

Efectos de la laminación en la microestructura del ZINALCO^{MR}

MA. MAGDALENA MÉNDEZ GONZÁLEZ*†

*Departamento de Ciencia de Materiales, Escuela Superior de Física y Matemáticas
Instituto Politécnico Nacional
Apartado postal 75-526 Lindavista, 07300 México, D.F., México*

GABRIEL TORRES VILLASEÑOR

*Instituto de Investigaciones en Materiales
Universidad Nacional Autónoma de México
Apostal postal 70-360, 04510 México, D.F., México*

Recibido el 17 de enero de 1996; aceptado el 30 de octubre de 1996

RESUMEN. El efecto producido por la laminación en la microestructura de la aleación ZINALCO^{MR} se estudió principalmente por microscopía electrónica de barrido (MEB) y microscopía electrónica de transmisión (MET). Se observó que el material sin deformación presenta estructura tipo perlítica laminar, que cambia dependiendo del grado de laminación hasta formar una estructura granular fina. La laminación se realizó en un tren de laminación "dúo horizontal", a temperatura ambiente igual a 20°C y a 240°C partiendo de soleras extruidas. Se observó que la microdureza disminuye al aumentar el porcentaje de laminación, teniendo menor valor para el material deformado a temperatura ambiente con respecto al valor obtenido en el material laminado a 240°C. Se obtuvieron los patrones de difracción de electrones por medio del MET, con el objeto de observar el efecto de la laminación sobre la orientación cristalográfica preferencial y se observó que esta orientación disminuye conforme el material se deforma, tanto a temperatura ambiente como a 240°C.

ABSTRACT. The rolling effect on the ZINALCO^{MR} alloy was studied by scanning and transmission electron microscopy. The original extruded material shows perlitic structure, which transforms into a finely-grained microstructure under the influence of the rolling process. This process was carried out at room temperature and 240°C over extruded sheets having perlitic microstructure. The microhardness decreases, by increasing the rolling degree, was observed and its value was found lower for room temperature rolled samples with respect to the 240°C rolled ones. The electron diffraction patterns were obtained to observe the rolling effect on the preferred orientation of material. The preferred orientation decreases according to increasing rolling degree at room temperature and 240°C.

PACS: 61.16.Di; 81.40.Ef

^{MR} Marca Registrada

* Becario COFFA

† Electronic mail: mmendez@esfm.ipn.mx

1. INTRODUCCIÓN

Debido a que el Zinalco ha sido diseñado para ser utilizado como material estructural en forma similar a las aleaciones comerciales de aluminio que se utilizan en la industria de la construcción, en el presente trabajo se estudia la forma en que es afectada la microestructura y la microdureza de dicha aleación, al ser sometida a diferentes reducciones por laminación, a temperatura ambiente y a 240°C. Como la deformación por laminación produce en los materiales una orientación cristalográfica preferencial, se consideró importante estudiar el efecto que la laminación produce en la orientación cristalográfica del Zinalco. Tal estudio se realizó mediante la técnica de difracción de electrones, utilizando microscopía electrónica de transmisión.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

El trabajo de laminación se realizó en un laminador "dúo horizontal", con una capacidad de 70 toneladas, rodillos de 8 pulgadas de diámetro y velocidad de laminación entre 1 m/min y 3 m/min, el valor de la velocidad es pequeña debido a que el material se endurece y se fragiliza a velocidades mayores. En la laminación no se utilizó ningún tipo de refrigerante ni lubricante, ya que las piezas a laminar eran pequeñas (40 cm de longitud, 5 cm de ancho y 6.5 mm de espesor), además de que se quería observar el comportamiento mecánico de la aleación sin ningún elemento ajeno. Se partió de soleras extruidas de Zinalco y se laminó para dos condiciones diferentes de temperatura: temperatura ambiente (20°C) y 240°C. El propósito de laminar el material a temperatura ambiente y a 240°C, es el de comparar la microestructura y la microdureza resultantes en ambas condiciones.

Para la laminación a 240°C se introdujeron las láminas en una mufla y posteriormente fueron llevadas al tren de laminación. Una vez hecha la reducción correspondiente se seccionó la lámina y parte fue regresada a la mufla para calentarla y continuar con el proceso de laminación. En cada una de las etapas de laminación se obtuvieron muestras para realizar ensayos de microdureza y metalografías con microscopio electrónico de barrido y microscopio electrónico de transmisión. Las prácticas de laminación se realizaron a partir de soleras extruidas de 6.5 mm de espesor y 5.0 cm de ancho. El proceso de preparación de las muestras para su observación en el MEB fue exactamente el mismo que para el estudio metalográfico convencional para la observación en el microscopio óptico, sólo que el ataque químico se sustituyó por un ataque iónico con el fin de evitar la formación de una capa aislante que se genera por el ataque químico. Este ataque se logró con iones de nitrógeno y un voltaje de 1.5 KV en un equipo JEOL JFC-1100. Para la observación de las muestras en el MET, fue necesario adelgazar las probetas por medios mecánicos con lijas hasta obtener un espesor aproximado de 5 μm , después se cortaron pequeños discos de 3 mm de diámetro y se realizó el electropulido de las mismas por el método de electropulido por chorro. El electrolito utilizado fue: 80% de ácido perclórico y 20% de metanol, con una temperatura de -70°C, las muestras perforadas se lavaron inmediatamente en acetona. Las mediciones de la microdureza se realizaron en cada una de las muestras con los diferentes porcentajes de laminación utilizando para ello un microdurómetro de

TABLA I. Microdureza Vickers en función del porcentaje de deformación real

Laminación (%)	Deformación real (%)	Microdureza promedio para la laminación a 20°C con 100 g de carga	Microdureza promedio para la laminación a 240°C con 100 g de carga
0	0	110.92	110.92
13	14	85.86	119.23
26	30	81.18	119.38
38	47	84.45	145.70
52	74	78.62	82.62
78	150	70.15	78.46
83	178	69.94	75.60
91	234	65.89	72.65
96	326	62.23	71.04

ciclo automático con carga de 100 g y la escala Vickers fue la escala utilizada para las mediciones. Los valores obtenidos se encuentran reportados en la Tabla I.

La composición de las fases con geometría cuadrada y triangular se determinó por la técnica de análisis químico por espectroscopía de dispersión de energía de rayos x, (EDEX). Los patrones de difracción de electrones se obtuvieron por medio del microscopio electrónico de transmisión, con un voltaje de aceleración de los electrones de 120 KV y sin ninguna abertura de área selecta.

3. RESULTADOS

3.1. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Las microestructuras observadas en el microscopio electrónico de barrido de la solera original extruída sin deformación se muestran en la fotografía de la Fig. 1. Puede observarse que está compuesta por estructura tipo perlita laminar con dominios de fase α , rica en Al (oscura) y fase β , rica en Zn (clara) de aproximadamente 0.1 a 0.3 μm de grosor. Se encuentra presente además, un constituyente proeutectoide compuesto básicamente de zinc, el cual aparece blanco en la fotografía y que además está alineado en la dirección del eje de extrusión del perfil de donde procede la muestra, también se observan fases con geometría cuadrada constituidas de Al-Fe mostradas en la parte izquierda de la fotografía, y fases con geometría triangular compuestas de Al-Fe-Si, las cuales no aparecen en la fotografía. Estas fases solidifican cuando la aleación está líquida, y adquieren una geometría propia. Se presentan en muy pequeñas cantidades. Para 234% de deformación (espesor final = 0.625 mm) a 20°C, la perlita se separa totalmente y da lugar a una microestructura de grano fino distribuída en todo el material. Así mismo, en la fotografía de la Fig. 2, se observa una ruptura de las fases Al-Fe sin originar grietas cristalográficas. En el material laminado a 240°C (0.5 de la temperatura de fusión) y para una deformación de 234%

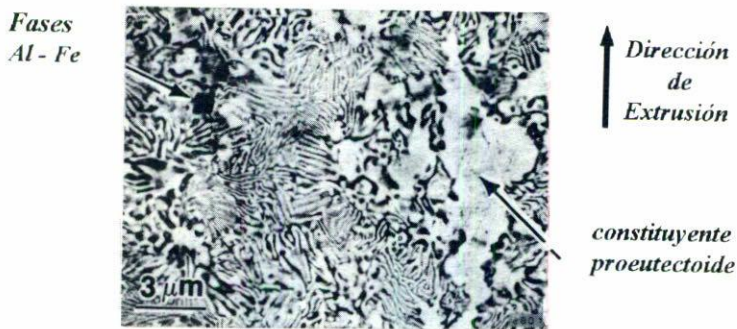


FIGURA 1. Microestructura perlítica laminar y constituyente proeutectoide alineado en la dirección de extrusión.

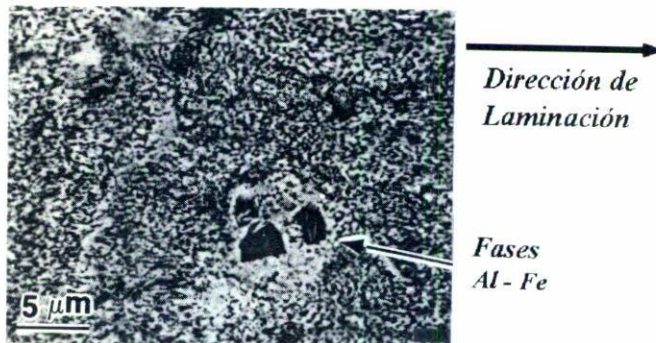


FIGURA 2. Rompimiento total de la perlita y ruptura de las fases Al-Fe para una deformación de 234% a temperatura ambiente.

(espesor final = 0.625 mm), la perlita se ha roto casi totalmente y aparecen granos de fase rica en zinc (clara) agrupados en bandas alineadas en la dirección de laminación, también se observan las fases de Al-Fe (negras) mientras que en el material deformado a temperatura ambiente para la misma deformación, estas fases aparecen fracturadas (ver Fig. 3 y comparar con la Fig. 2).

3.2. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN

Las microestructuras muestran que la solera extruída sin deformación está compuesta por perlita laminar, como se observa en la fotografía de la Fig. 4. Para el material deformado 234% (espesor final = 0.625 mm) a 20°C, la estructura predominante es de granos equiaxiales (Fig. 5), lo cual indica que la deformación se llevó a cabo básicamente por deslizamiento de granos o fases y no por deformación asistida principalmente por dislocaciones como sucede en un metal normal, y aunque en el zinc la recuperación es muy rápida a temperatura ambiente y en la fase de aluminio no sucede así, en ningún caso parece la densidad de dislocaciones propia de un material deformado ($> 10^8 \text{ cm}^{-2}$). Para el material deformado 150% a 240°C, se observa en toda la muestra una estructura de granos equiaxiales casi sin dislocaciones (ver fotografía en la Fig. 6).

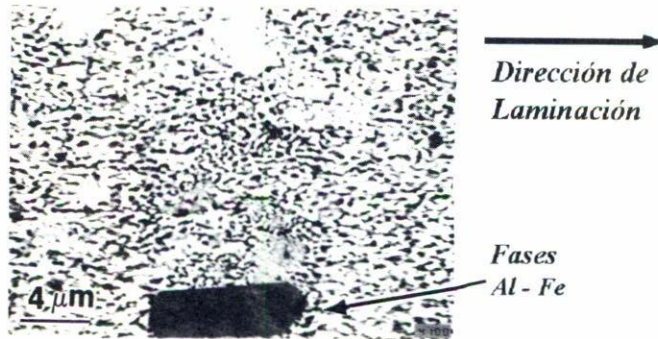


FIGURA 3. Fases de Al-Fe sin fracturarse para 234% de deformación a 240°C.



FIGURA 4. Microestructura perlítica laminar.

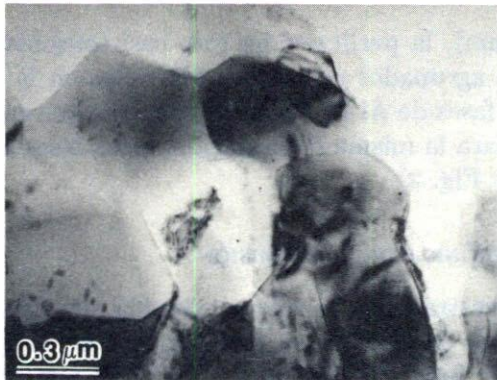


FIGURA 5. Microestructura a temperatura ambiente para 234% de deformación.

3.3. PATRONES DE DIFRACCIÓN

En el patrón de difracción de electrones del material sin deformación se observan los planos cristalográficos (002), (200) del zinc y los planos (220) y (311) del aluminio, así



FIGURA 6. Microestructura a 240°C para 150% de deformación.

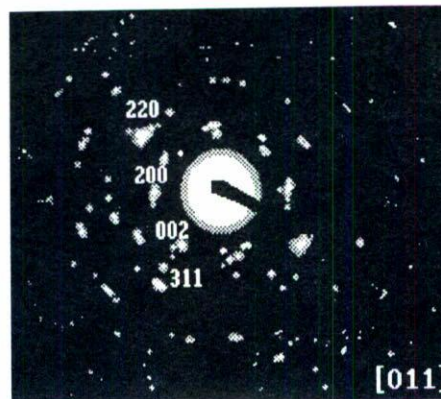
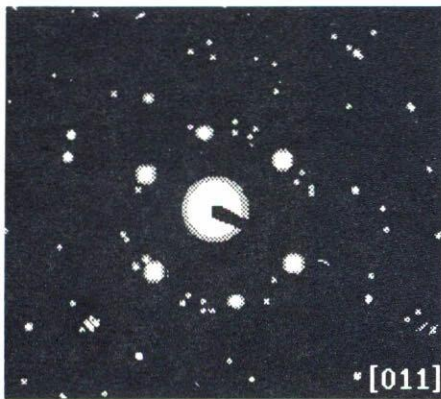


FIGURA 7. Patrón de difracción del material sin laminación.

como la orientación cristalográfica preferencial del aluminio [011] (Fig. 7). Los patrones de difracción fueron obtenidos sin utilizar ningún diafragma de abertura, con el objeto de que el haz de electrones cubriera la mayor zona posible. Los patrones de difracción de electrones del material deformado a temperatura ambiente con 14% y 326%, se observan en las fotografías de las Figs. 8a y 8b. Los patrones de difracción obtenidos están constituidos de puntos con cierta simetría, para deformaciones pequeñas (Fig. 8a), por lo que se dice que el material tiene una mayor orientación, mientras que para el material mayormente deformado el patrón de difracción (Fig. 8b) presenta agrupación de puntos con tendencia a constituir anillos concéntricos, por lo que la orientación cristalográfica preferencial disminuye. Esta disminución en la orientación preferencial se observó también en las muestras laminadas a 240°C. Lo que implica que la laminación rompe las uniones fuertes entre granos, permitiendo que el material se deforme más fácilmente al grado de llegar al comportamiento superplástico tal como ha sido observado por A. Saenz [1]. Los patrones de difracción correspondientes a las deformaciones de 14% y 326% para el material deformado a 240°C, se observan en las fotografías de las Figs. 9a y 9b. La orientación cristalográfica es mayor para el material con mínima deformación y conforme ésta aumenta, la orientación disminuye.

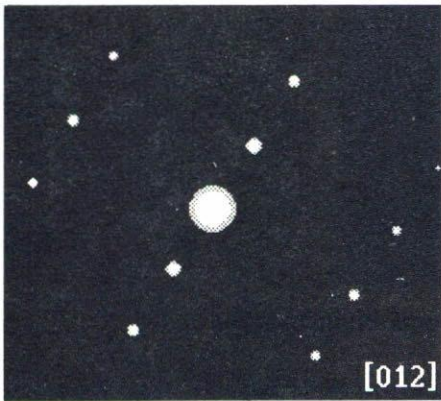


(a)

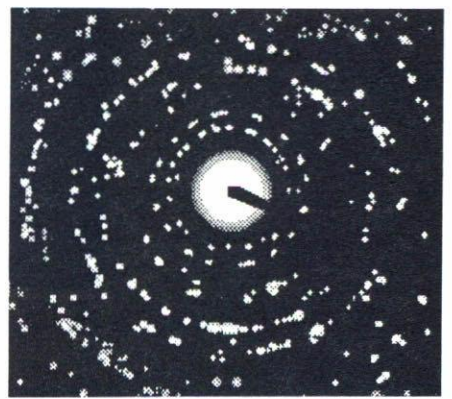


(b)

FIGURA 8. Patrón de difracción del material deformado (a) 14% y (b) 326%, a temperatura ambiente.



(a)



(b)

FIGURA 9. Patrón de difracción del material deformado (a) 14% y (b) 326%, a 240°C.

3.4. MICRODUREZA

La microdureza de las soleras extruídas sin laminación fue de 110.92 en la escala Vickers, para una carga de 100 g. Se obtuvieron los valores de la microdureza en función del porcentaje de deformación real para el material deformado a temperatura ambiente y a 240°C, los resultados se encuentran reportados en la Tabla I. Al graficar la microdureza en función del porcentaje de deformación real se observa una disminución de ésta para ambas condiciones de laminación. Más aún, se observa también que a una deformación dada, la microdureza medida a temperatura ambiente, es siempre menor que la medida a 240°C, como puede observarse en la Fig. 10.

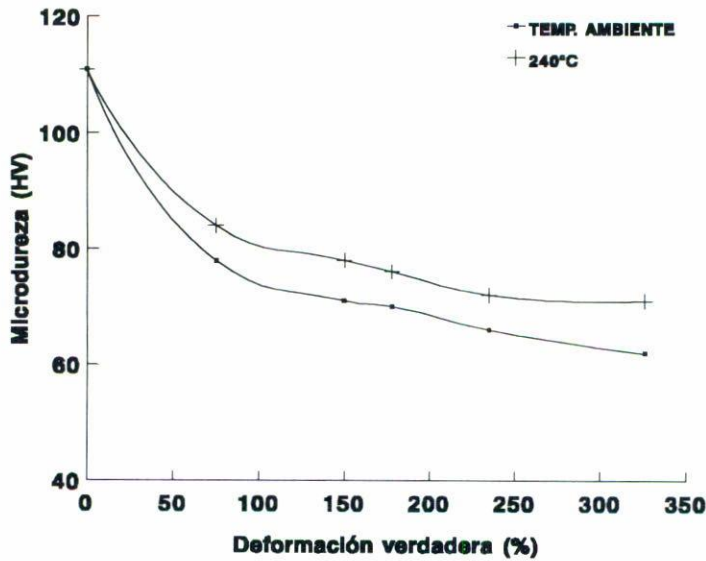


FIGURA 10. Microdureza Vickers en función del porcentaje de deformación real, para la carga de 100 g.

4. CONCLUSIONES

En la microestructura se observó una fragmentación gradual de la perlita a medida que el material se va deformando, tanto a temperatura ambiente como en el caso de laminar a 240°C. Como resultado de este proceso, se obtuvieron granos equiaxiales menores a $1\ \mu\text{m}$ de diámetro. En trabajos anteriores [2-5], se ha observado que esta aleación presenta un comportamiento superplástico cuando se tiene este tamaño de grano por el proceso de temple. Es de esperarse que este material con granos finos, obtenidos por laminación, tenga esta misma propiedad al ser deformado a la temperatura de 240°C. Que el tamaño de grano sea menor de $1\ \mu\text{m}$ y que la temperatura de deformación sea mayor a 0.4 la temperatura de fusión nos lleva a concluir que el Zinalco tiene propiedades superplásticas debido a que estas son las principales condiciones de los materiales superplásticos [6]. Por otro lado, Kaibyshev *et al.* [7] estudiaron la influencia de la textura en la superplasticidad de la aleación eutectoide Zn-22% p Al, observando que la laminación produce una orientación cristalográfica preferencial y como ésta es un parámetro estructural diferente del tamaño de grano, es importante estudiarla. De lo observado en los patrones de difracción de electrones se concluye que el proceso de extrusión a que fue sometido el material después de la fundición, le produjo una orientación cristalográfica preferencial, pero a medida de que el material extruído se deforma, la orientación cristalográfica no aumenta sino que disminuye, lo que hace suponer que esta disminución influye sobre las propiedades de la aleación siendo ésta influencia de carácter más complicado durante el flujo superplástico en comparación con la deformación ordinaria [8]. También se puede suponer que el efecto de la orientación cristalográfica preferente contribuye a la no formación de dislocaciones, ya que en el Zinalco se encuentran granos equiaxiales libres de dislocaciones tanto en los granos de la fase α como en la fase β para pequeñas y altas

deformaciones, los cuales retienen su forma equiáxica para todos los porcentajes de deformación para ambas temperaturas de prueba. Al ser deformado el material, los granos van perdiendo su posición original hasta tener un arreglo al azar (menor orientación cristalográfica preferencial) haciendo más fácil su deformación. La orientación cristalográfica puede asociarse con la superplasticidad de acuerdo a Kaibyshev *et al.*, ya que ellos concluyen que la orientación cristalográfica preferencial está relacionada con el proceso de deslizamiento de límites de grano y deslizamiento intergranular de dislocaciones, los cuales son los principales mecanismos asociados al flujo superplástico. Por otro lado, los resultados de la microdureza reflejan un comportamiento diferente al esperado, ya que en general los materiales deformados por laminación a temperatura ambiente tienden a incrementar su dureza, mientras que en el caso del Zinalco se observa gradualmente una disminución desde 110.92 hasta 62.23 (escala Vickers y carga de 100 g), para el material deformado a temperatura ambiente y de 110.92 hasta 71.08 (escala Vickers y carga de 100 g) para el material deformado a 240°C. Las mediciones de la microdureza en el Zinalco revelan que el material sufre reblandecimiento y no endurecimiento, lo cual parece deberse a la desorientación de los granos y como el material laminado a temperatura ambiente presenta valores de microdureza menores con respecto al material deformado a 240°C, se concluye que esto puede deberse a que la disminución de la orientación cristalográfica es consecuencia del deslizamiento de límites de grano y de la fractura de los granos.

REFERENCIAS

1. A. Saenz L., *Propiedades Superplásticas a Temperatura Ambiente de la Aleación Zn-Al-Cu*, Tesis de Maestría, Facultad de Ingeniería-UNAM (1984) 41.
2. J. Negrete y L. Valdés, *Rev. Mex. Fís.* **31** (1985) 489.
3. G. Torres-Villaseñor, *Ciencia* **39** (1988) 103.
4. G. Torres-V., *Estudio de las zonas G.P. en Zinalco Superplástico*, Congreso de Microscopía Electrónica I.M.P. (1988) 105.
5. L. Aragón and G. Torres-Villaseñor, *Proceedings of the XV Congress of the National Academy of Engineering*, ANIAC (1989) 281.
6. Z. Yao H., *Proceedings of the 3rd International Conference on Zn-Al Alloys*, (1994) 77.
7. O. Kaibyshev, V. Kazachkov, and Y. Salikhov, *Acta Metall.* **26** (1978) 1887.
8. R. Ragab and B. Baudelet, *Revue de Physique Appliquée*, **13** (1978) 495.