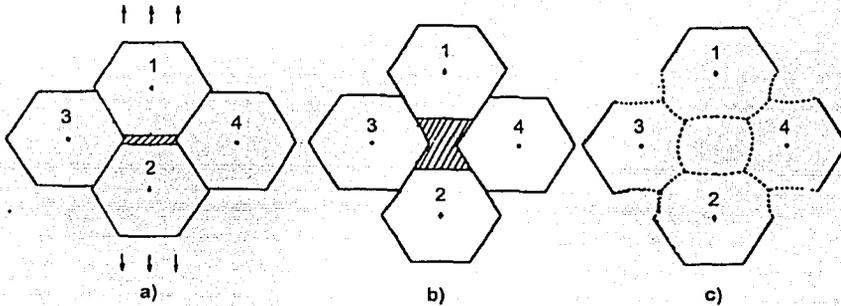


Fig. 2.10 Modelo de emersión de granos de Gifkins.

En la figura anterior se observa la evolución de los granos durante la deformación, en a), se forma una fisura intergranular al estirar la muestra; en b) la fisura se alarga y a medida que aumenta la deformación se va rellenando con un grano que emerge de la superficie; finalmente en c), se ajustan las fronteras de granos para mantener correctamente los ángulos entre los diedros.

Cabe señalar que el patrón de deformación final (granos curvados) se ha observado cuando se logran deformaciones pequeñas o grandes, exceptuando aquellas demasiado pequeñas en donde apenas empieza el proceso de formación de fisuras. Es decir, a deformaciones pequeñas o grandes, el patrón geométrico de deformación está presente; no es un modelo que se limite a un rango durante la deformación.

II. Modelos de deformación superplástica

Gifkins critica a los modelos de Ashby & Verral al señalar que no se puede considerar a un grupo de granos con configuración especial entre ellos para explicar el comportamiento general de la muestra. Señala también que estos modelos son simplificados para hacer un modelado más sencillo por lo que los resultados que se obtienen no son realistas y están lejos de explicar el fenómeno tal como se presenta. En el modelo de Gifkins los granos no necesitan ser ni hexagonales ni uniformes, tampoco el grupo de ellos tiene que consistir de cuatro elementos para que la emersión de granos ocurra. El modelo puede aplicarse a cualquier tamaño de grano (dentro del límite superplástico) y de cualquier forma, lo que sigue siendo indispensable es que el tamaño de grano sea estable.

Aunque las características de este modelo de Gifkins difieren considerablemente de aquél propuesto anteriormente por él en la famosa teoría de “core – mantle”, el mecanismo de acomodo sigue siendo en la región exterior. En la emersión de granos, donde el deslizamiento de las fronteras de grano es el mecanismo dominante de deformación, también son necesarios algunos procesos dislocativos para relajar completamente los esfuerzos.

Este modelo explica algunas observaciones experimentales que se han efectuado, por ejemplo:

- El deslizamiento en la frontera de grano es el único mecanismo que produce deformación.
- Existe rotación de granos.
- Existe interacción del deslizamiento de granos y rotación de granos con otros procesos: emersión de granos y acomodo dislocativo.
- Los granos que emergen son pequeños y con forma circular.
- Los granos forman fronteras curvadas para mantener ángulos apropiados con respecto a los granos que emergen.
- El espesor de la región “mantle”, en donde ocurre el proceso de acomodo, es de 0.07 el tamaño de grano.
- El proceso es continuo, es decir, no hay deformación crítica donde el modelo pierda su validez.

II.2.8 Modelo de Astanin & Kaibyshev.

Han surgido modelos geométricos que consideran el deslizamiento de grupo de granos como una entidad en donde un conjunto de granos se mueve de manera sistemática. Hay autores que afirman que la deformación superplástica no puede ser entendida si sólo se estudian las características micromecánicas del fenómeno, en este sentido se ha señalado

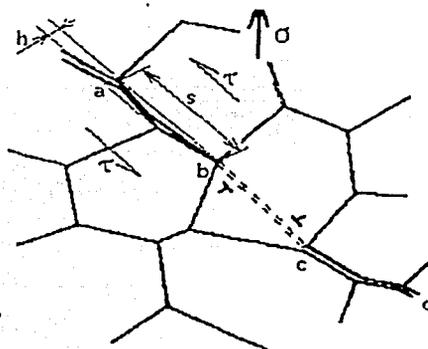
que los modelos de deslizamiento de grupo de granos explican mejor el mecanismo de transformación microestructural y permite generalizar un sólo modelo universal para la deformación superplástica⁷⁹. El modelo de Astanin & Kaibyshev⁸⁰ es un modelo que considera a grupos de granos deslizándose como una unidad.

En los modelos de deslizamiento de grupo de granos "CGBS" (por siglas en inglés Cooperative Grain Boundary Sliding) se manifiestan "bandas" a través de un gran número de fronteras de grano que indican las trayectorias de deslizamiento de los granos. En conjunto con este proceso se consideran otros mecanismos de deformación como el movimiento de dislocaciones y acomodo difusivo para alcanzar las grandes deformaciones características de la superplasticidad⁸¹.

En el modelo de Astanin & Kaibyshev se aceptan dos puntos clave:

- La deformación plástica se lleva a cabo principalmente por esfuerzos cortantes entre volúmenes relativamente grandes.
- Los esfuerzos cortantes generan un proceso de deslizamiento de granos organizado en donde se involucran diversos mecanismos.

En la etapa inicial de deformación se forman las bandas necesarias para el deslizamiento en conjunto en las fronteras de grano. Los deslizamientos de los primeros granos surgen en aquellas fronteras donde se requieren los esfuerzos más pequeños, éstas zonas son las que se encuentran en orientación favorable con respecto al esfuerzo externo aplicado. Se ha observado que en la primera etapa de deformación se genera un gran número de dislocaciones dentro de los granos y que éstas son absorbidas en las fronteras facilitando el deslizamiento. En la figura 2.11 se muestra la generación de una banda en los primeros pasos de deformación.



TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Fig. 2.11 Formación de bandas de deslizamiento.

La propagación de las bandas de deslizamiento de unos granos a otros depende de la disposición geométrica en que se encuentren. En el caso de puntos triples irregulares,

donde la correlación de h y s es pequeña (ver figura 2.11), la propagación de la banda requiere esfuerzos pequeños, esta geometría es la ideal y se llega a presentar durante la deformación, sin embargo, el número de casos es muy limitado. El caso más común es cuando se presentan granos que obstruyen la generación de las bandas libremente, en estas circunstancias el esfuerzo necesario para los procesos de acomodo es mayor, por lo que para generar la propagación de la banda es necesario el movimiento de dislocaciones en el interior de cada grano así como la migración de fronteras.

La generación de una banda a través de varias fronteras de grano genera concentraciones de esfuerzos en el punto b . La concentración de esfuerzos genera la formación de dislocaciones en la región $b-c$; la rotación de granos o flujo difusivo intenso proporcionan mayor acomodo. Las dislocaciones en la red pueden estimular el deslizamiento en las fronteras de grano en la siguiente región ($c-d$) y por lo tanto extender la banda de deformación $a-b-c-d$. De esta manera las bandas de deslizamiento se propagan a lo largo de la muestra.

Se ha observado que conforme la deformación avanza, las líneas de deslizamiento se engruesan. El espesor de las bandas en la primera etapa es de $0.1 \mu\text{m}$ y de longitud aproximada de $15 - 20 \mu\text{m}$, lo que se toma como evidencia de que existe un esfuerzo cortante producto del deslizamiento de granos. También se indica que las bandas no ocurren de manera monótona y única, más bien se detienen y cambian de dirección continuamente. Generalmente las bandas se orientan a 45° con respecto al eje de tensión.

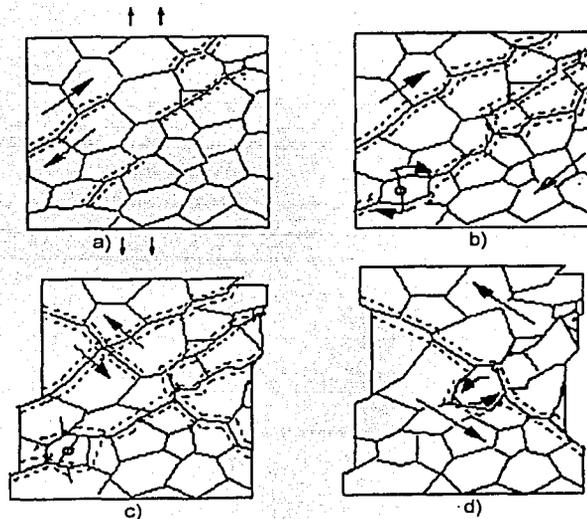


Fig. 2.12 Modelo de Astanin & Kaibyshev

La figura 2.12 muestra esquemáticamente el proceso de deformación. En la primera etapa se observa la generación de esfuerzos cortantes en forma de líneas en algunos granos. Posteriormente las líneas se unen generando una banda de deformación en donde los esfuerzos cortantes se incrementan originando bandas más pronunciadas por las cuales grupos de granos empiezan a deslizarse. El proceso ocurre sucesivamente provocando la deformación estable del material. Durante este proceso también se presenta rotación de granos y cambio de dirección de las bandas. Astanin y Kaibyshev establecen que el 90 % de la deformación es a través de este mecanismo.

III. DESARROLLO EXPERIMENTAL.

Para poder determinar si existe cambio en el comportamiento superplástico al variar el espesor en la aleación Cd-17.4 Zn se llevaron a cabo diversas observaciones experimentales.

El desarrollo experimental consistió en realizar ensayos de tracción en probetas de distinto espesor. Las probetas se dividieron en dos muestras, aquellas con espesor de 1.7mm (*Espesor 1*) y aquellas con espesor de 0.47mm (*Espesor 2*); por lo que las probetas gruesas tuvieron un grosor 3.5 veces mayor que el de las probetas delgadas. El espesor de 1.7 mm se eligió por cuestiones técnicas, ya que con espesores mayores, el troquel para producir las muestras podría sufrir daños; por otra parte, se consideró que un espesor alrededor de 0.5 mm era adecuado para apreciar cambios en el comportamiento superplástico.

Para determinar el comportamiento superplástico se llevaron a cabo pruebas de tracción con velocidad constante del cabezal a diferentes rapidezces de deformación tanto para las probetas de *espesor 1* como para les de *espesor 2*, con el fin de obtener las curvas: rapidez de deformación-esfuerzo, rapidez de deformación- porcentaje de deformación y rapidez de deformación-índice de sensibilidad, puesto que estas gráficas son las más importantes para caracterizar al fenómeno superplástico. Las variables de interés fueron: esfuerzo de fluencia, deformación y el índice de sensibilidad "*m*". Así mismo se observó en el microscopio electrónico de barrido la microestructura en cada probeta antes y después de ser deformadas con el fin de analizar el mecanismo de deformación en cada una de ellas.

A continuación se describe en forma detallada cada uno de los pasos de la parte experimental de este trabajo.

III.1 Obtención de la aleación.

El primer paso fue obtener la aleación con los porcentajes correctos de cadmio y zinc, para ello fue necesario cortar, limpiar y pesar a los elementos constituyentes.

El zinc se encuentra comercialmente en forma de lingotes y el cadmio se encuentra en forma de esferas. En ambos casos se cortaron los elementos en porciones más pequeñas para lograr mejor control sobre la composición y para facilitar su manejo.

Posteriormente se realizó un limpiado exterior de cada porción con una carda de latón para eliminar impurezas y óxidos superficiales.

Con los elementos limpios se prosiguió a determinar las cantidades necesarias para lograr la aleación correcta. La aleación con la que se trabajó fue la que corresponde al punto eutéctico del sistema Cd-Zn. En la figura 3.1 se muestra el diagrama de fases Cd-Zn, en él se observa que los porcentajes correspondientes en peso de los elementos en el punto

eutéctico son: 82.6 % de cadmio y 17.4 % de zinc. Con ayuda de una báscula electrónica (marca OHAUS modelo E400D) se pesó cuidadosamente la fracción de cada elemento para obtener las cantidades correctas de material para el proceso de fundición.

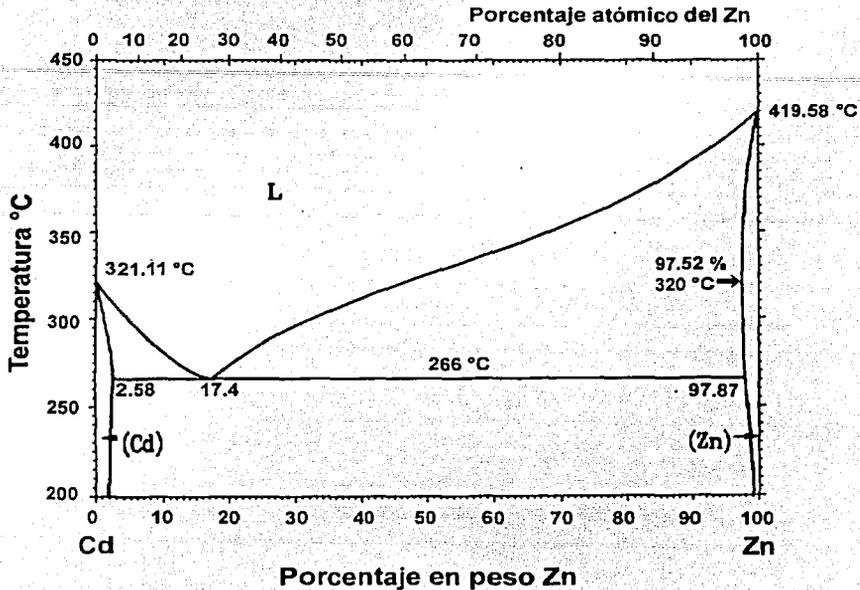


Fig. 3.1 Diagrama de fase del sistema Cd- Zn.

Una vez que se obtuvieron los elementos limpios y en las cantidades adecuadas se continuó con el proceso de fundición.

III.2 Fundición.

Un paso crítico para obtener una aleación correctamente es la fundición del material y el vaciado, cuando estos procesos se realizan de manera adecuada se obtienen las composiciones correctas y el material es homogéneo, es decir, se logran las mismas propiedades a lo largo de todo el material, en cambio si no se realizan adecuadamente, los resultados seguramente serán los contrarios.

El proceso de fundición se llevó a cabo en una mufla convencional de atmósfera libre (marca LINDBERG) ya que la temperatura necesaria para fundir a los materiales no es tan elevada. La temperatura de fusión del zinc es de 419 °C y la del cadmio es de 321.1 °C.

Se podría pensar que la secuencia más sencilla para fundir los metales es colocarlos en un crisol y colocar el horno a más de 420°C, ya que por arriba de esa temperatura ambos materiales se encuentran en estado líquido, sin embargo, el cadmio se oxida a alta temperatura y por consiguiente este método no es el adecuado puesto que la aleación final sería diferente en cuanto a los elementos presentes y a su composición. El método que se utilizó para obtener a la aleación fue a través del fenómeno difusivo.

Primero se colocó el cadmio en el crisol a una temperatura de 350°C, cuando todo el cadmio presente se encontró en la fase líquida se agregaron pequeñas cantidades de zinc, aproximadamente en intervalos de 30 minutos, conservando en todo momento la misma temperatura. Aunque la temperatura de fusión del zinc es de más de 400°C, gracias al proceso de difusión el zinc logró mezclarse completamente con el cadmio líquido sin mayor problema. Paulatinamente se agitó la aleación líquida para garantizar homogeneidad en el producto final. Conforme fue aumentando la composición del zinc en la aleación, la temperatura de fusión de la aleación también disminuyó, como se puede observar en el diagrama de fases (figura 3.1), es decir, conforme uno se acerca al punto eutéctico la temperatura de fusión de la aleación disminuye hasta llegar a 266°C, por esta razón la temperatura en el horno se redujo paulatinamente hasta llegar a 300°C.

Todo el proceso para lograr fundir completamente a los elementos tardó aproximadamente siete horas. Al cabo de este tiempo, todo el zinc se había difundido en el cadmio y el material líquido estaba listo para el vaciado.

El vaciado se realizó en una lingotera de acero inoxidable y se templó en agua con el fin de lograr una microestructura fina desde el comienzo. Cabe señalar que la lingotera se sometió a un proceso de precalentado antes del vaciado para evitar rechupes y de esta manera obtener un material macizo.

El producto final fue un lingote sin rechupes y con espesor de 7.4 mm. Se cortaron los rebordes y se continuó con el análisis de la composición.

Para comprobar que la aleación contenía los porcentajes correctos de cada elemento se realizó un análisis microestructural con el microscopio electrónico de barrido LEICA-CAMBRIDGE del IIM. El estudio se realizó con microscopía de rayos X en donde los porcentajes en masa del cadmio y del zinc fueron: cadmio 82.01% y zinc 17.99%. La variación con respecto a la composición deseada (82.6 % Cd, 17.4 % Zn) no difiere mucho y se tomó como aceptable.

III.3 Laminación.

En esta etapa se redujo el grosor del lingote de 7.4 mm para obtener las muestras de *espesor 1* y de *espesor 2*, de 1.7 y 0.47 mm respectivamente. El proceso se realizó con una laminadora Fenn Manufacturing Co. de 25 HP como la que se muestra en la figura 3.2.

El laminado se llevó a cabo en caliente y en frío. Los primeros pasos se realizaron en caliente y los últimos en frío con el fin de lograr la microestructura necesaria para el comportamiento superplástico (ver sección 1.3).



Fig. 3.2 Laminadora del IIM, UNAM

El laminado en caliente se realizó a 180°C con pasos de 0.15 mm cada uno, cada 5 pasos la dirección de laminación se cambió para evitar orientación preferencial de los granos. La velocidad de los rodillos fue de 5 m/min ya que con velocidades mayores a ésta se corre el riesgo de producir grietas en el perímetro de la lámina. El laminado en caliente se continuó hasta llegar a un espesor de 2.3 mm. El porcentaje de trabajo en caliente total fue de 68.92 % con el cual se logró reducir el espesor de 7.4 mm a 2.3mm. Con este último espesor se inició el laminado en frío con reducciones de 0.15 mm en cada paso hasta que se llegó a un espesor final de 1.7 mm, por lo tanto, el trabajo total en frío realizado en las muestras de gruesas fue del 26.09 %.

Para obtener las muestras delgadas se siguió un procedimiento similar al anterior. En este caso se partió de un espesor de 1.7 mm. Primero se realizó el laminado en caliente, a 180°C , con reducción de 0.12 mm cada paso hasta llegar a un espesor de 0.74 mm, de ahí se cambió a una reducción de 0.09 mm por cada paso hasta llegar a un espesor de 0.65 mm, el trabajo en caliente total fue de 61.76%, el laminado posterior se realizó en frío con reducciones de 0.09 mm hasta alcanzar un espesor final de 0.47 mm, con lo que se obtuvo un trabajo en frío de 27.69%. Los resultados del proceso de laminado se observan en la siguiente tabla:

Tabla 3.1

	Trabajo en caliente	Trabajo en frío
Esesor 1 (1.7mm)	%HW=68.92%	%CW=26.09%
Esesor 2 (0.47mm)	%HW=61.76%	%CW=27.69%

Porcentaje de trabajo en caliente y frío en el laminado

El trabajo en frío que se consideró necesario para lograr la microestructura indicada fue de 25 a 30 % aproximadamente. Cabe señalar que tanto en las muestras gruesas como en las delgadas se buscó el mismo porcentaje de trabajo en frío en su laminado para asegurar las mismas propiedades mecánicas iniciales. Las propiedades mecánicas dependen en gran medida del trabajo en frío realizado durante el proceso de conformado, en particular, el esfuerzo de fluencia es un parámetro que se ve afectado notablemente en este sentido⁸². El esfuerzo de fluencia es un valor crítico en este trabajo por lo tanto fue importante tener el mismo trabajo en frío en ambas muestras.

Como se observa en la tabla 3.1, el trabajo en frío en las probetas de *esesor 1* y *2* fue muy similar, con ello se eliminó una variable que podría haber afectado el comportamiento superplástico.

Al término de esta etapa, la microestructura necesaria para lograr el comportamiento superplástico en las láminas gruesa y delgada ya estaba presente. En la figura 3.3 se observa la evolución microestructural desde la fundición hasta el laminado en frío con la que se consiguió una estructura fina de granos de zinc dentro de una matriz de cadmio.

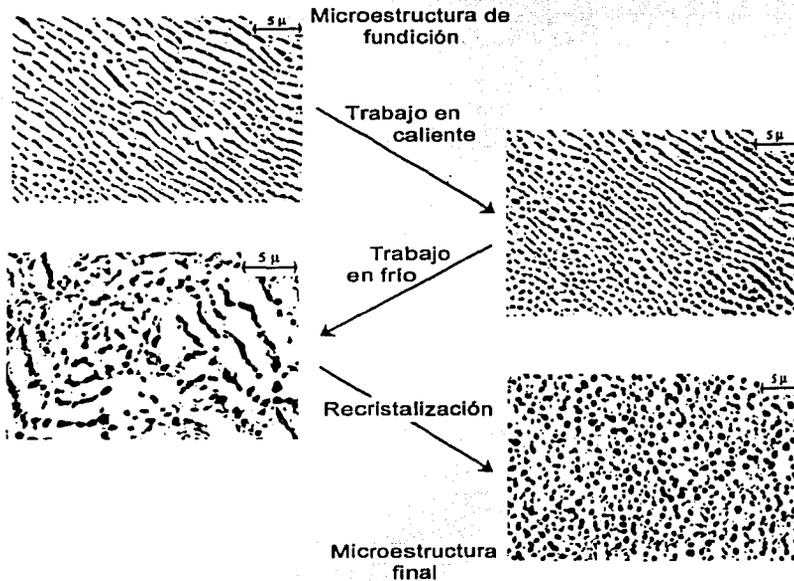


Fig. 3.3 Refinamiento de la microestructura.

La microestructura final en ambas muestras presentó las características propias de un material superplástico, es decir, tamaño de grano menor a $10\ \mu\text{m}$, granos equiaxiales y distribuidos uniformemente.

III.4 Preparación de probetas.

Al terminar el proceso de laminado se obtuvieron las láminas con los espesores requeridos, uno de 1.7 mm y el otro de 0.47 mm. El paso siguiente fue la obtención de las probetas para los ensayos de tracción mediante el troquelado de la lámina. Las dimensiones de las probetas se muestran en la figura 3.4.

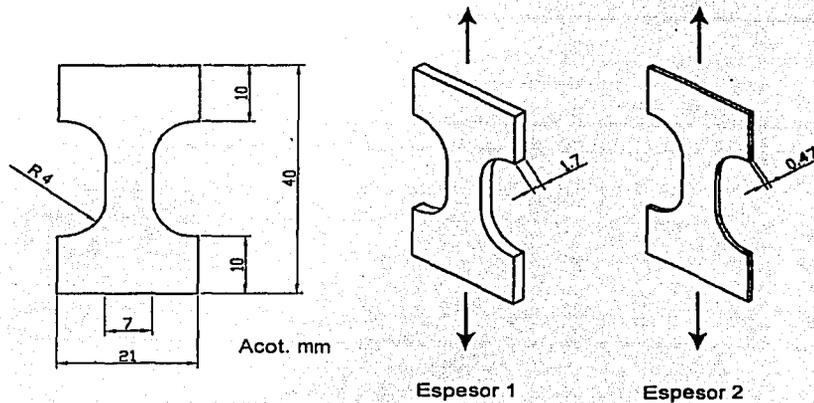


Fig. 3.4 Dimensiones de las probetas para el ensayo de tracción.

Después del proceso de troquelado se eliminaron los bordes de las muestras con lijas para eliminar posibles concentradores de esfuerzos.

Un punto importante en este trabajo fue observar la microestructura superficial de las probetas después del ensayo de tracción. Por lo que el pulido de las probetas antes de ser deformadas fue necesario para evitar en lo posible el contacto con las muestras después de la prueba. Cada una de las probetas se sometió a un proceso de pulido pasando por lijas de agua hasta llegar al acabado espejo con paño y alúmina. Con el pulido previo a la prueba de tracción, se pudo observar de manera confiable la microestructura en la superficie de cada probeta inmediatamente después de ser deformada.

III.5 Ensayo de tracción.

Los ensayos de tracción fueron de vital importancia puesto que con ellos se logró caracterizar el comportamiento superplástico de cada muestra. En los ensayos de tracción

las rapidezces de deformación se variaron para lograr trazar las curvas: rapidez de deformación-esfuerzo, rapidez de deformación-deformación y rapidez de deformación-índice de sensibilidad.

Las gráficas antes mencionadas se conformaron por cinco puntos para cada espesor, y para obtener cada punto se realizaron de dos a cuatro ensayos dependiendo del tiempo que tomaba cada ensayo.

Las pruebas de tracción se llevaron a cabo a temperatura ambiente, ya que la aleación Cd-17.4 Zn presenta comportamiento superplástico a esa temperatura. La máquina que se utilizó para los ensayos de tracción fue una maquina universal "Instron" modelo 1125 cuya foto se muestra en la figura 3.5.

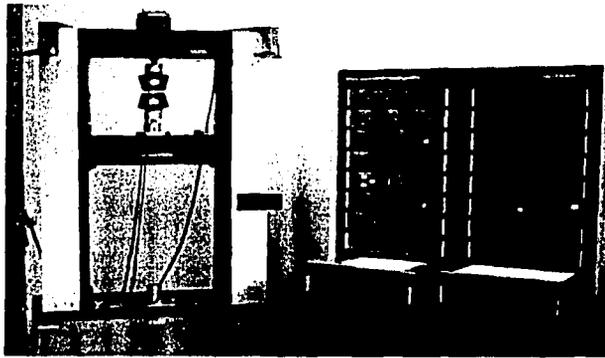


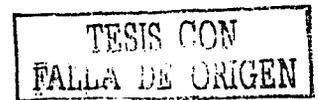
Fig. 3.5 Maquina universal Instron del IIM, UNAM.

Para las rapidezces de deformación altas (1×10^{-1} , 1×10^{-2} 1/s) el equipo de captura de datos fue a través de una computadora conectada a la máquina Instron, en donde los valores de esfuerzo de fluencia y deformación máxima nominal se obtuvieron directamente, sin embargo, a rapidezces de deformación bajas, la computadora no fue capaz de proporcionar los valores directos de esfuerzo y de deformación. En este caso la información se obtuvo de la curva tradicional sobre papel cuadrículado en donde los ejes coordenados representan distancia (tiempo) en el eje x y la carga en el eje y, por lo que fue necesario convertir estos valores a deformación y esfuerzo respectivamente. Para ello se utilizaron algunas relaciones matemáticas que a continuación se describen.

Dado que la variable independiente fue la rapidez de deformación, el primer paso fue establecer las velocidades de cabezal de la maquina universal que originaba las rapidezces de deformación necesarias. Los cálculos fueron como sigue.

El esfuerzo nominal se define como:

$$\sigma = F/A_0 \quad (3.1)$$



La deformación nominal se define como:

$$\varepsilon_n = (l - l_0) / l_0 \quad (3.2)$$

Derivando la ecuación 3.2 se obtiene la rapidez de deformación:

$$\varepsilon = \frac{d\varepsilon_n}{dt} = \frac{d}{dt} [(l - l_0) / l_0] = \frac{d}{dt} \left(\frac{l}{l_0} - 1 \right) \quad (3.3)$$

$$l = f(t)$$

$$l = v_c t \quad (3.4)$$

donde v_c es la velocidad del cabezal.

$$\varepsilon = \frac{d}{dt} \left(\frac{l}{l_0} - 1 \right) = \frac{d}{dt} \left(\frac{v_c t}{l_0} - 1 \right) = \frac{v_c}{l_0} \quad (3.5)$$

$$\varepsilon = \frac{v_c}{l_0}$$

por lo que

$$v_c = \varepsilon l_0 \quad (3.6)$$

l_0 es la longitud inicial de la probeta. En este caso $l_0 = 1$ cm para todos los casos. Las rapidezces de deformación que se fijaron fueron: 10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} , 10^{-4} y 10^{-5} 1/s por lo que las velocidades del cabezal resultaron: 60, 6.0, 0.6, 0.06 y 0.006 mm/min.

Por otra parte, con el valor de la carga que arroja la maquina de tracción y el área transversal respectiva de cada probeta se pudo obtener fácilmente el esfuerzo nominal de fluencia.

$$\sigma = F/A_0 \quad (3.7)$$

Para obtener la deformación nominal máxima se realizó el procedimiento siguiente. En la curva que proporciona la maquina se obtiene una distancia en el eje de las abscisas, esta distancia representa de alguna manera el tiempo. Para traducir este tiempo a deformación se realiza el siguiente calculo:

$$\varepsilon_n = \varepsilon t \quad (3.8)$$

$$t = \text{distancia gráfica} / \text{velocidad papel}$$

si la distancia de la gráfica se mide en mm y la velocidad del papel en mm/min, es necesario agregar un factor de conversión para obtener a la ϵ_n en mm/mm. Por lo que la deformación nominal se obtiene de la siguiente manera:

$$\epsilon_n = \epsilon t(60) \quad (3.9)$$

Por otra parte, para obtener la curva rapidez de deformación-índice de sensibilidad, se parte del hecho de que "m" es la pendiente de la curva logarítmica rapidez de deformación-esfuerzo. Para obtener la pendiente en todo el rango de interés se ajusta esta curva y posteriormente se obtiene su derivada, lo cual significa tener el índice de sensibilidad para cualquier valor.

III.6 Metalografía.

Después de los ensayos de tracción de las probetas gruesas y delgadas, se continuó con el estudio microestructural y macroestructural de cada muestra así como el análisis de la composición de cada una de ellas.

Para determinar completamente el efecto que tiene el espesor sobre el comportamiento superplástico fue necesario analizar la microestructura en la superficie y en el interior de cada probeta con ayuda del microscopio electrónico de barrido. La microestructura superficial de cada muestra se analizó inmediatamente después del ensayo de tracción, mientras que para observar la microestructura en el interior fue necesario un nuevo proceso de pulido que eliminó la rugosidad superficial.

En esta etapa se analizó el comportamiento de los granos, tanto en la superficie como en el interior de las probetas, para determinar el mecanismo de deformación durante el fenómeno superplástico. Con este proceso se analizaron las diferencias microestructurales en el comportamiento de las probetas de *espesor 1* y de *espesor 2*.

IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

El fenómeno superplástico se estudió en tres niveles: mesoscópico, microscópico y macroscópico. Con ayuda de las gráficas para caracterizar el comportamiento superplástico se realiza un estudio a nivel mesoscópico; con los resultados referentes al análisis microestructural se caracteriza el fenómeno a nivel microscópico y por último, las observaciones externas de las muestras permiten un estudio a nivel macroscópico. A continuación se presentan los resultados en los tres niveles.

IV.1 Análisis mesoscópico.

La parte medular del presente trabajo consiste en caracterizar el comportamiento superplástico de las probetas de 1.7mm (*Espesor 1*) y de 0.47 mm (*Espesor 2*), para lograr este objetivo se realizaron ensayos de tracción. La curva más importante que es utilizada para determinar el grado de superplasticidad de un material es la gráfica logarítmica en donde el eje de las abscisas representa a la rapidez de deformación y el eje de las ordenadas al esfuerzo de fluencia. Otras curvas importantes en el estudio superplástico son aquellas en donde se representa la deformación o al índice de sensibilidad "m" en función de la rapidez de deformación.

Para rapidez de deformación altas, 1×10^{-1} y 1×10^{-2} [1/s], se realizaron de cuatro a tres ensayos de tensión para obtener un punto de la gráfica, para rapidez de 1×10^{-3} [1/s] se efectuaron tres ensayos, y finalmente, para rapidez de 1×10^{-4} y 1×10^{-5} [1/s] sólo se realizaron dos pruebas, esto se debió al tiempo que consumía cada una de ellas. En las pruebas más rápidas el ensayo tomó algunos segundos mientras que en las más lentas, el ensayo tardó horas. Por ejemplo, para una rapidez de deformación de 1×10^{-4} 1/s, en donde la velocidad del cabezal fue de 0.06 mm/min, se lograron elongaciones cercanas a 30mm, por lo que la duración de la prueba fue de 30/0.06 min, es decir, 500 minutos.

Los valores que se obtuvieron se encuentran en las tablas 4.1, 4.2, 4.3, 4.4. En la tabla 4.1 y 4.2 se muestran los valores que se obtuvieron de las pruebas de tracción para cada una de las probetas de *espesor 1*, su promedio y su desviación estándar. Mientras que en la tabla 4.3 y 4.4 se presentan los datos correspondientes a las probetas de *espesor 2*. En la tabla 4.1 y 4.3 se presentan el esfuerzo de fluencia y en la tabla 4.2 y 4.4 el porcentaje de deformación.

Para las probetas de Espesor 1.

Tabla 4.1

Rapidez de deformación	Velocidad de cabezal	Esfuerzo				Promedio	Desviación estándar
		MPa	MPa	MPa	MPa		
ϵ_n [1/s]	Vc [mm/min]					MPa	"+ -"
1×10^{-1}	60	195.56	208.87	210.31	215.95	207.67	7.48
1×10^{-2}	6	189.12	196.2	203.42	197.45	196.55	5.08
1×10^{-3}	0.6	103.7	112.4	105.37		107.16	3.77
1×10^{-4}	0.06	52.2	57.36			54.78	2.58
1×10^{-5}	0.006	31.8	25.88			28.84	2.96

Tabla 4.2

Rapidez de deformación	Velocidad de cabezal	Deformación				Promedio	Desviación estándar
		$\% \epsilon_n (\Delta L/L)$					
$\epsilon_n [1/s]$	$Vc [mm/min]$					$\% \epsilon_n (\Delta L/L)$	"+ -"
1×10^{-1}	60	53.74	56.78	57.83	49.58	54.48	3.20
1×10^{-2}	6	69.21	62.31	73.44	65.2	67.54	4.20
1×10^{-3}	0.6	175.21	184.47	187.36		182.35	5.18
1×10^{-4}	0.06	342.46	328.1			335.28	7.18
1×10^{-5}	0.006	339.48	325.2			332.34	7.14

Para las probetas de Espesor 2.

Tabla 4.3

Rapidez de deformación	Velocidad de cabezal	Esfuerzo				Promedio	Desviación estándar
		MPa	MPa	MPa	MPa		
$\epsilon_n [1/s]$	$Vc [mm/min]$					MPa	"+ -"
1×10^{-1}	60	194.81	188.7	201.34	183.6	192.11	6.64
1×10^{-2}	6	192.31	187.78	177.24		185.78	6.31
1×10^{-3}	0.6	115.3	114.74	104.49		111.51	4.97
1×10^{-4}	0.06	55.03	48.74			51.89	3.14
1×10^{-5}	0.006	27.64	34.24			30.94	3.30

Tabla 4.4

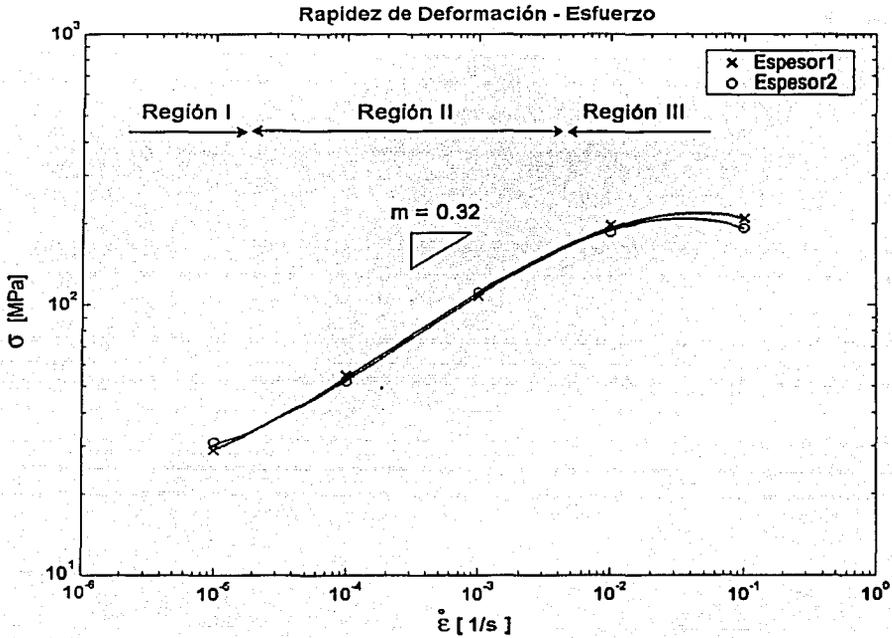
Rapidez de deformación	Velocidad de cabezal	Deformación				Promedio	Desviación estándar
		$\% \epsilon_n (\Delta L/L)$					
$\epsilon_n [1/s]$	$Vc [mm/min]$					$\% \epsilon_n (\Delta L/L)$	"+ -"
1×10^{-1}	60	25.4	30.2	24.2	31.29	27.77	3.03
1×10^{-2}	6	37.7	33	42.11		37.60	3.72
1×10^{-3}	0.6	114.9	104.45	108.21		109.19	4.32
1×10^{-4}	0.06	223.24	235.59			229.42	6.17
1×10^{-5}	0.006	212.61	226.85			219.73	7.12

En la tabla 4.5 se resumen los datos de las tablas anteriores. En la tabla se presentan los valores finales que se utilizaron para construir las siguientes gráficas: esfuerzo, porcentaje de deformación e índice de sensibilidad en función de la rapidez de deformación.

Tabla 4.5

Rapidez de deformación	Velocidad de cabezal	Espesor 1 (1.7 mm)		Espesor 2 (0.47mm)	
		Esfuerzo	% Deformación	Esfuerzo	% Deformación
$\dot{\epsilon}_n^o$ [1/s]	Vc [mm/min]	MPa	% ϵ_n ($\Delta L/L$)	MPa	% ϵ_n ($\Delta L/L$)
1×10^{-1}	60	207.67	54.48	192.11	27.77
1×10^{-2}	6	196.55	67.54	185.78	37.60
1×10^{-3}	0.6	107.16	182.35	111.51	109.19
1×10^{-4}	0.06	54.78	335.28	51.89	229.42
1×10^{-5}	0.006	28.84	332.34	30.94	219.73

Las gráficas que se obtuvieron con los ensayos de tracción se presentan en las figuras 4.1, 4.2 y 4.3.



* Valores nominales de esfuerzo y deformación

Fig. 4.1 Rapidez de deformación – Esfuerzo de fluencia.

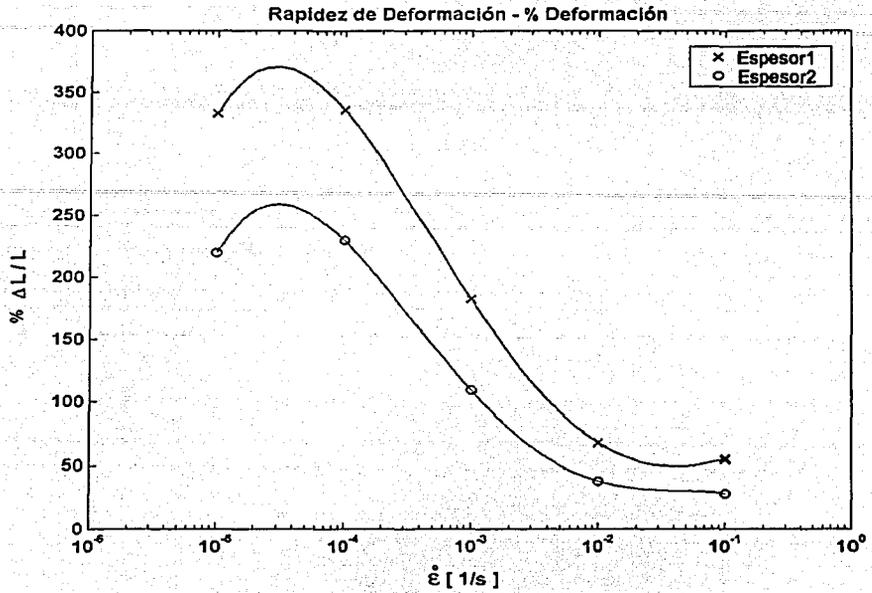


Fig. 4.2 Rapidez de deformación - % $\Delta l/l$.

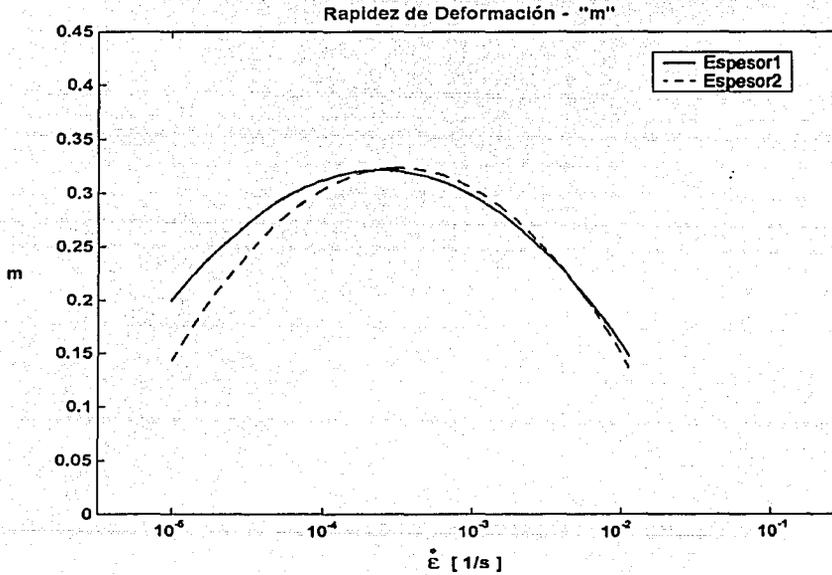


Fig.4.3 Rapidez de deformación - Índice de sensibilidad "m".

De las curvas anteriores se establece lo siguiente:

La curva rapidez de deformación – esfuerzo de fluencia que se obtuvo en las probetas de *espesor 1* y de *espesor 2* es muy similar. Esto indica que en ambas muestras se presenta la misma resistencia para comenzar el flujo plástico; en las probetas delgadas el área transversal es menor pero la carga necesaria para comenzar el flujo también se reduce. En las probetas gruesas, el área y la carga para comenzar el flujo guardan la misma relación que en las delgadas. El efecto que tiene la rapidez de deformación en ambas probetas es el mismo, es decir, en ambos casos se presenta el mismo comportamiento, lo que indica que el fenómeno superplástico en ambas muestras es igual.

Por otra parte, en la curva rapidez de deformación - deformación máxima sí se presenta variación en el comportamiento de las probetas gruesas y delgadas. En las muestras de 1.7mm de espesor siempre se presentó mayor elongación que en las probetas de 0.47 mm. Esto se atribuye a que en las muestras gruesas hay más materia que puede fluir que en las delgadas. Es decir, la diferencia en la ductilidad es consecuencia del cambio en el área transversal. La teoría de Gifkins⁸³, en donde los granos emergen de capas interiores, explica acertadamente este hecho puesto que entre más área se tenga más granos pueden deslizar unos sobre otros. En las probetas gruesas existe un mayor número de granos que pueden surgir de capas interiores que en las probetas delgadas.

Finalmente, la curva rapidez de deformación-índice de sensibilidad es muy parecida en ambos casos. Se podría afirmar que el valor máximo del índice de sensibilidad a la rapidez de deformación es igual en ambas muestras:

$$\begin{aligned} m &= 0.321 \quad \text{Espesor 1 (1.7 mm).} \\ m &= 0.323 \quad \text{Espesor 2 (0.47mm).} \end{aligned}$$

Dado que el índice de sensibilidad a la rapidez de deformación es una medida directa del grado de superplasticidad de un material⁸⁴, se puede afirmar que las probetas de *espesor 1* y de *espesor 2* presentan el mismo comportamiento superplástico, lo cual concuerda con lo que se observó en la gráfica rapidez de deformación- esfuerzo de fluencia.

Por otro lado, la zona superplástica (región II) de la aleación Cd-17.99 Zn a temperatura ambiente se encuentra a rapidezces de deformación cercanas a 10^{-4} /s, presentando un esfuerzo de fluencia cercano a 50 MPa y alcanzando una deformación de más 330 por ciento en gruesas (1.7 mm) y de 229 por ciento en delgadas (0.47mm). Por otro lado, la región I se localiza a rapidezces de deformación menores a 1×10^{-5} 1/s y finalmente, la región III a rapidezces de deformación por arriba de 1×10^{-2} 1/s.

En resumen, el comportamiento superplástico a nivel mesoscópico en las muestras gruesas y delgadas es el mismo, la curva rapidez de deformación-esfuerzo y rapidez de deformación-índice de sensibilidad lo confirman. La diferencia en la elongación en ambas probetas se atribuye al cambio mismo en el área transversal; es decir, a mayor área existen más granos para deslizar y viceversa.

IV.2 Análisis microscópico.

Las curvas anteriores fueron importantes para lograr describir el comportamiento y grado de superplasticidad de las probetas de *espesor 1* (1.7 mm) y de *espesor 2* (0.47mm) a nivel mesoscópico, sin embargo también fue necesario analizar la evolución microestructural de cada probeta para determinar la diferencia a escala microscópica en cada muestra. El análisis a escala "micro" permitió entender mejor los mecanismos de deformación que dominaron al fenómeno. Primero se observó la microestructura en la superficie para analizar el comportamiento de los granos externos, posteriormente se pulieron las probetas con el fin de estudiar los granos en el interior y de esta manera observar el mecanismo de deformación.

IV.2.1 Microestructura en la superficie.

La figura 4.4 muestra la microestructura en la superficie de las probetas gruesas y delgadas bajo diferentes rapidezces de deformación. Las fotos corresponden a una zona cercana a la fractura o inclusive en la misma zona fracturada. Con ayuda de estas imágenes se pueden hacer las siguientes observaciones.

En muestras de Espesor 2.

A altas rapidezces de deformación, región I, se observa que bloques de masa se fracturan. Conforme la rapidez de deformación disminuye se distingue una microestructura diferente en donde se aprecia que granos de capas inferiores emergen a la superficie, lo que concuerda con la teoría de Gifkins de emersión de granos.

En muestras de Espesor 1.

En las probetas gruesas sucede un proceso similar que en las delgadas. A rapidezces de deformación altas la microestructura se compone de bloques de granos que se fracturan y en la región superplástica, se distinguen granos que se deslizaron durante la deformación como propone Gifkins.

Diferencia entre muestras gruesas y delgadas.

El comportamiento de ambas muestras es muy similar, sin embargo se distinguen algunas diferencias que conviene señalar.

A altas rapidezces de deformación, se observa un número mayor de bloques agrietados en las probetas delgadas que en las gruesas. En delgadas hay menos estabilidad para mantener unida a la matriz de cadmio (color blanco). En las muestras delgadas se observa con mayor claridad los efectos de la rapidez de deformación que en las gruesas, ya que en las muestras delgadas se distingue un cambio más pronunciado en la microestructura al cambiar la rapidez de deformación. Por otra parte, en las probetas gruesas la micro-

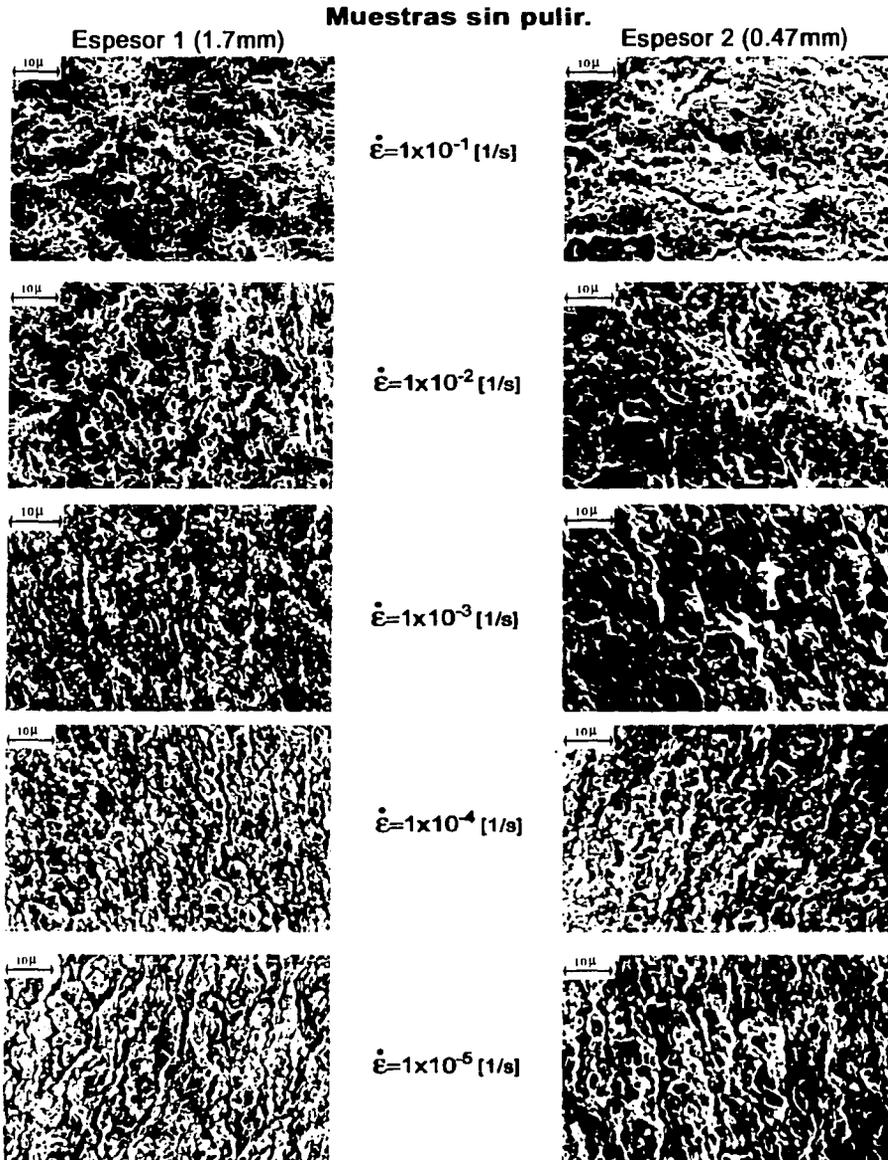


Fig. 4.4 Microestructura en la superficie de las probetas después de ser deformadas.

estructura parece ser más estable y más resistente para fracturarse. La fractura en ambos casos es por desgarramiento, típica de una fractura dúctil. Cabe señalar que en la región III (1×10^{-1} , 1×10^{-2} 1/s), no se presenta comportamiento superplástico y el comportamiento se asemeja al de un material común en ambos casos.

A bajas velocidades de deformación bajas (1×10^{-4} 1/s), donde se encuentra la región superplástica, los granos de la superficie en las probetas delgadas parecen menos estables, mientras que los granos en las muestras gruesas parecen más uniformes y con mayor coherencia. En gruesas y delgadas se observa alargamiento y "emersión" de granos. En ambas probetas la fractura sucede por flujo inestable durante la deformación, es decir, por la formación no uniforme de cuellos⁸⁵.

Se aprecia que en las probetas gruesas hay más facilidad para el deslizamiento y emersión de granos puesto que en la región superplástica se observan granos pequeños en la superficie, que emergieron de capas interiores, mientras que en las delgadas, la mayoría de los granos se encuentran aislados y alargados. La teoría de Gifkins puede explicar este hecho ya que en las gruesas existe mayor cantidad de granos en la sección transversal con posibilidad de deslizarse que en las muestras delgadas.

Con base en lo anterior se establece que en las muestras de *espesor 1 y 2* sucede el mismo mecanismo de deformación, sin embargo se observa mayor estabilidad, tanto a velocidades de deformación bajas y altas en las probetas gruesas. En las probetas gruesas se percibe un mayor número de granos que salen a la superficie conservando en todo momento coherencia, mientras que en las delgadas aparecen bloques agrietados o granos aislados.

IV.2.2 Microestructura en el interior.

En la figura 4.5 se muestra la microestructura original de las probetas gruesas y delgadas antes de ser deformadas. El tamaño de grano en las primeras fue de $1 \mu\text{m}$ y de $1.5 \mu\text{m}$ en las delgadas.

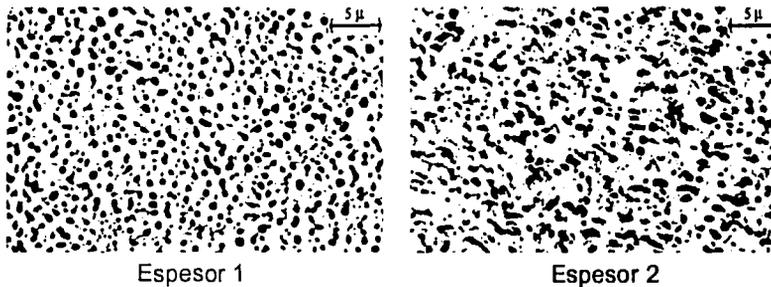


Fig. 4.5 Microestructura antes de la deformación.

En la figura 4.6 y 4.7 se muestra la microestructura después del proceso de pulido de las probetas gruesas y delgadas respectivamente después de la deformación. La microestructura que se observó difiere de aquella presente en la superficie, esto se atribuye a que en la superficie los granos se mueven con mayor libertad puesto que no existen granos sobre ellos.

Con base en la evidencia experimental se puede señalar lo siguiente.

Espesor 2

Se observa que algunos granos muestran crecimiento aparente durante el proceso, principalmente los de la fase β , rica en Zn (color negro). A rapidezces de deformación bajas, el crecimiento de granos es más notorio, mientras que en la región I el número de granos grandes disminuye, ver figura 4.6.

En la región superplástica se observa que algunos granos muestran un crecimiento aparente, (tamaño de grano es de $3.1 \mu\text{m}$), esto se puede atribuir a un proceso difusivo debido al tiempo considerable que tomó el ensayo de tracción a esas rapidezces de deformación.

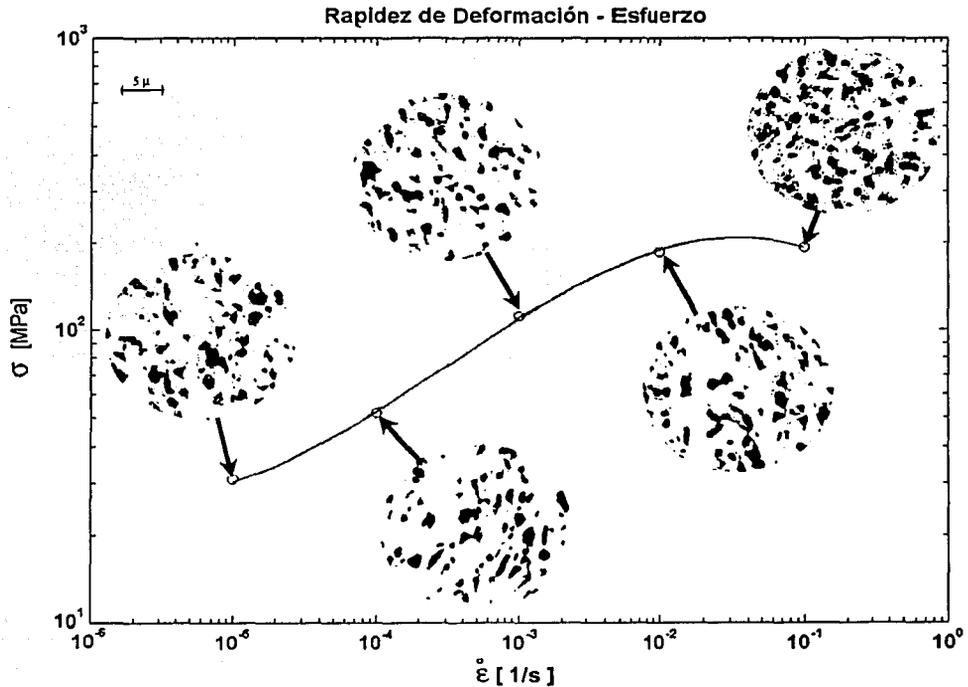


Fig. 4.6 Microestructura en el interior de las probetas de espesor 2 (0.47mm) después de ser deformadas

Espesor 1.

El grano también muestra un crecimiento aparente (tamaño de grano $2.3\mu\text{m}$), cuyo efecto es más notorio a bajas rapidezces de deformación, ver figura 4.7. En general se observó el mismo comportamiento que en las delgadas, es decir, a rapidezces de deformación bajas se presentó un número mayor de granos grandes y con mayor separación, mientras que a altas rapidezces de deformación, los granos se mantuvieron pequeños, como los de la estructura original (figura 4.5).

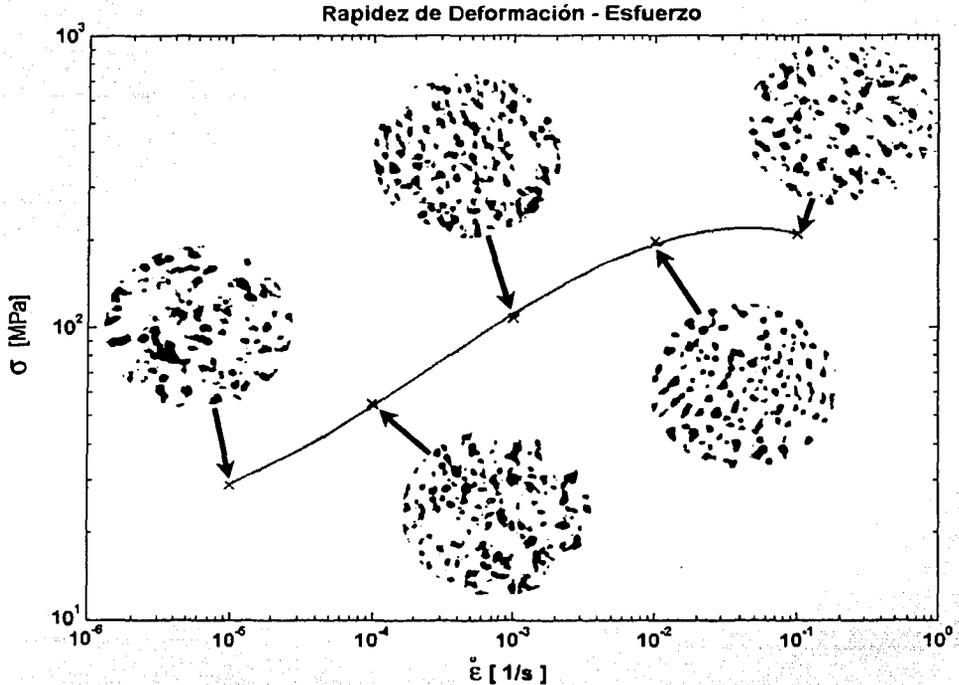


Fig. 4.7 Microestructura interna de las probetas de espesor 1 (1.7mm) después de ser deformadas.

Diferencia entre muestras gruesas y delgadas.

El comportamiento entre las muestras gruesas y delgadas es muy similar en lo que se refiere a la microestructura en el interior, sin embargo existen discrepancias en algunos aspectos.

En la región III (1×10^{-2} , 1×10^{-1} 1/s) la microestructura es muy similar en gruesas y delgadas, mientras que en el régimen superplástico (1×10^{-4} 1/s) se observa en ambas

probetas mayor heterogeneidad en cuanto a la distribución del tamaño de grano, es decir, se distinguen granos pequeños y grandes dentro de la misma zona. Los granos pequeños conservaron el tamaño original, mientras que los granos grandes muestran crecimiento aparente perdiendo su forma equiaxial. La causa de esto es que en la región superplástica los granos se deslizan y están en movimiento, según la figura 4.6 y 4.7 los que presentan mayor actividad son los de la fase β , pues en ellos se observan cambios microestructurales, provocando que algunos se encuentren con otros y de esta manera presentar un crecimiento aparente. El efecto es más notorio en las muestras delgadas que en las gruesas. En las probetas delgadas el tamaño de grano varía notablemente mientras que las gruesas, los granos permanecen de menor tamaño y menos separados. Por otra parte, a rapidezces de deformación altas, los granos no se deslizan conservando su forma equiaxial, por lo que el mecanismo típico de deformación es el que domina.

El crecimiento aparente que sufre el tamaño de grano en la región superplástica en ambas probetas se podría explicar considerando procesos difusivos (teoría de Ashby⁸⁶, Spingarn & Nix⁸⁷) ya que el tiempo de la prueba es considerable.

En resumen, y en base al análisis en la superficie y en el interior de las muestras, se puede afirmar que el mecanismo de deformación en las probetas gruesas y delgadas es el mismo, sin embargo, las probetas delgadas presentan mayor sensibilidad a los cambios en la rapidez de deformación que las gruesas. En estas últimas existe más estabilidad, los granos tienden a conservar forma, tamaño y distribución, mientras que en las probetas delgadas hay menos estabilidad, más alargamiento o unión de ellos.

IV.3 Análisis macroscópico.

Para comprender en su totalidad el fenómeno superplástico en ambas probetas se realizó también una observación macroscópica de la deformación. Los estudios en este sentido corresponden al análisis de la composición, tanto en la superficie como en el interior de ambas muestras, así como el estudio de la fractura de las probetas deformadas.

IV.3.1 Composición.

El análisis en la composición química de las muestras gruesas y delgadas arrojó los siguientes resultados.

En la tabla 4.6 se presenta la composición de las muestras tanto en la superficie como después de ser pulidas. Se distinguen dos aspectos, en primer lugar, se observa variación en la composición con respecto a la composición original. El Zn aumenta y Cd disminuye. El efecto se ve más claramente a bajas rapidezces de deformación y en la superficie de las muestras. En segundo lugar, este cambio se aprecia tanto en delgadas como en gruesas, sin embargo en gruesas el efecto es más notorio.

Es decir, en la región superplástica, las probetas gruesas y delgadas presentan un comportamiento similar: el porcentaje de zinc aumenta y el de cadmio disminuye presentándose la variación máxima en la superficie de las muestras. Esto se puede explicar considerando que en el régimen superplástico existe movimiento de granos de capas interiores hacia la superficie como propone Gifkins⁸⁸. Debido a que existe un aumento en la composición de Zn en la superficie se puede asumir que los granos de la fase β son los que presentan mayor movilidad. Por otro lado, puesto que en las probetas gruesas el efecto es más notorio se considera que en ellas existe mayor facilidad para el deslizamiento, lo cual concuerda con los resultados de la sección anterior, en donde se estableció que en las muestras gruesas se presenta mayor movimiento de granos de capas interiores.

Composición de probetas sin deformar:			
		82.01 % Cd	
		17.99 % Zn	
Composición de probetas deformadas. Espesor 1 (1.7mm):			
Pulidas	Vel. Def. [1/s]	% Cd	% Zn
	1×10^{-1}	81.78	18.22
	1×10^{-2}	81.88	18.12
	1×10^{-3}	80.70	19.30
	1×10^{-4}	77.74	22.26
	1×10^{-5}	78.21	21.79
Superficie	Vel. Def. [1/s]	% Cd	% Zn
	1×10^{-1}	82.13	17.87
	1×10^{-2}	81.92	18.08
	1×10^{-3}	79.64	20.36
	1×10^{-4}	71.69	28.31
	1×10^{-5}	72.01	27.99
Composición de probetas deformadas. Espesor 2 (0.47mm):			
Pulidas	Vel. Def. [1/s]	% Cd	% Zn
	1×10^{-1}	82.03	17.97
	1×10^{-2}	82.28	17.72
	1×10^{-3}	81.32	18.68
	1×10^{-4}	80.80	19.20
	1×10^{-5}	78.88	21.12
Superficie	Vel. Def. [1/s]	% Cd	% Zn
	1×10^{-1}	81.87	18.13
	1×10^{-2}	81.89	18.11
	1×10^{-3}	81.20	18.80
	1×10^{-4}	75.59	24.41
	1×10^{-5}	75.12	24.88

TESIS CON FALLA DE ORIGEN

Tabla 4.6 Composición de las probetas después de ser deformadas.

IV.3.2 Probetas deformadas.

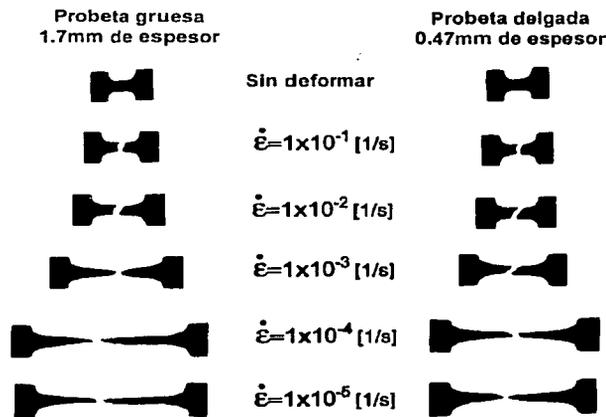
Las características más importantes en este sentido son las que se refieren al espesor final de las probetas y a la geometría de la fractura.

Dentro del régimen superplástico, el espesor final que se observó en la parte más delgada de la muestra deformada (zona de fractura) se redujo aproximadamente el 75% el espesor original, tanto en las muestras gruesas como en las delgadas. En las gruesas, cuyo espesor inicial fue de 1.7 mm, se redujo a un espesor de 0.4 mm; mientras que en las delgadas, con un espesor original de 0.47mm, alcanzó un espesor de 0.1 mm.

El material no es totalmente superplástico ya que el valor del índice de sensibilidad a la rapidez de deformación es relativamente bajo ($m=0.32$). Cuando existe flujo superplástico ideal el espesor se reduce hasta un valor crítico en donde ya no es posible más deformación considerando el número reducido de granos que se encuentran en la sección transversal⁸⁹, esto se debe a que no existe endurecimiento, no hay formación de cuellos y además existe más estabilidad para tolerar las cavidades.

Con los datos experimentales que se obtuvieron se puede establecer que en condiciones superplásticas no ideales, con un valor de "m" cercano a 0.3, la reducción del espesor es del 75% antes de la falla. Conforme las condiciones que favorecen las superplasticidad aumentan el espesor final tiende al espesor crítico.

En materiales superplásticos con valores pequeños de "m", como fue en este caso, la falla sucede por flujo inestable durante la deformación plástica, es decir, conforme la muestra se deforma y se endurece, empieza el flujo plástico no uniforme, lo que conduce a la fractura final⁹⁰. En la figura 4.8 se muestran las probetas gruesas y delgadas después de ser deformadas.



TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

Fig. 4.8 Muestras deformadas bajo diferente rapidez de deformación.

En la figura anterior se observan diferencias en la zona de fractura entre las probetas gruesas y delgadas. A rapidezces de deformación bajas (1×10^{-1} , 1×10^{-2} 1/s), la fractura en ambas muestras presenta características del tipo semi-frágil, con una orientación de 45° con respecto al eje de tracción; sin embargo, conforme uno se acerca a la región II (1×10^{-4} , 1×10^{-5} 1/s) la fractura en las probetas gruesas es totalmente dúctil mientras que en la delgada la falla continúa presentando rasgos semi-frágiles. Esto se atribuye a que las probetas delgadas son más sensibles a la formación de cavidades, lo cual conduce a una falla prematura del material.

Se ha establecido que la falla es inminente cuando se logra una fracción volumétrica de cavidades del 30%⁹¹, en este sentido es fácil explicar porque las probetas gruesas lograron deformarse más que las delgadas. Al formarse una cavidad las probetas delgadas son mucho más sensibles que las gruesas precisamente por el área transversal menor, es decir, la fracción volumétrica que genera una cavidad tiene un efecto mayor en las láminas delgadas que en las gruesas, de esta manera, las probetas delgadas alcanzan el 30% en fracción volumétrica de cavidades más rápido que las gruesas reflejándose en la elongación final.

En resumen, a nivel macroscópico sí existen diferencias entre las probetas gruesas y delgadas, en las primeras, la falla es totalmente dúctil mientras que en las delgadas, la fractura es del tipo semi-frágil. Por otra parte, se puede afirmar que las probetas gruesas presentaron mayor elongación debido, en primer lugar, a mayor movilidad de los granos dentro del material (como lo indica la variación en la composición), y en segundo lugar, a mayor estabilidad bajo los efectos de las cavidades que se generan.

V. Conclusiones.

Desde el punto de vista mesoscópico, el comportamiento superplástico no varía en las muestras de *Espesor 1* (1.7 mm) y en las de *Espesor 2* (0.47mm):

1. El valor del esfuerzo de fluencia y su dependencia con la rapidez de deformación es muy similar en ambos casos.
2. El valor máximo del índice de sensibilidad a la rapidez de deformación es de 0.32 en ambos casos.

A nivel microscópico el mecanismo de deformación en las muestras gruesas y delgadas es el mismo: la deformación se logra a través del deslizamiento de granos en la frontera y con surgimiento de granos en la superficie y presencia de procesos difusivos. Sin embargo, las probetas delgadas son más sensibles a los cambios en la rapidez de deformación que las probetas gruesas. En estas últimas existe mayor estabilidad en la evolución microestructural manteniendo a los granos con una distribución más uniforme durante el proceso.

A nivel macroscópico se observan diferencias significativas en el comportamiento superplástico. En las muestras gruesas se logra mucho mayor elongación que en las delgadas debido a dos factores: mayor estabilidad en el flujo plástico y a la mayor movilidad de los granos dentro del material. En la probetas de 1.7 mm de espesor la fractura es dúctil mientras que en las de 0.47mm la fractura es del tipo semi-frágil.

Existe variación en la composición química del material durante el proceso de deformación, en donde el porcentaje en peso del Zn aumenta y el del Cd disminuye, presentándose la variación máxima en la superficie de las muestras. El fenómeno se puede explicar al considerar que en el régimen superplástico existe movimiento de granos de capas interiores hacia la superficie como lo propone Gifkins, en donde los granos ricos en Zn (fase β) presentan mayor movilidad durante la deformación.

La zona superplástica de la aleación Cd-17.99 Zn a temperatura ambiente se encuentra a rapidezces de deformación cercanas a 10^{-4} /s. Presentando un esfuerzo de fluencia de 50 MPa y alcanzando una deformación de más de 330 por ciento en las muestras de 1.7 mm de espesor y de 229 por ciento en las de 0.47mm de espesor.

Referencias.

- ¹ O.D. Sherby , J. Wadsworth. "Observations on Historical and Contemporary Developments in Superplasticity" 1990. pp 3-14.
- ² D.W. Kum, T. Oyama, O.D. Sherby, J. Wadsworth. "Superplastic Ultrahigh Carbon Steels", en Superplasticity, pp 32-42, ed. S. Agrawal, ASM Technical Publications No. 8401-002, ASM, Metals Park, OH, 1984.
- ³ G.D. Bengough. " A Study of the Properties of Alloys at High Temperatures", J. Inst. Metals, 8 (1912), pp. 149-185.
- ⁴ C.H.M. Jenkins, "Strength of Cd-Zn and Sn-Pb Alloy Solder" J.Inst. Metals, 40 (1928) pp 21-32.
- ⁵ C.E. Pearson, "Viscous Properties of Extruded Eutectic Alloys of Pb-Sn and Bi-Sn", J. Inst. Metals, 54 (1934) pp 111-123.
- ⁶ F. Sauerwald, "Über den Hochductilen Zustand von Legierungen auf Aluminium-Zink Basis", Archiv. Metallkunde, 3 (5) (1949), pp 165-175.
- ⁷ A.A. Bochvar and Z.A. Sviderskaya, "Superplasticity in Zinc-Aluminum Alloys", Izv. Akad. Nauk SSSR, Otdel. Tekh. Nauk, 9, (1945), pp 821-827.
- ⁸ M.G. Lozinsky, I.S. Simeonova, "Superhigh Plasticity of Commercial Iron under Cyclic Fluctuations of Temperature". Acta Metall. 7 (1959), pp 709-715.
- ⁹ E.E. Underwood, "A Review of Superplasticity and Related Phenomenon ", J. Metals , 14, (1962), pp. 914-919.
- ¹⁰ W.A. Backofen, I.R. Turner, y D.H. Avery , "Superplasticity in an Al-Zn Alloy", Trans. ASM, 57 (1964), pp 980-990.
- ¹¹ Nieh, T.G. ; Wadsworth, J. ; Sherby, O.D. "Superplasticity in Metals and Ceramics". England, Cambridge University Press, 1996, p. 22.
- ¹² Pilling, J.; Ridley, N.; "Superplasticity in Crystalline Solids"; Inglaterra, The Institute of Metals, 1989, p. 1.
- ¹³ Nieh, T.G. ; Wadsworth, J. ; Sherby, O.D. Op. Cit., p. 23.
- ¹⁴ Ibid., p28.
- ¹⁵ Humphreys F. J.; Bate P. S. ; "Refinement and Stability of Grain Sstructure", en Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-2000, Orlando, USA, editado por Chandra N., Trans Tech Publications, 2000, p. 477-488.
- ¹⁶ Ibid.
- ¹⁷ Valiev, R. Z.; Islamgaliev, R. K. ; "Grain Refinement and Enhanced Superplasticity in Metallic Materials" en Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-2000, Orlando, USA, editado por Chandra N., Trans Tech Publications, 2000, p. 449-458.
- ¹⁸ Ibid.
- ¹⁹ Humphreys F. J.; Bate P. S. ; "Refinement and Stability of Grain Sstructure", en Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-2000, Orlando, USA, editado por Chandra N., Trans Tech Publications, 2000, p. 477-488.
- ²⁰ Nieh, T.G. ; Wadsworth, J. ; Sherby, O.D. "Superplasticity in Metals and Ceramics". England, Cambridge University Press, 1996, p. 22.
- ²¹ Ibid., p24.
- ²² Ibid., p26
- ²³ Padmanabhan, K. A.; Davies, G. J.; "Superplasticity. Mechanical and Structural Aspects, Environmental Effects, Fundamentals and Applications"; Alemanmia, Springer-Verlag, 1980, p.50.
- ²⁴ Pilling, J.; Ridley, N.; "Superplasticity in Crystalline Solids"; Inglaterra, The Institute of Metals, 1989, p. 6.
- ²⁵ Mohamed F. A.; "The Role of Impurities in Superplastic Flow and Cavitation", Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-2000, Orlando, USA, editado por Chandra N., Trans Tech Publications, 2000, p. 83-92.

- ²⁶ Chandra N.; Dang P. ; "Numerical Modeling of Superplastic Deformation Mechanisms" en Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-1997, Bangalore, India, editado por Atul H., Chokshi, Trans Tech Publications, 1997, p. 53-58.
- ²⁷ Ibid., p. 443-452.
- ²⁸ Padmanabhan, K. A.; Davies, G. J.; "Superplasticity. Mechanical and Structural Aspects, Environmental Effects, Fundamentals and Applications"; Alemania, Springer-Verlag, 1980, p.82.
- ²⁹ Pilling, J.; Ridley, N.; "Superplasticity in Crystalline Solids"; Inglaterra, The Institute of Metals, 1989, p. 68.
- ³⁰ Rajagopal K. R.; Chandra N. ; "A Thermodynamic Framework for Superplastic Response of Materials"; Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-2000, Orlando, USA, editado por Chandra N., Trans Tech Publications, 2000, p. 261-272.
- ³¹ Nieh, T.G. ; Wadsworth, J. ; Sherby, O.D. "Superplasticity in Metals and Ceramics". England, Cambridge University Press, 1996, p. 32.
- ³² Langdon T. G.; "Cavitation in High Strain Rate Superplasticity: Implications for the Flow Process"; Towards Innovation in Superplasticity I, Tokio, Japón, editado por T. Sakuma; T. Aizawa; K. Higashi., Trans Tech Publications, 1997, p. 47-62.
- ³³ Higashi K.; Mabuchi M. "Critical Aspects of High Strain Rate Superplasticity"; Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-1997, Bangalore, India, editado por Atul H., Chokshi, Trans Tech Publications, 1997, p. 267-276.
- ³⁴ Pilling, J.; Ridley, N.; "Superplasticity in Crystalline Solids"; Inglaterra, The Institute of Metals, 1989, p. 4.
- ³⁵ Smirnov M. O. ; "Superplasticity of Metals: Phenomenology Based on Rheological Properties and Structural Dynamics"; Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-1997, Bangalore, India, editado por Atul H., Chokshi, Trans Tech Publications, 1997, p. 443-452.
- ³⁶ Padmanabhan, K. A.; Davies, G. J.; "Superplasticity. Mechanical and Structural Aspects, Environmental Effects, Fundamentals and Applications"; Alemania, Springer-Verlag, 1980, p.25.
- ³⁷ Ibid. p. 29.
- ³⁸ Ibid. p. 28.
- ³⁹ Padmanabhan, K. A.; Davies, G. J.; "Superplasticity. Mechanical and Structural Aspects, Environmental Effects, Fundamentals and Applications"; Alemania, Springer-Verlag, 1980, p 65.
- ⁴⁰ Ibid., p.66.
- ⁴¹ Ibid. p. 71.
- ⁴² Nieh, T.G. ; Wadsworth, J. ; Sherby, O.D. "Superplasticity in Metals and Ceramics". England, Cambridge University Press, 1996, p. 189.
- ⁴³ Hamilton C. H. ; Kannan K.; Khaleel M. A.; "Factors Affecting Superplastic Ductility and Elongation"; Superplasticity and Superplastic Forming, memorias del congreso internacional sobre supeplasticidad, San Antonio, Texas, editado por Amit K. Ghosh; Thomas R. Bieler, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), 1998, p. 43-52.
- ⁴⁴ Astanin V. V.; Kaibyshev O. A.; "Cooperative Grain Boundary Sliding and Superplastic Flow Nature"; Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-1994, Moscú, Rusia, editado por Terence G. Langdon, Trans Tech Publications, 1994, p. 23-28.
- ⁴⁵ Pilling, J.; Ridley, N.; "Superplasticity in Crystalline Solids"; Inglaterra, The Institute of Metals, 1989, p. 125.
- ⁴⁶ Padmanabhan, K. A.; Davies, G. J.; "Superplasticity. Mechanical and Structural Aspects, Environmental Effects, Fundamentals and Applications"; Alemania, Springer-Verlag, 1980, p.125.
- ⁴⁷ Pilling, J.; Ridley, N. Op. Cit., p. 16.
- ⁴⁸ Padmanabhan, K. A.; Davies, G. J. Op. Cit., p. 43.
- ⁴⁹ Pilling, J.; Ridley, N. Op. Cit., p. 159.
- ⁵⁰ Nieh, T.G. ; Wadsworth, J. ; Sherby, O.D. "Superplasticity in Metals and Ceramics". England, Cambridge University Press, 1996, p. 259.
- ⁵¹ Pilling, J.; Ridley, N. Op. Cit., p. 159.
- ⁵² Nieh, T.G. ; Wadsworth, J. Op. Cit., p. 72.
- ⁵³ Nieh, T.G. ; Wadsworth, J. ; Sherby, O.D. "Superplasticity in Metals and Ceramics". England, Cambridge University Press, 1996, p. 58.
- ⁵⁴ Padmanabhan, K. A.; Davies, G. J. Op. Cit., p. 258.

- ⁵⁵ Sanders D. G.; "The Current State-of-the-Art and the Future in Airframe Manufacturing Using Superplastic Forming Technologies"; Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-2000, Orlando, USA, editado por Chandra N., Trans Tech Publications, 2000, p. 17-22.
- ⁵⁶ Higashi K.; "Recent Advances and Future Directions in Superplasticity"; Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-2000, Orlando, USA, editado por Chandra N., Trans Tech Publications, 2000, p. 345-356.
- ⁵⁷ Padmanabhan, K. A.; Davies, G. J.; "Superplasticity. Mechanical and Structural Aspects, Environmental Effects, Fundamentals and Applications"; Alemania, Springer-Verlag, 1980, p.117.
- ⁵⁸ Torres V.; Muñoz A.; Mendoza A.; "Cooperative Grain Boundary Sliding at Room Temperature of Zn-20.2 %Al-1.8Cu Superplastic Alloy"; Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-2000, Orlando, USA, editado por Chandra N., Trans Tech Publications, 2000, p. 551-558.
- ⁵⁹ C. Herring, J. Appl. Phys., vol. 21, p. 437, 1950.
- ⁶⁰ R. L. Coble, J. Appl. Phys., vol. 34, p. 1679, 1963.
- ⁶¹ Padmanabhan, K. A.; Davies, G. J.; "Superplasticity. Mechanical and Structural Aspects, Environmental Effects, Fundamentals and Applications"; Alemania, Springer-Verlag, 1980.
- ⁶² Dieter, G. E.; "Mechanical Metallurgy", EUA, McGraw-Hill, 1986, p. 448.
- ⁶³ Padmanabhan, K. A.; Davies, G. J.; Op. Cit., p. 155.
- ⁶⁴ M. F. Ashby, R. A. Verral, Acta Metall., 21 (1973), 149.
- ⁶⁵ M. F. Ashby, R. Verral, Acta Metall., 21 (1973), 149.
- ⁶⁶ Pilling, J.; Ridley, N.; "Superplasticity in Crystalline Solids"; Inglaterra, The Institute of Metals, 1989, p. 81.
- ⁶⁷ T. L. Spingarn, W.D. Nix, Acta Metall., 26 (1978).
- ⁶⁸ D. Lee, Metall. Trans., 1 (1970) 309.
- ⁶⁹ R.C. Giffkins, Metall. Trans., 7A (1976) 1125.
- ⁷⁰ Pilling, J.; Ridley, N.; "Superplasticity in Crystalline Solids"; Inglaterra, The Institute of Metals, 1989, p. 78.
- ⁷¹ Nieh, T.G.; Wadsworth, J.; Sherby, O.D. "Superplasticity in Metals and Ceramics". England, Cambridge University Press, 1996, p. 41.
- ⁷² Padmanabhan, K. A.; Davies, G. J.; "Superplasticity. Mechanical and Structural Aspects, Environmental Effects, Fundamentals and Applications"; Alemania, Springer-Verlag, 1980, p. 179.
- ⁷³ Ball, A.; Hutchison, M. M.; Met. Sci. J., 3 (1969) 1.
- ⁷⁴ Pilling, J.; Ridley, N.; "Superplasticity in Crystalline Solids"; Inglaterra, The Institute of Metals, 1989, p. 74.
- ⁷⁵ Padmanabhan, K. A.; Davies, G. J.; "Superplasticity. Mechanical and Structural Aspects, Environmental Effects, Fundamentals and Applications"; Alemania, Springer-Verlag, 1980, p. 172.
- ⁷⁶ R. Z. Valiev; T. G. Langdon; Acta Metall. 41 (1993) 949.
- ⁷⁷ Pilling, J.; Ridley, N.; Op. Cit., p. 75.
- ⁷⁸ R. C. Giffkins; J. Mater. Sci., 13 (1978) 1926.
- ⁷⁹ Astanin V. V.; Kaibyshev O. A.; "Cooperative Process During Superplastic Deformation" Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-1997, Bangalore, India, editado por Atul H., Chokshi, Trans Tech Publications, 1997, p. 41-46.
- ⁸⁰ Astanin V. V.; Kaibyshev O. A.; "Cooperative Grain Boundary Sliding and Superplastic Flow Nature"; Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-1994, Moscú, Rusia, editado por Terence G. Langdon, Trans Tech Publications, 1994, p. 23-28.
- ⁸¹ V. V., Astanin; O. A., Kaibyshev; S. N. Faizova, Scripta Metall. 15 (1991) 2663.
- ⁸² William D. Callister, "Ciencia e Ingeniería de Materiales", Ed. Reverte, 1995, p. 126.
- ⁸³ R. C. Giffkins; J. Mater. Sci., 13 (1978) 1926.
- ⁸⁴ Pilling, J.; Ridley, N.; "Superplasticity in Crystalline Solids"; Inglaterra, The Institute of Metals, 1989, p. 4.
- ⁸⁵ Nieh, T.G.; Wadsworth, J.; Sherby, O.D. "Superplasticity in Metals and Ceramics". England, Cambridge University Press, 1996, p. 189.
- ⁸⁶ M. F. Ashby, R. A. Verral, Acta Metall., 21 (1973), 149.
- ⁸⁷ T. L. Spingarn, W.D. Nix, Acta Metall., 26 (1978).
- ⁸⁸ R. C. Giffkins; J. Mater. Sci., 13 (1978) 1926.

-
- ⁸⁹ Astanin V. V.; Kaibyshev O. A.; "Cooperative Grain Boundary Sliding and Superplastic Flow Nature"; Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-1994, Moscú, Rusia, editado por Terence G. Langdon, Trans Tech Publications, 1994, p. 23-28.
- ⁹⁰ Ridley, N. ; Wang Z. C.; "Cavitation in Superplastic Metals"; Superplasticity in Advanced Materials ICSAM-1994, Moscú, Rusia, editado por Terence G. Langdon, Trans Tech Publications, 1994, p. 177-186.
- ⁹¹ Hamilton C. H.; Kannan K. Khaleel M. A.; "Factors Affecting Superplastic Ductility and Elongation"; Superplasticity and Superplastic Forming, memorias del Congreso Internacional Sobre Superplasticidad, San Antonio, Texas, editado por Amit K. Ghosh; Thomas R. Bieler, The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), 1998, p. 43-52.