

ESPECTROMETRIA TEMPORAL POSITRONICA EN MUESTRAS DE AL-CA-ZN DEFORMADAS SUPERPLASTICAMENTE

M.D. Ayciriex*, R. Romero**, A. Somoza**,

*Instituto de Física de Materiales Tandil (IFIMAT), Facultad de Ciencias Exactas,
Universidad Nacional del Centro de la Provincia de Buenos Aires,
Pinto 399, 7000 Tandil.*

S. P. Silvetti, O. Villagra

*Facultad de Matemática Astronomía y Física, Universidad Nacional de Córdoba,
Laprida 854, 5000 Córdoba.*

Se estudian las contribuciones térmicas y termomecánicas a los parámetros temporales de aniquilación de positrones en muestras de la aleación superplástica Al-Ca-Zn. Los resultados obtenidos se correlacionan con observaciones microscópicas. Se encuentra que, en las etapas iniciales de deformación el comportamiento termomecánico no se diferencia apreciablemente del térmico, desde el punto de vista de la espectroscopia temporal positronica; sin embargo, para mayores deformaciones, se observa una clara diferenciación entre los dos tratamientos.

I. INTRODUCCION

Este trabajo forma parte de un estudio integral de los efectos térmicos y termomecánicos sobre los parámetros característicos de la espectroscopia temporal positronica y su relación con cambios microestructurales y acumulación de daño, en la aleación Al-Ca-Zn dentro del régimen de comportamiento superplástico.

En trabajos previos^{1,2} se estudió la influencia del crecimiento, por efecto de tratamientos térmicos a temperaturas comprendidas en el régimen superplástico, de precipitados y granos sobre los parámetros característicos de los espectros temporales positronicos; y se analizó, además, con detalle la dinámica de los positrones en un medio policristalino y el formalismo a ser utilizado en la interpretación de los resultados³. Es de destacar que se encontró que la intensidad de la segunda componente temporal (asociada a la concentración de defectos) disminuye monótonamente con el incremento del tamaño de partículas de segunda fase y que los sitios de atrapamiento de positrones son, esencialmente, las fronteras de grano y las interfases matriz-precipitado^{2,3}.

En este trabajo se extiende el análisis al caso de tratamientos termodinámicos, complementando con observaciones microscópicas y ensayos mecánicos.

II. TRABAJO EXPERIMENTAL

Se trabajo con muestras obtenidas de chapas comerciales de la aleación Al-5wt.%Ca-5wt.%Zn de espesor 2.4mm. Esta aleación consiste de una fase matriz (esencialmente Al) con una fracción de volumen de precipitados (CaZnAl_3) de un 20%, homogéneamente distribuidos y constante a través de los tratamientos realizados.

Las mediciones de tiempo de vía se realizaron con un espectómetro temporal de alta resolución (FWHM = 250 ps), usando como fuente emisora de positrones una solución de $20\mu\text{Ci}$ de $^{22}\text{NaCl}$ depositada sobre una lámina delgada de kapton ($\approx 1.1 \text{ mg/cm}^2$). Los espectros se analizaron mediante el programa estandar de análisis POSITRONFIT⁴, descomponiendo los mismos en dos componentes temporales τ_1 y τ_2 , siendo sus intensidades I_1 e I_2 , respectivamente. La vida media se calculó mediante $\langle \tau \rangle = \tau_1 I_1 + \tau_2 I_2$.

Con observaciones por microscopía óptica se obtuvieron los tamaños y fracción de volumen de precipitados, tamaño de granos y fracción cavitada. Las muestras fueron pulidas con pasta de diamante hasta $0.25\mu\text{m}$ y, posteriormente, atacadas con HF al 10% en H_2O para revelar tamaño de fase, HF al 50% en H_2O para revelar el tamaño de su grano. Las deformaciones se realizaron en una máquina universal de ensayos a una velocidad de deformación $\dot{\epsilon} = 1.15 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ y a una temperatura $T = 798 \text{ K}$, cubriendo un rango de deformaciones verdaderas entre $e = 0.08$ y $e = 0.8$. Los tratamientos

* Profesional de apoyo de CICPBA

** Investigador de CICPBA

térmicos se realizaron a la misma temperatura; el rango de tiempos cubierto para estos tratamientos fue entre 3600 s y 93600 s (1h a 26 hs).

III. RESULTADOS Y DISCUSION

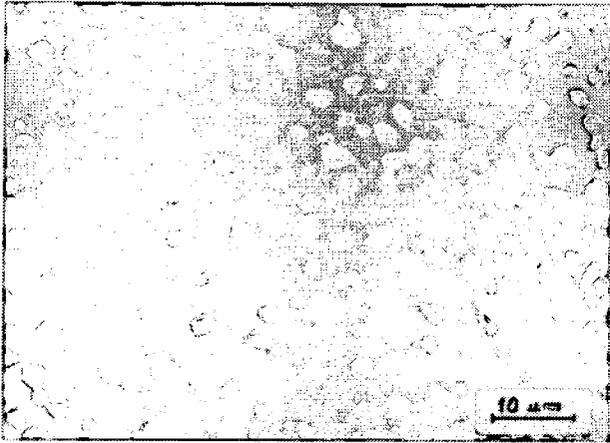


Fig. 1: Distribución de precipitados en muestras deformadas por 15hs a 798k (1370X).

La Fig.1 es una micrografía de la aleación utilizada tratada termomecánicamente, mostrando las partículas de segunda fase CaZnAl_3 .

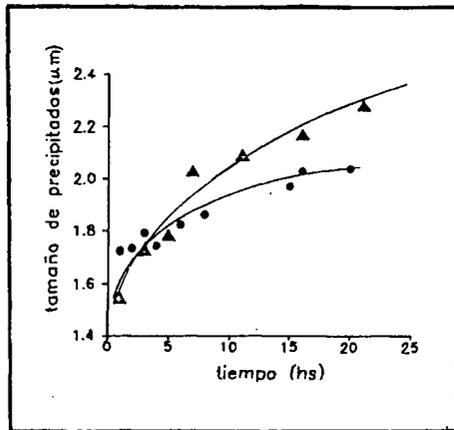


Fig. 2: Tamaño de presipitados vs. tiempo de tratamiento para ensayos térmicos (Δ) y termomecánicos (\bullet). La línea llena sólo representa una ayuda visual.

En la Fig.2 puede verse la evolución del tamaño de precipitados con el tiempo de tratamiento para ensayos térmicos y termomecánicos.

El crecimiento de fase a fracción de volumen constante, para ambos tratamientos, sigue leyes potenciales respecto del tiempo, del tipo

$$d^n - d_0^n = kt$$

siendo d_0 el tamaño de fase inicial, t el tiempo de tratamiento y K una constante de proporcionalidad.

El exponente n , relacionado con los mecanismos de crecimiento, pudo estimarse, dentro de la dispersión experimental, entre 3 y 4; por lo que, es razonable suponer que la difusión por borde de grano juega un rol importante en este proceso. En el caso del tratamiento termomecánico, el crecimiento de los precipitados es menor; indicando que la rotación de granos durante la deformación superplástica inhibe parcialmente el crecimiento de las partículas de segunda fase.

Los bordes de grano sólo pudieron ser revelados parcialmente, que la relación entre tamaño de grano y tamaño de precipitados, dentro de la dispersión experimental, es lineal en ambos casos. Sin embargo, la derivada del tamaño de grano respecto del tamaño de fase es mayor, en aproximadamente un factor 2, para el caso termomecánico.

En la Fig.3 se muestra la evolución de los parámetros característicos de los espectros temporales en función del tamaño de partícula promedio obtenido al considerar que el material está compuesto microestructuralmente por partícula (granos y precipitados) de tamaño promedio D indistinguibles desde el punto de vista de los positrones³.

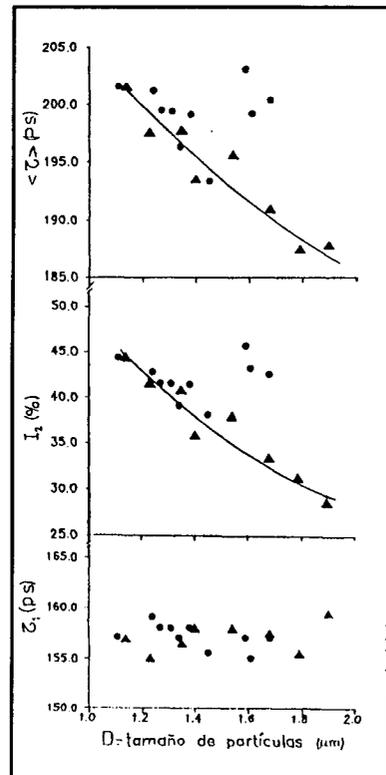


Fig. 3: Evolución de los parámetros característicos de tiempo de vida ($\langle\tau\rangle$, I_2 y τ_1), para tratamientos térmicos (Δ) y termomecánicos (\bullet), en función del tamaño de partícula promedio D (ver texto). La línea llena sólo representa una ayuda visual.

Puede verse que, el valor de $\langle \tau \rangle$ disminuye monótonamente con el tamaño de partículas para tratamientos térmicos. Para ensayos termomecánicos, al comienzo del tratamiento, el comportamiento es el mismo; sin embargo para $D > 1.5 \mu\text{m}$ se observa un claro apartamiento de estos valores. La componente τ_1 permanece aproximadamente constante para ambos tratamientos indicando que los positrones son atrapados por trampas espacialmente localizadas³ (interfases matriz-precipitado y bordes de grano), no evidenciándose, por lo tanto, deformación intragranular significativa en el caso termomecánico; la cual se reflejaría en una disminución de éste parámetro. El valor promedio de la segunda componente temoral es muy similar para ambos tratamientos, por lo que es razonable suponer que la naturaleza de las trampas de positrones es esencialmente la misma en ambos casos.

Respecto de la variación en la intensidad de la segunda componente I_2 (relacionada a la concentración específica de trampas) con el tamaño de partículas, puede observarse (ver Fig.3) que, para valores de D pequeños, los valores de I_2 son muy similares para ambos tratamientos. Para valores mayores de D , sin embargo, los I_2 correspondientes a los ensayos termomecánicos se encuentran por encima de los térmicos. De esto

último puede concluirse que, realizando la sustracción de la contribución de las interfases y fronteras de grano correspondientes, queda una fracción remanente de I_2 . En principio, la misma no puede ser adjudicada a la deformación intragranular dado que se reflejaría, también, en un decremento de τ_1 . Cabe mencionar que, conjuntamente con el incremento inusual de I_2 , se observa la aparición de pequeñas cavidades del 1.5%, sin embargo, estas cavidades no pueden ser detectadas por los positrones. Por lo tanto, es posible suponer que existen en las muestras modificaciones microestructurales que afectan significativamente el comportamiento de los positrones y que las mismas están relacionadas con daño acumulado en el proceso de deformación superplástica.

REFERENCIAS

1. R. Romero, S.P. Silvetti, A. Somoza, *Anales AFA* 2, (1990) 199.
2. R. Romero, S.P. Silvetti, A. Somoza, *Scripta Met. Mat.* 24, 2225 (1990).
3. A. Dupasquier, R. Romero, A. Somoza, *Phys. Rev. B*, aceptado para su publicación.
4. P. Kirkegaard, N.J. Pedersen, M. Eldrup, PATFIT-88 Program, Risoe-M-2740 (1989)