

# Comportamiento superplástico de una aleación AZ61 procesada por extrusión en canal angular\*

M. Eddahbi\*\* y O.A. Ruano\*\*

## Resumen

En este trabajo se estudia el comportamiento superplástico, tanto mecánico como microestructural, de una aleación de base magnesio AZ61 procesada por extrusión en canal angular (ECA). Las observaciones microscópicas revelaron que la microestructura después de ECA es muy homogénea y el tamaño de grano es de aproximadamente 5  $\mu\text{m}$ . El material extruido, comparado con el material laminado, muestra buenas propiedades mecánicas. El exponente de la sensibilidad a la velocidad de deformación, a 250 °C, es próximo a 0,5 en el intervalo de velocidades entre  $10^{-4}$  y  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  y el máximo alargamiento obtenido es de 250 %. La microestructura permanece muy homogénea y estable durante la deformación superplástica. Además, las curvas de tensión deformación muestran un importante endurecimiento que, en este caso, no se puede atribuir únicamente al crecimiento dinámico de grano.

## Palabras clave

Superplasticidad. Deformación severa. Aleaciones de magnesio. Microestructura.

# Superplastic behaviour of an AZ61 alloy processed by equal channel angular extrusion

## Abstract

This study is concerned with microstructural and mechanical characterization of the superplastic behaviour of a magnesium base AZ61 alloy processed by equal channel angular extrusion (ECA). Microscopic examinations showed that the microstructure after ECA was homogeneous and the grain size was about 5  $\mu\text{m}$ . The extruded material showed better mechanical properties than the rolled material. The strain rate sensitivity exponent, at 250 °C, was 0.5 at strain rates ranging from  $10^{-4}$  to  $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Under these conditions, the maximum elongation obtained was 250 % and the microstructure remained homogeneous and stable. Furthermore, the stress strain curves showed strong strain hardening which was not attributed exclusively to dynamic grain growth.

## Keywords

Superplasticity. Severe plastic deformation. Magnesium alloys. Microstructure.

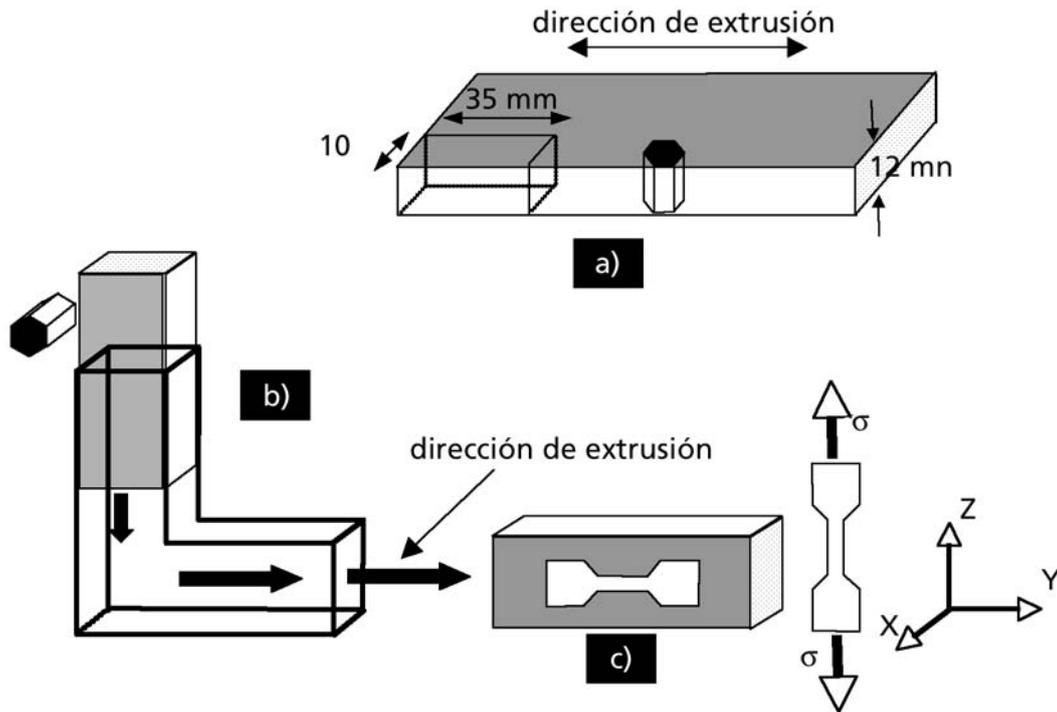
## 1. INTRODUCCIÓN

El desarrollo de aleaciones ligeras, principalmente las de base aluminio y magnesio, tiene un gran interés tanto científico como industrial. En particular, debido a que los productos desarrollados con alea-

ciones de magnesio se fabrican principalmente mediante moldeo, el conformado superplástico abre grandes expectativas para la fabricación de piezas complejas. Se ha demostrado que es posible conseguir, a elevadas temperaturas, comportamiento superplástico y elevada resistencia a la fluencia, sin

\* Trabajo recibido el día 28 de junio de 2005 y aceptado en su forma final el día 10 de enero de 2006.

\*\* Departamento de Metalurgia Física, Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas, CSIC, Avda. de Gregorio del Amo, 8, 28040 Madrid.



**Figura 1.** a) Estado de la chapa inicial y orientación de las muestras empleadas para el proceso de ECA, b) Esquema del sistema ECA y c) Orientación de las muestras para ensayos mecánicos.

Figure 1. a) The as-received sheet and orientation of samples used for ECA process, b) ECA system and c) Orientation of samples for mechanical testing.

más que procesar la microestructura adecuadamente<sup>[1 y 2]</sup>. Dichas propiedades se consiguen, generalmente, mediante aplicación de procesos termomecánicos para obtener un tamaño de grano fino, menor de 10  $\mu\text{m}$ , e introducción de dispersoides o segundas fases que establezcan la microestructura a elevadas temperaturas<sup>[3-5]</sup>. Estos procesos termomecánicos consisten, básicamente, en deformar el material por laminación o extrusión en caliente. Con ello, se logra, por el mecanismo de recristalización dinámica, afinar la microestructura y obtener tamaños de grano de unas 2  $\mu\text{m}$ . De esta forma, se ha logrado mejorar las propiedades superplásticas de las aleaciones de magnesio, especialmente las de base magnesio-aluminio<sup>[6 y 7]</sup>.

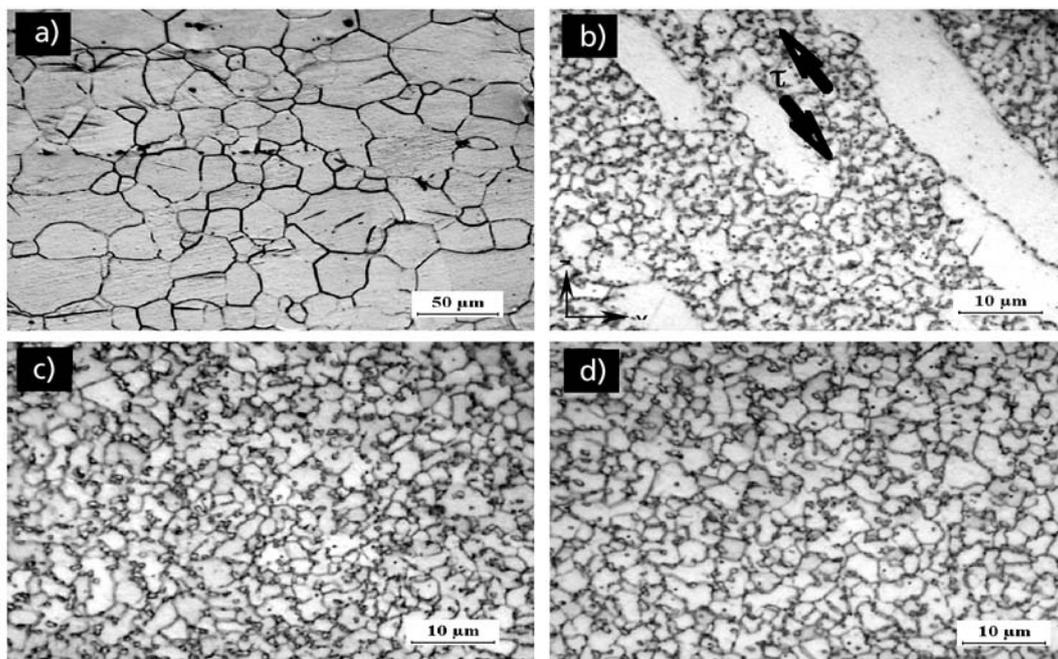
En estas aleaciones superplásticas, se está investigando actualmente la manera de optimizar las condiciones del conformado superplástico, como por ejemplo bajando la temperatura y/o aumentando la velocidad de deformación de la conformación superplástica<sup>[8]</sup>. Dado que el afino de tamaño de grano es un factor clave para conseguir propiedades superplásticas, se está analizando, también, la aplicación de nuevas rutas de conformado que permitan obtener microestructuras aún más finas<sup>[9 y 10]</sup>. Entre estas rutas, la extrusión en canal angular, ECA, está

teniendo un gran impacto en la comunidad científica internacional<sup>[11-13]</sup>.

En este trabajo se determinarán, en primer lugar, las condiciones óptimas para lograr una microestructura de grano fino por ECA. En segundo lugar, se estudiará el comportamiento superplástico de estas microestructuras. Finalmente, se compararán los resultados obtenidos con los de la bibliografía.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El material se ha recibido en forma de chapa extruida de una aleación Mg-6 % Al-1 % Zn, de 12 mm de espesor. Se mecanizaron muestras de 10 x 10 mm<sup>2</sup> de sección y 45 mm de longitud para el procesamiento por ECA tal como se describe en la figura 1a. Previamente al procesamiento por ECA, se sometieron las muestras a un tratamiento de solubilización a 380 °C durante 12 h. Es importante remarcar que los tratamientos de solubilización de las aleaciones Mg-Al-Zn, en general, deben seguir una cierta secuencia para evitar la disolución de la fase eutéctica (Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>) y, por tanto, la formación de poros y cavidades. En este estudio, la primera fase de solubilización de la aleación Mg-6 % Al-1 % Zn consiste en alcanzar, en aproximadamente 1 h, la temperatura



**Figura 2.** Microestructuras de la aleación AZ61: a) Homogeneizada a 380°C/12h, b) ECA, N=1, c) ECA, N=4 y d) ECA, N=8.

*Figure 2. Microstructures of the AZ61 alloy: a) Homogenized at 380°C/12h, b) ECA, N=1, c) ECA, N=4 and d) ECA, N=8.*

de 260 °C, a la cual se mantiene el tratamiento térmico durante 30 min. A continuación, se lleva la temperatura del horno a la temperatura de solubilización de 380 °C, en un tiempo de 2 h. Una vez estabilizada dicha temperatura, se mantiene el material durante 12 h. Finalmente, las muestras se templean en agua.

La técnica ECA empleada en este trabajo se ha descrito anteriormente con detalle<sup>[14 y 15]</sup>. Esta técnica consiste en presionar con un pistón una muestra de un material a través de una matriz que contiene dos canales que se juntan en ángulo (Fig. 1). La deformación que sufre el material durante ECA resulta, principalmente, de cizalla a lo largo de una dirección que forma 45 ° con el eje de extrusión (eje Y, en la figura 1c). En teoría, una sola pasada por ECA puede proporcionar una deformación equivalente del orden de 1 y se obtiene una deformación óptima cuando el ángulo entre los dos canales es de 90 ° (caso de la figura 1b). Entre las diferentes rutas establecidas para deformar el material por ECA se ha escogido la ruta B<sub>A</sub><sup>[16]</sup>. Esta ruta consiste en rotar la muestra alternativamente +90 ° y -90 ° en el sentido de las agujas y contrariamente a las agujas del reloj, respectivamente.

Se suelen emplear canales de sección circular y cuadrada. En este trabajo, se ha empleado este último tipo de canal con una sección de 10 x 10 mm<sup>2</sup>. Al inicio de cada ensayo y entre pasadas, se lubricaron con pasta de grafito tanto la muestra como el canal de entrada. El procesado por ECA se llevó a

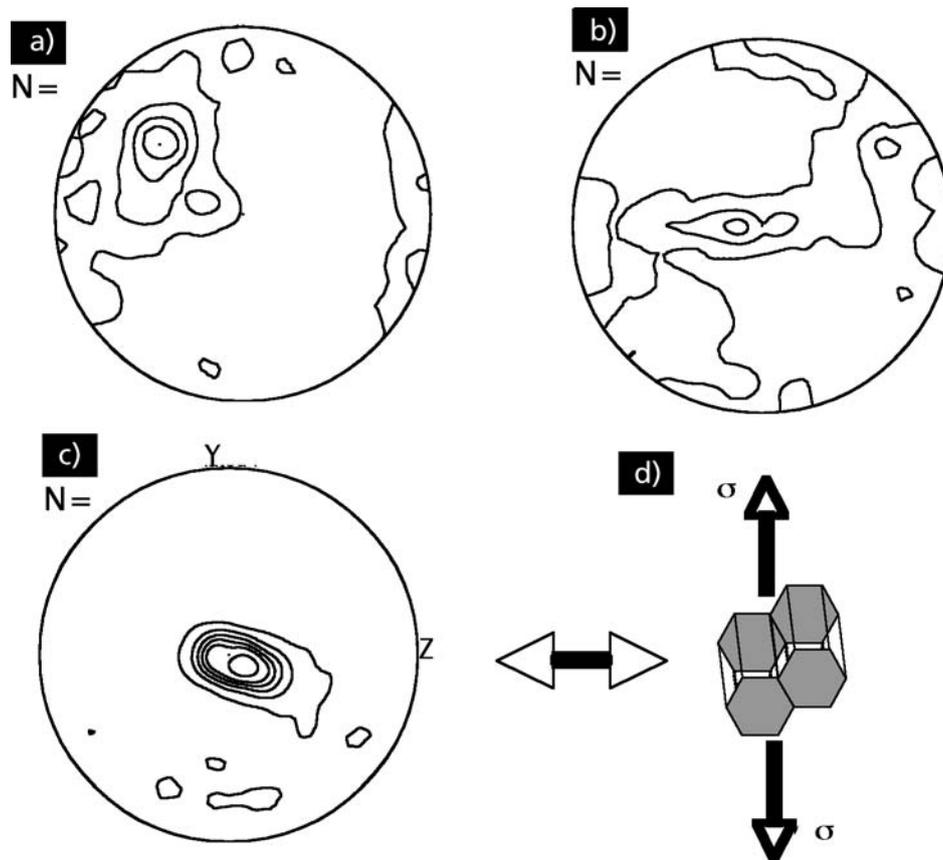
cabo a una temperatura de 250 °C y velocidad de máquina constante de 5 mm·min<sup>-1</sup> que es equivalente a una velocidad de deformación de 2,4·10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>. Se obtuvieron muestras deformadas por medio de diferentes pasadas, cuyo número, N, estuvo comprendido entre 1 y 8.

Para la caracterización mecánica se prepararon muestras de tracción, de tal manera que el eje de tracción fue paralelo al eje de extrusión (Y, en la figura 1c). Hay que hacer notar que los ejes Y y Z están contenidos en el plano longitudinal de la muestra procesada por ECA. La caracterización microestructural se realizó principalmente con el microscopio óptico (MO). Las medidas de textura se realizaron mediante el análisis de rayos X en el modo de reflexión de Schulz empleando un difractómetro SIEMENS con goniómetro, cátodo de CuK<sub>α</sub> y filtro de radiación β.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1. Microestructura después de ECA

La figura 2 muestra la microestructura en el plano longitudinal (plano YZ, en la figura 1c) de la aleación AZ61 después del procesado por ECA para tres deformaciones diferentes con N=1, 4 y 8. Se incluye también, en la figura 2a, la microestructura inicial antes del procesado por ECA, que corresponde al



**Figura 3.** Figuras de polos (0002) de la aleación AZ61 procesada por ECA: a) N=1, b) N=4, c) N=8 y d) Orientación del plano basal respecto al eje de tracción para N=8.

*Figure 3.* (0002) poles figures of the AZ61 alloy processed by ECA: a) N=1, b) N=4, c) N=8 and d) Orientation of the basal plane respect to the tensile axis for N=8.

material homogeneizado a 380 °C/12 h. Se observa un grano inicial grueso de aproximadamente 50  $\mu$ m. Por otro lado, se descarta la presencia de partículas de segunda fase  $Mg_{17}Al_{12}$ , debido a que en el tratamiento aplicado habrán pasado a solución sólida. Así, pues, es de esperar que se produzca la precipitación de dichas partículas durante la deformación bajo las condiciones experimentales empleadas en el procesado por ECA. Es importante notar que las marcas en forma de agujas que se observan dentro de algunos granos de la figura 2a son trazas de maclas que se han generado en la superficie como consecuencia del pulido.

Para una pasada por ECA (N=1) se observa que la microestructura dada en la figura 2b está parcialmente recrystalizada. En las zonas recrystalizadas se observa la formación de nuevos (sub)granos que encierran una fina precipitación que, de acuerdo con los diagramas de fases deberían ser de  $Mg_{17}Al_{12}$ . Estos precipitados se localizan, mayoritariamente, en las (sub)fronteras. Se adopta la nomenclatura de

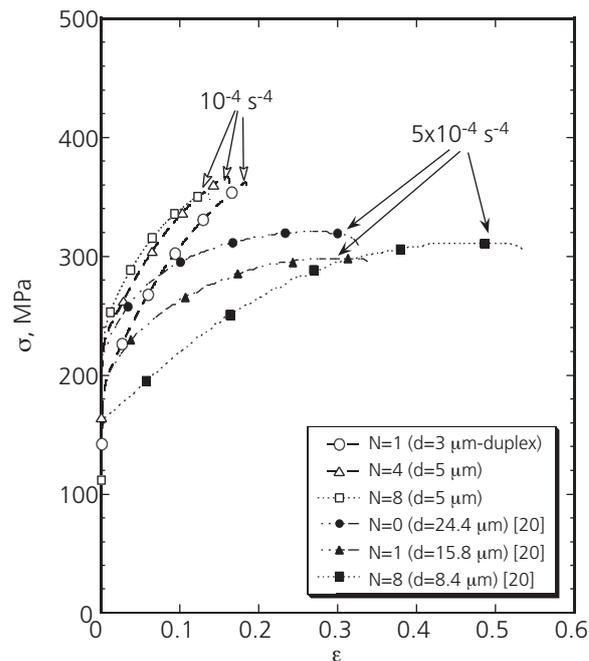
(sub)fronteras para incluir, a la vez, las estructuras de frontera de bajo y alto ángulo ya que no se ha medido el ángulo de desorientación entre (sub)granos. Las zonas blancas de la figura corresponden a los granos originales que no han sido recrystalizados durante ECA. Éstos están orientados en la dirección de cizalla, aproximadamente a 45 ° respecto a la dirección de extrusión (eje Y, en la figura 1c). Es importante hacer notar que estas zonas blancas están completamente libres de granos recrystalizados y de precipitados de  $Mg_{17}Al_{12}$ . Esto lleva a pensar que la recrystalización durante la extrusión ocurre desde el borde (manto) hacia el centro (núcleo) del grano original como resultado de los procesos de deformación y precipitación que se producen a la vez. Consecuentemente, esto indicaría que el tamaño de (sub)grano final estaría definido por la distribución de las partículas  $Mg_{17}Al_{12}$ . Es decir, por la distancia entre ellas. Actualmente, se están llevando a cabo ensayos y observaciones microscópicas para determinar el orden de aparición de ambos procesos

de precipitación y recrystalización y del mecanismo de fragmentación del grano inicial.

Por otro lado, se observa que la recrystalización total del material se produce entre las pasadas  $N=2$  y  $N=4$  y la fragmentación durante el proceso ECA es casi total para  $N=2$ . En estas condiciones, la microestructura global es homogénea con una precipitación fina de  $Mg_{17}Al_{12}$ . En la figura 2c se muestra la microestructura para  $N=4$ . Se observa que la microestructura está totalmente recrystalizada. No obstante, las (sub)fronteras de (sub)grano están curvadas de forma irregular. Se sugiere que para una pasada,  $N=1$ , la microestructura puede considerarse como una estructura muy deformada de (sub)granos y/o celdas, conteniendo el material una considerable fracción en volumen de fronteras de bajo ángulo. Consecuentemente, a medida que el número de pasadas aumenta de  $N=2$  a  $N=8$  es de esperar que el ángulo de desorientación aumente por incorporación de dislocaciones en las (sub)fronteras y/o paredes de las celdas. La microestructura se transforma, pues, durante la extrusión, de una estructura de (sub)granos con fronteras de bajo ángulo a otra estructura con fronteras de gran ángulo, sin cambio apreciable en el tamaño de (sub)grano<sup>[17]</sup>. Esta evolución microestructural es típica de la recrystalización continua. Efectivamente, para  $N=8$  pasadas, que corresponde a una deformación equivalente a  $\phi=8$ , se revelan, claramente, las fronteras de grano tal como ilustra la figura 2c. El tamaño de grano es pequeño, del orden de  $5 \mu m$ , y es de esperar que el material muestre, bajo ciertas condiciones de temperatura y velocidad de deformación, un comportamiento superplástico.

La figura 3 muestra la figura de polos (0002) correspondientes a  $N=1$ ,  $N=4$  y  $N=8$  del material deformado por ECA. Es importante recordar que todas las muestras extruidas han sido introducidas en el canal de extrusión de modo que el plano basal fuese paralelo al plano (YZ), tal como indica la posición del hexágono de la figura 1b.

Asimismo, las texturas han sido determinadas en el mismo plano (YZ). Es de hacer notar que la textura del material homogeneizado a  $380^\circ C/12 h$  es basal, con el plano (0002) paralelo al plano de extrusión, tal como ilustra la posición del hexágono en la figura 1a. Se observa en la figura 3<sup>a</sup>, para  $N=1$ , que la textura ha dejado de ser basal. Los granos rotan en el plano de cizalla que está a  $45^\circ$  respecto al eje Y (Fig. 2). Esta textura es similar a la obtenida en ciertas aleaciones de magnesio deformadas por ECA<sup>[18 y 19]</sup>. Para  $N=4$ , la textura tiende a ser basal como se observa en la figura 3b, pero su intensidad es débil, por lo que, prácticamente, se la puede considerar como una textura al azar. En contraste, para  $N=8$  (Fig. 3c), se aprecia, aunque ligeramente desviada, la formación de la textura



**Figura 4.** Curvas de tensión real en función de la deformación real a temperatura ambiente para  $N=1$ ,  $N=4$  y  $N=8$ . Comparación con ensayos de Kim *et al.*

Figure 4. True stress as a function of true strain curves at room temperature for  $N=1$ ,  $N=4$  and  $N=8$ . Comparison with tests of Kim *et al.*

basal relativamente intensa, en la cual el plano (0002) es paralelo al plano (YZ). En la figura 3d se ilustra esquemáticamente la posición de los planos basales después de 8 pasadas.

### 3.2. Propiedades mecánicas a temperatura ambiente

La figura 4 muestra curvas de tensión real en función de la deformación real a temperatura ambiente, a  $10^{-4} s^{-1}$ , de la aleación AZ61 procesada por ECA mediante diferentes pasadas. Las curvas muestran un endurecimiento muy fuerte, no observado habitualmente en aleaciones de magnesio. En la misma figura se incluye, para una comparación, los resultados de Kim *et al.*<sup>[20]</sup> obtenidos en la misma aleación procesada también por ECA y deformada a temperatura ambiente a  $5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ .

Antes de proceder a comparar ambos resultados, en primer lugar, se describirán los resultados obtenidos. Se observa que, para  $N=1$ , el límite elástico ( $\sigma_y$ ) y la resistencia máxima a la tracción ( $R_m$ ) son de 180 y 360 MPa, respectivamente, mientras que, para  $N=8$ , el límite elástico aumenta notablemente y pasa a ser de 235 MPa. Este resultado era de esperar ya que, inicialmente, las microestructuras para  $N=1$  y 8

son diferentes tal como se ha descrito anteriormente en las figuras 2b y 2d. Para N=8 la microestructura está totalmente recrystalizada y tiene un tamaño de grano fino (5  $\mu\text{m}$ ). No obstante, en el caso de N=1, la precipitación de  $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  y la recrystalización son parciales. La resistencia a la tracción y el alargamiento son muy parecidos en ambos casos, de 360 MPa y 15 %, respectivamente. Asimismo, se observa que los materiales extruidos para N=4 y N=8 muestran el mismo comportamiento a la tracción. Esto confirma, en cierto modo, la similitud de las microestructuras obtenidas por ECA, tal como se puede observar en las figuras 2c y 2d. Ambas curvas muestran una resistencia a la tracción mayor que la correspondiente al caso N=1.

Para N=8, los granos tienen el plano basal {0002} paralelo al plano longitudinal, es decir, al eje de tracción (Fig. 3c). Ello podría, explicar, en una primera aproximación, la buena resistencia a la tracción que manifiesta el material, comparado con el caso de N=1 por el cual el deslizamiento basal es favorable. Es de esperar que los granos tiendan a reorientarse durante la deformación hacia un estado que favorecerá la activación del deslizamiento basal. Pero, al parecer, esto se encuentra frenado y lleva a la fractura prematura del material. Además de la textura, la diferencia en resistencia entre los casos N=8 y N=1 puede deberse, también, a las diferentes microestructuras que resultan del procesado por ECA. Es difícil, por tanto, deducir cuál de los parámetros, el tamaño de grano o la textura, es el causante de la resistencia a la tracción de la aleación AZ61 procesada por ECA. Sin embargo, se ha observado que el tamaño de grano y la resistencia a la tracción para N=4 y N=8 son similares mientras que las texturas son diferentes, al azar en el primer caso y basal en el otro. Ello lleva a concluir que la textura no influye en la resistencia a la tracción de la aleación.

Por otro lado, la poca ductilidad que presenta el material tratado en este trabajo se debe, probablemente, a la concentración de tensiones que existen tras el procesado por ECA. Inevitablemente, estas heterogeneidades se forman en materiales que manifiestan pocos sistemas de deslizamiento como es el caso de las aleaciones de base magnesio. Su formación se suele atribuir a la orientación entre granos vecinos. Es decir, a la microtextura local del material. Sin embargo, estas tensiones pueden ser mayores cuando se trata de una deformación tan compleja como la del procesado por ECA. Dichas heterogeneidades estructurales han sido consideradas para explicar la rotura a temperatura ambiente en una aleación de AZ31 procesada por ECA [21]. En el material AZ61 estudiado en este trabajo, se ha observado que las fronteras de grano que resultan del procesado por ECA son mayoritariamente irregu-

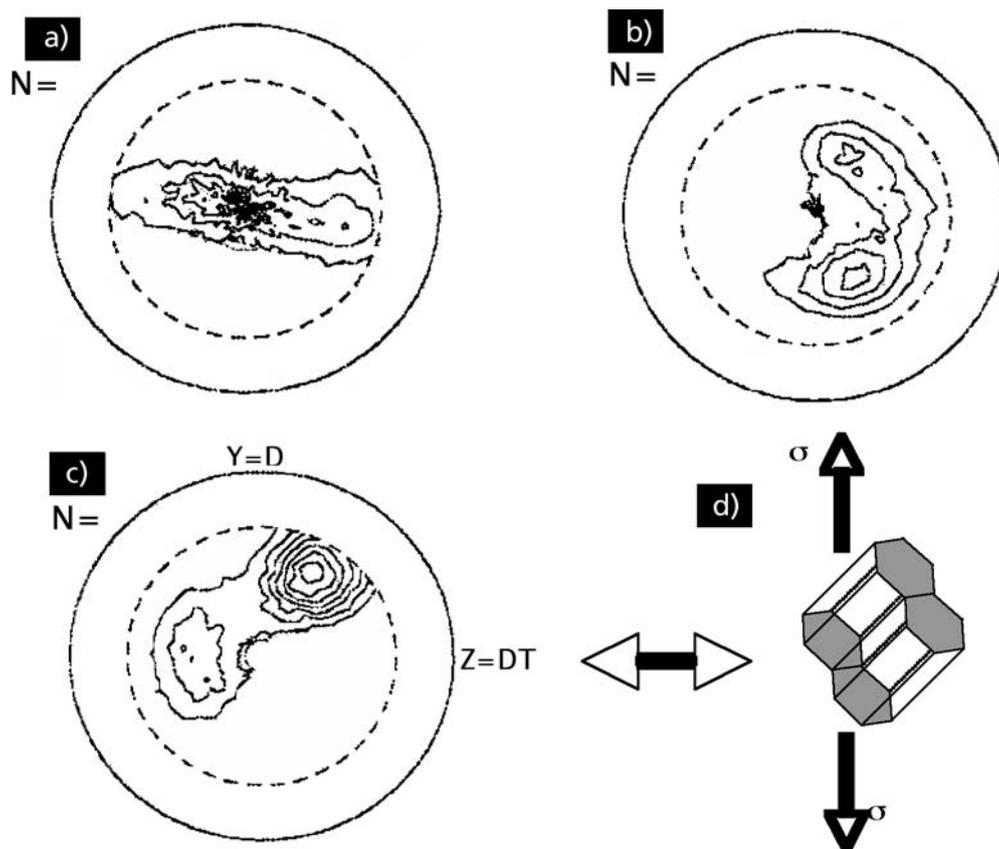
lares, muy curvadas y/o onduladas como se puede observar en figura 2. Estas FG son obstáculos para la deformación lo que llevaría a una concentración de tensiones local y por tanto a la fractura prematura del material.

### 3.3. Comparación con datos de la bibliografía

La figura 4 muestra también los resultados obtenidos por Kim *et al.* [20]. Se observa que las curvas de tracción obtenidas en este trabajo se sitúan por encima de las curvas de Kim *et al.* Además, a diferencia del alargamiento a rotura, los valores de  $\sigma_y$  y  $R_m$  son superiores a los obtenidos por Kim *et al.* En realidad, hubiera sido suficiente optar por una sola pasada para desarrollar una microestructura que presentase una resistencia a la tracción superior a la del material obtenido por extrusión convencional de Kim *et al.* (N=0 en figura 4). Además, en el presente trabajo, se ha logrado reducir el grano inicial en un factor 10, es decir, de  $d_o=50 \mu\text{m}$  a  $d_f=5 \mu\text{m}$ , mientras que la disminución en el caso de Kim *et al.* fue de  $d_o=24,4 \mu\text{m}$  a  $d_f=8,4 \mu\text{m}$ , o sea, solo un factor 3.

Asimismo, y contrariamente a los resultados del presente estudio, se destaca de las curvas de Kim que el límite elástico (resistencia a la tracción) para N=8 es inferior al obtenido para N=0 y 1 pese a que el tamaño de grano es de aproximadamente 3 y 2 veces menor, respectivamente. Análogos resultados fueron obtenidos en una aleación AZ31 [21 y 22]. Estos resultados son de extrañar ya que no rige la ley Hall-Petch que otorga al material mayor resistencia cuanto menor es su tamaño de grano. Esto se interpretó introduciendo el valor del factor de Schmid de los sistemas de deslizamiento que operaron durante la deformación. Es decir, se sugirió un ablandamiento por textura. Volviendo a la figura 4, se observa que el material después de 8 pasadas manifiesta un alargamiento a rotura (55 %) mucho mayor que el obtenido en nuestro caso para N=1 y 4 (15 %). Además, la curva muestra también un endurecimiento muy notable pero inferior al observado en el presente trabajo. Kim *et al.* interpretaron dichos resultados basándose en el análisis de texturas. Por ello, se ha creído conveniente presentar en la figura 5 las figuras de polos (0002) para N=1, 4 y 8 de las muestras de Kim *et al.* de la figura 4. Es de notar que las texturas han sido obtenidas en el plano longitudinal, definido por la dirección de extrusión (DE) y la dirección transversal (DT), que es el mismo plano empleado para el cálculo de las texturas en el presente estudio (plano YZ).

A primera vista, se destaca que esta textura es diferente a la dada previamente en la figura 3, obte-



**Figura 5.** Figuras de polos (0002) de la aleación AZ61 procesada por ECA por Kim y col.: a)  $N=1$ , b)  $N=4$ , c)  $N=8$  y d) Orientación del plano basal respecto al eje de tracción<sup>[20]</sup>.

Figure 5. (0002) poles figures of the AZ61 processed by ECA by Kim et al.: a)  $N=1$ , b)  $N=4$ , c)  $N=8$  and d) Orientation of the basal plane respect to the tensile axis<sup>[20]</sup>.

nida en el presente trabajo. Especialmente, se observa que, en el caso de  $N=8$ , el plano basal está localizado a  $70^\circ$  del eje X (DN) y a  $25^\circ$  del eje Y (DE)<sup>[23]</sup>. La posición de los planos, en este caso, es muy favorable para que el deslizamiento basal opere y el material se deforme fácilmente. Se observó que, al cabo de 8 pasadas por ECA, la intensidad de la textura aumenta notablemente, lo que indica que la fracción en volumen de los granos orientados favorablemente para el deslizamiento basal es mayor que la asociada al caso de  $N=1$  y 4. Esto, en teoría, debería explicar el mayor alargamiento observado por Kim *et al.* Aún así, se sugiere que el deslizamiento basal no puede llevar a tal alargamiento y que, al menos, dos sistemas de deslizamiento prismáticos deberían activarse ya que su factor de Schmid es elevado después de 8 pasadas. De igual modo, el endurecimiento observado hay que atribuirlo a la activación de dos o más sistemas de deslizamiento.

Como consecuencia de los bajos valores de la tensión obtenidos por Kim *et al.*, estos autores laminaron el material después de ECA para obtener una

textura basal muy intensa, de modo que mayoritariamente habría más planos (0002) orientados adecuadamente para la deformación. Para simplificar, en las curvas de la figura 4, no se ha incluido la curva de tracción correspondiente al material procesado por ECA después de dicha laminación. Estos autores observaron que efectivamente  $\sigma_y$  aumentó de 160 a 280 MPa, valor que es ligeramente superior al obtenido en el presente trabajo (235 MPa). El valor de  $R_m$  aumenta ligeramente de 310 a 340 MPa, que es inferior al valor de 360 MPa obtenido por ellos. Sin embargo, el alargamiento a rotura disminuye drásticamente, de 55 % a 15 %.

Se concluye, por tanto, que Kim *et al.* aplicaron al material procesado por ECA otro proceso más de laminación para obtener una microestructura similar a la de la figura 2d, que es, exclusivamente, el resultado de ECA. No obstante, es de esperar que la resistencia de la aleación AZ61 mejore considerablemente si se somete la aleación a una deformación por laminación después del procesado por ECA.

Las discrepancias entre los resultados obtenidos en ambos trabajos se atribuyen a las diferencias en

estructura de grano y a las texturas que se forman tras el procesado por ECA. Esta estructura de grano, a su vez, depende fuertemente de las condiciones impuestas durante el procesado por ECA; básicamente, es función de la temperatura de extrusión y la ruta de procesado. Es necesario recordar que Kim *et al.* emplearon en el procesado por ECA muestras cilíndricas de 17 mm de diámetro y 100 mm de longitud y que éste se llevó a cabo a 275 °C a velocidad de máquina de 4 mm·s<sup>-1</sup>. En el presente caso se empleó la temperatura de 250 °C y una velocidad de 5 mm·min<sup>-1</sup> que es casi 60 veces menor. Por otro lado, ellos utilizaron la ruta B<sub>C</sub> que consiste en una rotación de la muestra, entre las pasadas, de 90 ° siempre en el mismo sentido, mientras que en este caso se eligió la ruta B<sub>A</sub>. En primera aproximación, cabe esperar que estas condiciones experimentales puedan dar lugar a diferentes microestructuras y comportamiento mecánico.

### 3.4. Deformación superplástica

#### 3.4.1. Sensibilidad a la velocidad de deformación y microestructura

La figura 6 muestra las curvas de  $\sigma$  en función de  $\epsilon$  para N=1 y N=8, de la aleación AZ61 procesada por ECA y deformada en tracción a 250 °C/10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup>. En el transcurso del ensayo de tracción se llevaron a cabo cambios en la velocidad de deformación, de 10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup> a 2·10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup>, para deformaciones comprendidas entre 50 y 70%. Ello permite estimar la evolución de la sensibilidad a la velocidad de deformación, m, con la deformación<sup>[24]</sup>. El valor del parámetro m permite obtener información sobre el mecanismo de deformación que controla la fluencia y se deduce de la ecuación fenomenológica siguiente que relaciona la velocidad de deformación con la tensión de fluencia.

$$\dot{\epsilon} = AD \left( \frac{b}{d} \right)^p \left( \frac{\sigma}{E} \right)^n$$

siendo:

$$m = \frac{1}{n} = \frac{\partial \ln(\sigma)}{\partial \ln(\dot{\epsilon})}$$

donde, A es una constante del material, D es el coeficiente de difusión, b es el vector de Burgers, d es el tamaño de grano, E es el módulo de Young, p es el exponente del tamaño de grano, n es el exponente de la tensión y m es el exponente de la sensibilidad

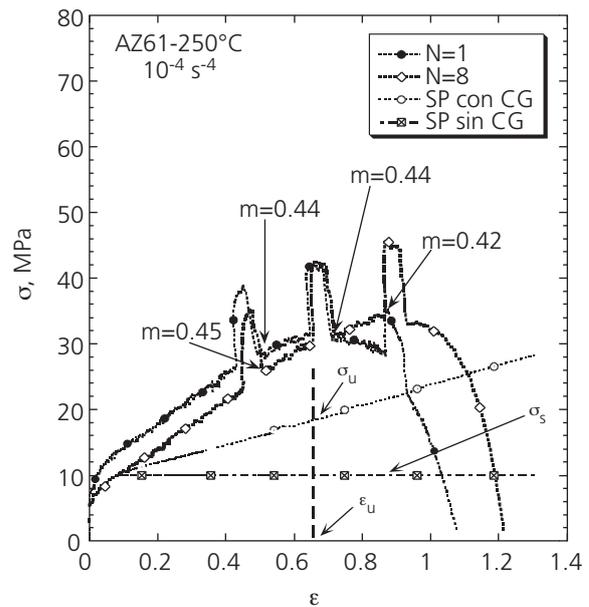


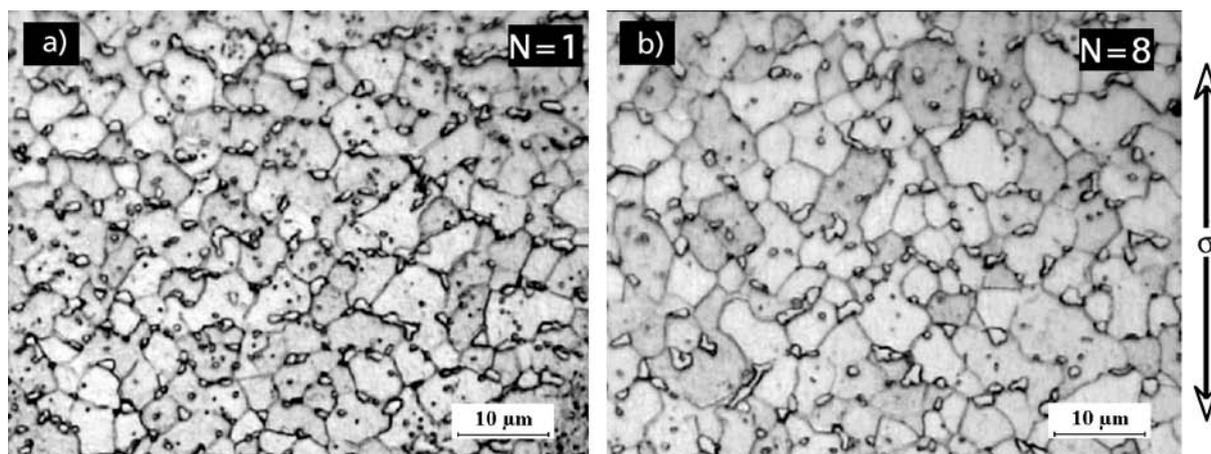
Figura 6. Curvas de tensión real en función de la deformación real a 250 °C/10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> para N=1 y N=8.

Figure 6. True stress as a function of true strain curves at 250 °C/10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> for N=1 and N=8.

La figura 6 muestra las curvas de  $\sigma$  en función de  $\epsilon$  para N=1 y N=8, de la aleación AZ61 procesada por ECA y deformada en tracción a 250 °C/10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup>. En el transcurso del ensayo de tracción se llevaron a cabo cambios en la velocidad de deformación, de 10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup> a 2·10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup>, para deformaciones comprendidas entre 50 y 70%. Ello permite estimar la evolución de la sensibilidad a la velocidad de deformación, m, con la deformación<sup>[24]</sup>. El valor del parámetro m permite obtener información sobre el mecanismo de deformación que controla la fluencia y se deduce de la ecuación fenomenológica siguiente que relaciona la velocidad de deformación con la tensión de fluencia.

En la figura 6 se observa que el valor aparente de m es constante durante la deformación y tiene un valor próximo a 0,5. Ello sugiere que para N=1 y 8 el proceso de deslizamiento de fronteras de grano (DFG) ocurre desde los primeros estados de deformación. En las figuras 7a y 7b se dan las microestructuras correspondientes a las muestras ensayadas a rotura a 250 °C/ 10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup> para N=1 y 8. Se observa que el grano en ambos casos es equiaxial y del orden de 8  $\mu$ m.

En el caso de N=1, la microestructura antes de empezar el ensayo de tracción es la que resulta tras una pasada por ECA (Fig. 2). Es evidente que esta microestructura no es favorable para el DFG ya que este mecanismo requiere una estructura de grano recrystalizado. Se sugiere, por tanto, que durante el primer estado de deformación en tracción, la microestructura se transforma hacia un estado de granos recrystalizados con FG de gran ángulo capaces de soportar el DFG. Por ello, es de esperar que los granos originales no recrystalizados durante la extrusión (zonas blancas en la figura 2) recrystalicen durante la tracción, dando lugar a nuevos (sub)granos. Sin



**Figura 7.** Microestructuras de la aleación AZ61 deformada a rotura a 250 °C/  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  correspondientes a las probetas de la Fig. 6: a) N=1 y b) N=8. Las flechas indican el eje de tracción.

Figure 7. Microstructures of AZ61 alloy deformed to failure at 250 °C/  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  corresponding to the samples tested in Fig. 6: a) N=1 and b) N=8. The arrows indicate the tensile axis.

embargo, ciertos granos originales no recrystalizan debido a que, probablemente, su orientación respecto al eje de tracción no es la favorable para que ello ocurra. En paralelo, en las zonas ya recrystalizadas es de esperar que tenga lugar en los (sub)granos una recrystalización continua, del mismo modo que ocurre en ciertas aleaciones de aluminio<sup>[25 y 26]</sup>.

Es de suponer que la sensibilidad a la velocidad de deformación,  $m$ , al inicio del ensayo de tracción correspondería al valor asociado al movimiento de dislocaciones,  $m=0,2$ . El valor calculado durante la deformación de  $m=0,42$  sugiere que la contribución del DFG aumenta con la deformación. Este fenómeno, en el caso de N=1, es análogo al proceso que ocurre en ciertas aleaciones superplásticas de base aluminio<sup>[27 y 28]</sup>. Inicialmente, estas aleaciones presentan una subestructura severamente deformada. No obstante, dicha estructura recrystaliza dinámicamente durante el primer estado de deformación (entre 0 y 70 %) y se transforma en una estructura favorable para el DFG. En el caso de N=8, el proceso de deformación es globalmente similar al caso anterior de N=1. La única diferencia reside en que la microestructura inicial antes de empezar el ensayo (Fig. 2) está totalmente recrystalizada y no requiere, en este caso, una transformación durante el primer estado de tracción. Por tanto, el DFG puede ocurrir para deformaciones inferiores a las correspondientes al caso de N=1.

### 3.4.2. Endurecimiento por deformación

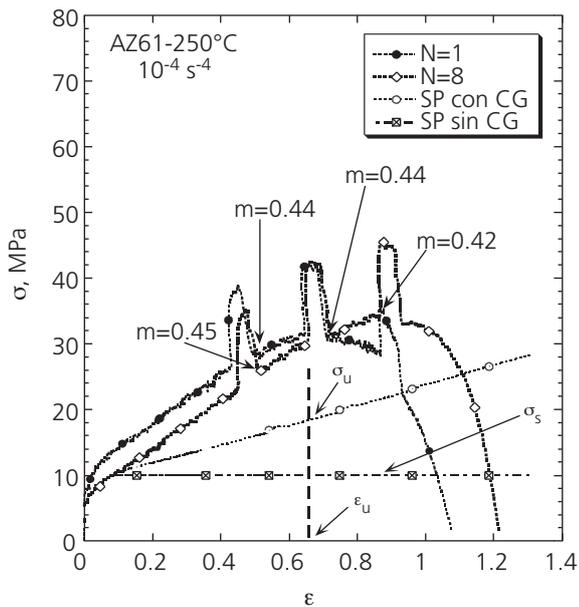
En las curvas de tracción de la figura 6 se observa un fuerte endurecimiento durante la deformación

para ambos casos, N=1 y N=8. El endurecimiento observado en ciertos materiales superplásticos se atribuye, principalmente, al crecimiento de grano durante la deformación (CG). Sin embargo, la magnitud del endurecimiento observado en la aleación AZ61 tratada en este estudio no se ha observado previamente en las aleaciones de magnesio laminadas o extruidas. Este endurecimiento, en principio, no resultaría conveniente para el DFG. Para aproximarse a la causa de dicho endurecimiento es necesario, por tanto, determinar en primer lugar la contribución del CG al aumento de la tensión durante la deformación.

La curva  $\sigma$  vs.  $\epsilon$  de un material superplástico que no manifiesta apenas CG, muestra, en general, un estado cuasi estacionario de tensión constante ( $\sigma_s$ ). Si se supone que este puede ser el caso en la aleación estudiada AZ61, la curva de tracción correspondiente viene definida en la figura 6 por la tensión de fluencia  $\sigma_s^? = 10 \text{ MPa}$ , marcada como “SP sin CG”. Para maximizar el efecto del CG en la curva, se puede suponer que el exponente  $p$  es igual a 3 (aunque existe evidencia de que esta aleación puede tener  $p$  igual a 2<sup>[29]</sup>) y que, además, el grano ha crecido al doble del tamaño inicial ( $d_r = 2d_o$ ) (de 5 a 10  $\mu\text{m}$ ). Por tanto, para una deformación  $\epsilon_u$  la relación entre la tensión  $\sigma_u$  asociada al CG y  $\sigma_s$  sin CG viene dada por la expresión:

$$\sigma_u = \sigma_s \left( \frac{d_u}{d_o} \right)^{p/n}$$

En la figura 6 se representa, para simplificar, la curva de  $\sigma$  vs  $\epsilon$  que corresponde a un CG lineal con



**Figura 8.** Curvas de tensión real en función de la deformación real a 250°C/5x10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup> para N=4 y N=8.

Figure 8. True stress as a function of true strain curves at 250°C/5x10<sup>-4</sup>s<sup>-1</sup> for N=4 and N=8.

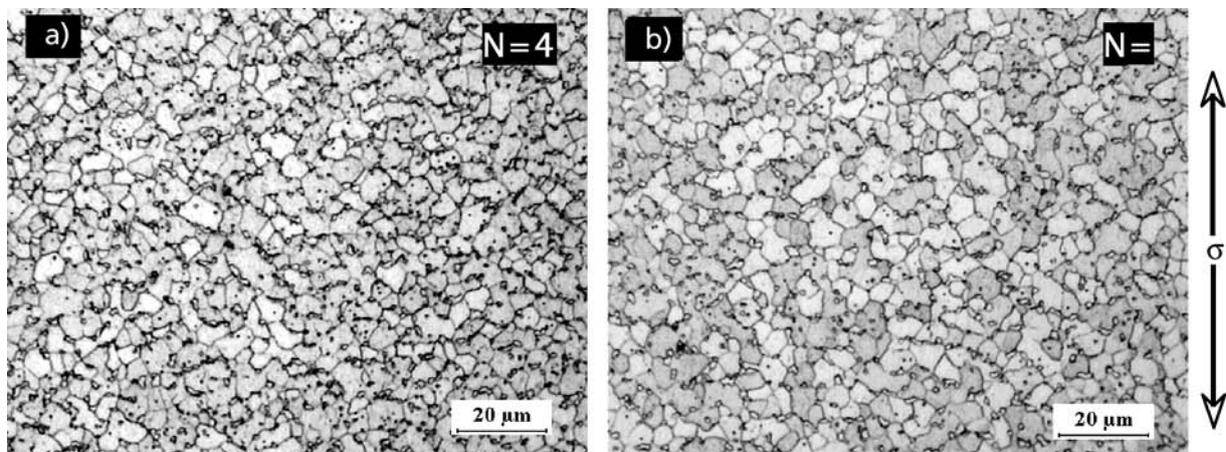
la deformación, con valores de  $p=3$  y  $n=2$ . Se observa que, en este caso, la tensión de fluencia es menor que la que corresponde a los datos experimentales. Este resultado confirma, entonces, que el intenso endurecimiento observado durante la deformación en tracción de la AZ61 no se debe exclusivamente al CG. Por otro lado, se observa que las curvas para N=1 y 8 son muy próximas una de la otra, con un endurecimiento similar. Esto sugiere, además, que

tampoco la textura podría influir en el endurecimiento observado ya que la textura de ambos materiales es diferente.

Este análisis conduce a sugerir que el movimiento de dislocaciones pueda operar, junto con el DFG, durante la deformación. Básicamente, dos hechos fundamentales soportan dicha conclusión. El primero, reside en que los alargamientos a rotura son bajos comparados con los que se obtienen en la misma aleación procesada por laminación o extrusión. El segundo hecho, proviene del endurecimiento no asociado al CG como consecuencia del efecto de las heterogeneidades estructurales producidas durante el procesado por ECA. Por consiguiente, se sugiere que la tensión de fluencia del material ( $\sigma$ ) es la suma de dos componentes; la componente atribuida al CG ( $\sigma_{CG}$ ) y una componente que se asocia básicamente a las heterogeneidades producidas por el procesado por ECA ( $\sigma^*$ ).

$$\sigma = \sigma_{CG} + \sigma^*$$

Es de recordar que las FG que resultaron del procesado por ECA son irregulares como se observa en la figura 2d. Estas, podrían estar sometidas a fuertes concentraciones de tensiones lo que impediría, como se ha señalado anteriormente, que el DFG sea fácil. En teoría, la transformación durante el primer estado de deformación debería llevar a una estructura de grano recristalizado con FG de equilibrio, tal como se ha descrito previamente. Dicha transformación, sin duda, ocurre, ya que de otra manera no se obtendría un valor de  $m$  cercano a 0,5. Entonces, la pregunta que surge es ¿porqué dicha transformación no lleva a que el material fluya a la tensión que le



**Figura 9.** Microestructuras de la aleación AZ61 deformada a rotura a 250 °C/5·10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> correspondientes a las probetas de la Fig. 8: a) N=4 y b) N=8. Las flechas indican el eje de tracción.

Figure 9. Microstructures of AZ61 alloy deformed to failure at 250 °C/5·10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup> corresponding to the samples tested in Fig. 8: a) N=4 and b) N=8. The arrows indicate the tensile axis.

correspondería considerando únicamente el CG? Por ahora, es difícil responder a dicha pregunta y explicar la relación entre el endurecimiento asociado a ( $\sigma^*$ ) y el DFG. En particular, sería importante determinar la relación entre los procesos de CG y DFG y el efecto que puedan tener las FG de no equilibrio sobre la deformación superplástica. Esto, por sí solo, requiere un amplio estudio de microscopía electrónica en el material deformado en el intervalo superplástico y no superplástico.

La figura 8 ilustra las curvas de tracción para  $N=4$  y  $N=8$  obtenidas a 250 °C a velocidad de deformación de  $5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$ . Los cambios en velocidad de deformación se realizaron de  $5 \cdot 10^{-4}$  a  $10^{-3} \text{s}^{-1}$ . Se observa que, en ambos casos, el valor de  $m$  es elevado durante los primeros estados de deformación para luego decrecer con la deformación. Además, el alargamiento observado, en este caso, es bajo. Esto sugiere que la contribución del movimiento de dislocaciones en la deformación total de la muestra aumenta con la deformación. En otras palabras, al DFG se le oponen otros procesos que influyen en la deformación pese a que el tamaño de grano para  $N=4$  y 8 es pequeño y equiaxial, de aproximadamente  $6 \mu\text{m}$  (Figs. 9a y 9b). En una primera aproximación, se sugiere que la fracción en volumen de granos que dejan de deformar por DFG aumenta con la deformación.

La figura 8 muestra alargamientos relativamente bajos pese a que la microestructura es estable según se deduce de la comparación de las figuras 2 y 9. Dicha estabilidad térmica del material es muy importante para la optimización de las condiciones del conformado superplástico ya que lleva a reducir considerablemente el riesgo de formación de cavidades.

#### 4. CONCLUSIONES

- Durante las primeras pasadas por extrusión por canal angular, la microestructura de la aleación Mg-6 % Al-0,1 % Zn (AZ61) se afina mediante procesos de precipitación y recristalización.
- Después de 8 pasadas por ECA, la microestructura es homogénea y equiaxial con un tamaño de grano de  $5 \mu\text{m}$ . La textura final es basal.
- Durante la deformación en tracción a 250 °C a  $10^{-4} \text{s}^{-1}$  y  $5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$  la microestructura es estable, lo que otorga al material buenas propiedades.
- El fuerte endurecimiento, observado en las curvas de tracción, no es debido exclusivamente al crecimiento de grano. Se sugiere que tanto el deslizamiento de fronteras de grano y el movimiento de dislocaciones ocurren durante la deformación.

#### Agradecimientos

M. Eddahbi agradece a la Comunidad Autónoma de Madrid por la beca Postdoctoral Ref. 345/2000. También agradece al Departamento GPM2 de Génie Physique et Mécanique des Matériaux de INPG de Grenoble su acogida entre el 1/6/2003 al 31/8/2003 y en particular a los Dres. E. Rauch, J.J. Blandin y A. Mussi por su asistencia con los ensayos de ECA. Asimismo, los autores agradecen a la CICYT por el proyecto MAT2003-5108.

#### REFERENCIAS

- [1] *Superplasticity: 60 years after Pearson*: Editor Norman Ridley. The Institute of Materials, London, 1995.
- [2] H. WATANABE, T. MUKAI, M. MABUCHI Y K. HIGASHI, *Scripta mater.* 41 (1999) 209-213.
- [3] K. KUBOTA, M. MABUCHI Y K. HIGASHI, *J. Mater. Sci.* 34 (1999) 2255-2262.
- [4] T. MUKAI, T.G. NIEH Y K. HIGASHI, *Mater. Sci. Tech.* 14 (1998) 32-35.
- [5] M. MABUCHI, K. AMEYAMA, H. IWASAKI Y K. HIGASHI, *Acta mater.* 47 (1999) 2047-2057.
- [6] J.K. SOLBERG Y J. TØRKLEP, Ø. BAUGER Y H. GESTLAND, *Mater. Sci. Eng.* A134 (1991) 1201-1203.
- [7] W.J. KIM, S.W. CHUNG, C.S. CHUNG Y D. KUM, *Acta mater.* 49 (2001) 3337-3345.
- [8] H. WATANABE, T. MUKAI, K. ISHIKAWA Y K. HIGASHI, *Scripta mater.* 46 (2002) 851-856.
- [9] H. TSUTSUI, H. WATANABE, T. MUKAI, M. KOHZU, S. Tanabe y K. Higashi, *Mater. Trans. JIM* 40 (1999) 931-934.
- [10] Y.N. WANG Y J.C. HUANG, *Scripta mater.* 48 (2003) 1117-1122.
- [11] V.M. SEGAL, *Mater. Sci. Eng.* A271 (1999) 322-333.
- [12] Z. HORITA, K. MATSUBARA, K. MAKII Y T.G. LANGDON, *Scripta mater.* 47 (2002) 255-260.
- [13] T. MUKAI, H. WATANABE Y K. HIGASHI, *Mater. Sci. Forum* (2000) 15-170.
- [14] Y. IWAHASHI, M. FURUKAWA, Z. HORITA, M. NEMOTO Y T.G. LANGDON, *Metall. Mater. Trans.* 29A (1998) 2245-2252.
- [15] M. EDDAHBI, *Informe Anual, Conserjería de Educación de la Comunidad Autónoma de Madrid (CAM)*, 2003.
- [16] P.A. GONZÁLEZ, C.L. PÉREZ, Y. GARCÉS Y J. GIL-SEVILLANO, *Rev. Metal. Madrid* 37 (2001) 673-692.
- [17] W.J. KIM, C.W. AN, Y.S. KIM, S.H. MIN Y S.I. HONG, *Scripta mater.* 47 (2002) 39-44.
- [18] M. EDDAHBI, J.A. DEL VALLE, M.T. PÉREZ-PRADO Y O.A. RUANO, *Mater. Sci. Eng.* (2005) 308-311.

- [19] Y. YOSHIDA, L. CISAR, S. KAMADO Y Y. KOJIMA, *Mater. Trans.* 4 (2003) 468-475.
- [20] W.J. KIM, S.I. HONG, Y.S. KIM, S.H. MIN, H.T. JEONG Y J.D. LEE, *Acta mater.* 51 (2003) 3293-3307.
- [21] J. KOIKE, T. KOBAYASHI, T. MUKAI, H. WATANABE, M. SUZUKI, K. MARUYAMA Y K. HIGASHI, *Acta mater.* 51 (2003) 2055-2065.
- [22] T. MUKAI, M. YAMANOI, H. WATANABE Y K. HIGASHI, *Scripta mater.* 45 (2001) 89-94.
- [23] H.T. JEONG, K.K. UM Y D.N. LEE: *Analysis of Inhomogeneous Rolling Texture of FCC Metal Sheets*: Editor J.A. Szpunar, Pro. De ICOTOM12, 1. Ottawa: NRC Research Press, 1999, p.26-7.
- [24] N. RIDLEY, *Mater. Sci. Technol.* 6 (1990) 1145-1156.
- [25] H. GUDMUNDSSON, D. BROOKS Y J.A. PERT, *Acta metall. mater.* 39 (1991) 19-35.
- [26] Y.N. KWON, H.J. KOH, S. LEE, N.J. KIM Y Y.W. CHANG, *Metall. Mater. Trans.* 32A (2001) 1649-1658.
- [27] T. SAKAI, X. YUYUE Y H. MIURA, *Mater. Sci. Eng.* A234 (1997) 857-860.
- [28] M. EDDAHBI, T. MCNELLEY Y O.A. RUANO, *Metall. Mater. Trans.* 32A (2001) 1093-1102.
- [29] H. WATANABE, T. MUKAI, M. KOHZU, S. TANABE Y K. HIGASHI, *Acta mater.* 47 (1999) 3753-3758.