

# Relación del intermetálico $\epsilon$ en la obtención de estructuras de grano ultrafino bajo tasas de deformación severa en Zn — 22%Al — 4%Ag

## Correlation of the intermetallic $\epsilon$ in ultra-fine grain building structures with drastic deformation rates in Zn - 22% Al - 4% Ag alloy

Juan M. Prado-Lázaro<sup>a1</sup>, José A. Ramos Banderas<sup>b2</sup>, Israel Aguilera Navarrete<sup>c3</sup>,  
Héctor Javier Vergara Hernández<sup>b4</sup>, Jorge Alejandro Verduzco Martínez<sup>d5</sup>, Alexis V. Vázquez Esquivel<sup>a6</sup>

<sup>a</sup>Doctorado en Ciencias en Ingeniería TECNMI/T. Morelia. Av. Tecnológico No.1500 Col. Lomas de Santiagouito.  
C.P. 58120 Morelia, Michoacán, México. Tel.: +521 - 4431 - 054759

<sup>b</sup>Posgrado en Metalurgia TECNMI/T. Morelia. Av. Tecnológico No.1500 Col. Lomas de Santiagouito.  
C.P. 58120 Morelia, Michoacán, Morelia.

<sup>c</sup>CONACYT-TECNMI/T. Morelia. Av. Tecnológico No.1500 Col. Lomas de Santiagouito.  
C.P. 58120 Morelia, Michoacán, México.

<sup>d</sup>IIMM-UMSNH. Feo. J. Mújica. C.P. 58004 Morelia, Michoacán, México.

<sup>1</sup>juan.prado@itm.morelia.edu.mx, <sup>2</sup>jose.rb@morelia.tecnm.mx, <sup>3</sup>iaguilerana@conacyt.mx

<sup>4</sup>hvergarah@gmail.com, <sup>5</sup>verduzco@umich.mx, <sup>6</sup>D09120856@morelia.tecnm.mx

### Resumen

Microalamabres de Zn - 22%Al - 4%Ag, obtenidos por rolado y treflado se caracterizaron mediante difracción de Rayos-X (DRX) de manera cualitativa y cuantitativa, a la par se observaron mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB). Los resultados se compararon con microalambres obtenidos del proceso de solidificación rápida por tambor rotativo INROWASP®. Por medio de DRX se identificaron las fases cristalinas, su posicionamiento, intensidad, altura del ancho medio así como el tamaño de su cristalito. Procesando como imágenes las metalografías obtenidas por MEB, empleando para ello un algoritmo propio se cuantifica la presencia de las fases  $\alpha$  y  $\eta$  y el intermetálico  $\epsilon$ , a la vez de la integridad del área visible. La superplasticidad en la aleación Zn - 22%Al - 4%Ag se encuentra asociada a la reducción del tamaño grano, así como la reducción de la diferencia de tamaños entre las fases. Se concluye que el intermetálico  $\epsilon$  permite mayor deformación de las fases  $\alpha$  y  $\eta$  debido al proceso de refinamiento de grano, rotación y acomodamiento por deformación severa.

### Abstract

Zn - 22 %Al - 4 %Ag alloy micro-wires manufactured by rolling and drawing process characterized. The characterization by qualitative and quantitative X-ray diffraction, supported by Scanning Electron Microscopy. In the conclusions section, there is a comparison of the data of microwires manufactured by rolling and drawing against rotary drum fast solidification process INROWASP®. The properties of crystalline phases as positioning, intensity, FWHM (Full Width at Half Maximum), and crystallite size were by X-ray diffraction. Metallographs by Scanning Electron Microscopy, shown phases, as the integrity of the visible area, were analyzed by image processing algorithm. The superplasticity in the alloy Zn - 22% Al - 4% Ag is associated with the reduction of the grain size, as well as the reduction of the difference in sizes between the phases. We conclude that the  $\epsilon$  phase allows large deformation of the  $\alpha$  and  $\eta$  phases due to the grain refinement process, Zn - 22 %Al - 4 %Ag alloy superplasticity is associated with grain size reduction of the difference in sizes between the phases.

### Keywords:

X-Ray Diffraction, ZnAlAg, Ultra-Fine Grain, Superplasticity

### Palabras clave:

DRX, ZnAlAg, Grano ultrafino, Superplasticidad

### Introducción

Ya que el refinamiento de grano ofrece a los metales características mecánicas especiales resulta de interés su análisis. Por tal motivo, los procesos para obtener materiales de estructura con grano ultrafino o *UFG* (Ultra-fine grain) se han incrementado en los últimos años. Se denominan materiales de grano ultrafino aquellos materiales policristalinos con tamaño de grano inferior a  $1\mu\text{m}$ , esta denominación se subdivide a su vez en materiales submicrométricos ( $100$  a  $1,000\text{nm}$ ) y materiales nanométricos (inferiores a  $100\text{nm}$ ). Los métodos de deformación plástica severa *SPD* (Severe plastic deformation) como torsión a alta presión *HPT* (High-pressure torsion), extrusión angular de sección constante *ECAP* (Equalchannel angular pressing) y unión por laminación acumulada *ARB* (Accumulated roll-bond) producen gra-

nos ultrafinos. [22] Los aspectos que hacen atractivos a estos materiales son la combinación de alta resistencia a la fatiga y alta tenacidad a la fractura, además de presentar comportamientos superplásticos a temperaturas bajas y altas velocidades de deformación. [6, 25] Se ha tenido éxito en el refinado de granos en aleaciones base *Al*, *Ti*, así como aleaciones *Zn - Mg*, *Al - Zn* y *Al - Zn - Mg*. Para la obtención de granos ultrafinos, se reporta el uso de los procesos *ARB* y *ECAP* [21, 13, 27, 2], y se recomienda el proceso *HPT* para aleaciones *Al - Zn - Mg - Cu* [24].

En aleaciones *ZnAl* se muestra un interés en la zona eutécticoide donde se reporta un comportamiento super-plástico a temperatura ambiente [23, 16]. Así como, un bajo costo de producción en comparación con fundiciones ferrosas [8, 15]. En las

aleaciones  $ZnAl$  la adición de  $Ag$  ( $Zn-22\%Al-X\%Ag$ ), tienen como efecto el comportamiento superplástico. Los autores Casolco, Coble y Sun atribuyen esto a los mecanismos de subdivisión de grano, los cuales tienen como resultado un refinamiento de grano mediante deformación plástica severa [4, 5, 10, 18]. Se sabe que a mayor deformación, la aleación incrementa su proceso de refinamiento de grano [14], en otros casos la adición de  $Ag$  ha sido vinculada con el efecto del endurecimiento por envejecido [26, 3]. En el presente trabajo la aleación  $Zn-22\%Al-4\%Ag$ , ha sido caracterizada mediante Microscopía Electrónica de Barrido y Difracción de Rayos-X. Los constituyentes de la microestructura de la aleación están conformados por las fases sólidas  $\alpha$  (rica en  $Al$ ) y  $\eta$  (rica en  $Zn$ ) y el compuesto intermetálico  $\epsilon$  que principalmente es  $AgZn_3$  [4]. Mediante difracción Rayos-X los picos de la fase se encuentran a  $38^\circ$  y  $45^\circ$ ; para la fase los picos se ubican en  $37^\circ$ ,  $43^\circ$ ,  $55^\circ$  y  $70^\circ$ , siendo el pico a  $43^\circ$  el de mayor intensidad. Finalmente el intermetálico  $AgZn_3$ , ( $\epsilon$ ) su único pico se reportó en la posición de  $42^\circ$ . Estudios realizados [7, 17] han documentado la evolución microestructural de varias aleaciones  $Zn - 22\%Al - X\%Ag$  con diferentes contenidos de  $Ag$ . En dichos estudios las aleaciones han sido sometidas a varias velocidades y rangos de deformación, sugiriendo que la fase intermetálica  $\epsilon$ , favorece la subdivisión de granos durante la deformación. Otros estudios, enfocados en la evaluación de las propiedades mecánicas de la aleación, observaron que existe un cambio en la integridad del área de las fases cuando están sometidas a una deformación [1], dicha integridad se refiere a la subdivisión de granos de las fases  $\alpha$  y  $\eta$ , así como también al posterior esparcimiento de éstas, asociadas a la deformación. La integridad de las áreas de las fases existe tanto en procesos de rolado y trefilado [11]. En el presente trabajo se muestra mediante el estudio de la evolución de los picos de los difractogramas en la aleación  $Zn-22\%Al-4\%Ag$  y la integridad del área visible de las fases ( $\alpha$  y  $\eta$ ) así como el intermetálico ( $\epsilon$ ) por medio de procesamiento de metalografías, en la obtención de estructuras de grano ultrafino bajo tasas de deformación severa.

### Descripción del método

Tratando de simplificar el método del desarrollo de los microalambres de  $Zn - 22\%Al - 4\%Ag$ , el cual consta de diferentes procesos. El punto de partida inicia con la colada, para obtener un lingote suficiente para fabricar probetas. Se realiza una preparación superficial de la probeta rectangular, hasta obtener todas las caras del mismo tamaño, planas y lisas, preparadas para homogenizar su espesor durante el rolado. Para posteriormente realizar la caracterización cristalográfica y metalográfica.

### Fabricación del lingote

El cálculo de carga, corte y pesaje de los elementos de la aleación  $Zn-22\%Al-4\%Ag$ , se usa para un crisol de 1000gr, se pesa en una báscula de precisión *AND HR-202i*®. El cálculo para la colada final se realiza considerando una carga

de 600gr. La aleación  $Zn-22\%Al-4\%Ag$  fue fabricada a partir de  $Al$ ,  $Zn$  y  $Ag$ , con purezas del 99,99% mediante la metodología reportada. La fusión se realizó en una mufla marca *Felisa*®, con crisol de  $SiC$  y equipada con control de temperatura. El procedimiento para obtener un lingote de 600gr, consistió en agregar 132gr de  $Al$ , a la temperatura de  $750^\circ C$  ( $1023K$ ) hasta alcanzar el estado líquido de manera homogénea durante 1200s, seguido de esto, se agregó 444gr de  $Zn$  y se disminuyó la temperatura de la mufla a  $650^\circ C$  ( $923K$ ) hasta la estabilización del  $Zn$ , posteriormente, se agregó 24gr de  $Ag$  y se disminuyó la temperatura a  $600^\circ C$  ( $873K$ ), siempre insuflando gas  $Ar$  durante la fusión para evitar la oxidación de los metales. Por otro lado, se preparó una lingotera de 0,06m de espesor, 0,16m de ancho y 0,19m de largo de acero *AISI D2*, con capacidad de 700gr y  $370^\circ C$  ( $643K$ ) durante 3600s. Finalmente la colada se realizó a una temperatura aproximada de  $580^\circ C$  ( $853K$ ) y sobreenfriada con una mezcla de agua-hielo-sal, para acelerar la solidificación y romper la estructura dendrítica propia de un enfriamiento lento.

### Proceso termomecánico del lingote

El lingote se corta para obtener probetas con dimensiones de 5,97mm de ancho, 8,91mm de altura y 105,6mm de longitud. La primera parte del proceso se utilizó un laminador *DIAMANTE*®, logrando un total de dieciséis pases, resultando una disminución de 1,04mm de ancho, 1,09mm de alto con forma transversal romboide y 2861mm de longitud. La Figura 1 muestra la ruta de obtención de microalambres, dicho proceso se realizó a  $350^\circ C$  ( $273K$ ) y un tiempo de permanencia de 300s utilizando una mufla marca *Felisa*®, durante los primeros dos pases, a partir de este pase se hicieron catorce pases a temperatura ambiente, con un total de dieciséis pases para llegar a los espesores 1,04mm de ancho, 1,09mm de alto.

Para el proceso de trefilado se toma una muestra del pase anterior, teniendo en promedio un diámetro de 1,1mm y así obtener una sección final transversal circular con 0,4mm de diámetro a temperatura ambiente, logrado mediante ocho pases de deformación.

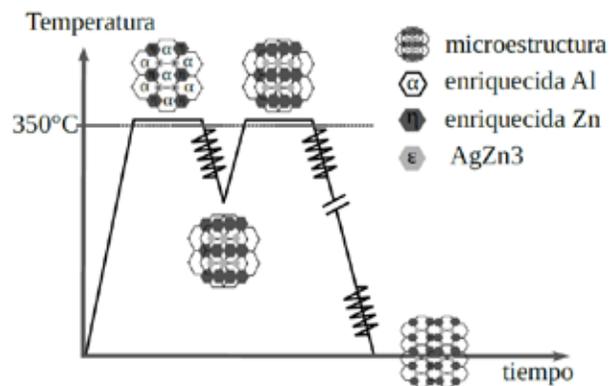


Figura 1: Ruta de procesamiento para obtener microalambres.

### Caracterización metalográfica

La caracterización de las muestras obtenidas de la condición de lingote, el proceso termomecánico y el proceso de solidificación rápida por tambor rotativo o *INROWASP*®, se realizó mediante técnicas de *Microscopía Electrónica de Barrido*. Esta técnica nos permiten observar los cambios microestructurales de la aleación y establecer diferencias entre ambos procesos, así como en la condición de lingote.

Las muestras obtenidas por rolado se prepararon bajo el estándar internacional *ASTM-E3*, mientras que las muestras resultantes del proceso de solidificación rápida por tambor rotativo se limpiaron a través de un pulido ultrasónico en un baño de acetona. Posteriormente, ambos tipos de muestras fueron caracterizadas mediante *MEB* con la señal de electrones retrodispersados como lo mostrado en la Figura 4 observando la diferencia microestructural entre los productos del proceso *INROWASP*®, y el conformado plástico con respecto a lo obtenido en el lingote.

#### Identificación de fases por procesamiento de imágenes

Se realizó un algoritmo de procesamiento de imágenes mediante *Scilab*, el cual permitió analizar las fases y la integridad del área visible en cada una de las metalografía. Los resultados obtenidos fueron procesados estadísticamente, obteniendo las gráficas de porcentajes de presencia de fases entre cada pase de deformación, sugiriendo un refinamiento de grano y la disociación de las fases precipitadas producto del proceso termomecánico.

Las metalografías se analizan cuantitativamente con un algoritmo procesador de imágenes para el reconocimiento de fases usando escalas de grises. La programación del algoritmo consiste en descomponer una imagen metalográfica de acuerdo a los pixeles que la conforman, los pixeles se traducen a una matriz numérica lógica, también llamada booleana, estas matrices se visualizan como imágenes mostrando el color negro como falso y el color blanco como verdadero. Se utiliza este principio para generar matrices lógicas de un determinado umbral de grises que representa una fase. Este algoritmo sigue el principio de escala de grises en imágenes digitales las cuales se interpretan en una escala de 0 a 255 para detectar las diferencias entre la fase más clara y las más oscura detectando la tercera fase por descarte mediante la Ecuación 1.

$$\varepsilon\% = 100\% - (\alpha\% + \eta\%) \quad (1)$$

Para que el algoritmo detecte la fase  $\eta$ , la cual tiene un rango característico en la escala de grises de 0 a 80, se filtra mostrando la parte más clara. Mientras que la misma analogía es para la fase  $\alpha$ , donde representa la tonalidad más oscura, por lo tanto se filtra en la escala de grises de 175 a 255 como se muestra en la Figura 2.

### Caracterización por difracción Rayos-X

Las piezas seleccionadas fueron procesadas y analizadas con un difractómetro de Rayos-X *D8 Advance Bruker*®, esto para determinar la cristalinidad y la identificación de sus fases ( $\alpha$  y  $\eta$ ) y el intermetálico ( $\varepsilon$ ), usando una corriente de  $40kV \times 300mA$  en un tubo de *Cu* y un haz gráfico de difracción monocromática, en un rango  $2\theta$  de  $30^\circ$  a  $90^\circ$ , con un paso de  $0,02^\circ$  y un tiempo de  $0,06s$ .

El patrón de difracción o difractograma se analizan mediante el software *DIFFRAC.SUITE.EVA*®, *Bruker*®, y mediante la base de datos *Powder Diffraction File PDF-2 2002* se enlista la información obtenida y los resultados en detalle se muestran en la Tabla 2.

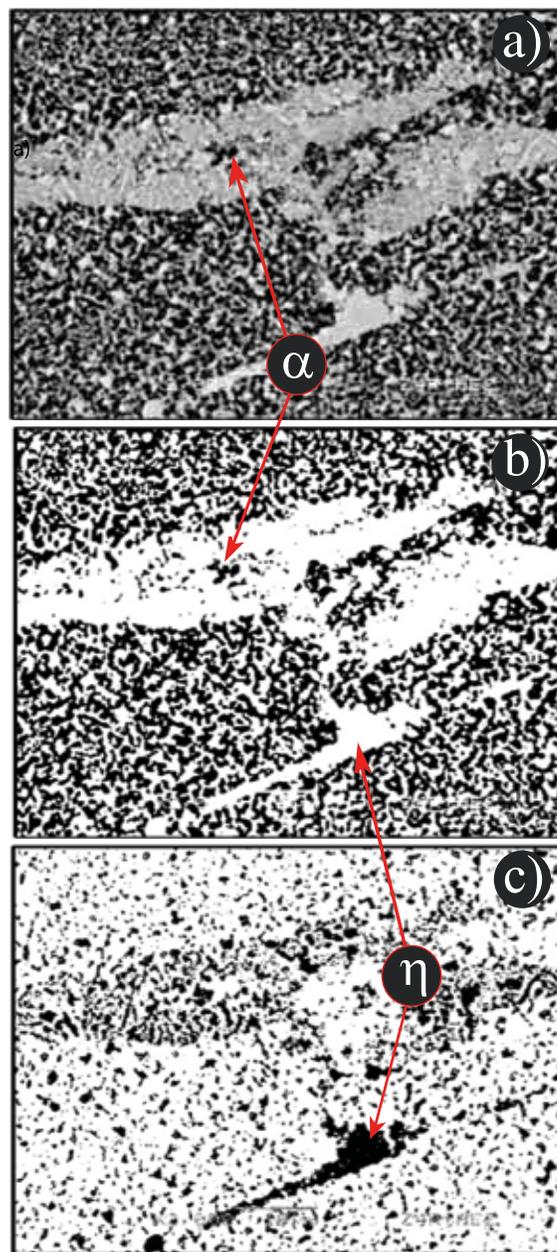
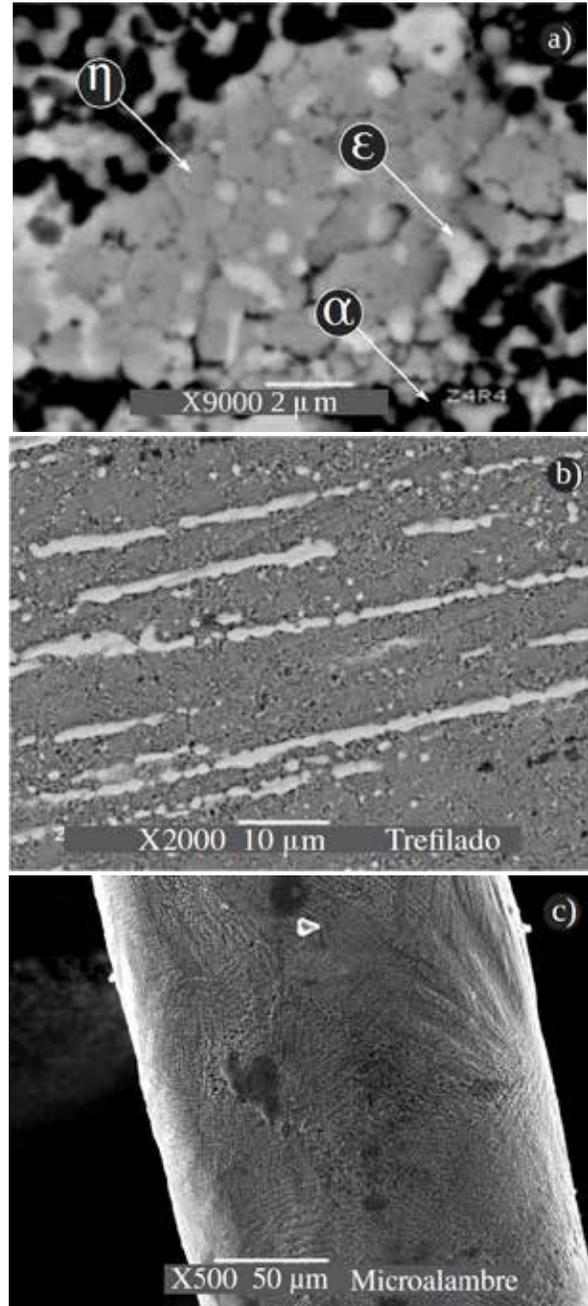


Figura 2: Ejemplo de procesamiento de imágenes: a) metalografía de la aleación; b) imagen procesada y reconocimiento de la fase  $\alpha$  c) imagen procesada  $\eta$ .

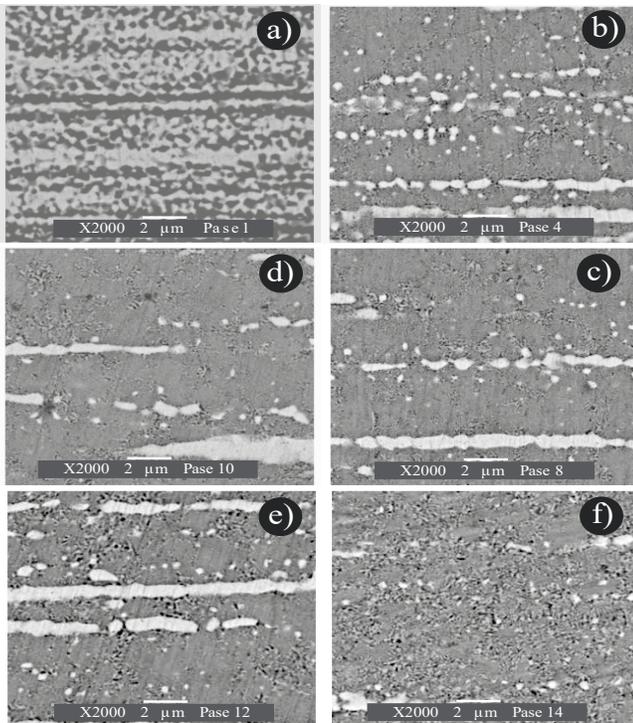
- Identificación de fases cristalinas.
- Posicionamiento de fases.
- Intensidad de picos en fases.
- Punto máximo de las fases.
- Ancho medio de altura (FWHM).
- Tamaño de cristalito.
- Distancias interplanares.

### Resultados

La Figura 4 muestra la microestructura obtenida por *MEB* con señal de electrones retrodispersados, con el fin de obtener un mayor contraste entre las fases y el intermetálico. La Figura 4a) corresponde a la aleación *Zn-22%Al-4%Ag* bajo condiciones de colada en dirección transversal, mostrando una estructura dendrítica de condiciones de enfriamiento rápido posterior al proceso de fusión. La Figura 4b) microestructura del resultado de la deformación plástica, observando una orientación preferencial y tamaños de grano finos resultado del proceso. La Figura 4c) muestra el microalambre de sección circular constante debido al proceso *INROWASP®*, con una estructura dendrítica compacta y fina, debido al enfriamiento severo, evitando el crecimiento de la zona columnar equiaxial.



**Figura 4:** Metalografías de las diferentes etapas del proceso de fabricación: a) lingote; b) trefilado; c) INROWASP®



**Figura 3:** Evolución microestructural a 2000X del proceso de Rolado: a) Primer pase; b) Cuarto pase; c) Octavo pase; d) Décimo pase; e) Décimo segundo pase; f) Décimo cuarto pase.

### Porcentaje de reducción

Para el análisis de la presencia de fases se toma como variable el número de pases a través del laminador y del dado de trefilado. Lo anterior con el propósito de medir la integridad del área visible de las fases precipitadas en función de la deformación reportada.

Durante el proceso de rolado podemos observar un total de dieciséis pases con un aumento de longitud de 2861mm siendo casi tres veces a su medida original dando como resultado un porcentaje de deformación de 97,86. Mientras que para el trefilado se obtuvo un porcentaje de reducción en su diámetro del 86,77.

### Procesamiento de imágenes

El procesamiento de imágenes se realizó bajo el diseño de experimentos que considera cada uno de los dieciséis pases de deformación tomando cinco metalografías en diferentes campos. Los resultados del diseño del experimentos de la integridad de las áreas de los datos, se tiene en dos niveles, el primero es el de los campos dentro de las metalografías y el segundo es entre las metalografías de los pases. Para el análisis del procesamiento de imágenes y así tener el promedio de los porcentajes de presencia de las fases como se muestra en la Figura 5 y en la Tabla 1 con los resultados estadísticos generales.

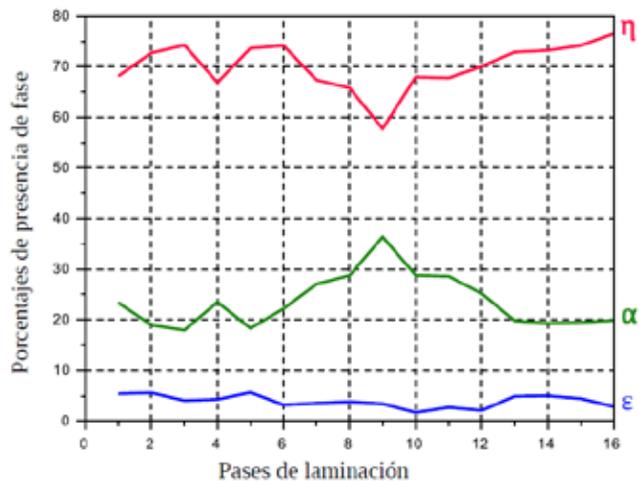
**Tabla 1:** Valores estadísticos de las fases reconocidas por el algoritmo de procesamiento de imágenes.

	$\alpha$	$\varepsilon$	$\eta$
Media	23	13,8	69,9
Dev. Std.	5,3	1,2	4,8

Las metalografías de la Figura 3 y los resultados de la Figura 5 indican un refinamiento durante las pasadas. Para los pases seis al doce, se observa una disminución en la variación del porcentaje de presencia del intermetálico  $\varepsilon$  y aumenta en el pase trece, alcanzando un equilibrio en la variación del porcentaje de su presencia y se comporta con menos variaciones respecto al quinto pase. Observando las metalografías de la Figura 3 se tiene una refinación homogénea en el tamaño de los granos, esto se asocia a la rotación y acomodamiento de los mismos.

En la Figura 3 se muestra la evolución microestructural de los diferentes pases del rolado observando el comportamiento de las fases presentes. De igual manera la Figura 5 muestra los comportamientos de las fases ( $\alpha$  y  $\eta$ ) y el intermetálico ( $\varepsilon$ ), de acuerdo a los resultados del proceso termomecánico, el comportamiento del intermetálico  $\varepsilon$ , se puede decir que es estable, mientras que las fases  $\alpha$  y  $\eta$ , se comportan axisimétricamente en un eje horizontal.

Los resultados apuntan a que el intermetálico  $\varepsilon$  es el que otorga la superplasticidad, esto puede deberse a que se mueve y rota respecto a las fases, como analogía se puede visualizar al intermetálico  $\varepsilon$  como el lubricante que permite movimiento a la fase  $\eta$  y permite la formación y acomodo de las otras fases. La fase  $\eta$  está muy ligada a la fase  $\alpha$  teniendo un comportamiento directamente proporcional, el cual no cambia hasta la pasada dieciséis, mientras que el intermetálico  $\varepsilon$  encuentra un equilibrio entre esas dos, la fase  $\alpha$  también encuentra un equilibrio comportándose estable y sin variaciones desde la pasada dieciséis hasta la última pasada, mientras que la fase  $\eta$  se ve mucho más ligada a  $\varepsilon$  notándose un aumento gradual en  $\eta$  y una disminución de  $\varepsilon$  mostrando una relación directa.

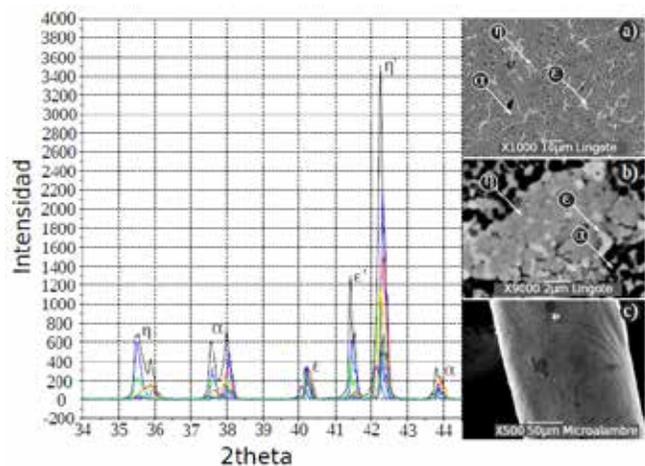


**Figura 5:** Resultado de los porcentajes de las fases y el intermetálico a lo largo del proceso de deformación.

### Resultados de difracción de Rayos-X

Se tomaron muestras de la aleación  $Zn-22\%Al-4\%Ag$  en condiciones de lingote, una muestra de microalambre proveniente del proceso de solidificación rápida por tambor rotativo y diez muestras más obtenidas del proceso termomecánico. Fueron analizadas mediante *DIFRACC.SUITE.EVA*® y así observar en la Figura 6 el comportamiento de los picos característicos de las fases presentes. Mientras que la Tabla 2 muestra de manera cuantitativa el resumen de los picos observados en las tres condiciones de la aleación.

En la Figura 7 se observa la evolución de los picos conforme al proceso termomecánico en comparación a lo obtenido por el proceso de solidificación rápida por tambor rotativo y en condición de



**Figura 6:** Comparativo de los difractogramas y metalografías.

lingote. Además, se observa la identificación de fases  $\alpha$  y  $\eta$ , encontradas en la posición de  $36^\circ$  y  $38^\circ$  respectivamente. El intermetálico  $\varepsilon$  que difracta específicamente en  $41^\circ$ . Se alinearon los esquemas de difracción conservando la proporción del rango angular para un mejor análisis, percibiendo un

desfasamiento de las fases correspondientes, así mismo un cambio en la intensidad de los picos para  $\eta$ ,  $\alpha$ ,  $\eta'$  y  $\epsilon'$  en los ángulos  $36^\circ$ ,  $38^\circ$ ,  $41^\circ$  y  $42^\circ$  respectivamente debido a los diferentes pases de deformación. Estas diferencias son atribuidas al tamaño de su cristalito y a las distancias interplanares causadas por la deformación plástica. La mayor intensidad de pico para el microalambre se relaciona inversamente en proporción al tamaño de grano, lo cual a su vez es consecuencia directa de las condiciones de enfriamiento súbito que se involucran en la aleación durante el proceso INROWASP®.

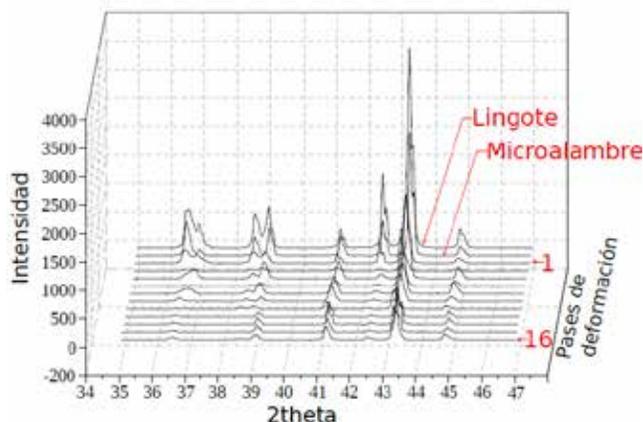


Figura 7: Evolución de los difractogramas en 3D.

### Análisis de resultados

Todos los difractogramas fueron procesados mediante el software *DIFRACC.SUITE.EVA®*, iniciando con un análisis cualitativo de la composición química del material, usando nueve muestras de diferentes pasadas de deformación durante el proceso termomecánico. Para analizar los difractogramas se comparan en *Scilab* de manera bidimensional y tridimensional como se ve en las Figura 6 y 7, además de compararlos con fuentes de información que han estudiado algo similar.

Una vez identificados los picos principales del lingote contra los obtenidos del proceso termomecánico en la Figura 7 y lo que se observa en la Tabla 2 de manera cuantitativa. Existe un desfaseamiento en los ángulos  $2\theta$  de los picos a la derecha y una menor intensidad para el intermetálico  $\epsilon$ . La Figura 4b), permite observar un refinamiento de los granos debido al proceso termomecánico, así como una integridad del área visible de las fases, por lo tanto existe una deformación o alargamiento de las celdas y disminución del tamaño del cristalito, pero a su vez un decremento en el ancho medio del pico, pero sin encontrar un cambio mayor en su distancia interplanar, después de doce pases de deformación.

Para el caso de los datos obtenidos del lingote contra el proceso de solidificación rápida por tambor rotativo, el desplazamiento de los picos es poco perceptible, ya que, la diferencia entre los ángulos  $2\theta$  no es mayor de  $0,5^\circ$ . Sin embargo la intensidad de los picos para el intermetálico  $\epsilon'$  es mayor en la muestra del lingote comparado con el proceso de solidifica-

ción rápida por tambor rotativo, por lo tanto, el enfriamiento súbito no permite el acomodamiento del intermetálico  $\epsilon'$  como se observa en la Figura 4a). Para la Figura 4c) se observa un acomodo compacto a diferencia de lo obtenido en el lingote, lo que nos permite distinguir en la Tabla 2 que el tamaño del cristalito es menor en la técnica de INROWASP®, esto se atribuye a la compactación de las dendritas. Los resultados mostrados en la Tabla 2 con las posiciones de las fases muestran que la fase no cuenta con un cambio apreciable para las condiciones de INROWASP® y lingote, siendo que la posición de  $\epsilon$  cambia para la condición de trefilado. Para la fase los picos no muestran cambios importantes, manteniéndose relativamente igual en las tres condiciones.

### Conclusiones

La aleación  $Zn-22\%Al-X\%Ag$ , ha sido estudiada por diversos autores y clasificada como material superplástico. En este trabajo, se deformó de manera controlada desde un lingote colado hasta un microalambre trefilado, y se utilizó un algoritmo propio para el procesamiento metalográfico programado expreso para la cuantificación de las fases presentes en la aleación, con lo cual se analizó el grado de integridad de las áreas visibles de las fases encontrando que los resultados sugieren que el intermetálico  $\epsilon$  promueve la superplasticidad en la aleación.

En la Figura 5 el intermetálico  $\epsilon$  revela una estabilidad en el porcentaje de la integridad del área visible durante las primeras cinco pasadas. A partir del pase seis hasta el pase once se aprecia una disminución del intermetálico  $\epsilon$  mientras que las fases  $\alpha$  y  $\eta$  se comportan de manera axisimétricamente debido a su refinación y la integridad del área visible. Comparado con la Figura 3 se muestra la evolución microestructural durante la deformación, así corroborando el porcentaje de presencia de las fases respecto a su deformación.

En la representación de las intensidades en la Figura 7 se observan cambios en  $\eta$  y  $\epsilon'$  durante los pases de deformación. Esto se debe a las condiciones de superplasticidad inducidas a la aleación y por ende a la deformación de la microestructura, ésta es asociado a los mecanismos de refinamiento y rotación de fases presentes [12, 19, 9], lo cual es observable en las metalografías de la Figura 4. De igual manera la mayor intensidad de los picos para el microalambre se relaciona de manera inversamente proporcional al tamaño de grano consecuencia del enfriamiento súbito del proceso de solidificación rápida por tambor rotativo, a diferencia de los resultados del proceso de deformación. Requiriendo una mayor intensidad para detectar las fases presentes debido al tamaño de grano.

En la Tabla 2 se presentan: las intensidades, ancho medio del pico, tamaños del cristalito y distancias interplanares. Es de interés la diferencia entre las intensidades y el tamaño de cristalito para las condiciones de lingote comparada con la de trefilado, ya que está última presenta menores valores y

**Tabla 2:** Resultados analizados mediante *DIFFRAC.SUITE.EVA®*, para difractogramas de microalambres de *Zn22Al4Ag* obtenidos en difractorio de Rayos-X *D8 Advance Bruker®*

	Fase	Ángulo		Intensidad	Ancho medio	Tamaño cristalito Å	d
		min	max				
Lingote	$\eta$	35,898	36,820	669	36,532	221,8	2,4457
	$\alpha$	38,192	38,786	512	38,584	538,3	2,3304
	$\varepsilon$	40,752	41,530	247	41,185	718,0	2,1901
	$\varepsilon'$	42,042	42,759	1295	42,449	628,0	2,1286
	$\eta'$	42,779	43,803	3299	43,267	597,4	2,0983
Trefilado	$\eta$	36.615	37.004	10	36.726	69.96	2.4432
	$\alpha$	38.294	38.684	34	38.493	49.27	2.3372
	$\varepsilon$	40.793	41.325	142	41.097	51.37	2.1946
	$\varepsilon'$	1.981	42.534	20	42.313	66.20	2.1354
	$\eta'$	42.759	43.660	343	43.167	47.30	2.0927
INROWASP	$\eta$	35,525	36,262	1151	35,928	271,1	2,4983
	$\alpha$	38,310	38,843	1149	38,638	492,0	2,3208
	$\varepsilon$	40,289	41,526	203	41,203	492,4	2,1896
	$\varepsilon'$	42,079	42,775	336	42,504	489,4	2,1265
	$\eta'$	42,775	44,127	4143	43,278	405,2	2,0884

también menores valores en comparación al proceso de solidificación rápida por tambor rotativo, esto se atribuye a la integridad del área del intermetálico  $\varepsilon$  encargado de otorgar superplasticidad.

Durante el experimento se obtuvieron microalambres cristalinos por el proceso *INROWASP®*, lo cual se corrobora en la Figura 7 ya que los cuales pueden ser comparados con los de colada y deformación, sus fases  $\alpha$  y  $\eta$  y el intermetálico  $\varepsilon$ , los cuales se revelan de manera clara, con lo que se verifica que es un material cristalino en comparación con los microalambres amorfos base *Fe* obtenidos por Torres [20].

La superplasticidad en la aleación *Zn-22%Al-4%Ag* se encuentra asociada a la reducción del tamaño grano, así como a la reducción de la diferencia de tamaños en la integridad del área visible de las fases. Concluimos basándonos en la Figura 5 que el intermetálico  $\varepsilon$  permite mayor deformación de las fases  $\alpha$  y  $\eta$  debido al proceso de refinamiento de grano, rotación y acomodamiento por deformación severa.

#### Referencias

- [1] Aguilera Navarrete I. Prado Lazaro J. M. Alexis V., Vazquez E. *Análisis de dispersión de fases en aleación zn22al4ag mediante procesamiento de imágenes*. Memorias del Congreso Internacional de Investigación Academia Journals Morelia, pages 2980–2985, 2019.
- [2] Brandaleze Elena Avalos Martina. *Deformación plástica severa para el desarrollo de microestructura de grano ultrafino en aleaciones de ti para uso industrial*. AJEAActas de Jornadas y Eventos Académicos de UTN, 5, 2020.
- [3] Danqing Yi Yu Tian Fanghua Shen Bin Wang Huiqun Liu Zhan Hu Bo Jiang, Haisheng Wang. *Effect of ag addition on the age hardening and precipitation behavior in an al-cu-li-mg-zn-mn-zr alloy*. Materials Characterization, 162:110184, 2020.
- [4] Torres-Villaseñor G. Casolco S. R., Negrete-Sánchez J. *Influence of silver on the mechanical properties of zn-al eutectoid superplastic alloy*. Materials Characterization, 51(1):63–67, 2003.
- [5] López Parra M. Torres Villaseñor G. Casolco S.R., Negrete Sánchez J. *Analysis of the behavior of a clad material al-zinag-al*. In Superplasticity in Advanced Materials - ICSAM 2006, volume 551 of Materials Science Forum, pages 337–340. Trans Tech Publications Ltd, 7 2007.
- [6] Yanar H. Zhang Z.J. Zhang Z.F. Demirtas M., Purcek G. *Effect of different processes on lamellar-free ultrafine grain formation, room temperature superplasticity and fracture mode of zn-22al alloy*. Alloys and Compounds, 663:775–783, 2016.
- [7] Alexis Vaed Vazquez Esquivel. *Evolución microestructural de aleaciones zinag sometidas a ensayos mecánicos*. Memorias del Congreso Internacional de Investigación Academia Journals Morelia, pages 3651–3654, 2018.
- [8] Salazar H. Herrera A., Thomas A. *Propiedades mecánicas de algunas aleaciones zinc-aluminio*. Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, 5(2):149–159, 1985.

- [9] S Ji and Z Fan. *Extruded microstructure of zn-5wtwtwin screw extrusion*. Materials Science and Technology, 28(11):1287–1294, 2012.
- [10] Coble R. L. *A model for boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials*. Journal of Applied Physics, 34(6):1679–1682, 1963.
- [11] Liu R.P. Luo K. Liu C.Y., Ma M.Z. *Evaluation of microstructure and mechanical properties of al-zn alloy during rolling*. Materials Science and Engineering: A, 654:436–441, 2016.
- [12] Terence G. Langdon Megumi Kawasaki. *Flow behavior of a superplastic zn-22equal-channel angular pressing*. Materials Science and Engineering A, 503(1-2):48–51, 2009.
- [13] Xingwang C. Shukui Li Terence G. Langdon Mohamed A. A., Ying C. W. *Strain rate dependence of compressive behavior in an al-zn-mg alloy processed by ecap*. Journal of Alloys and Compounds, 791:1079–1087, 2019.
- [14] Gnechi G.G Mondrango M. L. *Características microestructurales y mecánicas de la aleación zinag inducidas por el proceso de extrusión canal angular constante*. Foro de Ingeniería e Investigación de Materiales, 16:181–189, 2019.
- [15] P Málek. *The deformation structure of the superplastic zn-al alloy*. Materials Science and Engineering: A, 268(1):132–140, 1999.
- [16] Yegneswaran A.H. Prasad B.K., Patwardhan A.K. *Dry sliding wear characteristics of some zinc-aluminium alloys: a comparative study with a conventional bearing bronze at a slow speed*. Wear, 199(1):142–151, 1996.
- [17] Martinez Lopez Samuel. *Influencia del contenido de ag sobre la resistencia a la relajación de esfuerzos en tensión en la aleación zinag a dos condiciones de deformación de mantenimiento*. Memorias del Congreso Internacional de Investigación Academia Journals Morelia, pages 2099–2013, 2018.
- [18] Liqing Wang Bo Yang Gaowu Qin Shineng Sun, Yuping Ren. *Room temperature quasi-superplasticity behavior of backward extruded zn-15al alloys*. Materials Science and Engineering A, 676:336–341, 2016.
- [19] Shineng Sun, Hanle Wang, Bo Yang, and Gaowu Qin. *Effect of extrusion temperature on mechanical properties of as-extruded zn-22al alloys*. Materials Science and Technology, 36(7):805–810, 2020.
- [20] Verduzco J. A. Torres R. *Optimal parameters to obtain ultra-high-strength fe-based amorphous alloy wires*. Materials and Manufacturing Processes, 18(1):79–92, 2003.
- [21] Saito Y Tsuji N, Shiotsuki K. *Superplasticity of ultrafine grained al-mg alloy produced by accumulative rollbonding*. Materials Transactions, JIM, 40:768–771, 1999.
- [22] Utsunomiya H. Tanigawa S Tsuji N., Saito Y. *Ultrafine grained bulk steel produced by accumulative rollbonding arb process*. Scripta Materialia, 7:795–800, 1999.
- [23] J. Valdes L. Villasenor G., Negrete. *Propiedades y usos del zinalco*. Revista mexicana de física, (3):489–501, 1985.
- [24] Patrick T. Xiaozhou L. Maxim Y. Rusian Z. Gang S. Yidongo Z., Shenbao J. *Strengthening mechanisms in an ultrafine-grained al-zn-mg-cu alloy processed by high pressure torsion at different temperatures*. Materials Science and Engineering A, 752:223–232, 2019.
- [25] Zenji H. Minoru N. Yoshinori I., Jingtao W. *Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials*. Scripta Materialia, 35:143–146, 1996.
- [26] Zhe Zhang Xin Wang Ru Wang Chunxiang Cui Yu Xie, Lichen Zhao. *Fabrication and properties of porous zinag alloy scaffolds as biodegradable materials*. Materials Chemistry and Physics, 219:433 – 443, 2018.
- [27] Berghmmmer R. Gottstein G. Zhang S., Hu W. *Microstructure evolution and deformation behavior of ultrafine-grained al-zn-mg alloys with fine precipitates*. Acta Materialia, 58:6695–6705, 2010.