

Centro de Investigacion Cientifica y de
Educacion Superior de Ensenada

EXTRUSION DE Zn-Al-Cu

TESIS
DOCTORADO EN CIENCIAS

JOSE DE JESUS NEGRETE SANCHEZ

Ensenada, Baja California, Mexico, Diciembre de 1994

RESUMEN de la tesis de José de Jesús Negrete Sánchez presentada como requisito parcial para la obtención del grado de DOCTOR EN CIENCIAS en FISICA DE MATERIALES. Ensenada, Baja California, México. Diciembre de 1994

EXTRUSION DE ALEACIONES Zn-Al-Cu

Resumen aprobado por:

Se analiza desde el punto de vista de la Ciencia de Materiales el proceso de extrusión de las aleaciones Zn-Al-Cu, ricas en Zinc, con el fin de identificar la influencia de las diversas variables y fenómenos involucrados en el proceso de conformado mecánico de estas aleaciones de tal forma que sea posible, definir las condiciones más propicias o los parámetros óptimos para llevar a cabo el proceso de extrusión y obtener productos comerciales de buena calidad.

Por condiciones óptimas se consideran, los valores de los parámetros involucrados en el proceso y su influencia sobre las propiedades de los productos extruidos. Se busca por lo tanto, definir las condiciones óptimas de temperatura, rapidez de deformación, lubricación, composición química, geometría de las herramientas, tratamientos térmicos y termomecánicos, y establecer la relación entre los parámetros utilizados para realizar la extrusión de las aleaciones y las propiedades resultantes en los perfiles extruidos.

Para lograr lo anterior, es necesario llevar a cabo un análisis de los fenómenos que gobiernan la formación de la microestructura de las aleaciones Zn-Al-Cu y la relación de ésta con las propiedades resultantes. La formación de la microestructura está directamente relacionada con la composición química y las transformaciones de fase que se presentan en las aleaciones, tanto durante la solidificación de las mismas como durante las etapas de trabajado mecánico y tratamientos térmicos posteriores.

Para ello se recurre al uso de técnicas de microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos X en alta temperatura, así como de métodos para la determinación de propiedades mecánicas, tales como la resistencia a la tensión, el esfuerzo de flujo bajo condiciones de conformado en caliente, la dureza y la resistencia al impacto, con el fin de analizar los diversos fenómenos que se presentan durante la solidificación, conformado mecánico y tratamiento térmico de las aleaciones Zn-Al-Cu y poder establecer la relación entre la microestructura presente y las propiedades mecánicas, con el propósito de utilizar la información generada, en la aplicación de estas aleaciones al proceso de extrusión, tanto a nivel laboratorio como a nivel industrial.

**CENTRO DE INVESTIGACION CIENTIFICA Y
DE EDUCACION SUPERIOR DE ENSENADA B.C.**

**DIVISION DE FISICA APLICADA
DEPARTAMENTO DE FISICA**

EXTRUSION DE ALEACIONES Zn-Al-Cu

TESIS

**Que para cubrir parcialmente los requisitos para obtener el grado de
DOCTOR EN CIENCIAS presenta**

JOSE DE JESUS NEGRETE SANCHEZ

Ensenada, Baja California, México. Diciembre de 1994

DEDICATORIA

A mi Esposa Mariquita y a mis Hijos Angela y Emanuel

A mi Madre y Hermanos

A la memoria de mi Padre

A la Comunidad Nueva Alianza

AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Gabriel Torres Villaseñor; por su dirección en este trabajo.

A los miembros del comité de tesis, doctores Leonel Cota Araiza, Miguel Avalos Borja, David Ríos Jara, Edgar G. Pavía, y José Luis Morán López.

Al Lic. Alfonso Lastras Ramírez, Rector de la UASLP por el apoyo y la confianza otorgados para realizar los estudios de doctorado.

A mis compañeros del Instituto de Metalurgia de la UASLP especialmente al M. en C. Rafael Campos C, el Ing. Alberto Torres y la Quím. Lilia Narváez por su apoyo técnico.

Al personal Técnico del IIM de la UNAM en especial a la M. en C. Leticia Baños y al Ing. Alfredo Maciel.

A la Dirección General de Investigación Científica y Superación Académica de la SEP por otorgarme la beca para realizar los estudios de doctorado.

CONTENIDO

Página

I	INTRODUCCION	1
II	ANTECEDENTES	3
	II.1 Antecedentes de aleaciones Zn-Al	3
	II.2 Microestructura y propiedades de las aleaciones Zn-Al-Cu	5
	II.3 Extrusión de aleaciones de Zinc	14
III	TRABAJO EXPERIMENTAL	27
	III.1 Preparación de aleaciones Zn-Al-Cu de diferente composición	29
	III.2 Fusión y colada de tochos para extrusión	31
	III.3 Tratamiento térmico de los tochos previo a la extrusión	33
	III.4 Extrusión de las aleaciones bajo diferentes condiciones de trabajo	35
	III.4.1 Influencia de la temperatura	36
	III.4.2 Influencia de la velocidad de deformación	38
	III.4.3 Influencia de la estructura inicial del tocho de extrusión	39
	III.4.4 Influencia del tipo de lubricación	39
	III.5 Tratamiento térmico de los productos extruidos	40

CONTENIDO (continuación)

	Página
III.6 Análisis de los tochos de extrusión y de los productos extruidos	41
III.6.1 Determinación de propiedades mecánicas	42
III.6.1.1 Propiedades mecánicas de los tochos antes de la extrusión, dureza y resistencia al impacto	42
III.6.1.2 Propiedades de los perfiles extruidos, dureza resistencia a la tensión y resistencia al impacto	43
III.6.2 Análisis de la microestructura resultante en los tochos y en los productos extruidos	43
III.6.2.1 Microestructura de los tochos antes de la extrusión	43
III.6.2.2 Microestructura de los perfiles sin tratamiento térmico posterior	44
III.6.2.3 Microestructura de los perfiles con tratamiento térmico posterior	44
III.6.2.4 Evolución de la microestructura durante la extrusión	44
III.6.2.5 Patrones de flujo observados en los residuos de extrusión	45
III.7 Difracción de rayos X en las aleaciones Zn-Al y Zn-Al-Cu	46
III.7.1 Difracción de rayos X en Zn-Al binario	46
III.7.2 Difracción de rayos X en Zn-Al-2Cu	47
III.7.3 Difracción de rayos X en Zn-Al-6Cu	48
III.7.4 Difracción de rayos X en Zn-30Al-27Cu	49

CONTENIDO (Continuación)

	Página
IV RESULTADOS	50
IV.1 Microestructura y propiedades de las aleaciones en estado de colada	50
IV.1.1 Colada en molde permanente; dureza y Microestructura	51
IV.1.2 Colada continua, dureza y microestructura	53
IV.1.3 Colada y tratada térmicamente antes de extruir, dureza y microestructura	56
IV.2. Resultados de las pruebas de extrusión	62
IV.2.1 Influencia de la temperatura	62
IV.2.2 Influencia de la rapidez de deformación	64
IV.2.3 Influencia de la lubricación	66
IV.2.4 Influencia de la estructura inicial del tocho de extrusión	66
IV.2.5 Extrusión de las aleaciones 3 y 4	69
IV.3. Microestructura y propiedades de los productos extruidos	69
IV.3.1 Estructura y propiedades de perfiles extruidos y sin tratamiento térmico posterior	69
IV.3.1.1 Estructura y propiedades de perfiles obtenidos a partir de tochos sin tratamiento previo	69
IV.3.1.2 Estructura y propiedades de perfiles obtenidos a partir de tochos tratados térmicamente	76
IV.3.2 Estructura y propiedades de perfiles extruidos y con tratamiento térmico posterior	79

CONTENIDO (Continuación)

	Página
IV.3.3 Resistencia al impacto de perfiles extruidos	85
IV.3.4 Evolución de la microestructura durante la extrusión	86
IV.3.4.1 Evolución de la estructura en pruebas realizadas a diferente temperatura con tochos sin tratamiento térmico	86
IV.3.4.2 Evolución de la microestructura en pruebas realizadas a diferente velocidad con tochos sin tratamiento térmico	89
IV.3.4.3 Evolución de la microestructura durante la extrusión en pruebas con tochos tratados térmicamente	89
IV.3.4.3.1 Evolución de la microestructura durante la extrusión en pruebas usando tochos recocidos	89
IV.3.4.3.2 Evolución de la microestructura durante la extrusión en pruebas usando tochos normalizados	91
IV.3.4.3.3 Evolución de la microestructura durante la extrusión en pruebas usando tochos templados	93
IV.3.4.4 Evolución de la microestructura durante la extrusión de la aleación 3	95
IV.3.4.5 Evolución de la microestructura durante la extrusión de la aleación 4	95

CONTENIDO (Continuación)

	Página
IV.3.5 Patrones de flujo observados en los residuos de extrusión	97
IV.4 Resultados de la difracción de rayos X en las aleaciones Zn-Al y Zn-Al-Cu	100
IV.4.1 Resultados de difracción de rayos X en Zn-Al binario	100
IV.4.2 Resultados de difracción de rayos X en Zn-Al-2Cu	102
IV.4.3 Resultados de difracción de rayos X en Zn-Al-6Cu	104
IV.4.4 Resultados de difracción de rayos X en Zn-30Al-27Cu	105
V ANALISIS Y DISCUSION DE RESULTADOS	131
VI CONCLUSIONES	140
LITERATURA CITADA	143

LISTA DE FIGURAS

<u>Figura</u>		<u>Página</u>
1	Diagrama de equilibrio del sistema Zn-Al versión 1	7
2	Diagrama de equilibrio del sistema Zn-Al versión 2	8
3	Sección isotérmica del diagrama de equilibrio ternario Zn-Al-Cu	12
4	Representación esquemática de los procesos de extrusión. (a) Extrusión directa, (b) extrusión indirecta	15
5	Gráfica esquemática de carga de extrusión VS viaje del pistón de la prensa para extrusión directa e indirecta	18
6	Diagrama esquemático de velocidad de extrusión VS temperatura de salida del perfil extruido	23
7	Patrones de flujo característicos del proceso de extrusión	25
8	Diagrama de bloques del trabajo experimental realizado en la tesis de doctorado	28
9	Esquema del dispositivo de colada continua	32
10	Diagrama tiempo - temperatura - transformación. Determinado por dilatometría de alta velocidad para la aleación 2, mostrando las trayectorias estimadas de enfriamiento durante los tratamientos térmicos aplicados.	34
11	Esquema del dispositivo de extrusión inversa utilizado para realizar las pruebas	36
12	Estructura de colada en molde permanente de la aleación 2	52
13	Estructura de colada continua observada en la aleación 2	52
14	Determinación del esfuerzo de flujo mediante la prueba del anillo de compresión, realizado en la aleación 2 con estructura de colada a diferentes temperaturas y con diferentes lubricantes	54

LISTA DE FIGURAS(Continuación)

<u>Figura</u>		<u>Página</u>
15	Estructura de colada continua observada en la aleación 3	55
16	Estructura de colada continua observada en la aleación 4	55
17	Estructura observada en la aleación 4 luego de homogeneizarla a 350 °C durante 2 horas	57
18	Dureza Rockwell B evaluada en las aleaciones 2, 3 y 4 con estructura de colada continua	58
19	Estructuras resultantes del tratamiento térmico llevado a cabo en la aleación 2. (a) Recocido, (b) normalizado, (c) templado.	59
20	Dureza resultante en tochos de la aleación 2 con tratamiento térmico	61
21	Presión de extrusión como función de la temperatura del tocho en las pruebas de extrusión de la aleación 2	63
22	Presión de extrusión como función de la velocidad de deformación en las pruebas de extrusión de la aleación 2	65
23	Presión de extrusión como función del lubricante utilizados durante las pruebas de extrusión de la aleación 2	67
24	Presión de extrusión como función de la estructura inicial del tocho en las pruebas de extrusión de la aleación 2 realizadas a una temperatura de 260°C	68
25	Estructura observada en el perfil extruido a 260°C utilizando tochos de la aleación 2 con estructura de colada continua	71
26	Estructura observada en el perfil extruido a 300°C utilizando tochos de la aleación 2 con estructura de colada continua	71
27	Estructura observada en el perfil extruido a 320°C utilizando tochos de la aleación 3 con estructura de colada continua	72

LISTA DE FIGURAS(continuación)

<u>Figura</u>		<u>Página</u>
28	Estructura observada en el perfil extruido a 350°C utilizando tochos de la aleación 4 con estructura de colada continua	74
29a	Resistencia a la tensión y ductilidad evaluadas en perfiles de la aleación 2 extruidos a diferentes temperaturas	75
29b	Resistencia a la tensión y ductilidad evaluadas en perfiles de la aleación 2 extruidos a 260°C a partir de tochos con tratamiento térmico	77
30	Estructuras resultantes del tratamiento térmico llevado a cabo en perfiles extruidos a partir de la aleación 2 (a) Recocido, (b) normalizado, (c) templado.	78
31	Estructuras resultantes del tratamiento térmico llevado a cabo en perfiles extruidos a partir de la aleación 3. (a) Recocido, (b) normalizado, (c) templado.	80
32a	Resistencia a la tensión y ductilidad evaluadas en perfiles de la aleación 2 extruidos a 260°C y tratados térmicamente	81
32b	Resistencia a la tensión y ductilidad evaluadas en perfiles de la aleación 3 extruidos y tratados térmicamente	82
33	Microdureza Vickers medida en perfiles de la aleación 2 extruidos a 260°C sin y con tratamineto termico posterior a la extrusión	83
34	Energía de impacto como función de la temperatura de prueba en perfiles extruidos de la aleación 2 con diferente tratamiento térmico	84
35	Estructura observada en el residuo de extrusión de la aleación 2 extruida a 220°C. La estructura mostrada en (a) pertenece a la zona no deformada del tocho es decir la parte no extruida lejos de la zona de deformación, la estructura mostrada en (b) pertenece a la zona de deformación y la mostrada en (c) pertenece al perfil	87

LISTA DE FIGURAS(Continuación)

<u>Figura</u>		<u>Página</u>
36	Estructura observada en el residuo de extrusión de la aleación 2 extruida a 340°C. La estructura mostrada en (a) pertenece a la zona no deformada del tocho es decir la parte no extruida lejos de la zona de deformación, la estructura mostrada en (b) pertenece a la zona de deformación y la mostrada en (c) pertenece al perfil	88
37	Evolución de la microestructura de la aleación 2 durante la extrusión de la misma a 260°C utilizando como material de partida un tocho con tratamiento térmico de recocido. Las fotografías corresponden a 3 zonas diferentes del residuo de extrusión que van desde la zona no deformada(a), la zona deformada(b) y el perfil extruido(c).	90
38	Evolución de la microestructura de la aleación 2 durante la extrusión de la misma a 260°C utilizando como material de partida un tocho con tratamiento térmico de normalizado. Las fotografías corresponden a 3 zonas diferentes del residuo de extrusión que van desde la zona no deformada(a), la zona deformada(b) y el perfil extruido(c).	92
39	Evolución de la microestructura de la aleación 2 durante la extrusión de la misma a 260°C utilizando como material de partida un tocho con tratamiento térmico de templado. Las fotografías corresponden a 3 zonas diferentes del residuo de extrusión que van desde la zona no deformada(a), la zona deformada(b) y el perfil extruido(c).	94
40	Evolución de la microestructura de la aleación 3 durante la extrusión de la misma utilizando como material de partida un tocho sin tratamiento térmico. Las fotografías corresponden a 3 zonas diferentes del residuo de extrusión que van desde la zona no deformada(a), la zona deformada(b) y el perfil extruido(c).	96

LISTA DE FIGURAS(Continuación)

<u>Figura</u>		<u>Página</u>
41	Evolución de la microestructura de la aleación 4 durante la extrusión de la misma utilizando como material de partida un tocho sin tratamiento térmico. Las fotografías corresponden a 3 zonas diferentes del residuo de extrusión que van desde la zona no deformada(a), la zona deformada(b) y el perfil extruido(c).	98
41d	Patrón de flujo obtenido durante la extrusión inversa de la aleación 2 a una temperatura de 260°C y lubricando el dado de extrusión con bardahl 2	99
42	Difractograma obtenido en la aleación 1(a) a temperatura ambiente	107
43	Difractograma obtenido en la aleación 1(a) a 265°C	107
44	Difractograma obtenido en la aleación 1(a) a 280°C	108
45	Difractograma obtenido en la aleación 1(a) a 320°C	108
46	Difractograma obtenido en la aleación 1(a) luego de 3 horas a 320°C	109
47	Difractograma obtenido en la aleación 1(a) al enfriar de 320°C a 250°C	109
48	Difractograma obtenido en la aleación 1(a) al enfriar de 250°C a 20°C	110
49	Difractograma obtenido en la aleación 1(b) luego de 30' a 290°C	110
50	Difractograma obtenido en la aleación 1(b) a 370°C	111
51	Difractograma obtenido en la aleación 1(b) luego de 15 horas a 370°C	111

LISTA DE FIGURAS(Continuación)

<u>Figura</u>		<u>Página</u>
52	Difractograma obtenido para la aleación 2 en estado de colada	112
53	Difractograma obtenido en el tocho recocido de la aleación 2	112
54	Difractograma obtenido en el tocho normalizado de la aleación 2	113
55	Difractograma obtenido en el tocho templado de la aleación 2	113
56	Difractograma obtenido en el perfil extruido a 260°C a partir del tocho de colada de la aleación 2	114
57	Difractograma obtenido en el perfil extruido a 260°C a partir del tocho recocido de la aleación 2	114
58	Difractograma obtenido en el perfil extruido a 260°C a partir del tocho normalizado de la aleación 2	115
59	Difractograma obtenido en el perfil extruido a 260°C a partir del tocho templado de la aleación 2	115
60	Difractograma obtenido en el perfil extruido a 300°C partir del tocho de colada de la aleación 2	116
61	Difractograma obtenido en el perfil extruido a 300°C partir del tocho recocido de la aleación 2	116
62	Difractograma obtenido en el perfil extruido a 300°C partir del tocho normalizado de la aleación 2	117
63	Difractograma obtenido en el perfil extruido a 300°C partir del tocho templado de la aleación 2	117
64	Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 2 y recocido	118

LISTA DE FIGURAS(Continación)

<u>Figura</u>		<u>Página</u>
65	Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 2 y normalizado	118
66	Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 2 y templado	119
67	Difractograma obtenido en la aleación 2 a 20°C	119
68	Difractograma obtenido en la aleación 2 luego de 30' a 275°C	120
69	Difractograma obtenido en la aleación 2 a 290°C	120
70	Difractograma obtenido en la aleación 2 luego de 90' a 320°C	121
71	Difractograma obtenido en la aleación 2 luego de enfriar de 320°C a 265°C	121
72	Difractograma obtenido en la aleación 2 luego de enfriar de 265°C a 260°C	122
73	Difractograma obtenido en la aleación 3 en estado de colada	122
74.	Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 3	123
75	Difractograma obtenido en el perfil extruido y recocido de la aleación 3	123
76	Difractograma obtenido en el perfil extruido y normalizado de la aleación 3	124
77	Difractograma obtenido en el perfil extruido y templado de la aleación 3	124
78	Difractograma obtenido en la aleación 3 a 265°C	125
79	Difractograma obtenido en la aleación 3 a 275°C	125

LISTA DE FIGURAS(Continuación)

<u>Figura</u>		<u>Página</u>
80	Difractograma obtenido en la aleación 3 a 320°C	126
81	Difractograma obtenido en la aleación 3 luego de 90' a 320°C	126
82	Difractograma obtenido en la aleación 4 con estructura de colada	127
83	Difractograma obtenido en la aleación 4 con estructura homogeneizada	127
84	Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 4	128
85	Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 4 a 20°C	128
86	Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 4 a 290°C	129
87	Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 4 luego de 2 horas a 350°C	129
88	Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 4 al enfriar de 350°C a 250°C.	130
89	Ordenamiento de la estructura C.F. para el caso de planos alternados (111) de Al y Zn respectivamente	132
90	Ordenamiento de la estructura C.F. para el caso de planos alternados (100) de Al y (200) de Zn.	132

LISTA DE TABLAS

<u>Tabla</u>		<u>Página</u>
I	Composición química de las aleaciones preparadas para extrusión y difracción de rayos X	29
II	Composición química de las aleaciones Zn-Al-Cu preparadas para evaluar la resistencia al impacto	30
III	Comparación de resultados de extrusión de Zinalco a nivel teórico, experimental, y a nivel industrial	139

EXTRUSION DE ALEACIONES Zn-Al-Cu

I INTRODUCCION .

Las aleaciones Zn-Al-Cu han sido objeto de intenso estudio, buscando aplicarlas comercialmente (Smith and Hare, 1973), (Cheethman and Ridley, 1971), (Balliet, 1974), (Nishimura and Miyagawa, 1974), (Ling and Laughlin, 1979). La aleación Zn-Al con composición eutectoide y modificada con pequeñas cantidades de Cobre y Magnesio, ha sido desarrollada para aplicaciones en los procesos de forja, laminación, formado superplástico, fundición en arena, fundición en molde permanente y por inyección (Belk, 1976), (Balliet *et al*, 1978), (Stewart, 1973), (Kubel, 1987), (Henniker-Heaton and Swanson, 1976), (Gervais *et al*, 1985).

En México, se ha desarrollado una familia de aleaciones Zn-Al-Cu, basadas fundamentalmente en la aleación Zn-Al de composición eutectoide, las cuales además de aplicarse a los procesos mencionados con anterioridad, pueden ser sometidas al proceso de extrusión en caliente para producir perfiles de diversos tipos (Valdés *et al*, 1981), (Negrete *et al*, 1983), (Torres-Villaseñor, 1988), (Torres Villaseñor *et al*, 1990). Esta familia de aleaciones se ha caracterizado con el nombre de **ZINALCO**, cuya patente y marca registrada pertenecen a la Universidad Nacional Autónoma de México.

Siendo el Zinalco la única aleación basada en Zinc existente en el mercado que puede extruirse, la adaptación del material a este proceso se ha dificultado por no contar con información relativa en materiales semejantes. El proceso de extrusión del Zinalco, ha sido desarrollado a nivel de laboratorio, pasando luego a pruebas en planta piloto y finalmente a nivel industrial. A nivel laboratorio el trabajo se inició con la caracterización del material y con la evaluación y la optimización de sus propiedades, se continuó con las pruebas iniciales de extrusión para determinar las condiciones más favorables para llevar a cabo el proceso.

Una vez determinados los parámetros óptimos de la extrusión, tales como la temperatura, velocidad de deformación, lubricación, relación de áreas a utilizar, número de cavidades, tipo de estructura de partida, enfriamiento posterior del perfil, tratamientos térmicos, etcétera, se utilizaron los resultados obtenidos para llevar a cabo pruebas a nivel industrial en escala piloto. Los resultados obtenidos en esta etapa han sido retroalimentados para diseñar nuevos experimentos a escala de laboratorio, cuyo objetivo es la optimización de los parámetros del proceso de extrusión, así como de las propiedades de los productos extruidos.

México es uno de los países que producen más Zinc en el mundo, desafortunadamente, más de la mitad de la producción se exporta, parte como lingote y parte como concentrado, es decir como mineral enriquecido, esto es algo lamentable ya que se vende como materia prima a precios muy bajos, pues no tiene valor agregado alguno. El Zinalco tan solo en el campo de los productos extruidos tiene un potencial de aplicación mayor de 50,000 toneladas por año, lo que representaría un consumo nacional aproximado de 40,000 toneladas de Zinc, que significa casi el 20 % de la producción nacional.

Por lo anterior, es de gran importancia contar con toda la información necesaria para adaptar el Zinalco al proceso de extrusión, para ello se realizó este estudio con el fin de lograr la caracterización del material en todos los estados microestructurales posibles, la optimización de las propiedades y el ajuste de los parámetros del proceso de extrusión.

El trabajo se ha integrado de la siguiente manera: un capítulo que describe los antecedentes de las aleaciones de Zn-Al y Zn-Al-Cu así como los principios fundamentales del proceso de extrusión, un capítulo sobre la descripción del trabajo experimental desarrollado, un capítulo sobre los resultados obtenidos, un capítulo sobre el análisis y la discusión de resultados y se finaliza con un cuadro de conclusiones y perspectivas.

II ANTECEDENTES

II.1 Antecedentes de aleaciones zinc-aluminio

La aplicación del zinc como elemento principal en la fabricación de aleaciones estructurales ha estado restringida hasta la fecha únicamente al campo de las aleaciones para inyección a presión conocidas comercialmente como zinc zamak. También el zinc se encuentra en aleaciones base cobre (latones y bronces) y base aluminio, mas no como elemento principal sino como aleante.

La utilidad de las aleaciones de zamak se reduce a aplicaciones donde el rendimiento mecánico no es muy exigido, ya que se trata de aleaciones con estructura de colada, de baja resistencia mecánica y alta densidad. Por otro lado, la aplicación del zinc en otros campos es de sobra conocida, sobre todo en lo que se refiere a la protección contra la corrosión del acero principalmente y como óxido de zinc en diversos campos que van desde pinturas y plásticos hasta cerámicas y fotocopiado.

México es un productor importante de zinc primario y concentrados de zinc, su volumen de producción es tan alto que la demanda nacional apenas si es capaz de consumir sólo el 50%. La desventaja en esto es que el excedente se vende al extranjero a precios internacionales como materia prima, por lo que las empresas mineras son totalmente vulnerables a las variaciones de los precios internacionales de los metales, los cuales en los últimos tiempos han tenido un comportamiento que ha beneficiado más a los consumidores que a los productores.

Aunque se han realizado estudios para tratar de diversificar las aplicaciones del zinc, el interés de realizarlos, ha sido más que nada la generación de nuevos conocimientos, ya que los países que están en posibilidad real de llevar a cabo programas importantes de investigación, no son países con excedentes en su producción interna de zinc, por lo que más bien desalientan la generación de tecnologías que puedan desviar parte de los volúmenes que requieren para satisfacer su demanda interna de este metal.

La búsqueda de aplicaciones de zinc como elemento primario o principal en la fabricación de aleaciones con características para adaptarse a los procesos convencionales de conformado mecánico se remonta a finales del Siglo XIX. Los primeros estudios se desarrollaron en Alemania y su finalidad era aplicar el zinc dentro de los productos laminados. La gran limitante que ha encontrado el zinc para ser utilizado como material estructural ha sido su baja resistencia mecánica y su tendencia a fallar por fluencia lenta a temperatura ambiente. Estas dos limitantes, disminuyen los campos de aplicación sólo a aquellos, donde no se requiere una alta resistencia mecánica y donde el material no está sometido a esfuerzos permanentes, aunque sean de bajo nivel.

Las aleaciones Zn-Al-Cu han sido estudiadas con propósitos de aplicación comercial a partir de la década de los 40's. Aunque algunos estudios se llevaron a cabo con anterioridad no se realizaron con intenciones de aplicación, sino con el fin de caracterizar las fases y reacciones presentes en el sistema de aleación binario Zn-Al.

Entre las aleaciones basadas en Zinc, uno de los sistemas de mayor potencial de aplicación es el Zn-Al en la región rica en Zinc. Dentro de esta región caen algunas aleaciones comerciales como el Zamak y las aleaciones ZA27, ZA12 y ZA8, todas ellas utilizadas con bastante éxito en inyección a presión. La aleación de este sistema que ha sido por mucho la más estudiada es la Zn₂₂Al, ya que presenta un fenómeno conocido como superplasticidad. Esta propiedad, que consiste en soportar enormes deformaciones en tensión sin que se presente la fractura, aunque ha sido enormemente estudiada en esta aleación, aún no tiene aplicaciones comerciales rentables. En otros sistemas de aleación (Ti-Al-V, Al-Li, etc.), la aplicación comercial de la superplasticidad es actualmente explotada con gran éxito.

En México, desde 1977 se ha estado estudiando el sistema de aleación Zn-Al en la región rica en Zinc con el fin de generar aleaciones para aplicaciones estructurales. Como

resultado de estos estudios (Negrete y Torres-Villaseñor, 1979) se ha encontrado que la aleación Zn-Al de composición eutéctica ($Zn_{22}Al$) es la que posee mayor resistencia y a la vez mayor ductilidad, además se encontró que al agregar pequeñas cantidades de cobre, la resistencia mecánica se eleva considerablemente sin que se disminuya la ductilidad de la aleación, la superplasticidad característica en esta aleación, continua presentándose y se eliminan los problemas de fluencia lenta a temperatura ambiente, estos estudios sobre aleaciones Zn-Al-Cu fueron la base del desarrollo del Zinalco, que provocaron el registro de la marca registrada, la patente del material y la transferencia tecnológica del desarrollo a la industria.

La generación de la tecnología del Zinalco es producto del estudio científico de la relación entre la estructura y las propiedades de los materiales, por lo que es obvio que para poder lograr el desarrollo de la aleación, fue necesario realizar una gran cantidad de estudios básicos para determinar la estructura de las aleaciones en esta región del diagrama de equilibrio, los cambios estructurales provocados por las diferentes reacciones en estado sólido que se presentan durante los diversos ciclos de tratamiento térmico a que pueden someterse y la evaluación de las propiedades resultantes en cada caso.

En este trabajo se establece la relación entre la estructura y las propiedades mecánicas de las aleaciones Zn-Al-Cu basadas en composiciones químicas ubicadas alrededor del punto eutéctica del sistema binario Zn-Al ($78\%Zn-22\%Al$) modificadas con cobre. El propósito es adecuar el material al proceso de extrusión y producir mediante este método de conformado mecánico la fabricación de artículos de aplicación comercial.

II.2 Microestructura y propiedades de las aleaciones Zn-Al-Cu.

Una gran diversidad de trabajos de investigación se han llevado a cabo en aleaciones Zn-Al en la región de interés de este trabajo, la mayoría de ellos se han enfocado principalmente al estudio de la superplasticidad presentada por la aleación binaria Zn-Al de

composición eutectoide. Hasta la fecha existen 2 versiones del diagrama de equilibrio binario Zn-Al, La primera, propuesta desde principios de siglo por Shepard (1905) y Tiedemann (1922) confirmada por Schmid y Wassermann (1934) y por Gebhardt (1949). Esta versión inicial del diagrama, que se muestra en la figura 1, fue aceptada de manera general e indiscutible hasta los años 60's por sobre la versión de muchos otros autores, que afirmaban la existencia de una reacción peritética y una eutectoide, aunque sin la suficiente evidencia experimental.

La segunda versión del diagrama de equilibrio, más reciente y aún en controversia se presenta en la figura 2, y es producto de las investigaciones de Presnyakov *et al* (1961), Goldak y Parr (1963) y Nayak (1973). Básicamente la diferencia entre las dos versiones del diagrama binario Zn-Al es la existencia de una reacción eutectoide a los 275°C, si la reacción eutectoide se presenta; como lo establece la segunda versión del diagrama de equilibrio, entonces se introduce adicionalmente una reacción peritética a 445°C y una región de dos fases $\alpha + \beta$. A través de la reacción peritética es como se formaría la fase β de alta temperatura que luego se descompondrá en las dos soluciones terminales $\alpha + \eta$ durante la reacción eutectoide. La solución sólida α sería una solución basada en la estructura del Aluminio (C.F.) con Zinc disuelto, mientras que la solución sólida η sería una solución basada en la estructura del Zinc (H.C.) con Aluminio disuelto. La solución sólida β sería una solución sólida intermedia basada en la estructura del aluminio y ordenada con estequiometría ZnAl y con una red cristalina semejante a la del compuesto AuCu.

Si por el contrario, la reacción eutectoide no se presenta, entonces no existirá reacción peritética ni eutectoide sino sólo una región de insolubilidad cerrada entre soluciones sólidas de Aluminio del mismo tipo estructural y por consiguiente la descomposición de la fase de alta temperatura (α en este caso), es por medio de precipitación discontinua.

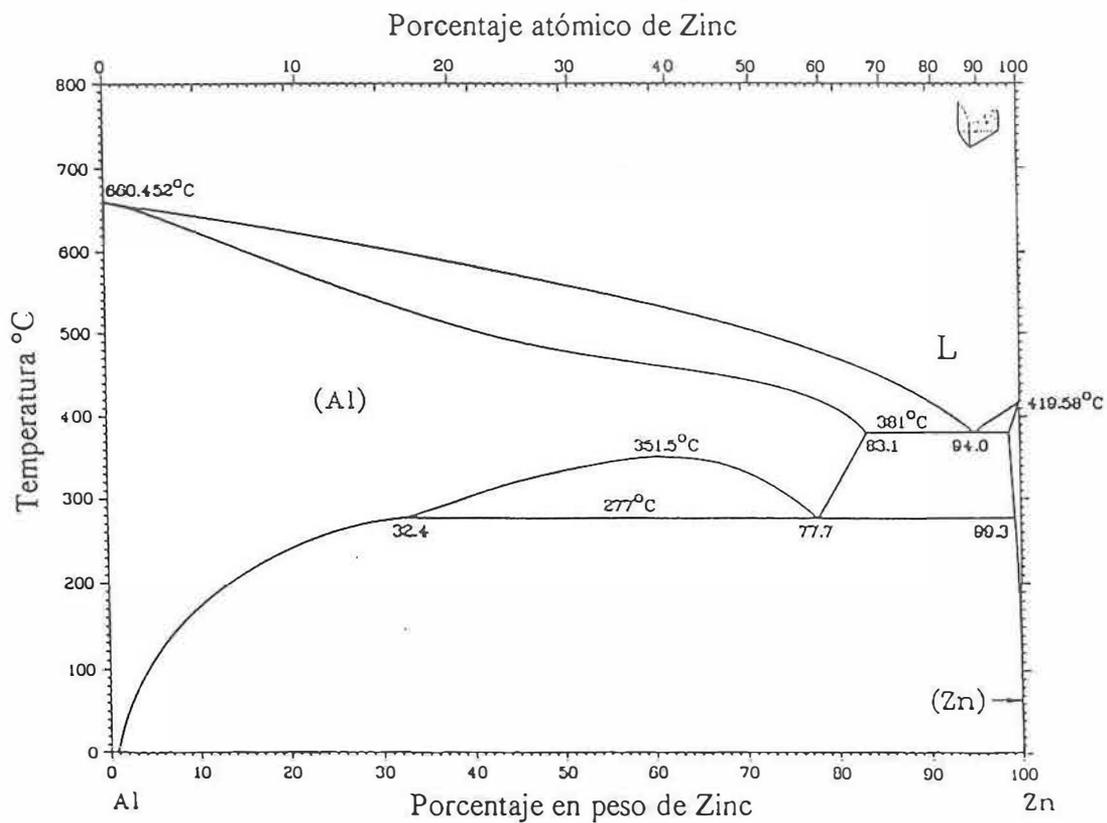


Figura 1. Diagrama de equilibrio del sistema Zn-Al versión I

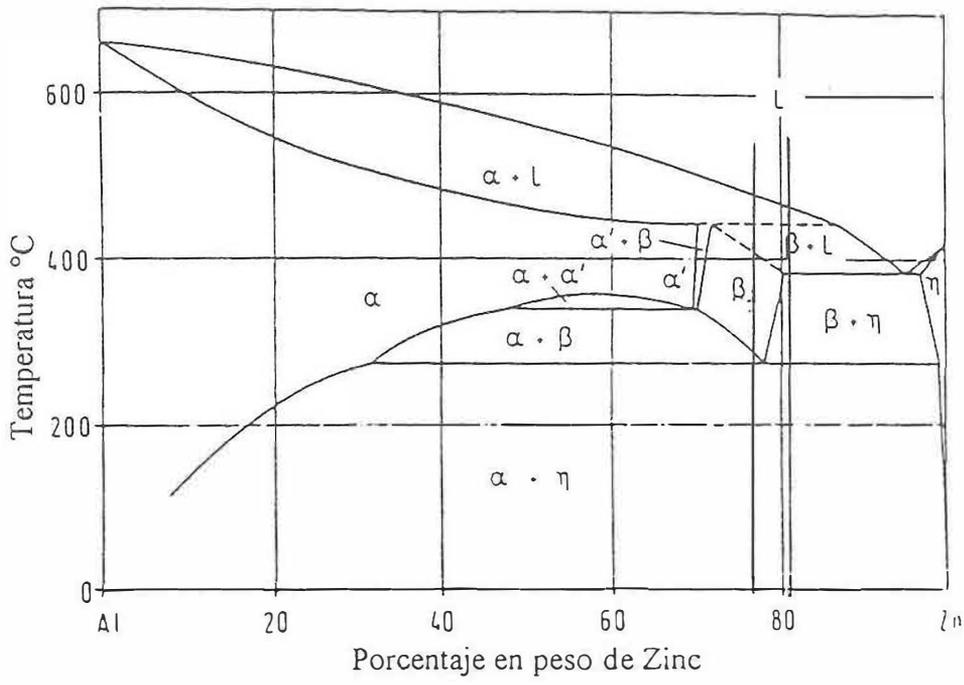


Figura 2. Diagrama de equilibrio del sistema Zn-Al versión 2

Actualmente, la segunda versión es aceptada más ampliamente aunque las controversias existen dado que los experimentos reportados para generar la segunda versión del diagrama no aseguran condiciones de equilibrio. La última edición de la serie de Metals Handbook de la ASM (American Society for Metals) publica como diagrama Zn-Al la versión inicial. Por otro lado, la revisión más actualizada del diagrama de equilibrio realizada por (Murray J.L. 1983) y publicada en el Bulletin of Alloy Phase Diagrams considera que la versión válida es la primera y sostiene como inaceptable la segunda versión del diagrama.

En la segunda versión del diagrama de equilibrio las transformaciones que se presentan en la región rica en Zinc son las siguientes:

- a) Transformación peritética : $\text{Líquido} + \alpha \rightarrow \beta$ a 443°C
- b) Transformación eutéctica : $\text{Líquido} \rightarrow \beta + \eta$ a 382°C
- c) Transformación eutectoide : $\beta \rightarrow \alpha + \eta$ a 275°C
- d) Transformación Espinodal: $\beta \rightarrow \alpha + \eta$

Como parte del presente trabajo se realizó un estudio de difracción de rayos X en alta temperatura para establecer la validez de la segunda versión del diagrama de equilibrio binario, como se verá en el capítulo correspondiente a resultados, no se encontró evidencia de la existencia de la fase intermedia β , por lo que se debe considerar como válida únicamente la primera versión del diagrama de equilibrio. Sin embargo, para facilitar la nomenclatura de las fases en este trabajo se hará mención de la fase de alta temperatura como la fase β ya que la mayoría de los artículos científicos sobre el tema la denominan de esta manera.

En general todos los autores coinciden en que la estructura de las aleaciones Zn-Al en la región rica en Zinc está constituida básicamente por dos fases terminales α y η , las cuales corresponde a soluciones sólidas ricas en Al y Zn respectivamente. El diagrama de equilibrio Zn-Al que se presenta en la figura 2 es de gran utilidad para la comprensión de la

formación de las microestructuras de estas aleaciones. En el diagrama mencionado, aparecen en la región rica en Zinc (>60% en peso) sólo las fases sólidas α , β y η . La fase β se descompone de manera isotérmica bajo condiciones de equilibrio en las fases α y η a la temperatura de 275°C, esta reacción eutéctode $\beta \rightarrow \alpha + \eta$ es fundamental en la definición de las microestructuras presentes en las aleaciones Zn-Al.

En el diagrama de la figura 2 se puede observar la presencia de una reacción peritética durante la solidificación de las aleaciones con alto contenido de Zinc. Esta reacción peritética expresada como: $\text{liq} + \alpha \rightarrow \beta$ se lleva a cabo a una temperatura aproximada de 443°C, provoca en las aleaciones con contenidos de Zinc mayores que 60% en peso, la presencia de fase α primaria que se encuentra segregada en el centro de las dendritas de fase β . Esta fase α primaria es muy difícil de eliminar, debido a que para homogeneizar la composición química debe de enriquecer su contenido de zinc tomándolo de la fase η , sin embargo como ambas fases están físicamente separadas por un cerco de fases $\alpha + \eta$ en equilibrio, que provienen de la descomposición eutéctode de la fase β , las distancias que deben moverse los átomos para homogeneizar la composición química son demasiado grandes.

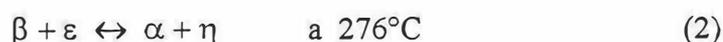
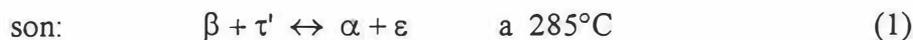
El diagrama también revela la presencia de una reacción eutéctica en donde el líquido se transforma en dos fases sólidas a la temperatura de 382°C. Esta reacción eutéctica toma lugar en las aleaciones con alto contenido de zinc cuando se enfrían rápidamente, ya que el líquido remanente alcanza la composición del eutéctico, solidificando como tal y dando lugar a las fases sólidas $\alpha + \beta$. La porción de fase β formada durante esta reacción se transformará posteriormente en las fases terminales $\alpha + \eta$ cuando la aleación se enfríe por debajo de la temperatura eutéctode de 275°C.

El cobre dentro de la aleación eutéctode Zn-Al en cantidades menores a 1.0% se disuelve totalmente dentro de la fase η rica en zinc no dando lugar a la formación de nuevas

fases. Al agregar cobre en cantidades mayores de 1.0% dentro del sistema binario Zn-Al en la región rica en Zinc, se formarán 2 soluciones sólidas ricas en cobre, las cuales son ε y τ' , como puede ser observado en el diagrama ternario Zn-Al-Cu que se presenta en la figura 3, el cual corresponde a una sección isotérmica a 350°C.

Las fases, ε y τ' , han sido estudiadas por diversos autores, sin embargo, debido a que sólo se ha estudiado la estructura y las propiedades de las fases de manera singular, se desconoce el efecto de ellas sobre las propiedades de la aleación binaria de composición eutectoide. La fase ε es un compuesto intermetálico de Cu y Zinc con una estequiometría cercana a CuZn_5 o CuZn_4 , su estructura es hexagonal compacta y su dureza Vickers es de 1500 MN/m^2 , (Mondolfo, 1976). La fase τ' tiene una estructura romboedral, su estequiometría es cercana a CuZn_4Al_3 y su dureza Vickers es 6500 MN/m^2 (Murphy, 1975). De acuerdo con el diagrama ternario Cu-Zn-Al de la figura 3, la presencia de una u otra fase, bajo condiciones de equilibrio, está gobernada por la composición química y por la temperatura. En general para aleaciones con contenidos mayores a 1.0 % de Cobre y 21 % de Aluminio, la fase rica en cobre que se presentará a temperatura ambiente será τ' puesto que es la fase de equilibrio, sin embargo aleaciones con contenidos de cobre mayores a 1% formarán fase ε en alta temperatura la cual se mantendrá de manera inestable a temperatura ambiente debido a que la transformación de la fase ε a la fase τ' ocurre con una gran lentitud.

Existen tres reacciones de equilibrio en las aleaciones Zn-Al-Cu en la región de bajos contenidos de cobre y alrededor de la composición eutectoide del sistema binario Zn-Al. Estas tres reacciones han sido reportadas por Gebhardt y confirmadas por Murphy (1980)



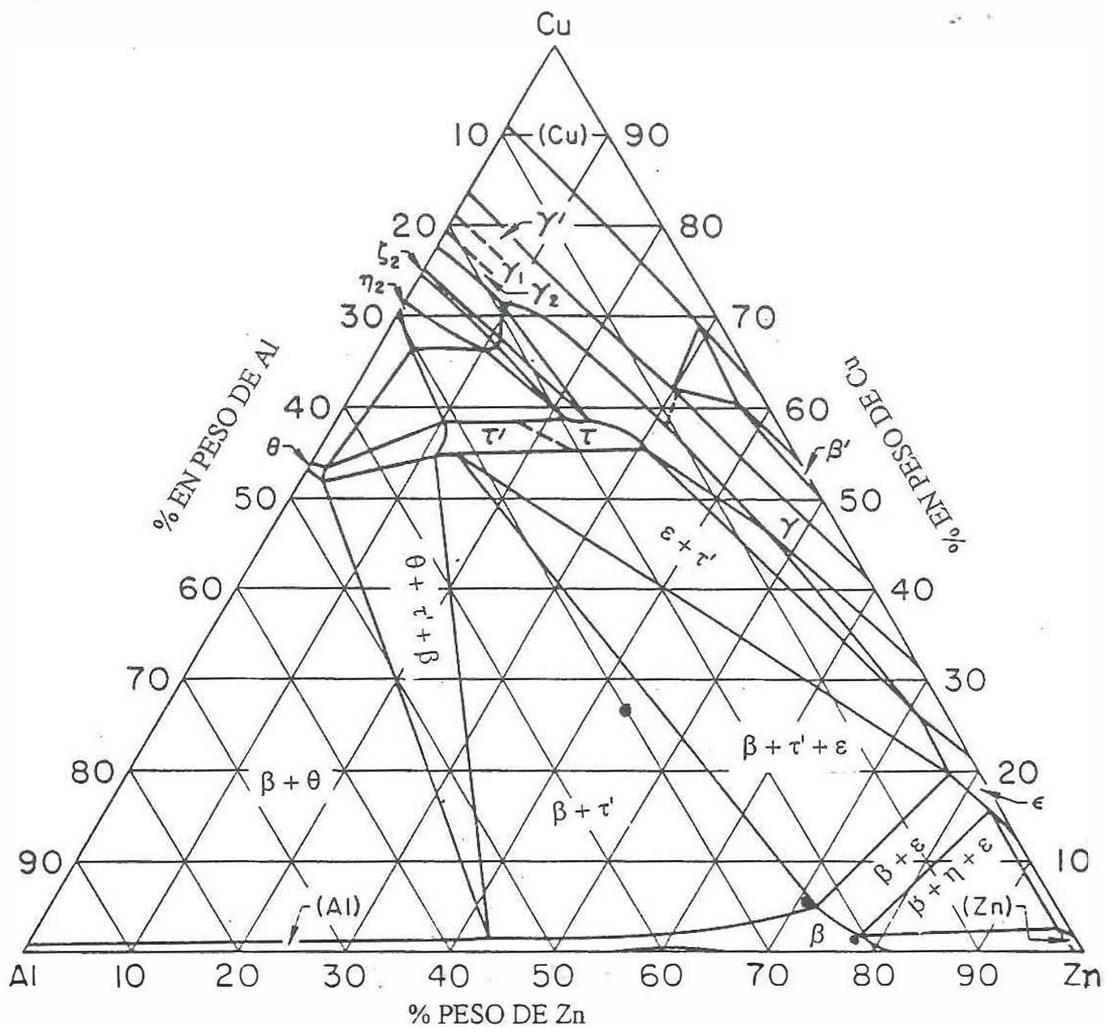


Figura 3 Sección isotérmica del diagrama de equilibrio ternario Zn-Al-Cu

De acuerdo con estas reacciones, si existe en la aleación suficiente cantidad de cobre se formará en alta temperatura la fase ϵ en el caso de aleaciones con contenidos mayores de 80% en peso de Zinc y la fase τ' en el caso de aleaciones con contenidos menores de 80% en peso de Zinc. Sin embargo, la fase que prevalecerá bajo condiciones de equilibrio deberá ser τ' ya que la fase ϵ se descompone en τ' mediante la reacción (3) a 268°C.

Debido a que la reacción de descomposición de la fase ϵ a 268°C es extremadamente lenta a temperatura ambiente, las aleaciones enfriadas bajo condiciones de no equilibrio contendrán generalmente fase ϵ en lugar de τ' .

En el caso de las aleaciones estudiadas en el presente trabajo se tiene la presencia de la fase ϵ en las estructuras de colada de todas las composiciones de las aleaciones. La presencia de la fase ϵ se debe a que durante la solidificación de las aleaciones se mantuvo una alta velocidad de enfriamiento que provocó que la última porción del líquido solidificara como un eutéctico ternario formado por las fases $\beta + \epsilon + \eta$ y que la fase ϵ formada de esta manera se conservará a temperatura ambiente por tiempo indefinido.

La fase τ' en las aleaciones estudiadas en este trabajo aparece en las aleaciones con alto contenido de cobre (6 % y 27 %) durante el tratamiento térmico o mecánico de las mismas, mientras que en la aleación con menor contenido de cobre (2%) sólo aparece cuando se deforma mecánicamente mediante el proceso de extrusión, en temperaturas inferiores a la eutectoide, ya que de esta manera se presenta simultáneamente facilidad para la difusión por la alta temperatura y movimiento de material por la deformación plástica, y dado que la temperatura está por debajo de la temperatura de equilibrio de la fase ϵ , se dan las condiciones para que se presente la reacción 3. Por otro lado, si el proceso de extrusión se desarrolla a una temperatura mayor que la eutectoide, la fase ϵ se encuentra en equilibrio por lo que no toma lugar la reacción 3 permaneciendo la fase ϵ en la aleación aun después de enfriarla a temperatura ambiente.

II.3 Extrusión de aleaciones de zinc

Principios generales de la extrusión

La extrusión es un proceso de deformación plástica usado para fabricar productos metálicos semiacabados, largos y rectos, tales como: barras, secciones sólidas y huecas, tubos, alambres y bandas; el principio es muy simple: bajo una alta carga, un lingote de metal llamado billet o tocho, es comprimido dentro de un contenedor cerrado, y obligado a fluir a través del orificio de un dado para producir una reducción en sección transversal. Se pueden extruir secciones transversales muy complejos, pero depende del tipo de material y del método de extrusión usado, así como de los dados disponibles. La extrusión puede hacerse en altas temperaturas o a temperatura ambiente.

La carga de extrusión es transmitida por medio de un pistón activado hidráulica o mecánicamente a través de un disco de presión metálico intermedio que sigue al tocho de metal a extruir. El contenedor es construido generalmente de varios cilindros de pared delgada, usualmente comprimidos uno a otro para soportar los altos esfuerzos radiales, y ajustados con un inserto interior resistente al desgaste. La figura 4 ilustra el principio del método.

La prensa de extrusión hidráulica fue inventada en 1810 por el inglés S. Bramah. Su diseño fue para extruir plomo. El principio básico aún es usado para la obtención de tubos de plomo. El proceso fue aplicado con éxito para materiales de alto punto de fusión por primera vez por el alemán A. Dick en 1890. El colocó un disco de metal enfrente del ariete de extrusión, permitiendo con esto que el residuo del tocho y el disco de metal sean expulsados simultáneamente del contenedor. Esto fue el punto clave para poder extruir otros metales además del plomo. El desarrollo posterior del proceso hasta la actualidad, ha estado relacionado con avances en la construcción e instalación de prensas, mejoras en herramientas y el desarrollo de aceros de trabajado en caliente.

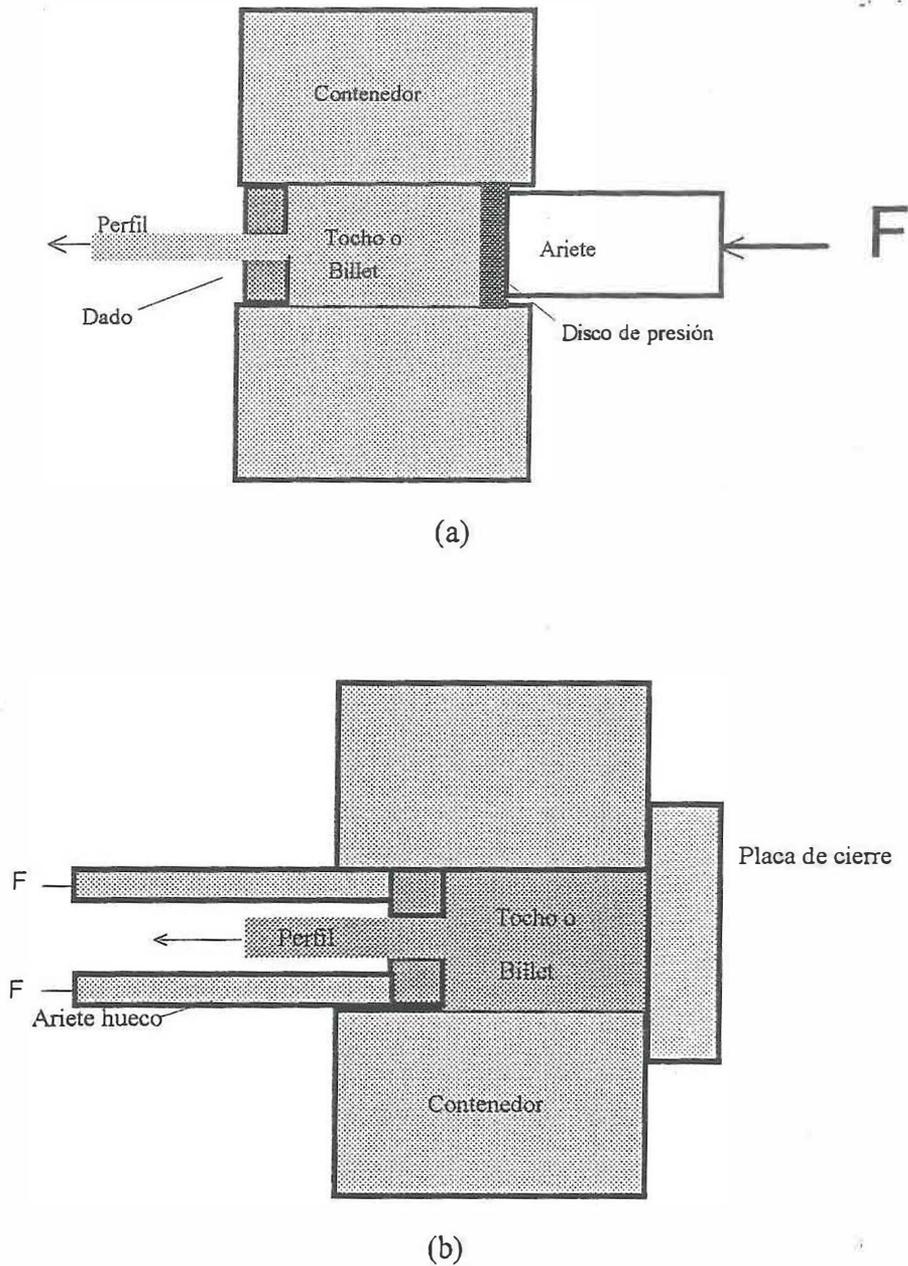


Figura 4.- Representación esquemática de los procesos de extrusión (a) directa, (b) indirecta

Tipos de extrusión

Los dos tipos básicos de extrusión son la extrusión directa y la extrusión indirecta. La figura 4 ilustra esquemáticamente ambos procesos. En la extrusión directa, el tocho de metal a extruir es colocado dentro del contenedor y empujado hacia el dado mediante el ariete colocando entre ambos un disco de presión. En el proceso de extrusión indirecta el dado es colocado en la punta de un ariete hueco y empujado contra el tocho que se encuentra dentro de un contenedor cerrado. La diferencia básica entre los dos métodos de extrusión es el movimiento relativo del tocho dentro del contenedor; para la extrusión directa el tocho se desliza dentro del contenedor, mientras que para la extrusión indirecta no hay movimiento relativo entre el tocho y el contenedor. Por lo tanto las fuerzas de fricción en el caso de la extrusión indirecta serán menores lo que permitirá llevar a cabo el proceso con cargas más pequeñas que en el caso de la extrusión directa. Sin embargo, existen limitaciones prácticas para la extrusión indirecta ya que el uso de un ariete hueco limita la carga a aplicar sin que ocurra falla en el ariete y la zona a través de la cual ha de pasar el perfil extruido también se ve limitada por las paredes del ariete hueco.

Los equipos de extrusión generalmente son prensas hidráulicas con geometría horizontal o vertical con capacidades de carga desde 3 MN hasta 140 MN. Una característica importante de la prensa de extrusión es la velocidad del ariete que a su vez determina la rapidez de deformación del proceso. Algunas aleaciones tales como las de cobre y aluminio requieren baja rapidez de deformación mientras que otras como las de los metales de alto punto de fusión requieren velocidades más altas. Los dados para extrusión generalmente son sometidos a altos esfuerzos y altas temperaturas por lo que son construidos con materiales de alta resistencia en alta temperatura. Hay básicamente dos tipos de dados, los de entrada cónica o ángulo de entrada menor de 90° y los de entrada plana o ángulo de entrada de 90° .

Las variables principales del proceso de extrusión son:

- El tipo de extrusión (directa o indirecta)
- La relación de extrusión
- La temperatura de trabajo
- La rapidez de deformación
- La fricción entre el material y las paredes del contenedor y la cara del dado

Todas estas variables convergen sobre la carga requerida para provocar la extrusión del material de trabajo.

En la figura 5 se presenta una gráfica esquemática que ilustra el valor de la presión de extrusión como función del avance del ariete dentro del contenedor para extrusión directa y para extrusión indirecta. La presión de extrusión se obtiene al dividir la carga ejercida por la prensa entre el área de la sección transversal del tocho de extrusión. Puede ser observado que hay un incremento inicial en la presión de extrusión el cual se debe a la compresión inicial del tocho hasta que llena el interior del contenedor. Para el caso de extrusión directa el flujo de metal a través del orificio se presenta cuando la presión de extrusión alcanza el punto máximo de la gráfica o punto de rompimiento. Conforme se extruye el tocho de metal, la presión de extrusión va disminuyendo paulatinamente debido a que la longitud del tocho dentro del contenedor se va reduciendo progresivamente. Dado que en el caso de la extrusión indirecta no hay movimiento relativo entre el tocho y el contenedor, la presión de extrusión se mantiene prácticamente constante.

Estado mecánico de esfuerzos

El estado mecánico de esfuerzos que se presenta en el caso del proceso de extrusión es un estado compresivo triaxial que puede ser representado por las componentes de los

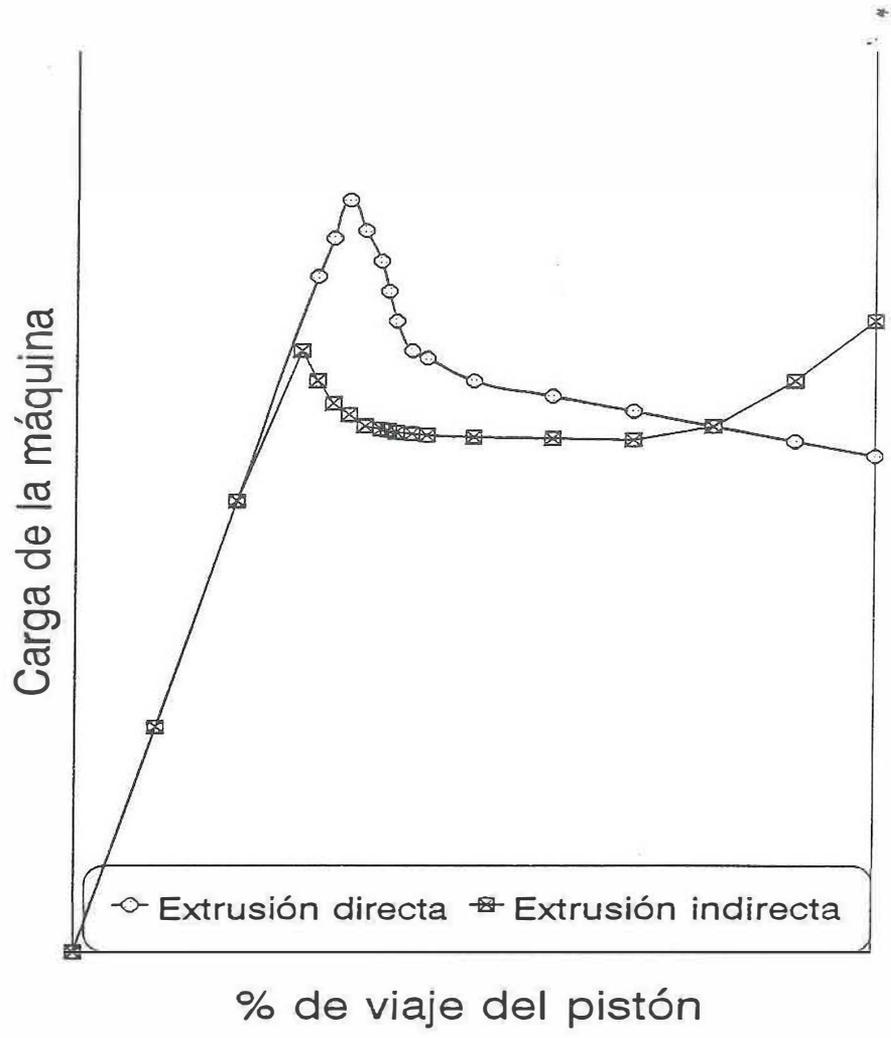


Figura 5. Gráfica esquemática de carga de extrusión VS viaje del pistón de la prensa para extrusión directa e indirecta

esfuerzos principales σ_1 , σ_2 , y σ_3 . El criterio de cedencia de Tresca indica que la deformación plástica se iniciará cuando

$$\sigma_1 - \sigma_3 = \sigma_0 \quad (1)$$

Donde σ_0 es el esfuerzo de flujo medido en una prueba de tensión bajo las condiciones específicas impuestas durante el proceso de deformación plástica.

La característica principal de la extrusión es que los tres esfuerzos principales son compresivos y σ_3 tiene la magnitud algebraicamente menor mientras que $\sigma_1 = \sigma_2$ y son de magnitud algebraica mayor que σ_3 , por lo tanto

$$\sigma_1 = \sigma_2 > \sigma_3 \quad \text{y} \quad \sigma_1 - \sigma_3 = \sigma_0 \quad (2)$$

La fuerza axial correspondería al esfuerzo σ_3 y si se desprecia la fricción entre el tocho y el contenedor se tendrá

$$-\sigma_3 = \sigma_0 - \sigma_1$$

Si se supone que los esfuerzos σ_1 y σ_2 son en magnitud un 50% de σ_3

$$-\sigma_3 = \sigma_0 - 0.5\sigma_3 \quad \text{y} \quad -\sigma_3 = 2\sigma_0 \quad (4)$$

Lo cual indica que el valor de la carga necesaria para iniciar la deformación en extrusión es siempre significativamente más alta que el esfuerzo de flujo del material aun y cuando no se considere fricción alguna.

La relación de extrusión representa el grado de deformación plástica impartido al material durante la extrusión del mismo, se calcula dividiendo el área de la sección transversal del tocho entre el área de la sección transversal del perfil extruido,

$$R = A_0/A_f \quad (5)$$

La relación de extrusión R es preferida sobre la reducción de área (r) utilizada para describir la deformación plástica en la prueba de tensión ya que R es un parámetro que

describe mejor la deformación plástica cuando esta corresponde a cantidades mayores que 90% de reducción de área. De cualquier manera

$$R = \frac{1}{1-r} \quad (6)$$

Considerando que la deformación se realiza de manera homogénea y que no hay fricción, la presión de extrusión esta directamente relacionada al logaritmo natural de la relación de extrusión de tal forma que la presión de extrusión puede ser expresada como:

$$P/A_0 = \sigma_0 (\ln A_0/A_f) \quad (7)$$

Donde P es la carga de extrusión y σ_0 el esfuerzo de flujo del material extruyéndose.

Si se considera la fricción la ecuación puede escribirse como

$$P = k A_0 (\ln A_0/A_f) \quad (8)$$

Donde k es llamada la constante de extrusión del material y cuyo valor incluye la influencia del valor del esfuerzo de flujo o resistencia a la deformación del material bajo las condiciones del proceso, así como de la fricción y de la deformación inhomogénea.

La rapidez de deformación promedio en la extrusión de barras a partir de tochos de sección redonda con dados planos se calcula mediante:

$$\dot{\epsilon} = \frac{6v \ln R}{D_t} \quad (9)$$

donde v es la velocidad del ariete y D_t es el diámetro del tocho.

La velocidad de extrusión tiene un efecto directo sobre la presión de extrusión y sobre la temperatura del perfil extruido por lo que deberá ser controlada tanto para no

rebasar la capacidad de carga de la prensa como para evitar un excesivo calentamiento del material que pudiera provocar la fusión incipiente del mismo.

La temperatura de trabajo es de gran importancia por que permite, cuando se incrementa, disminuir sensiblemente la resistencia del material a extruir, sin embargo, ya que el aumento en temperatura introduce problemas de oxidación, desgaste y reblandecimiento de las herramientas y dificulta la lubricación, es recomendable utilizar la temperatura mínima que mantenga el metal con una plasticidad adecuada. El límite superior de temperatura normalmente esta asociado con la fusión incipiente del material o fragilidad en caliente y dado que la excesiva deformación plástica involucrada con la extrusión incrementa substancialmente la temperatura, es necesario usar una temperatura que evite el riesgo de fusión incipiente en el material extruido.

Los cambios de temperatura durante la extrusión dependen de la temperatura inicial del tocho, la transferencia de calor entre el tocho y el contenedor y el calor desarrollado por la deformación y por la fricción.

La temperatura inicial del material se ve incrementada durante el proceso de extrusión tanto por la energía de deformación que se convierte en calor como por la fricción presente en las superficies de contacto entre el metal y las herramientas.

Si se considera que no hay fricción, la energía necesaria para deformar el material es igual a la presión de trabajo por lo que

$$w = \sigma_0 (\ln A_0/A_f) \quad (10)$$

De tal forma que si se considera un proceso adiabático entonces

$$\Delta T = \frac{\sigma_0 \ln \left(\frac{A_0}{A_f} \right)}{C} \quad (11)$$

Donde: C es el calor específico del material y ΔT es el incremento en temperatura que sufre la pieza de trabajo.

Dado que la resistencia de los metales aumenta con la rapidez de deformación, es importante tomar en cuenta que al requerirse mayor energía para deformar a mayor rapidez, se tendrá más generación de calor lo que provocará un mayor incremento de temperatura en la pieza durante la extrusión de la misma. Si la temperatura se incrementa hasta el punto de fusión incipiente del material se tendrá parcialmente fundida la superficie lo que ocasionará que se tengan defectos tales como desgarres y ampollas convirtiendo en inaceptable el producto extruido.

De acuerdo con lo anterior es necesario tener en cuenta los cambios de temperatura esperados durante la extrusión del material tanto por la energía de deformación como por la rapidez de deformación y por la fricción.

En la figura 6 se presenta un diagrama esquemático de velocidad de extrusión VS temperatura donde puede ser observado que se compone de dos gráficas una de las cuales, la de la izquierda, representa la limitación por carga de extrusión y la otra representa la limitación por fusión incipiente del material. Las condiciones de rapidez de deformación y temperatura de salida del perfil extruido deben ser tales que siempre se mantengan dentro del área sombreada ya que al caer fuera de esta área se corre el riesgo de no tener capacidad en la máquina para realizar la extrusión o fundir la superficie del material extruido ocasionando el rechazo del producto. Entre más juntas estén las gráficas mencionadas de la figura 6 menor será el rango de temperatura de trabajo y de rapidez de deformación de ese material.

La fricción presente durante la extrusión determina en gran medida la forma en que el metal fluirá desde el interior del contenedor a través del dado, en general entre menor es la fricción y más homogénea la temperatura del tocho, se tendrá una deformación más homogénea, la figura 7 muestra los distintos tipos de flujo que se pueden obtener de acuerdo a las condiciones de fricción prevalecientes durante el proceso. Es obvio que entre

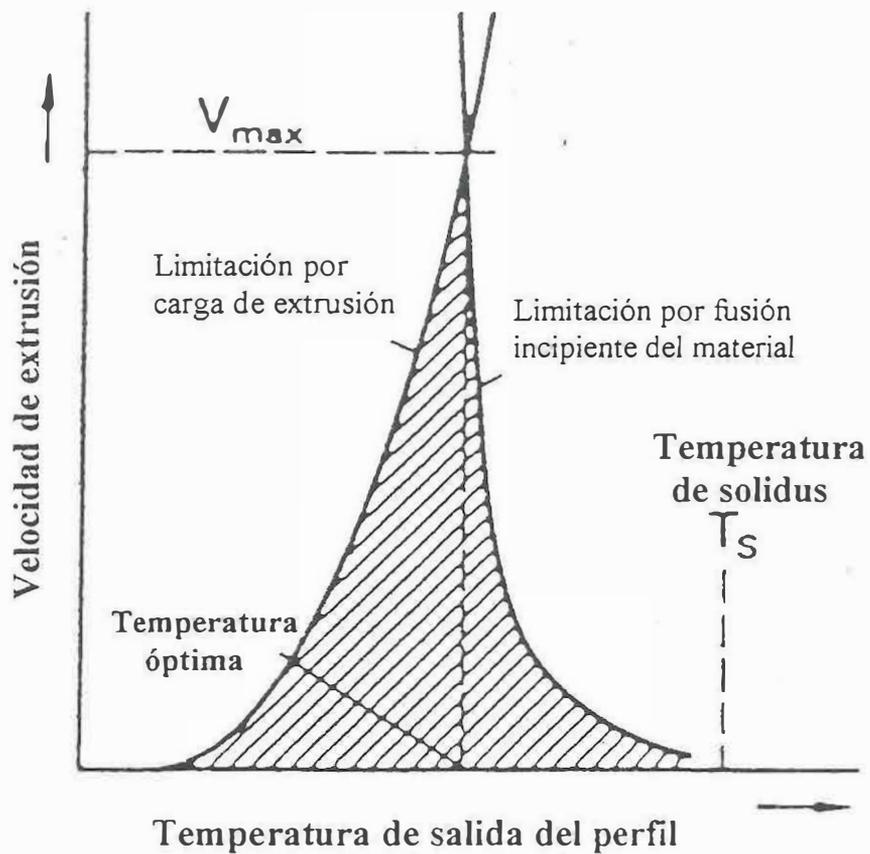


Figura 6. Diagrama esquemático de Velocidad de extrusión VS Temperatura de salida del perfil extruido

más inhomogénea sea la deformación dentro del contenedor mayor será el requerimiento de carga para extruir el material.

Dependiendo de las condiciones de fricción que prevalezcan durante el proceso de extrusión es posible detectar 4 tipos de patrones de flujo que son los esquematizados en la figura 7. Estos patrones se han designado como S, A, B y C respectivamente.

El patrón de flujo tipo S se caracteriza por ser el más uniforme posible, se logra obtener sólo con extrusión efectivamente lubricada como por ejemplo extrusión de acero utilizando vidrio fundido como lubricante o extrusión indirecta con lubricación en la cara del dado. A pesar de la ausencia de fricción se forma una pequeña zona muerta de material colocada en las esquinas de las uniones contenedor-dado.

Los patrones de flujo tipo A, B y C, se caracterizan por que al incrementar la fricción, la zona de metal inmóvil dentro del contenedor o zona muerta, aumenta de tamaño considerablemente, provocando que el patrón de flujo sea cada vez más irregular elevando con ello la carga de trabajo necesaria. Cabe aclarar que la distorsión observada en el patrón de flujo tipo C también se debe a diferencias de temperatura entre el tocho y el contenedor lo que enfría el material localmente elevando la resistencia al flujo del mismo en las regiones superficiales del tocho.

La extrusión de aleaciones de Zinc ha sido virtualmente inexistente principalmente debido a la fragilidad característica presente, esto aunado a la baja resistencia mecánica que poseen ha encajonado a las aleaciones de Zinc en aplicaciones donde no se requiere la aplicación de esfuerzos muy grandes. El campo conquistado por las aleaciones de Zinc ha sido tradicionalmente el de la fundición a presión. Otro mercado en el que virtualmente no hay competencia para el Zinc es en la protección contra la corrosión del acero. Un mercado de reciente aplicación para las aleaciones de Zinc se ha desarrollado últimamente en los Estados Unidos al fabricar con lámina de Zinc circulante metálico cobrizado.

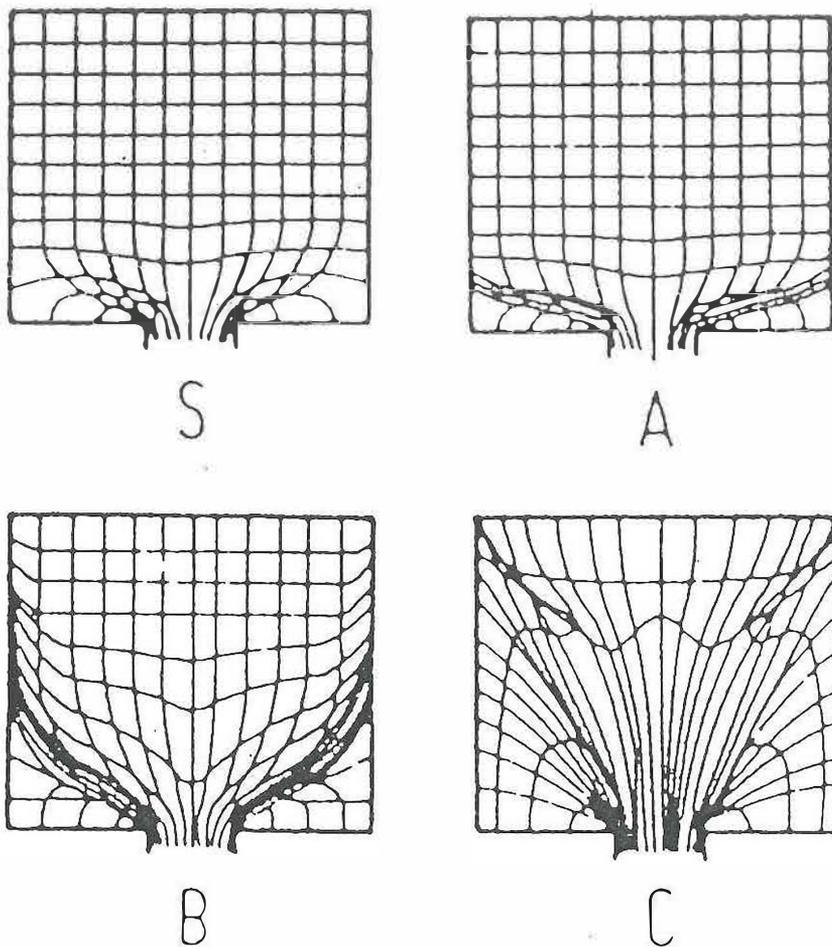


Figura 7. Patrones de flujo característicos del proceso de extrusión

Tokizawa y Takatsuji (1987), estudiaron el efecto del ángulo de entrada del dado sobre la presión de extrusión en la aleación eutécticoide Zn-Al binaria homogeneizada 350°C durante 50 horas y templada en agua, encontrando que el ángulo de 90° es el más adecuado para extrusión en caliente de la aleación, sin embargo, solamente se realizaron experimentos a una temperatura (250°C) y a una velocidad de extrusión (1.1 mm s⁻¹ de velocidad de avance).

Una gran cantidad de autores sobre superplasticidad de aleaciones Zn-Al mencionan que han obtenido el material de partida para sus estudios mediante extrusión sin dar más detalles de las variables utilizadas.

III TRABAJO EXPERIMENTAL

El trabajo experimental realizado en el presente estudio incluye:

- III.1 La preparación de aleaciones Zn-Al-Cu de diferente composición química
- III.2 Colada continua y en molde permanente de las aleaciones para obtener tochos apropiados para extrusión
- III.3 Tratamiento térmico de los tochos previo a la extrusión
- III.4 Extrusión de las aleaciones bajo diferentes condiciones de trabajo
 - III.4.1 Influencia de la temperatura
 - III.4.2 Influencia de la rapidez de deformación
 - III.4.3 Influencia de la estructura inicial del tocho de extrusión
 - III.4.4 Influencia del tipo de lubricación
- III.5 Tratamiento térmico de los productos extruidos
- III.6 Análisis de los tochos de extrusión y de los productos extruidos
 - III.6.1 Determinación de propiedades mecánicas en los tochos y en los perfiles
 - III.6.2 Análisis de la microestructura resultante en los tochos y en los productos extruidos, evolución de la microestructura y patrón de flujo observado
- III.7 DIFRACCION DE RAYOS X EN LAS ALEACIONES Zn-Al Y Zn-Al-Cu
 - III.7.1 Difracción de rayos X en Zn-Al binario
 - III.7.2 Difracción de rayos X en Zn-Al-2Cu
 - III.7.3 Difracción de rayos X en Zn-Al-5Cu
 - III.7.4 Difracción de rayos X en Zn-30Al-27Cu

En la figura 8 se presenta un diagrama de bloques de las operaciones realizadas en el presente trabajo.

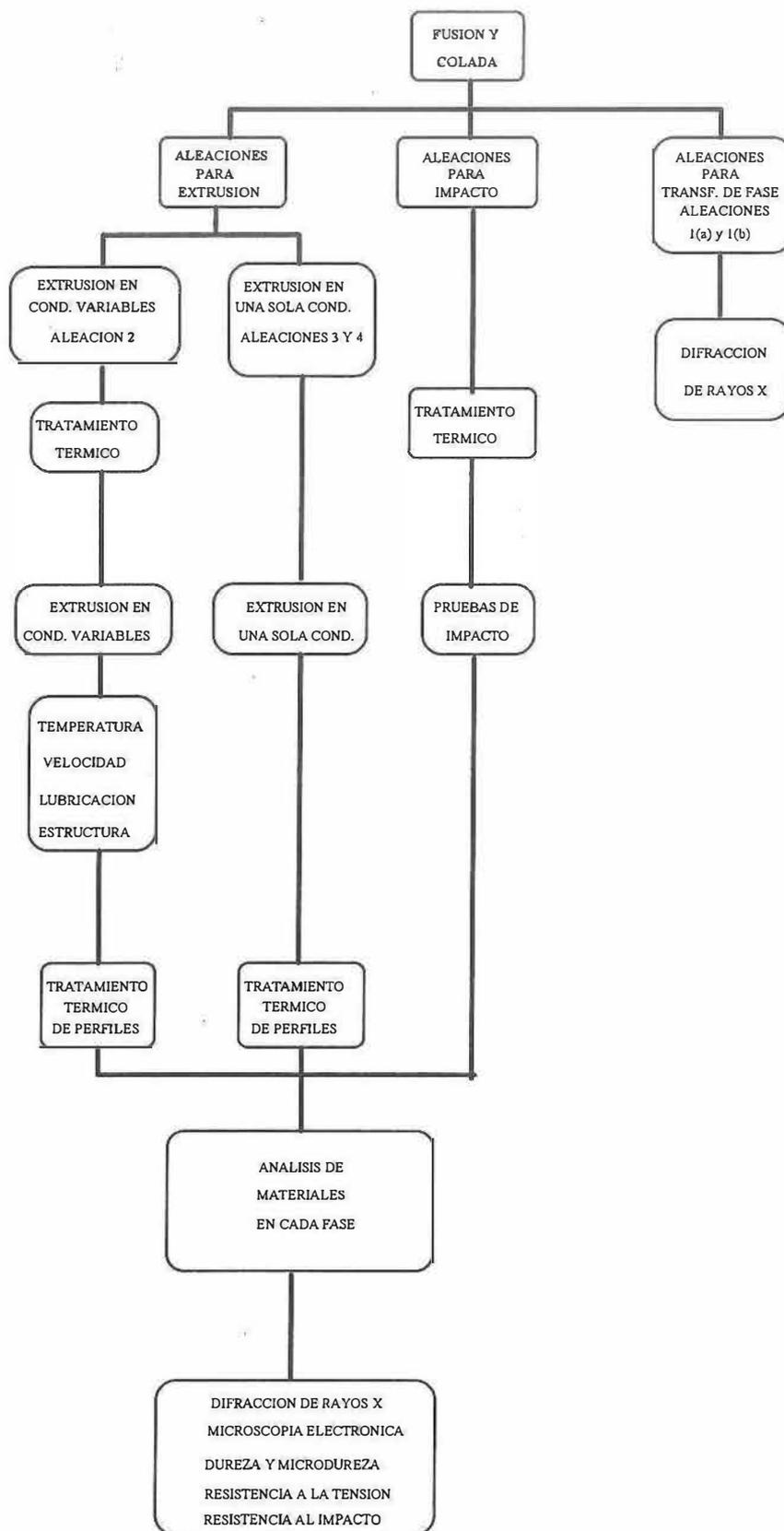


Figura 8. Diagrama de bloques del trabajo experimental realizado en la tesis de doctorado

III.1 Preparación de aleaciones

Las aleaciones Zn-Al-Cu, fueron preparadas a partir de metales de pureza comercial es decir, Zn Special High Grade, Cu y Al electrolíticos. Se prepararon aleaciones de diversas composiciones, aunque todas ellas oscilando alrededor de la composición eutectoide del sistema binario Zn-Al. Las composiciones estudiadas se presentan en la tabla I.

Tabla I Composición química de aleaciones preparadas para extrusión y difracción de rayos X

No. DE IDENTIFICACION	COMPOSICION QUIMICA % EN PESO
	Zn, Al, Cu
1	1 (a) 77.1,-22.9,-0 1 (b) 80.6,-19.4,-0
2	77,-21,-2
3	71,-23,-6
4	43,-30,-27

La aleación número 1 fue preparada en 2 composiciones una ligeramente a la izquierda del punto eutectoide binario y otra ligeramente a la derecha del punto eutectoide binario Zn-Al fueron preparadas exclusivamente para realizar estudios de difracción de rayos X y corroborar la validez del diagrama de equilibrio, no fueron por lo tanto sometidas ni a tratamientos térmicos ni a conformado mecánico. En un estudio anterior, se establecen las propiedades y la estructura de esta aleación (Negrete, 1980).

La aleación número 2; Zn77, Al21, Cu2 que corresponde a la composición química del Zinalco fue obtenida colándola tanto en molde permanente como solidificándola por colada continua. Además, fue sometida a todos los tratamientos térmicos y termo mecánicos descritos en el apartado correspondiente.

Las aleaciones 3 y 4 fueron obtenidas por colada continua y extruidas utilizando como condiciones de trabajo los parámetros determinados para la aleación 2 o bien ajustándolos a la capacidad de la prensa de extrusión. No fueron sometidas a tratamiento térmico antes de extruir y en el caso de la aleación 4, los productos extruidos no se sometieron a tratamiento térmico posterior

Asimismo, con el propósito de evaluar la resistencia al impacto de las aleaciones Zn-Al-Cu y el efecto del contenido de cobre sobre este parámetro de diseño, se prepararon mediante colada en molde permanente las aleaciones que se indican en la tabla II

Tabla II. Composición química de las aleaciones Zn-Al-Cu preparadas para evaluar la resistencia al impacto

Aleación	Zn	Al	Cu
A	77.68	21.74	0.58
B	77.26	20.14	2.34
C	74	20.95	4.95

El propósito de cambiar la composición química fue identificar la influencia de la misma en la estructura y en las transformaciones de fase presentes en el sistema, así como evaluar el efecto de las cantidades proporcionales de cada fase presente en la

microestructura de las diferentes aleaciones. En la figura 2 se encuentran marcadas con líneas las composiciones correspondientes a las aleaciones de Zn-Al binario preparadas en este trabajo y en la figura 3 se encuentran marcadas con puntos las composiciones de las aleaciones Zn-Al-Cu

III.2 Fusión y colada de tochos para extrusión

Las aleaciones fueron fundidas en un horno de inducción bajo atmósfera libre, en un crisol de grafito con capacidad para 3 Kg. aproximadamente. La temperatura de fusión que se utilizó fue de 750°C, evitando siempre rebasar ésta ya que se corre el riesgo de evaporar el Zinc.

Aunque el cobre tiene un punto de fusión mayor que la temperatura utilizada para preparar las aleaciones, su incorporación se logró mediante difusión, la cual fue intensificada por la agitación natural presente en el horno debido a la inducción. Una vez fundidas las aleaciones, fueron vaciadas en moldes de acero para obtener barras de 40 mm. de diámetro las cuales serían posteriormente utilizadas para obtener tochos para extrusión.

En el caso de la aleación 2, además de vaciarla en molde de acero (molde permanente), fue transportada a un dispositivo de colada semicontinua que fue diseñado para obtener barras redondas de 38 mm. de diámetro. La razón por la cual se utilizó el sistema de colada semicontinua fue la presencia de porosidad en las barras solidificadas mediante colada en molde permanente.

La colada en molde permanente se efectuó en lingotera cilíndricas de acero, mientras que la colada continua se efectuó en un sistema que a continuación se describe.

Descripción del equipo de colada continua:

El equipo de colada continua se muestra en la figura 9 y consta de:

- Contenedor del metal líquido el cual es calentado mediante una resistencia de banda
- Cristalizador donde solidifica el metal líquido

- Sistema de enfriamiento primario localizado junto al cristalizador y que consiste esencialmente de una camisa dentro de la cual circula una corriente de agua encargada de extraer el calor necesario para provocar la solidificación del metal.
- Sistema extractor de la barra solidificada el cual consiste de un bloque inicializador y de una plataforma deslizante que se mueve hacia abajo conforme procede la solidificación.
- Sistema de enfriamiento secundario encargado de extraer el calor remanente en la barra solidificada.

Las condiciones de operación del sistema de colada continua fueron las siguientes:

Temperatura de la aleación 560°C

Flujo de agua 5 lts/ minuto

velocidad de avance de la plataforma 5 cm/min

flujo de agua de enfriamiento secundario 1 lt/min

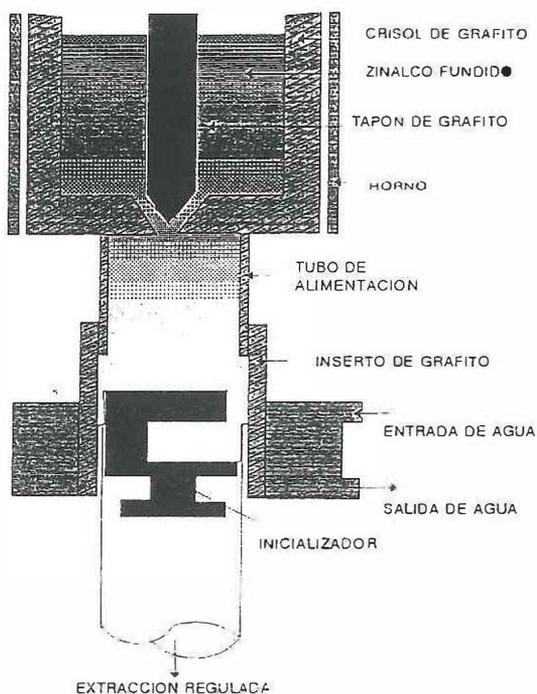


Figura 9. Esquema del dispositivo de colada continua

III.3 Tratamiento térmico previo a la extrusión

Una vez obtenidas las barras de la aleación 2 mediante colada continua, fueron seccionadas para obtener tochos para extrusión de 100 mm de largo. Los tochos fueron sometidos a un tratamiento térmico previo a la extrusión de las mismas. El tratamiento consistió en someter los tochos a una temperatura de 350°C durante 1 hora y luego enfriarlos vigorosamente en agua, moderadamente en el aire y lentamente en el horno de tratamiento. También se conservaron tochos con la estructura original.

Como puede observarse en el diagrama de equilibrio de las figuras 2 y 3, a una temperatura de 350°C las aleaciones se encuentran dentro del campo de la fase β con pequeñas cantidades de fase ϵ para la aleación 2 y τ' para la aleación 3. En el caso de la aleación 4 la composición química se ubica a 350°C dentro del campo de las fases $\beta + \tau'$. La razón por la cual se imparten los tratamientos térmicos a las aleaciones usando como temperatura de calentamiento 350°C es que la fase β presente en esa temperatura sufre una descomposición en las fases $\alpha + \eta$ al enfriarse por debajo de los 275°C. Las fases producidas por la descomposición de la fase β pueden presentar un arreglo laminar dando lugar a una estructura semejante a la denominada perlita en los aceros, o pueden presentar un arreglo granular característico de las aleaciones Zn-Al con propiedades superplásticas.

Negrete y Campos (1982), determinaron mediante dilatometría de alta velocidad el diagrama Tiempo - Temperatura - Transformación para la aleación con composición similar a la número 2 de este estudio. El diagrama obtenido se presenta en la figura 10 y puede observarse que la descomposición de la fase β aún a temperatura cercanas a la ambiente toma lugar en tiempos relativamente cortos (30 Segundos),

A cada uno de los estados de tratamiento térmico impartidos a los tochos se les denominó de la siguiente manera:

Enfriamiento vigoroso en agua;

Templado

Enfriamiento al aire:

Normalizado

Enfriamiento lento dentro del horno: **Recocido**

Sin tratamiento térmico: **Colada**

Las aleaciones 3 y 4, solo se vaciaron por colada continua y no en molde permanente, además no fueron sometidas a tratamiento térmico previo a la extrusión.

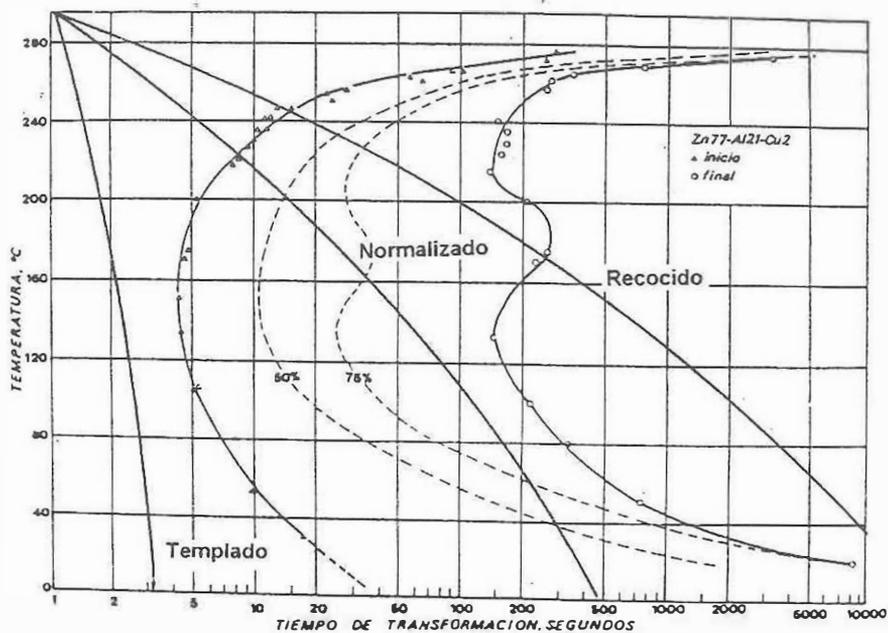
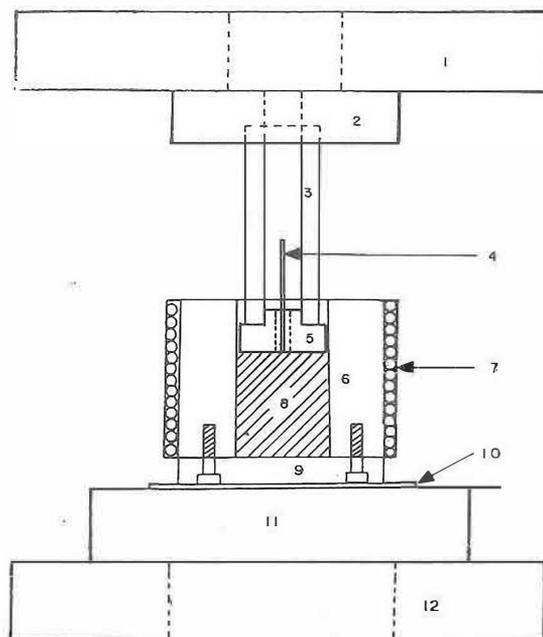


Figura 10. Diagrama Tiempo-Temperatura Transformación Determinado por dilatometría de alta velocidad para la aleación 2, mostrando las trayectorias estimadas de enfriamiento durante los tratamientos térmicos aplicados.

III.4 Extrusión de aleaciones Zn-Al-Cu

Los tochos de las aleaciones fueron extruidos en una prensa del tipo indirecto de 25 toneladas de capacidad. En la figura 11, se presenta un esquema de la prensa de extrusión utilizada. La extrusión de la aleación 2 colada en molde permanente se llevó a cabo bajo diferentes condiciones con el fin de determinar la influencia de los diversos parámetros involucrados en el proceso.

Ya que todos los parámetros de extrusión convergen sobre la carga necesaria para llevar a cabo el proceso, los parámetros utilizados fueron inicialmente definidos a partir de las ecuaciones establecidas para calcular la carga de extrusión procurando que el valor máximo de ésta, no se acercara demasiado a la capacidad de carga de la prensa con el fin de tener un amplio margen de carga disponible para poder realizar pruebas bajo diferentes condiciones con rangos de trabajo más o menos amplios.



- | | |
|--------------------|-------------------------|
| 1 CABEZAL SUPERIOR | 7 RESISTENCIA ELECTRICA |
| 2 BASE PARA ARIETE | 8 TOCHO DE ZINCO |
| 3 ARIETE | 9 TAPA DE CONTENEDOR |
| 4 TERMOPAR | 10 MICA AISLANTE |
| 5 DADO | 11 PLACA SOPORTE |
| 6 CONTENEDOR | 12 CABEZAL INFERIOR |

Figura 11. Esquema del dispositivo de extrusión inversa utilizado para realizar las pruebas

III.4.1 Influencia de la Temperatura

La temperatura juega un papel muy importante en el conformado mecánico de los metales ya que por regla general la resistencia mecánica de los materiales disminuye sensiblemente al incrementar la temperatura. El límite superior de temperatura hasta el cual se puede calentar la pieza de trabajo está determinado por la fusión incipiente del material, generalmente se desea trabajar a la temperatura más alta posible con el fin de utilizar la menor carga de trabajo posible. Sin embargo, al deformar plásticamente el metal se libera una gran cantidad de calor que incrementa la temperatura de la pieza, por consiguiente, debe haber una adecuada selección de la temperatura de trabajo; de la rapidez de deformación y de la cantidad de deformación a impartir en la pieza de trabajo para evitar el calentamiento excesivo que pueda provocar la fusión parcial del material.

De acuerdo con lo anterior se realizaron pruebas de extrusión iniciales con el fin de definir la temperatura más adecuada para la extrusión utilizando valores definidos para los demás parámetros que fueron:

Relación de áreas: 14:1

Rapidez de deformación: $5.2 \times 10^{-2} \text{ Seg}^{-1}$;

Lubricación con Bardalh 2;

Semiángulo de entrada del dado de 90° una sola cavidad redonda y concéntrica.

Bajo estas condiciones previamente definidas se realizaron pruebas de extrusión a las siguientes temperaturas: 220°C , 270°C , 290°C , 310°C , 320°C y 340°C , registrándose en cada caso la carga necesaria para provocar la extrusión del material, o carga de ruptura. De estas pruebas a diferente temperatura se concluyó que la temperatura más adecuada era la de 290°C , ya que además de estar casi 100°C debajo del punto de fusión incipiente del material, requiere una carga de extrusión de sólo 14.8 toneladas, lo que da margen a cambiar otras variables sin sobrepasar la capacidad de la máquina. Por esta razón, se tomó este valor ya como una constante para realizar las pruebas posteriores en las que se cambiaron los valores de los otros parámetros.

Posteriormente, tochos de la aleación 2 solidificada por colada continua y tratados térmicamente fueron extruidos a 260°C y 300°C utilizando los parámetros ya definidos y mencionados anteriormente, cambiando a 3 el número de cavidades en el dado, siendo las cavidades del dado de forma circular para obtener barras redondas de aproximadamente 5mm de diámetro. La razón por la cual se realizó este ciclo de pruebas en la aleación 2 colada continuamente fue que se descubrió que las propiedades en los perfiles obtenidos a partir de la misma aleación pero solidificada en molde permanente son muy variables debido a la presencia de porosidad. Además, se encontró que la microestructura de los productos extruidos básicamente depende de que la temperatura de extrusión se mantenga por encima

o por debajo de la temperatura de transformación eutécticoide, (275°C) de tal manera que las dos temperaturas seleccionadas se ubican una por encima y otra por debajo de la eutécticoide.

III.4.2 Influencia de la velocidad de extrusión

La rapidez de deformación en la extrusión tiene influencia en los siguiente aspectos:

- a) Hay un aumento en la resistencia del metal a extruir conforme se incrementa la velocidad de extrusión. En el caso particular del Zinalco es de sobra conocido que las propiedades superplásticas se deben a la sensibilidad a la rapidez de deformación. Es decir, la resistencia experimenta cambios notorios al variar la rapidez de deformación y estos cambios son más pronunciados en temperaturas alrededor de los 250°C .
- b) Hay mayor generación de calor y por consiguiente un aumento en la temperatura de la pieza de trabajo.
- c) Hay una lubricación más homogénea al incrementar la velocidad de extrusión.

El análisis de la rapidez de deformación, se realizó manteniendo fijos los valores de los demás parámetros. La rapidez de deformación utilizada para cada prueba de extrusión se varió dentro del rango de $1.6 \times 10^{-2} \text{ Seg}^{-1}$ hasta $2.64 \times 10^{-1} \text{ Seg}^{-1}$. En cada caso se midió nuevamente la carga necesaria para provocar la extrusión del material. De los resultados de estas pruebas de rapidez de deformación se concluyó que la rapidez óptima es la de $5.2 \times 10^{-2} \text{ Seg}^{-1}$ por lo que las pruebas posteriores para evaluar los demás parámetros se llevaron a cabo utilizando este valor como constante.

No fue posible realizar pruebas a mayor rapidez de deformación ya que se hubiera rebasado la capacidad de la máquina, lo que implicaría un diseño totalmente nuevo para las pruebas. Sin embargo, el rango de rapidez de deformación estudiado cubre razonablemente el de la extrusión industrial y además extrapolando los valores obtenidos puede predecirse el comportamiento del material cuando se extruya en velocidades más altas.

III.4.3 Influencia de las condiciones de lubricación

El tipo de extrusión utilizado en las pruebas desarrolladas en este estudio, prácticamente no genera fricción entre la superficie del tocho y del contenedor ya que no hay movimiento relativo entre ellos, la fricción por lo tanto, se presente únicamente entre la superficie del tocho en contacto con la superficie del dado y entre la superficie del dado al deslizarse sobre la superficie del contenedor. La lubricación impartida en estas pruebas se realizó con el fin de disminuir la fricción y por consiguiente la carga de extrusión.

Una vez establecidos los valores de temperatura y rapidez de deformación se procedió a realizar pruebas para elegir el lubricante más apropiado para lo cual se consideraron los siguientes:

Grasa para baleros

Bardahl 2 (aditivo automotriz)

Teflón

Pruebas sin lubricación.

De los resultados obtenidos se eligió el bardahl 2 como el lubricante más apropiado no tanto por su capacidad para reducir la carga de extrusión sino por su estabilidad y por las mínimas dificultades que provoca su remoción posterior, en contraste con el teflón, cuya capacidad para reducir la carga de extrusión a pesar de ser más grande que la del teflón, presenta el inconveniente de que el lubricante se incrusta entre el perfil y además es prácticamente imposible removerlo de la superficie del mismo.

III.4.4 Influencia de la estructura previa del tocho de extrusión

Una vez determinados los parámetros de extrusión, se llevaron a cabo pruebas utilizando como material de partida los tochos con tratamiento térmico previo. Ya que el tratamiento térmico impartido a los tochos de la aleación 2 permiten tener 4 diferentes tipos

de estructura inicial se desea conocer el comportamiento de cada una de ellas ante la deformación plástica en alta temperatura.

Las condiciones utilizadas para la extrusión de tochos tratados térmicamente de la aleación 2 obtenida por colada continua fueron las siguientes

Relación de áreas 17:1

Lubricación con Bardalh 2

Semiángulo de entrada 90°

Dado con tres cavidades redondas

Temperatura 260°C y 300°C

Rapidez de deformación $5.2 \times 10^{-2} \text{ Seg}^{-1}$

Las condiciones utilizadas para realizar la extrusión de las aleaciones 3 y 4 fueron las siguientes:

Relación de áreas 12:1

Lubricación con Bardalh 2

Semiángulo de entrada 90°

Dado de una sola cavidad rectangular de 2 mm. de ancho por 20 mm. de largo

Temperatura 320°C

Rapidez de deformación $5.2 \times 10^{-2} \text{ Seg}^{-1}$

En el caso de la aleación 4 no fue posible mantener la rapidez ya que por su alta resistencia fue necesario elevar la temperatura y disminuir la rapidez para lograr la extrusión antes de agotar la capacidad de carga de la máquina.

III.5 Tratamiento térmico de los productos extruidos

Todos los perfiles extruidos de las aleaciones 2 y 3 tanto las coladas en molde permanente como en forma continua fueron sometidos a un tratamiento térmico posterior que consistió en calentar los perfiles a 350°C durante 1 hora y luego enfriarlos en agua, en

aire y lentamente dentro del horno. De esta manera se obtuvieron 4 estados de tratamiento térmico en los perfiles extruidos que se caracterizaron de manera análoga a como se hizo con los tochos tratados térmicamente, es decir, templado, normalizado, recocido y extruido sin tratamiento térmico. Únicamente en el caso de la aleación 4 se consideró innecesario realizar el tratamiento térmico ya que la gran fragilidad del material no hubiera permitido obtener resultados confiables.

III.6 Análisis de los tochos y de los productos de la extrusión

De cada uno de los tochos de la aleación 2 colada en molde permanente, en sus diferentes modalidades de tratamiento térmico así como de los perfiles obtenidos una vez realizadas las pruebas de extrusión, se separaron muestras para observar la microestructura presente en cada caso y se maquinaron probetas para determinar las propiedades mecánicas de dureza y resistencia a la tensión. Asimismo, se observó al microscopio óptico y al microscopio electrónico de barrido una sección longitudinal del residuo no extruido del tocho con el fin de visualizar patrones de flujo y la evolución de la microestructura durante la deformación plástica. En el caso de los tochos para extrusión, no se llevó a cabo la prueba de tensión por la dificultad para seccionar la muestra. Sin embargo se realizaron pruebas de anillos de compresión para determinar el esfuerzo de flujo del zinalco bajo condiciones de conformado mecánico en caliente. Estas pruebas se realizaron utilizando la prueba del anillo de compresión desarrollada inicialmente para evaluar la fricción por Male y Cockcroft (1964) y posteriormente para evaluar el esfuerzo de flujo por Avitzur y Van Tyne (1982).

Por otro lado, tanto los tochos, los residuos no extruidos de los mismos así como los perfiles extruidos de la aleación 2 obtenida por colada continua, fueron observados al microscopio electrónico de barrido, y analizados mediante difracción de rayos X. Asimismo se maquinaron probetas para la determinación de la resistencia a la tensión, la ductilidad y la

dureza de los productos extruidos. Además se midió la dureza de los tochos tratados antes de extruirlos

En el caso de las aleaciones 3 y 4 se observó al microscopio electrónico de barrido la microestructura del tocho antes de extruir, la del residuo de extrusión y la de los perfiles extruidos. En el caso de la aleación 3, se observó también la microestructura de los perfiles tratados térmicamente, operación que no se llevó a cabo en la aleación 4 por no haberse realizado ningún tratamiento térmico a los perfiles extruidos de esta aleación. Tanto los tochos antes de extruir, como los perfiles extruidos de las aleaciones 3 y 4 fueron analizados mediante difracción de rayos X

III.6.1 Determinación de propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas evaluadas fueron dureza; resistencia al impacto y resistencia a la tensión y ductilidad. Estos ensayos se realizaron utilizando un durómetro universal marca Gnehm-Horgen en la escala Rockwell B, y en la escala Rockwell C en el caso de la aleación 4, aplicando la carga durante un tiempo de 30 seg.; una máquina de ensayos de impacto marca Shimadzu y una máquina de ensayos mecánicos marca Instron

III.6.1.1 Propiedades mecánicas de los tochos antes de la extrusión

En este caso solamente se midieron propiedades mecánicas de dureza, tanto en los tochos de la aleación 2 obtenida por colada continua y en molde permanente con tratamiento térmico previo a la extrusión, como en los tochos de las aleaciones 3 y 4 colados continuamente.

Se realizaron pruebas de impacto para determinar la resistencia al impacto en las aleaciones de la tabla II, la determinación de la resistencia al impacto se realizó en estas aleaciones a diferentes temperaturas

III.6.1.2 Propiedades de los perfiles extruidos

Las propiedades mecánicas evaluadas en los perfiles extruidos con y sin tratamiento térmico fueron; resistencia a la tensión, dureza y resistencia al impacto. La resistencia al impacto se evaluó únicamente en perfiles extruidos de la aleación 2 con y sin tratamiento térmico, utilizando una máquina de impacto marca Shimadzu y probetas tipo charpy sin entalla. Los ensayos de impacto se realizaron dentro del rango de temperaturas de 20°C a 300°C.

III.6.2 Análisis de la microestructura resultante en los tochos y en los productos extruidos

III.6.2.1 Caracterización de la microestructura de los tochos antes de la extrusión

Para las dos condiciones de colada y de cada condición de tratamiento térmico de la aleación 2, se prepararon muestras para observar la microestructura resultante al Microscopio Electrónico de Barrido (MEB). El equipo utilizado fue un microscopio electrónico de barrido marca Jeol modelo JSMP15.

De las aleaciones 3 y 4, sólo se prepararon muestras en estado de colada continua ya que no se vaciaron en molde permanente y además no fueron sometidas a tratamiento térmico previo a la extrusión. Por lo tanto, estas aleaciones sólo fueron observadas al microscopio en la condición de colada continua.

La microestructura de las aleaciones mencionadas en la tabla II que fueron utilizadas para realizar determinaciones de la resistencia al impacto en diferentes temperaturas, fue observada también al microscopio electrónico de barrido.

Con el fin de auxiliar el análisis de la microestructura, se hizo uso de manera esporádica de técnicas de micro análisis mediante energía dispersiva de rayos X (EDX) en el microscopio electrónico de barrido. Asimismo se utilizó también la técnica de difracción de rayos X para caracterizar las fases presentes. Cabe aclarar que el uso del microanálisis

estuvo limitado sólo a los casos en que se tenía incertidumbre en la identificación de los constituyentes, debido a que por carecerse del equipo necesario, se recurrió al equipo que posee el Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM.

III.6.2.2 Caracterización de la microestructura en los perfiles sin tratamiento térmico posterior a la extrusión

Los perfiles extruidos de la aleación 2 obtenida por colada continua y cuyos tochos fueron tratados térmicamente antes de extruirlos a 260°C y 300°C se observaron al microscopio electrónico de barrido para caracterizar la estructura resultante.

Por otro lado los perfiles extruidos de las aleaciones 3 y 4 fueron también observados al microscopio electrónico de barrido.

III.6.2.3. Caracterización de la microestructura de los perfiles con tratamiento térmico posterior a la extrusión

Los perfiles extruidos de las aleaciones 2 y 3 que fueron tratados térmicamente después de extruirlos, fueron observados al microscopio electrónico de barrido.

III.6.2.4 Evolución de la microestructura durante la extrusión de las aleaciones

Los residuos de extrusión de las aleaciones 2 3 y 4, fueron seccionados longitudinalmente, para observar al microscopio electrónico de barrido, la evolución de la microestructura del material durante la extrusión en alta temperatura, de manera general se observaron principalmente 3 zonas de cada residuo de extrusión; La zona no deformada o base del residuo, la zona de alta deformación plástica o sea cerca del orificio de salida del dado y la zona del perfil extruido.

III.6.2.5 Patrones de flujo observados en los residuos de extrusión

Se realizaron algunas pruebas de extrusión con la aleación 2 en las que el tocho fue inicialmente cortado a la mitad en la dirección longitudinal y se grabó una rejilla cuadriculada mediante rayado con herramienta de corte, poniéndose lubricante entre las dos mitades antes de realizar la extrusión con el fin de evitar la soldadura de las superficies de contacto. La extrusión se realizó solamente hasta un 25 % de la longitud del tocho y enseguida se procedió a separar las dos mitades del tocho semiextruido. Este experimento permite observar la distorsión creada dentro del material a través del análisis de la rejilla cuadriculada.

III.7 DIFRACCION DE RAYOS X EN LAS ALEACIONES Zn-Al Y Zn-Al-Cu

Con el fin de caracterizar las fases presentes en las diferentes aleaciones, se realizaron análisis de difracción de rayos X en las aleaciones con diferente estado microestructural según la historia térmica o termomecánica de cada una de ellas.

La aleación Zn-Al binaria de composición eutectoide fue analizada mediante difracción de rayos X en alta temperatura con el fin de comprobar la posible existencia de una fase intermedia β dentro del diagrama de equilibrio Zn-Al y confirmar de esta manera la validez de la segunda versión del diagrama, para ello se realizaron calentamientos de la aleación hasta 370°C dándose tiempos de permanencia de hasta 15 horas y realizando análisis de difracción a diferentes intervalos de tiempo.

El análisis de difracción de rayos X en alta temperatura fue posteriormente extendido a las aleaciones 2 y 3 con el fin de determinar las fases presentes en las diferentes temperaturas de interés para el tratamiento térmico y su evolución durante el enfriamiento de las aleaciones hasta la temperatura ambiente.

Las aleaciones 2, 3 y 4 fueron analizadas mediante difracción de rayos X en cada uno de los estados microestructurales en que se encontraron de acuerdo con el estado de tratamiento térmico impartido, es decir, se analizaron por difracción de rayos X

- Tochos con estructura de colada
- Tochos colados y tratados térmicamente
- Perfiles extruidos sin tratamiento térmico
- Perfiles extruidos con tratamiento térmico

III.7.1 Difracción de Rayos X en Zn-Al binario

Los ciclos de calentamiento a que fueron sometidas las dos aleaciones Zn-Al binarias de composición cercana a la eutectoide fueron como sigue.

Aleación 1(a):

- Difracción a temperatura ambiente, con el fin de identificar las fases presentes.
- Difracción a 265°C, para identificar las fases presentes a una temperatura ligeramente inferior a la de transformación eutectoide.
- Difracción a 280°C, para identificar las fases presentes a una temperatura ligeramente superior a la de transformación eutectoide.
- Difracción a 320°C, para identificar las fases de la región de insolubilidad, se realizó un nuevo barrido a esta misma temperatura luego de 3 horas de permanencia.
- Difracción a 370°C, con el fin de determinar los posibles cambios dentro de la fase de alta temperatura y comprobar la existencia de una fase intermedia.
- Enfriamiento a 250°C y difracción a esa temperatura, con el fin de determinar las fases presentes a una temperatura inferior a la eutectoide durante el ciclo de enfriamiento.
- Difracción a temperatura ambiente luego del ciclo para determinar los cambios sufridos por la muestra con el ciclo térmico a que fue sometida.

Aleación 1(b):

- Difracción a temperatura ambiente, para identificar las fases iniciales.
- Difracción a 290°C, para identificar las fases presentes a una temperatura ligeramente superior a la de transformación eutectoide.
- Difracción a 370°C, y difracción a 370°C luego de 15 horas de permanencia a esa temperatura, con el fin de identificar posibles cambios en las fases presentes en alta temperatura.

III.7.2 Difracción de Rayos X en Zn-Al-2Cu

Los análisis de difracción de rayos X en la aleación 2 se realizaron tanto a temperatura ambiente como en alta temperatura. A temperatura ambiente se analizaron los tochos de colada para extrusión con tratamiento térmico; los perfiles obtenidos a partir de los tochos, y los perfiles extruidos y tratados térmicamente. Esto se realizó tanto en la aleación 2 extruida a 260°C, como en la extruida a 300°C. En alta temperatura sólo se analizó la aleación 2 extruida a 260°C, la muestra fue obtenida del residuo del tocho de extrusión. El ciclo de calentamiento al que fue sometida esta aleación dentro del difractómetro fue el siguiente:

- Difracción a temperatura ambiente, para identificación de las fases iniciales.
- Difracción a 275°C para identificar las fases presentes a una temperatura justo abajo de la de transformación eutectoide.
- Difracción a 290°C para identificar las fases presentes a una temperatura ligeramente superior a la eutectoide.
- Difracción a 320°C, para identificar posibles cambios en las fases presentes en alta temperatura.
- Difracción a 265°C, para identificar las fases presentes durante el enfriamiento de la aleación al cruzar la temperatura de transformación eutectoide.
- Difracción a temperatura ambiente luego del ciclo, para identificar los cambios sufridos por la aleación al someterla al ciclo de calentamiento.

III.7.3 Difracción de Rayos X en Zn-Al-6Cu

Los análisis de difracción de Rayos X realizados en la aleación 3 fueron a temperatura ambiente y en alta temperatura. A temperatura ambiente se realizaron análisis en muestras de la aleación en estado de colada y en los perfiles extruidos con y sin

tratamiento térmico. En alta temperatura se realizó un ciclo semejante al efectuado en la aleación 2.

III.7.4 Difracción de Rayos X en Zn-30Al-27Cu

Los análisis efectuados a esta aleación se realizaron a temperatura ambiente sobre muestras con estructura de colada, homogeneizada y extruida. En alta temperatura se utilizó una muestra obtenida del perfil extruido y el ciclo al que fue sometida consistió en:

- Difracción a temperatura ambiente.
- Difracción a 270°C en la etapa de calentamiento.
- Difracción a 280°C en la etapa de calentamiento.
- Difracción a 350°C.
- Difracción a 250°C en la etapa de enfriamiento.
- Difracción a temperatura ambiente luego del ciclo.

IV RESULTADOS

A continuación se reportan y analizan los resultados obtenidos al desarrollar las diversas pruebas descritas en el trabajo experimental. Los resultados se ordenaron de la siguiente manera: en primer término, se presentan la microestructura y propiedades de las aleaciones en estado de colada, es decir hasta antes de la etapa de conformado mecánico, los resultados de las pruebas de extrusión se reportan en segundo término, en seguida se reportan los resultados de la microestructura y las propiedades evaluadas en los productos extruidos con y sin tratamiento térmico posterior a la extrusión. Finalmente, se presentan los resultados de los análisis de rayos X llevados a cabo en las diferentes aleaciones a temperatura ambiente y en alta temperatura.

Cabe aclarar, que a pesar de haber encontrado en este trabajo, que la versión del diagrama de equilibrio binario Zn-Al es inaceptable, se continuará utilizando la misma nomenclatura para distinguir las fases presentes en el diagrama, ya que hacer los cambios de terminología ocasionaría confusión innecesaria.

Por lo tanto, las fases sólidas presentes en el sistema Zn-Al son: fase β , la cual existe en alta temperatura y es una solución sólida de aluminio con una gran cantidad de Zinc disuelto pero manteniendo la estructura del aluminio (CF); fase α , la cual es también una solución sólida de Al con Zn y tiene la estructura del aluminio (CF); y fase η que es una solución sólida de Zn con Al y tiene la estructura del Zinc (HC).

IV.1 Microestructura y propiedades de las aleaciones en estado de colada

A continuación se reportan los resultados obtenidos al observar la microestructura de las aleaciones y evaluar las propiedades mecánicas medidas en las mismas. En este apartado, se incluyen resultados para aleaciones en estado de colada y aleaciones en estado de colada con tratamiento térmico posterior. Las propiedades mecánicas evaluadas en las aleaciones en

esta condición fueron únicamente la dureza en todas y en algunas la resistencia a la tensión y al impacto

Los resultados de las pruebas realizadas para evaluar la resistencia al impacto en aleaciones con estructura de colada, se reportan en el artículo que se anexa al presente trabajo y cuyo título es "Effect of Copper Modification on Impact Strength of Zinc Aluminum Alloys"

IV.1.1 Microestructura y propiedades de las aleaciones en estado de colada obtenidas al vaciar en molde permanente

La microestructura de la aleación 2, que fue la única colada en molde permanente, se presenta en la figura 12, es de naturaleza dendrítica y está constituida básicamente por las siguientes fases o mezclas de fases:

- a) Fase α primaria que corresponde al primer sólido en formarse, se encuentra ubicada en el centro de las dendritas y tiene una composición química más rica en aluminio que la otras fases presentes
- b) Mezcla de fases $\alpha + \eta$, formadas al ocurrir la transformación eutécticoide de la fase β , dado que la velocidad de enfriamiento de la aleación desde la temperatura de vaciado no fue muy severa, esta mezcla de fases que se producen por transformación eutécticoide se encuentran en forma de laminillas con espaciado interlaminar fino.
- c) Mezcla de fase $\alpha + \eta$ cuya formación se provoca inicialmente durante la solidificación como un eutéctico remanente formado por las fases $\beta + \eta$ y del que posteriormente, durante el enfriamiento de la aleación por debajo de los 275 °C, la fase β se transformará en $\alpha + \eta$. El tamaño aproximado de las dendritas observadas en esta aleación es de 100 a 200 μm y la dureza Rockwell B es de 52 unidades.

En las aleaciones solidificadas en molde permanente, es casi imposible eliminar la presencia de poros y cavidades dentro del material debido principalmente al aire atrapado

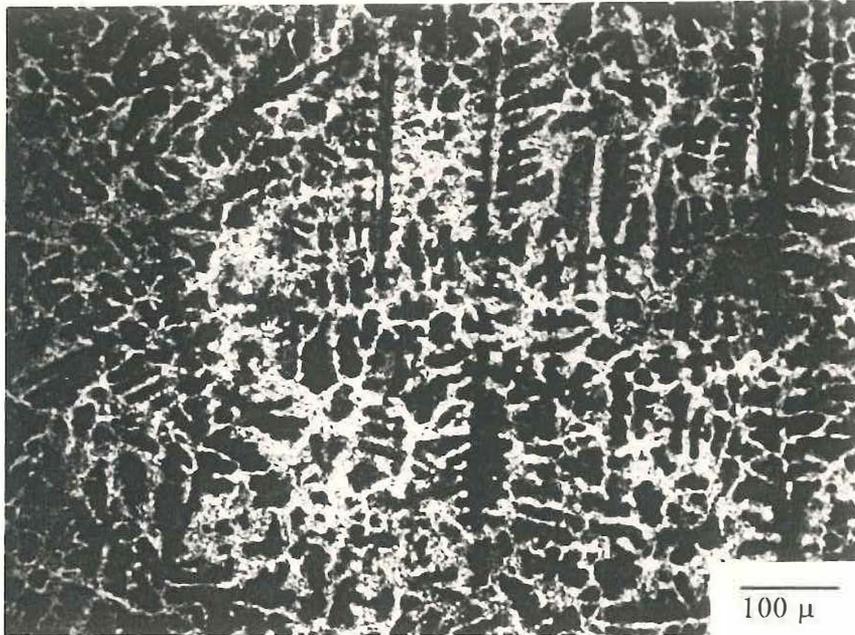


Figura 12. Estructura de colada en molde permanente de la aleación 2



Figura 13. Estructura de colada continua observada en la aleación 2

dentro del lingote al solidificar la parte superior del mismo, la presencia de porosidad se concentra en la parte superior del lingote y para evitar de manera sustancial la presencia de estas cavidades, se debe seccionar y desechar esta parte de la barra.

IV.1.2. Microestructura y propiedades de las aleaciones en estado de colada obtenidas al solidificarlas por medio de colada continua

En el caso de la aleación 2 solidificada mediante el proceso de colada continua, la microestructura se presenta en la figura 13, en la que puede observarse principalmente la refinación del tamaño de las dendritas (de 10 a 30 μm) y la ausencia casi total de cavidades provocadas durante la solidificación, la estructura esta compuesta básicamente por las mismas fases que en el caso de la microestructura obtenida al solidificar en molde permanente sólo que sin la presencia de porosidad y un tamaño de dendrita más fino.

Los resultados de las pruebas realizadas en anillos de compresión de la aleación 2 con el fin de evaluar el esfuerzo de flujo del material a diferentes temperaturas se presentan en la figura 14, puede ser observado que el valor del esfuerzo de flujo del zinalco decae notablemente con la temperatura de prueba alcanzando valores de 25 a 40 MPa alrededor de los 250 - 300 °C.

La microestructura obtenida al solidificar la aleación 3 se presenta en la figura 15, está compuesta por dendritas formadas por fase α primaria en el centro de ellas y rodeando a ésta, fases $\alpha + \eta$ en forma de laminillas finas y finalmente, un constituyente de características eutécticas con precipitados de α en el exterior. Este constituyente eutéctico esta formado principalmente por fase ϵ y corresponde a la última porción del liquido en solidificar durante el enfriamiento de la aleación desde la temperatura de colada. Es notoria la ausencia de fase τ' , a pesar de que el contenido de cobre dentro de la aleación sugeriría que la presencia de esta fase es obligada, la razón por la que no se encuentra, es que debido a la alta velocidad de enfriamiento durante la solidificación continua, la última porción de

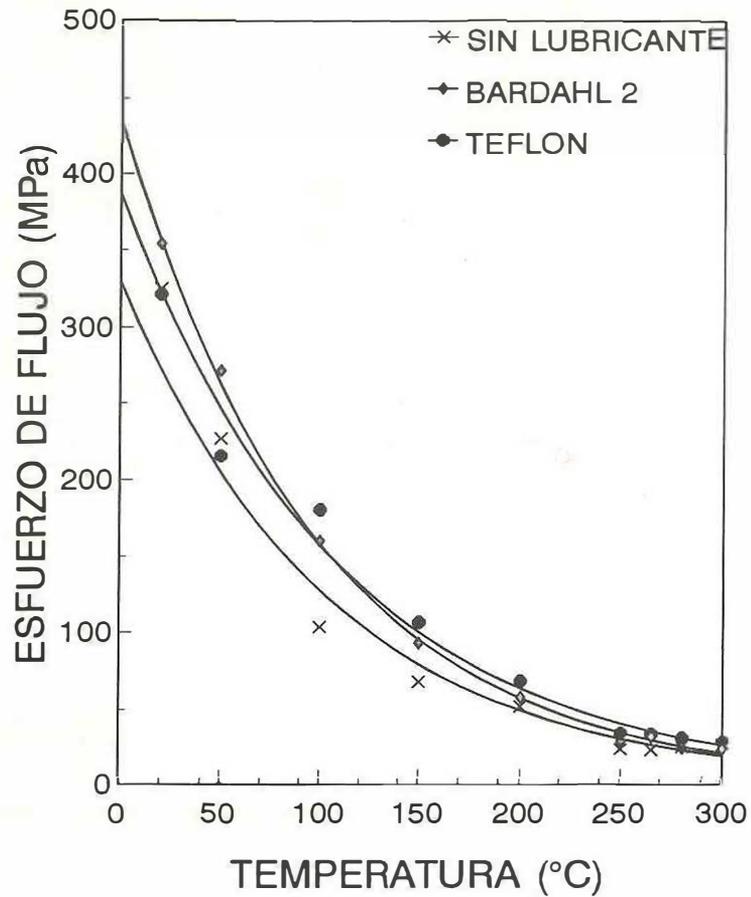


Figura 14. Determinación del esfuerzo de flujo mediante la prueba del anillo de compresión, realizado en la aleación 2 con estructura de colada a diferentes temperaturas y con diferentes lubricantes

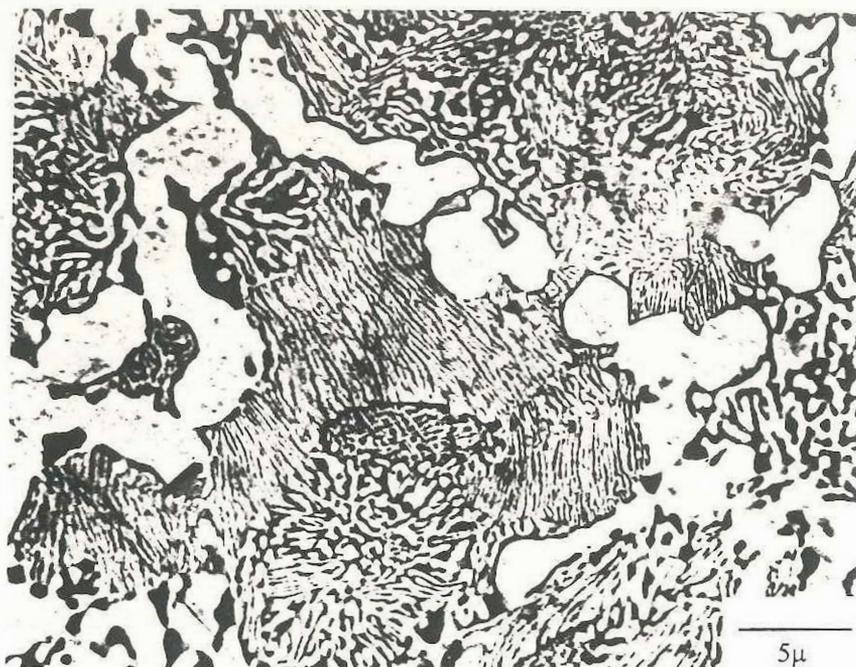


Figura 15. Estructura de colada continua observada en la aleación 3



Figura 16 Estructura de colada continua observada en la aleación 4

líquido solidifica como un eutéctico ternario formando las fases $\beta + \eta + \epsilon$, de éstas, sólo la fase β se descompone al enfriarse por debajo de la temperatura eutectoide en $\alpha + \eta$, mientras que la fase ϵ permanece metaestable impidiendo la aparición de la fase τ' .

La microestructura de colada continua obtenida en la aleación 4 se presenta en la figura 16, puede observarse la presencia de las fases $\alpha + \eta$ en forma laminar, la fase τ' y la fase ϵ que aunque su presencia es más bien inesperada se encuentra debido a la alta velocidad de enfriamiento de la aleación durante la solidificación. La fase ϵ de esta aleación prácticamente desaparece al homogeneizar a 300°C como se muestra en la figura 17.

La dureza Rockwell B medida en las aleaciones 2, 3 y 4 en estado de colada se presenta en el gráfico de la figura 18.

IV.1.3. Microestructura y propiedades de las aleaciones en estado de colada y tratadas térmicamente antes de extruir

Como se mencionó en la descripción del trabajo experimental, únicamente la aleación 2 fue sometida a tratamientos térmicos previos a la extrusión de la misma, la microestructura resultante observada bajo el microscopio electrónico de barrido de los tochos tratados térmicamente se presenta en la figura 19(a, b, y c) y se describe a continuación

Estructura de colada: descrita en el apartado IV.1.1

Estructura recocida: está compuesta por laminillas alternadas de fases $\alpha + \eta$ con un espaciado entre laminillas de aproximadamente (1.0 μ m), se observa asimismo parte de la fase α primaria la cual aparece como gránulos oscuros dentro de los cuales hay precipitados de fase η . Se observan también granos de fase η los cuales provienen del constituyente eutéctico formado durante la solidificación. La estructura de esta aleación debería estar formada exclusivamente por laminillas alternadas de fases $\alpha + \eta$, sin embargo, se tiene la presencia de las fases α primaria y del constituyente eutéctico debido a que estos constituyentes de no equilibrio, se encuentran físicamente muy separados como para

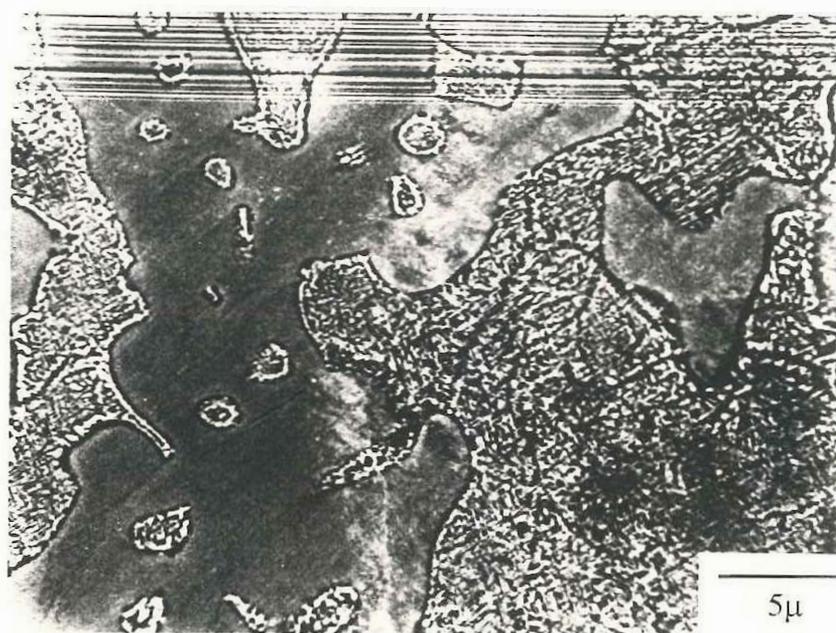


Figura 17. Estructura observada en la aleación 4 luego de homogeneizarla a 350 °C durante 2 horas

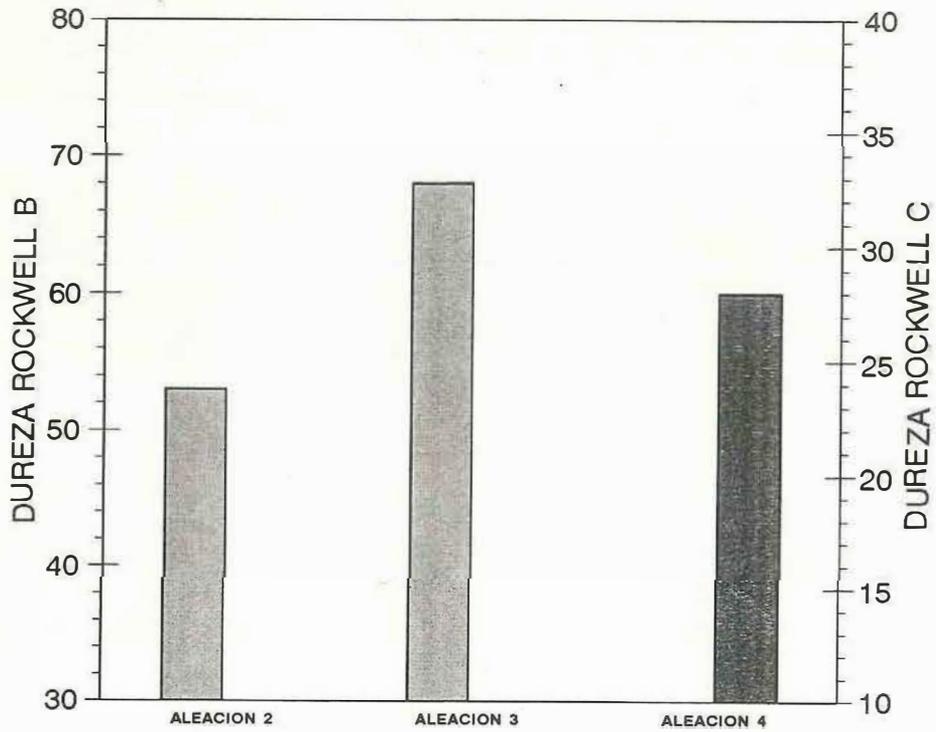
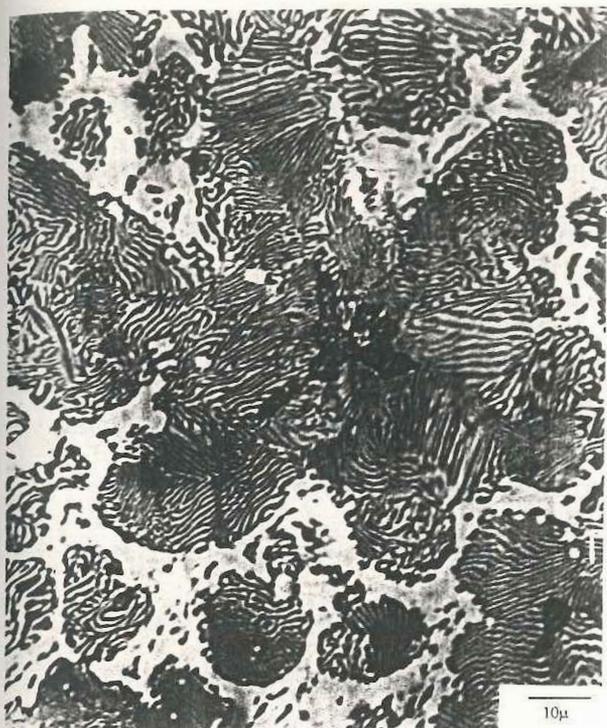


Figura 18. Dureza Rockwell B evaluada en las aleaciones 2, 3 y 4 con estructura de colada continua



(a)



(b)



(c)

Figura 19. Estructuras resultantes del tratamiento térmico llevado a cabo en la aleación 2. (a) recocido, (b) normalizado, (c) templado.

reaccionar entre sí y formar fase β durante el calentamiento a 350°C que es la temperatura de tratamiento térmico, por lo tanto permanecen prácticamente sin cambio.

Estructura Normalizada: esta estructura está compuesta principalmente por laminillas de fases $\alpha + \eta$ semejantes a las presentes en la estructura recocida, sólo que en este caso presentan un espaciado interlaminar más fino ($0.2 \mu\text{m}$). Como en el caso de la estructura observada en el tocho recocido, se tiene la presencia de fase α primaria y del constituyente eutéctico por las razones ya mencionadas.

Estructura templada: esta microestructura está compuesta por las fases $\alpha + \eta$ pero a diferencia de las estructuras obtenidas en los tochos normalizado y recocido, la forma de las fases es granular con tamaño promedio de 0.5μ . La presencia de las fases $\alpha + \eta$ en forma granular se debe a la descomposición espinodal de la fase β . La transformación espinodal de la fase β se presenta, de acuerdo con los estudios realizados por Cahn (1967) y Negrete y Campos (1982) en aleaciones Zn-Al, a temperaturas de transformación menores a $\cong 20^{\circ}\text{C}$, los cuales son fácilmente alcanzados al enfriar en agua la aleación desde la temperatura de 350°C . A semejanza de la microestructura observada en los tochos recocidos y normalizados, la estructura de los tochos templados también presenta remanentes de fase α primaria y del constituyente eutéctico.

La dureza resultante en los tochos tratados térmicamente se presenta en la figura 20, donde se gráfica el valor de la dureza Rockwell B como función del tratamiento térmico recibido. Puede ser observado que la estructura templada es la que adquiere mayor dureza con el tratamiento térmico mientras que la estructura recocida es la más blanda.

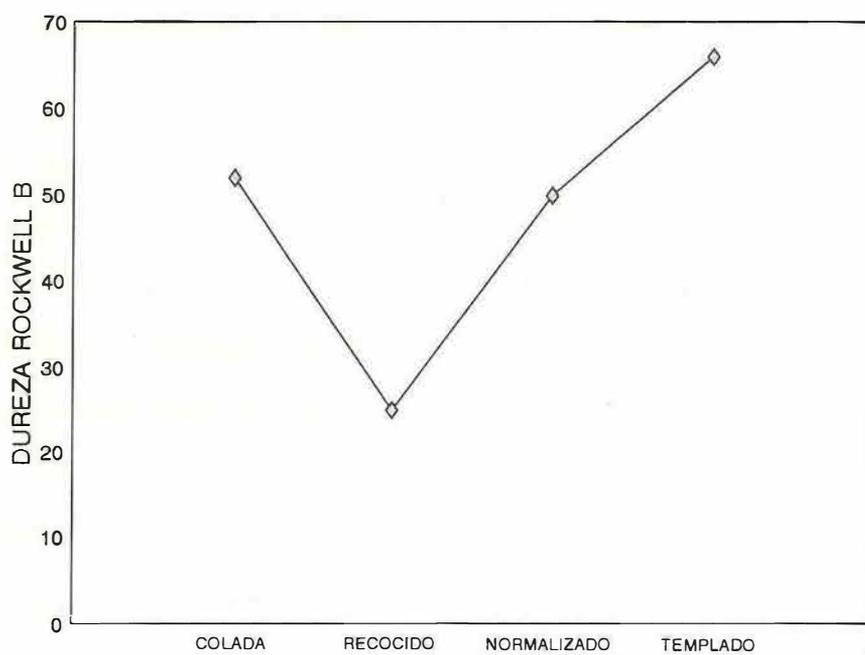


Figura 20. Dureza resultante en tochos de la aleación 2 con tratamiento térmico

IV.2 Resultados de las pruebas de extrusión

Como se mencionó en el capítulo correspondiente a la descripción del trabajo experimental, se realizó un seguimiento completo de la extrusión en la aleación 2, en las demás aleaciones sólo se midió la carga de extrusión a la temperatura utilizada para la prueba y se midieron las propiedades de los productos obtenidos, observándose también la microestructura presente. Por lo anterior, los resultados que a continuación se reportan son exclusivamente para la aleación 2 colada en molde permanente, que fue sometida a diferentes pruebas de extrusión, en las que se usaron diversos valores para los parámetros del proceso. La aleación 2 obtenida por colada continua y tratada térmicamente, fue posteriormente extruida a dos temperaturas; 250°C y 300°C

IV.2.1 Influencia de la temperatura de extrusión

En la figura 21, se presenta la gráfica que relaciona el valor de la carga de extrusión, o carga de rompimiento como función de la temperatura de extrusión utilizando dados planos, relación de áreas 14:1, lubricante bardahl 2 y a una rapidez de deformación de $5.2 \times 10^{-2} \text{ Seg.}^{-1}$. Como puede ser observado, hay un valor mínimo para la carga de extrusión a la temperatura de 290°C. A temperaturas por debajo de este valor, la carga de extrusión aumenta mientras que a temperaturas por encima de este valor la carga inicialmente se incrementa, y luego desciende conforme la temperatura de extrusión continúa incrementándose. En la misma figura se encuentra también graficado el valor de la presión de extrusión correspondiente y el valor de la constante de extrusión. Cabe mencionar que los valores de la constante de extrusión de esta aleación, son bastante bajos en comparación con la de otras aleaciones aplicadas en la extrusión, aunque hay que recordar que el proceso de extrusión utilizado en este estudio es del tipo indirecto y por lo tanto, la fricción es muy reducida y adicionalmente se utilizó lubricación en la cara del dado.

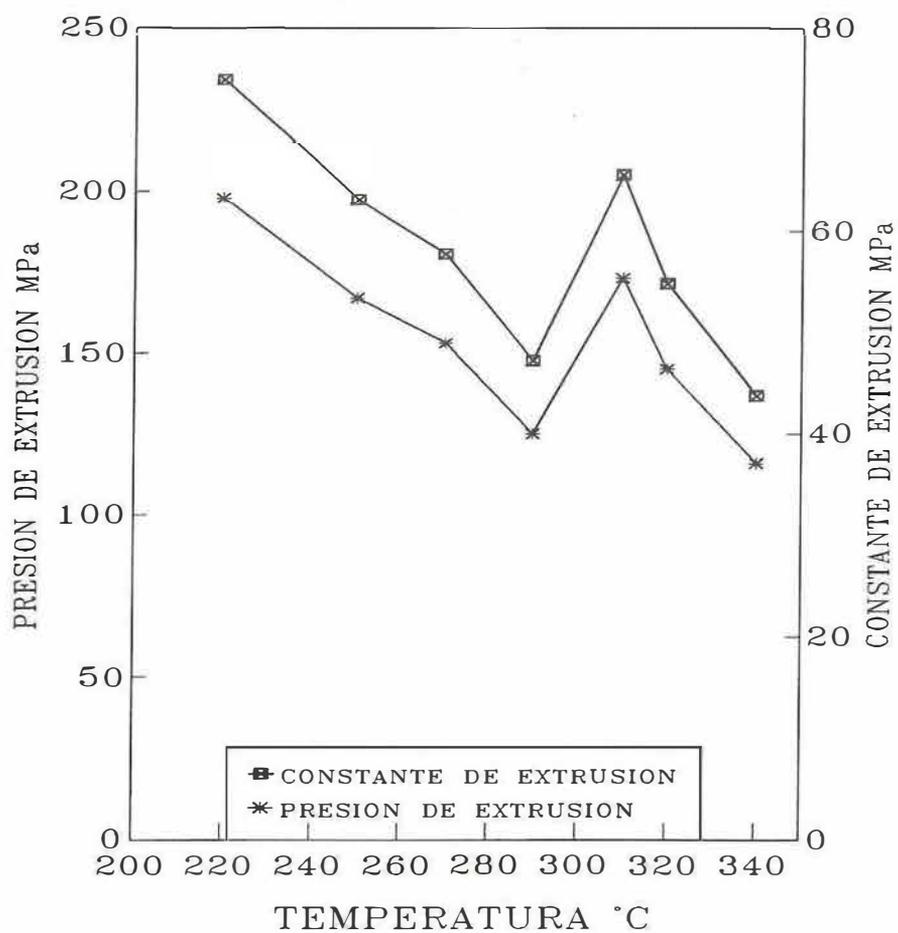


Figura 21. Presión de extrusión como función de la temperatura del tocho en las pruebas de extrusión de la aleación 2

En el campo industrial, las pruebas de extrusión realizadas con el Zinalco hasta la fecha se han hecho en prensas de extrusión del tipo directo, requiriendo cargas excesivamente altas, ya que las constantes de extrusión calculadas son de alrededor de 200 MPa (3 o 4 veces más grande que en la extrusión indirecta en el laboratorio), lo que da idea del papel tan importante que juegan la fricción y la lubricación. Desafortunadamente, no se ha logrado realizar pruebas a nivel industrial en prensas de extrusión indirecta.

De acuerdo con este resultado la temperatura de 290°C fue seleccionada como la más adecuada para continuar con las pruebas de extrusión durante el estudio de las otras variables.

IV.2.2 Influencia de la rapidez de deformación

En la figura 22, se presenta la relación entre la presión de extrusión y la rapidez de deformación utilizada para pruebas de extrusión realizadas a una temperatura de 290°C, utilizando dados planos, lubricando con bardahl 2 y relación de áreas 14:1. Puede observarse que la carga de extrusión asciende de manera continua conforme se incrementa la rapidez de deformación, sin embargo a velocidades elevadas, la carga de extrusión tiende a estabilizarse o a incrementarse de manera más discreta con respecto al aumento de rapidez. Como es de sobra conocido, las aleaciones Zn-Al de composición eutectoide presentan una fuerte sensibilidad a la rapidez de deformación a temperaturas entre los 150 y 250°C y a rapidez de deformación dentro del rango de 10^{-3} - 10^{-1} Seg.⁻¹ (Langdon, 1991) y esta misma aleación con adiciones de 2% de Cu presenta superplasticidad aun a temperatura ambiente (Torres-Villaseñor y Negrete, 1988). Sin embargo la superplasticidad parece estar restringida a estructuras de grano fino, que en las aleaciones Zn-Al solamente son obtenidas mediante templados desde la región de fase β (350°C) hasta la temperatura ambiente y a valores de la rapidez de deformación menores que 10^{-1} Seg.⁻¹. Por lo anterior puede considerarse que el comportamiento del material ante la rapidez de deformación es

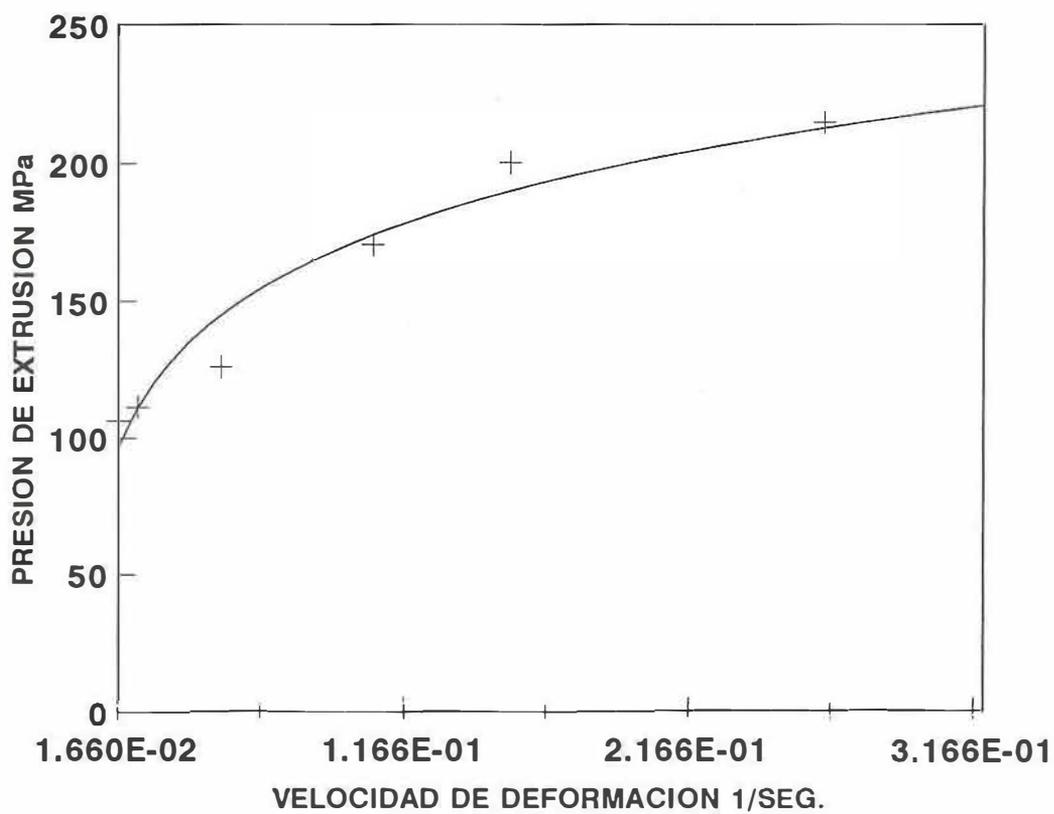


Figura 22. Presión de extrusión como función de la rapidez de deformación en las pruebas de extrusión de la aleación 2

semejante a las aleaciones no superplásticas ya que las condiciones microestructurales y de temperatura y rapidez de deformación impuestas durante la extrusión están fuera del rango de la superplasticidad.

IV.2.3 Influencia de la lubricación

En la figura 23, se presenta el valor de la carga de extrusión para cada tipo de lubricante utilizado, puede observarse que la grasa para rodamientos y el bardahl 2 presentan los valores mínimos de carga de extrusión en comparación con los demás. Se considera más apropiado el bardahl 2 por su mayor estabilidad térmica, lo que permite una más fácil remoción del lubricante de la superficie de los productos extruidos. También es notorio que la extrusión sin lubricación demanda una carga muy alta lo cual indica que la fricción en el dado es excesiva y por lo tanto se deberá recomendar la lubricación. Cabe mencionar que en algunas pruebas realizadas a nivel industrial en prensas de extrusión directa, se ha utilizado lubricación tanto en el contenedor como en la cara del dado obteniendo presiones de extrusión relativamente bajas, sólo que el metal ha fluido también por las uniones de las herramientas además de por el orificio del dado. Este hecho pone de manifiesto la mínima resistencia mecánica del material a la temperatura de extrusión y la necesidad de diseñar dados adecuados para asegurar una lubricación eficiente.

IV.2.4 Influencia de la estructura inicial del tocho de extrusión

En la figura 24, se presenta el valor de la carga de extrusión como función de la estructura inicial del lingote de la aleación 2 obtenida por colada continua. Las pruebas de extrusión con tochos tratados térmicamente se realizaron a 260°C, relación de áreas 17:1, lubricación con Bardahl 2, dados planos y rapidez de deformación de $5.2 \times 10^{-2} \text{ Seg.}^{-1}$. Puede observarse que la estructura que demanda mayor carga de extrusión es la estructura con tratamiento térmico de recocido. Esta estructura puede ser observada en la figura 37(a), contiene una gran cantidad de fase α primaria con precipitados de fase η en forma de

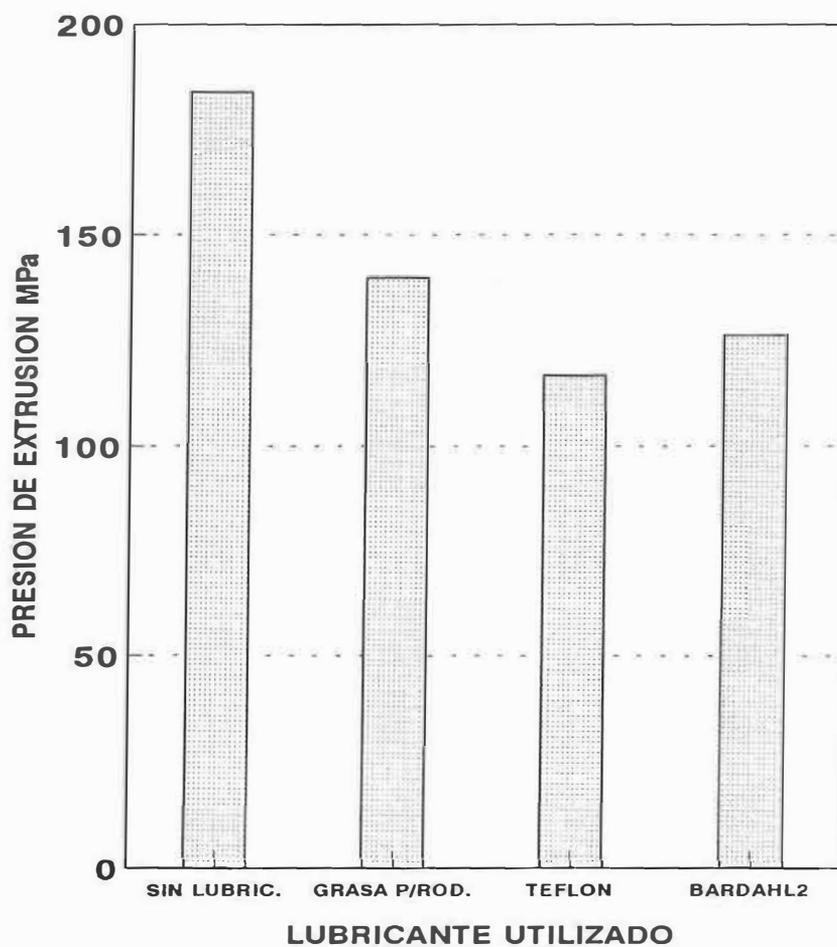


Figura 23. Presión de extrusión como función del lubricante utilizado durante las pruebas de extrusión de la aleación 2

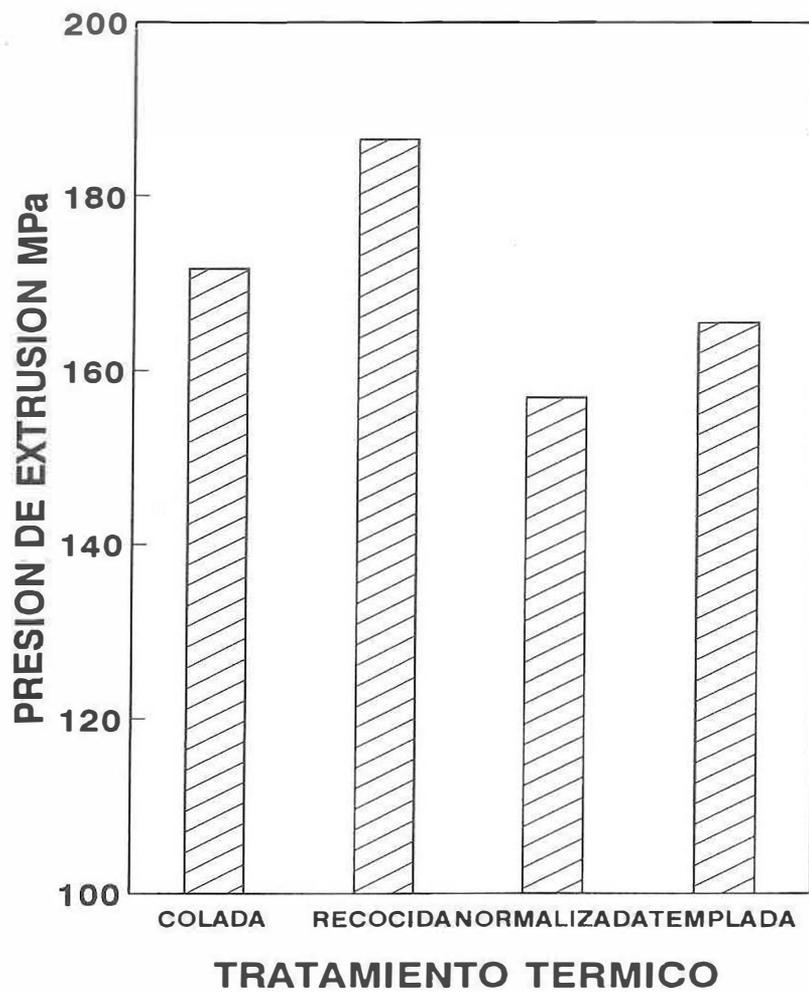


Figura 24. Presión de extrusión como función de la estructura inicial del tocho en las pruebas de extrusión de la aleación 2 realizadas a una temperatura de 260°C

gránulos producto de una precipitación continua, estas partículas de fase α primaria son más duras que el resto de la estructura y son por consiguiente, más difíciles de deformar plásticamente al pasar por el orificio del dado durante el proceso de extrusión, por esta razón, se requiere mayor energía para deformar esta estructura a pesar de que a temperatura ambiente es la menos resistente de todas. En el caso de las demás estructuras, la fase α primaria que contienen, también tiene precipitados de fase η en su interior pero no como gránulos sino como laminillas formadas por precipitación discontinua, lo que provoca que sean menos resistentes y por consiguiente, se facilita su deformación junto con los demás constituyentes de la estructura durante la extrusión requiriéndose menor carga.

IV.2.5. Extrusión de las aleaciones 3 y 4

La extrusión de la aleación 3 que se llevó a cabo utilizando las condiciones mencionadas en el apartado III.4.4 mostró una gran semejanza con el comportamiento de la aleación 2, por lo que puede afirmarse que el proceso de extrusión para ambas es prácticamente el mismo si la temperatura es superior a la temperatura eutectoide.

Por otro lado, la extrusión de la aleación 4 fue muy complicada debido a su extremadamente alta resistencia aun a alta temperatura, lo que provocó que la extrusión se realizara con una gran lentitud a fin de no agotar la capacidad de la máquina, de hecho la prensa de extrusión se mantuvo en la carga máxima mientras que la velocidad del proceso se reducía paulatinamente.

IV.3 Microestructura y propiedades de los productos extruidos

IV.3.1 Estructura y propiedades de perfiles extruidos y sin tratamiento térmico posterior

IV.3.1.1 Estructura y propiedades de perfiles obtenidos a partir de tochos sin tratamiento previo

Los perfiles extruidos de la aleación 2 presentan de manera general 2 tipos de microestructura dependiendo de la temperatura de extrusión y del incremento de la misma por efecto del conformado mecánico. Si la temperatura de extrusión se mantiene por debajo de la temperatura eutectoide, entonces la estructura que se obtiene en el perfil es semejante a la presentada en la figura 25. Puede observarse que esta estructura se encuentra compuesta fundamentalmente por los mismos constituyente presentes en la estructura de colada, sólo que su forma y distribución varían debido a la deformación plástica, en este caso, la mezcla del constituyente eutéctico se observa disgregado mas no agrietado, además está alargado en la dirección del flujo plástico o eje de extrusión. La mezcla eutectoide laminar presente en el material de colada se encuentra prácticamente destruida y en su lugar se forma una mezcla de las fases $\alpha + \eta$ en forma de gránulos. La fase α primaria aunque en algunas zonas se nota con cierta deformación, aparenta ser la más resistente de los constituyentes presentes ya que en algunas zonas se observa virtualmente sin deformación. Cuando la fase α primaria se deforma entonces se disgrega en pequeños granos de $\alpha + \eta$.

Por otro lado, si la temperatura de extrusión es mayor que la temperatura eutectoide, la estructura estará compuesta principalmente por los constituyentes α primaria y eutéctico presentes en la estructura de colada sólo que ahora deformados, es decir disgregados y en forma de gránulos. Adicionalmente, se encuentra el constituyente de composición eutectoide que por efecto de la temperatura se transforma a la fase β de alta temperatura y posteriormente, durante el enfriamiento de la aleación desde la temperatura de extrusión, se descompone en las fases $\alpha + \eta$ sólo que en forma de laminillas de espaciado interlaminar fino. Esta estructura se presenta en la figura 26.

La estructura de los perfiles extruidos a partir de la aleación 3 se presenta en la figura 27, está compuesta por las fases $\alpha + \eta$ en forma de laminillas finas más residuos de la fase α primaria y granos de fase ϵ y de τ' . Es importante recordar que esta aleación fue

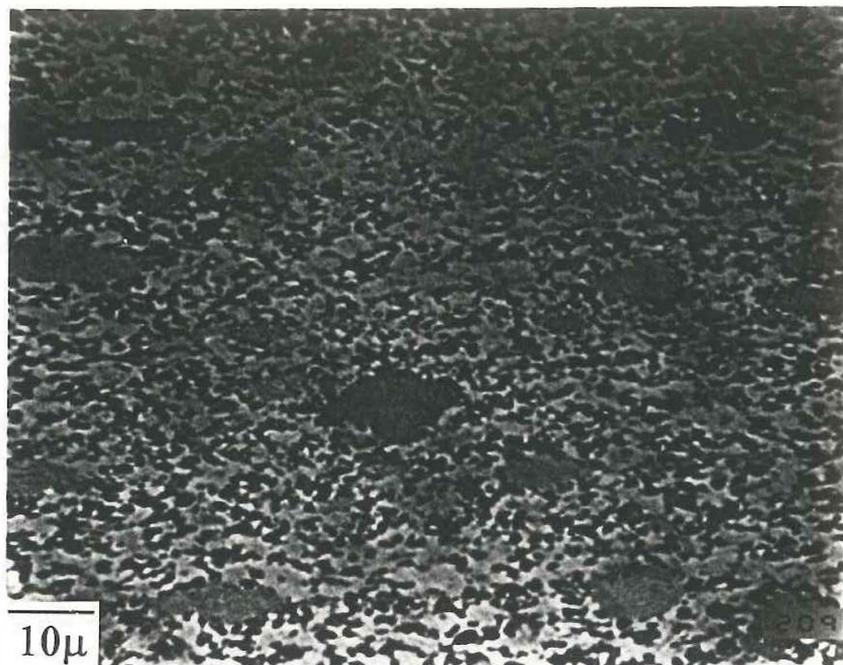


Figura 25. Estructura observada en el perfil extruido a 260°C utilizando tochos de la aleación 2 con estructura de colada continua

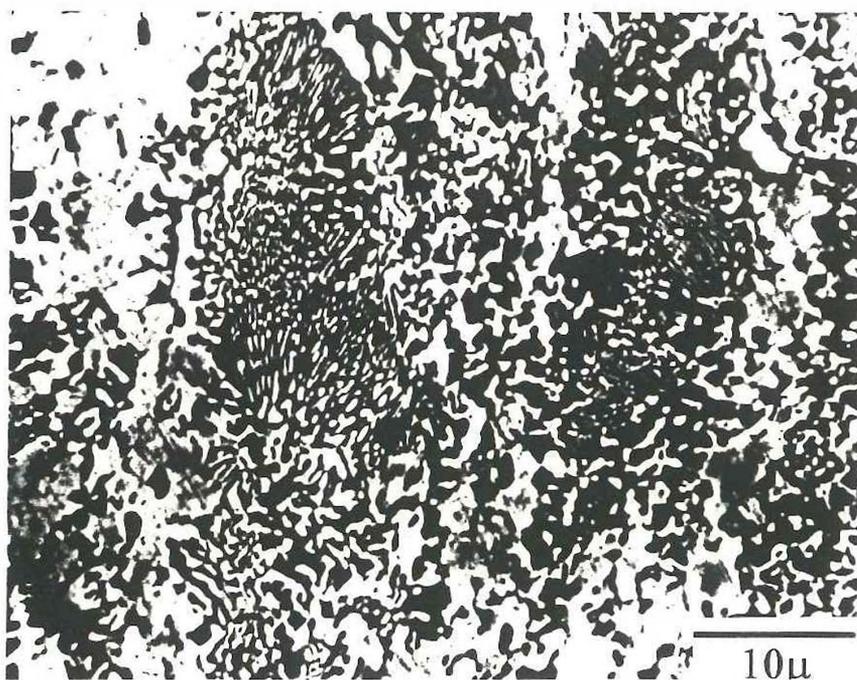


Figura 26. Estructura observada en el perfil extruido a 300°C utilizando tochos de la aleación 2 con estructura de colada continua

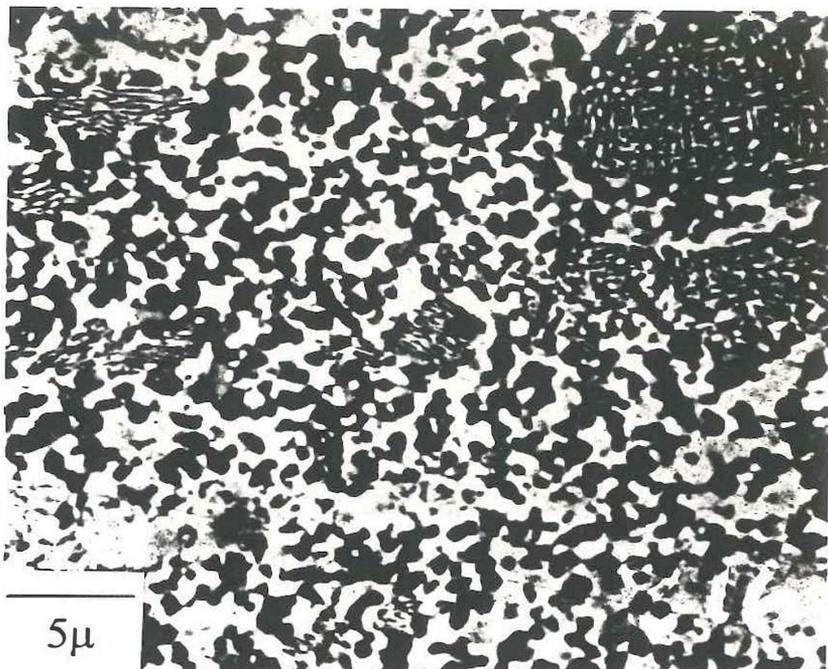


Figura 27. Estructura observada en el perfil extruido a 320°C utilizando tochos de la aleación 3 con estructura de colada continua

extruida a una temperatura mayor que la temperatura eutectoide y que por lo tanto, durante el calentamiento de la misma hasta la temperatura de extrusión, se presenta la formación de fase β que se descompondrá, durante el enfriamiento posterior a la extrusión en $\alpha + \eta$ en forma de laminillas finas. La presencia de la fase τ' se debe a que durante el calentamiento de la aleación y el conformado mecánico de la misma, se imparte en el sistema la energía necesaria para transformar parte de la fase ϵ presente en la estructura de colada en la fase τ' .

Los perfiles extruidos a partir de la aleación 4 presentan una estructura como la de la figura 28, en la que se distingue la presencia de la fase τ' y de la mezcla de fases $\alpha + \eta$ en forma de laminillas finas. La fase ϵ se encuentra presente en una mucho menor proporción que en la estructura de colada, lo cual confirma el hecho de que la temperatura y el conformado mecánico promueven la desaparición de la fase ϵ metaestable y la formación de la fase τ' estable.

En relación a las propiedades mecánicas medidas en los perfiles extruidos a partir de las aleaciones 2, 3 y 4 sin tratamiento térmico posterior, en la figura 29(a), se presenta el valor de la resistencia a la tracción y la ductilidad como función de la temperatura de extrusión del material en el caso de la aleación 2. Puede observarse que no hay un cambio notorio en la resistencia del material, sin embargo, la estructura si sufre cambios sustanciales dependiendo de la temperatura de extrusión, sólo que la combinación de fenómenos produce que el resultado final se asemeje, es decir la resistencia de la estructura obtenida al extruir por debajo de la temperatura eutectoide es prácticamente la misma que la resistencia de la estructura obtenida al extruir por encima de la temperatura eutectoide a pesar de que se tienen estructuras diferentes. Lo anterior se debe a que el enfriamiento de los perfiles desde la temperatura de extrusión es demasiado lento, lo que provoca que la resistencia de la estructura con laminillas finas obtenida al extruir a temperaturas por encima de la eutectoide

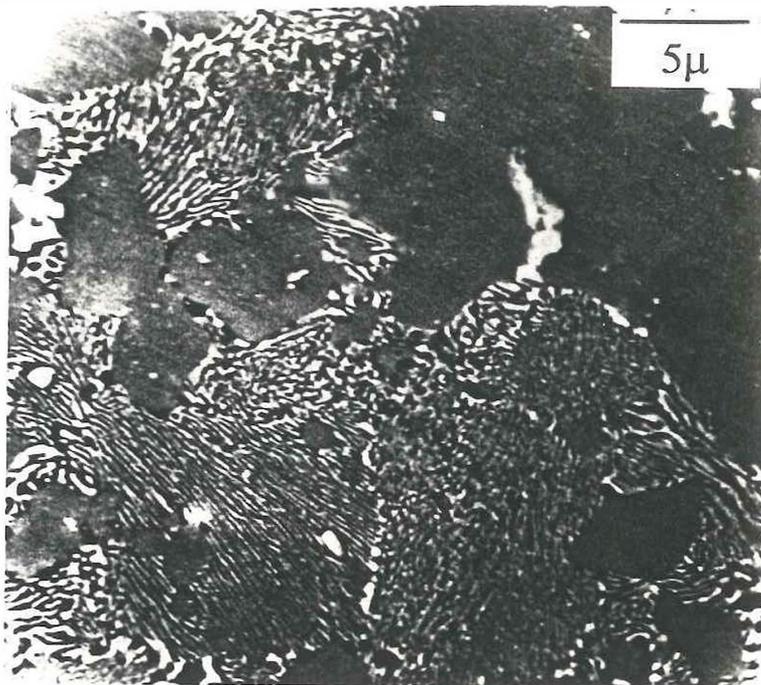


Figura 28. Estructura observada en el perfil extruido a 350°C utilizando tochos de la aleación 4 con estructura de colada continua

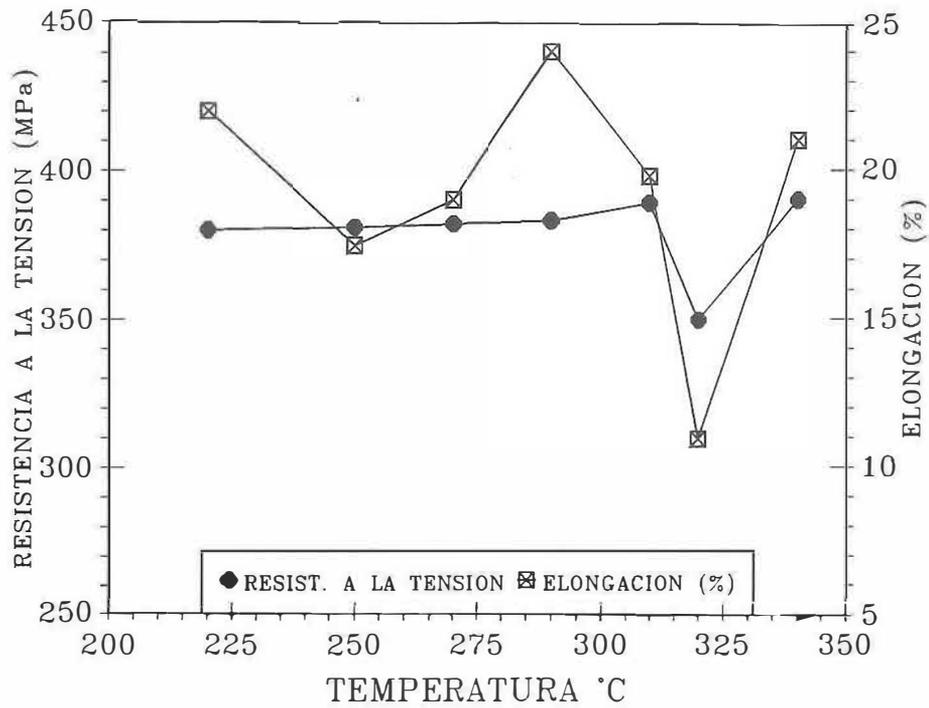


Figura 29a. Resistencia a la tensión y ductilidad evaluadas en perfiles de la aleación 2 extruidos a diferentes temperatura

se disminuya a los niveles obtenidos para la estructura granular fragmentada obtenida al extruir a temperaturas por debajo de la temperatura eutectoide.

Como se mencionó anteriormente, la resistencia a la tracción de la aleación 4 no pudo ser evaluada por la extrema fragilidad de la misma, sin embargo, se evaluó de manera alternativa la resistencia a la compresión obteniéndose una carga máxima sin deformación plástica de 900 MPa.

En el caso de la resistencia a la tensión medida en la aleación 3 el valor fue de 440 MPa mientras que la ductilidad alcanzada fue 19 %.

IV.3.1.2 Estructura y propiedades de perfiles obtenidos a partir de tochos tratados térmicamente

La estructura resultante en los perfiles obtenidos a partir de tochos tratados térmicamente, depende más que del tratamiento térmico previo, de la temperatura de extrusión y de la velocidad de enfriamiento posterior para llevar el perfil extruido desde la temperatura de extrusión hasta la temperatura ambiente. En general, si la temperatura de extrusión es inferior a la eutectoide, entonces la estructura tiende a ser una estructura granular formada por las fases $\alpha + \eta$ con algunas zonas de α primaria residual y de mezcla eutéctica. Si por el contrario la temperatura de extrusión es superior a la eutectoide se tendrá una estructura mixta formada por laminillas de $\alpha + \eta$ y por gránulos de α primaria residual y de mezcla eutéctica.

Los resultados de las propiedades mecánicas evaluadas en los perfiles extruidos a partir de tochos tratados térmicamente se presentan en la figura 29(b), muestran que la resistencia a la tensión se mantiene por debajo de los 380 MPa para todos los tipos de tratamiento térmico lo que implica que hay muy poca influencia sobre la resistencia del perfil,

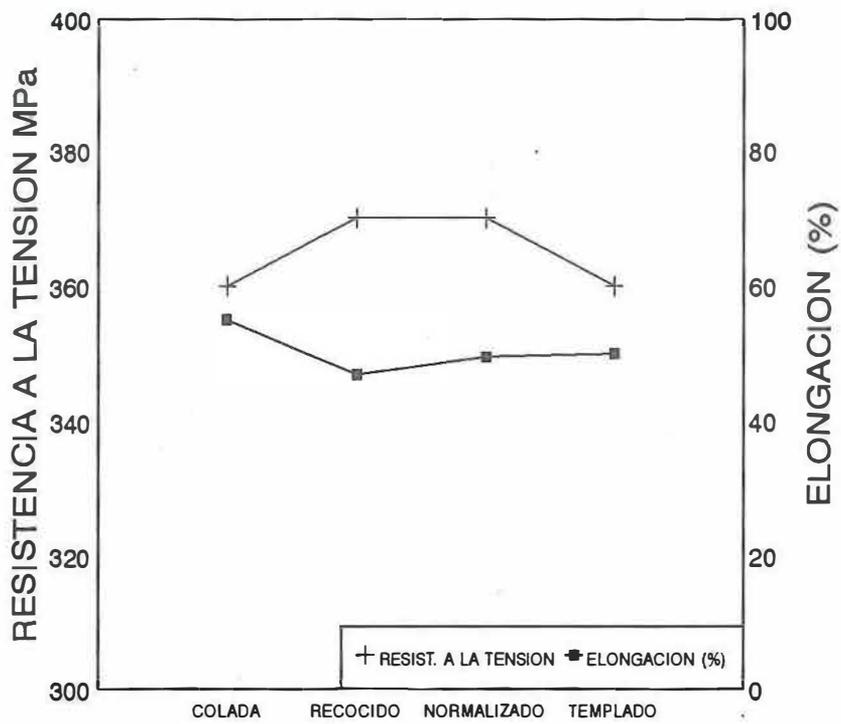
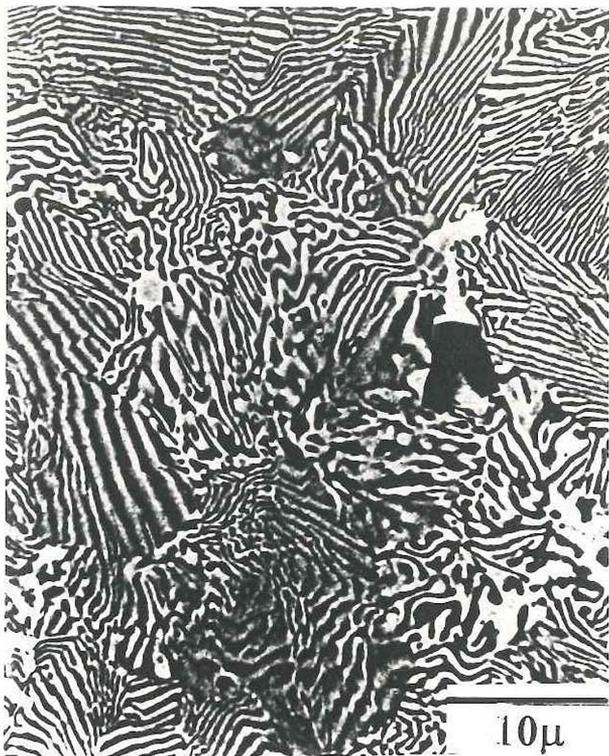
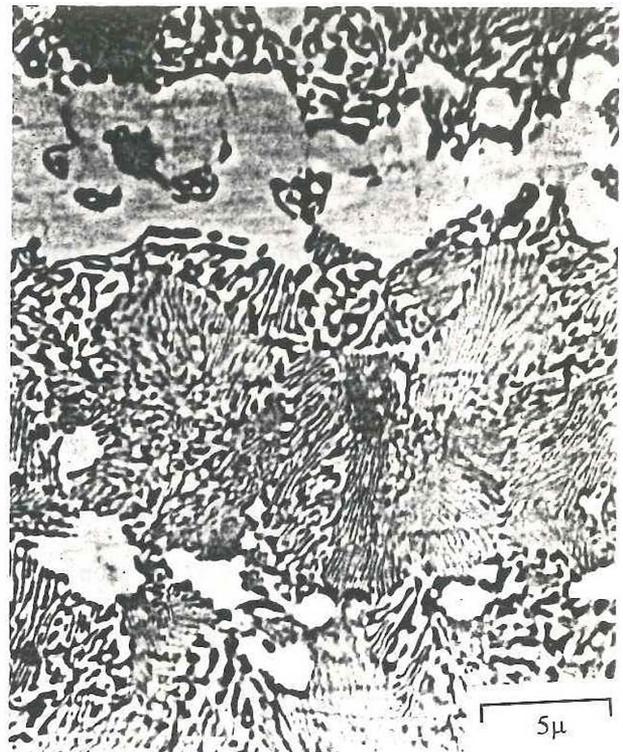


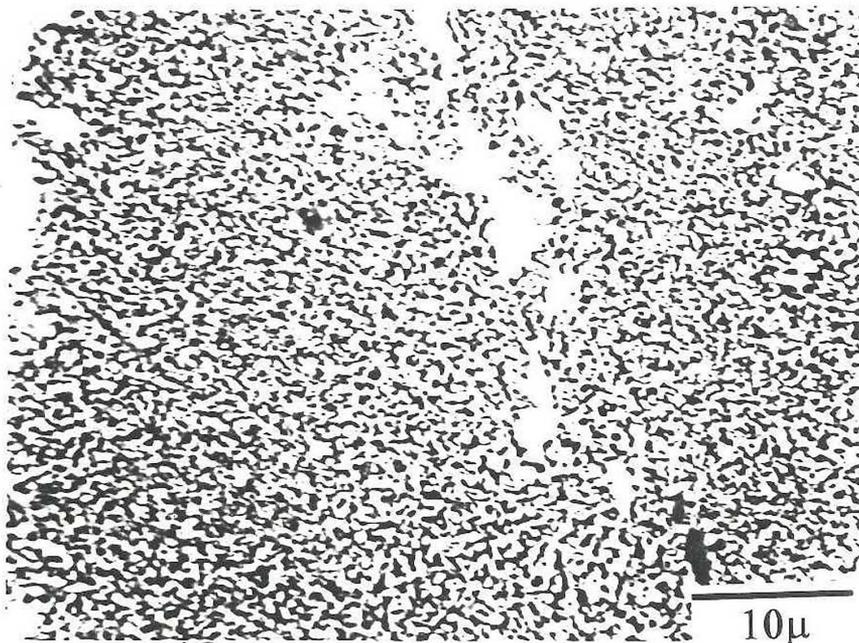
Figura 29b. Resistencia a la tensión y ductilidad evaluadas en perfiles de la aleación 2 extruidos a 260°C a partir de tochos con tratamiento térmico



(a)



(b)



(c)

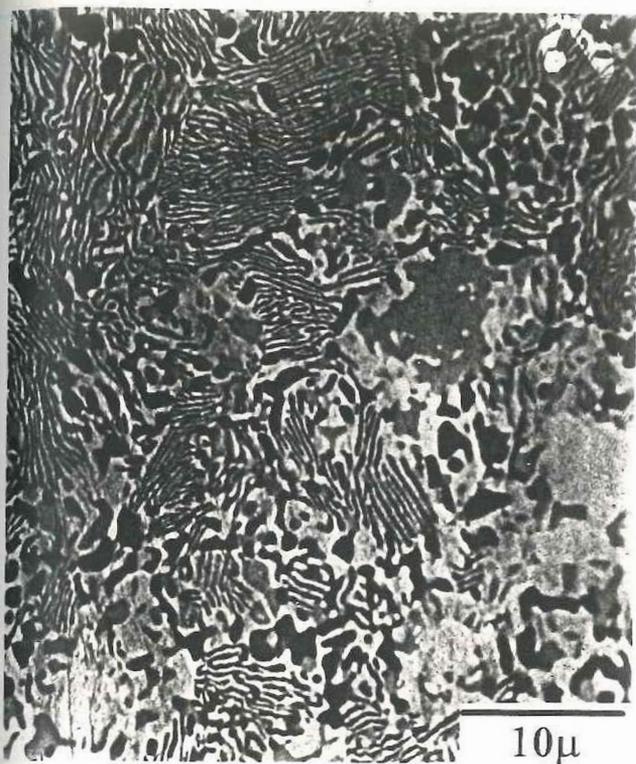
Figura 30. Estructuras resultantes del tratamiento térmico llevado a cabo en perfiles extruidos a partir de la aleación 2 (a) recocido, (b) normalizado, (c) templado.

IV.3.2 Estructura y propiedades de perfiles extruidos y con tratamiento térmico posterior

La microestructura de los perfiles extruidos a partir de la aleación 2 y posteriormente, con los tratamientos térmicos de recocido normalizado y templado, se presentan en la figura 30(a, b y c). La estructura de los perfiles tratados térmicamente es independiente de la temperatura de extrusión, de la estructura inicial del tocho y en general de cualquier otra variable del proceso. La estructura del perfil de la aleación 2 enfriado en el horno o recocido se presenta en la figura 30(a) y esta formada principalmente por laminillas de $\alpha + \eta$ con espaciado interlaminar grueso a diferencia de la estructura del perfil de la aleación 2 enfriado en el aire que está formada por laminillas de fases $\alpha + \eta$ con espaciado interlaminar fino y que se muestra en la figura 30(b). La estructura del perfil de la aleación 2 enfriado violentamente en agua o templado, se presenta en la figura 30(c) y se encuentra formada esencialmente por granos finos de $\alpha + \eta$ producidos durante la descomposición espinodal de la fase β .

Las microestructuras obtenidas al tratar térmicamente los perfiles de la aleación 3 se presentan en la figura 31(a, b y c) que representan las condiciones de tratamiento térmico de recocido normalizado y templado respectivamente. Puede ser observado que los resultados son prácticamente semejantes a los obtenidos en la aleación 2 con la única diferencia de que se tiene una mayor cantidad de fase τ' y de que la estructura obtenida en el perfil con tratamiento térmico de temple retiene temporalmente la fase β de alta temperatura como lo revela el difractograma correspondiente (figura 76) y como lo muestra la figura 31(c).

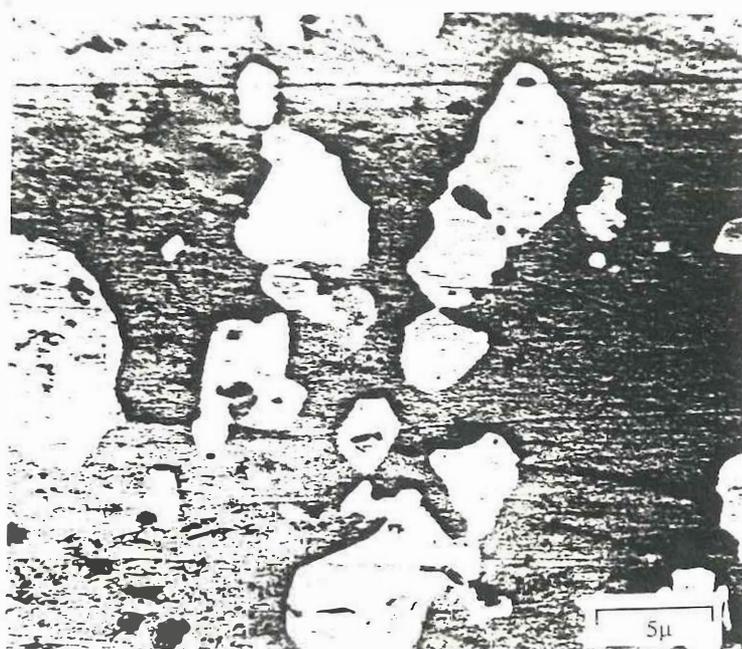
En las figuras 32(a y b) se presenta como varían la resistencia a la tensión y la ductilidad en los perfiles de las aleaciones 2 y 3 tratados térmicamente después de extruirlos, puede notarse que la resistencia más alta la alcanza el perfil normalizado mientras



(a)



(b)



(c)

Figura 31. Estructuras resultantes del tratamiento térmico llevado a cabo en perfiles extruidos a partir de la aleación 3. (a) recocido, (b) normalizado, (c) templado.

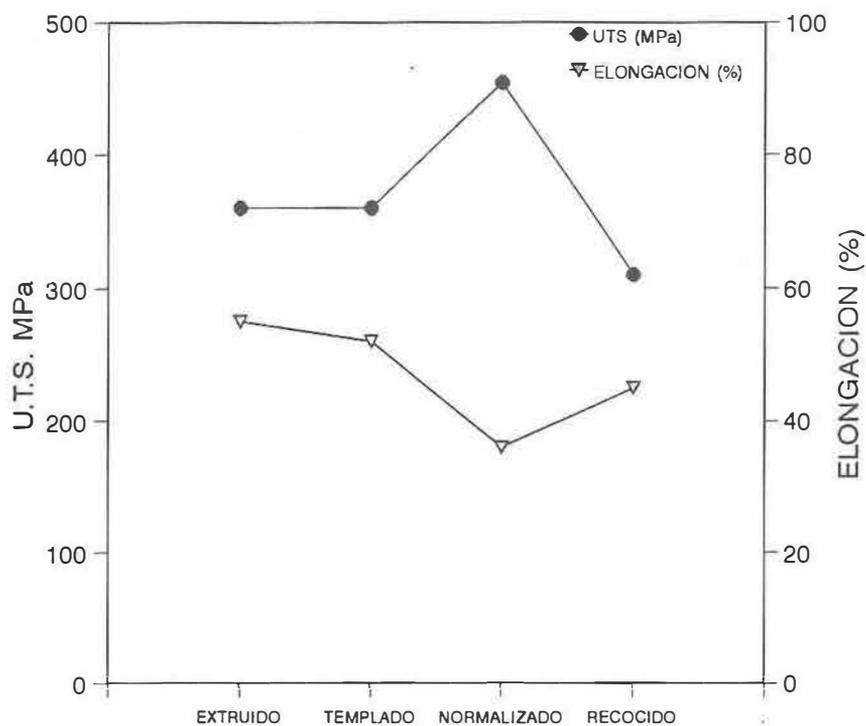


Figura 32a. Resistencia a la tensión y ductilidad evaluadas en perfiles de la aleación 2 extruidos a 260°C y tratados térmicamente

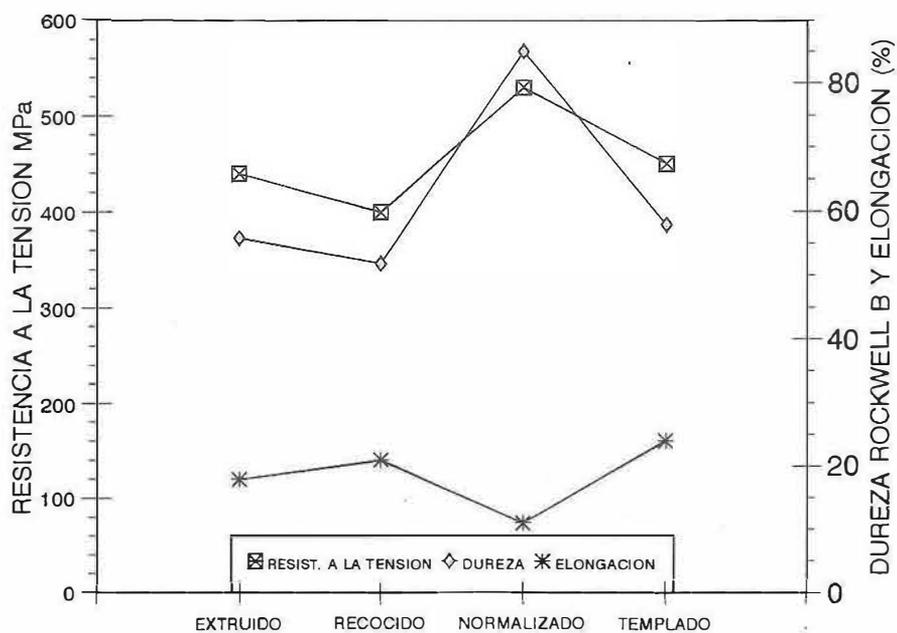


Figura 32b. Resistencia a la tensión y ductilidad evaluadas en perfiles de la aleación 3 extruidos y tratados térmicamente

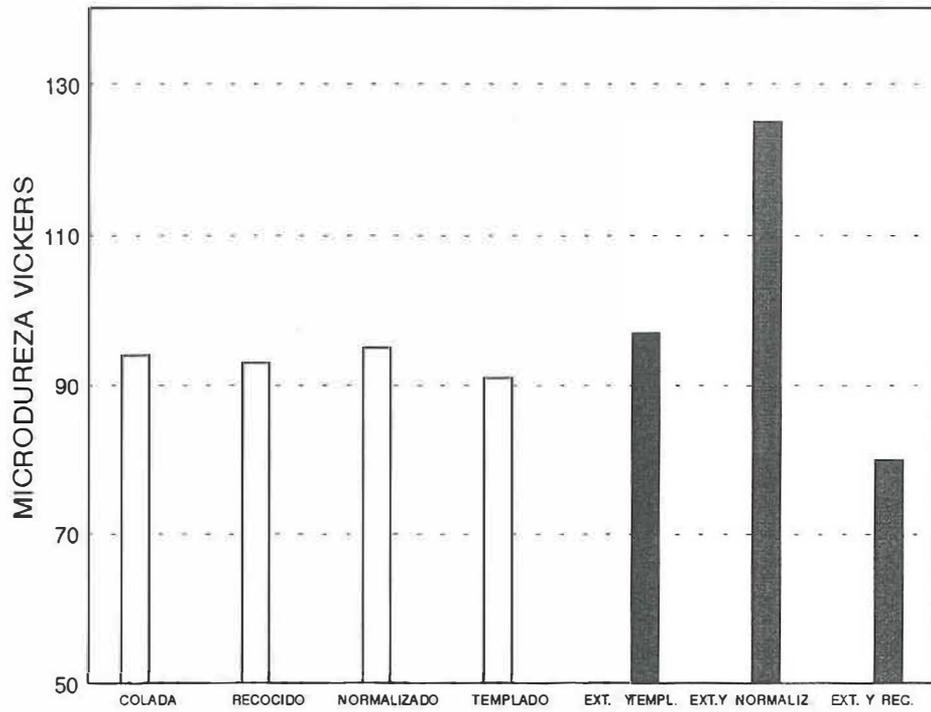


Figura 33. Microdureza Vickers medida en perfiles de la aleación 2 extruidos a 260°C sin y con tratamiento termico posterior a la extrusión

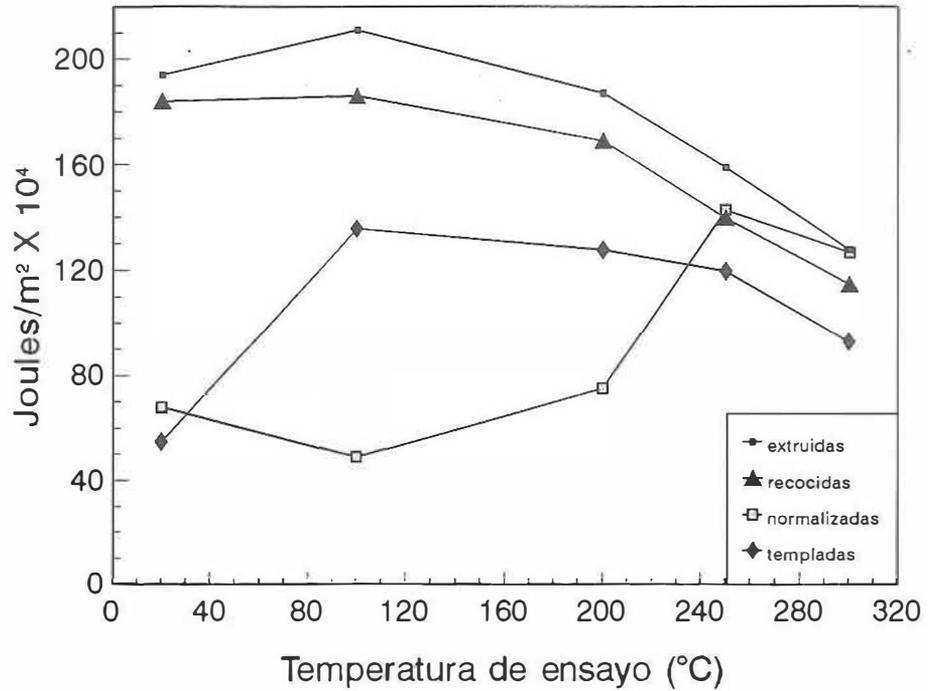


Figura 34. Energía de impacto como función de la temperatura de prueba en perfiles extruidos de la aleación 2 con diferente tratamiento térmico

que el tratamiento térmico de templado y el de recocido producen materiales con menor resistencia pero mayor ductilidad. En la figura 33, se presenta el valor de la microdureza Vickers evaluada en perfiles extruidos de la aleación 2 con y sin tratamiento térmico posterior a la extrusión.

IV.3.3 Resistencia al impacto de perfiles extruidos

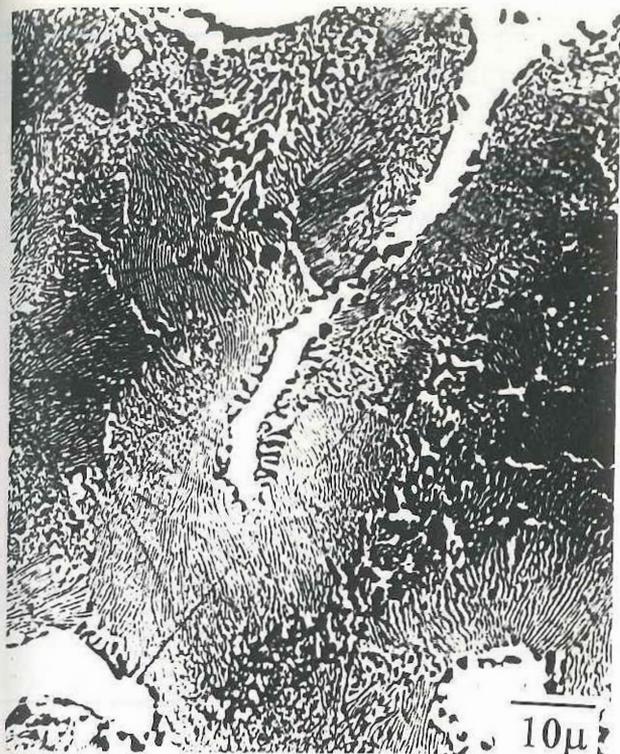
Los resultados de las pruebas de impacto realizados a diferente temperatura en perfiles extruidos de la aleación 2 con y sin tratamiento térmico posterior, se presentan en la figura 34 donde se grafica el valor de la energía absorbida por los perfiles con diferente tratamiento térmico como función de la temperatura. Puede ser observado que los perfiles sin tratamiento térmico y los perfiles con tratamiento térmico de recocido son los que presentan la más alta energía de impacto, mientras que los perfiles con tratamiento térmico de normalizado y templado absorben menos energía. Al elevar la temperatura de prueba, tanto los perfiles con tratamiento térmico de normalizado como los de templado, aumentan la cantidad de energía absorbida a los niveles de los valores obtenidos en el caso de los perfiles sin tratamiento térmico y los perfiles con tratamiento térmico de recocido. El comportamiento descrito se explica en base a que a temperatura ambiente, la estructura de los perfiles templados esta compuesta por granos de $\alpha + \eta$ productos de la descomposición espinodal de la fase β de alta temperatura, la cual presenta características superplásticas, es decir, capacidad para soportar deformaciones muy grandes pero a baja rapidez, lo cual no es el caso de la prueba de impacto. Por otro lado, la estructura de laminillas ultra finas presente en los perfiles con tratamiento térmico de normalizado, se tiene reportada como la de mayor dureza pero también como la de mayor fragilidad. La razón por la cual los perfiles templados absorben mayor cantidad de energía al elevarse la temperatura de prueba, se debe a que la movilidad atómica se facilita en altas temperaturas, lo que permite acomodar la deformación plástica. Por otro lado, los perfiles con tratamiento térmico de normalizado incrementan su

valor de energía absorbida con la temperatura de prueba debido a que se presenta un incremento en el espaciado interlaminar, lo que provoca que se comporte de manera análoga a los perfiles con tratamiento térmico de recocido.

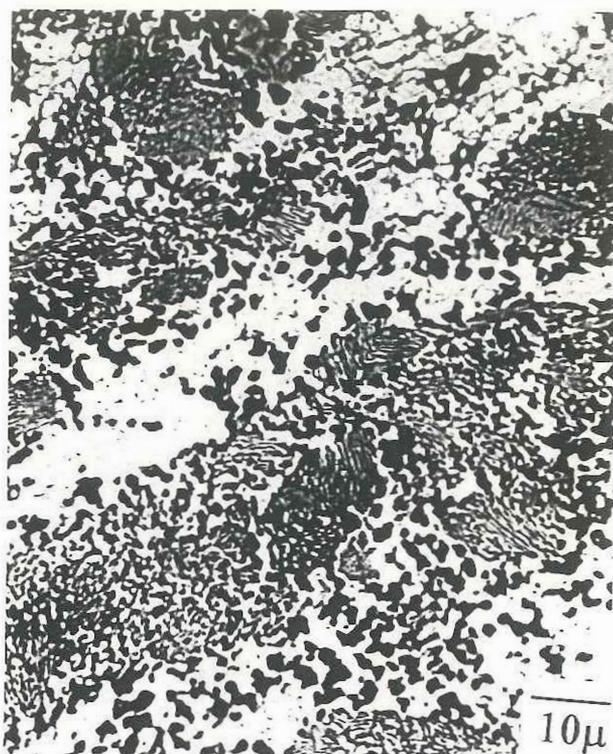
IV.3.4 Evolución de la microestructura durante la extrusión

IV.3.4.1 Evolución de la estructura en pruebas realizadas a diferente temperatura con tochos sin tratamiento térmico

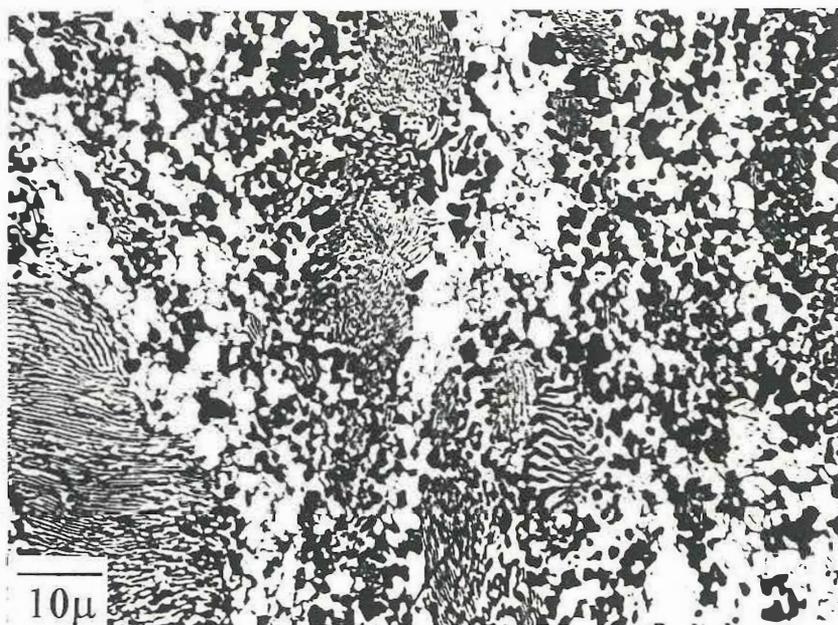
En la figura 35 (a, b y c) se presenta la estructura observada en el residuo de extrusión de la aleación 2 extruida a 220°C la estructura mostrada en (a) pertenece a la zona no deformada del tocho es decir la parte no extruida lejos de la zona de deformación, la estructura mostrada en (b) pertenece a la zona de deformación y la mostrada en (c) pertenece al perfil, se observa como evoluciona la estructura a través de la sección longitudinal conforme procede la deformación. Se detectan 2 tipos de comportamiento de acuerdo con la temperatura alcanzada por el material durante el proceso de extrusión: si la temperatura del sistema no se eleva por encima de la temperatura de transformación eutectoide, lo que se extruye es la mezcla de fases formada por $\alpha + \eta$ laminar, α primaria y mezcla eutéctica, obteniéndose una estructura disgregada con aspecto granular producto de la fragmentación de las fases presentes; si la temperatura se incrementa hasta el punto que la transformación eutectoide toma lugar, se extruye el zinalco como una mezcla de fases formada por β , α primaria y mezcla eutéctica, observándose la fase β como laminillas de $\alpha + \eta$ por efecto de la transformación eutectoide durante el enfriamiento desde la temperatura de extrusión hasta la temperatura ambiente, como puede ser notado en la figura 36(a, b y c) que corresponde al residuo de extrusión de la aleación 2 extruida a una temperatura de 340°C en la zona no deformada (a), la zona de deformación (b) y el perfil (c) respectivamente. Las demás temperaturas de prueba durante la extrusión de la aleación 2 producen resultados semejantes por lo que no es necesario incluir fotografías para describirlas.



(a)



(b)

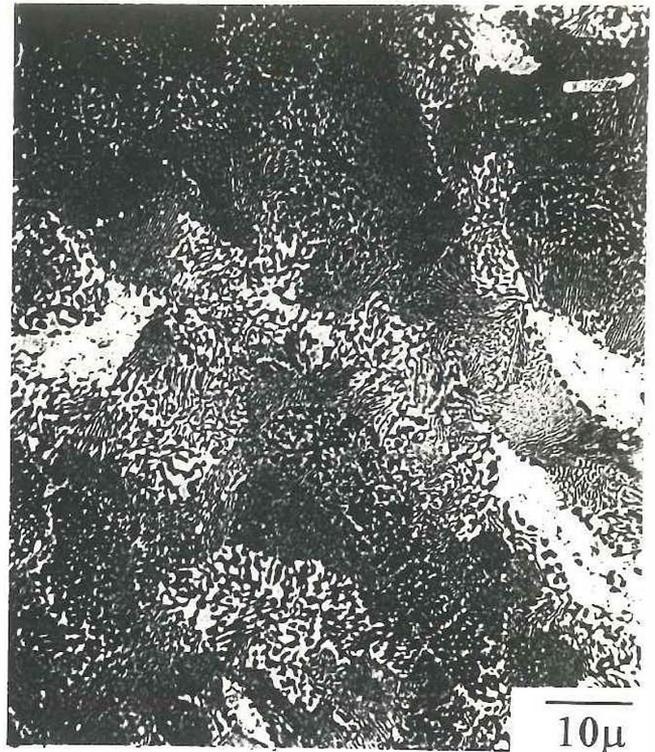


(c)

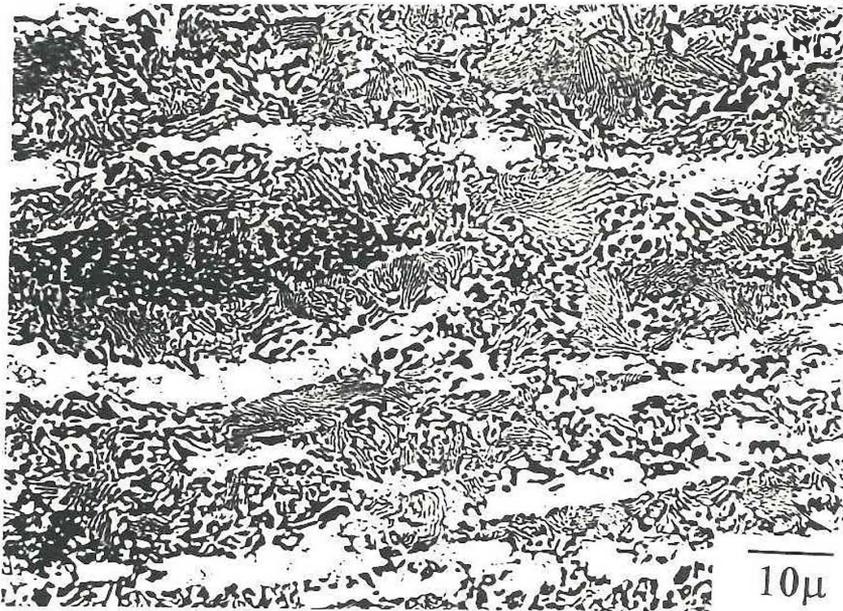
Figura 35 Estructura observada en el residuo de extrusión de la aleación 2 extruida a 220°C. la estructura mostrada en (a) pertenece a la zona no deformada del tocho es decir la parte no extruida lejos de la zona de deformación, la estructura mostrada en (b) pertenece a la zona de deformación y la mostrada en (c) pertenece al perfil



(a)



(b)



(c)

Figura 36. Estructura observada en el residuo de extrusión de la aleación 2 extruida a 340°C . La estructura mostrada en (a) pertenece a la zona no deformada del tocho es decir la parte no extruida lejos de la zona de deformación, la estructura mostrada en (b) pertenece a la zona de deformación y la mostrada en (c) pertenece al perfil

IV.3.4.2 Evolución de la microestructura en pruebas realizadas a diferente velocidad con tochos sin tratamiento térmico

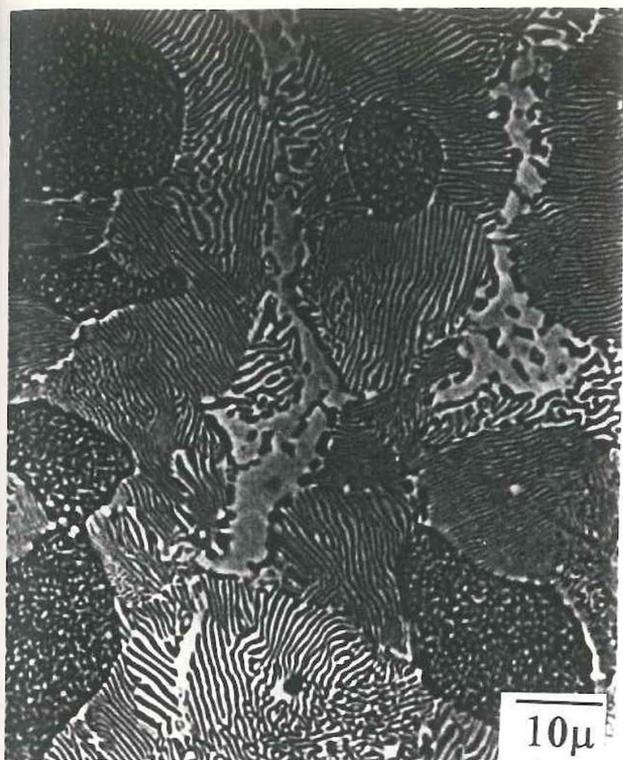
La estructura de la aleación 2 extruida a diferente rapidez de deformación únicamente presenta cambios cuando la velocidad es tan rápida como para generar suficiente calor y elevar la temperatura del tocho hasta el grado de provocar la transformación eutectoide. En el caso de la aleación 2 extruida a diferente rapidez y a 290°C, se observó que la microestructura se vuelve laminar fina cuando la rapidez de deformación es mayor que 1.056×10^{-1} . A velocidades menores la temperatura del sistema no se incrementa tanto como para provocar la transformación eutectoide y por lo tanto no hay presencia de laminillas de $\alpha + \eta$ sino gránulos de $\alpha + \eta$ generados por la fragmentación de la perlita presente en la estructura de colada del tocho.

IV.3.4.3 Evolución de la microestructura durante la extrusión en pruebas con tochos tratados térmicamente

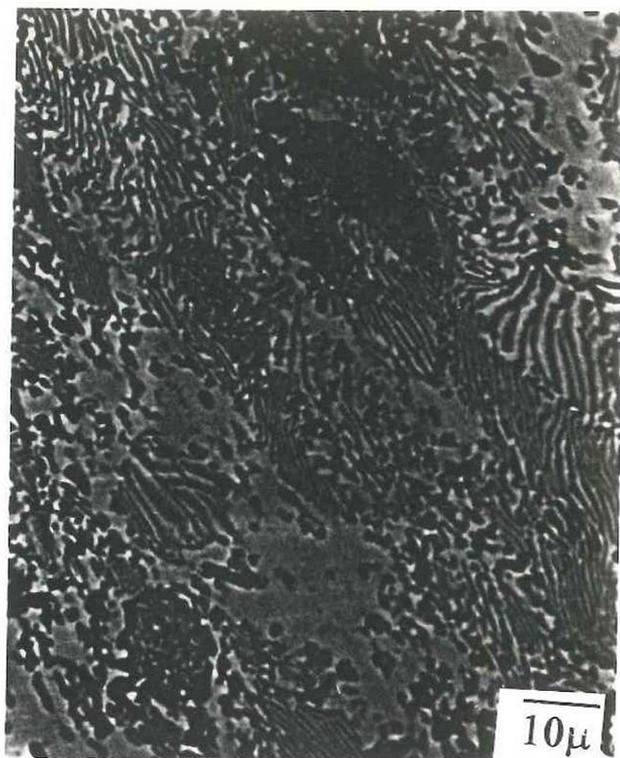
IV.3.4.3.1 Evolución de la microestructura durante la extrusión en pruebas usando tochos recocidos

En la figura 37(a, b, y c) se presenta una secuencia de fotografías tomadas al microscopio electrónico de barrido que permiten observar la evolución de la microestructura de la aleación 2 durante la extrusión de la misma utilizando como material de partida un tocho con tratamiento térmico de recocido. Las fotografías corresponden a 3 zonas diferentes del residuo de extrusión que van desde la zona no deformada, la zona deformada y el perfil extruido.

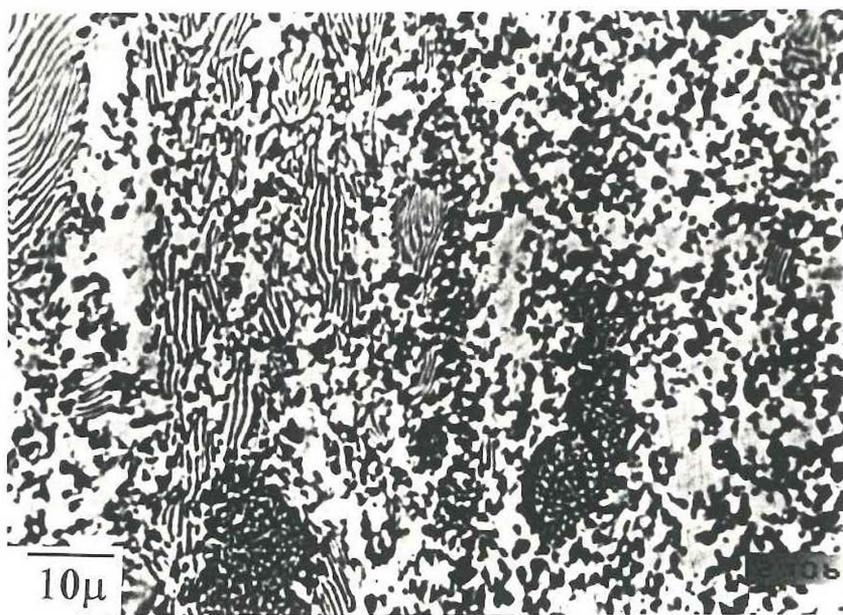
La estructura presente en la zona no deformada esta constituida por una matriz de laminillas gruesas de fases $\alpha + \eta$, granos de fase α con precipitados de fase η en su interior, estos granos de fase α corresponden a la fase α primaria formada durante la solidificación de la aleación, los pequeños granos de fase η dentro de la fase α primaria,



(a)



(b)



(c)

Figura 37. Evolución de la microestructura de la aleación 2 durante la extrusión de la misma a 260°C utilizando como material de partida un tocho con tratamiento térmico de recocido. Las fotografías corresponden a 3 zonas diferentes del residuo de extrusión que van desde la zona no deformada(a), la zona deformada(b) y el perfil extruido(c).

fueron formados por precipitación continua ya que por lo lento del enfriamiento, se facilita la difusión a través de la red. Se observa, además, la presencia del constituyente eutéctico formado durante la solidificación de la aleación.

La deformación plástica que sufre esta estructura durante la extrusión, provoca que el constituyente eutéctico se disgregue o desmenuce formando bandas de fase η con pequeños granos de α alineadas en la dirección del flujo plástico. El constituyente laminar aparece también disgregado o desmenuzado mientras que la fase α primaria con precipitación continua de fase η permanece casi sin deformación debido a que tiene mayor resistencia mecánica.

IV.3.4.3.2 Evolución de la microestructura durante la extrusión en pruebas usando tochos normalizados

En la figura 38 (a, b y c) se presenta una secuencia de fotografías tomadas al microscopio electrónico de barrido que permiten observar la evolución de la microestructura de la aleación 2 durante la extrusión de la misma utilizando como material de partida un tocho con tratamiento térmico de normalizado. Las fotografías corresponden a 3 zonas diferentes del residuo de extrusión que van desde la zona no deformada, la zona deformada y el perfil extruido.

La estructura en la zona no deformada está constituida por partículas de fase α primaria con precipitados de fase η en su interior, colonias de laminillas de $\alpha+\eta$ de espaciado laminar tanto fino como grueso y partículas de constituyente eutéctico formado por la fase η con precipitados de fase α . La deformación plástica durante la extrusión de esta estructura a temperatura menor que la eutectoide es muy semejante a la de la estructura con tratamiento térmico de recocido, con la única diferencia que en este caso, las partículas de α primaria si se encuentran visiblemente deformadas, aunque no desmenuzadas como los demás constituyentes de la estructura. Lo anterior se atribuye al hecho de que al enfriar

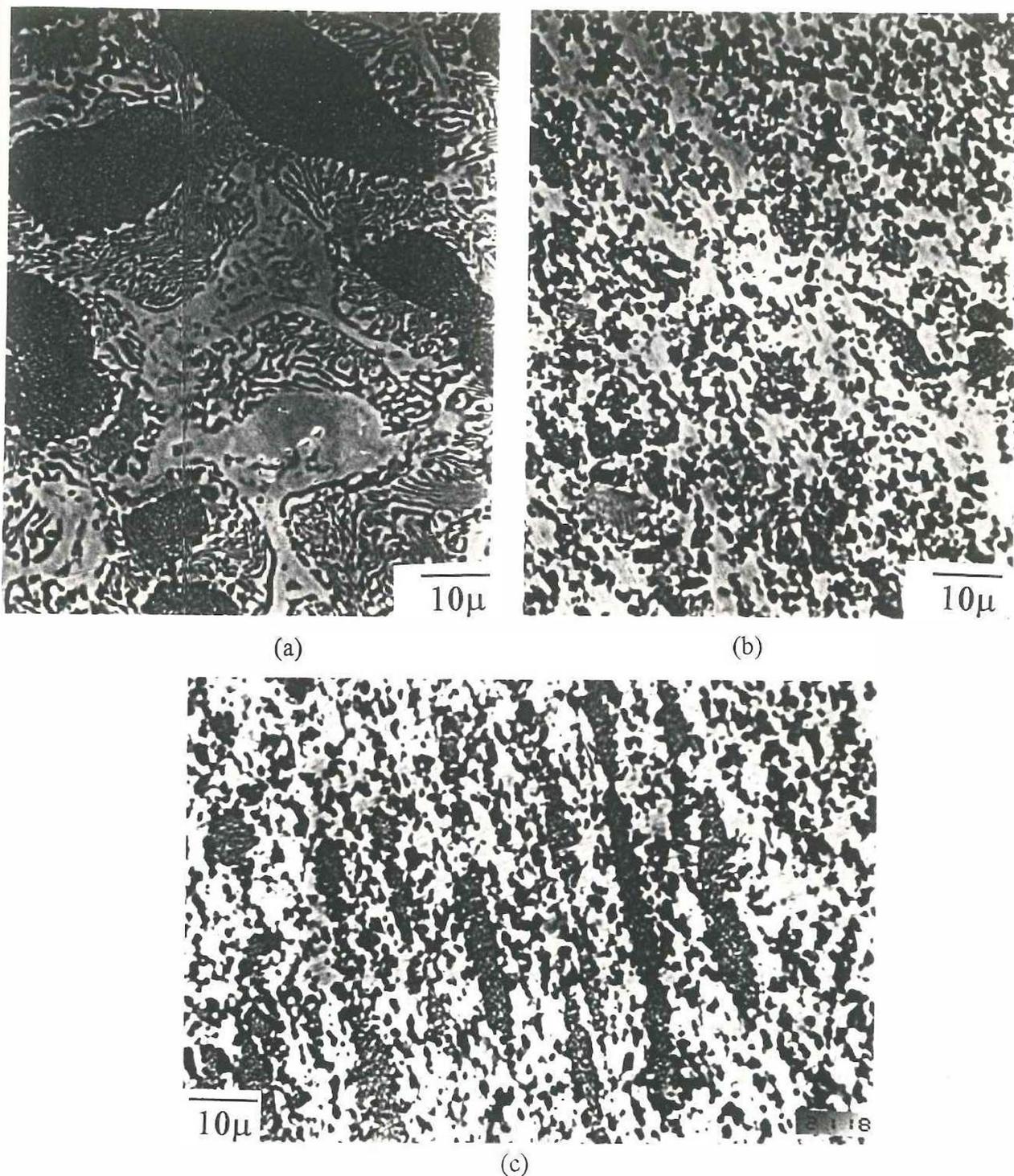


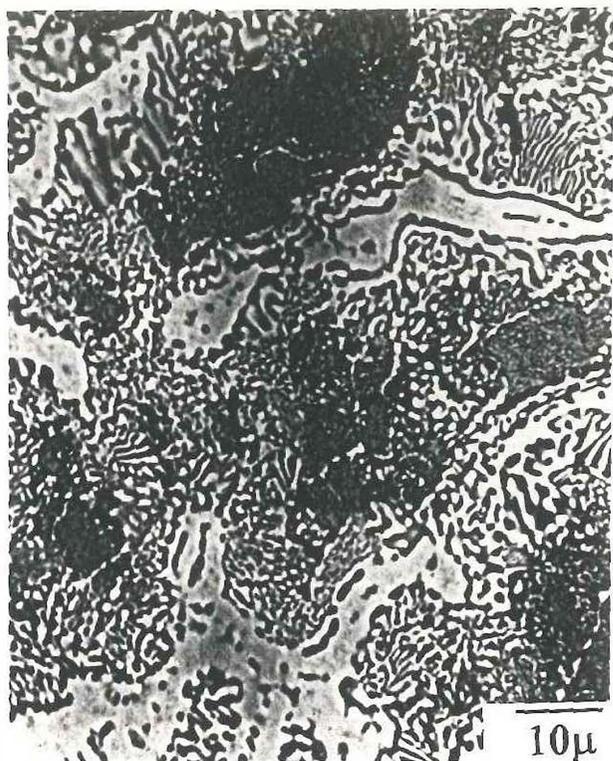
Figura 38. Evolución de la microestructura de la aleación 2 durante la extrusión de la misma a 260°C utilizando como material de partida un tocho con tratamiento térmico de normalizado. Las fotografías corresponden a 3 zonas diferentes del residuo de extrusión que van desde la zona no deformada(a), la zona deformada(b) y el perfil extruido(c).

durante el tratamiento térmico de normalizado a una velocidad más alta que en el caso del recocido, la fase α primaria sufre tanto precipitación continua como discontinua, observándose los granos de α primaria con estructura laminar y granular y siendo menos resistentes que cuando sólo contienen precipitación continua.

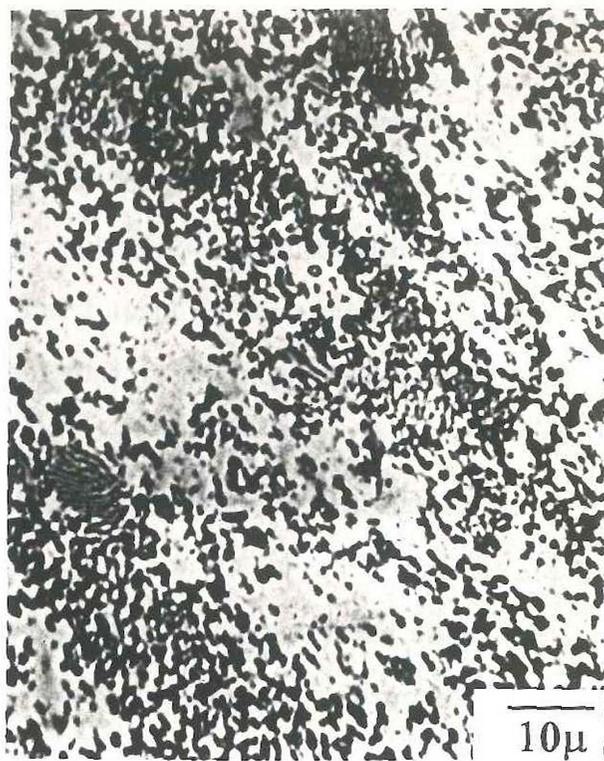
IV.3.4.3.3 Evolución de la microestructura durante la extrusión en pruebas usando tochos templados

En la figura 39 (a, b y c) se presenta una secuencia de fotografías tomadas al microscopio electrónico de barrido que permiten observar la evolución de la microestructura de la aleación 2 durante la extrusión de la misma utilizando como material de partida un tocho con tratamiento térmico de temple. Las fotografías corresponden a 3 zonas diferentes del residuo de extrusión que van desde la zona no deformada, la zona deformada y el perfil extruido.

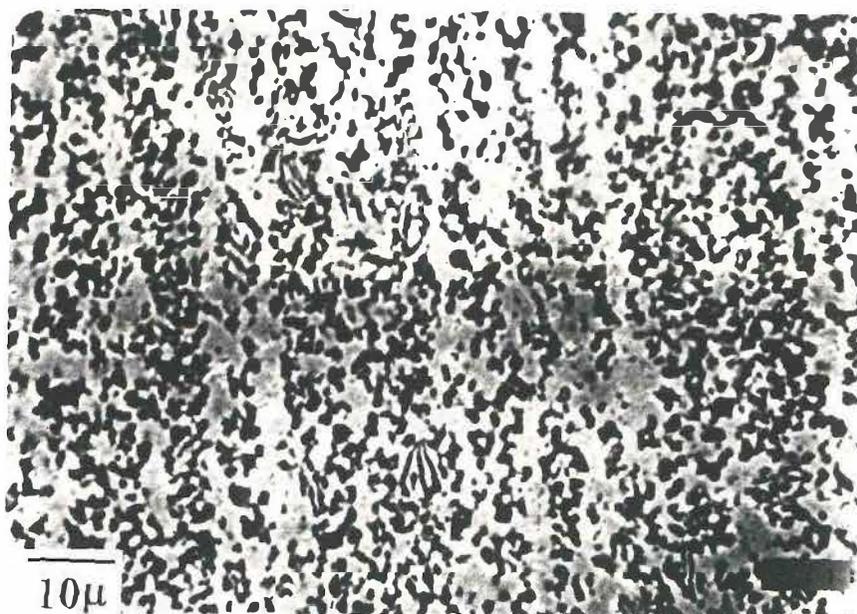
La estructura en la zona no deformada está constituida por fase α primaria con precipitados de fase η formados por precipitación discontinua, granos finos de fases $\alpha + \eta$ formados por descomposición espinodal durante el templeado del tocho de extrusión. Se observan también partículas del constituyente eutéctico formado por la fase η con precipitados de α sobre los bordes. La deformación plástica asociada con la extrusión de esta estructura a temperatura menor que la eutectoide, provoca que haya una disgregación general de los constituyentes incluyendo las partículas de fase α primaria, las cuales por estar constituidas por laminillas de fases $\alpha + \eta$ formadas por precipitación discontinua, son menos resistentes que las encontradas en las estructuras recocida y normalizada, por lo tanto, en este caso se deforman junto con los demás constituyentes de la estructura.



(a)



(b)



(c)

Figura 39. Evolución de la microestructura de la aleación 2 durante la extrusión de la misma a 260°C utilizando como material de partida un tocho con tratamiento térmico de templado. Las fotografías corresponden a 3 zonas diferentes del residuo de extrusión que van desde la zona no deformada(a), la zona deformada(b) y el perfil extruido(c).

IV.3.4.4 Evolución de la microestructura durante la extrusión de la aleación 3

En la figura 40, se presenta una secuencia de fotografías tomadas al microscopio electrónico de barrido que permiten observar la evolución de la microestructura de la aleación 3 durante la extrusión de la misma. Las fotografías corresponden a 3 zonas diferentes del residuo de extrusión que van desde la zona no deformada, la zona deformada y el perfil extruido.

La estructura de la zona no deformada está constituida por partículas de fase α primaria, colonias de perlita fina $\alpha+\eta$, eutéctico remanente formado por η , ε y τ' . Dado que al microscopio electrónico las fases η y ε aparecen muy semejantes, es difícil distinguirlas entre sí pues tienen casi la misma tonalidad. Las fases α y τ' aparecen al microscopio con tonalidad oscura aunque τ' se observa más clara que α . La deformación plástica asociada con la extrusión de esta aleación a temperatura mayor que la eutectoide, provoca en primer término que aparezca la fase τ' ya que en la estructura de colada sólo se tiene la presencia de fase ε , además, ocurre una fragmentación tanto de la fase η como τ' dando lugar a una estructura granular formada por las fases $\alpha + \eta$, quedando partículas remanentes de fase α primaria. La fase τ' aparentemente queda distribuida de manera uniforme entre los constituyentes de la estructura, aunque por el contraste que presenta con la fase ε , parecería que se encuentra en mayor proporción dentro de ella que en la mezcla de fases $\alpha + \eta$.

IV.3.4.5 Evolución de la microestructura durante la extrusión de la aleación 4

En la figura 41(a, b y c) se presenta una secuencia de fotografías tomadas al microscopio electrónico de barrido que permiten observar la evolución de la microestructura de la aleación 4 durante la extrusión de la misma. Las fotografías corresponden a 3 zonas diferentes del residuo de extrusión que van desde la zona de poca deformación, la zona de máxima deformación y la zona del perfil extruido.

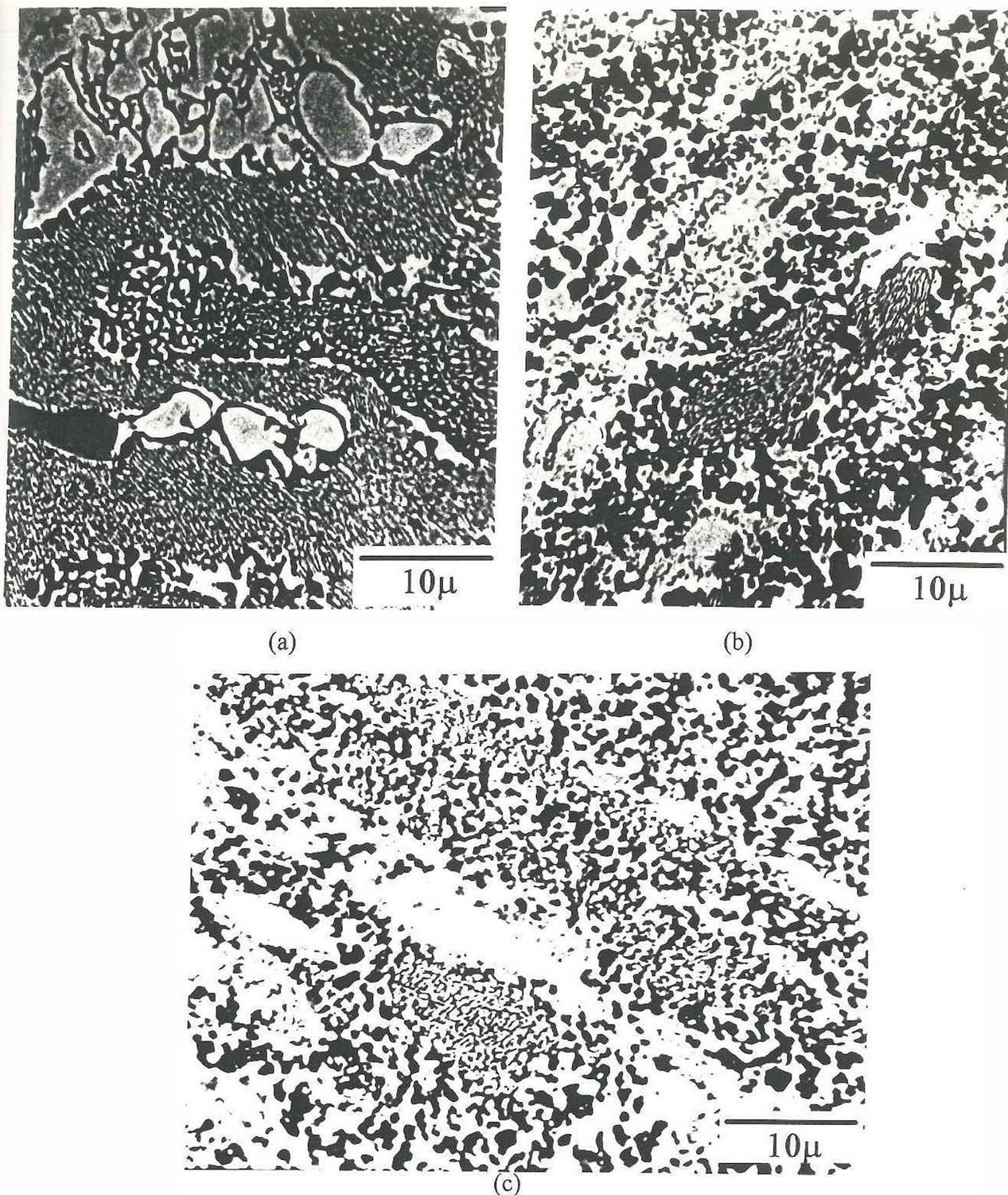


Figura 40. Evolución de la microestructura de la aleación 3 durante la extrusión de la misma utilizando como material de partida un tocho sin tratamiento térmico. Las fotografías corresponden a 3 zonas diferentes del residuo de extrusión que van desde la zona no deformada(a), la zona deformada(b) y el perfil extruido(c).

La estructura en la zona de poca deformación esta constituida por fase τ' en una matriz de fases $\alpha + \eta$ con estructura laminar, se observan algunas partículas de fase ε , es notoria la presencia de poros generados por la fragmentación de la fase τ' . En la zona de mayor deformación plástica y en la del perfil extruido, se observa la fase τ' con mayor grado de fragmentación. Los poros asociados por la fragmentación de la fase τ' son rellenados parcialmente por la mezcla de fases $\alpha + \eta$. La presencia de estas cavidades formadas durante la extrusión de esta aleación, seguramente contribuyen de manera importante al comportamiento tan frágil presentado por la aleación al realizar ensayos de tracción.

IV.3.5 Patrones de flujo observados en los residuos de extrusión

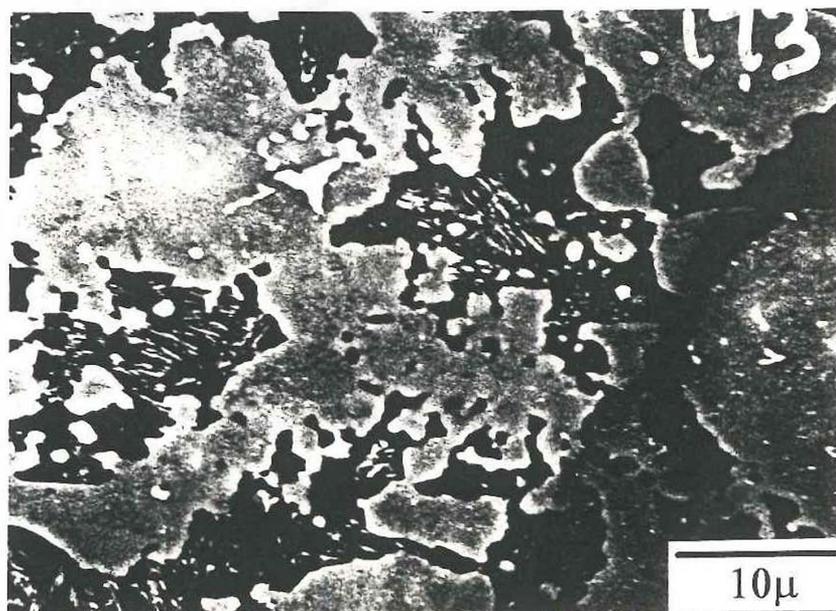
El patrón de flujo obtenido en la extrusión inversa de las aleaciones corresponde al tipo A que es obtenido cuando la fricción es baja, como en este caso en que las pruebas se realizaron con una prensa del tipo indirecto y con lubricación en el dado, desafortunadamente, no se realizaron pruebas de extrusión con tochos seccionados y marcados con rejillas bajo otras condiciones de lubricación por lo que se tienen solo resultados parciales. El patrón de flujo se muestra en la figura 41(d)



(a)

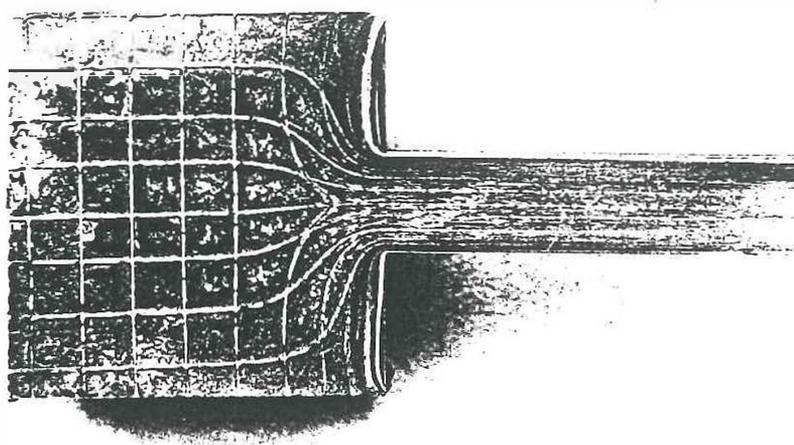


(b)



(c)

Figura 41. Evolución de la microestructura de la aleación 4 durante la extrusión de la misma utilizando como material de partida un tocho sin tratamiento térmico. Las fotografías corresponden a 3 zonas diferentes del residuo de extrusión que van desde la zona no deformada(a), la zona deformada(b) y el perfil extruido(c).



1 cm

Figura 41d. Patrón de flujo obtenido durante la extrusión inversa de la aleación 2 a una temperatura de 260°C y lubricando el dado de extrusión con bardahl 2

IV.4 Resultados de la difracción de rayos X en las aleaciones Zn-Al y Zn-Al-Cu

IV.4.1 Resultados de difracción de rayos X en la aleación eutécticoide Zn-Al

En las figuras 42 a 50, se presentan los difractogramas obtenidos al analizar las dos aleaciones de composición cercana a la eutécticoide zinc-aluminio sin adición de cobre 1(a) y 1(b) de la tabla 3.1 a diferentes temperaturas y a diferentes tiempos de mantenimiento. Como se mencionó en el capítulo correspondiente al trabajo experimental, los ciclos de calentamiento a que fueron sometidas las dos aleaciones Zn-Al de composición cercana a la eutécticoide fueron como sigue

Aleación 1(a):

Difracción a temperatura ambiente (figura 42), difracción a 265°C (figura 43), difracción a 280°C (figura 44), difracción a 320°C (figura 45), difracción a 320°C luego de 3 horas de permanencia a esa temperatura (figura 46), enfriamiento a 250°C y difracción a esa temperatura (figura 47), difracción a temperatura ambiente luego del ciclo (figura 48).

Aleación 1(b):

Difracción a 290°C (figura 49), difracción a 370°C (figura 50), y difracción a 370°C luego de 15 horas de permanencia a esa temperatura (figura 51).

Como puede observarse, las fases presentes en las aleaciones de composición binaria son α y η que corresponden a las soluciones sólidas de Aluminio y Zinc respectivamente. No hay la formación de intermetálicos. Las reflexiones características de estas fases son las siguientes: para el Aluminio, la reflexión del plano (111): $2\theta = 38.47^\circ$ y para el Zinc, la reflexión del plano (1011): $2\theta = 43.24^\circ$. Los dobles picos observados en ángulos $2\theta > 65^\circ$ en la figura 42 son producidos por la radiación $K_{\alpha 2}$ del ánodo de Cobre utilizado.

Al calentar las aleaciones Zn-Al de composición binaria a temperaturas por debajo de los 275°C, básicamente lo que se observa es una desviación de las reflexiones hacia

ángulos de difracción menores, es decir distancias interplanares mayores, lo que indica que la red cristalina de estas fases sufre una expansión con el incremento de temperatura.

Al calentar la aleación 1(a) de composición química en Zinc ligeramente inferior a la eutectoide a temperaturas entre 280°C y 320 °C se observa la ausencia de las reflexiones correspondientes a la fase η que es la solución sólida rica en Zinc, se observa en cambio la presencia de dos soluciones de aluminio con diferente contenido de zinc lo cual se presenta en el patrón de difracción como una doble reflexión de los planos (111), (200) y (220), (ver figuras 44 y 45). Estas dos soluciones de aluminio en alta temperatura confirman la existencia de la región de insolubilidad del diagrama. Las reflexiones de la fase de alta temperatura prácticamente coinciden con las reflexiones correspondientes a las del aluminio puro a temperatura ambiente, lo que indica que el contenido de Zinc disuelto en el aluminio contrae la red cristalina aunque por otro lado el incremento en temperatura la expande, el efecto conjunto es que el parámetro de la red de la fase de alta temperatura es prácticamente el mismo que el del aluminio puro a temperatura ambiente.

Por otro lado, al calentar a 290°C la aleación 1(b) de composición química en Zinc ligeramente superior a la composición eutectoide, se observa la presencia de una pequeña cantidad de fase η la cual corresponde a la fase η proeutectoide, en este caso no se notan picos de difracción de fase α con dobletes, ver figura 49, lo que indica que la composición química se encuentra fuera de la región de insolubilidad

La aleación Zn-Al de composición eutectoide, analizada por difracción de rayos X a temperaturas superiores a la eutectoide, confirma la existencia de solamente una fase de alta temperatura con la estructura del aluminio (ver figuras 50 y 51), la cual se forma a partir de las dos soluciones sólidas $\alpha + \eta$ presentes a temperatura ambiente. No se observan cambios en el difractograma de la aleación a pesar de tiempos de mantenimiento de hasta 15 horas a 370°C como se muestra en la figura 51. El único cambio que se percibe es que la

reflexión de los planos (111) disminuye en intensidad mientras que la reflexión de los planos (200) aumenta. Esto significa que la fase β de alta temperatura se encuentra en un proceso de crecimiento de grano por medio del cual los planos (200) quedan orientados de manera preferencial para la difracción. La fase de alta temperatura se transforma, al descender la temperatura por debajo de la eutectoide, en dos soluciones sólidas, una de las cuales mantiene la misma estructura cristalina del aluminio mientras que la otra es una solución sólida basada en la estructura del zinc (figura 47).

Los resultados confirman de manera prácticamente indiscutible la validez del diagrama de equilibrio propuesto por Gebhardt (1949) y por otros autores, y desaprueban la existencia del peritético y la fase intermedia de alta temperatura propuesta por Presnyakov (1961) y Nayak (1973).

IV.4.2 Resultados de difracción de rayos X en Zn-Al-2Cu

Los resultados obtenidos al analizar mediante difracción de rayos X a temperatura ambiente la aleación 2, muestran básicamente que la cantidad de cobre añadida se incorpora casi totalmente a las fases $\alpha + \eta$ presentes en la aleación eutectoide, es decir, el cobre se disuelve dentro del sistema formando sólo pequeñas cantidades de fases ricas en cobre. Las fases presentes en la aleación provocadas por la incorporación del cobre a la misma son; la fase ϵ con estequiometría aproximada de CuZn_4 o CuZn_5 y la fase τ' con estequiometría aproximada de $\text{Cu}_3\text{Al}_4\text{Zn}$.

Los análisis de difracción de rayos X hechos en tochos con tratamiento térmico de la aleación 2, se presentan en las figuras 52 a 55, muestran la presencia de las fases $\alpha + \eta$, y de la fase ϵ en pequeñas cantidades, no se tiene presente la fase τ' en ningún tipo de tratamiento térmico. En el caso del tocho con tratamiento térmico de temple se tiene la presencia de un pico adicional que revela la existencia de dos soluciones sólidas de zinc con diferente

contenido de aluminio estas dos soluciones sólidas son la porción de fase η formada durante la solidificación de la aleación como un eutéctico y la porción de fase η formada durante la transformación espinodal como granos finos de $\alpha + \eta$.

La extrusión de la aleación 2 a temperatura menor que la eutectoide provoca la formación de la fase τ' y la desaparición de la fase ε , todos los perfiles extruidos de esta aleación a partir de tochos tratados térmicamente tienen τ' en lugar de ε como lo muestran las figuras 56 a 59 que son los difractogramas obtenidos en los perfiles extruidos a 260°C a partir de tochos tratados térmicamente.

La extrusión de la aleación 2 a temperatura mayor que la eutectoide provoca la presencia de fase ε y no de τ' . Como lo muestran los difractogramas de las figuras 60 a 63 y que corresponden a los análisis de difracción realizados en perfiles extruidos a 300°C a partir de tochos tratados térmicamente.

Los resultados del análisis de difracción de rayos X realizados a perfiles extruidos a 260°C de la aleación 2 y posteriormente tratados térmicamente, se presentan en las figuras 64 a 66, muestran la presencia de las fases $\alpha + \eta$ y de la fase ε en el caso del perfil con tratamiento térmico de normalizado mientras que los perfiles con tratamiento térmico de temple y de recocido muestran la presencia de τ' y de ε , además de $\alpha + \eta$. Este resultado indica que la fase ε se forma durante el calentamiento y la permanencia a la temperatura de tratamiento térmico (350°C) y se transforma parcialmente en τ' por los esfuerzos involucrados durante el enfriamiento violento como es el caso del temple o durante el enfriamiento lento como es el caso del recocido. En el caso del tratamiento térmico de normalizado la fase ε permanece metaestable a la temperatura ambiente ya que su transformación a τ' requiere de tiempos muy largos y dado que la transformación eutectoide produce laminillas finas de $\alpha + \eta$, ni provoca esfuerzos durante el enfriamiento ni es lo suficientemente lenta como para permitir la formación de τ' .

Los resultados de difracción de rayos X en alta temperatura realizados en la aleación 2 se presenta en la figuras 67 a 72, muestran que conforme la temperatura se incrementa las fases $\alpha + \eta$ se transforman en una única fase sólida de alta temperatura con la estructura del aluminio y que las pequeñas cantidades de fases ε y τ' presentes a temperatura ambiente en el material se disuelven casi totalmente a excepción de una mínima parte de fase ε la cual al incrementar aun más la temperatura tiende casi a desaparecer, ver figura 70. Al enfriar la aleación 2 desde la temperatura de 320°C, se observa la descomposición de la fase de alta temperatura en las fases $\alpha + \eta$ a 265°C, ver figura 71 y la aparición de la fase ε . No se observa la formación de la fase τ' durante el enfriamiento de la aleación 2 lo que indica que la velocidad de enfriamiento utilizada es demasiado rápida como para permitir la transformación de la fase ε en la fase τ' .

IV.4.3 Resultados de difracción de rayos X en Zn-Al-6Cu

La adición de cantidades mayores que 2% en peso de cobre a la aleación eutectoide Zn-Al provoca la formación adicional de cantidades considerables de fases ricas en cobre que son ε y τ' . La presencia de estas fases está gobernada por las condiciones de solidificación y por el tratamiento térmico y mecánico que sufre posteriormente el material.

En la figura 73 se presenta el difractograma obtenido en la aleación 3 en estado de colada en el que puede notarse la presencia de las fases $\alpha + \eta$ la fase ε y la ausencia de τ' . La extrusión a 350°C en esta aleación provoca la aparición de la fase τ' a expensas de la ε presente en la estructura de colada ver figura 74.

Los análisis de difracción sobre perfiles de la aleación 3 con tratamientos térmicos posteriores a la extrusión muestran que en el caso del perfil recocido se tiene la presencia de la fase τ' pero no de ε además de las fases α y η . En el caso del perfil normalizado, se tiene la presencia de las fases ε y τ' además de las fases α y η mientras que en el caso del perfil

templado se tienen tanto las fases ϵ y τ' y se observa sólo una pequeña cantidad de fase η por lo que se asume que la fase de alta temperatura se retiene parcialmente, es decir, se inhibe la transformación eutectoide o espinodal, además, las reflexiones correspondientes a la fase β se encuentran desplazadas hacia ángulos de difracción mayores lo que indica que la red cristalina de la fase rica en aluminio se encuentra contraída por la gran cantidad de Zinc que mantiene en solución. Estos difractogramas se muestran en las figuras 75 a 77.

Los análisis de difracción de rayos X hechos sobre la aleación 3 a diferente temperatura muestran la transformación de las fases $\alpha + \eta$ en la fase β . Posteriormente, a medida que la temperatura se incrementa la fase ϵ se disuelve dentro de la fase β de alta temperatura al grado de que a 320°C después de un tiempo de mantenimiento de 90 minutos se tiene virtualmente ausente la fase ϵ y sólo presentes las fases β y τ' , ver figuras 78 a 81.

IV.4.4 Resultados de difracción de rayos X en Zn-30Al-27Cu

Los resultados del análisis de difracción realizado en la aleación 4 a temperatura ambiente se muestran en las figuras 82 a 84, donde puede observarse que esta aleación con estructura de colada contiene una considerable cantidad de fase ϵ además de la fase τ' y por supuesto las fases $\alpha + \eta$. Al homogeneizar esta aleación el difractograma muestra que la fase ϵ ha disminuido y la fase τ' se ha incrementado. En la aleación extruida es notoria la presencia de τ' y la mínima cantidad de ϵ .

Es evidente que la fase ϵ se encuentra en mayor proporción en la estructura de colada por efecto de la solidificación rápida durante la colada continua ya que el líquido remanente solidifica como un eutéctico ternario dando lugar a las fases $\beta + \eta + \epsilon$ inhibiendo la formación de la fase τ' por la lentitud de la reacción. A medida que se permite la homogeneización de la aleación la fase metaestable ϵ tiende a desaparecer para dar lugar a la

fase de equilibrio a temperatura ambiente τ' . Esta transformación es promovida por la temperatura y por el trabajado mecánico.

Los resultados de los análisis de difracción realizados en la aleación 4 a diferentes temperaturas se presentan en las figuras 85 a 88 se observa como a medida que la temperatura se incrementa las fases $\alpha + \eta$ desaparecen alrededor de los 280°C para dar lugar a la fase de alta temperatura (β) con estructura del aluminio que posteriormente, durante el enfriamiento, se descompondrá nuevamente en $\alpha + \eta$. Se observa también como la fase ϵ se disuelve paulatinamente en la estructura durante la etapa de calentamiento no apareciendo mas durante la etapa de enfriamiento por lo que la estructura queda formada únicamente por las fases α , η y τ' a temperatura ambiente y pequeñas cantidades de ϵ .

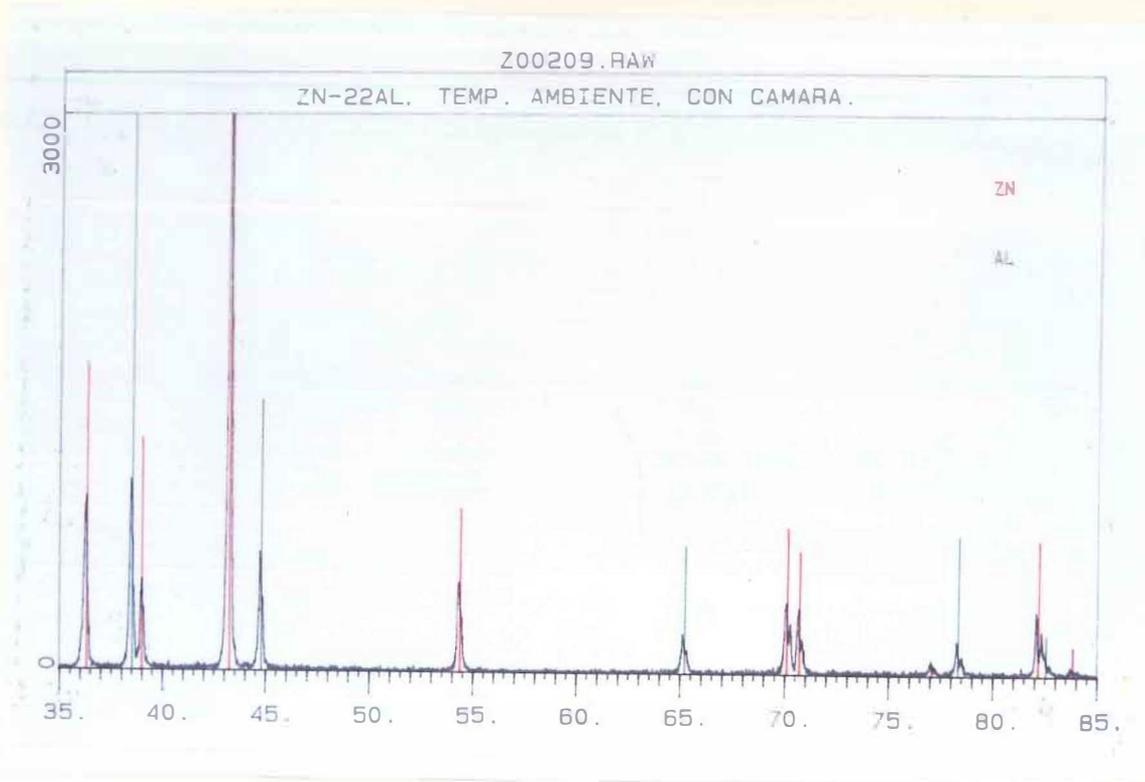


Figura 42. Difractograma obtenido en la aleación 1(a) a temperatura ambiente

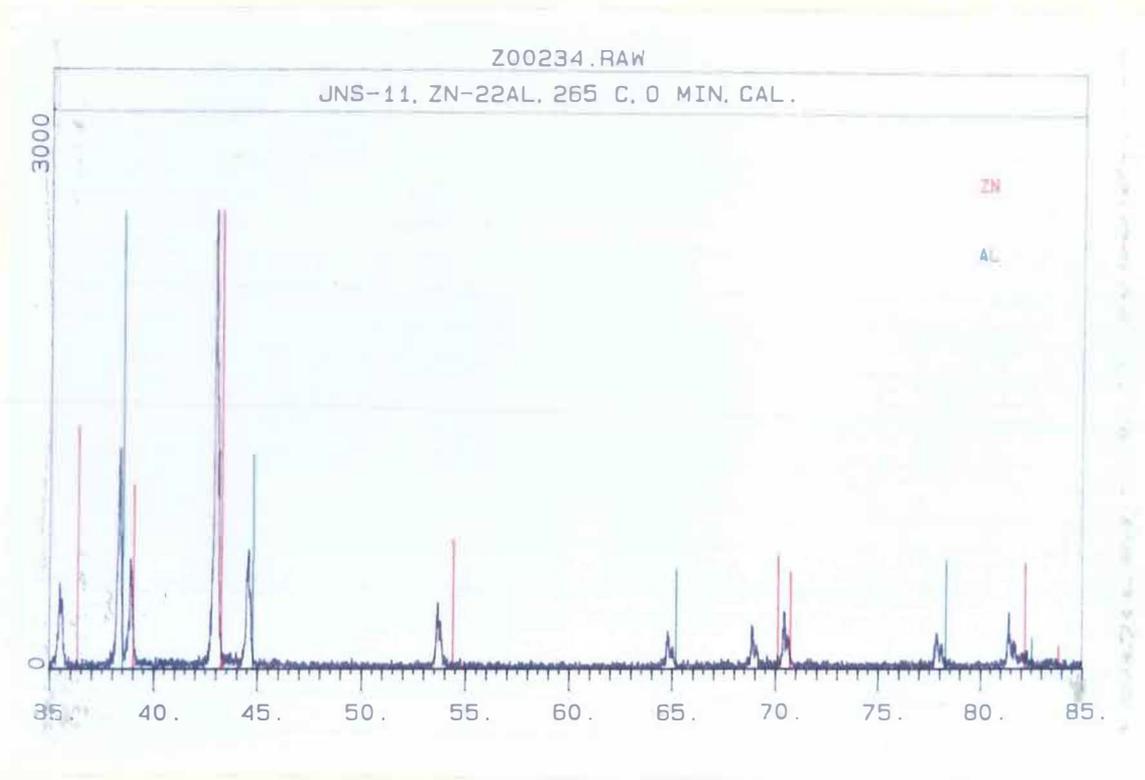


Figura 43. Difractograma obtenido en la aleación 1(a) a 265°C

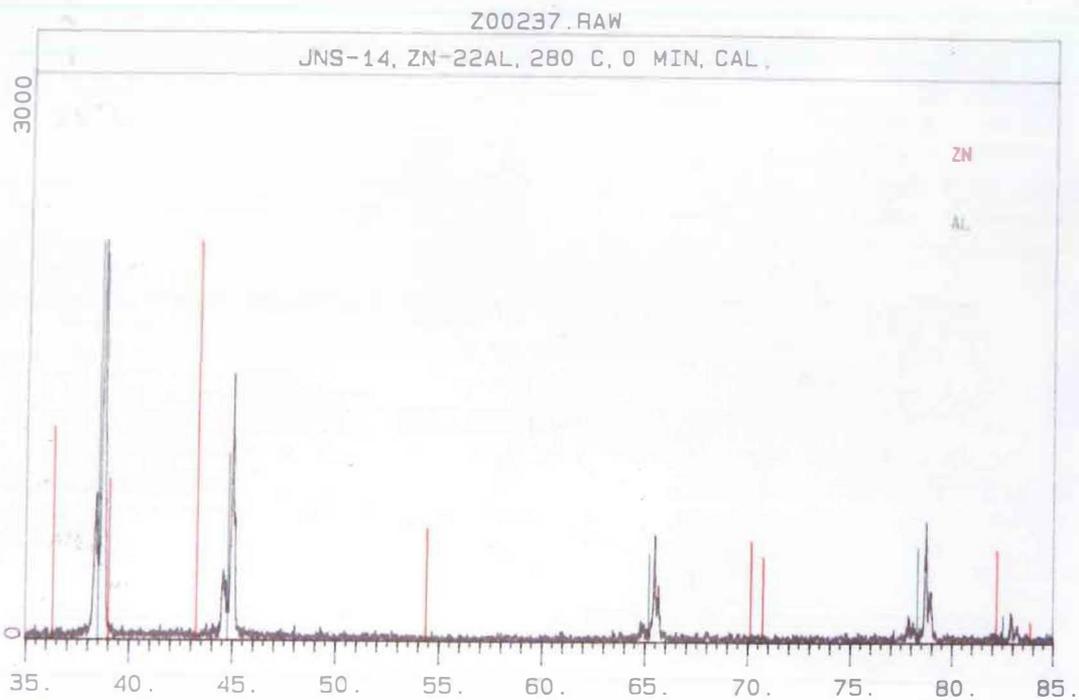


Figura 44. Difractograma obtenido en la aleación 1(a) a 280°C

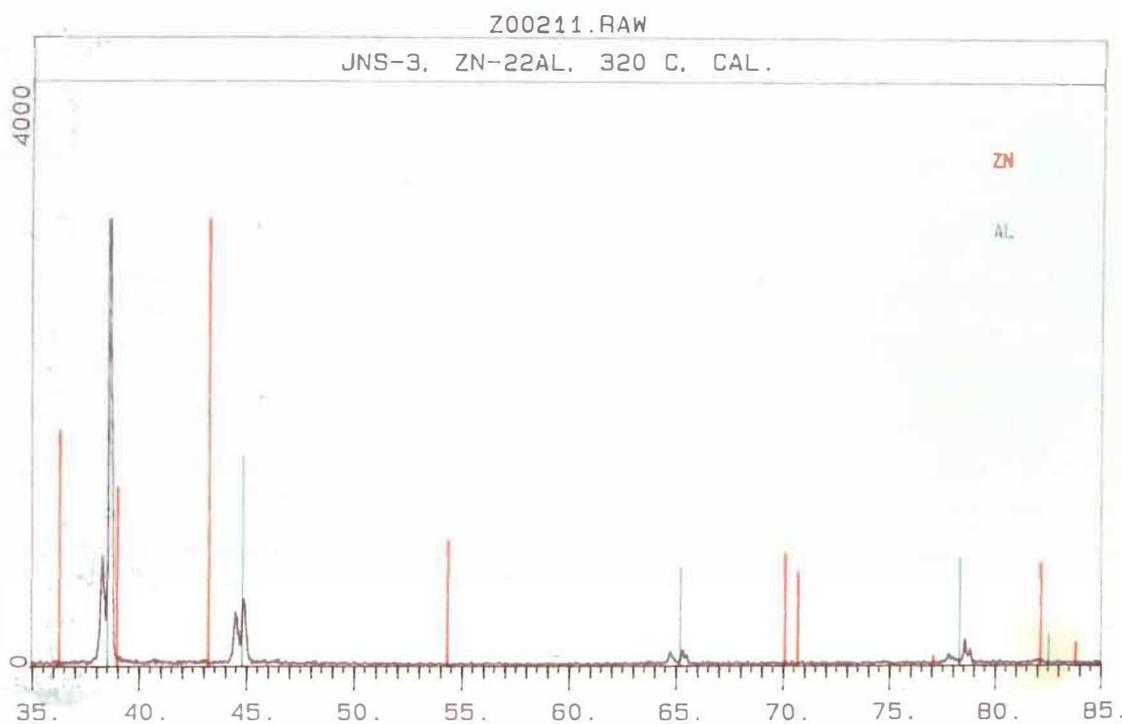


Figura 45. Difractograma obtenido en la aleación 1(a) a 320°C

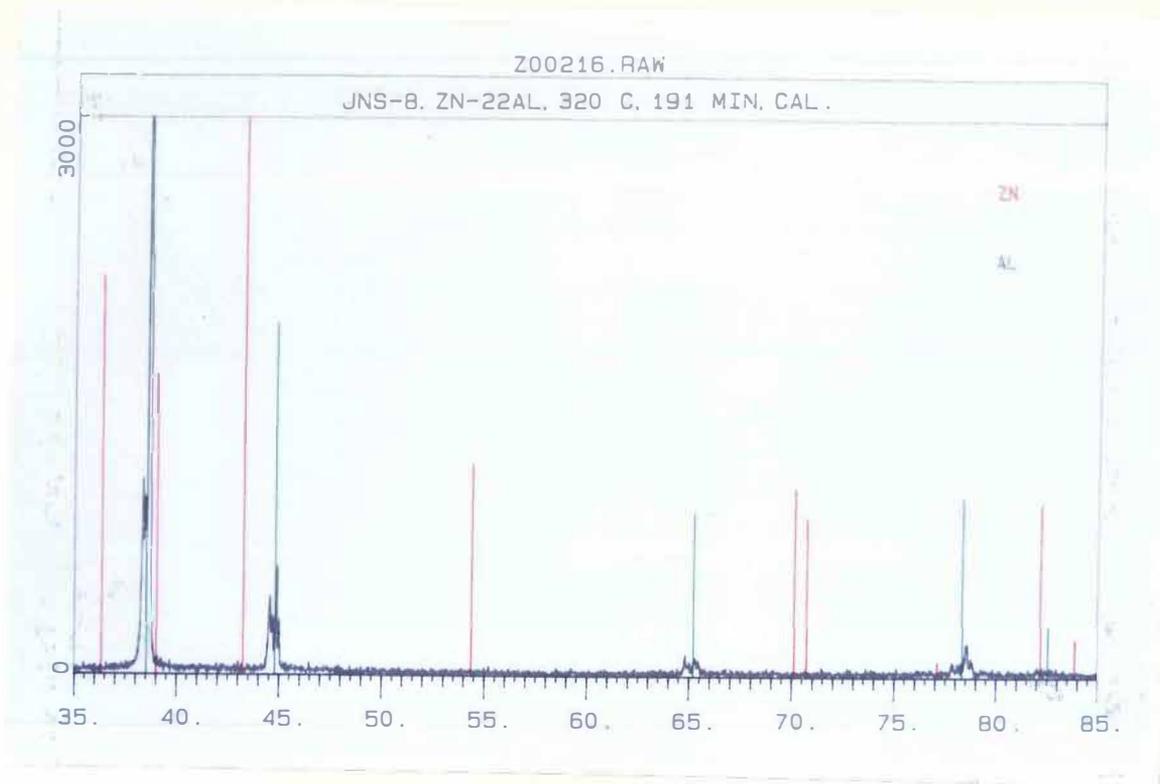


Figura 46. Difractograma obtenido en la aleación 1(a) luego de 3 horas a 320°C

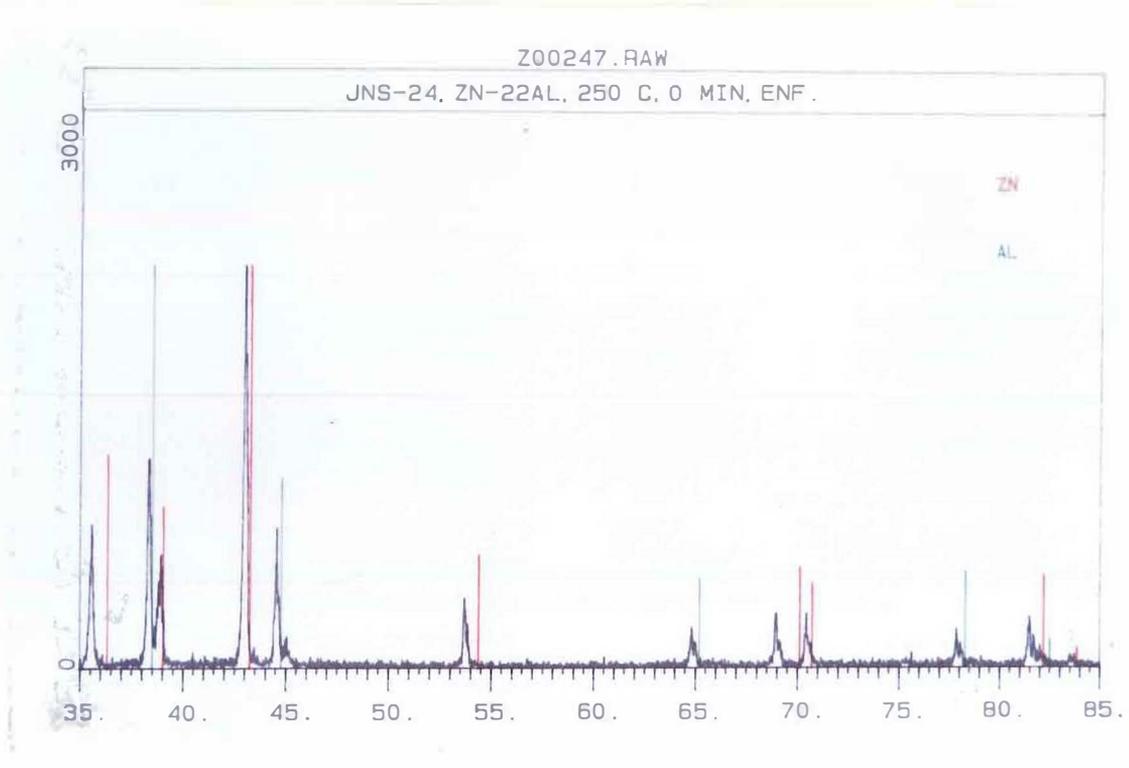


Figura 47. Difractograma obtenido en la aleación 1(a) al enfriar de 320°C a 250°C

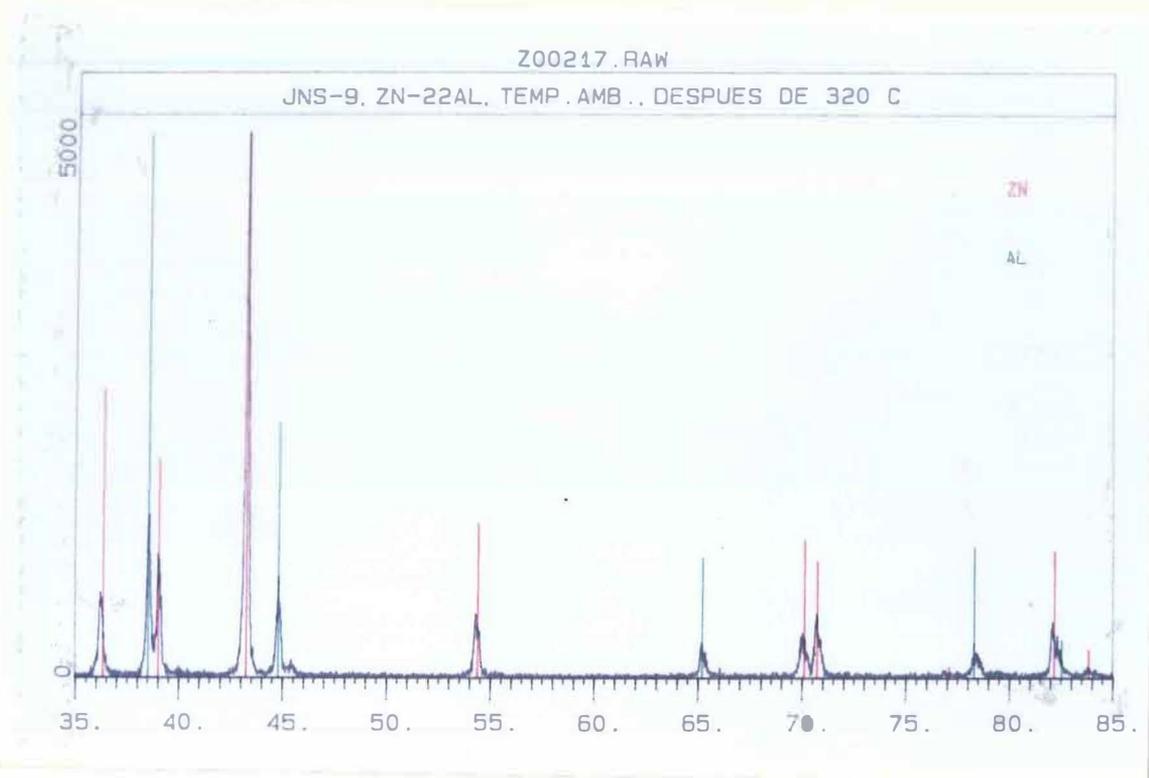


Figura 48. Difractograma obtenido en la aleación 1(a) al enfriar de 250°C a 20°C

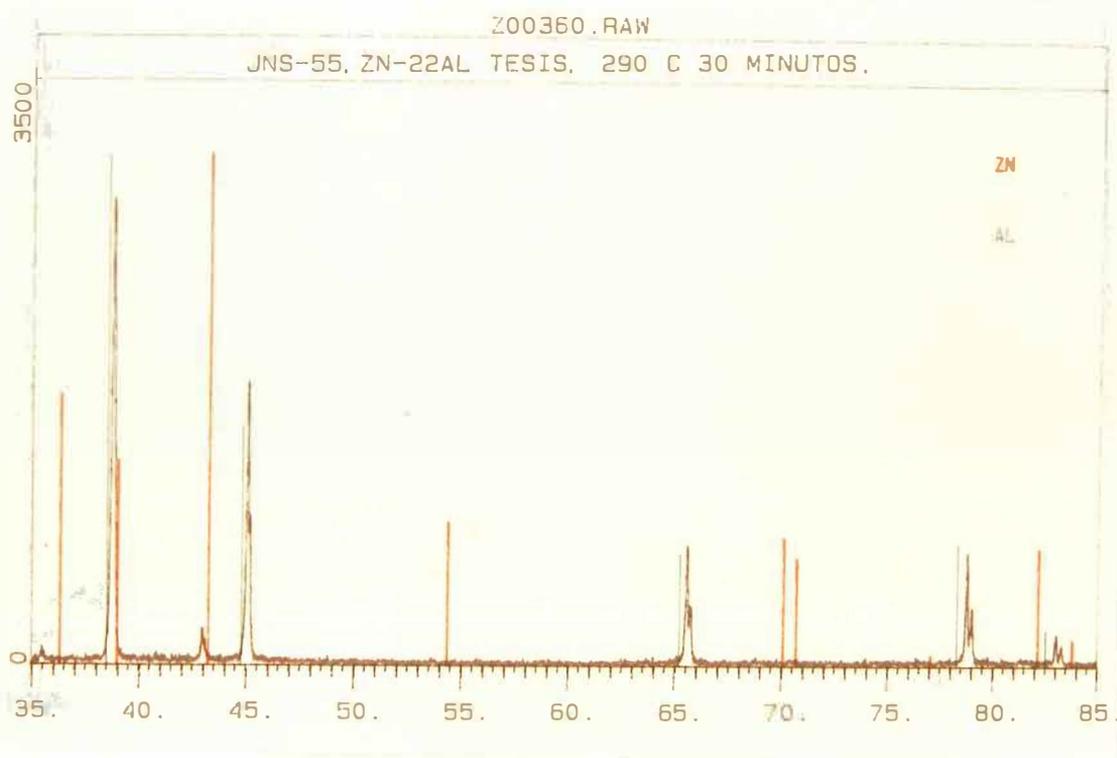


Figura 49. Difractograma obtenido en la aleación 1(b) luego de 30' a 290°C

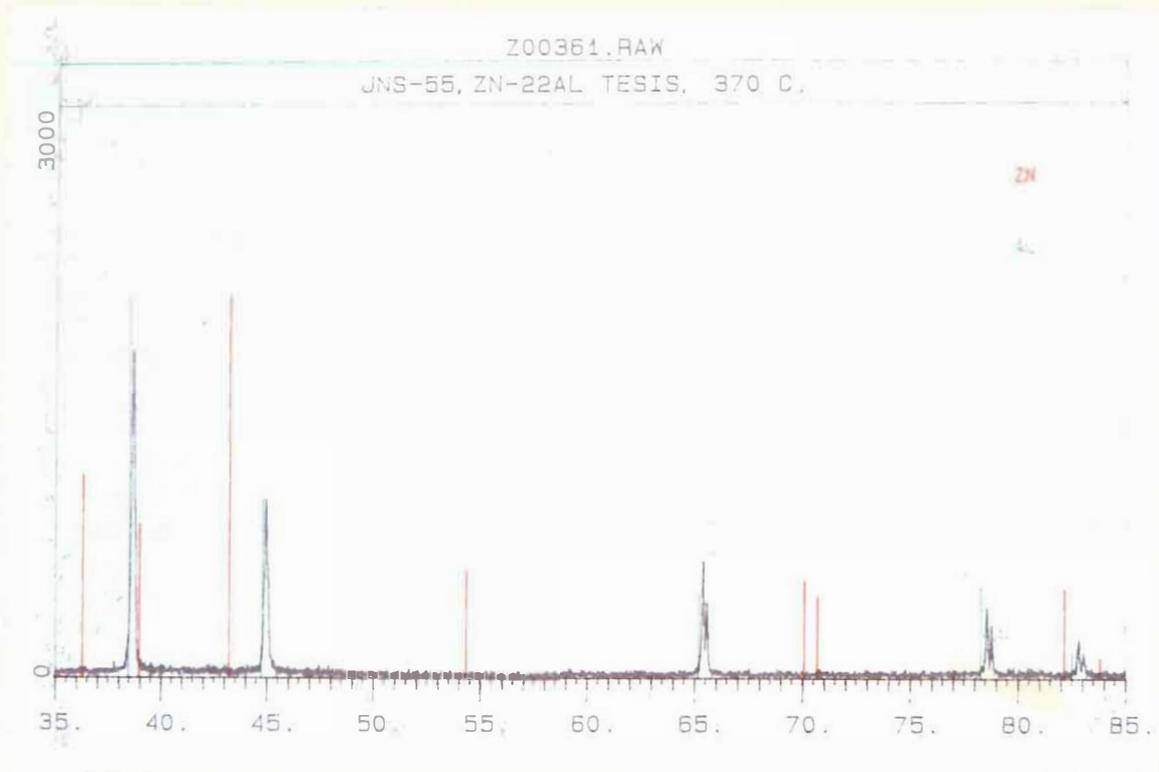


Figura 50. Difractograma obtenido en la aleación 1(b) a 370°C

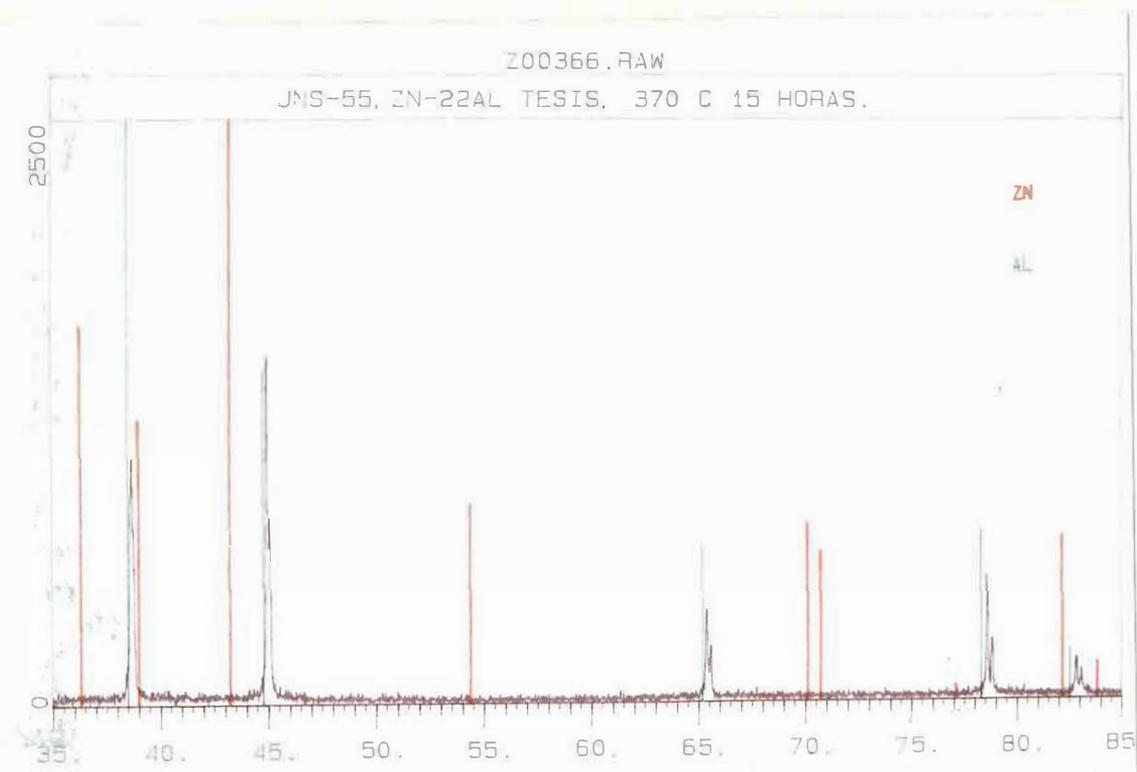


Figura 51. Difractograma obtenido en la aleación 1(b) luego de 15 horas a 370°C

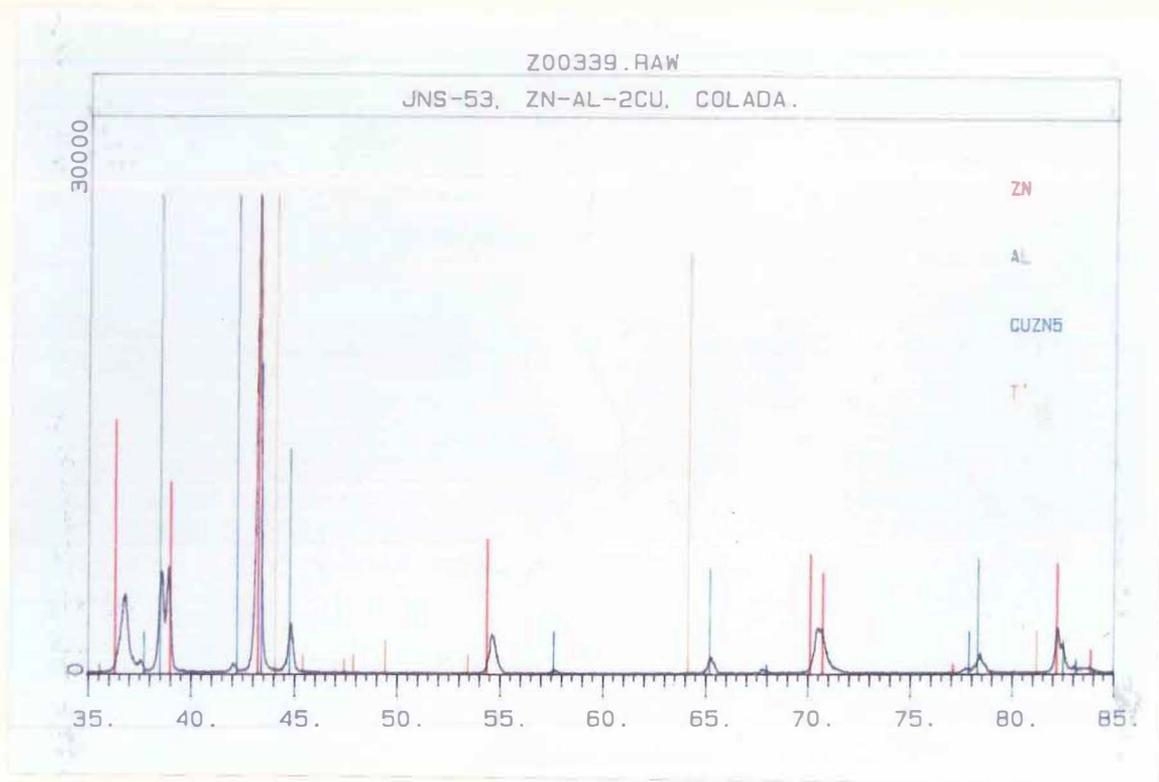


Figura 52. Difractograma obtenido para la aleación 2 en estado de colada

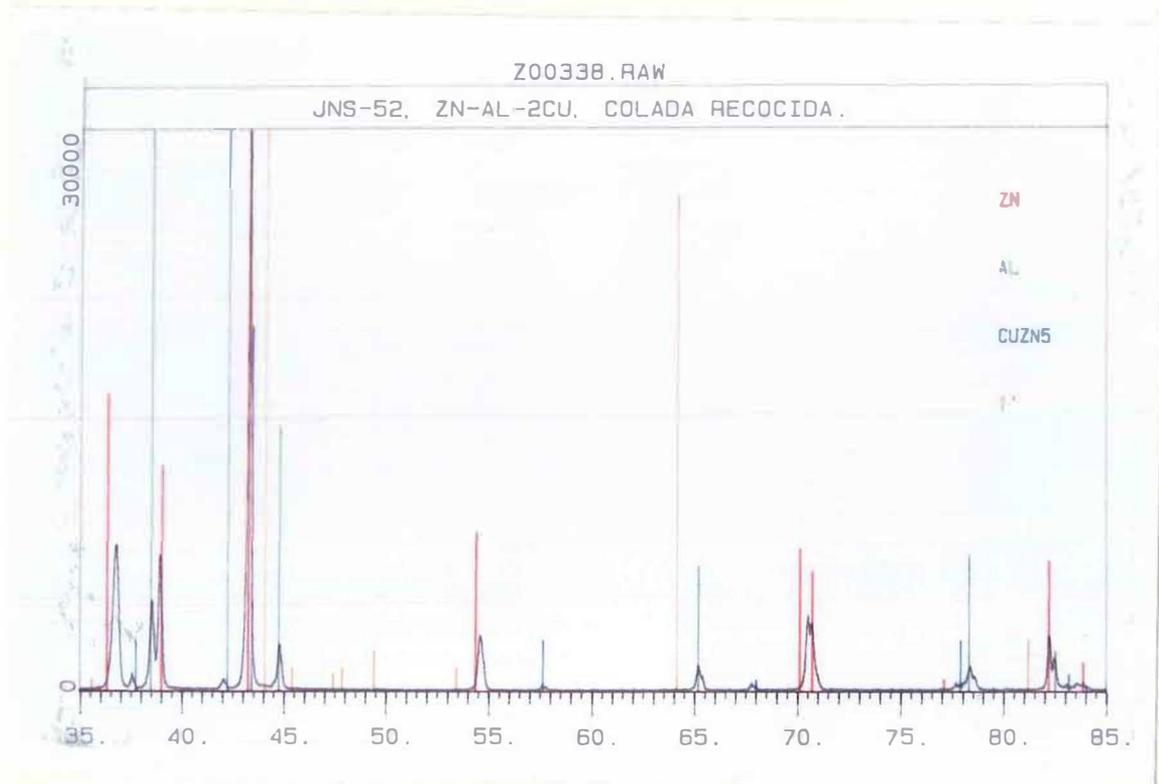


Figura 53. Difractograma obtenido en el tocho recocido de la aleación 2

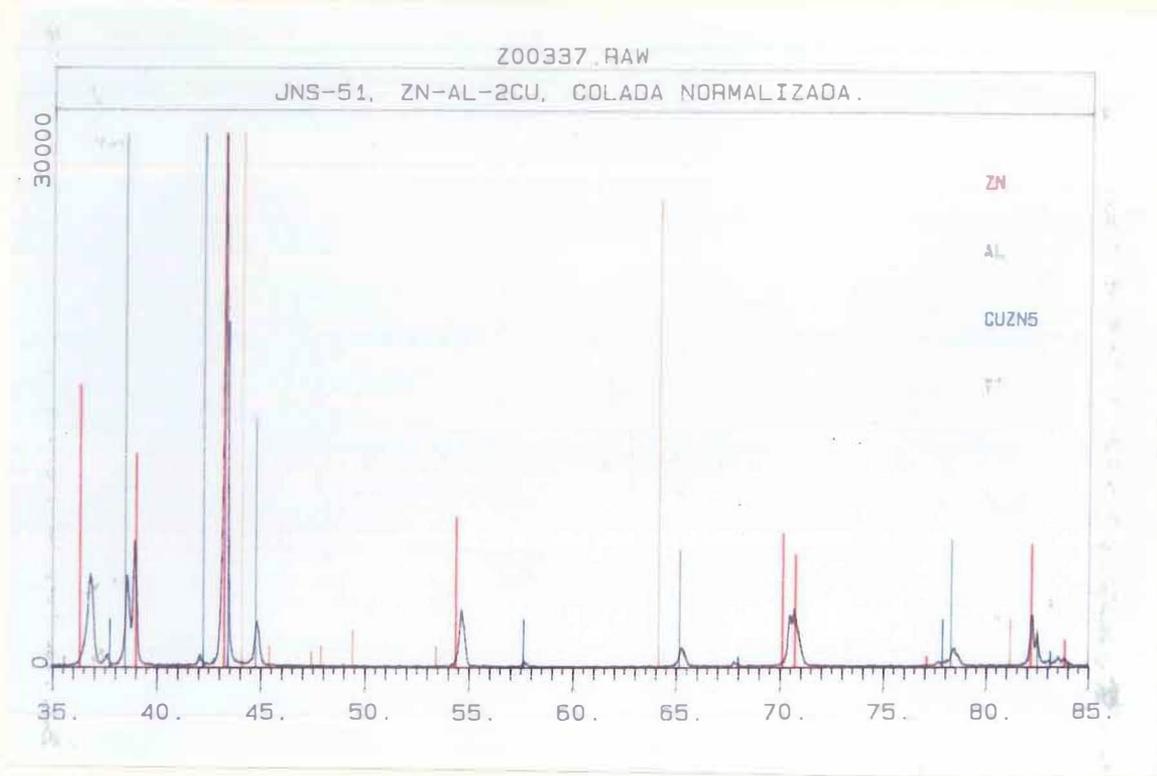


Figura 54. Difractograma obtenido en el tocho normalizado de la aleación 2

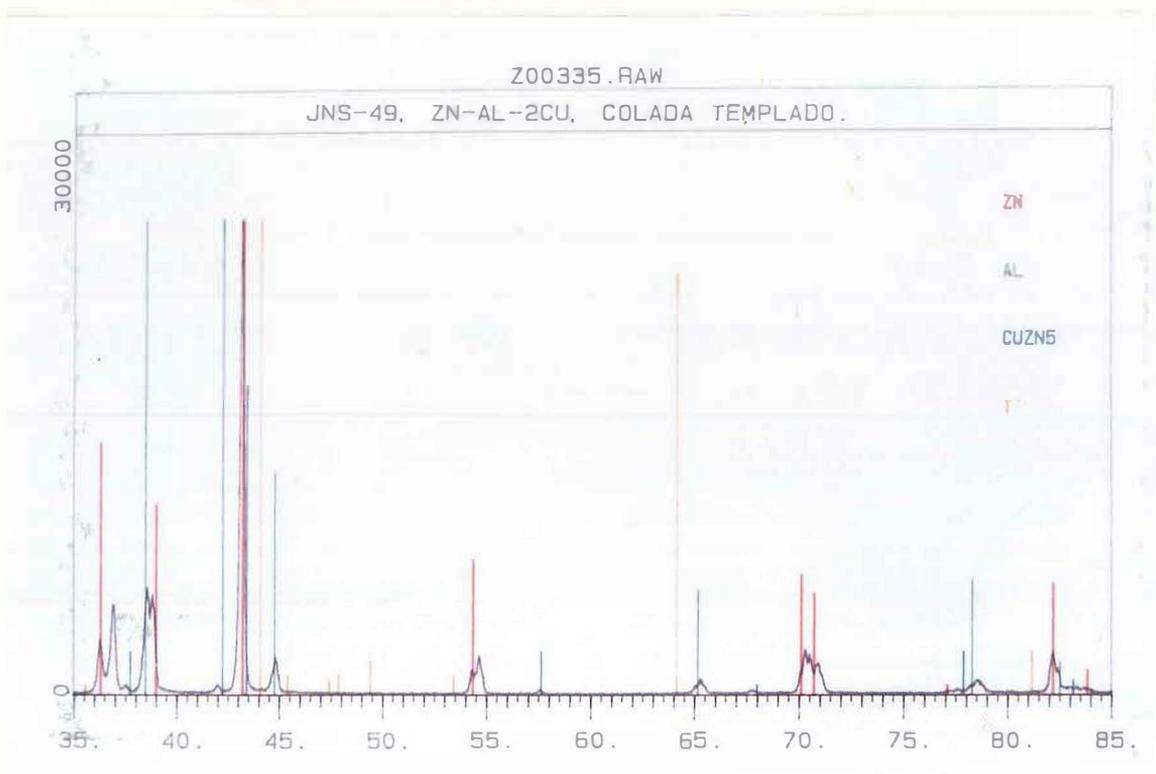


Figura 55. Difractograma obtenido en el tocho templado de la aleación 2

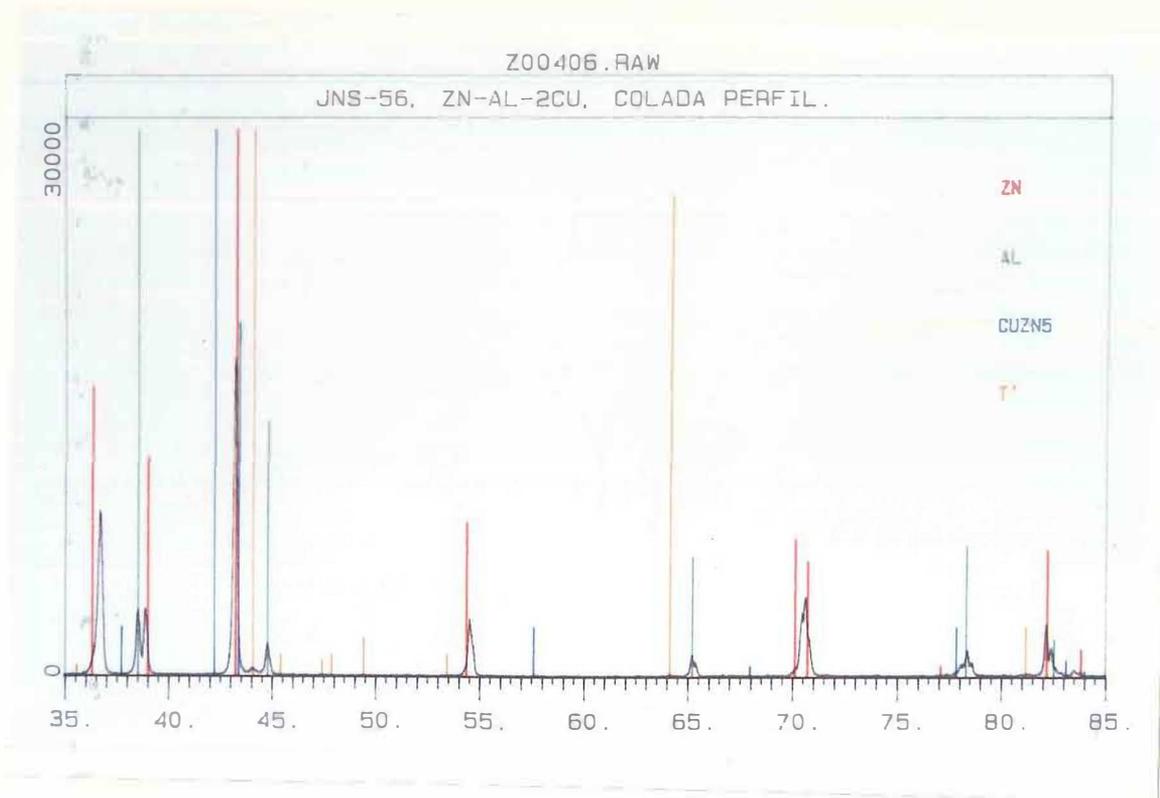


Figura 56. Difractograma obtenido en el perfil extruido a 260°C a partir del tocho de colada de la aleación 2

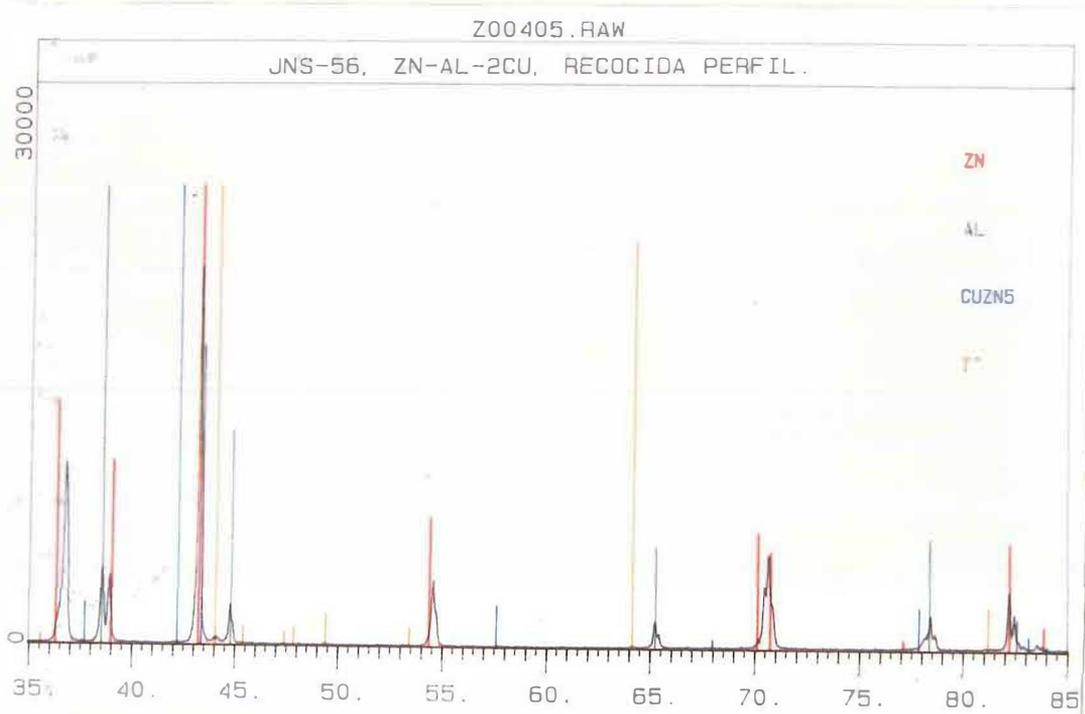


Figura 57. Difractograma obtenido en el perfil extruido a 260°C a partir del tocho recocido de la aleación 2

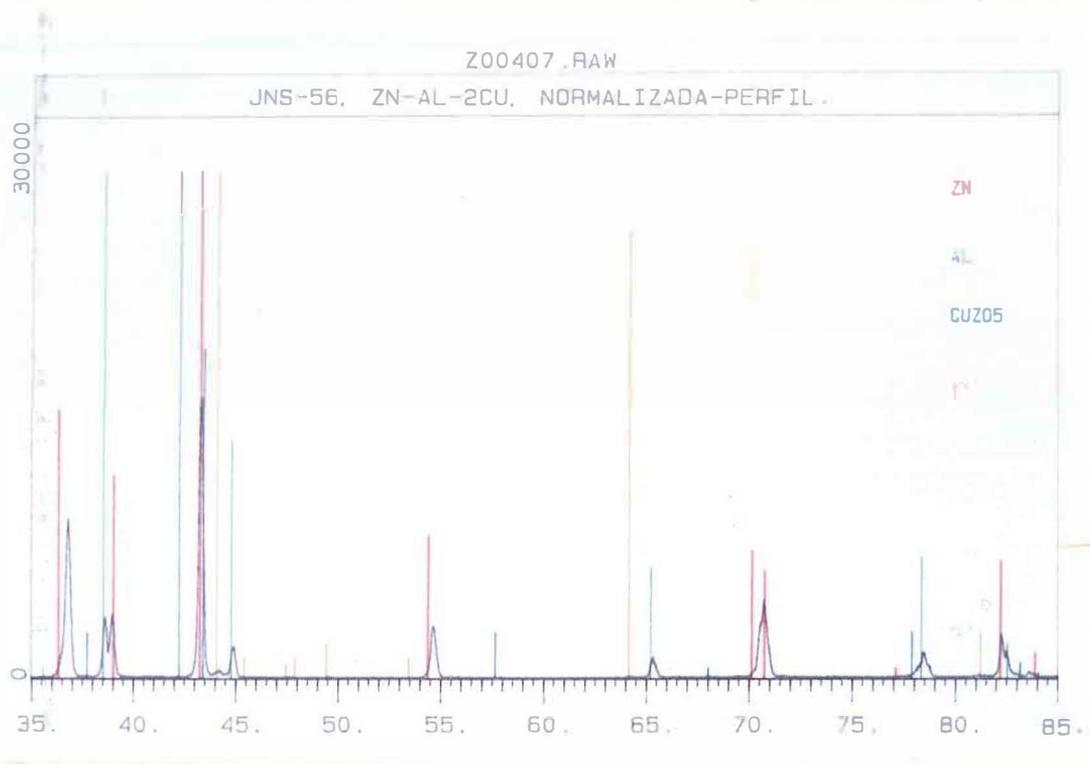


Figura 58. Difractograma obtenido en el perfil extruido a 260°C a partir del tocho normalizado de la aleación 2

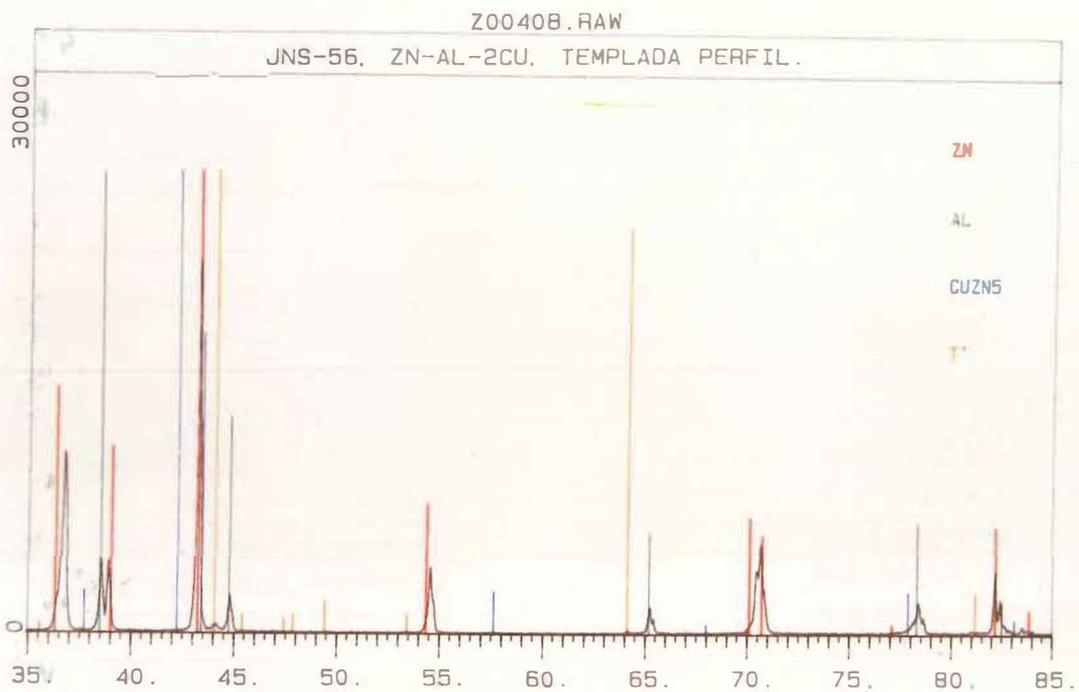


Figura 59. Difractograma obtenido en el perfil extruido a 260°C a partir del tocho templado de la aleación 2

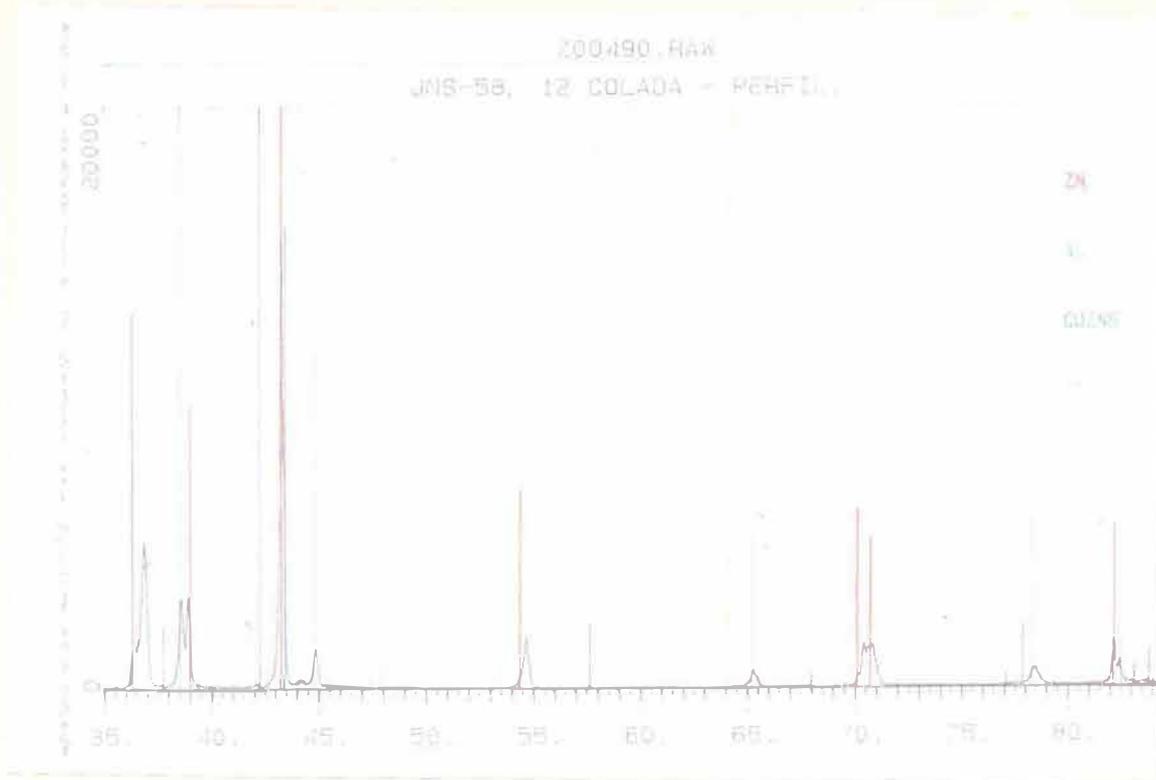


Figura 60. Difractograma obtenido en el perfil extruido a 300°C partir del tocho de colada de la aleación 2

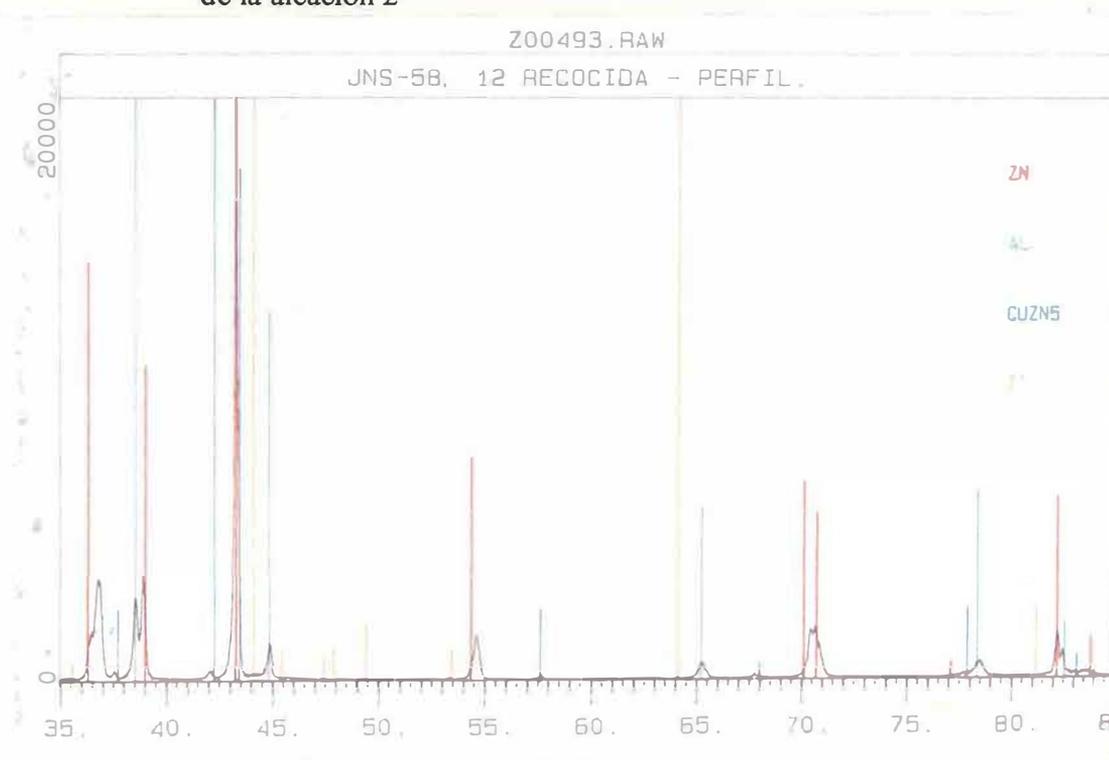


Figura 61. Difractograma obtenido en el perfil extruido a 300°C partir del tocho recocido de la aleación 2

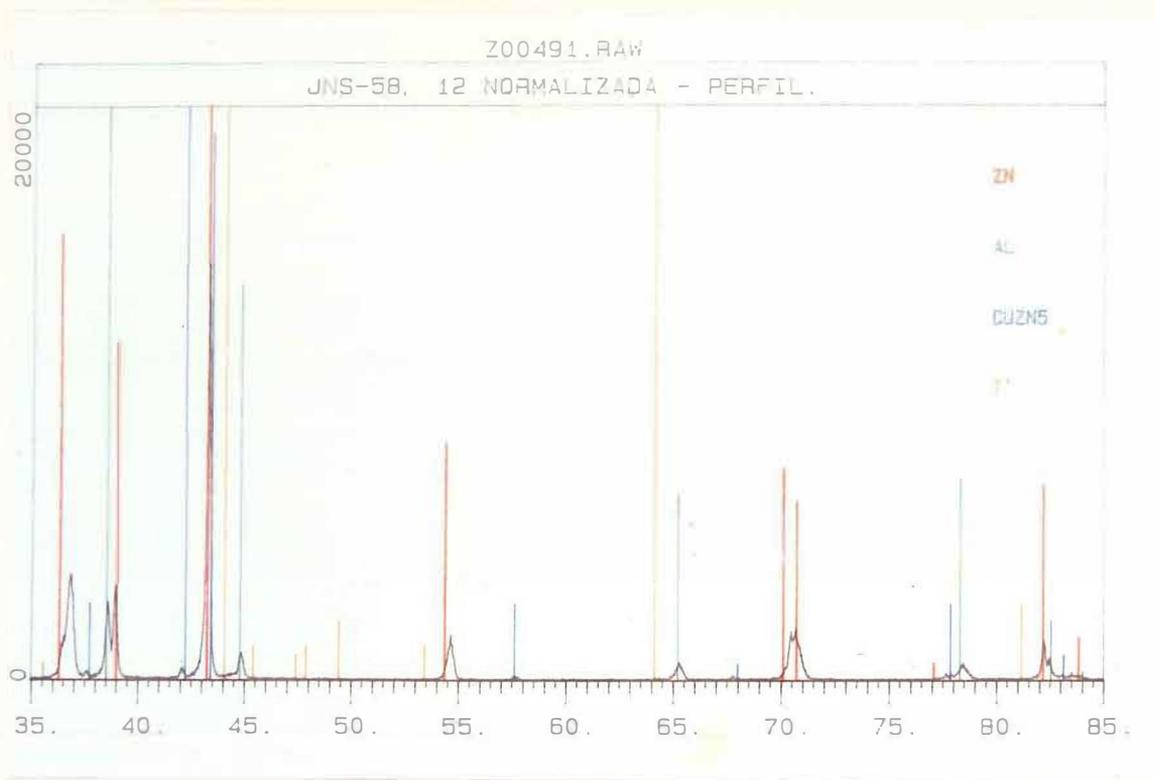


Figura 62. Difractograma obtenido en el perfil extruido a 300°C partir del tocho normalizado de la aleación 2

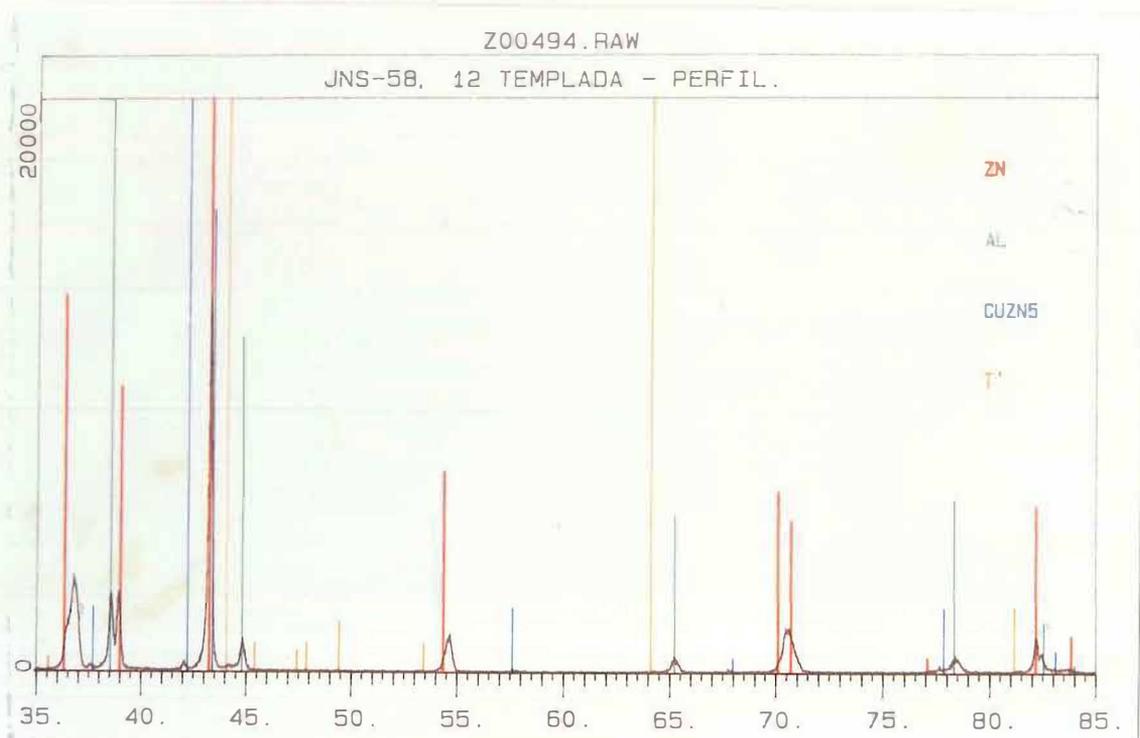


Figura 63. Difractograma obtenido en el perfil extruido a 300°C partir del tocho templado de la aleación 2

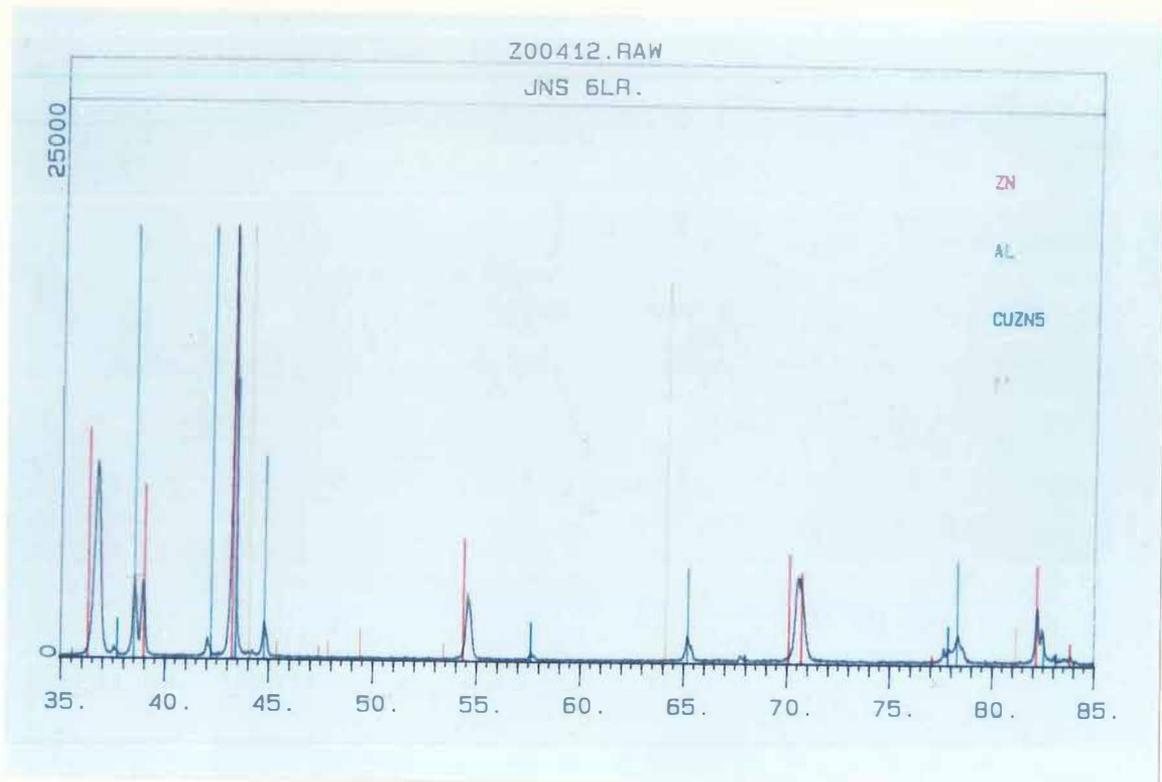


Figura 64. Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 2 y recocido

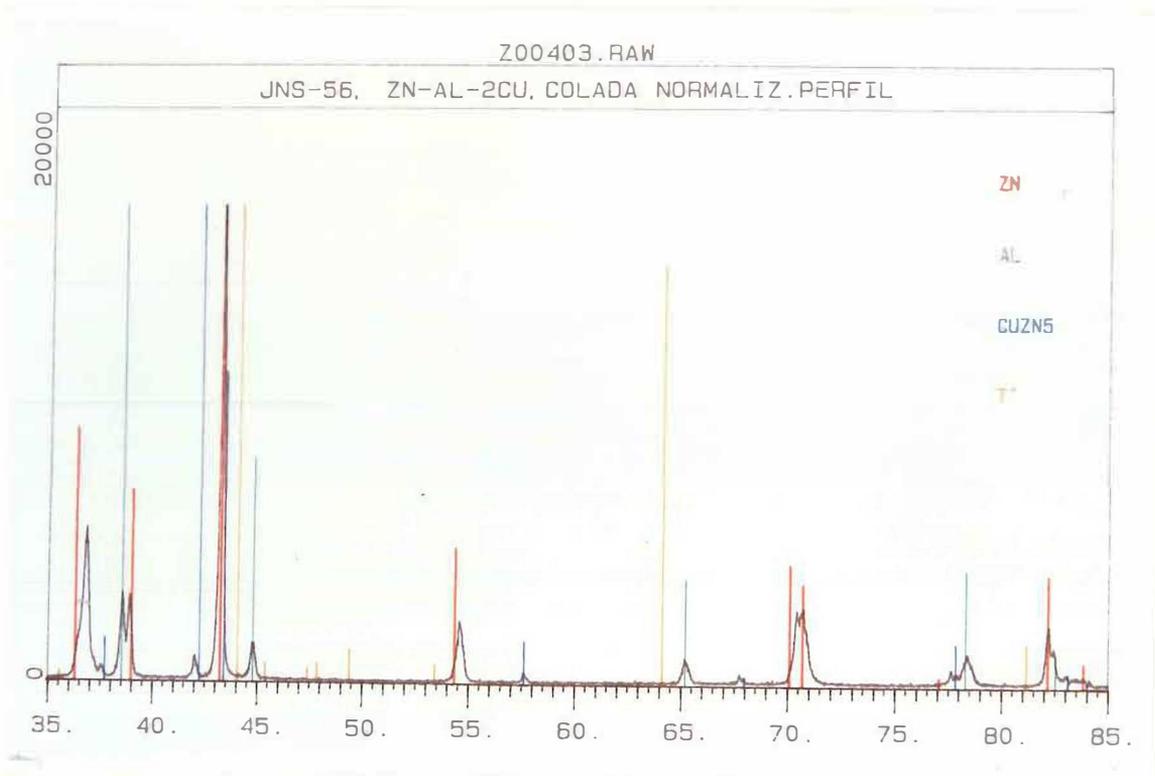


Figura 65. Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 2 y normalizado

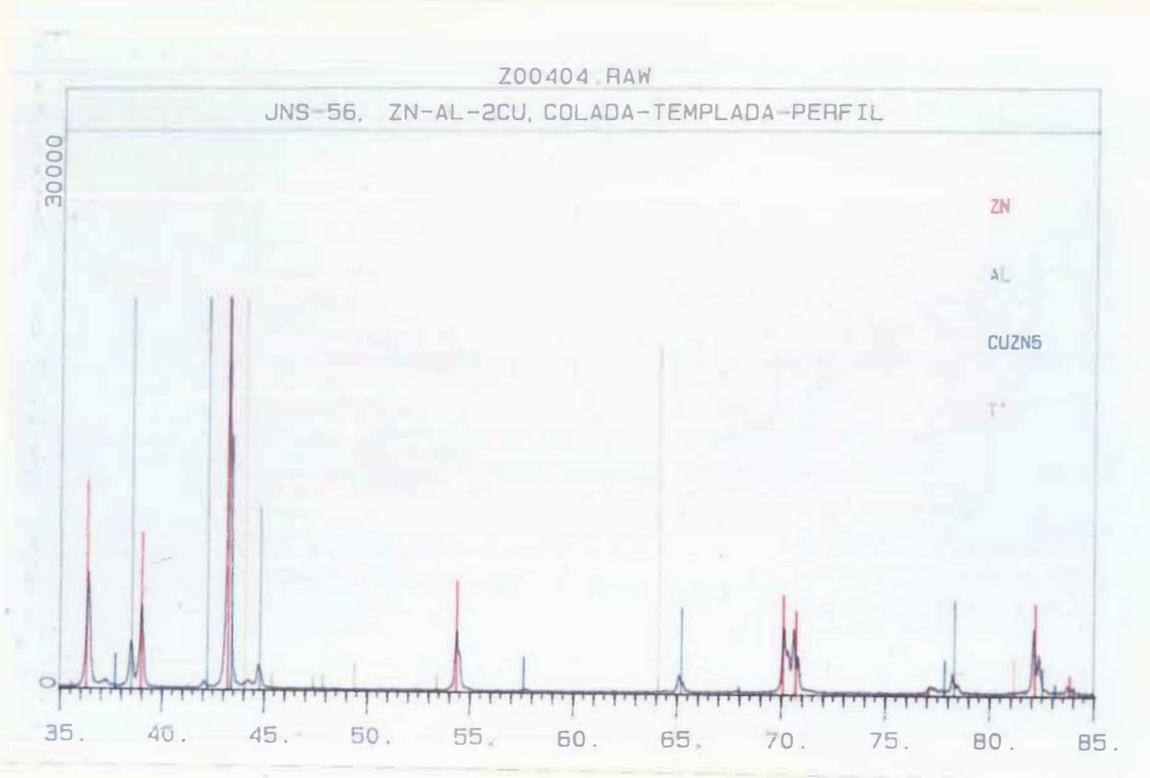


Figura 66. Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 2 y templado

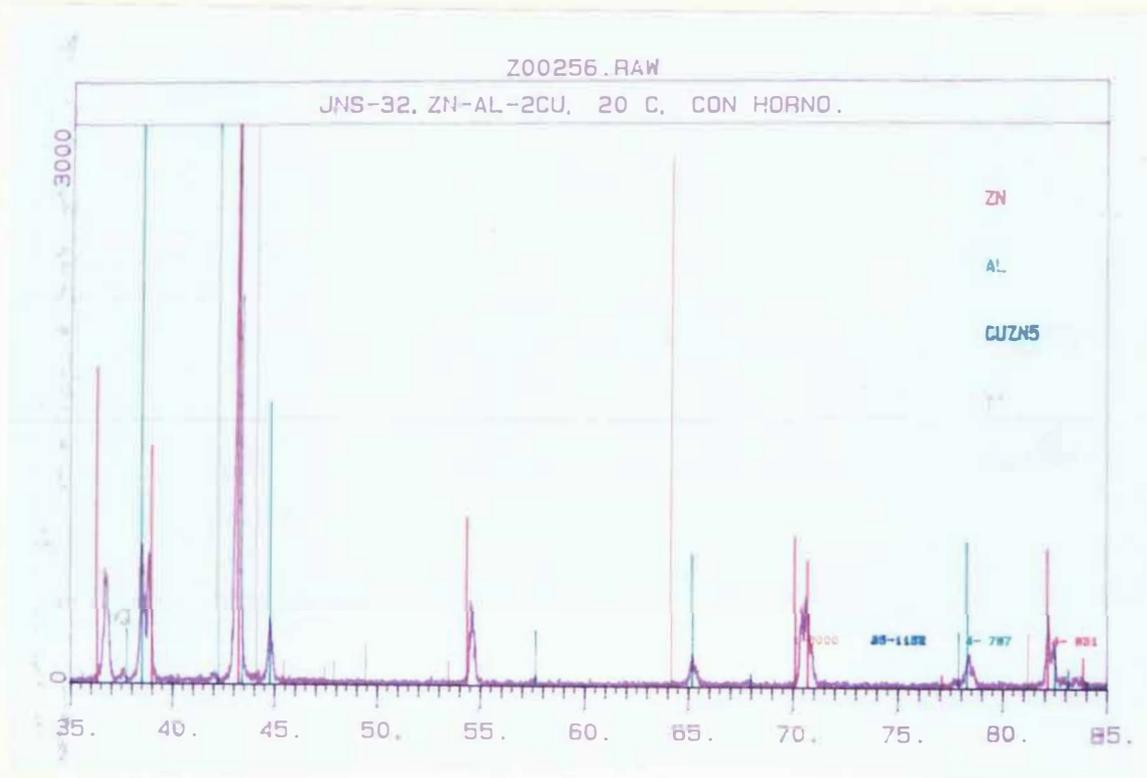


Figura 67. Difractograma obtenido en la aleación 2 a 20°C

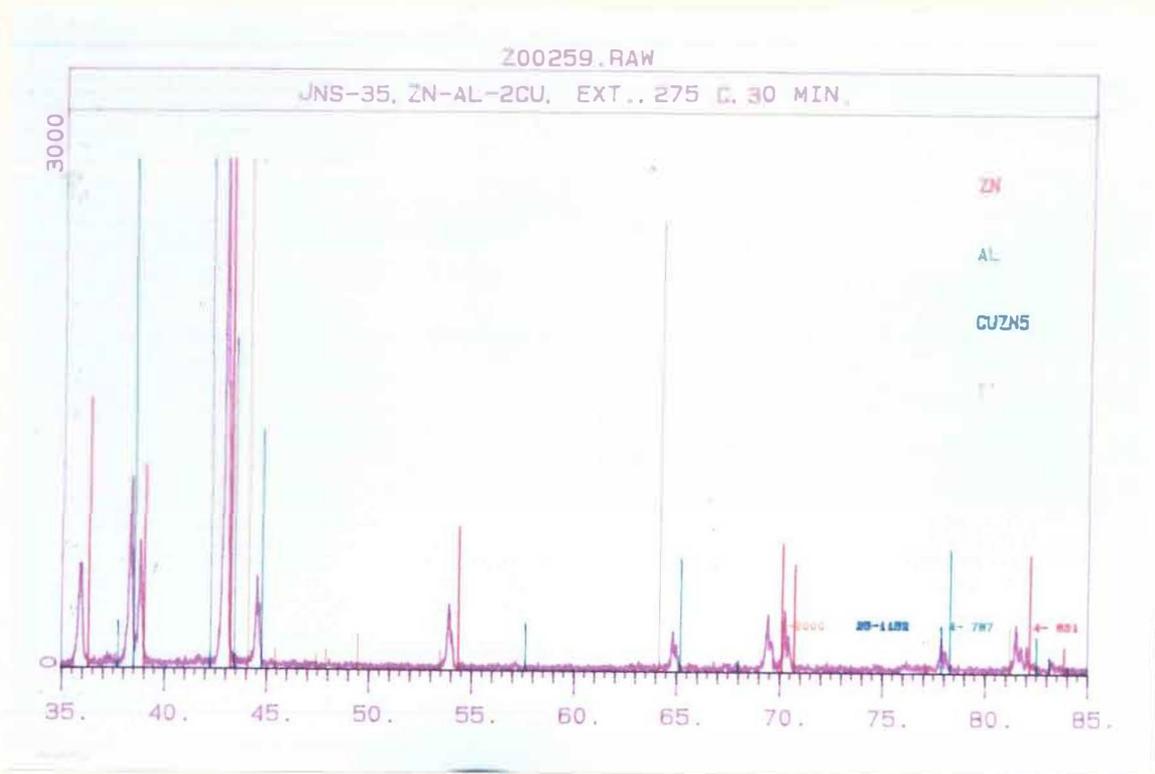


Figura 68. Difractograma obtenido en la aleación 2 luego de 30' a 275°C

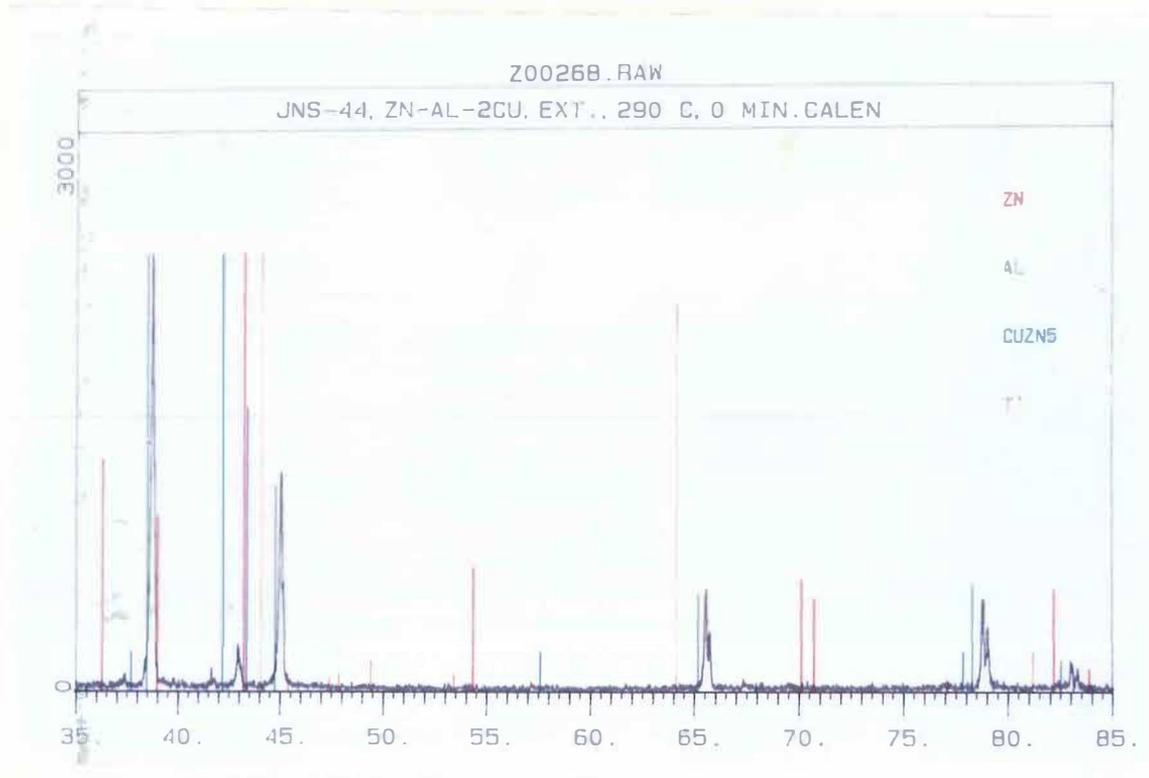


Figura 69. Difractograma obtenido en la aleación 2 a 290°C

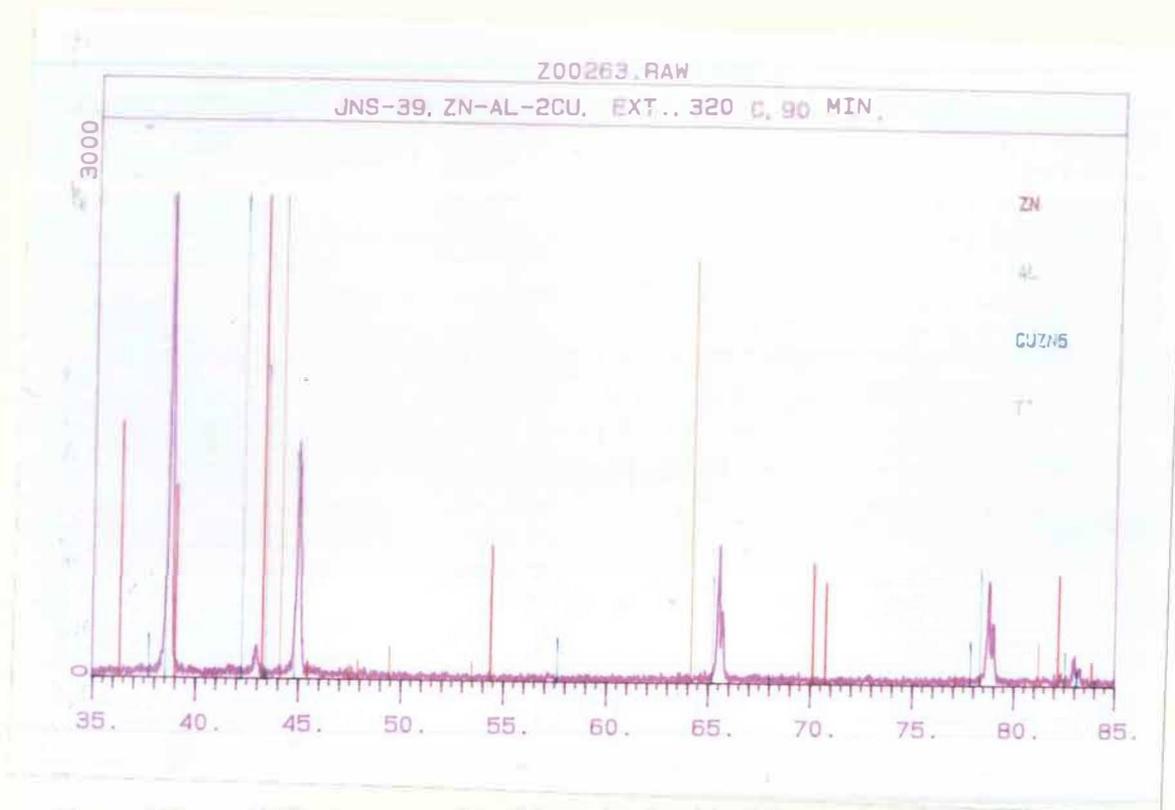


Figura 70. Difractograma obtenido en la aleación 2 luego de 90' a 320°C

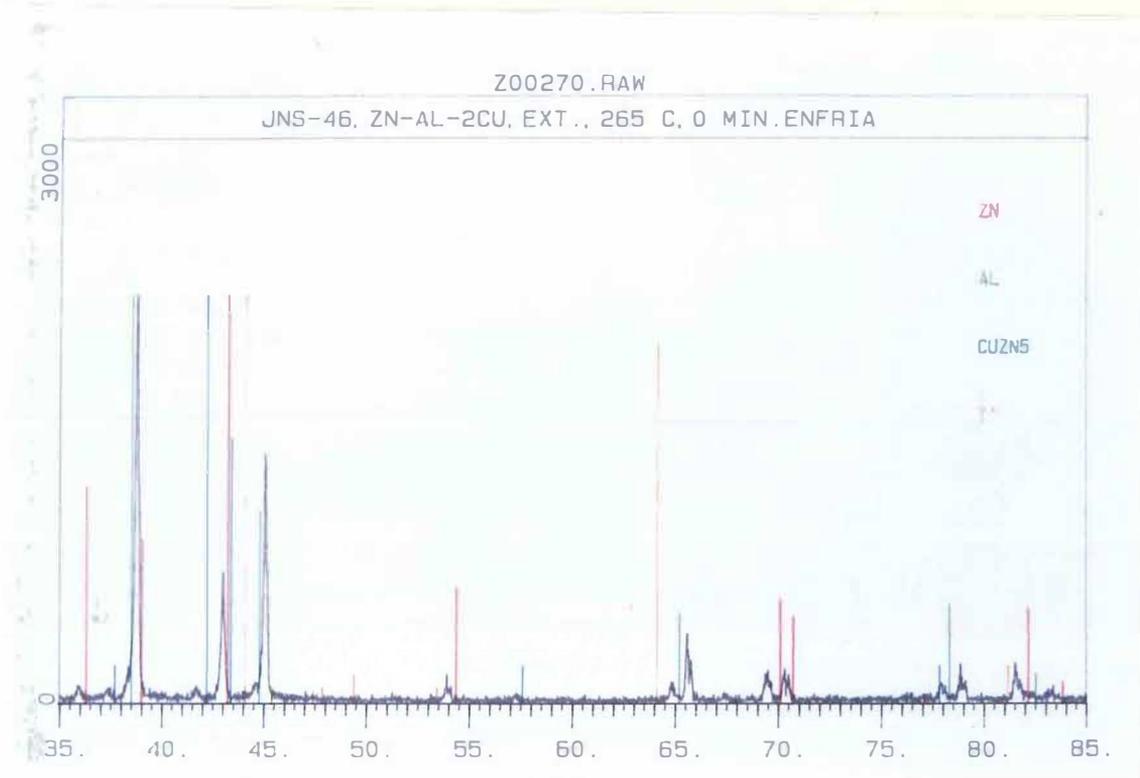


Figura 71. Difractograma obtenido en la aleación 2 luego de enfriar de 320°C a 265°C

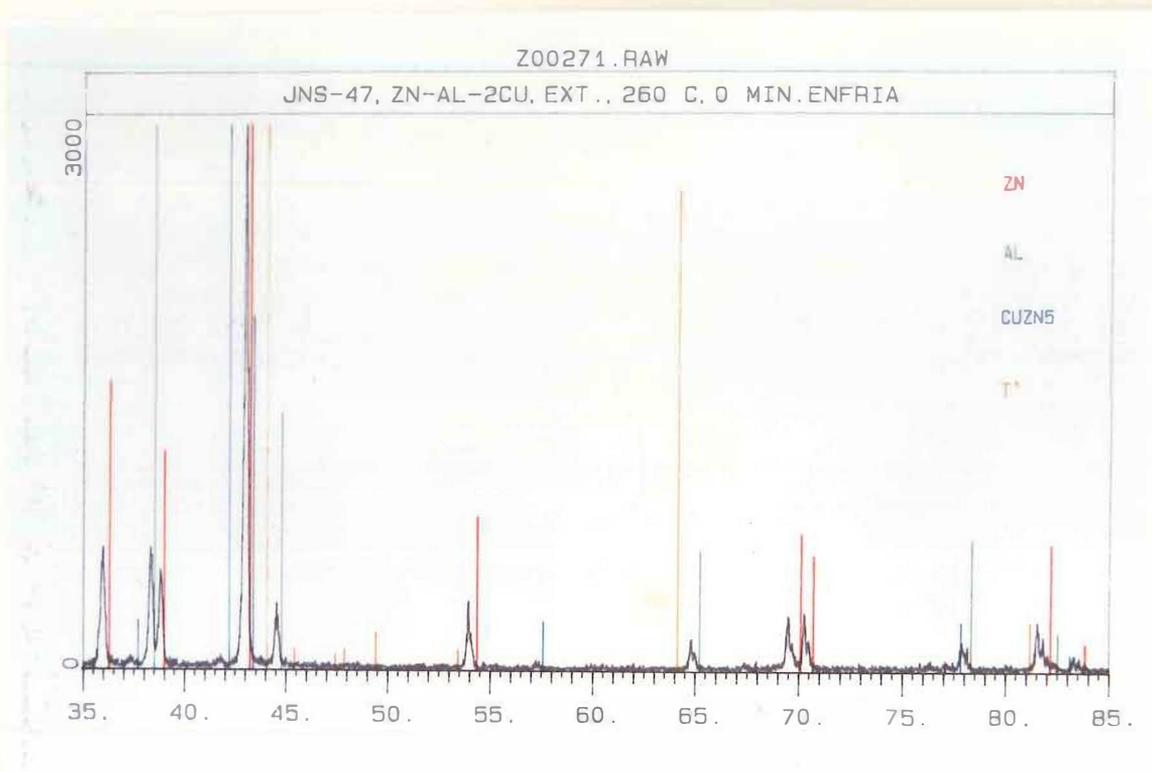


Figura 72. Difractograma obtenido en la aleación 2 luego de enfriar de 265°C a 260°C

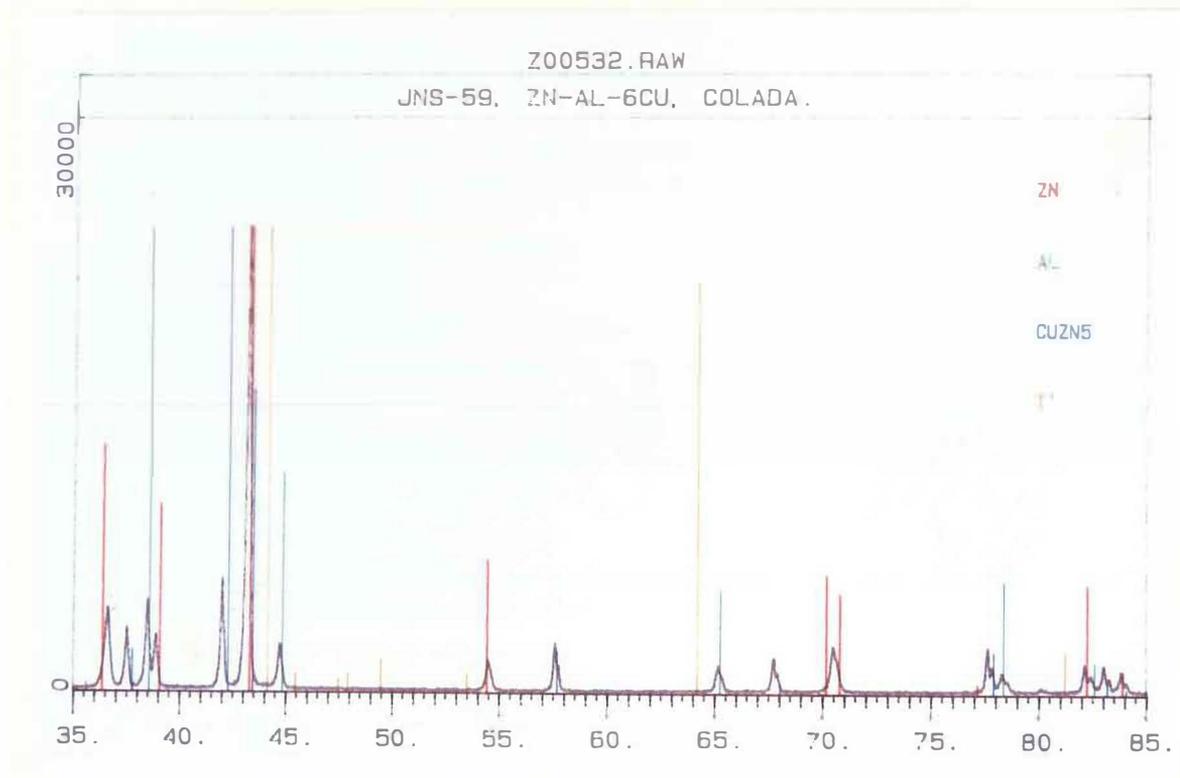


Figura 73. Difractograma obtenido en la aleación 3 en estado de colada

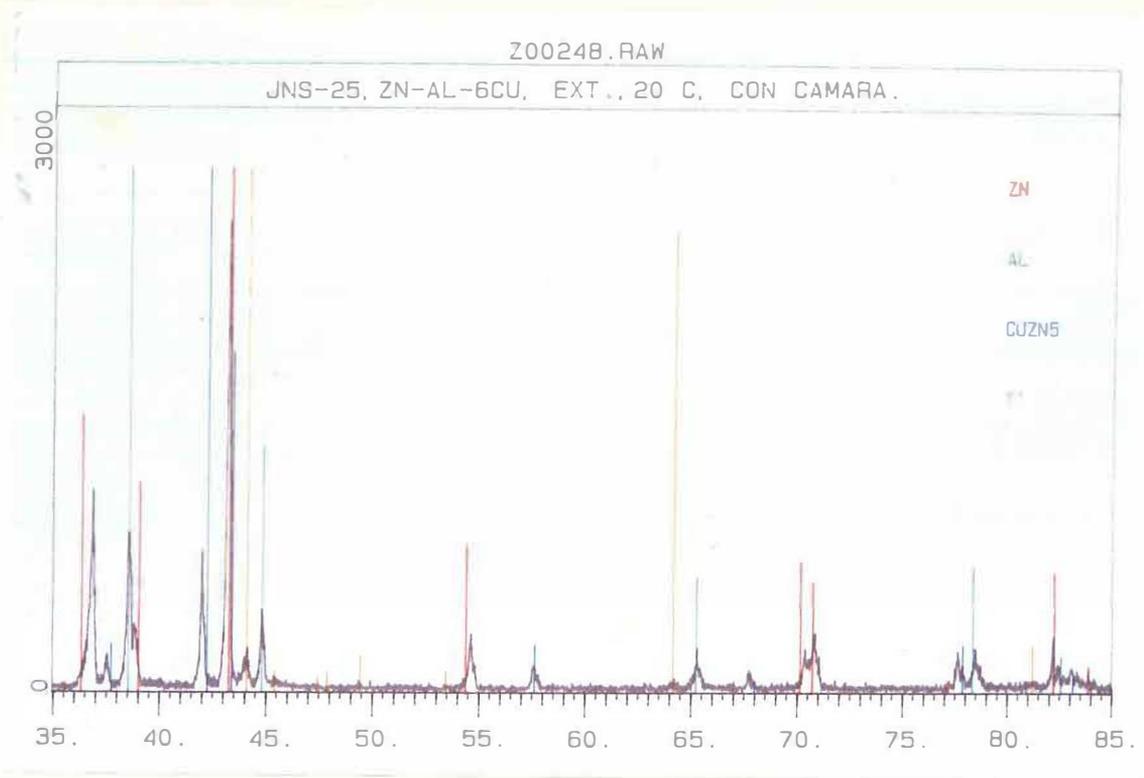


Figura 74. Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 3

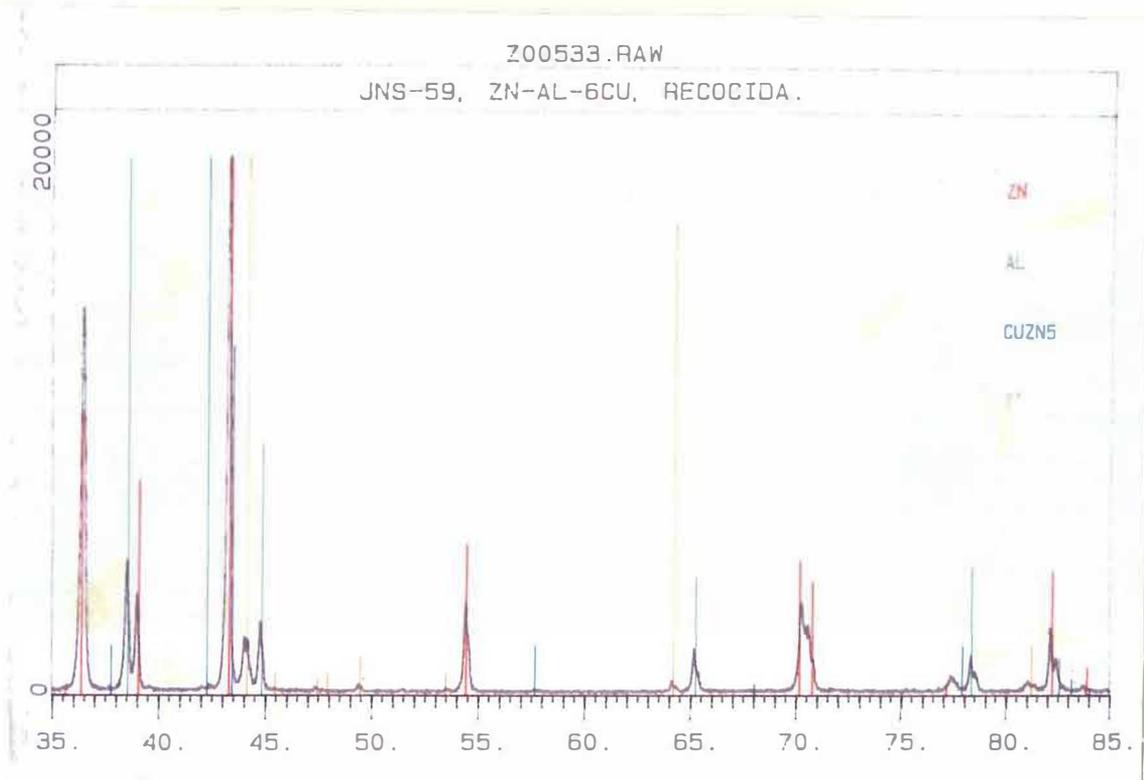


Figura 75. Difractograma obtenido en el perfil extruido y recocido de la aleación 3

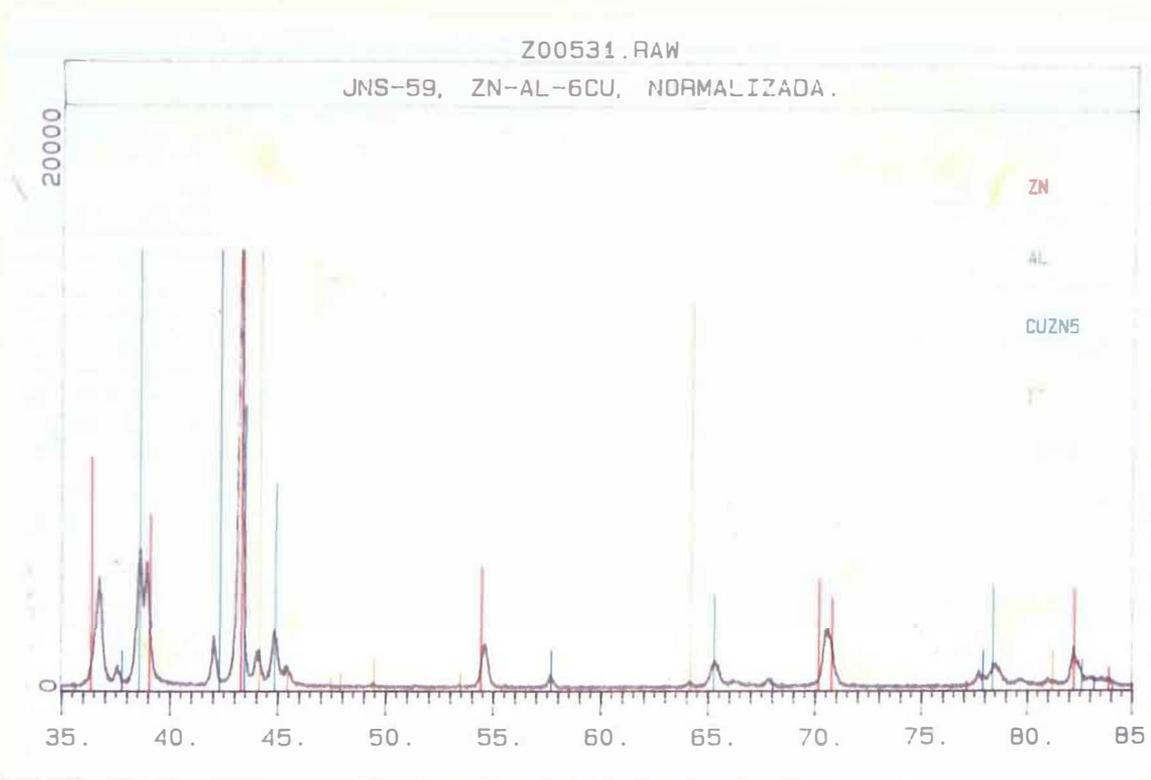


Figura 76. Difractograma obtenido en el perfil extruido y normalizado de la aleación 3

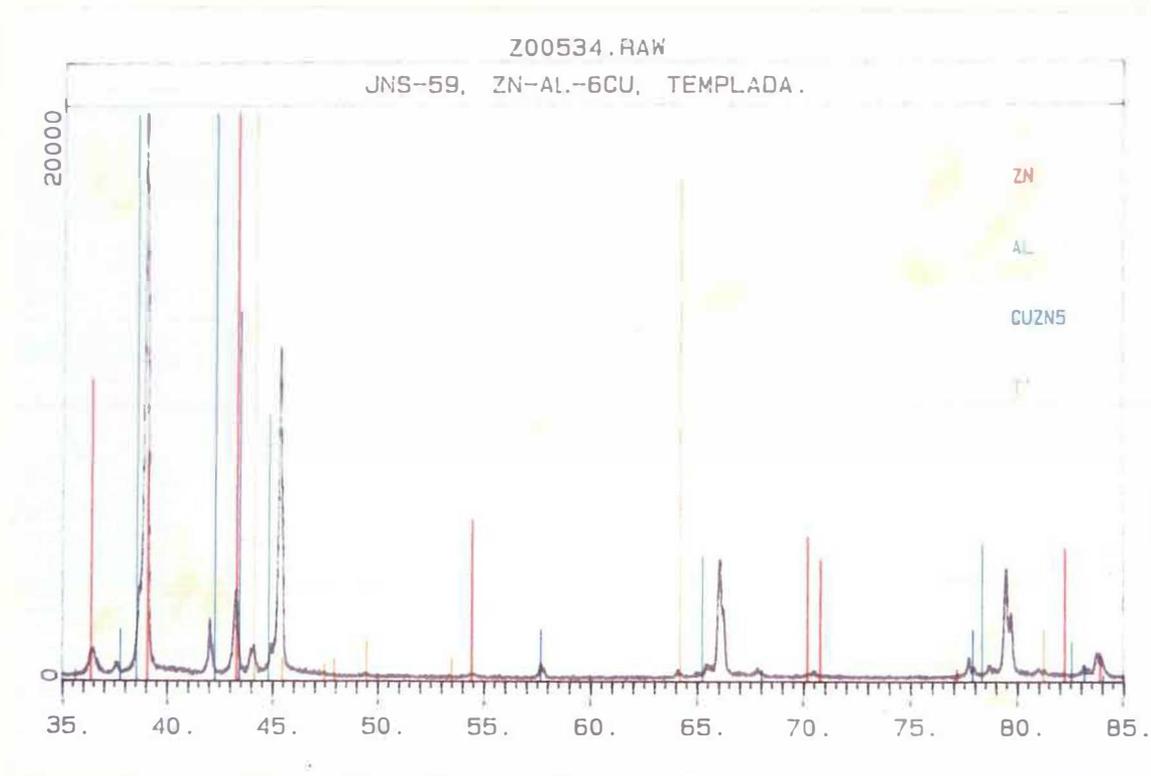


Figura 77. Difractograma obtenido en el perfil extruido y templado de la aleación 3

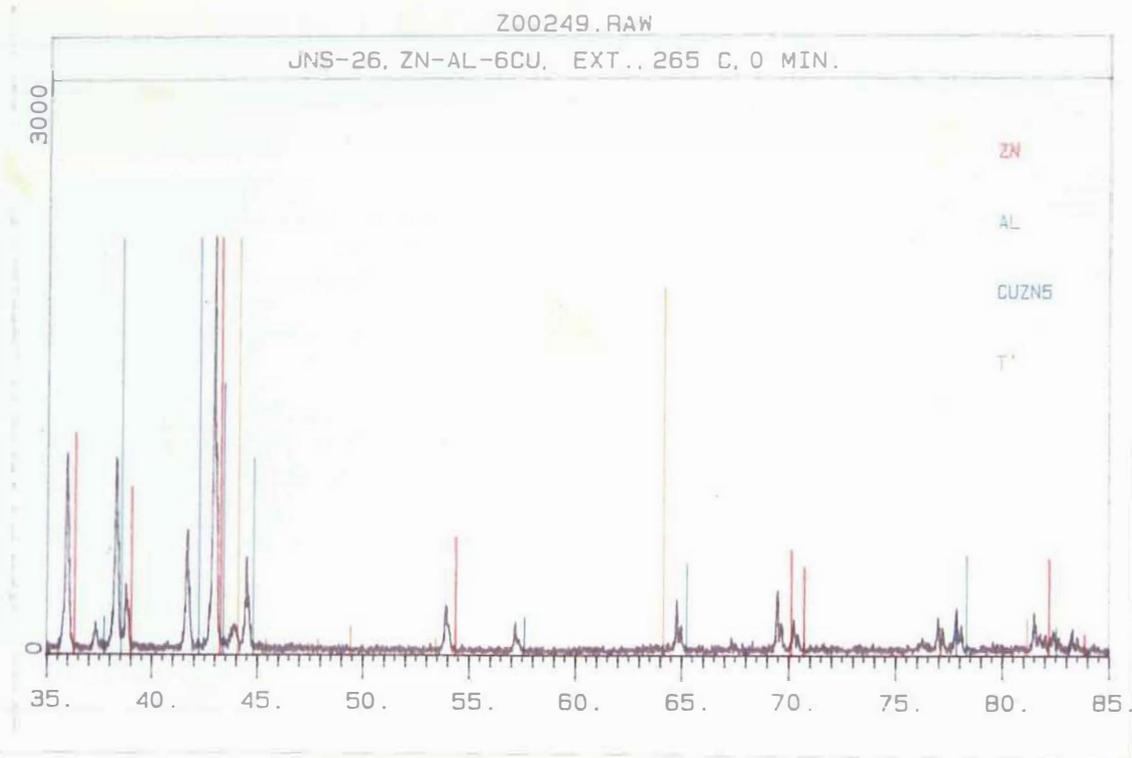


Figura 78. Difractograma obtenido en la aleación 3 a 265°C

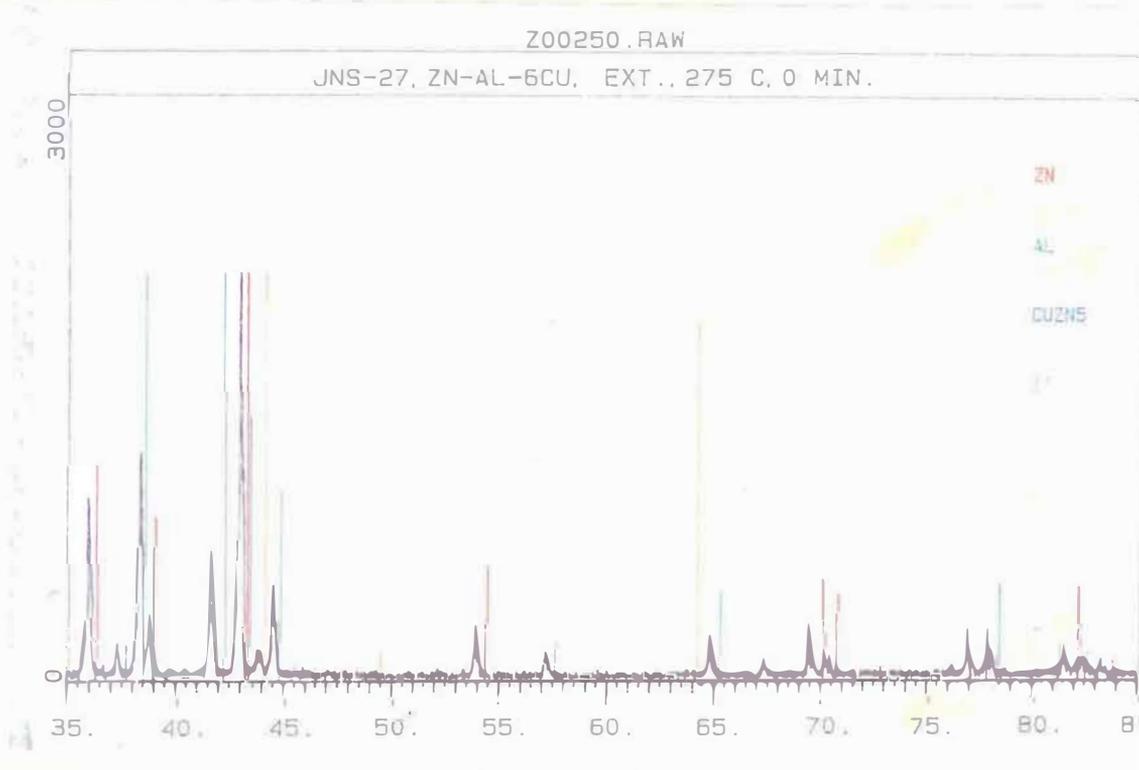


Figura 79. Difractograma obtenido en la aleación 3 a 275°C

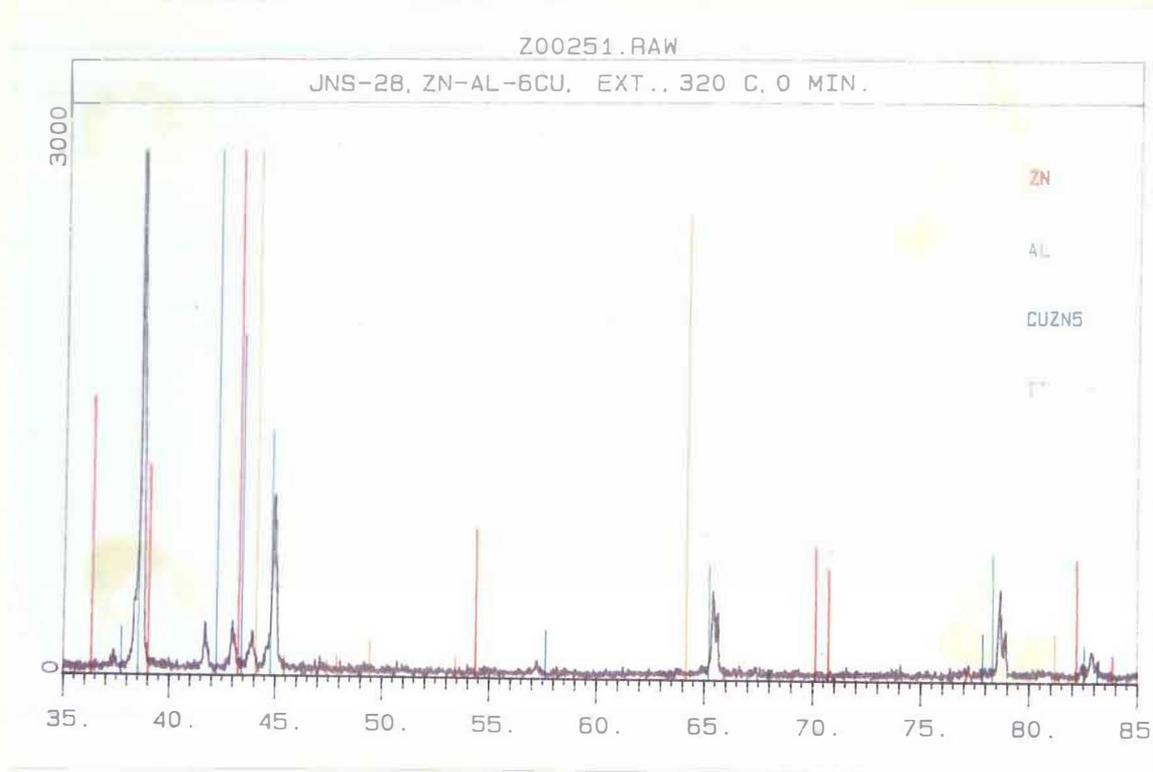


Figura 80. Difractograma obtenido en la aleación 3 a 320°C

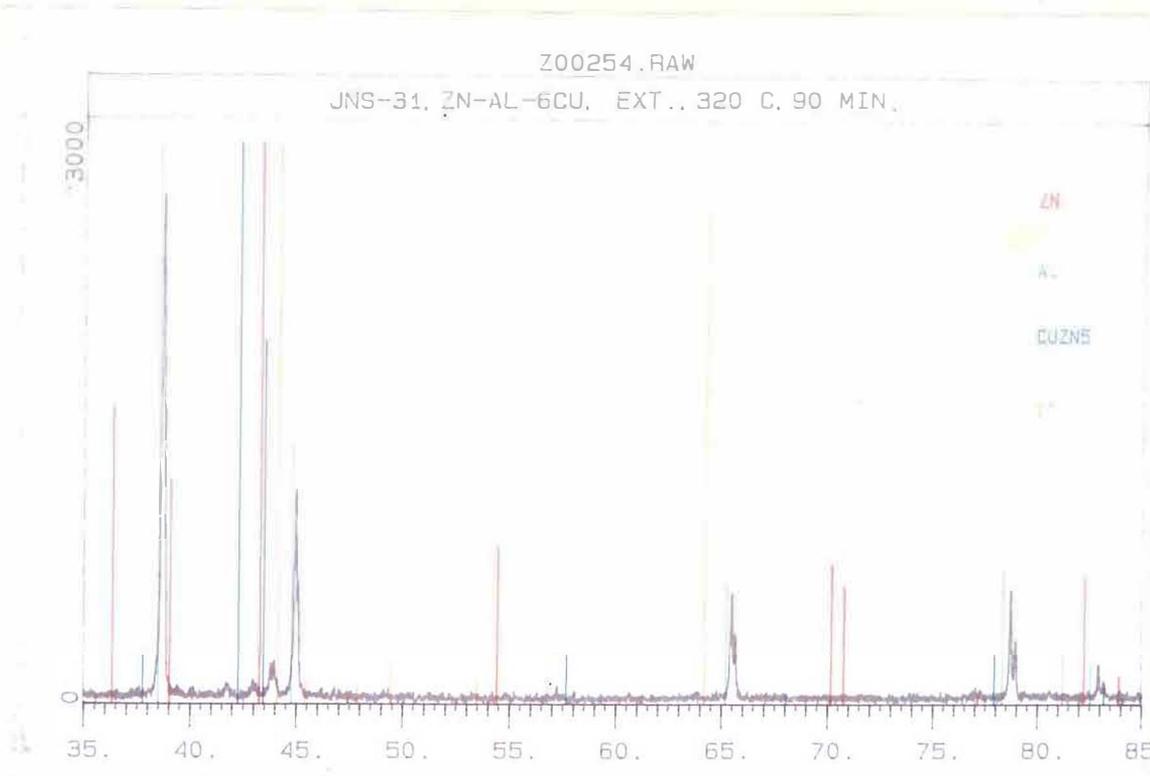


Figura 81. Difractograma obtenido en la aleación 3 luego de 90' a 320°C

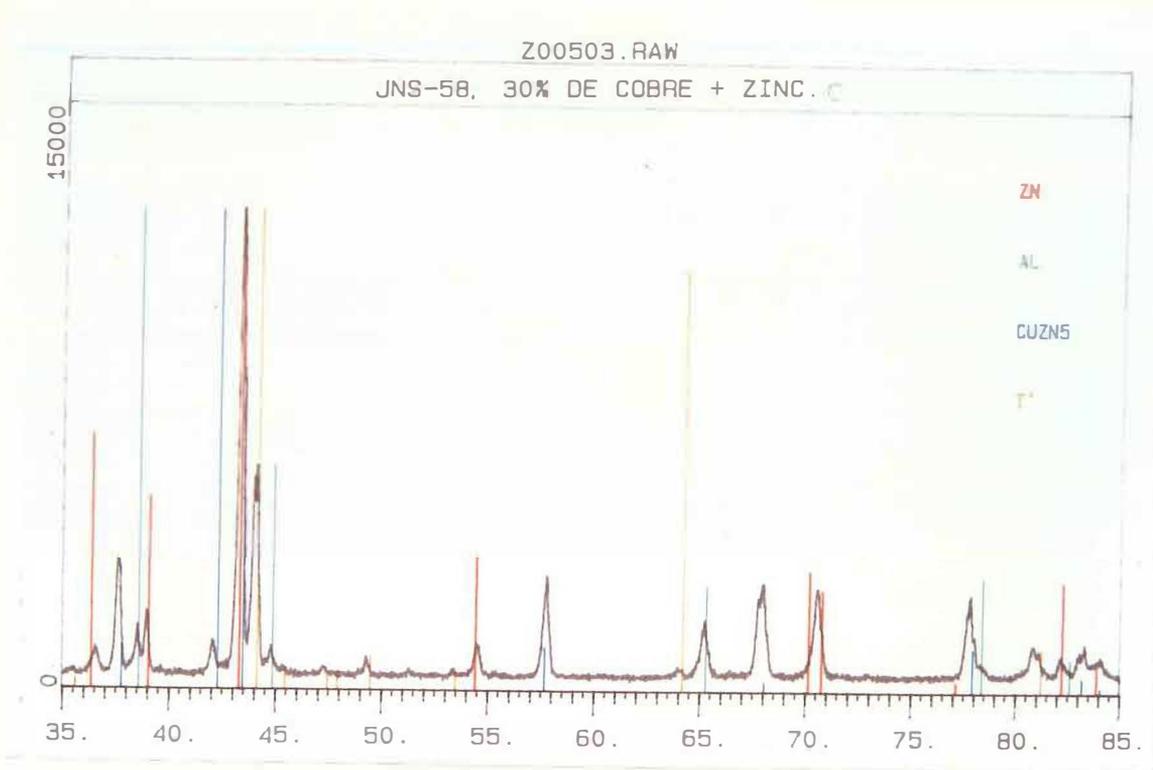


Figura 82. Difractograma obtenido en la aleación 4 con estructura de colada

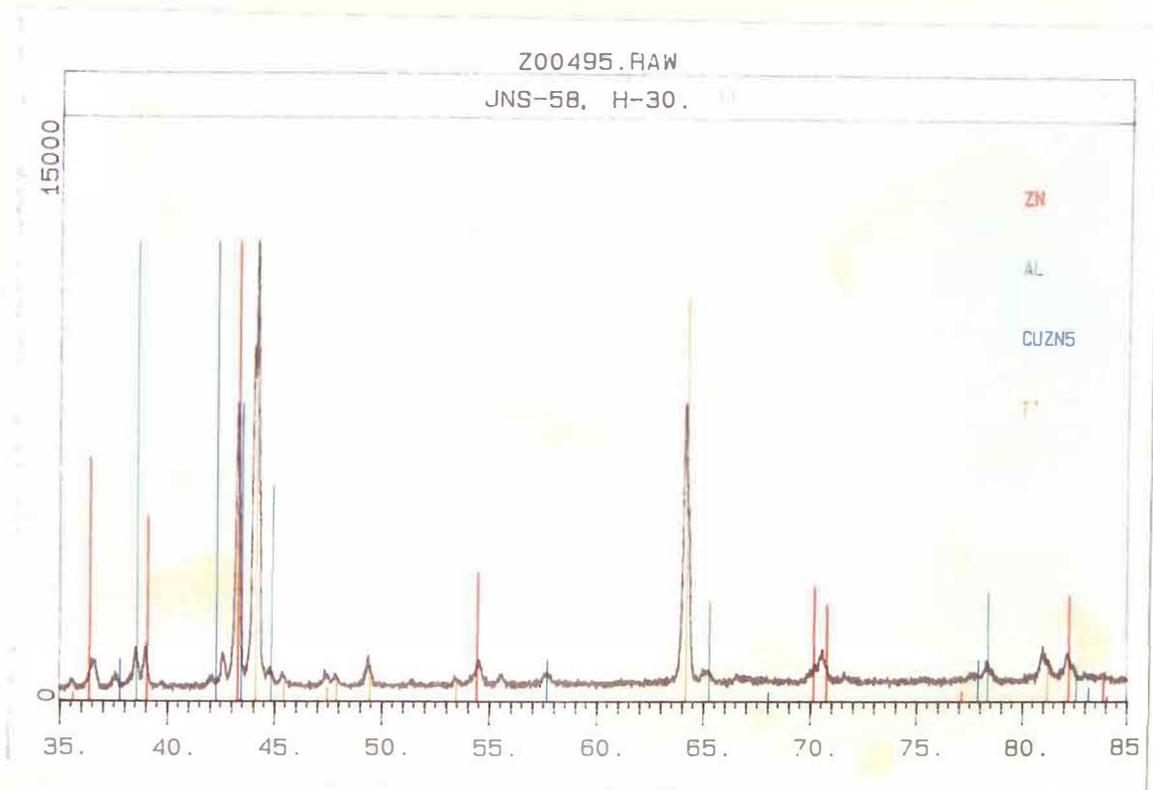


Figura 83. Difractograma obtenido en la aleación 4 con estructura homogeneizada

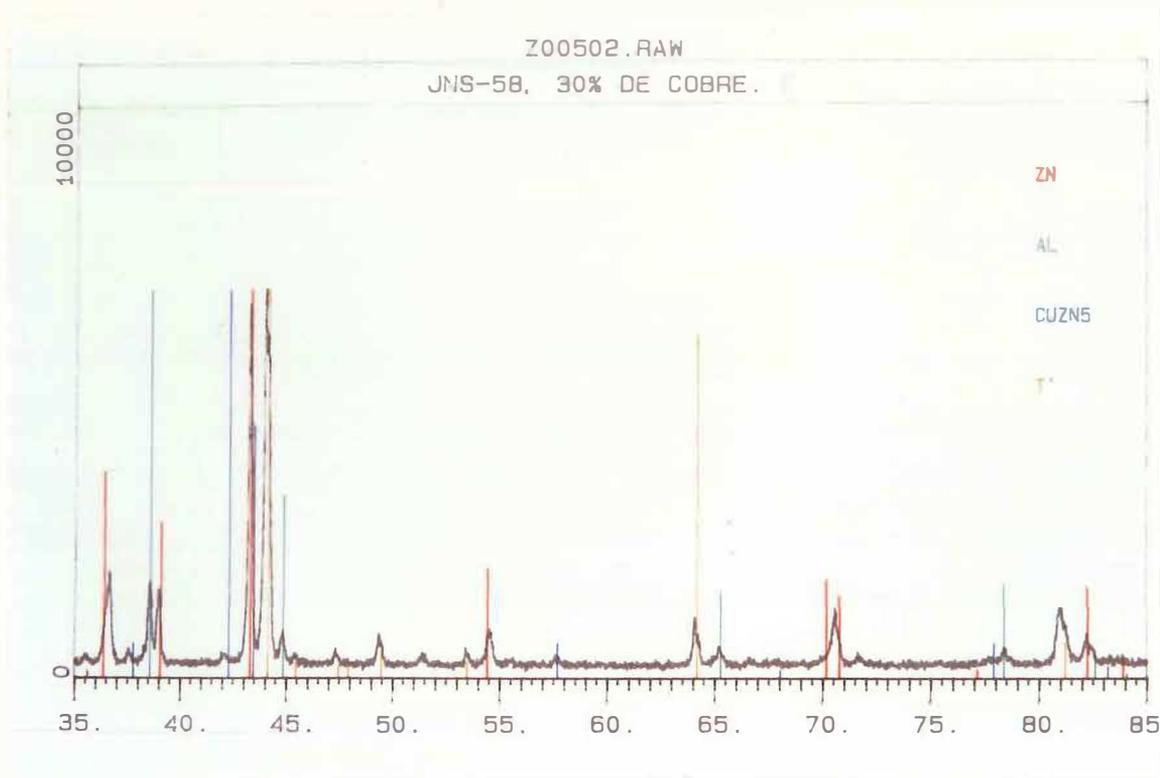


Figura 84. Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 4

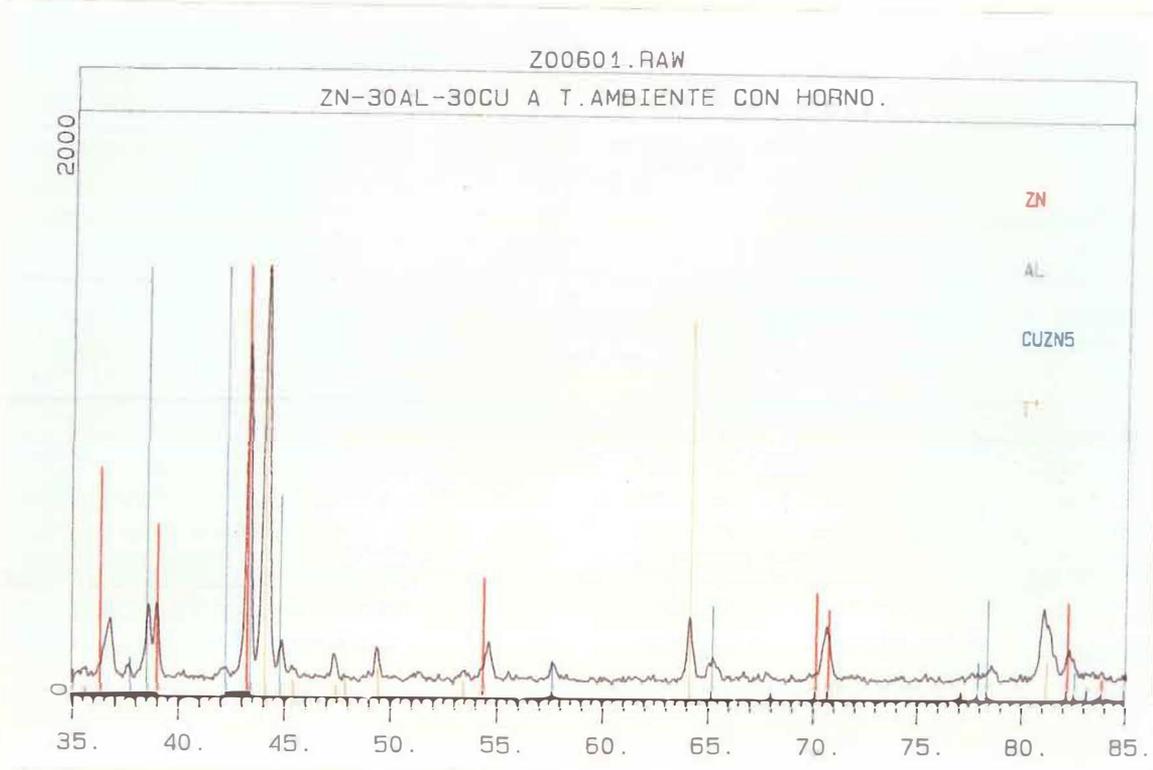


Figura 85. Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 4 a 20°C

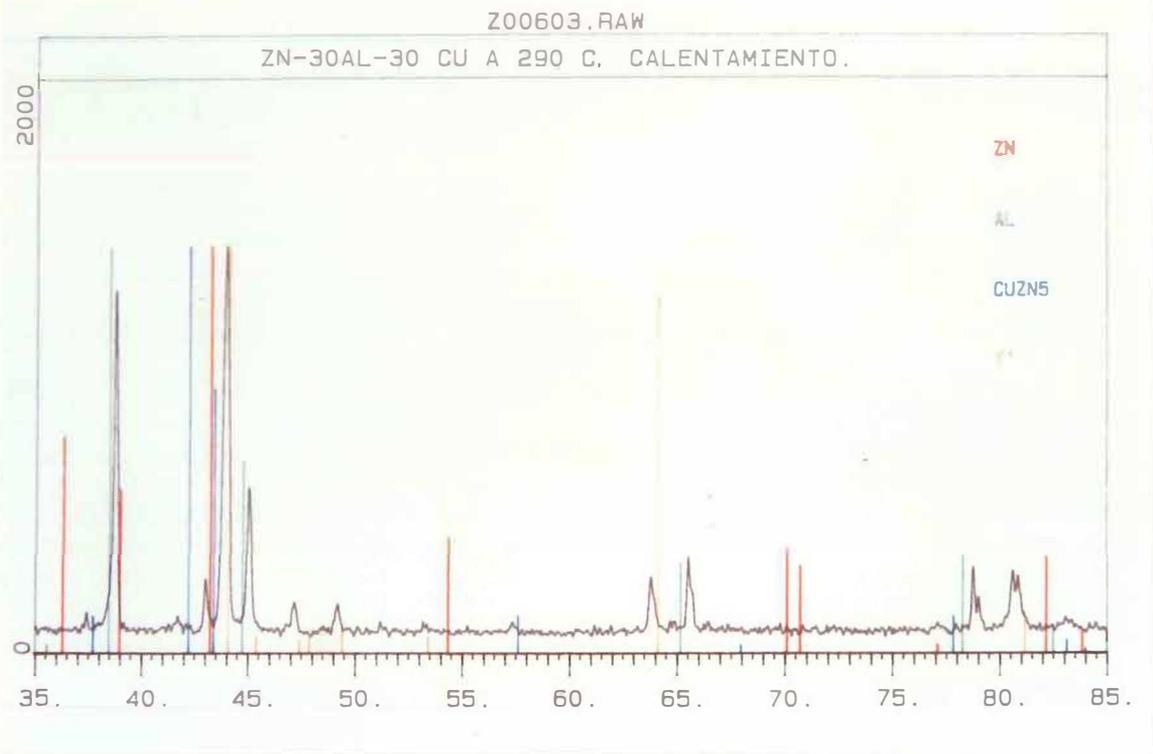


Figura 86. Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 4 a 290°C

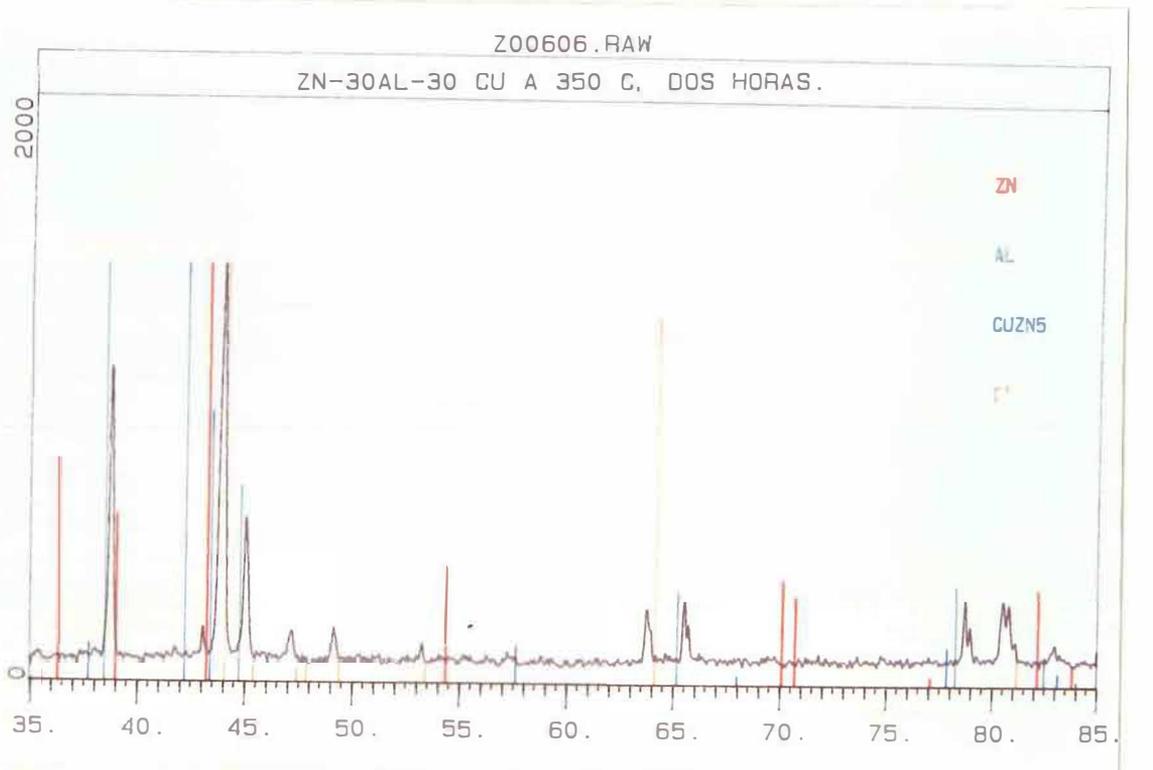


Figura 87. Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 4 luego de 2 horas a 350°C

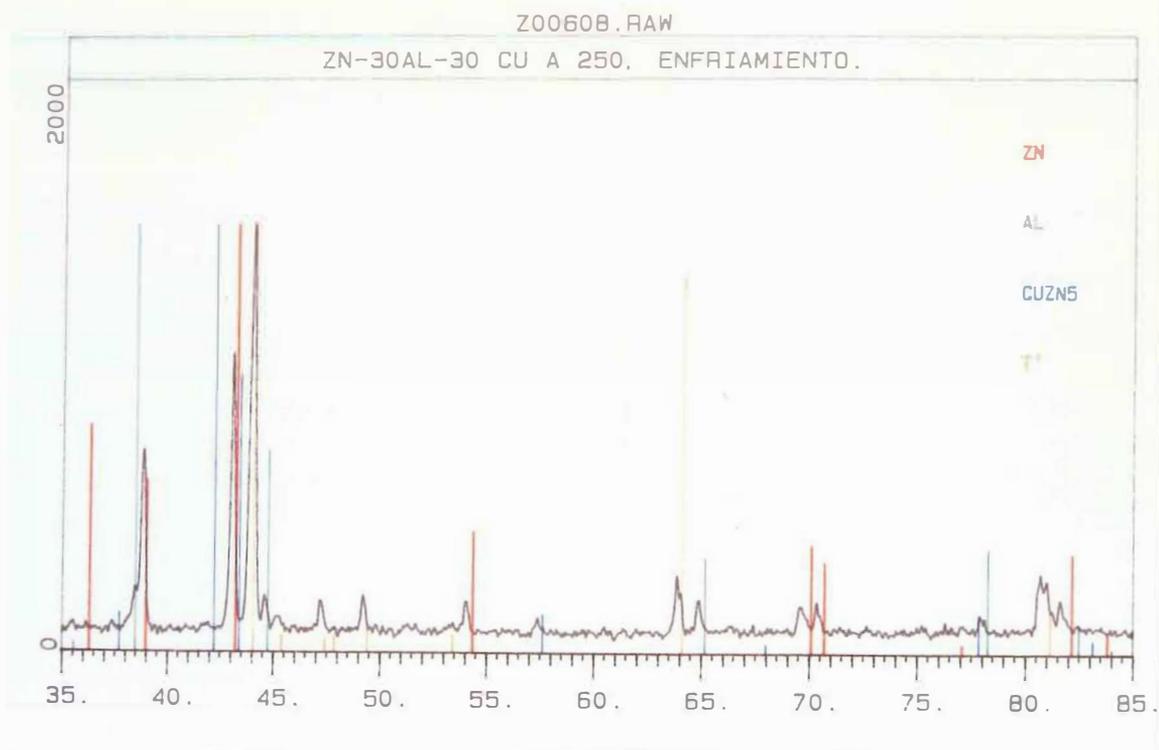


Figura 88. Difractograma obtenido en el perfil extruido de la aleación 4 al enfriar de 350°C a 250°C

V. ANALISIS Y DISCUSION DE RESULTADOS

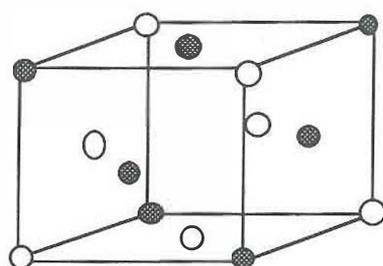
Difracción de rayos X en Zn-Al eutectoide binario

Por debajo de los 276°C, las fases estables en el sistema binario con composición química cercana al eutectoide son α y η cuya presencia se corrobora en la figura 42. Al calentar la aleación por encima de la temperatura eutectoide (276°C) las fases α y η se transforman en una única fase sólida con la misma estructura que el aluminio, es decir, todo el contenido de zinc presente en la aleación de composición eutectoide, se disuelve dentro de la estructura del aluminio. En el caso de las aleaciones binarias analizadas por difracción en este estudio, al elevar la temperatura de la muestra por encima de la eutectoide, se cruza por una región de dos fases, antes de llegar a la región de una sola fase; la aleación hipoeutectoide (1.a de la tabla I) cruza por la región $\alpha + \beta$ y la aleación hipereutectoide (1.b de la tabla I) cruza por la región $\beta + \eta$. La región de 2 fases $\alpha + \beta$ se manifiesta en el difractograma como picos anexos o dobles junto a las reflexiones fundamentales de la fase β (ver figura 44). La región de 2 fases $\beta + \eta$ se manifiesta como pequeños picos de fase η además de las reflexiones de la fase β (ver figura 49). Si la temperatura de calentamiento de la muestra se incrementa por encima de la correspondiente a la existencia de la región de 2 fases, se llega a la región de una sola fase de alta temperatura, la estructura de esta fase es C.F. y el parámetro de red muy semejante al del aluminio a temperatura ambiente (4.049Å). La fase de alta temperatura con estructura del aluminio no sufre ningún cambio con el tiempo, a pesar de que se dieron tiempos de permanencia en alta temperatura de hasta 15 horas, este hecho, nos da cierta seguridad de que no hay cambios lentos en esta fase como ha sido asegurado por otros autores y cuya aceptación ha dado lugar a la versión del diagrama de equilibrio con punto peritético y eutectoide (segunda versión).

Para que pudiera ser aceptable la segunda versión del diagrama de equilibrio sería necesario que la fase β de alta temperatura sufriera algún cambio, que podría ser un

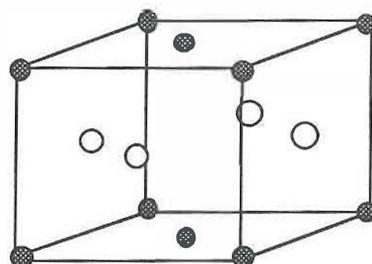
ordenamiento o un cambio de estructura cristalina. Los resultados muestran que no se presenta ninguna de las dos cosas, ya que el cambio de estructura cristalina sería notoriamente visible, mientras que el ordenamiento se detectaría por la presencia de reflexiones prohibidas. En el caso de la estructura de la fase β que es cúbica centrada en las caras, y cuya relación atómica de Zn:Al es casi 1:1, las opciones de ordenamiento son:

- Planos (111) alternados de Zn y Al respectivamente, ver figura 89.
- Planos (100) y (200) alternados de Zn y Al o de Al y Zn respectivamente, ver figura 90.



○ Aluminio
● Zinc

Figura 89. Ordenamiento de la estructura C.F. para el caso de planos alternados (111) de Al y Zn respectivamente



○ Aluminio
● Zinc

Figura 90. Ordenamiento de la estructura C.F. para el caso de planos alternados (100) de Zn y (200) de Al respectivamente.

En el caso de que ocurra el ordenamiento con planos alternados (111) aparecerían reflexiones de los planos (100) y (110) ya que los factores de dispersión atómica de los átomos en la red no anularían el factor de estructura para la difracción de estos planos, por lo que aparecerían aunque con intensidad limitada. Los resultados después de mantener la aleación a la temperatura de 370°C por períodos de tiempo de hasta 15 horas, no muestran evidencia de tales reflexiones, por lo que se puede afirmar que la fase β no sufre cambios en alta temperatura. Cabe la posibilidad de que el ordenamiento se presente tan lentamente que se requieran tiempos de permanencia más prolongados, sin embargo, para propósitos de aplicación práctica de los resultados deberá considerarse como válido el diagrama de equilibrio sin el punto peritético y sin la fase intermedia β .

Difracción de rayos X en las aleaciones Zn-Al-Cu

La difracción de rayos X en aleaciones Zn-Al con 2% de cobre muestran que el cobre provoca la formación de 2 nuevas fases; ϵ y τ' las cuales en esta composición de cobre se encuentran presentes en cantidades muy pequeñas de tal forma que es muy difícil detectarlas al microscopio electrónico de barrido. El diagrama de equilibrio ternario predice la presencia a temperatura ambiente de la fase τ' y la ausencia de la fase ϵ , sin embargo debido a la gran lentitud de la transformación a temperatura ambiente de la fase ϵ en τ' , es muy común encontrar presente la fase ϵ en las aleaciones con 2 % de cobre cuando son enfriadas al aire o rápidamente tal como el caso del temple en agua o en la solidificación por colada semicontinua. Cuando la aleación es enfriada lentamente como en el caso del recocido, la transformación de ϵ en τ' se desarrolla parcialmente encontrándose la presencia de ambas fases.

La extrusión a temperaturas por debajo de la eutectoide provoca que la transformación de ϵ en τ' se desarrolle completamente obteniéndose en estas aleaciones sólo τ' y no ϵ . Si por el contrario, la extrusión se lleva a cabo a temperaturas encima de la

eutectoide, la fase ϵ es estable durante la extrusión a esta temperatura y por consiguiente se descompondrá en τ' sólo si la velocidad de enfriamiento es lenta. En el caso de las aleaciones extruidas a temperatura mayor que la eutectoide en este estudio, el enfriamiento desde la temperatura de extrusión se realizó al aire por lo que la fase ϵ se retuvo a temperatura ambiente. De acuerdo con los estudios realizados por Zhu (1990), en una aleación Zn-Al con 3% de Cobre y templada, el tiempo aproximado para que a temperatura ambiente se transforme el 50% de la fase ϵ metaestable en la fase τ' estable es de 2555 horas.

Al tratar térmicamente los perfiles extruidos de la aleación con 2% de cobre, independientemente de cual sea la estructura que se tenga, a la temperatura de homogeneización (350°C), se tendrá la presencia de las fases $\beta + \epsilon$, al enfriar la aleación hasta la temperatura ambiente, se tendrán 3 opciones de descomposición de la fase β :

- a) Laminillas de fases $\alpha + \eta$ con espaciado interlaminar grueso; perlita gruesa, al enfriar lentamente. (recocido).
- b) Laminillas de fases $\alpha + \eta$ con espaciado interlaminar fino; perlita fina, para el enfriamiento al aire. (normalizado).
- c) Granos finos de fases $\alpha + \eta$ al enfriar rápidamente en agua (templado).

En los casos de enfriamiento lento y temple, la fase ϵ presente en alta temperatura se descompondrá parcialmente en la fase τ' , mientras que en el caso del perfil con tratamiento térmico de normalizado la fase ϵ no se descompondrá sino que permanecerá presente en forma metaestable.

Si la cantidad de cobre añadida a la aleación binaria es mayor que 2 % en peso, se promueve la formación de fase τ' aunque la fase ϵ continúa apareciendo de forma metaestable sobre todo en las aleaciones con estructura de colada. Puede establecerse como regla general que las aleaciones con estructura de colada contienen fase ϵ metaestable, mientras que las aleaciones homogeneizadas o bien recocidas contienen τ' . Por otro lado, las

aleaciones templadas contienen ϵ metaestable con tendencia a la formación de τ' mientras que las aleaciones normalizadas contienen ϵ metaestable sin tendencia a la formación de τ' .

Microestructuras y propiedades mecánicas asociadas

Los resultados revelan una tendencia de las aleaciones hacia la segregación durante la solidificación de las mismas, en general todas las aleaciones estudiadas se caracterizan por tener la presencia de fases de no equilibrio que además son extremadamente difíciles de eliminar de la estructura. Campos *et al* (1980), mostraron que la eliminación de estas fases metaestables por medio de tratamiento térmico sólo es posible luego de mantener la aleación a 350°C por tiempos mayores que 40 horas, lo cual a nivel industrial no es práctico por el costo de operación de los hornos.

El conformado mecánico ayuda a eliminar de la estructura de colada las fases metaestables aunque en el caso de la extrusión realizada en este estudio no se logró la eliminación completa de las fases de no equilibrio debido a que la cantidad de deformación estuvo limitada a relaciones de áreas no mayores de 17:1. Sin embargo, pruebas a nivel industrial con relaciones de áreas superiores a 20:1 han mostrado la eliminación casi total de las fases de no equilibrio, por lo que se considera que la segregación no representa un problema serio para la aplicación de las aleaciones en el campo industrial

La resistencia al impacto de las aleaciones en estado de colada es aproximadamente un orden de magnitud más baja que la observada en los perfiles extruidos de la aleación 2. Este resultado pone de manifiesto la gran tenacidad que se imparte en el zinalco cuando es sometido a procesos de conformado mecánico.

Las transformaciones de fase detectadas durante la extrusión y el tratamiento térmico de las aleaciones básicamente son:

La eutectoide $\beta \leftrightarrow \alpha + \eta$ a 275°C. Esta transformación define la estructura de la matriz de las aleaciones Zn-Al-Cu como ha sido mencionado anteriormente, se tienen 3 tipos de

estructura dependiendo de la velocidad de enfriamiento; granos finos para el enfriamiento en agua ó templado, laminillas finas llamada también perlita fina para el enfriamiento al aire o normalizado y laminillas gruesas llamada perlita gruesa para el enfriamiento lento dentro del horno o recocido. Cada una de estas estructuras presenta diferentes propiedades mecánicas, siendo la más resistente, la estructura templada luego la estructura normalizada y finalmente la estructura recocida. Cabe aclarar que la estructura templada a pesar de ser la más resistente presenta tendencia a la fluencia lenta aun a temperatura ambiente, por lo que su estabilidad mecánica es limitada.

Las fases que aparecen por la adición de cobre en las aleaciones Zn-Al binarias, son ϵ o τ' , estas fases tienen propiedades mecánicas muy diferentes ya que mientras que τ' es muy dura (650 Vickers) y frágil, ϵ es mucho más blanda (150 Vickers) y apreciablemente más dúctil. Parecería lógico que para obtener la más alta resistencia en los perfiles extruidos de Zinalco, es decir la aleación con 2 % de cobre, se debería promover la formación simultánea de perlita fina y fase τ' en pequeñas cantidades de tal forma que la ductilidad no sea sacrificada apreciablemente. Sin embargo, no es posible lograr que aparezcan ambas a la vez, ya que la perlita fina está relacionada con velocidades de enfriamiento moderado mientras que la fase τ' esta relacionada con velocidades de enfriamiento lento. La única posibilidad que se tiene para obtener ambos constituyentes a la vez, es realizar el tratamiento térmico de normalizado y posteriormente, realizar revenidos a baja temperatura (100°C - 150°C) de tal forma que se promueva la formación de la fase τ' a expensas de la ϵ sin que la perlita fina experimente engrosamiento o coalescencia de las laminillas, a fin de que no pierda resistencia mecánica.

Las aleaciones con contenidos mayores que 2 % de cobre, muestran dentro de su estructura cantidades proporcionales más grandes de las fases ϵ y τ' , por consiguiente su resistencia mecánica es mayor, sólo que la ductilidad se ve seriamente disminuida llegando a

ser nula en el caso de la aleación 4. En el caso de la aleación 3 se presenta la posibilidad de retener la fase de alta temperatura al templar la aleación desde 350°C (ver figura 77). Este hecho es algo que tendrá que explorarse más adelante, ya que si se logra controlar la descomposición de la fase β retenida, será posible incrementar más la resistencia de esta aleación.

Extrusión de aleaciones Zn-Al-Cu

Las pruebas de extrusión realizadas demuestran plenamente la viabilidad para extruir las aleaciones de Zn-Al de composición alrededor de la eutectoide con adiciones de cobre hasta un 6 % en peso sin dificultad.

La limitante principal para la extrusión de las aleaciones es la fricción presente entre la superficie del material y las herramientas, ya que para vencerla, se requiere de una mayor cantidad de energía que a su vez se convierte en calor, el cual, incrementa la temperatura del material hasta el grado de poner en peligro la consistencia del mismo. Las pruebas realizadas en este estudio, por ser mediante extrusión indirecta, no revelan de manera visible la dimensión del papel de la fricción en la extrusión del zinalco, sin embargo, las pruebas realizadas en el nivel industrial muestran un excesivo calentamiento de los perfiles cuando son extruidos utilizando prensas del tipo directo sin lubricación y aplicando deformaciones considerables (relaciones de área 100:1) y alta velocidad (30 mts/min).

En la tabla III, se presentan los valores teóricos estimados de la presión de extrusión y el incremento en temperatura del perfil y se comparan con valores experimentales obtenidos en este estudio y en pruebas realizadas a nivel industrial. Las pruebas en el laboratorio son de extrusión indirecta y las pruebas industriales son de extrusión directa.

La temperatura idónea para extruir el zinalco debe seleccionarse como la más baja posible de acuerdo con la capacidad de la prensa. Los resultados del esfuerzo de flujo determinado por medio de la prueba de compresión (figura 14), indican que a partir de los

250°C la resistencia al flujo del zinalco es mínima y se mantiene prácticamente constante hasta los 300°C, por lo que si se escoge la temperatura de trabajo como 230-250°C, se tendrá un margen de incremento en temperatura, sin que se presente la fusión incipiente, de aproximadamente 130°C, ya que la fase de menor punto de fusión presente en el zinalco es la η que se licúa alrededor de los 382°C, como se puede observar en el diagrama de equilibrio correspondiente.

Es importante mencionar que la extrusión del zinalco se hace a temperaturas comparativamente bajas con respecto a la extrusión de otras aleaciones basadas en aluminio cobre o hierro, lo que además del ahorro de energía representa un desgaste menor para las herramientas, las cuales, inclusive se pueden fabricar a partir de aceros más baratos.

El tratamiento térmico previo a la extrusión aunque repercute en la carga de extrusión, no tiene un efecto tan notorio como la fricción por lo que se considera que la extrusión se puede realizar utilizando como material de partida tochos con estructura de colada los cuales deben ser obtenidos por colada continua para evitar problemas de porosidad y heterogeneidad en las propiedades mecánicas de los productos.

Tabla III. Comparación de resultados de extrusión de Zinalco a nivel teórico, experimental en laboratorio y a nivel industrial

Resultados teóricos	Resultados experimentales	Observaciones
<p>Para $R=17 = A_o/A_f$ $p=P/A_o = \sigma_o (\ln A_o/A_f)$ $p = 850 \text{ Kg/cm}^2$</p> $\Delta T = \frac{\sigma_o \ln\left(\frac{A_o}{A_f}\right)}{C}$ $\Delta T = \frac{300 \ln(17)}{32.531}$ $\Delta T = 26^\circ\text{C}$	<p>Para $R=17 = A_o/A_f$ $p=P/A_o = 23500/12.56$ $p = 1870 \text{ Kg/cm}^2$</p> $\Delta T = \frac{1870}{32.531} = 57.48^\circ\text{C}$	<p>El calor específico calculado para el Zinalco es $32.531 \text{ Kg.cm/cm}^3 \cdot ^\circ\text{C}$ El esfuerzo de flujo se considera como 300 Kg/cm^2 Se utilizó un dado de 3 cavidades redondas La extrusión se hizo en una prensa del tipo indirecto lubricando con bardahl 2 el diámetro del contenedor fue de 40 mm Por la fricción en el dado se tiene una presión de extrusión 2.2 veces más alta que la teórica</p>
<p>Para $R=100 = A_o/A_f$ $p=P/A_o = \sigma_o (\ln A_o/A_f)$ $p = 1381 \text{ Kg/cm}^2$</p> $\Delta T = \frac{\sigma_o \ln\left(\frac{A_o}{A_f}\right)}{C}$ $\Delta T = \frac{300 \ln(100)}{32.531}$ $\Delta T = 42.46^\circ\text{C}$	<p>Para $R=100 = A_o/A_f$ $P = 1,200 \text{ Tons}$ $p=P/A_o = 1,200,000/182.41$ $p = 6578.4 \text{ Kg/cm}^2$</p> $\Delta T = \frac{6578.4}{32.531} = 202^\circ\text{C}$	<p>Prueba industrial realizada en una prensa de extrusión directa con un contenedor de 15.24 cm de diámetro, dado de 2 bocas en forma de T con relación de áreas de 100:1 Es obvio que no todo el calor generado sirve para calentar la muestra, sin embargo, el resultado revela que la fricción es mucho mayor ya que la presión de extrusión es 4.76 veces más alta que la teórica, cuando en la indirecta la presión de extrusión es sólo 2.2 veces la teórica.</p>

VI CONCLUSIONES Y PERSPECTIVAS

1. Las aleaciones Zn-Al-Cu pueden ser sometidas al proceso de extrusión en caliente utilizando los siguientes parámetros:
 - Material de partida: solidificado por colada continua sin tratamiento térmico
 - Temperatura: la más baja posible, considerando que la resistencia al flujo del material decae a un mínimo desde los 250°C. Por lo tanto, entre menor sea la temperatura de extrusión seleccionada, mayor será el rango de temperatura disponible para evitar la aparición de la fusión incipiente de los productos extruidos.
 - Rapidez de deformación y relación de áreas: estos dos parámetros dependen del rango de temperatura de trabajo, el cual es fuertemente influenciado por la fricción, por lo tanto, en el caso de extrusión directa la rapidez de deformación y la relación de áreas se limitan más que en el caso de extrusión indirecta
 - Lubricación: para la extrusión inversa es necesaria solamente en la cara del dado, sin embargo, en el caso de extrusión directa sería deseable no sólo en la cara del dado, sino también en la pared del contenedor, aunque se debe desarrollar un diseño especial del dado para lubricar eficientemente.

2. La principal limitante para la extrusión de las aleaciones es el estrecho rango de temperaturas de trabajo ya que para evitar el riesgo de fusión incipiente se debe limitar la rapidez de deformación y la relación de áreas.

3. Aunque las propiedades mecánicas en cuanto a resistencia y ductilidad de los productos extruidos son aceptables, se pueden mejorar mediante el tratamiento térmico de normalizado.
4. La resistencia mecánica del Zinalco se debe primordialmente a la mínima distancia interplanar mostrada por la perlita en el estado normalizado, y no tanto a la presencia de las fases ϵ y τ' las cuales tienen un efecto endurecedor importante cuando los contenidos de cobre se encuentran alrededor del 5% en peso.
5. La presencia de la fase τ' en cantidades considerables incrementa la resistencia mecánica de manera notable pero disminuye sensiblemente la ductilidad, por lo tanto, se debe controlar la cantidad presente de esta fase, tanto mediante la composición química de la aleación, como mediante el tratamiento térmico.

PERSPECTIVAS

1. Diseño de dados apropiados para lubricar eficientemente tanto la cara del dado como la pared del contenedor.
2. Enfriamiento de los dados mediante camisas refrigerantes en las que sea posible recircular aire o nitrógeno líquido, de hecho este tipo de dados ya existen y son utilizados para extruir algunas aleaciones de Aluminio.
3. Extrusión de Zinalco con una capa de aluminio con el fin de formar una cáscara de mayor punto de fusión, la cual protegerá la superficie del Zinalco y evitará la presencia de desgarres por fusión incipiente.

- 4 Incremento de la resistencia mecánica mediante la formación controlada de la fase τ' dentro de la estructura, lo cual puede ser logrado incrementando el contenido de cobre y diseñando una ruta de tratamiento térmico adecuada para obtener simultáneamente perlita fina y τ' , esto se puede conseguir si se controla la transformación de la fase β congelada durante el enfriamiento violento desde los 350°C de la aleación 3.
- 5 Realizar estudios sobre la estabilidad a temperaturas superiores a la ambiente, de la estructura laminar fina obtenida por normalizado, con el fin de determinar el rango de temperatura de servicio de las aleaciones sin que se presente el riesgo de reblandecimiento o de fluencia lenta.

LITERATURA CITADA

- Avitzur B. y C.J. Van Tyne. 1982. Ring Forming: An Upper Bound Approach. *Journal of Engineering for Industry*. 104. 231-247.
- Balliet R.W, J.A Forster and J.L.Duncan. 1978. Precision Forging of a High Strength Superplastic Zinc Aluminum Alloy. *Metallurgical Transactions A Vol.9* 1259-1264.
- Balliet R.W. 1974. High Strength Zinc Alloys. U.S. Patent No. 3,850,622.
- Belk J.A. 1976. Production of superplastic Zinc-Aluminium alloys. *Metals Technology*. 161-166.
- Cahn J.W. 1968. Spinodal Decomposition., *Trans. AIME*, 242. 166-180
- Campos R.E., J. Negrete, L. Hernández y G. Torres Villaseñor, 1980. Efecto del Recocido en las Propiedades Mecánicas de Aleaciones Zn-Al., *Memorias del VI congreso de la ANIAC* 289-293
- Cheethman D. and N. Ridley. 1971. Isothermal Transformation and Directional Growth Studies on a Zn-Al Eutectoid Alloy. *Journal of the Institute of Metals*.,99. 371-376.
- Kubel E. J. 1987. Expanding Horizons for ZA Alloys. *Advanced Materials & Processes* Jul., 51-57.
- Gebhardt E. 1949. Zinc- Aluminum Phase Diagram, *Z. Metallkd.*., 40, 463-464
- Gervais E., R.J. Barnhurst and C.A. Loong. 1985. An Analysis of selected properties of ZA Alloys. *Journal of Metals*. Nov. . p, 43-47.
- Goldak G.R. and J.G. Parr, 1963. A High Temperature X-Ray Diffractometer Study of the Zinc-Aluminum System in the Region 40-75 wt% Zinc, *J. Inst. Met.*, 92, 230-233
- Henniker-Heaton J. L. and C. J. Swanson. 1976. The development and commercial application of superplastic Zinc. *Metallurgie*.14., 4, 193-199.

- Langdon T.G. 1991. The Physics of Superplastic Deformation., Materials Science and Engineering., a137. 1-11
- Ling F.W. and D.E. Laughlin. 1979. The Kinetics of Phase Transformation in Zn-Al Superplastic Alloys. Metallurgical Transactions A .10 . 921-928.
- Male A.T. and M.G Cockcroft.1964. A Method for the Determination of the Coefficient of Friction of Metals under Conditions of Bulk Plastic Deformation. Journal of the Institute of Metals 93. 38-46.
- Melton K.N.and J.W. Edington. Superplasticity in Zn-40wt%Al and Zn-50wt%Al Alloys tested at 300°C. Scripta Metallurgica., 9. 5. 559-562.
- Mondolfo L.F. 1976., Aluminum Alloys Structure and Properties., Ed. Butterworths, 518-520
- Murphy S. 1975 The Structure of 'T' Phase in the System Al-Cu-Zn. Metal Science 9, 163-168
- Murphy S. 1980 Solid Phase Reactions in the Low Copper Part of the Al-Cu-Zn System Z. Metallkde.71 H.2 96-102
- Murray J.L. 1983 The Al-Zn (Aluminum-Zinc) System, Bulletin of Alloy Phase Diagrams 4, 1, 55-73
- Negrete J., L. Valdés and G. Torres Villaseñor.1983. Microstructure and Mechanical Properties of Zn-Al Alloys at Room temperature. Metallurgical Transactions A.14, 1931-1934.
- Negrete J. y R.E. Campos.1982. Cinética de la Reacción Eutectoide en la Aleación Zn77, Al21, Cu2. Determinada por Dilatometría de Alta Velocidad. Memorias del Congreso El Aluminio en Latinoamérica. 379-385

- Negrete Sánchez J.J. 1980, Estructura y Propiedades Mecánicas de Aleaciones Zn-Al en la Region Rica en Zinc. Departamento de Ciencia de Materiales de la E.S.F.M. de IPN, Tesis de Maestría en Ciencias 83pp.
- Nishimura H. and M. Miyagawa. 1974. Mechanical Behavior and Formability of Zn-22Al Superplastic Alloy at Room Temperature. Proc.of the 17th.Japan Congress on Materials Research Metallic Materials.103-107.
- Presnyakov A.A., Y.A. Gorban and V.V. Chervyakova, 1961. The Aluminum-Zinc Phase Diagram, Russ. J. Phys. Chem., 35, 6, 632-633
- Schmid E.and G. Wassermann, 1934. On the Aluminum-Zinc System, Z. Metallkd., 26 145-150
- Shepard E.S. 1905, Aluminum-Zinc Alloys, J. Chem. Phys., 9, 504-512
- Smith A.E.W and G.A. Hare. 1973. Controlling the Zinc-Aluminum Eutectoid Reaction. Journal of the Institute of Metals. 101. 320-328.
- Stewart M.J. 1973. Superplastic Forging of Zn-Al-Cu Alloys. Canadian Metallurgical Quarterly.12., 2, 159-169.
- Tiedemann O. 1926 Investigations on the Aluminum-Zinc System, Z. Metallkd., 18, 221-223
- Tokizawa M. y N. Takatsuji. 1987. Effects of Die Angles on Pressure Distribution of Die Block Surfaces and Extrudability in Hot Extrusion. Transactions of the Japan Institute of Metals. 28 No 12. 994-1003
- Torres Villaseñor G. 1988. Microestructura y Propiedades Mecánicas del Zinalco. Ciencia. 39. 103-111
- Torres Villaseñor G. and J. Negrete. 1988. Superplastic behavior of Zn-20Al-2Cu at Room Temperature. Superplasticity and Superplastic Forming. The Mineral, Metals and Materials Society. 51-55.

Valdés L., I. Estrada, J. Negrete y G. Torres Villaseñor. 1981. Efectos del Cobre en la estructura y propiedades mecánicas de la aleación superplástica Zn-22Al. Memorias del VII congreso de la ANIAC. , 259-262.

Zhu Y.H. and F.E. Goodwin.1994. Microstructures of Thermomechanically Treated Eutectoid Zn-Al Alloy. J. Mater.Sci.Thecnol.,10. 121-126