

## Tesis de Posgrado

# Contribución al estudio de la relación entre la composición química y ciertas propiedades mecánicas de aleaciones a base de zinc

Destailrats, Horacio Juan

1957

Tesis presentada para obtener el grado de Doctor en Ciencias Químicas de la Universidad de Buenos Aires

Este documento forma parte de la colección de tesis doctorales y de maestría de la Biblioteca Central Dr. Luis Federico Leloir, disponible en [digital.bl.fcen.uba.ar](http://digital.bl.fcen.uba.ar). Su utilización debe ser acompañada por la cita bibliográfica con reconocimiento de la fuente.

This document is part of the doctoral theses collection of the Central Library Dr. Luis Federico Leloir, available in [digital.bl.fcen.uba.ar](http://digital.bl.fcen.uba.ar). It should be used accompanied by the corresponding citation acknowledging the source.

**Cita tipo APA:**

Destailrats, Horacio Juan. (1957). Contribución al estudio de la relación entre la composición química y ciertas propiedades mecánicas de aleaciones a base de zinc. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires.

[http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis\\_0952\\_Destailrats.pdf](http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_0952_Destailrats.pdf)

**Cita tipo Chicago:**

Destailrats, Horacio Juan. "Contribución al estudio de la relación entre la composición química y ciertas propiedades mecánicas de aleaciones a base de zinc". Tesis de Doctor. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Buenos Aires. 1957.

[http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis\\_0952\\_Destailrats.pdf](http://digital.bl.fcen.uba.ar/Download/Tesis/Tesis_0952_Destailrats.pdf)

I. 19-3

CONTRIBUCION AL ESTUDIO DE LA RELACION  
ENTRE LA COMPOSICION QUIMICA Y LAS PROPIEDADES MECANICAS  
DE ALGUNAS ALEACIONES A BASE DE ZINC

Tesis para optar al título de DOCTOR en QUIMICA

Padrino de tesis : Dr. HORACIO J. MARGHERITIS

RESUMEN :

I) Se estudió la producción de el llamado "yield point" o "punto de fluencia" (.) en las curvas de tracción de aleaciones ternarias Al-Cd-Zn, dentro de la zona de solubilidad sólida, a la temperatura de solidificación del Zn. Se estudiaron las condiciones óptimas de fabricación de las probetas y de tratamiento térmico de las mismas para la mejor producción y detección del fenómeno en estudio, en cada uno de los pasos de preparación de aquellas, o sea:

- Materias primas
- Fundición
- Colada
- Tratamientos térmicos previos
- Laminación en caliente
- Laminación en frío
- Corte de las probetas
- Ensayo de tracción
- Recocido
- Medida de los resultados

(.) Llamamos aquí "yield point" o "punto de fluencia" a la disminución brusca del valor de la carga, observada en el ensayo de tracción cuando ésta llega a un cierto valor dado, para seguir luego

Rev. de Tesis: 352

Las condiciones adoptadas fueron, en resumen, las siguientes: Fundición horizontal, en 23 mm de espesor, con un peso aproximado de 650 g, laminación en caliente hasta 15 mm (a 150-200 °C de temperatura de laminación), y luego terminado en frío (debajo de 50 °C) hasta 1,3 mm y 0,35 mm. Se cortaron probetas de 20 por 100 mm (normas IRAM) que se ensayaron después de un recocido de media hora a 180 °C y enfriado a temperatura ambiente. Se inscribió el gráfico en una máquina Losenhausenwerck, a una velocidad de 4 mm/min.

El Zn electrolítico usado para fundir las distintas aleaciones ensayadas respondió al siguiente análisis químico:

Fe . . . . .	0,0013
Cu . . . . .	0,0010
Cd . . . . .	0,0020
Pb . . . . .	0,0015
Al menor que. . . .	0,001
Sn menor que. . . .	0,001
Zn mayor que. . . .	99,99 % (por diferencia)

La lista de las aleaciones fundidas y ensayadas por los métodos citados anteriormente y los resultados obtenidos en cuanto se refiere a la aparición o no del fenómeno de "yield point" tal como se lo describe y ejemplifica en el trabajo que aquí resumimos, es la siguiente:

---

//

(.) aumentando en la forma normal conforme se sigue deformando el material.

Este fenómeno que tiene un doble interés teórico y práctico es conocido en varias aleaciones, pero hasta ahora no había sido descrito para Zn policristalino.-

Aleaciones ternarias Zn-Cd-Al

Nº	Cd%	Al%	Resultado
7	--	0,04	-
10	0,33	0,06	+
12	0,3	0,09	+
13	0,3	0,075	+
14	--	0,5	-
15	0,3	--	-
16	0,3	0,005	-
17	0,3	0,01	±
18	0,05	0,5	+
20	0,05	0,05	+
21	0,6	0,007	±
22	0,005	0,3	-
23	0,01	0,3	+
24	0,01	0,01	-
25	0,25	0,25	+
26	0,6	0,02	+
27	0,01	0,6	+
28	0,025	0,025	+
29	0,4	0,4	+

En el gráfico triple Zn-Cd-Al se representaron los puntos obtenidos y una aproximación de la curva que delimitaría la zona de producción del fenómeno.

- II) Se determinó la influencia de otros componentes, presentes normalmente en aleaciones de Zn comercial. Se fundieron para esto otras aleaciones con el agregado de Zn, Cd, Al, Cu, las que dieron resultados positivos de cuya interpretación se pudo deducir que:
- a) Es necesaria la presencia conjunta de Al y Cd en concentraciones mínimas que son la una, función de la otra.
  - b) El Cu en concentraciones del orden 0,02% refuerza el fenómeno producido por la presencia de Al y Cd. Sin embargo, en ausencia de Al, el fenómeno no se da en el sistema Zn-Cd-Cu ni en el Zn-Pb-Cd-Cu.

III) Se determinaron diversas características del fenómeno en algunas de las aleaciones que lo producen de manera típica.

- a) Se hicieron ensayos de recocido a distintas temperaturas y se halló que a 140 °C empieza a aparecer en forma evidente, a mayor temperatura disminuye hasta desaparecer a aprox. 250°C.
- b) Se encontró que la producción o no del fenómeno es independiente del tiempo de recocido para tiempos de algunos minutos a 2 horas.
- c) Se intentó producir el fenómeno en probetas ya deformadas hasta pasar el yield point, no pudiéndose lograr este efecto en las condiciones ensayadas.

Además se intentó relacionar los resultados obtenidos con la "teoría de las dislocaciones" y para los casos prácticos se dieron algunas soluciones para subsanar los inconvenientes que el fenómeno estudiado produce en el material laminado que debe sufrir un trabajado mecánico posterior.

Se incluyen como **apéndices** un resumen de la teoría de las dislocaciones y su relación con el yield point y un detalle de los métodos analíticos empleados en este trabajo.



HORACIO J. DESBAILLY

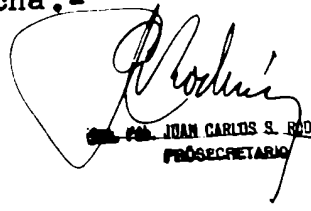
FCEN-BA

Universidad de Buenos Aires  
Facultad de Ciencias Exactas  
y Naturales

Expte.n°218/957-A.-

Buenos Aires, 28 de noviembre de 1957.

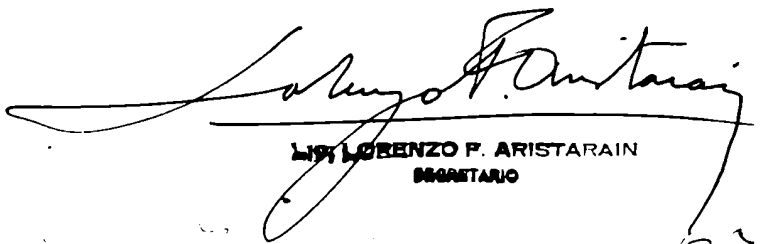
Presentada en la fecha.-

  
DR. JUAN CARLOS S. RODRÍGUEZ  
PROSECRETARIO

Buenos Aires, 29 de noviembre de 1957.

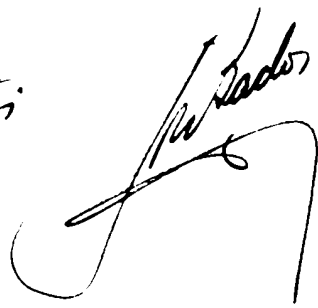
Pase a la Comisión Examinadora Grupo V, para  
que se sirva tener a bien considerar la tesis presentada por  
el ex-alumno de la carrera del Doctorado en Química, D.Horacio  
Juan Destailats.-



  
DR. LORENZO F. ARISTARAIN  
SECRETARIO

*Quinto libro de noviembre de 1957*

*La Comisión examinadora  
respectiva prosigue a considerar  
la presente con sus respectivas excepciones*

*Horacio Destailats*  


TESIS 952

Lic. HORACIO J. DESTAILLATS

Contribución al estudio de la relación  
entre la composición química y ciertas  
propiedades mecánicas de aleaciones a  
base de zinc.

---

TESIS  
para optar al título de  
Doctor en Química

Padrino de tesis: Dr. HORACIO J. MARGHERITIS

*TESIS: 052*

Buenos Aires,  
Agosto de 1957.

FACULTAD DE CIENCIAS  
EXACTAS Y NATURALES.

---

## R E S U M E N

Se estudió el "punto de fluencia" en aleaciones a base de Zn. Para ello se fundieron muestras con distintas composiciones, las que se laminaron y ensayaron a la tracción. Se determinaron las condiciones de tratamiento mecánico y térmico en las que el fenómeno aparece con mayor intensidad y se acotaron los márgenes de composición química dentro de los cuales se puede producir. Se consideró la importancia teórica e industrial del problema y se proponen maneras de solucionar los inconvenientes que el mismo acarrea.



-I-

INTRODUCCION Y ANTECEDENTES

---

## INTRODUCCION Y ANTECEDENTES

El objeto del presente trabajo ha sido determinar características de las curvas de tracción para algunas aleaciones de zinc, y el efecto de la composición química y de los tratamientos mecánicos y térmicos sobre ciertas propiedades físicas características.

La primera aleación que trataremos y que ha sido el origen del presente trabajo es la que se utiliza corrientemente para la fabricación de pilas eléctricas del tipo "seco", y que responde a la siguiente composición, según normas americanas (1):

Pb .....	0,6 - 0,2 %
Cd .....	0,6 - 0,25 %
Fe (máx) ....	0,03 %
Cu (máx) ....	0,05 %
Al (máx) ....	0,001 %
Sn (máx) ....	0,001 %

Este material es laminado desde hace varios años en el país, terminándose en rollos de distintas medidas, según los usos a que se destina. El consumo del mismo en el país se puede estimar en 400 t por año. Damos a continuación un breve esquema del proceso de elaboración del citado material que servirá para interpretar algunos de los resultados obtenidos.

a) FUNDICION.- Se parte de Zn en lingotes, generalmente de

fabricación nacional (marca Meteor o Austral). La calidad del mismo satisface generalmente las especificaciones exigidas, y un análisis típico de Zn Meteor es el que damos a continuación:

Pb ...	0,07	Sn ...	< 0,001
Cd ...	0,005	Al ...	< 0,001
Cu ...	0,005	Fe ...	0,0015
Zn (por diferencia) mín		.....	99,9

Estos lingotes se funden solos o bien con el agregado de los recortes provenientes del desecho de la laminación del mismo material, y se les agrega el plomo y el cadmio necesario para llevar el tenor de estos elementos al valor indicado.

b) La COLADA se hace en lingoteras que pueden ser del tipo horizontal, enfriadas por agua, o bien verticales, tipo "libro", y de medidas que dependen del tamaño de las laminadoras disponibles, pudiendo pesar cada "chapón" fundido entre 50 y 100 kg.

c) LAMINACION.- Se hace en dos etapas: la primera se realiza en caliente, a una temperatura de alrededor de 200°C y en ella se lleva la medida original de 70-75 mm de espesor hasta aproximadamente una pulgada (25 mm). A continuación se sigue laminando en frío, sin necesidad de hacer recocidos intermedios, hasta terminar, con la chapa ya cortada a un ancho de unos 250 mm en la forma de rollos de 0,3-0,4 mm de espesor, que se cortan finalmente al ancho requerido.

d) RECOCIDO.- Por último, se somete al material a un recocido, a fin de obtener la dureza apropiada para su ulterior trabajado por la máquina que fabrica las pilas.

Todo este esquema del proceso es, como veremos más adelante, sumamente favorable para la aparición, cuando además concurren otros factores, del fenómeno que nos ocupa.

#### "YIELD POINT" Y "BANDAS DE LUDER"

Es bien conocido en algunas industrias metalúrgicas el efecto llamado "Bandas de Lüder" que se produce cuando algunos aceros dulces, recocidos, se someten a una deformación no muy grande. En el ondulado de chapas galvanizadas para techos, cilindrado de chapas finas, estampados no muy profundos como el de puerta de automóvil o de heladeras, etc., se producen, a menos que el material haya sido sometido antes a un procedimiento especial, unas quebraduras o deformaciones bruscas o bien a veces unas fajas transversales en la superficie que aparentan ser zonas donde el material se estiró, reduciendo su espesor, mientras que el resto quedó sin deformar. Esto ha sido bien estudiado y descrito, debido a la importancia técnica que reviste el problema. (2). Asimismo, los métodos para evitar su deformación son conocidos y se aplican corrientemente. En general, para ello se somete al material a una deformación superior a una deformación crítica dada, antes de darle su

forma definitiva. Por ejemplo, en el caso del ondulado de chapas galvanizadas, se las pasa previamente entre unos cilindros transversales que le producen un ondulado y luego un planchado, de modo que salen con la misma forma con que entraron. Con esto, la chapa ya sufre una deformación mayor que la crítica y se la puede trabajar ya sin inconvenientes.

Paralelo con el fenómeno de bandas de Lüder se produce otro que en realidad no es más que un aspecto del mismo: el yield point de las curvas de tracción. En la figura 1 reproducimos un gráfico de tracción de un acero de bajo contenido de carbono, tomado de Wulff, Taylor y Shaler, pág. 200 (3)

En el mismo se puede apreciar que la curva que presenta un punto o zona notable entre las dos zonas típicas de estiramiento elástico y plástico. En efecto, el valor de la carga aplicada crece primero rápidamente (zona elástica) hasta llegar a un cierto valor que corresponde al punto A para disminuir bruscamente en un valor que depende de varios factores y que aquí está representado por la diferencia A-B. Por último vuelve a aumentar (zona plástica) hasta llegar a la carga de rotura. (C).

Aquí cabe aclarar que técnicamente se entiende como "yield point" o punto de fluencia al valor de la carga específica para la cual se produce una deformación permanente dada (generalmente. 2 %). Este concepto debe diferenciarse bien del que aquí denominamos de la misma manera siguiendo la terminología de la metalurgia física inglesa.

En efecto, en el primer caso se trata de un valor dado que se puede encontrar para todos los materiales metálicos, mientras que el segundo se refiere específicamente a la disminución de la carga durante el ensayo de tracción, tal como lo hemos descrito previamente.

La confusión puede provenir de que en los casos en que se produce la citada disminución, este punto generalmente coincide con el valor del yield point técnico. Por eso, a veces se suele llamar a estos casos "punto de fluencia anormal", forma en que también puede hallárselos denominados en la literatura.

La explicación teórica de este fenómeno está en discusión, y hasta ahora la basada en la llamada "teoría de las dislocaciones" resulta la más aceptada. Por separado damos un breve resumen de la parte de la citada teoría aplicable al caso (Ver apéndice 1)

Pasamos ahora al origen del presente trabajo.

En una partida de la aleación de Zn-Pb-Cd que mencionamos antes, y que aparentemente había sufrido el proceso de fundición y laminación ordinario, aparecieron algunos rollos que, después de ser recocidos, presentaban en el ensayo de tracción un fuerte efecto de yield point y bandas de Lüder, en todo exactamente iguales a las descritas anteriormente. El fenómeno se manifiesta claramente al someter el material a un ensayo de cilindrado o simplemente doblándolo a mano. De ambas maneras aparecían transversalmente unas rayas por donde se quebraba transversalmente, quedando la parte cilindrada

de forma poligonal (Fig. 2-a). Al hacer el ensayo de tracción aparecen también bandas de Lüder transversales, típicas (Fig. 2-b), y en el gráfico correspondiente aparece un marcado efecto de yield point. La manera más sencilla y también la más sensible de notar el efecto aludido es doblar un trozo de cinta con la mano con lo que se produce una sensación táctil característica, como si al ir doblando suavemente el material éste se quebrara en forma repentina y haciendo en los casos más pronunciados un ruido que por onomatopeya hemos llamado "crack".

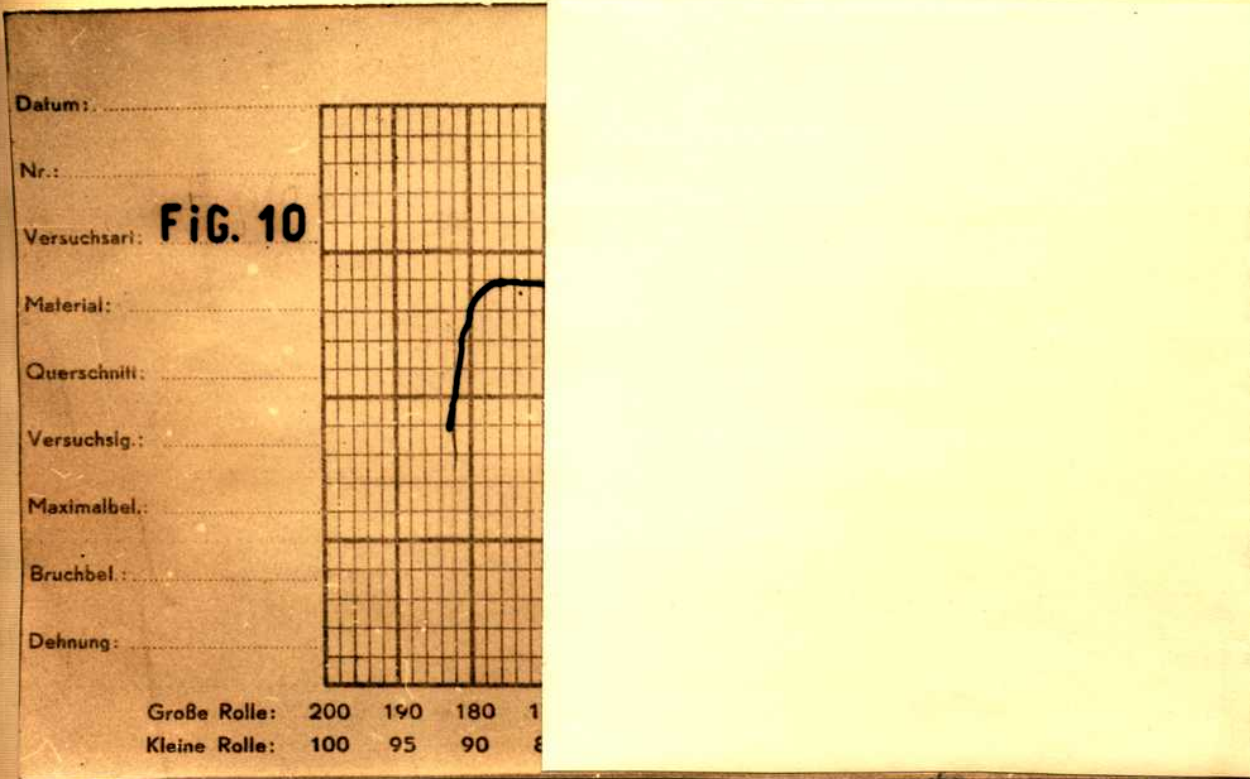
Si antes de este ensayo la cinta recocida se lamina de forma de reducir su espesor en 0,01 mm para un espesor de 0,35 mm, el efecto desaparece totalmente, no reapareciendo por posteriores recocidos.

En la Fig. 10 se puede apreciar dos casos de tracción de;

- a) una probeta de Zn normal
- b) una probeta que produce el efecto de yield point en forma marcada.

Citamos a continuación en forma de resumen los trabajos afines con el presente mencionados en la bibliografía de los últimos años.

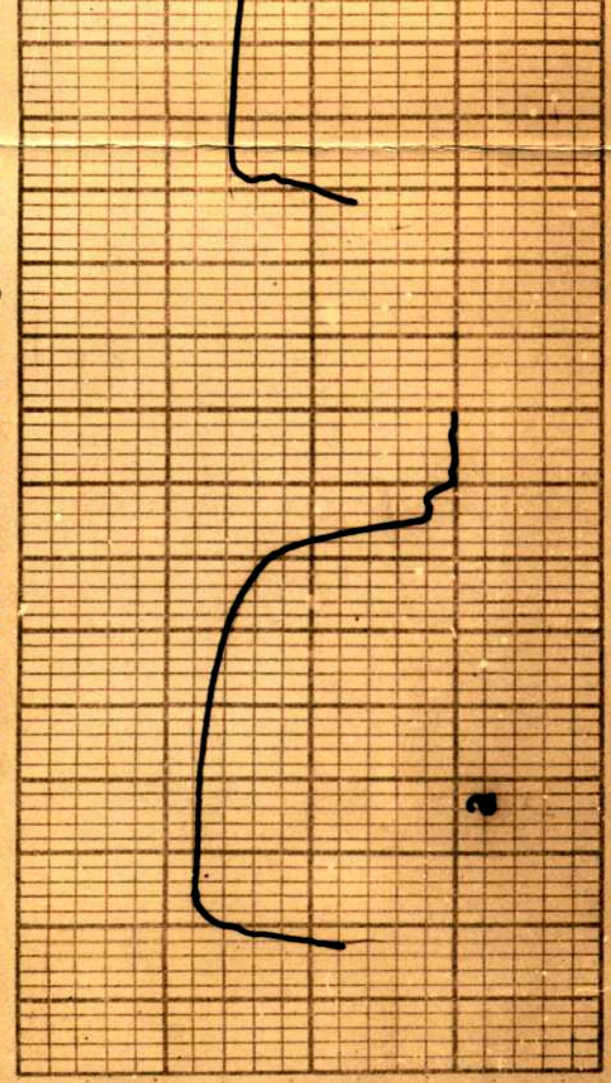
En 1940, Edwards, Phillips y Jones (4) describen el fenómeno de yield point en aceros, ya conocido desde muchos **antes**, relacionándolo con el contenido de C y de algunos otros componentes que



ellos agregaron en muestras fundidas especialmente en un horno eléctrico experimental. Hacen ensayos con Al, Cu, Ni, Mo, Mn, Cr, V, Nb, Ti y suministran numerosos datos sobre la influencia de estos elementos.

Algo más tarde, en un artículo de J.L. Snoek (5), se incluyen datos sobre el efecto del N y el C en solución sólida en aceros; y Low y Gensamer también tratan este tema del efecto de la nitración en un artículo de 1943 (6) y proponen soluciones para eliminar el efecto de estos elementos.





Datum: .....  
 Nr.: .....  
 Versuchsart: .....  
 Material: .....  
 Querschnitt: .....  
 Versuchsleg.: .....  
 Maximalbel.: .....  
 Bruchbel.: .....  
 Dehnung: .....

Große Rolle: 200 190 180 170 160 150 140 130 120 110 100 90 80 70 60 55 50 45 40 35 30  
 Kleine Rolle: 100 95 90 85 80 75 70 65 60 55 50 45 40 35 30

**FIG. 10**

ellos agregaron en muestras fundidas especialmente en un horno eléctrico experimental. Hacen ensayos con Al, Cu, Ni, Mo, Mn, Cr, V, Nb, Ti y suministran numerosos datos sobre la influencia de estos elementos.

Algo más tarde, en un artículo de J.L. Snoek (5), se incluyen datos sobre el efecto del N y el C en solución sólida en aceros;

A partir de esta fecha comienza a aparecer una bibliografía abundante, sobre todo correspondiente a trabajos hechos en Inglaterra y que abarcan además de aceros otros metales y aleaciones no ferrosas.

A.H. Cottrell (7), en un simposio sobre deformación plástica de sólidos cristalinos afirma que la aparición o no del fenómeno de yield point depende exclusivamente del material y que la forma de la curva puede estar influenciada por el tipo de máquina de tracción.

Hiroshi Fujita y Genjiro Mina (8) estudian cómo varía la forma de las curvas de tracción con la velocidad de aplicación de la carga y concluyen para los casos en que se produce yield point que la intensidad de éste aumenta con la misma.

S.C. Kuczynski y M. Doyama (9) estudian la variación del yield point con la temperatura en compuestos de Cu y Al.

H. J. Rogers (11) encontró que la presencia de H disuelto en un hierro que normalmente produciría yield point, elimina este fenómeno. Estudia también su influencia a  $-12^{\circ}\text{C}$  y discute las observaciones proponiendo teorías explicativas sobre la base de una mayor "afinidad" entre el H y las "dislocaciones" que entre éstas y el N ó C.

W.P. Wallace y R.H. Wallace encontraron el fenómeno en Be (12)

y dan los resultados obtenidos en 10 muestras de este metal sometidas a distintos tratamientos.

W. Justusson, V. F. Zackay y E. R. Morgan (13) describen el yield point que se produce en aleaciones de Fe-Al con contenidos de Al entre 0 y 16% y encuentran un máximo de intensidad para 14% de Al.

El Mo policristalino que contiene N también produce yield point, según lo describen P. Túry y S. Krausz (14).

R. Y. Stokes y A. H. Cottrell (15) encuentran un fenómeno similar haciendo ensayos con monocristales de Al de alta pureza (99,992% en Al) a temperaturas entre  $-185^{\circ}\text{C}$  y  $100^{\circ}\text{C}$ . Los mismos autores completan este trabajo en otra publicación (16) donde dan los resultados obtenidos a  $78^{\circ}\text{K}$  y  $423^{\circ}\text{K}$ .

R. P. Carreker (17) estudia la relación entre impurezas y "dislocaciones" y la producción de yield point en monocristales de Ge a temperaturas entre  $550^{\circ}$  y  $600^{\circ}\text{C}$ .

Otros trabajos conocidos en monocristales son los de: C. L. Smith (18) y A. H. Cottrell y D. F. Gibbons (19) sobre el efecto de N en monocristales de Cd; los de E. Orowan (20) contiene N y los de Ardley y Cottrell sobre monocristales de latones  $\beta$  con N (21).

De todos estos trabajos, los más próximos al que nos ocupa son los de Orowan y de Wain y Cottrell, con la diferencia que

estos autores trabajaron únicamente con monocristales y en condiciones muy especiales. No se ha encontrado, en resumen, ningún antecedente sobre estudios del fenómeno de yield point en Zn policristalino puro o aleado, como es el caso nuestro.

Así pasamos a continuación a describir las experiencias que se hicieron tendientes a aclarar las causas del fenómeno hallado.

### PARTE EXPERIMENTAL

#### EXPERIENCIA 1

El material productor del fenómeno de yield point fué analizado con el resultado siguiente:

Fe . . .	0,0012	%
Pb . . .	0,5	%
Cd . . .	0,25	%
Cu . . .	0,012	%
Al . . .	0,025	%

La metalografía (23) dió tamaño de grano  $10 \mu$  (resultados normales  $10-30 \mu$ ) sin que se notara ninguna anomalía, inclusión, fases extrañas o discontinuidades que puedan hacer pensar en un origen puramente mecánico del problema (Fig. 3)

La única anomalía evidente hasta este momento era la

presencia de aluminio en cantidad muy superior a la tolerancia para la aleación y a lo habitual en la materia prima. (.)

EXPERIENCIA. 2

De la misma partida que el rollo de la primera experiencia se sacaron 11 muestras al azar a las que se sometió a ensayo de aparición de yield point y a análisis químico.

Los resultados se pueden ver resumidos en la tabla que sigue donde se ha apreciado semi-cuantitativamente el resultado del ensayo físico, señalando con una, dos y tres cruces los resultados crecientemente positivos.

Nº de muestra	Al	Fe	Pb	Cd	Cu	Y.P.
2-1	0,035	0,005	0,4	0,25	0,01	+
2-2	0,07	0,005	0,25	0,3	0,017	+
2-3	0,065	0,003	0,3	0,3	0,01	+
2-4	0,035	0,007	0,3	0,25	0,015	+
2-5	0,035	0,006	0,35	0,35	0,015	+
2-6	< 0,01	0,007	0,31	0,3	0,008	-
2-7	< "	0,003	0,4	0,3	0,015	-
2-8	< "	0,004	0,4	0,35	0,02	-
2-9	< "	0,007	0,4	0,25	0,012	-
2-10	< "	0,005	0,32	0,25	0,014	-
2-11	< "	0,002	0,3	0,33	0,01	-

(.) Nota: La tolerancia de aluminio dada por las normas americanas (0,001%) está basada exclusivamente en el efecto de este metal como acelerador de la corrosión, y en ningún caso se citan otros efectos que se puedan relacionar con el que nos ocupa.

La comparación de estos resultados permite ver una correlación significativa entre los resultados de la última columna y el contenido de aluminio de las muestras. Además, y según estos datos, la cantidad de aluminio mínima que da el efecto resulta acotada entre 0,035 % y 0,01 %, que era la sensibilidad del método de análisis utilizado en este caso. Más adelante se volverá sobre estos datos.

#### EXPERIENCIA 3

A fin de contar con material laminado y que por recocido diera el efecto estudiado, para poder estudiar las condiciones de tratamiento térmico, se separaron muestras de material sacadas de 12 rollos laminados de una misma partida y numerados de 3-1 a 3-12. Luego se los recoció en fábrica del modo habitual. Ensayados, se encontró que los correspondientes a los números 3-2 y 3-7 presentaban el efecto de yield point y por lo tanto se guardaron las muestras sacadas previamente y que correspondían a estos dos rollos.

#### EXPERIENCIA 4

Utilizando el material 3-7 se hicieron ensayos para buscar la correspondencia entre el recocido (recristalización), la temperatura a la que se producía la recristalización y la aparición del fenómeno

Se tomaron seis probetas iguales y fueron calentadas todas juntas, partiendo del horno frío y elevando la temperatura a razón

de 45°C por hora. Esta velocidad de calentamiento fué elegida por ser aproximadamente la utilizada en fábrica en razón de la inercia del horno eléctrico en que se verifica el proceso.

Se sacó una probeta del horno cada 20°C de elevación de la temperatura y se sometió al ensayo de yield point; además se comprobó por metalografía si se había producido o no la recristalización. En el cuadro siguiente se resumen los resultados obtenidos.

T°C	Y.P	Recristalización
80	no	no
100	no	no
120	no	si
140	+	si
160	+++	si
180	+++	si

Según puede verse, el fenómeno no parece estar estrictamente ligado al de recristalización, sino que se produce a una temperatura algo superior y su intensidad aumenta con el aumento de la misma.

Posteriormente se describirá en forma más detallada y cuantitativa estas relaciones.

- II -

STANDARDIZACION DE METODOS



## STANDARDIZACION DE METODOS

Tras algunos ensayos de tanteo que no describiremos aquí, se adoptaron métodos para fabricar en escala piloto muestras de prueba en condiciones que fueran reproducibles y además representativas del proceso que ocurre en fábrica.

Pasaremos a describir las distintas fases de elaboración y ensayo de las mismas. Posteriormente, y salvo que se indique lo contrario, todos los casos descritos se referirán pues a probetas fundidas, laminadas y termotratadas tal como se indicará a continuación.

Para su mejor descripción, podemos separar la preparación de las probetas en varias etapas, a saber:

- I) MATERIAS PRIMAS
- II) FUNDICION
- III) COLADA
- IV) TRATAMIENTOS TERMICOS PREVIOS
- V) LAMINACION EN CALIENTE
- VI LAMINACION EN FRIO
- VII) CORTE DE LAS PROBETAS
- VIII) RECOCIDO
- IX) ENSAYO DE TRACCION
- X) MEDIDA DE LOS RESULTADOS

### I) MATERIAS PRIMAS

Se utilizó un Zinc electrolítico de alta pureza provisto por la firma Meteor S.A., que respondía al siguiente análisis:

Pb . . .	0,0013 %
Cd . . .	0,0020 %
Cu . . .	0,0010 %
Al . . .	< 0,001 %
Sn . . .	< 0,001 %
Zn, mín. (por dif.)	..... 99,99 %

El plomo usado para alear tenía 99,90 % mín. Pb.

El cadmio (Meteor) usado contenía 99,0 % mín. Cd.

El cobre se agregó como preliga que contenía 2% Cu.

En el apéndice 2 se describen someramente los métodos de análisis empleados.

### II) FUNDICION

La fusión se realizó utilizando un pequeño horno de crisol calentado a gas natural (Fig. 21). Se usaron crisoles de plombarina de 4 kg. de capacidad.

### III) COLADA

Para colar lingotes de calidad apta para ser laminados, se

utilizó una lingotera del tipo horizontal, construída en chapa de hierro, según el esquema de la Fig. 22.

Las chapas fundidas medían 50 por 75 mm con un espesor de 21-23 mm y un peso aproximado de 650 g. Se coló el material a una temperatura de 430-460°C, controlada con pirómetro de inmersión.,

A fin de obtener una estructura de solidificación direccional de abajo hacia arriba, que resulta la más apropiada para laminar y que es precisamente la que se obtiene en el proceso usado en fábrica, la lingotera se sumergía, antes de colar el metal, unos 5 mm en agua fría contenida en un recipiente relativamente grande y se tapaba, inmediatamente antes de colar el metal, con una tapa de amianto de 10 mm de espesor previamente calentada al rojo. De esta manera se puede lograr que la solidificación comience en la parte de abajo del lingote y se propague hacia la superficie, formándose cristales columnares que, según lo demuestra la experiencia, son para este tipo de aleación los más convenientes cuando se va a someter al lingote a un laminado en caliente.

Además, para evitar adhesiones del metal, se recubría cada vez la lingotera con una fina capa de negro de humo.

De este modo se pudo obtener lingotes que daban pocas rajaduras al ser laminadas, de modo que se podía utilizar casi toda la planchuela resultante.

#### IV) TRATAMIENTOS TERMICOS PREVIOS

Considerando que la homogeneización del lingotes por un calentamiento prolongado antes de la laminación podía ser de importancia, se realizaron algunas experiencias en ese sentido.

Este tipo de tratamiento térmico suele realizarse a fin de asegurar la solubilización de algunos elementos que tienen tendencia a agregar durante la solidificación, formando inhomogeneidades locales que acarrean trastornos durante el trabajado. Por eso muchas aleaciones - entre otras las de Zn-Cd - se suelen calentar a una temperatura que permita se realice la mencionada solubilización, lo que ocurre por medio de un proceso de difusión en fase sólida.

Los resultados obtenidos en nuestro caso usando temperaturas de alrededor de 200°C y tiempos de hasta 24 hs, no mostraron diferencias apreciables entre las muestras tratadas y las que no lo habían sido. Por lo tanto, se resolvió no hacer en los ensayos standard tratamientos térmicos de esta clase.

#### V) LAMINACION EN CALIENTE

La laminación en caliente se realizó a una temperatura inicial de 180°C. Esta se controló por pirómetro de contacto y también con lápices indicadores ('tempilstick'). A medida que se va laminando, la chapa se enfría, por lo cual es necesario recalentarla a fin de mantenerla siempre a una temperatura que esté bien

por encima de la de recristalización. Generalmente se trabajó entre 180 y 150°C, pero este margen no es tan crítico.

Las chapas se redujeron así, desde aprox. 22 mm hasta 15 mm en varias pasadas, con lo cual se consigue deformar y destruir la estructura de fundición, imposible de laminar en frío, y sustituirla por otra recristalizada, de cristales finos, apta para este fin.

Se utilizó para este proceso una laminadora de dos cilindros, de 250 mm de ancho por 120 mm de diámetro, provista de un motor de 7 HP y con una velocidad de salida de 15 m/mín. (Fig. 25)

#### VI) LAMINACION EN FRIO

Los lingotes ya reducidos en caliente, y en forma de una chapa o planchuela de 50 mm de ancho, 110 mm de largo y 15 mm de espesor, se enfriaron y luego fueron laminados sin recocidos intermedios y cuidando que no se calentaran por efecto Joule debido a pasadas de laminación demasiado fuertes. Se cuidó que la temperatura no pasara en ningún caso de 50°C.

La determinación del porcentaje de reducción (.) necesario

---

(.) Nota: Se entiende por porcentaje de reducción a la relación entre la diferencia del área inicial y el área final de la sección transversal laminada, y el área inicial de la misma,

referido a 100: 
$$\% \text{ red.} = \frac{\text{área inio.} - \text{área final}}{\text{área inicial}} \cdot 100$$

o conveniente para estudiar el yield point, o sea la medida final hasta la que se debía llevar las chapas por laminación en frío, se hizo en base a las dos experiencias que se describen a continuación:

EXPERIENCIA 6-1

Se fundió una chapa con el agregado de 0,3 % de Cd y 0,03% de Al. Se eligió esta composición por ser representativa de una serie de experiencias que vienen más adelante. Se laminó en caliente desde 25 hasta 15 mm de la manera que ya hemos descripto. A continuación se redujo una probeta en frío hasta 6 mm (A), otra hasta 3 mm (B) y una tercera hasta 1,5 mm (C). Las tres fueron recocidas durante media hora a 180°C y se realizaron las tracciones con el resultado siguiente (ver Fig. 23):

Datum:	
Nr.:	
Versuchsart:	<b>FIG 23</b>
Material:	
Querschnitt:	
Versuchslg.:	<b>EXP. 6-1</b>
Maximalbel.:	
Bruchbel.:	
Dehnung:	
Große Rolle:	200 19
Kleine Rolle:	100 9

Losenhausenwerk Diagramm zur UHP 20t.

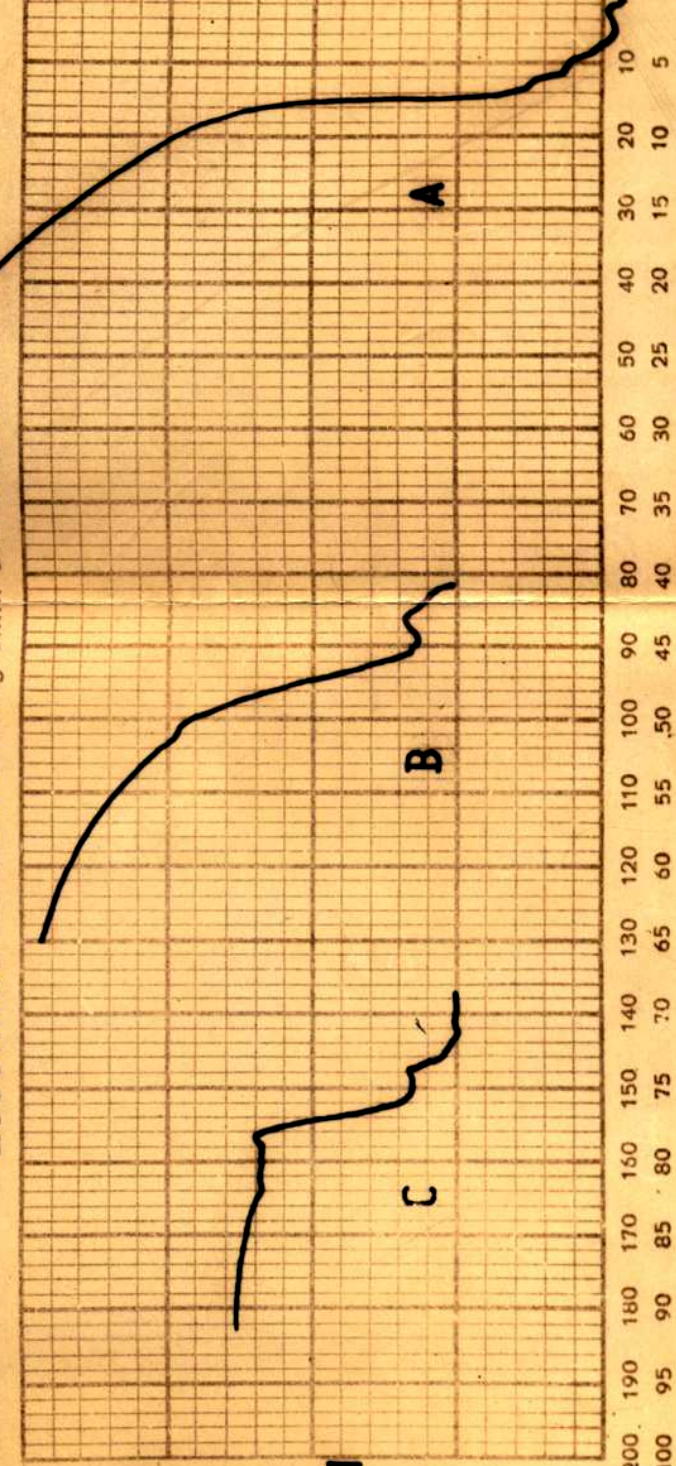


FIG 23

EXP. 6-1

Datum:   
 Nr.:   
 Versuchsart:   
 Material:   
 Querschnitt:   
 Versuchsfig.:   
 Maximalbel.:   
 Bruchbel.:   
 Dehnung:

Große Rolle: 200  
 Kleine Rolle: 100

	Reducción %	Resultado Y.P.
Probeta (A) .....	60	negativo
Probeta (B) .....	80	ligeramente +
Probeta (C) .....	90	+

EXPERIENCIA 6-2

Se fundió una chapa con la misma composición que la anterior, más el agregado de ),02 % de Cu a fin de asemejarla más al caso 1 y en general al material que es comúnmente laminado en fábrica, el cual tiene normalmente ese tenor de Cu debido a contaminaciones en la fundición, especialmente de recortes.

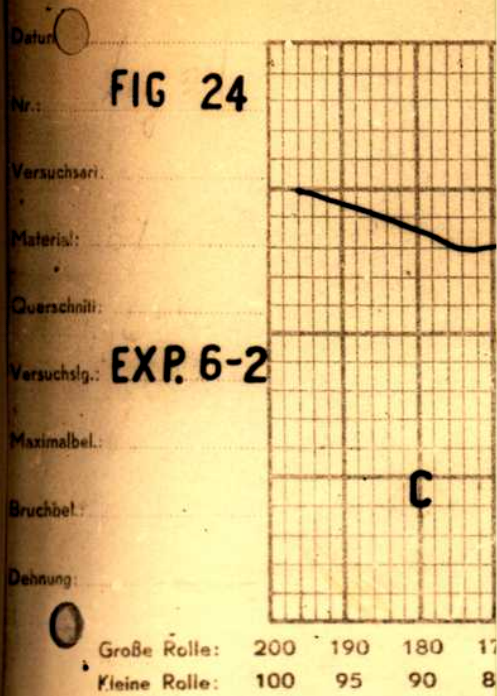
Se laminó en caliente desde 23 mm hasta 11,5 mm y luego en frío hasta: (A) 6 mm; (B) 3 mm; (C) 1,5 mm.

Se recoció media hora a 180°C.

El resultado de la tracción (ver Fig.24) fué el siguiente:

	Reducción %	Resultado Y.P.
Probeta (A) .....	48	negativo
Probeta (B) ,.....	74	ligeramente +
Probeta (C) .....	87	+



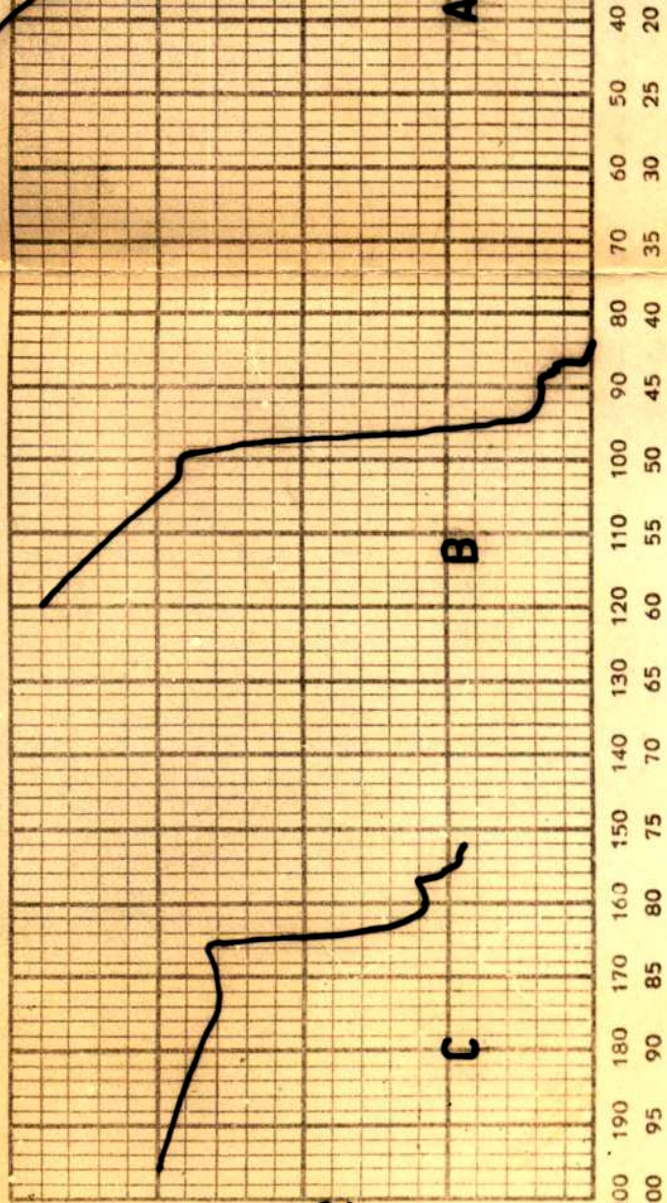


De las experiencias 6-1 y 6-2 se puede concluir que el efecto de yield point se comienza a producir en las probetas recocidas después del 75-80 % de reducción en frío, siendo el efecto bien marcado y neto recién con 90 % de reducción.

Por lo tanto, en vista de los resultados obtenidos hasta aquí, se adoptó en los ensayos standard el siguiente plan de fundición y laminación:

- 1) Fundir en un espesor de 21-23 mm.
- 2) Laminar en caliente (180-150°C) hasta 15 mm.

FIG 24



Datur:   
Nr.:   
Versuchsart:   
Material:   
Querschnitt:   
Versuchsig.:   
Maximalbel.:   
Bruchbel.:   
Dehnung:

EXP. 6-2

Große Rolle: 200  
Kleine Rolle: 100

De las experiencias 6-1 y 6-2 se puede concluir que el efecto de yield point se comienza a producir en las probetas recocidas después del 75-80 % de reducción en frío, siendo el efecto bien marcado y neto recién con 90 % de reducción.

Por lo tanto, en vista de los resultados obtenidos hasta aquí, se adoptó en los ensayos standard el siguiente plan de fundición y laminación:

- 3) Laminar en frío hasta 1,3 mm (91,2 % de reducción).
- 4) Cortar las probetas en este espesor y laminar un trozo hasta 0,35 mm a los efectos de hacer la determinación visual tal como se indicó en la página 8 y sig.

#### VII) CORTE DE LAS PROBETAS

Las probetas standard (normas IRAM) tenían las dimensiones dadas en el esquema de la Fig. 27. El espesor era de 1,3 mm, según se dijo. El corte de las mismas se realizó por medio de una matriz y utilizando la máquina de tracción para comprimirla.

#### VIII) RECOCIDO

Para el proceso de recocido se utilizó una estufa con pirómetro y termorregulador, con una precisión de  $\pm 5^{\circ}\text{C}$ .

A fin de determinar la influencia del recocido sobre el yield point, se realizaron experiencias con las mismas aleaciones de las experiencias 6-1 y 6-2 (experiencias 9-1 y 9-2 respectivamente):

#### EXPERIENCIA 9-1

Se fundió una chapa con la composición indicada en el ensayo 6-1, se laminó hasta 1,3 mm de la manera indicada en VI y se cortaron 11 probetas. Una de ellas se traccionó sin recocer, como testigo, y las restantes fueron recocidas durante media hora a las temperaturas siguientes:

Losenhausenwerk Diagramm zur UHP 20t.

EXP. 9-1

FIG. 4

*sin recocer*

75°C

85°C

100°C

140°C

Große Rolle: 200

Kleine Rolle: 100

FIG 5

EXP. 9-1

180°C

205°C

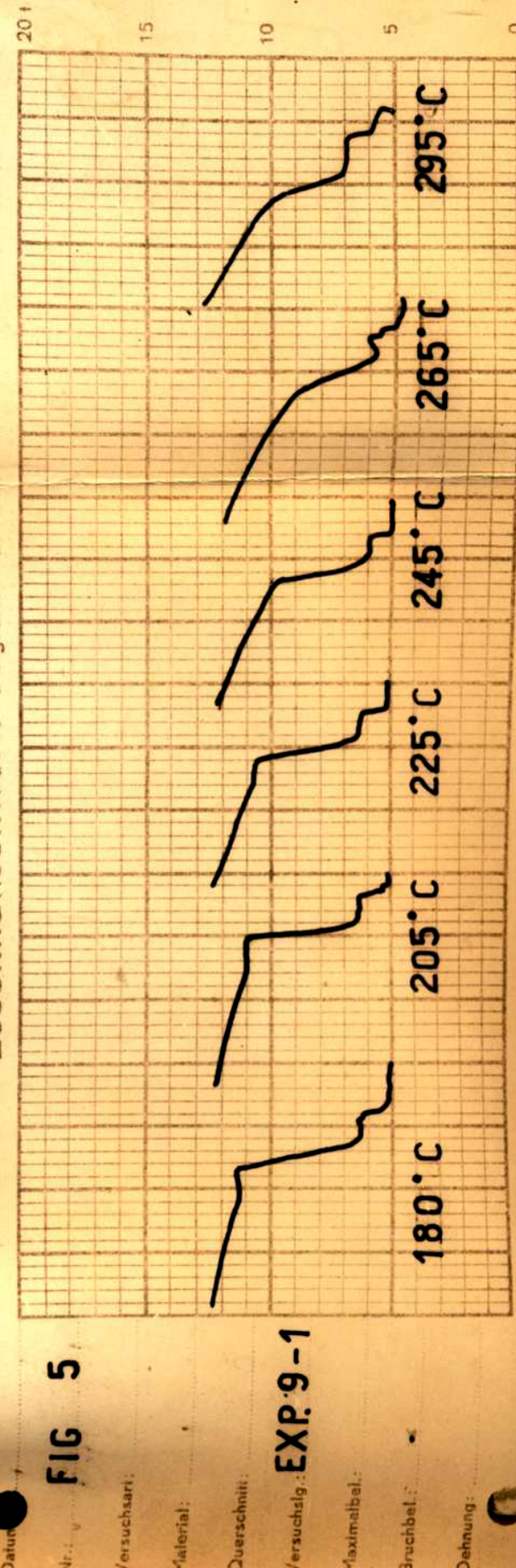
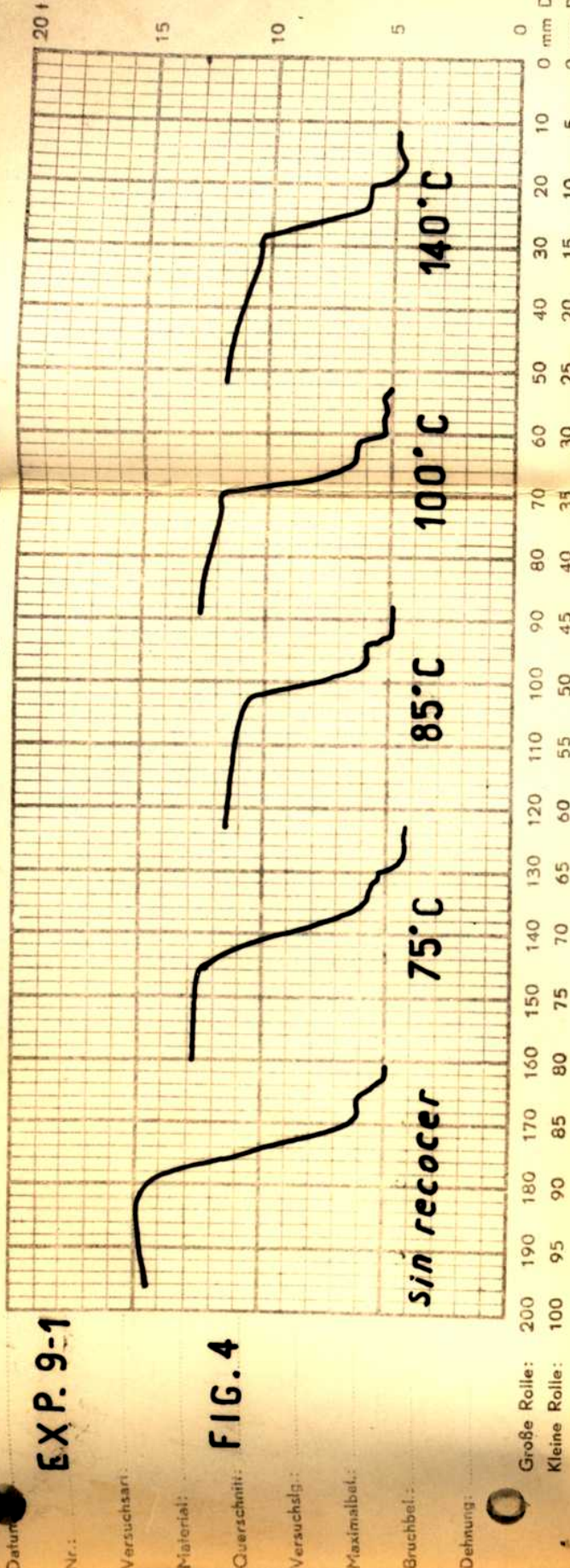
225°C

245°C

265°C

295°C

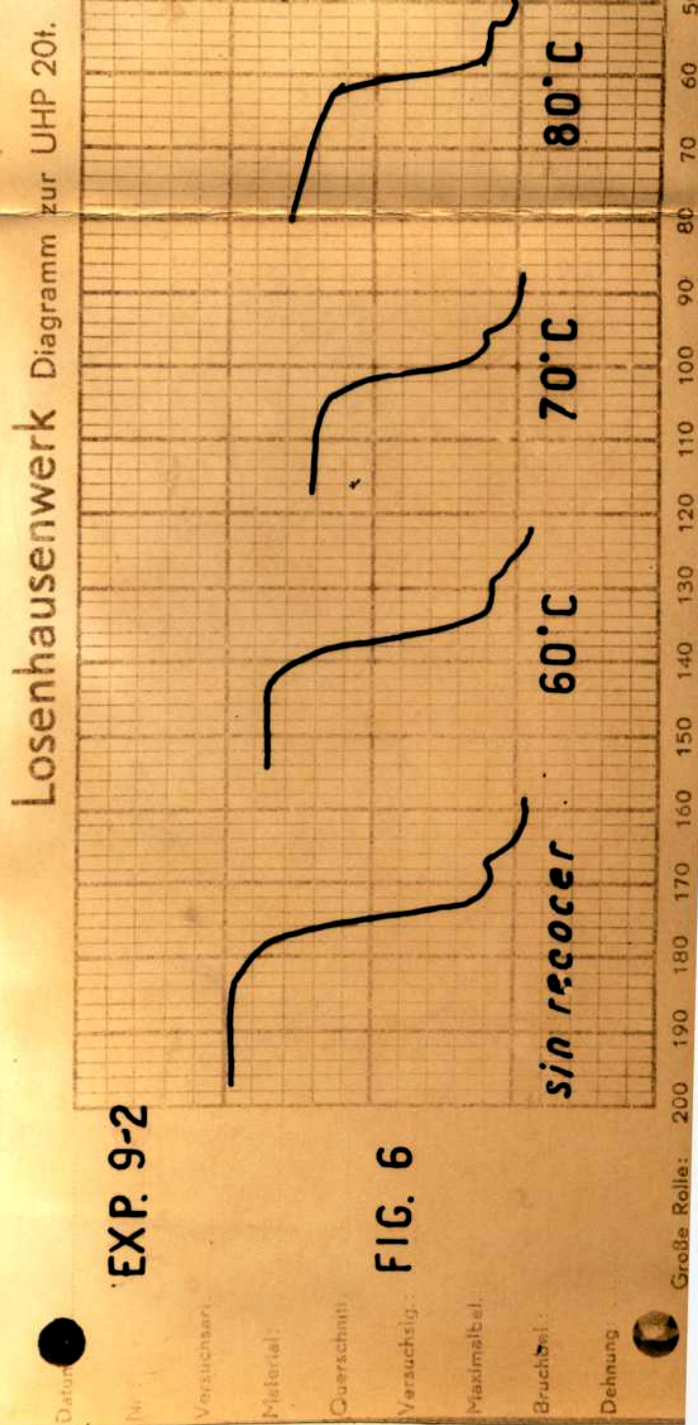
Losenhausenwerk Diagramm zur UHP 20t.

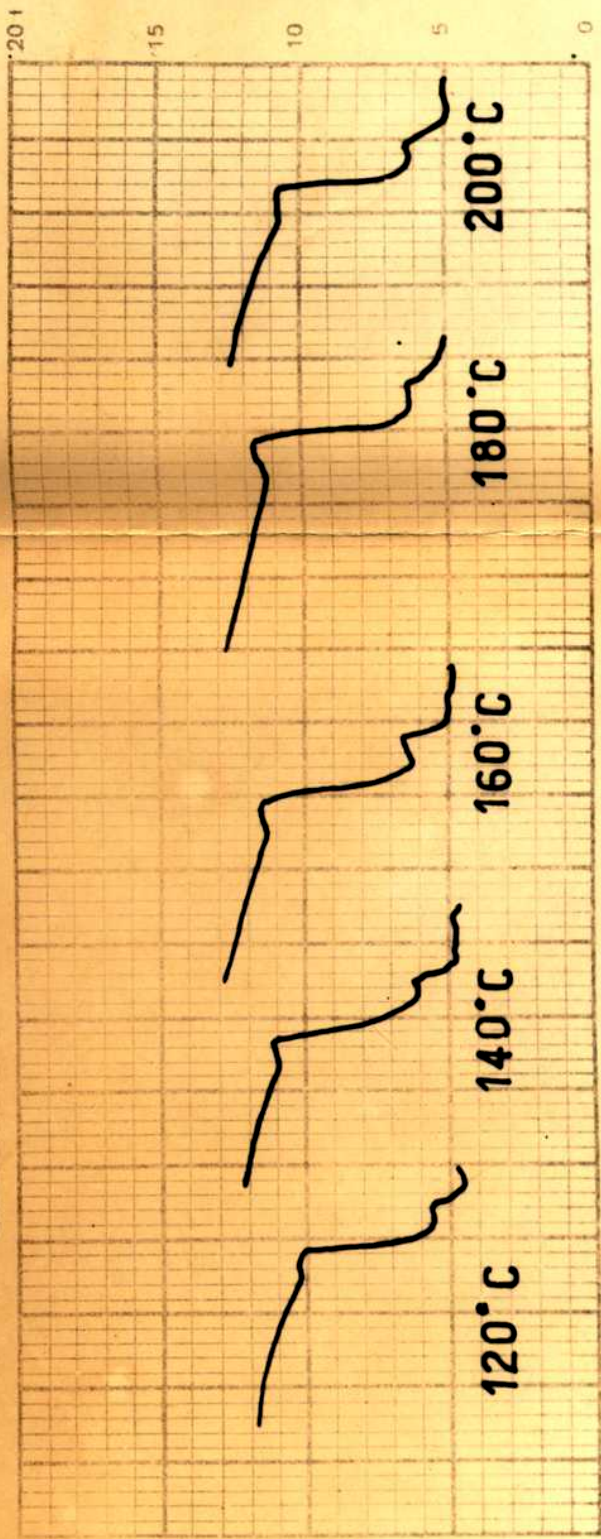


Se fundió una chapa con la misma composición que la utilizada en el ensayo 6-2 y se laminó en la forma standard. Se cortaron 15 probetas. Una de ellas fué estirada sin recocer, como en el ensayo anterior y las 14 restantes se recociéron durante media hora a las temperaturas siguientes:

°C 60, 70, 80, 100, 120, 140, 160, 180, 200, 220, 230, 240  
y 265.

Se inscribieron los gráficos correspondientes (Figs. 6-7-8).



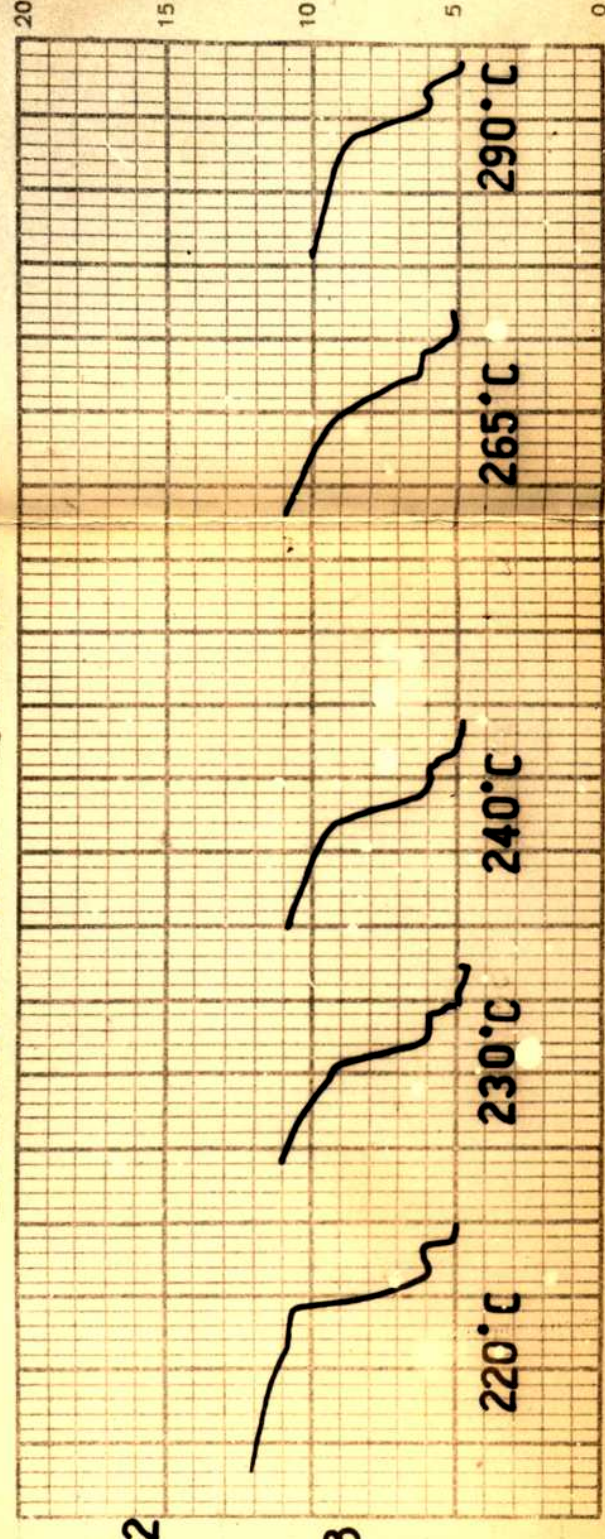


Große Rolle: 200  
 Kleine Rolle: 100

EXP. 9-2

FIG. 7

Datum:   
 Nr.:   
 Versuchsart:   
 Material:   
 Querschnitt:   
 Versuchslg.:   
 Maximalbel.:   
 Bruchbel.:   
 Dehnung:



Große Rolle: 200  
 Kleine Rolle: 100

EXP 9-2

FIG 8

Datum:   
 Nr.:   
 Versuchsart:   
 Material:   
 Querschnitt:   
 Versuchslg.:   
 Maximalbel.:   
 Bruchbel.:   
 Lehnung:

De las experiencias 9-1 y 9-2 se puede concluir que:

- 1) a 60-70°C ya se nota un efecto de ablandamiento del material o sea una disminución de la carga para la cual se produce una deformación permanente.
- 2) a 100°C empieza a aparecer el efecto de yield point.
- 3) este efecto se hace más marcado al aumentar la temperatura hasta hacerse máximo a 180°C para ambas experiencias. A esta temperatura se produce una disminución de la carga de 30 kg en el caso 9-2 (8,5%) y de aproximadamente la mitad en el 9-1.
- 4) a partir de esta temperatura, el efecto va disminuyendo en intensidad al aumentar la misma, para desaparecer totalmente en las recocidas a 240-250°C.

Por lo tanto se ha elegido 180°C como temperatura de recocido a fin de obtener la mayor sensibilidad en las curvas.

En cuanto al tiempo de duración del recocido, no se encontró diferencias para tiempos moderadamente largos (2-3 horas), por lo que se adoptó el de 30 min., que es suficiente para asegurar que la probeta tomó la temperatura de la estufa.

#### IX) ENSAYO DE TRACCION (25)

Para realizar el ensayo de tracción se utilizó una máquina marca LOSENHAUSEN tipo hidráulico (Fig. 26), con dispositivos de velocidad y de carga constantes, escalas de 2, 5, 10 y 20 toneladas y dotada de inscriptor automático. En todos los ensayos se utilizó

la escala de 2 t, aunque para representar los gráficos se trasladaron los obtenidos directamente por medio de un pantógrafo de modo que la escala resultante fuera de 1 t en los 77 mm de ancho del papel.

Se adoptó una velocidad de estiramiento baja (4 mm por minuto) debido a que en caso contrario la inercia de la máquina falsea los resultados cuantitativos.

Hay que hacer notar que en todos los gráficos que aquí se pueden ver, se produce al llegar a una carga de entre 50 y 100 kg un escalón que no debe confundirse con el que se produce cuando hay yield point y que se debe solamente al ajuste de las mordazas de la máquina sobre las probetas.

#### X) MEDIDA DE LOS RESULTADOS

La apreciación de si un resultado es positivo o negativo la hemos realizado por observación del gráfico. Esto tiene siempre un margen de duda dado que el fenómeno presenta casos límite en los que no se puede decidir a ciencia cierta. Sin embargo, y aunque el método de laminar una muestra hasta 0,35 mm y detectarlo a mano resulta más sensible y más sencillo, el anterior tiene la ventaja de ser más cuantitativo, más objetivo y de dejar un testimonio escrito.

La medida hecha en el gráfico de la disminución de la carga dividida por la carga total nos da un valor bastante bien reproducible de lo que podemos llamar intensidad de yield



point y que puede servir para comparar experiencias o materiales.

- III -

ESTUDIO DEL SISTEMA Zn-Cd-Al

---

ESTUDIO DEL SISTEMA Zn-Cd-Al

El paso siguiente ha sido acotar los límites de composición química dentro de los cuales se produce el fenómeno en estudio, para las condiciones de tratamiento térmico y mecánico que nos hemos fijado en el capítulo II.

Para eso se fundió y laminó una cantidad de aleaciones distintas, todas las cuales fueron ensayadas a la tracción.

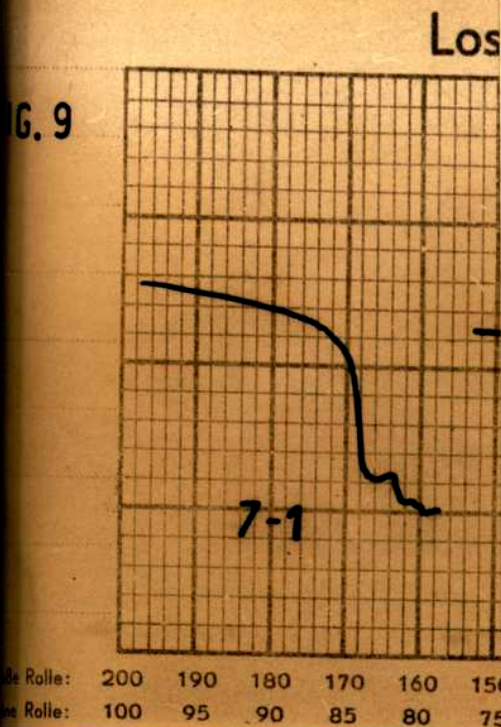
De esta manera hemos conseguido encontrar los valores límite para los elementos Cd y Al, tal como se describirá en el presente capítulo. De los ensayos hechos, citamos para mayor claridad de la exposición sólo los que han arrojado un resultado bien concreto, positivo o negativo, y los presentamos en un orden tal que ayude a llevar ordenadamente a la solución final. Estas experiencias son:

EXPERIENCIA 7-1

Se laminó una probeta fundida con Zn puro y el agregado de 0,05 % de AL, a fin de determinar el efecto de este elemento. El ensayo fué n e g a t i v o (ver Fig. 9)

El análisis del material fundido fué el siguiente:

Fe . . .	0,001	%
Pb . . .	0,002	%
Cd . . .	0,001	%
Cu . . .	0,002	%
Al . . .	0,047	%
Zn (dif)	99,946	%



De aquí podemos concluir que el Al como único agregado en el Zn no es responsable del fenómeno.

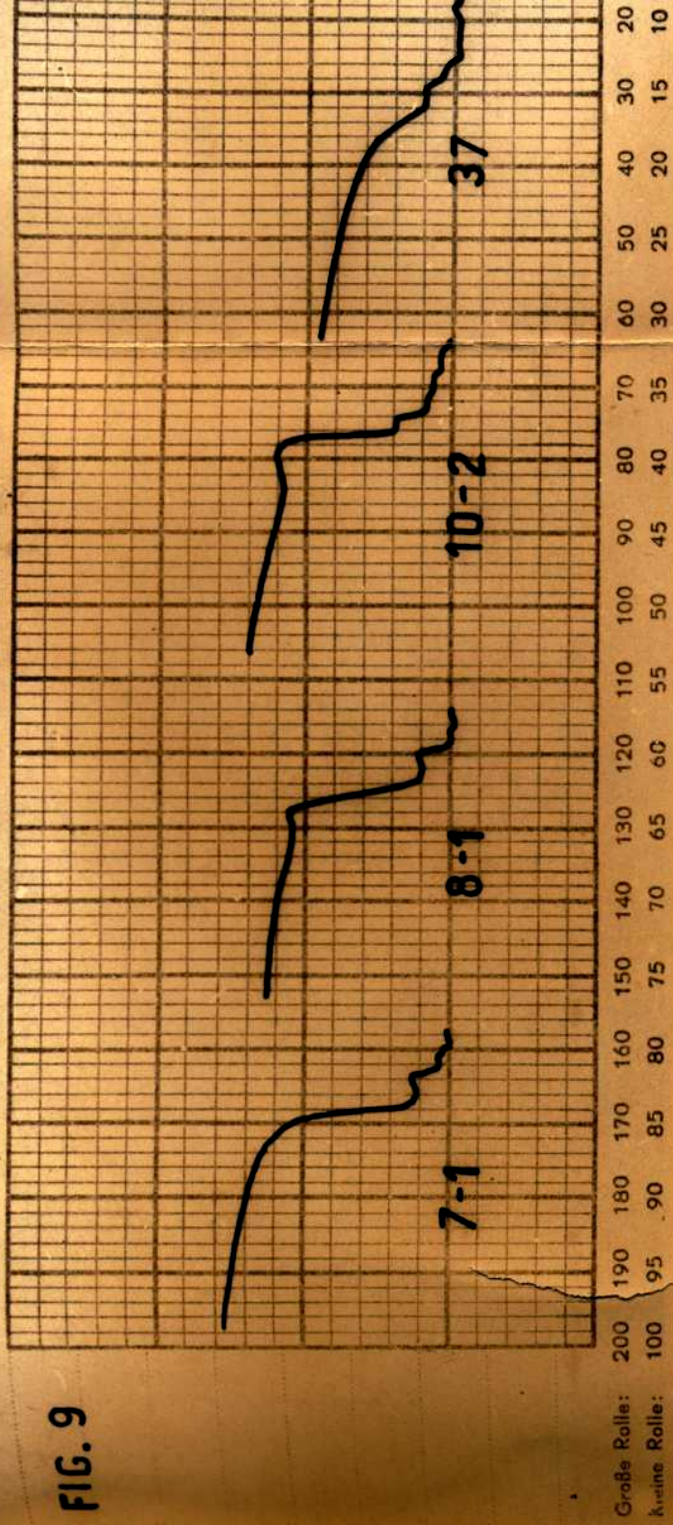
#### EXPERIENCIA 8-1

El paso siguiente fué reproducir una de las aleaciones que en fábrica habían producido yield point.

Se fundió y laminó una probeta con agregado de Pb, Cd y Al. El análisis de la misma arrojó el siguiente resultado:

Pb . . . 0,51 %  
Cd . . . 0,25 %  
Fe . . . 0,0012 %

FIG. 9



De aquí podemos concluir que el Al como único agregado en el Zn no es responsable del fenómeno.

EXPERIENCIA 8-1

El paso siguiente fué reproducir una de las aleaciones que en fábrica habían producido yield point.

Se fundió y laminó una probeta con agregado de Pb, Cd y Al. El análisis de la misma arrojó el siguiente resultado:

Pb . . . . 0,51 %

Cu . . . 0,002 %  
Al . . . 0,045 %

La metalografía dió tamaño de grano  $15 \mu$ . No se nota al microscopio ninguna particularidad digna de mención.

El ensayo de yield point resultó p o s i t i v o (ver Fig. 9).

Hasta este momento, y de los resultados de las experiencias hechas, se puede inducir que para que el fenómeno se produzca es necesario más de un componente agregado al Zn. Resta averiguar si es el Pb, el Cd ó ambos, los que juntamente con el Al, son capaces de generar el yield point en Zn. Para resolver esta cuestión se procedió por partes, tal como se describe a continuación:

#### EXPERIENCIA 10-2

Se ensaya el efecto del aluminio en la aleación binaria Zn-Cd.

Se funde y lamina una probeta con el agregado de 0,3 % Cd y 0,05 % Al.

Análisis químico:

Cd . . . 0,33 %  
Pb . . . 0,002 %  
Fe . . . 0,001 %  
Cu . . . 0,002 %  
Al . . . 0,056 %

El ensayo correspondiente resulta p o s i t i v o para las condiciones standard (Fig. 9). Además, el ensayo de doblado, hecho sobre una muestra laminada a 0,35 mm (10-1), resulta fu e r t e m e n t e p o s i t i v o ( + + + )

### EXPERIENCIA 37

Se ensaya el efecto del Al sobre la aleación binaria Zn-Pb. La probeta correspondiente se funde con el agregado de 0,3% de Pb y de 0,05% de Al. El ensayo resulta n e g a t i v o en las condiciones standard (Fig. 9)

De las experiencias 10-2 y 37 se puede concluir que en el sistema ternario Zn-Cd-Al se produce, para condiciones determinadas, un fenómeno de yield point que no se produce en los restantes sistemas estudiados y en esas mismas condiciones. Por lo tanto, el paso siguiente ha sido determinar, dentro del diagrama triple Zn-Cd-Al, los puntos que delimitan la zona dentro de la cual el mismo tiene lugar.

Se ha elegido para trabajar la zona del extremo del triángulo que representa al sistema ternario (Fig. 11), que corresponde a 100% de Zn y que se extiende hasta 1% Cd y 1% Al. Ello se debe a que en esta zona es donde se descubrió el efecto y a que tiene importancia industrial por comprender el tipo de aleaciones de Zn-Cd usuales y las cantidades de Al que pueden incluirse como impurezas.

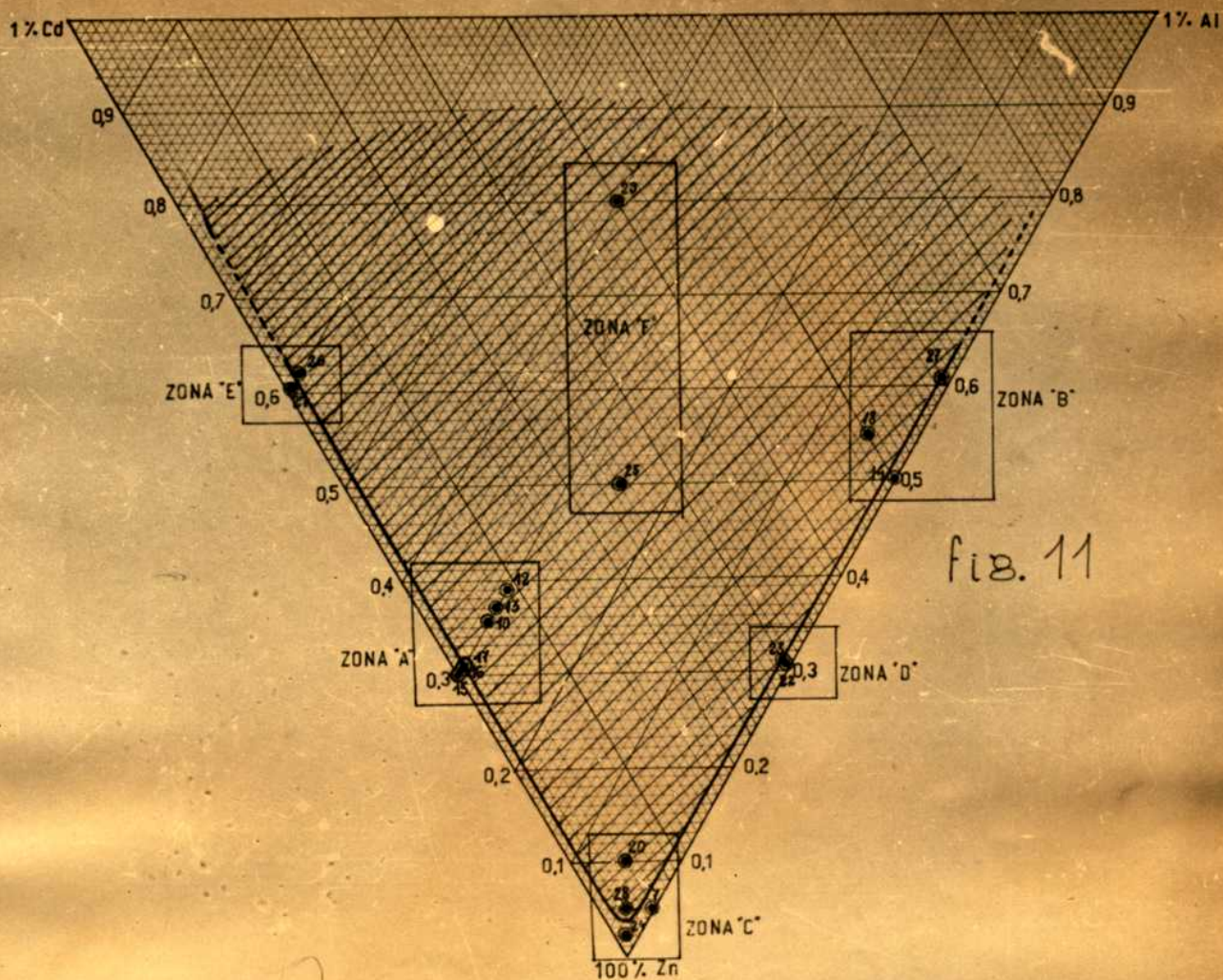


fig. 11

FIG. 11 - Gráfico triple Zn-Cd-Al

Zona correspondiente a 99-100 % Zn

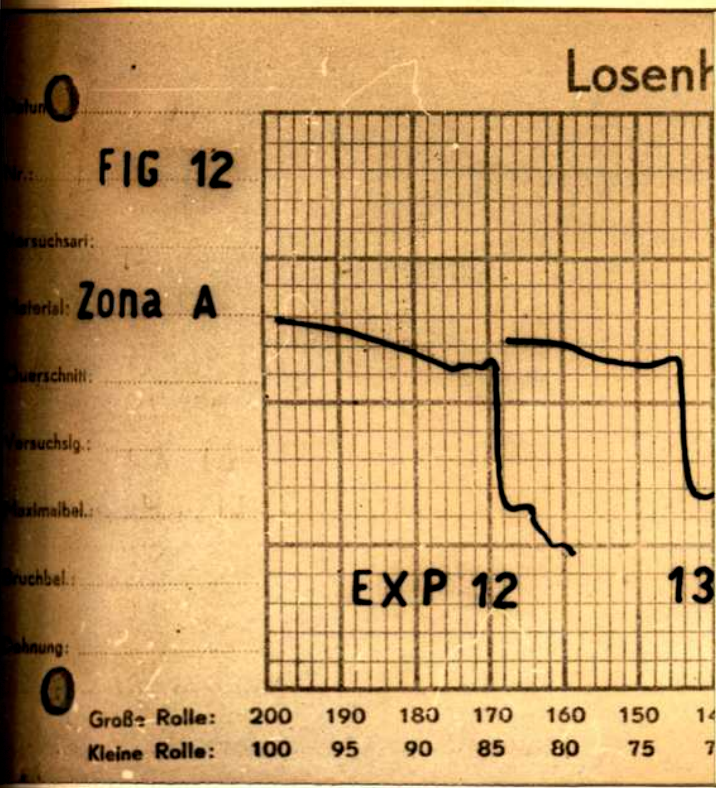
Delimitación de la zona de producción de yield-point



Además, aunque el gráfico ternario de equilibrio de solubilidades y fases correspondiente no está estudiado por el momento, o por lo menos no hemos podido encontrarlo publicado, se puede inferir de los gráficos binarios Zn-Cd y Zn-Al que la zona es de solubilidad sólida a la temperatura de solidificación del Zn, y este puede ser de importancia para un ulterior intento de explicación teórica.

El primer punto por donde debe pasar la curva lo obtuvimos así: manteniendo fijo el valor del Cd en 0,3% y variando el del contenido de Al entre 0,09 % y 0,00 (zona A del diagrama ternario). Si se comparan los gráficos de la Fig. 12, correspondientes a las experiencias Nos. 12, 13, 10, 15, 16 y 17, se puede ver que los resultados son los que se resumen a continuación:

ZONA A			
EXP.	Cd%	Al%	Resultado Y.P.
12	0,3	0,09	+++
13	0,3	0,07	+++
10	0,3	0,056	+++
15	0,3	0,001	-
16	0,3	0,005	-
17	0,3	0,01	+



De los datos de esta tabla podemos ver que el valor límite buscado se debe encontrar comprendido entre 0,005 y 0,01 % de Al, de modo que en el gráfico hemos hecho pasar la rama correspondiente de la curva por un punto situado entre estos dos valores.

A continuación se pasó a la otra rama del gráfico, o sea a la zona de los altos contenido de aluminio. En la Fig. 13 están representadas las curvas de las experiencias Nos. 18, 14 y 27, cuyos resultados resumimos:

FIG 12

Material: Zona A

EXP 12

13

10

15

16

Groß-Rolle: 200 190 180 170 160 150 140 130 120 110 100 90 80 70 60 50 40  
 Kleine Rolle: 100 95 90 85 80 75 70 65 60 55 50 45 40 35 30 25 20

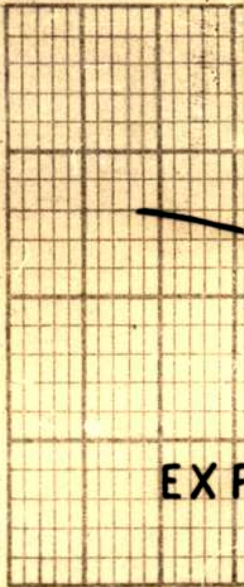
De los datos de esta tabla podemos ver que el valor límite buscado se debe encontrar comprendido entre 0,005 y 0,01 % de Al, de modo que en el gráfico hemos hecho pasar la rama correspondiente de la curva por un punto situado entre estos dos valores.

A continuación se pasó a la otra rama del gráfico, o sea a la zona de los altos contenido de aluminio. En la Fig. 13 están representadas las curvas de las experiencias Nos. 18, 14 y 27, cuyos resultados resumimos:

ZONA B			
EXP.	Ca%	Al%	Resultado Y.P.
18	0,05	0,5	+++
14	0,002	0,5	-
27	0,01	0,6	+

FIG 13

ZONA B



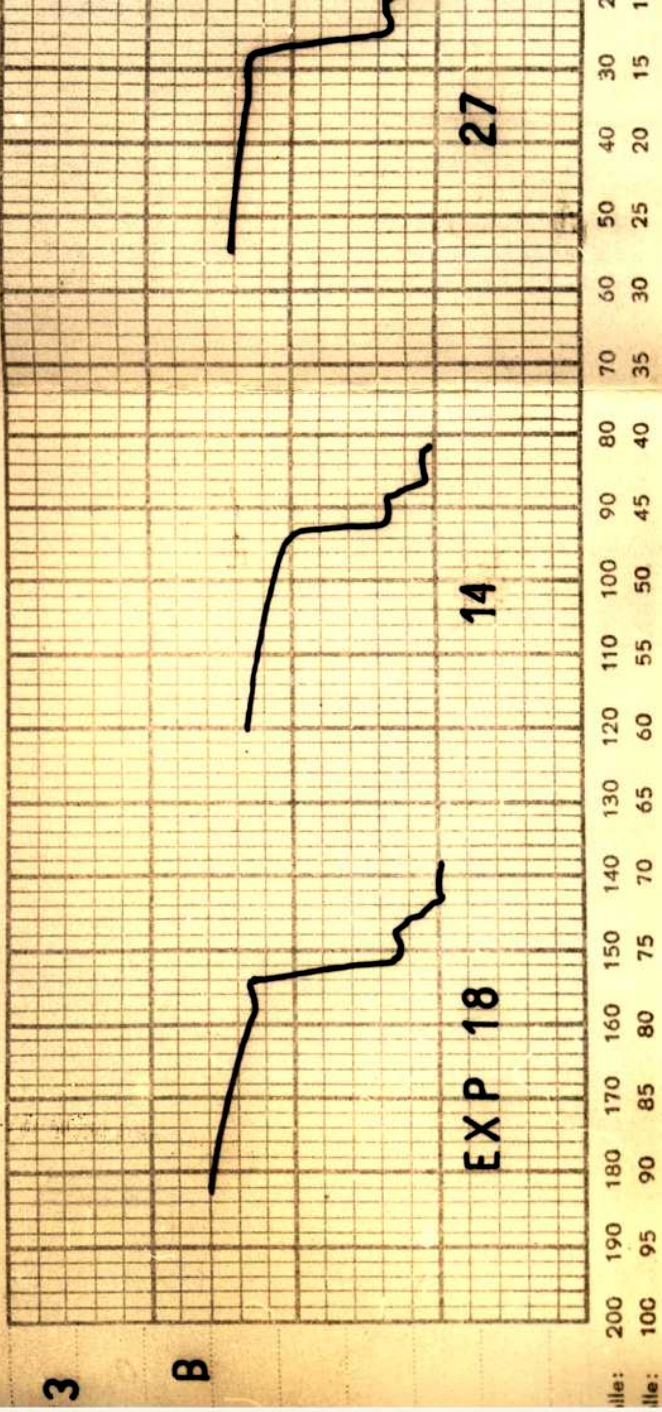
Große Rolle: 200 190 180 170  
Kleine Rolle: 100 95 90 85

Como se puede ver, el punto correspondiente a la experiencia 27 resulta positivo, aunque mucho menos que el de la N° 18. Como ya sabíamos, el punto 14 correspondiente a Zn con el solo agregado

Losenhausenwerk Diagramm zur UHP 20t.

3

B



Como se puede ver, el punto correspondiente a la experiencia 27 resulta positivo, aunque mucho menos que el de la N° 18. Como ya sabíamos, el punto 14 correspondiente a Zn con el solo agregado

de Al (0,5%) es negativo. Podemos considerar por lo tanto que la curva pasa por un punto comprendido entre el 27 y el borde del gráfico, de la manera en que se la puede ver trazada en la Figura 11 (zona B).

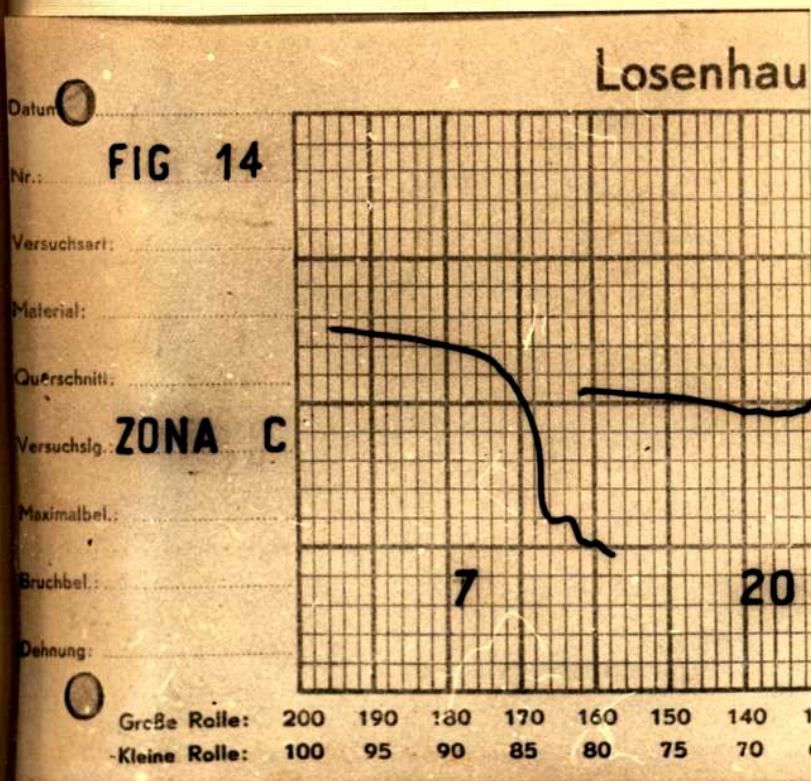
En la zona cercana al vértice del triángulo correspondiente a 100% de Zn, se determinaron los puntos dados por las experiencias Nos. 7, 20, 28 y 24. Los resultados de estas cuatro experiencias fueron los siguientes:

ZONA C			
EXP.	Cd%	Al%	Resultado Y.P.
7	0,001	0,047	-
20	0,05	0,05	+++
28	0,025	0,025	++
24	0,01	0,01	-

Estos resultados se pueden ver en la Fig. 14.

Trasladando estos resultados al gráfico triple podemos ver que la curva límite se aleja algo de los bordes, pasando entre el punto 24 y el 28.

En la zona denominada D se realizaron dos experiencias: las Nos. 22 y 23.



ZONA D			
EXP.	Cd%	Al%	Resultado Y.P.
22	0,005	0,3	Ligeramente +
23	0,01	0,3	++

Los gráficos correspondientes se pueden ver en la Fig. 15.  
 De acuerdo con estos dos resultados hemos dibujado la curva como pasando cerca del punto dado por la composición de la aleación de la experiencia 22, tal como se puede ver en la Fig. 11 (zona D).

En la zona que marcamos con la letra E también se tomaron dos puntos, los Nos. 21 y 26, entre los cuales queda delimitada la

FIG 14



ZONA C

Größe Rolle: 200  
-Kleine Rolle: 100

ZONA D

EXP.	Cd%	Al%	Resultado Y.P.
22	0,005	0,3	Ligeramente +
23	0,01	0,3	++

Los gráficos correspondientes se pueden ver en la Fig. 15. De acuerdo con estos dos resultados hemos dibujado la curva como pasando cerca del punto dado por la composición de la aleación de

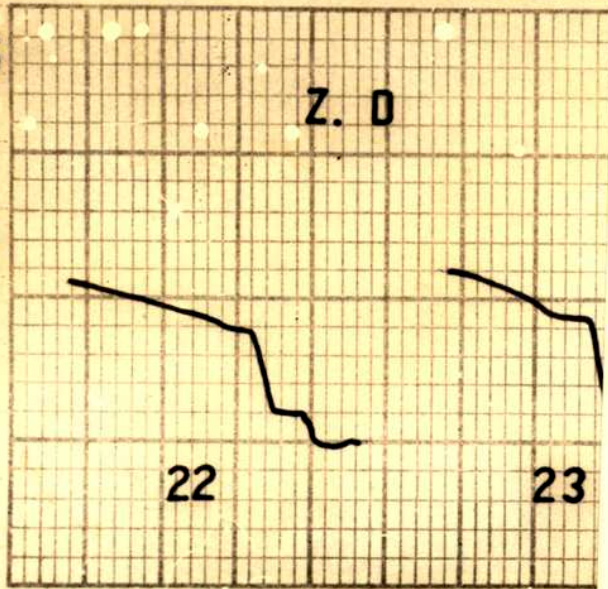


### Losenhausen

FIG 15

Z. D

ZONA D  
y  
ZONA E



Große Rolle: 200 190 180 170 160 150 140 130 120  
Kleine Rolle: 100 95 90 85 80 75 70 65

curva que buscamos. Damos a continuación la composición de ambas aleaciones y los resultados obtenidos en la tracción (ver Fig. 15):

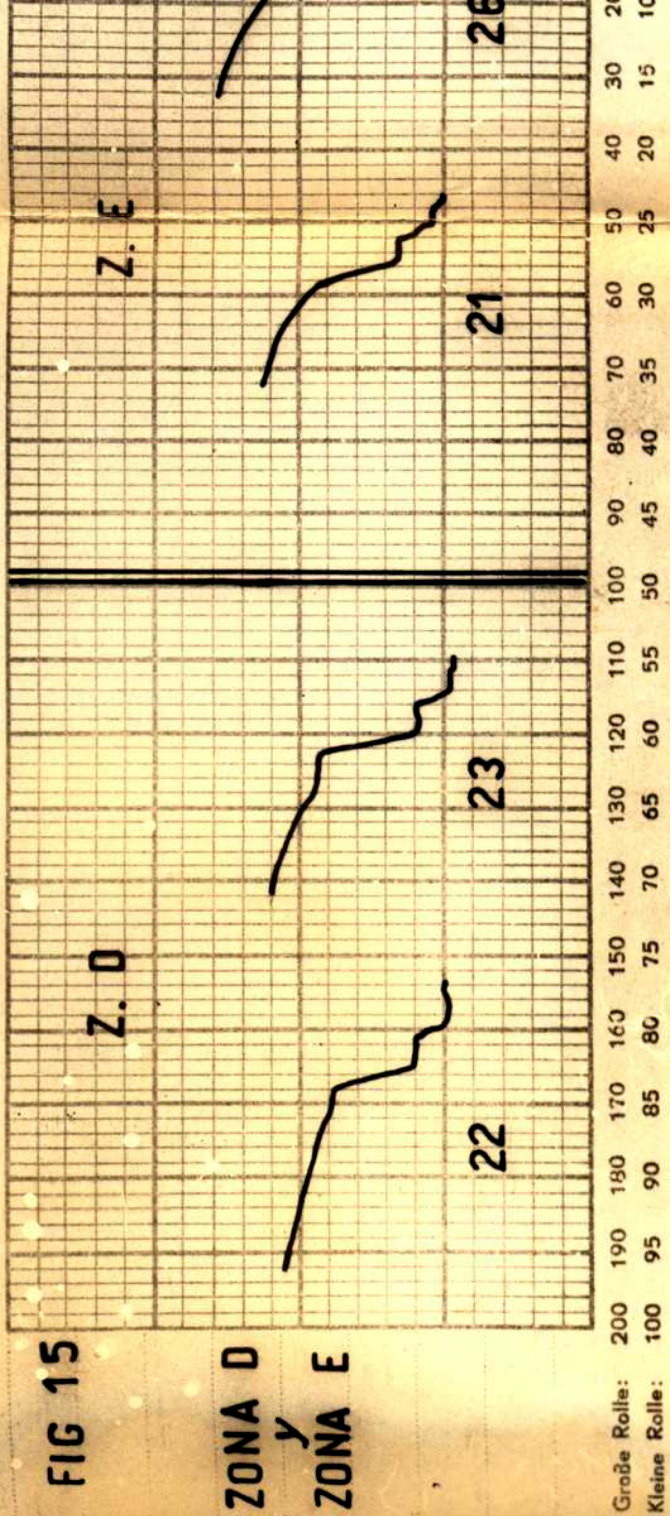
ZONA E			
EXP.	Ca%	Al%	Resultado Y.P.
21	0,6	0,007	-
26	0,6	0,02	++

En el diagrama temario se puede ver trazada la curva límite entre estos dos últimos puntos.

Por último se determinaron dos puntos más en la parte central

Losenhausenwerk Diagramm zur UHP 201.

FIG 15



ZONA D  
y  
ZONA E

Große Rolle: 200 190 180 170 160 150 140 130 120 110 100 90 80 70 60 50 40 30 20 15 10  
Kleine Rolle: 100 95 90 85 80 75 70 65 60 55 50 45 40 35 30 25 20 15 10

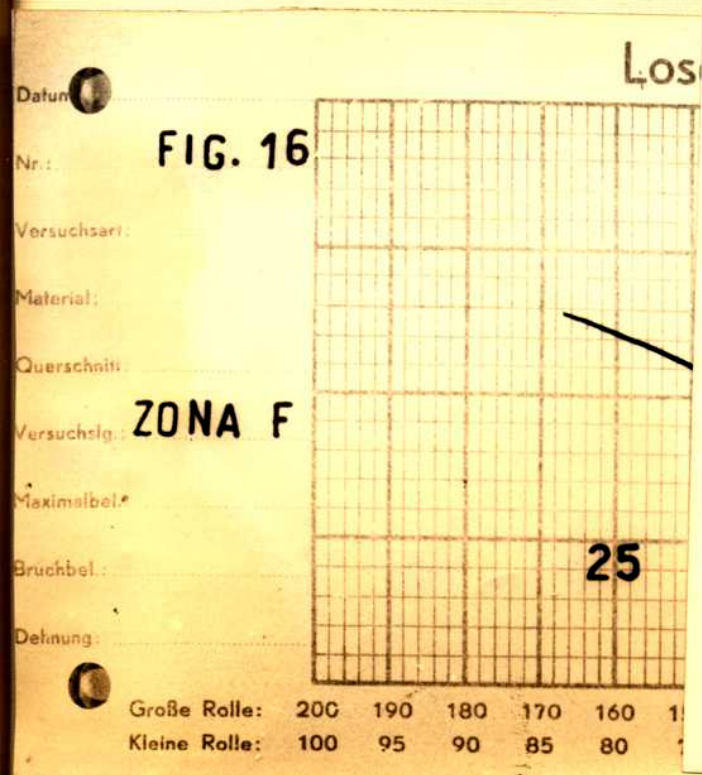
curva que buscamos. Damos a continuación la composición de ambas aleaciones y los resultados obtenidos en la tracción (ver Fig. 15):

ZONA E			
EXP.	Cd%	Al%	Resultado Y.P.
21	0,6	0,007	-
26	0,6	0,02	++

de la zona del gráfico que nos ocupa, los designados con los Nos. 25 y 29, a los efectos de corroborar si con tenores relativamente altos de Cd y Al se seguía manteniendo la aparición del yield point. Estas dos experiencias se resumen a continuación:

EXP.	ZONA F		Resultado Y.P.
	Cd%	Al%	
25	0,25	0,25	++
29	0,4	0,4	+++

Sus gráficos representativos se pueden ver en la Fig. 16.



# Losenhausenwerk Diagramm zur UHP 20t.

FIG. 16

ZONA F

Datum:

Nr.:

Versuchsart:

Material:

Querschnitt:

Versuchsig.:

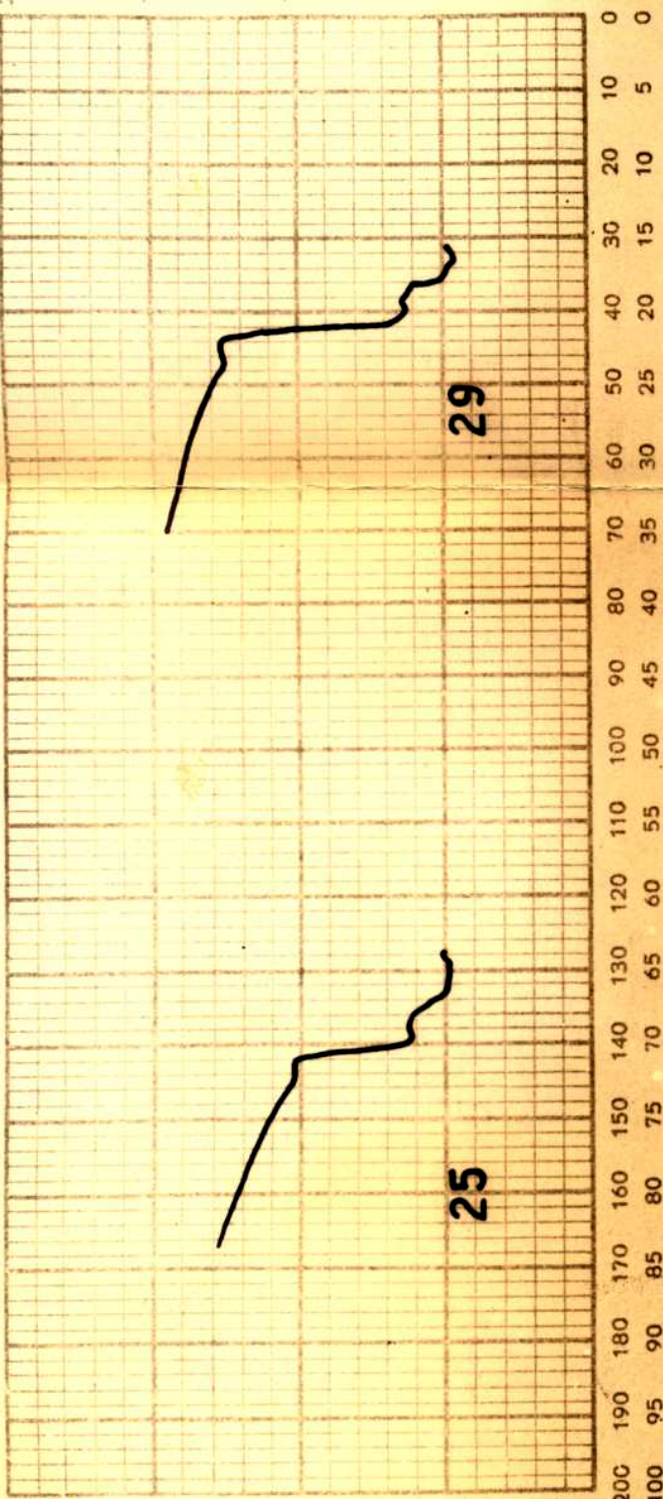
Maximalbel.:

Bruchbel.:

Dehnung:

Große Rolle: 200

Kleine Rolle: 100



De todos estos datos, y como conclusión de este capítulo III, podemos decir que:

1) Para las condiciones de tratamiento térmico y mecánico fijadas en el capítulo II de este trabajo como standard, son necesarias las presencias conjuntas de Cd y Al en el Zn para producir el fenómeno de yield point de las curvas de tracción.

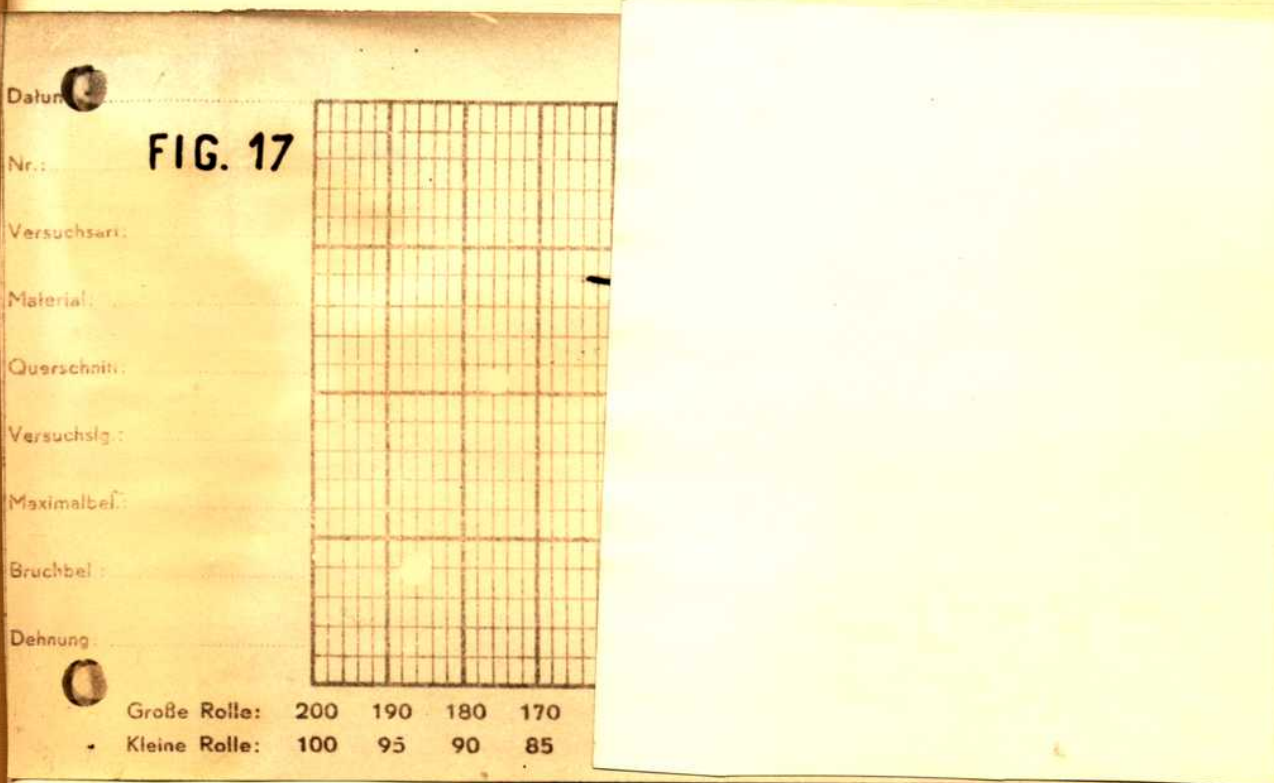
2) Las concentraciones de estos dos elementos necesarias para que se manifieste el fenómeno son función la una de la otra, pudiendo representarse en el diagrama ternario que abarca la zona estudiada una curva que encierra y delimita el **área** dentro de la cual para cualquier composición el fenómeno es detectable de la manera en que aquí se describió.

- IV -

ESTUDI SOBRE EL SISTEMA Zn-Cd-Al-Cu

---

en la forma de una chapa standard a la que luego se procesó de la forma corriente. El resultado fué fuertemente positivo, como se puede ver en el gráfico correspondiente. Una muestra laminada a 0,35 mm y recocida reproduce, dentro de lo que se puede apreciar a simple vista, la intensidad del original.



#### EXPERIENCIA 34

A fin de corroborar el resultado anterior, se fundió una chapa con zinc de alta pureza y de la misma composición que la N° 30. Se laminó en la forma standard y se traccionó (ver Fig. 17).

Losenhausenwerk Diagramm zur UHP 20t.

Datum: ○

FIG. 17

Nr.:

Versuchsart:

Material:

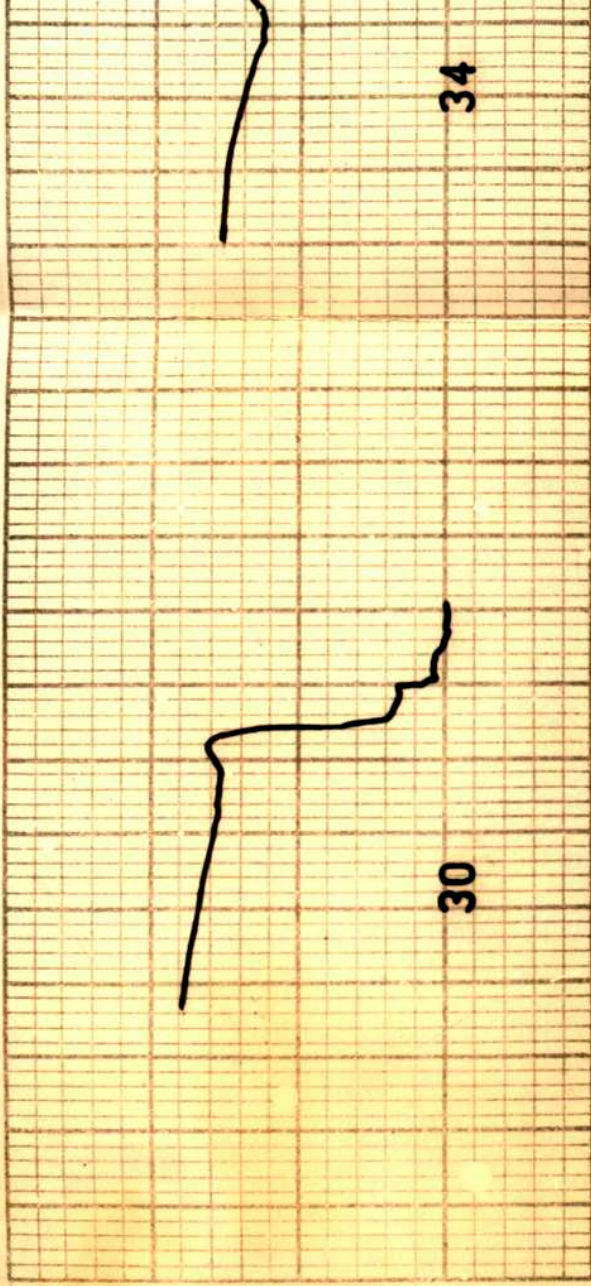
Querschnitt:

Versuchslsg.:

Maximalbel.:

Bruchbel.:

Dehnung: ○



Große Rolle: 200

Kleine Rolle: 100

15

30

40

50

60

70

80

90

100

110

120

130

140

150

160

170

180

190

200

15

30

40

50

60

70

80

90

100

110

120

130

140

150

160

170

180

190

200

15

30

40

50

60

70

80

90

100

110

120

130

140

150

160

170

180

190

200

15

30

40

50

60

70

80

90

100

110

120

130

140

150

160

170

180

190

200

15

30

40

50

60

70

80

90

100

110

120

130

140

150

160

170

180

190

200

15

30

40

50

60

70

80

90

100

110

120

130

140

150

160

170

180

190

200

15

30

40

50

60

70

80

90

100

110

120

130

140

150

160

170

180

190

200

EXPERIENCIA 34

A fin de corroborar el resultado anterior, se fundió una cha-  
pa con zinc de alta pureza y de la misma composición que la N.º 30.  
Se laminó en la forma standard y se traccionó (ver Fig. 17).



El resultado es el mismo dentro de la precisión del método que en la experiencia 30.

Si se compara el gráfico obtenido con el correspondiente a la experiencia N° 8 (Fig. 9) se ve que en el caso de los Nos. 30 y 34 la intensidad del fenómeno es mucho mayor. Atribuimos por lo tanto esta diferencia al distinto contenido de cobre de ambas aleaciones.

De estas experiencias sacamos como conclusión que el Cu actuaría como exaltador del fenómeno en concentraciones del orden de 0,02%, aunque no tenga efecto por sí solo ni junto con algunos de los demás componentes del sistema. En efecto, este tenor de Cu es frecuente en las aleaciones Zn-Pb-Cd comerciales, sin que se note ningún efecto mecánico atribuible al mismo.

La posibilidad de un estudio completo de este sistema cuaternario, así como de cualquier otro relacionado con este caso, resulta complicada por exigir un número muy grande de determinaciones, cada una de las cuales es bastante laboriosa.

- V -

EXPERIENCIAS COMPLEMENTARIAS

---

### EXPERIENCIAS COMPLEMENTARIAS

A fin de encontrar al hilo de las relaciones que pudiera haber entre los hechos que mencionamos y la teoría de las "dislocaciones", se intentaron algunas experiencias de "strain ageing" (,).

Cuando un acero dulce, recocido de modo de poder dar bandas de Lüder por deformación, se somete a un trabajado algo superior a la deformación crítica, desaparece el efecto. Pero si se deja estar el tiempo suficiente a temperatura ambiente o bien en algunos casos por calentamiento a temperaturas moderadas, el efecto reaparece. A fin de tratar de reproducir este proceso, se hicieron las experiencias que pasamos a describir.

#### EXPERIENCIA 42

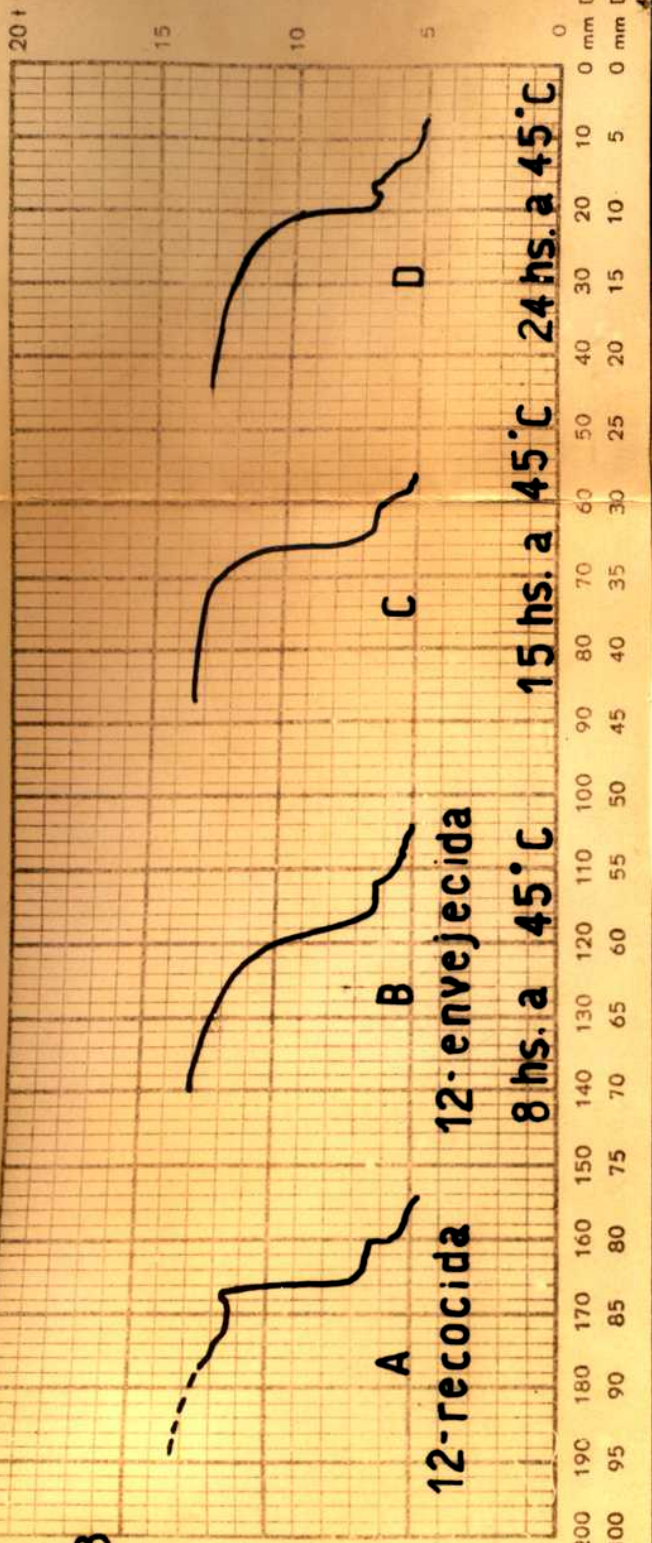
Se utilizó material de las experiencias 12 y 13. Una probeta recocida de cada una se estiró hasta pasar el yield point y luego se las calentó un número de horas que fué en aumento de 8 - 15 - 24 horas. Después se las volvió a estirar, con resultado negativo.

---

(.) Nota: la expresión "strain ageing", que literalmente significaría algo así como "envejecimiento de la deformación" es muy usada en los textos ingleses para expresar un fenómeno que describimos a continuación, y preferimos usarla sin traducir ya que así se la conoce universalmente.

FIG 18

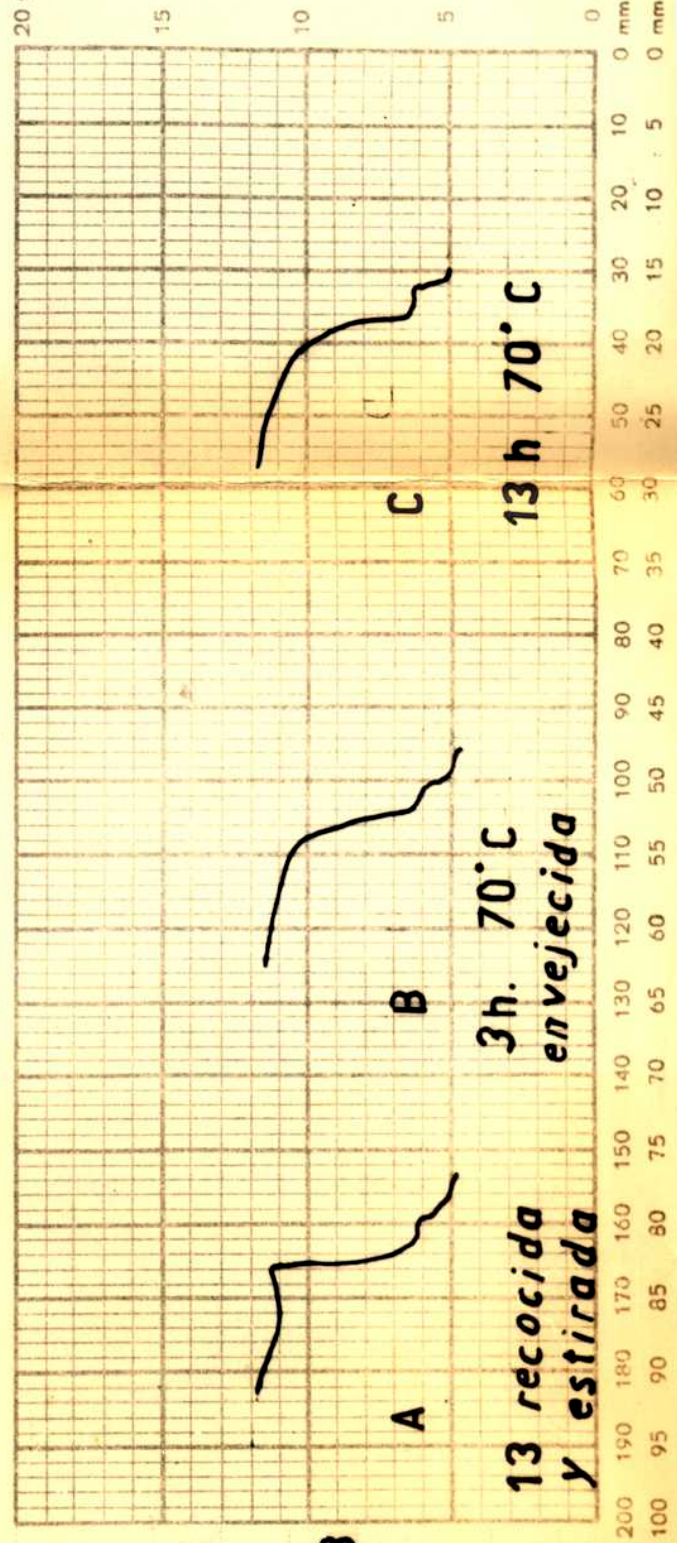
EXP. 42



Große Rolle: 200  
Kleine Rolle: 100

FIG 19

EXP. 43



Große Rolle: 200  
Kleine Rolle: 100

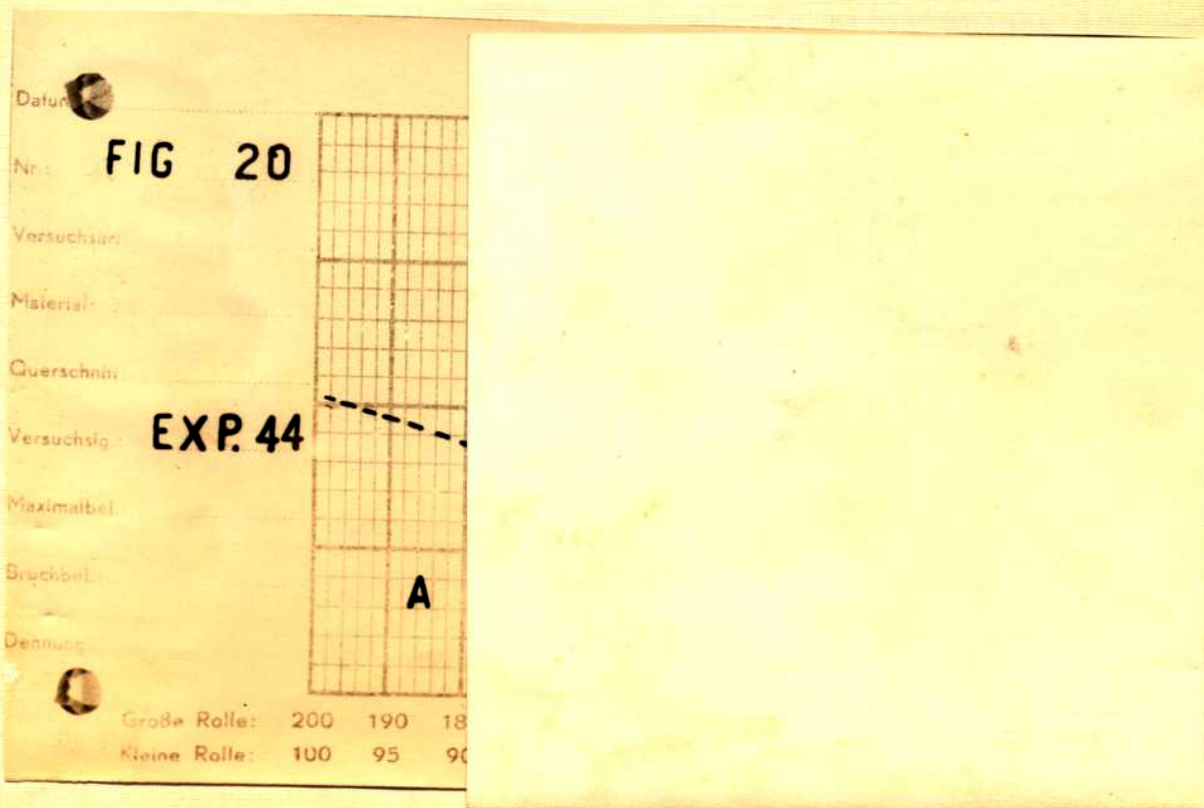
Ver Fig. 18, casos A, B, C y D.

**EXPERIENCIA 43**

Con el mismo material de la experiencia 42 se repitió el proceso, pero a la temperatura de 70°C. El resultado fué **n e g a - t i v o**. Ver Fig. 19.

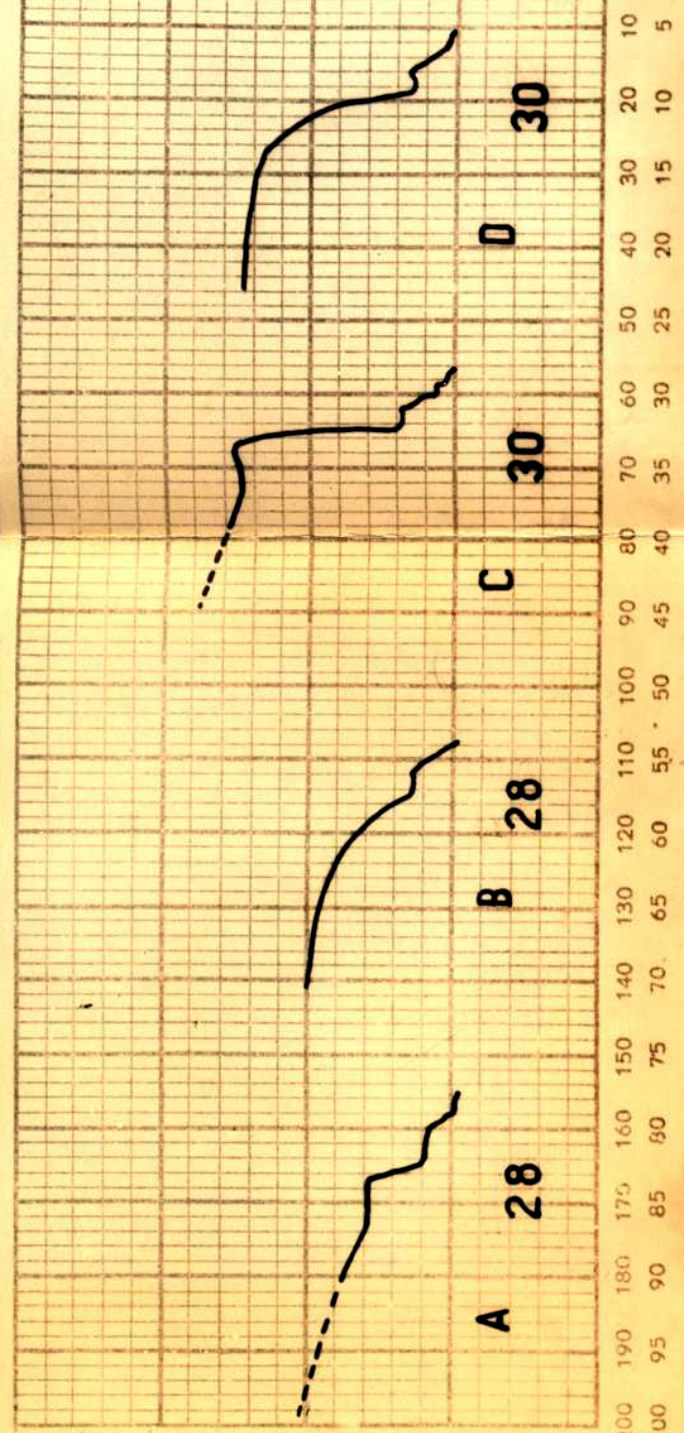
**EXPERIENCIA 44**

Con los materiales de las experiencias Nos. 28 y 30 se realizó el proceso antes descrito, pero a la temperatura de 75°C y durante 80 horas (ver Fig. 20, gráficos A, B, C y D). El ensayo fué **n e g a t i v o**.



Losenhausenwerk Diagramm zur UHP 20t.

Datum:   
 Nr.: **FIG 20**   
 Versuchsart:   
 Material:   
 Querschnitt:   
 Versuchslg.: **EXP. 44**   
 Maximalbelast.:   
 Bruchbelast.:   
 Dehnung:



Große Rolle: 200 190 180 170 160 150 140 130 120 110 100 90 80 70 60 50 40 30 20 10  
 Kleine Rolle: 100 95 90 85 80 75 70 65 60 55 50 45 40 35 30 25 20 15 10 5

#### EXPERIENCIA 45

Todos estos materiales, después de permanecer durante más de un año y medio a temperatura ambiente, no mostraron reaparición de yield point.

De estos últimos ensayos no podemos extraer ningún resultado positivo, ya que no se puede saber si las condiciones elegidas para el "strain ageing" han sido suficientes. Sin embargo, por lo que se sabe de otros ejemplos semejantes (.), parecería que sí deberían serlo y en este caso quedaría planteado el interrogante de si la explicación teórica dada por la vía de la teoría de las dislocaciones para este fenómeno falla en este caso por una mayor complejidad del sistema o por defectos de la propia teoría. Desde ya, no nos sentimos autorizados a opinar al respecto, por lo cual solamente hemos limitado a consignar escuetamente los datos obtenidos y a plantear la posibilidad antedicha.

---

(.) Nota: Estos ensayos fueron sugeridos por el Dr. Cahn, de la Universidad de Birmingham, autoridad en la materia, quién propuso las condiciones de tiempo y temperatura que juzgó convenientes según su experiencia.

## CONCLUSIONES

Resumiendo las conclusiones parciales expuestas en los capítulos que anteceden, podemos separar las mismas en dos clases: a) las de importancia teórica y b) las relacionadas con el proceso industrial.

a) Con respecto a las primeras, hay dos aspectos del fenómeno que llaman la atención. En primer lugar, la necesidad de la presencia simultánea de dos elementos, (Al y Cd), como componentes menores en el Zn para la producción del yield point. Esto tiene el carácter de novedad y su interpretación teórica escapa a nuestro propósito y posibilidades. En el capítulo III se dieron las concentraciones de estos elementos requeridas para el desarrollo del fenómeno. El efecto de otros elementos que actuarían como exaltadores del efecto de aquello, tal como se describió en el capítulo IV, también podría ser objeto de un análisis teórico. La otra conclusión que podría ser importante teóricamente es la no producción de "strain ageing" en los casos ensayados.

b) En relación con la importancia industrial del asunto, podemos dar soluciones para los casos en que se produzcan inconvenientes tales como los descritos al comienzo de este trabajo.

Como comentario sobre esto hay que hacer notar que las condiciones necesarias para que aparezca el fenómeno de yield point tras



un proceso de laminación de Zn son realmente muy críticas y eso podría explicar por qué no ha sido descrito anteriormente el mismo.

En efecto, además de la necesidad de una contaminación accidental del Zn con Al en la fundición -cosa que no es improbable donde se trabaja con ambos materiales- son necesarias también condiciones poco usuales de laminación y de recocido final.

Generalmente la laminación del Zn se realiza a temperaturas que oscilan entre los 100°C casi hasta el final del proceso, usando rodillos sin refrigeración, con lo que se logra menor esfuerzo de la máquina. En nuestro caso la laminación se verificaba en frío, por razones especiales dependientes del tipo de maquinaria usado. De este modo se pudo reducir un porcentaje elevado del espesor sin que recristalice el material, condición que, como hemos visto, resulta indispensable. Además, el recocido final se realizaba a una temperatura que, como se comprobó aquí, resultaba justamente la que desarrolla el fenómeno con mayor intensidad.

De todos modos, en el caso de Zn para pilas secas, la tolerancia de aluminio por otras razones (corrosión) es muy inferior a los valores con que aquí se trabajó. En los casos en que el Zn laminado se destine a otros usos, el defecto resulta de importancia más directa y en esos casos, la manera de salvarlo puede extractarse de las experiencias hechas y resumirse en algunas de las siguientes formas:

- 1) recocer a una temperatura superior a 220°C.
- 2) laminar o deformar aproximadamente 3% luego de recocer.
- 3) no reducir en frío más de 60% antes de recocer.

De esta manera puede obtenerse con un material que contenga Cd y Al una lámina apta para ser sometida a un estampado o deformación que de lo contrario haría aparecer bandas de Lüder.

Con esto damos por finalizado este trabajo, aunque evidentemente el tema no queda agotado. Creemos haber contribuido a solucionar un problema práctico de importancia y al mismo tiempo hemos podido estudiar y describir una serie de hechos relacionados con el yield point que pueden contribuir a la solución de la naturaleza íntima de este capítulo de la Metalurgia Física.

APENDICE 1

" YIELD POINT", "STRAIN AGEING"  
Y TEORIA DE LAS DISLOCACIONES

---

"YIELD POINT", "STRAIN AGEING" Y TEORIA DE LAS DISLOCACIONES

Damos a continuación una breve introducción a la parte explicativa de los fenómenos de "yield point" y "strain ageing" por la vía de la teoría de las dislocaciones. En razón de que escapa al propósito de este trabajo una exposición amplia de la misma, nos hemos limitado a una descripción breve aunque quizás no muy rigurosa de los fundamentos y antecedentes de estos fenómenos. En la bibliografía anexa citamos textos (24) (25) a los que puede recurrir quién desee profundizar el tema.

Cuando se intentó calcular teóricamente, en base a datos mecánicos, los valores que debían tener las cargas de deformación de los metales, se tropezó con una seria dificultad. En efecto, los valores calculados considerando el "slip" (o deslizamiento de un plano cristalino sobre otro adyacente) como el principal mecanismo por el cual se produce la llamada deformación plástica, daban resultados que eran aproximadamente 1000 veces superiores al real.

Todas las correcciones que pueden aplicarse a este cálculo en sentido favorable aproximarían estos resultados hasta hacerlos todavía unas 100 veces superiores al experimental. Evidentemente la falla de la teoría requería una explicación substancialmente distinta, y así se originó la necesidad de buscar en la constitución fina de las redes cristalinas las causas de estas aparentes anomalías.

La idea de que en la red cristalina de un metal hay imperfecciones de varias clases, fué introducida en 1934 por trabajos simultáneos de Taylor, Crowan y Polanyi sobre deformación plástica y ya en 1929 Prandtl y Dehlinger habían introducido el concepto de dislocación en teorías de histéresis mecánica y crecimiento cristalino, También condujo a esta misma teoría la necesidad de calcular correctamente la intensidad de difracción de rayos X.

El hecho de que, al producirse la deformación plástica de un metal, se deslice para un esfuerzo determinado uno solo de los millones de planos paralelos posibles como si cada plano tuviera un distinto nivel de resistencia conduce también a la idea de imperfecciones de la red que individualice ese plano.

De estas imperfecciones han sido descritas tres fundamentales: agujeros (o lugares vacantes), errores de ordenación o "stacking faults" y dislocaciones. Los primeros serían simplemente lugares de la red donde falta el átomo o ión correspondiente.

Conócese como "stacking faults" a ciertos cambios en la sucesión normal de los planos cristalinos que podemos simbolizar de la siguiente manera: en un cristal cuya sucesión sea  
a b c a b c a b c . . . aparece por ejemplo la siguiente sucesión:  
a b c a b b c a b c . . . etc.

Como dislocación se entiendo otros tipos de imperfecciones de la red caracterizadas por la aparición de un plano "extra", el que

conserva la misma simetría del resto del cristal y se distinguen dos clases de las mismas según su formación, llamadas respectivamente "de borde" y "en hélice".

Todas estas discontinuidades son naturalmente sub-microscópicas y hasta hace poco no detectables por métodos físicos directos inclusive rayos X o microscopía electrónica, aunque actualmente parece haber ciertas evidencias de su existencia real, y constituyen un modelo de estudios y análisis teóricos que hasta el presente ha rendido apreciables frutos.

Por vías teóricas se adjudica a las dislocaciones una serie de propiedades por medio de las cuales se puede explicar cuantitativamente con una aproximación razonable las anomalías mencionadas al principio, como una consecuencia de estas imperfecciones locales que, mediante un mecanismo más o menos complicado, disminuirían el valor de la tensión necesaria para iniciar el "slip".

Una propiedad interesante de las mismas es su capacidad de traslación a lo largo de los planos cristalinos, cosa que se puede visualizar gráficamente por medio de modelos bidimensionales hechos con una capa de burbujas de gas formando espuma en la superficie de un líquido. Esta idea corresponde a un trabajo hecho por los autores Bragg y Nye (27).

El traslado de las dislocaciones se produce, al iniciarse una deformación del cristal, en forma parecida al traslado de una onda

tipo acústica, vale decir sin movimiento real de las partículas (en este caso los átomos de la red) y con una tendencia a formar líneas o frentes de avance. Otra propiedad importante es la "atracción" o "afinidad" que existe entre las dislocaciones y las impurezas presentes en el metal. Con esto se quiere significar lo siguiente: algunas impurezas que se hallan presentes como dicueltas en el metal y en la forma intersticial entre los átomos de la red evitan que estos frentes de onda se propaguen libremente frenando de alguna manera a las dislocaciones. Se dice entonces que las dislocaciones se encuentran "ancladas" por esos átomos extraños que forman una "nube" a su alrededor.

Cuando se aplica una tensión mecánica al metal, se produce un efecto de migración de las dislocaciones a lo largo del metal coincidente con la deformación del mismo y el libre desarrollo de este efecto es trabado por la "nube" de impurezas.

La fuerza necesaria para separar a las dislocaciones de su "nube" resulta sumada a la que normalmente sería necesaria para deformar el metal. Pero una vez alcanzado este nivel de energía, la fuerza necesaria para seguir haciendo mover a las dislocaciones resulta menor y esto se refleja en el gráfico de tracción, en forma de una caída más o menos brusca del valor de la tensión.

Esto explicaría el mecanismo del **yield point** según la teoría aquí expuesta. Además explicaría el fenómeno llamado "strain ageing"

expuesto en la pág. 47, el cual produciríase por migración espontánea hasta nueva formación de la "nube" de impurezas por un mecanismo de difusión en fase sólida, cuya velocidad - variable con la temperatura - regularía la posibilidad de re-formación del fenómeno de yield point.

El desarrollo teórico completo de estos problemas exige una argumentación extensa y un complicado aparato matemático. En los libros citados al principio de este Apéndice se puede hallar, como hemos dicho, una información completa.



APENDICE 2

METODOS ANALITICOS EMPLEADOS

## METODOS ANALITICOS EMPLEADOS

### Determinación de Fe en Zn

Se pesan aproximadamente 3 gr. de muestra, se disuelven con ácido clorhídrico y unas gotas de ácido nítrico, se hierve hasta casi sequedad, se diluye con agua, se le agrega solución de hidróxido de amonio hasta redissolver el zinc, se hierve ligeramente, se filtra, se disuelve el precipitado de hidróxido férrico con ácido nítrico, se diluye, se le agrega sulfocianuro de potasio y la coloración desarrollada se determina con un fotocolorímetro.

### Determinación de Cu, Pb y Cd en Zn

Se disuelve aproximadamente 1 gr. de muestra en ácido clorhídrico y, una vez que ha cesado el ataque, se agrega ácido nítrico hasta disolución completa. Evaporar hasta consistencia siruposa, enfriar, diluir con agua, transferir a un matraz de 25 ml aforado, agregar 3,5 ml de ácido clorhídrico, agregarle solución al 0,2% de gelatina y de 2 M de clorhidrato de hidroxilamina, agitar, enrasar, Se transvasa a la célula polarográfica, se desgasifica con una corriente de nitrógeno y se determinan los tres elementos polarográficamente.

Determinación de Al en Zn  
-----

Se pesan 0,5 gr. de zinc, se disuelve con ácido clorhídrico, se evapora casi a sequedad y después se diluye en un matraz aforado a 50 ml.

5 ml. de esta solución se les agrega ácido tioglicólico y se diluye a 25 ml. Se agrega 4 cm<sup>3</sup> de una solución de aluminon en buffer acético-acetato de amonio.

La coloración desarrollada se determina con un espectrofotómetro a una longitud de onda de 546 .

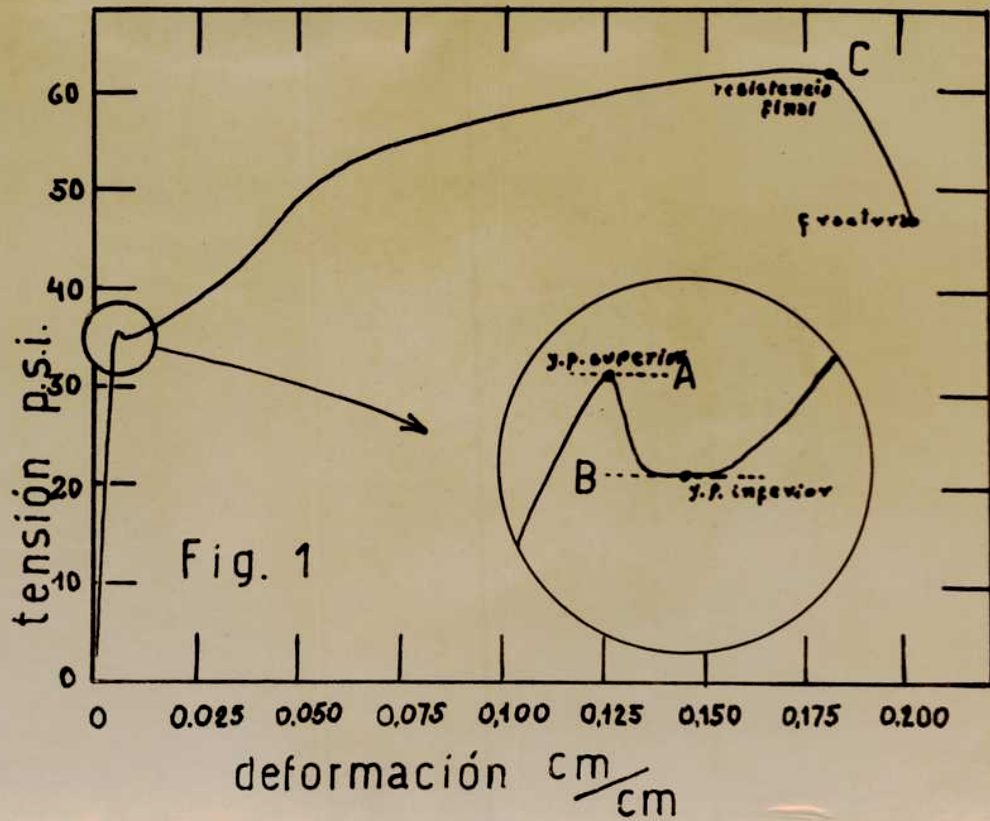


FIG 1 Gráfico de tracción de acero dulce

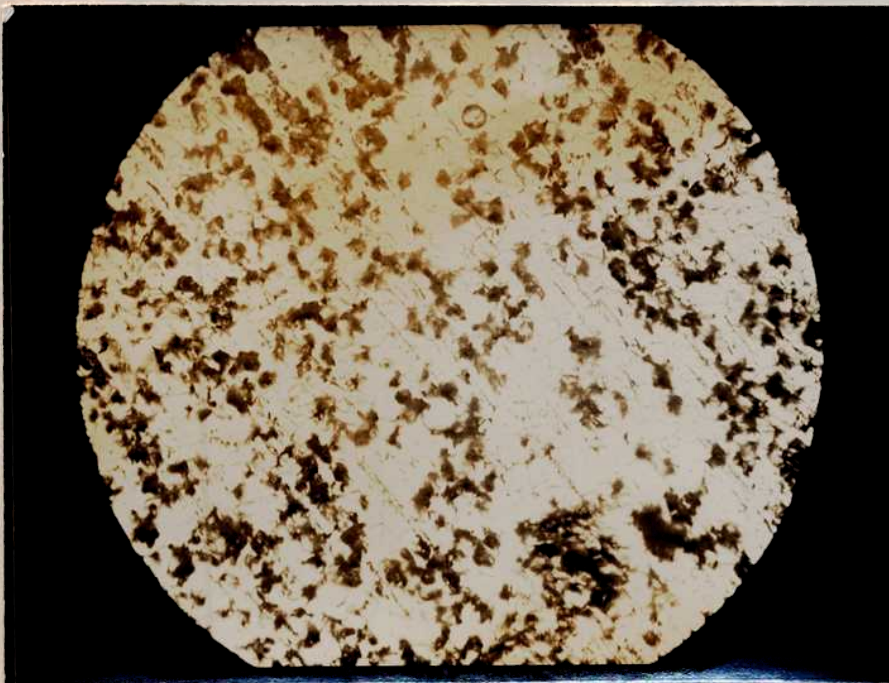


FIG. 3 Foto-micrografía Exp. 1



FIG.2-a Cinta donde se puede apreciar el defecto aparecido al ser cilindrada.

FIG. 2-b Bandas de Lüder en probeta traccionada

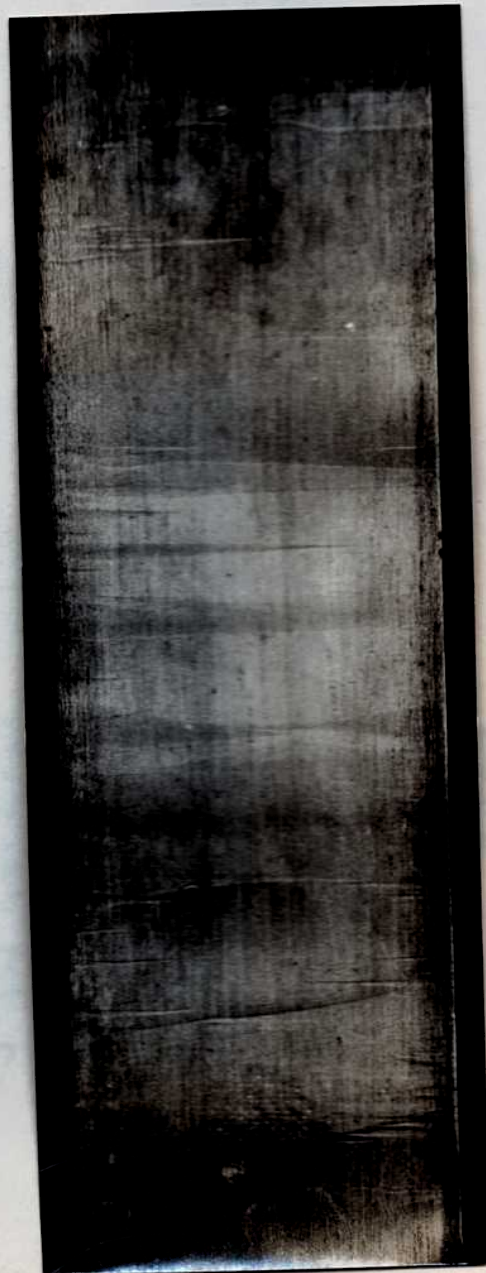




FIG.21  
Horno de  
fundición



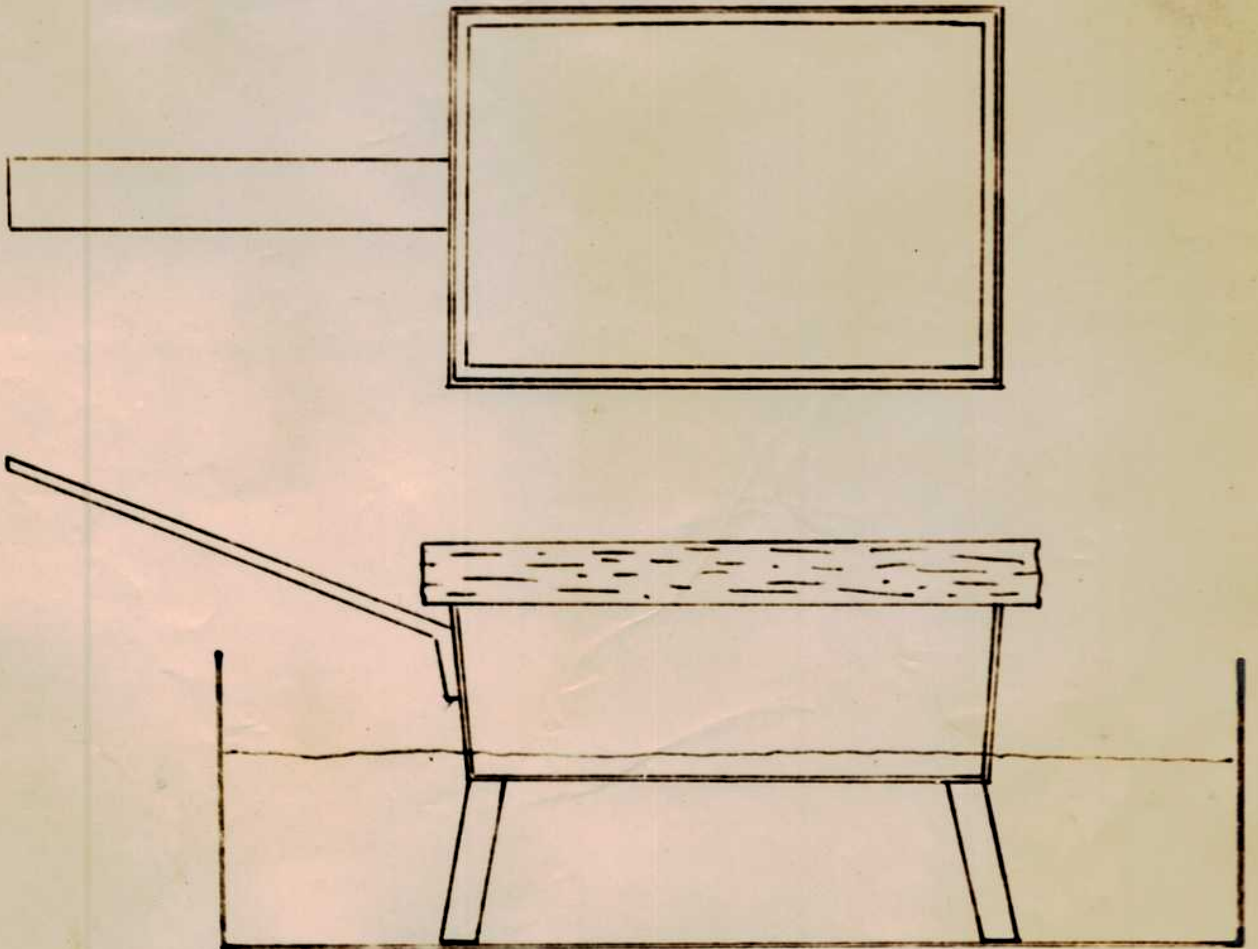
FIG.25  
Laminadora



FIG. 26  
Máquina de  
ensayos  
mecánicos

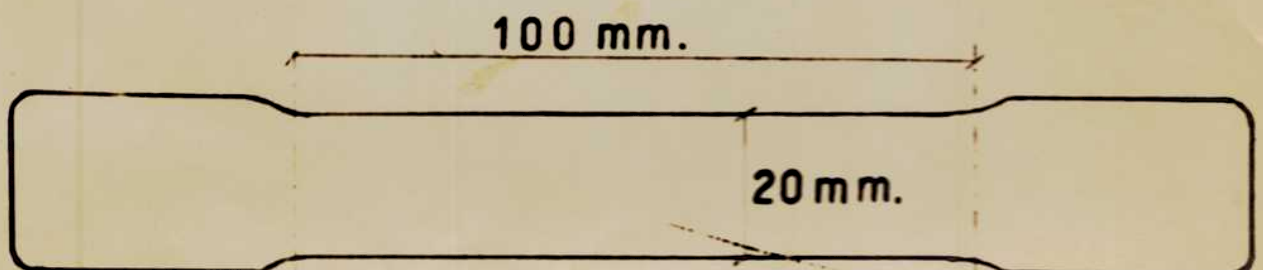
Lingotera

FIG. 22  
escala 1:1



Probeta para ensayo de tracción

FIG. 27  
escala 1:1



Agradezco al Dr. Horacio J. Margheritis por la colaboración prestada, lo mismo que al profesor Jorge A. Sábato y a todos los miembros del laboratorio de la firma Guillermo Decker S.A., donde realizamos la mayor parte de este trabajo.

Buenos Aires, Agosto de 1957.



Horacio J. Destailats



## B I B L I O G R A F I A

---

- (1) Metals Handbook, American Society for Metals, Cleveland 1948/55 ed.
- (2) J. R. Low and M. Gensamer. "Ageing and the Yield Point in Deep Drawing Steel Sheets". STEEL PROCESSING, 30, 92, 1944
- (4) C. A. Edwards, D. L. Phillips and H. N. Jones. "The influence of especial elements upon the strain ageing and yield point characteristics of low carbon steel". J. IRON AND STEEL INST. London, 142, 199 (1940)
- (3) Wulff, Taylor and Shaler, "Metallurgy for Engineers", USA, 1952.
- (5) J. L. Snoek. "Effect of Small Quantities of C and N on the Elastic and Plastic Properties of Iron". PHYSICA, 8, 711/33
- (6) J. R. Low and M. Gensamer. "Ageing and the Yield Point in Steel". Am.Inst.Min.Met.Engrs., Techn.Publ. N° 1644, 36 p. (1943).
- (7) A. H. Cottrell, "Symposium on Plastic Deformation of Crystalline Solids", Pittsburgh, 1950 (M.A., Vol. 29, 1953).
- (8) Hiroshi Fujita y Gengiro Mina. "Rate of Loading and Deformation", NIPPON KUYOKU GAKAI (19/8), 490, (1955).
- (9) S. C. Kuczynski and M. Doyama. "Variation of the Yield Point with the Temperature in AlCu<sub>3</sub>". ACTA MET., 415, 3/4, (1955).
- (10) A. N. Stronch. "Brittle Fracture and Yielding". PHIL. MAG., 46 (380) 968 (1955-VII).
- (11) H. C. Rogers. "The Influence of Hydrogen on the Yield Point of Iron". ACTA METALURGICA, 4/2-114 (1956).
- (12) W. P. Wallace and R. H. Wallace. "Ageing and Yield Point of Beryllium". LIGHT METAL AGE, 13 (11/12) 13-33 (1955)
- (13) W. Justusson, V. F. Zackay and E. R. Morgan. "The Mechanical Properties of Iron-Aluminium Alloys". TRANS. AMER. SOC. METALS, 49, 36 (1956).

BIBLIOGRAFIA (cont.)

- (14) P. Túry y S. Krausz. NATURE, 138, 331 (1936).
- (15) R. Y. Stokes and A. H. Cottrell. "Work Softening in Aluminium Crystals". ACTA METALLURGICA, 2 (2), 341 (1954)
- (16) A. H. Cottrell and R. Y. Stokes. "Effect of Temperature on the Plastic Properties of Aluminium". PROC. ROY. SOC., 233 (1192) 17-34 (1955-A)
- (17) R. F. Carreker. "Tensile Deformation of Germanium Single Crystals" TRANS. AMER. INST. MIN. MET. ENGRS., 206/2, 111-13, (1956).
- (18) C. L. Smith. NATURE, 160, 466 (1947)
- (19) A. H. Cottrell and D. F. Gibbons. NATURE, 162, 488 (1948)
- (20) E. Crowan. ZEIT. PHYS., 89, 634 (1934).
- (21) Ardley y Cottrell. "Yield Points in Brass Crystals".
- (22) Wain y Cottrell. PROC. PHYS. SOC. B, 63, 339 (1950)
- (23) G. H. Kehl. "Fundamentos de la práctica metalográfica", Buenos Aires, 1954.
- (24) A. H. Cottrells. "Dislocation and Plastic Flow in Crystals" Oxford, 1953.
- (25) R. A. Beaumont. "Mechanical Testing of Metallic Materials (with Special Reference to Proof Stress)". Sir Isaac Pitman and Sons, London, 3a. ed., 1944.
- (26) Brick and Phillips. "Structure and Properties of Alloys".
- (27) Bragg and Nye. PROC. ROY. SOC., A-190, 474 (1947).

*H. y M. Margherita*

*M. Pittella*