

# EFECTOS TERMICOS Y TERMOMECHANICOS SOBRE LA ALEACION SUPERPLASTICA Al-Ca-Zn ESTUDIADOS CON ANIQUILACION DE POSITRONES

R. Romero\*

*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. Silveti

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

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.*

Los materiales metálicos superplásticos se caracterizan por exhibir, en un cierto rango de temperaturas, un comportamiento plástico inusual con una muy alta ductibilidad y baja tensión de fluencia, que los convierte en materiales aptos para ser conformados, por ejemplo, con aire comprimido. Por otra parte, a temperatura ambiente, presentan un comportamiento similar al de una aleación metálica común. Uno de los principales inconvenientes encontrados en las aleaciones superplásticas durante la deformación es la formación de cavidades que pueden degradar las propiedades de una pieza fabricada por este método. Utilizando una técnica de medición fundada en la aniquilación de positrones, se ha estudiado el efecto de los tratamientos térmicos y termomecánicos sobre la aleación superplástica Al-5%wtCa-5%wtZn, en un intento de realizar un aporte para comprender el origen de la cavitación.

## INTRODUCCION

Está bien establecido que la espectroscopía de aniquilación de positrones es una herramienta adecuada para el estudio de defectos tipo vacancias en metales y aleaciones. Pero también ha demostrado ser una buena técnica para el estudio de estructura de bordes de grano y fenómenos de precipitación en aleaciones.

Este trabajo es parte de un estudio general de los efectos térmicos y termomecánicos sobre aleaciones superplásticas de Al. En un trabajo previo <sup>1</sup>, los autores han mostrado que, para recocidos isotérmicos a  $T=798\text{K}$ , se observa una evolución de la intensidad  $I_2$  de la componente temporal asociada con defectos en función del tiempo de recocido, y han sugerido que existen dos contribuciones a la misma: una proviene de la aniquilación de positrones en precipitados, y la otra de eventos en bordes de grano. Los resultados que aquí se presentan profundizan la información acerca de las contribuciones de estos aportes; además, se presentan los primeros resultados de los tratamientos termomecánicos.

\*Investigador CIC

## DISPOSITIVO EXPERIMENTAL

Para la medición del proceso de aniquilación de positrones se utilizó la técnica de tiempo de vida. Como fuente emisora de positrones se empleó  $20\mu\text{Ci}$  de  $^{22}\text{NaCl}$  en solución, depositado sobre kapton ( $7.5\mu\text{m}$ ,  $1.1\text{ mg/cm}^2$ ), siendo su diámetro de aproximadamente 3 mm. Se usó un espectrómetro temporal de alta resolución ( $\text{FWHM}=260\text{ps}$ ) teniendo como detectores cristales de Pilot U (para los pulsos de start) y  $\text{BaF}_2$  (para los pulsos de stop). La electrónica asociada fue ORTEC. La disposición experimental consistió en "ensandwichar" la fuente entre dos muestras idénticas del material a estudiar. A los espectros obtenidos se les efectuó una corrección por aniquilación en la propia fuente, siendo para la aleación en estudio del 10.5%. Todas las mediciones se efectuaron a temperatura ambiente (TA).

*Determinación de Tamaño de Fase y Grano:* Luego de cada tratamiento térmico y cada ensayo mecánico las muestras fueron pulidas hasta  $0.3\mu\text{m}$  de alúmina. Un ataque con ácido fluorhídrico al 10% en agua fue

usado para revelar la segunda fase  $\text{Ca Zn Al}_2$ . El tamaño de precipitado fue determinado por el método de intersección lineal. También se utilizó microscopía electrónica de transmisión (TEM) para la determinación de tamaño de grano en algunas muestras.

*Tratamientos Térmicos y Ensayos Mecánicos:* Las muestras fueron colocadas en un horno en condiciones atmosféricas por una hora a 823 K, como tratamiento inicial en todos los casos, y luego durante  $t$  hs, a temperaturas  $T=773\text{K}$ ,  $798\text{K}$ ,  $863\text{K}$ ; posteriormente fueron enfriadas al aire. Las muestras para ensayos mecánicos se deformaron a  $T=798\text{K}$  con una velocidad de deformación  $\dot{\epsilon}=1.15 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

Antes de cada medida de aniquilación de positrones, se realizó un pulido suave seguido de un ataque químico en  $\text{NaOH}$  en  $\text{H}_2\text{O}$  a  $333\text{K}$  para limpiar las muestras.

## RESULTADOS Y DISCUSION

En la Fig. 1 se presentan los resultados para el tamaño de fase (MIL) en función del tiempo de permanencia a distintas temperaturas. Puede verse que si bien el volúmen de precipitación permanece constante ( $\approx 20\%$ )<sup>2</sup>, los precipitados crecen para todas

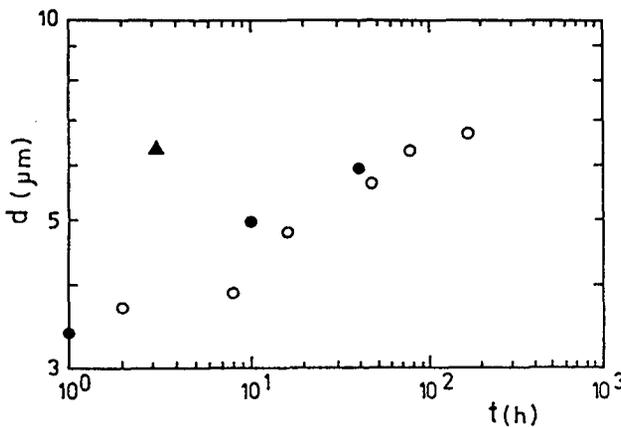


Figura 1: Tamaño de fase en función del tiempo de recocido. (o)  $T=773\text{K}$ , (●)  $T=798\text{K}$  y ( $\Delta$ )  $T=863\text{K}$ .

las temperaturas (el crecimiento es más rápido para mayores temperaturas). El tamaño medio inicial de las partículas de segunda fase fue  $1.48 \mu\text{m}$  y el tamaño medio de grano  $2 \mu\text{m}$ . En la Fig. 2 se presenta la variación de la vida media  $\bar{\tau}=I_1\tau_1+I_2\tau_2$  en función del tiempo de recocido para todas las temperaturas ya mencionadas. En todos los casos los espectros se descompusieron en dos componentes<sup>3</sup> luego del restado

del fondo y de la contribución de la fuente, dando esta descomposición un ajuste satisfactorio y un valor para la segunda componente temporal  $\bar{\tau}_2$  constante ( $247 \pm 2$ ) ps. Esta constancia evidencia que, independientemente del TT, no existe una variación significativa del tiempo de trampa vista por los positrones. En dicha figura puede verse un decrecimiento de  $\tau$  en función del tiempo en todos los casos, siendo notablemente más pronunciado para  $863\text{K}$ .

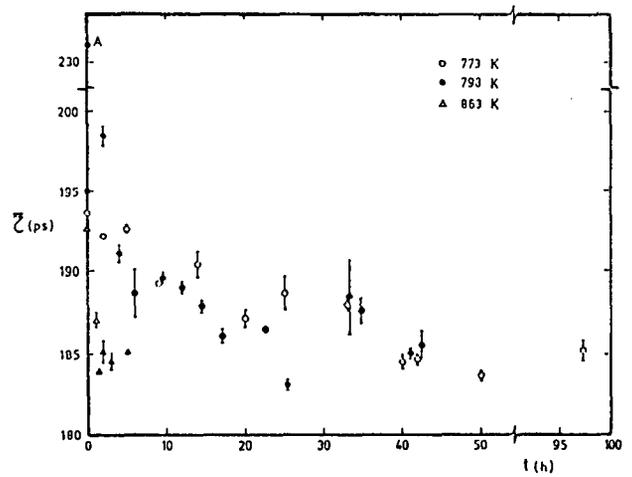


Figura 2: Vida media vs tiempo de recocido para diferentes  $T$ . (o)  $T=773\text{K}$ , (●)  $T=798\text{K}$  y ( $\Delta$ )  $T=863\text{K}$ .

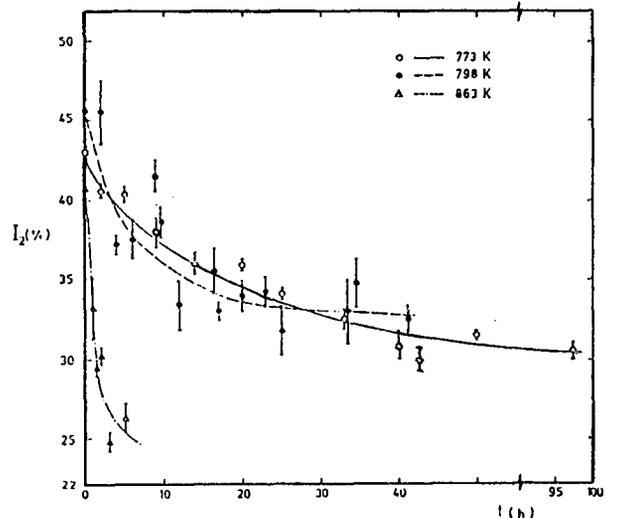


Figura 3: Intensidad de la segunda componente de tiempo de vida vs tiempo de recocido para diferentes  $T$ . (o)  $T=793\text{K}$ , (●)  $T=798\text{K}$  y ( $\Delta$ )  $T=863\text{K}$ .

Reanalizando los datos con  $\tau_2$  fija se obtienen valores de la intensidad  $I_2$ , en función de  $t$ , los cuales se muestran en la Fig. 3. El comportamiento de  $I_2$  es, cualitativamente, similar al de  $\tau$ . Cuando se grafica  $I_2$  para todas las temperaturas como una función del tamaño de fase, deducido de la Fig. 1, se encuentra una buena correlación, como puede observarse en la Fig. 4; esto indica que  $d$  es un parámetro relevante

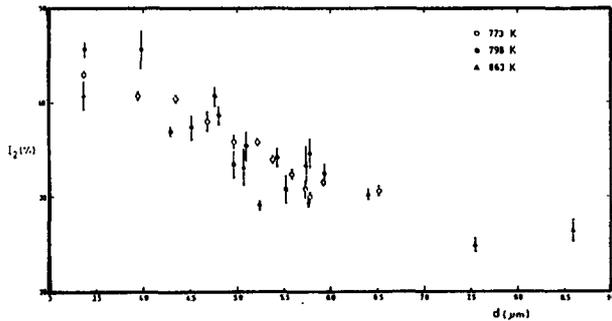


Figura 4: Intensidad de la segunda componente de tiempo de vida vs tamaño de fase para todas las temperatura estudiadas.

para describir el proceso de evolución de la  $I_2$ , independientemente de la temperatura de envejecimiento. De este modo, resulta obvio que la segunda componente temporal  $\tau_2$  tiene su origen en *trampas* que, de alguna manera, están vinculadas con el tamaño de los precipitados. Ahora bien, según señalaron Moore y Morris<sup>2</sup>, esta aleación tiene una excepcional estabilidad a altas temperaturas y el proceso de recristalización no ocurre en un sentido convencional. En lugar de ello, el crecimiento de granos se produce cuando los bordes de grano son liberados gradualmente por las partículas que están disminuyendo su tamaño durante el *Ostwald ripening*. Por lo expuesto, las trampas de positrones pueden estar vinculadas a volumen de precipitados, interfases matriz-precipitado o bordes de grano de la fase matriz. Sin embargo, teniendo en cuenta la constancia de la fracción de volumen ocupada por los precipitados, la evolución de  $I_2$  en función de  $d$  tiene, necesariamente, origen en los bordes de grano y las interfases matriz-precipitado.

En la Fig. 5 se presentan algunos resultados de

aniquilación de positrones en muestras deformadas, en el rango de comportamiento superplástico, para la aleación considerada. Realizando análisis de los espectros, similares a los ya descritos, se obtiene la evolución de  $I_2$  vs.  $d$ ; estos resultados, al ser comparados con los correspondientes al efecto de tratamientos térmicos presentados en la Fig. 4, permiten, al menos cualitativamente, inferir que para pequeñas deformaciones el comportamiento de  $I_2$  es esencialmente controlado por la contribución térmica; sin embargo, para deformaciones mayores, el valor de  $I_2$  obtenido está muy por encima de los que cabría esperar, evidenciando que existe otra contribución en el proceso de deformación superplástica. Experimentos más detallados se encuentran en curso, los cuales se espera que contribuyan a establecer si existe vinculación entre esta contribución y el fenómeno de cavitación.

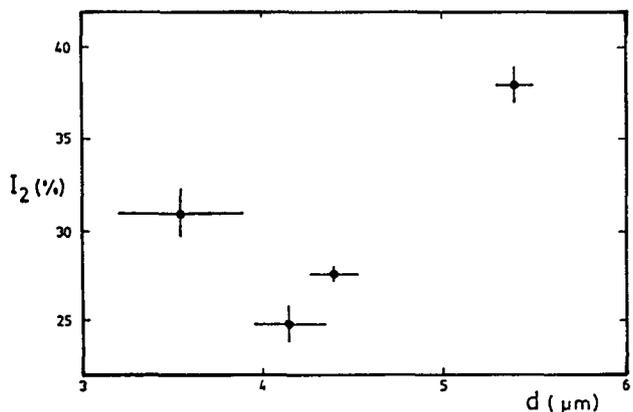


Figura 5: Intensidad de la segunda componente de tiempo de vida vs tamaño de fase, para muestras deformadas a  $T=798K$  y  $\dot{\epsilon}=1.15 \times 10^{-5} s^{-1}$

## REFERENCIAS

- 1 R. Romero, S. P. Silveti y A. Somoza, Scripta Met. et. Mat. **48**, N° 11, (1990).
- 2 D. M. Moore y L. R. Morris, Mat. Sci. & Eng. **43**, 85 (1980).
- 3 P. Kirkegaard, N. J. Pedersen y M. Eldrup, Riso-M-2740 (1988).