



Universidad Autónoma de San Luis Potosí
Facultad de Ingeniería
Centro de Investigación y Estudios de Posgrado

Simulación Computacional de la Deformación Severa y la Recristalización de una Aleación de Aluminio 7075 y su Validación Experimental

T E S I S

Que para obtener el grado de:

Maestra en Metalurgia e Ingeniería de Materiales

Presenta:

I.Q. Perla Julieta Cerda Vázquez

Asesor:

Dr. José Luis Hernández Rivera

Proyecto con apoyo económico del Fondo de Apoyo a la Investigación (FAI-2016) de la UASLP no. C16-FAI-09-63.63 "Análisis experimental y modelado numérico de la recristalización durante la deformación severa en aleaciones de aplicación aeronáutica"

San Luis Potosí, S. L. P.

julio 2017





Simulación Computacional de la Deformación Severa y la Recristalización de una Aleación de Aluminio 7075 y su Validación Experimental by Perla Julieta Cerda Vázquez is licensed under a [Creative Commons Reconocimiento-NoComercial-SinObraDerivada 4.0 Internacional License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/).

RESUMEN

La simulación computacional de los cambios microestructurales que ocurren durante los procesos de deformación plástica severa son muy importantes para su optimización, ya que los estudios experimentales representan una alta inversión de tiempo y dinero. Mediante la simulación computacional de los procesos de deformación plástica severa, es posible evaluar no solo la deformación efectiva y los esfuerzos generados, sino también la fracción recrystalizada, el tamaño de grano recrystalizado y el tamaño de grano promedio. Lo anterior es posible debido al acoplamiento de modelos de evolución microestructural en programas basados en el método de elementos finos. Programas de dedicación exclusiva como el DEFORM 3D[®], son capaces de predecir la cinética de recrystalización empleando el modelo de Johnson-Mehl-Avrami-Kolgomorov (JMAK). El objetivo de esta tesis es predecir la recrystalización dinámica durante la deformación plástica severa vía Extrusión en Canal Angular Constante (ECAP) de la AA7075 a 250 °C, empleando el módulo de microestructura acoplado al software, y usando datos experimentales reportados en la literatura de las constantes del modelo mencionado. Con el fin de validar dichas predicciones, se realizaron observaciones mediante microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de transmisión (MET). La información que se describe en los capítulos que forman esta tesis está organizada de la siguiente manera:

Capítulo uno: Descripción de los procesos de deformación plástica severa y fundamentos básicos de ECAP. Efecto de la deformación plástica en las aleaciones de aluminio y los correspondientes mecanismos de recuperación, recrystalización y crecimiento de grano. Principio del método de elementos finitos y su acoplamiento con el modelo de recrystalización dinámica. Estado del arte del método de elementos finitos usado para predecir la evolución microestructural durante distintos procesos de conformado plástico.

Capítulo dos: Se proporcionan detalles de las etapas del procedimiento experimental. Se describe la técnica de medición de tamaño de grano y la preparación metalográfica realizada para la caracterización en el MO y MET. Se detallan las condiciones iniciales para efectuar la simulación computacional.

Capítulo tres: Se presentan resultados de la simulación computacional (deformación efectiva, fracción recrystalizada dinámicamente, tamaño de grano recrystalizado y tamaño de grano promedio), así como de las observaciones de MO y MET. Se realiza un comparativo de

los resultados experimentales contra los de simulación y al final se presentan las conclusiones y el trabajo futuro.

CONTENIDO

RESUMEN	i
CONTENIDO	iii
ÍNDICE DE TABLAS	v
ÍNDICE DE FIGURAS	vi
SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS	x
INTRODUCCIÓN	1

CAPÍTULO 1 Cambios microestructurales durante la deformación plástica de las aleaciones de aluminio y su predicción mediante modelado computacional.

1.1	Deformación plástica severa	4
1.2	Extrusión en canal angular constante	4
1.3	Recuperación dinámica en aleaciones de aluminio	6
1.4	Recristalización en aleaciones de aluminio	8
1.5	Crecimiento de grano	11
1.6	El Método de elementos finitos	12
1.6.1	Etapas para solucionar problemas mediante MEF	15
1.6.2	Tipos de elementos	15
1.6.3	Funciones de interpolación	18
1.6.4	Proceso de solución del elemento finito	19
1.6.5	Errores en MEF	23
1.6.6	Modelo de recristalización dinámica	23
1.7	Predicción de evolución microestructural empleando MEF	23

CAPÍTULO 2 Condiciones experimentales y descripción de la metodología computacional para el análisis de la recristalización dinámica en la aleación de aluminio 7075 deformada severamente.

2.1	Esquema general del trabajo	31
2.2	Corte y maquinado de probetas	33

2.3	Pretratamiento	33
2.4	Medición de tamaño de grano	35
2.5	Procesamiento vía ECAP	37
2.6	Preparación metalográfica para observaciones en el microscopio óptico y microscopio electrónico de transmisión.....	39
2.7	Ensayo de microdureza	40
2.8	Condiciones de simulación	40
2.8.1	Preprocesamiento.....	43
CAPÍTULO 3 Discusión de los resultados de simulación y experimentales de la recristalización dinámica promovida por la deformación severa en la aleación de aluminio 7075.		
3.1	Deformación efectiva.....	46
3.2	Fracción en volumen recristalizada dinámicamente	49
3.3	Tamaño de grano recristalizado dinámicamente.....	53
3.4	Tamaño de grano promedio	56
3.5	Comportamiento mecánico de la AA7075.....	59
3.6	Resultados experimentales.....	65
3.6.1	Tamaño de grano inicial, d_0 , después del pretratamiento.....	65
3.6.2	Tamaño de grano posterior a la deformación	66
CONCLUSIONES		78
TRABAJO FUTURO		79
APÉNDICES		80
REFERENCIAS.....		96

ÍNDICE DE TABLAS

Número	Nombre	Pág.
Tabla 1.	Composición química nominal de la barra de la AA7075-T651 (% en peso).	33
Tabla 2.	Metodología del pretratamiento para obtener granos equiaxiales.	34
Tabla 3.	Condiciones iniciales para la simulación del procesamiento vía ECAP.	43
Tabla 4.	Constantes de la AA7075, determinadas experimentalmente en la literatura.	44
Tabla 5.	Resultados de la cuantificación del tamaño de grano inicial (d_0)	66
Tabla 6.	Comparación de tamaño de grano promedio (d) medido y simulado	69

ÍNDICE DE FIGURAS

Número	Nombre	Pág.
Figura 1.	Extrusión por canal angular (ECAP) [10].	5
Figura 2.	Rutas de procesamiento vía ECAP y estructura del grano después de 4 pasos de procesamiento [11].	5
Figura 3.	Etapas del proceso de recuperación de una microestructura deformada: a) microestructura inicial formada por marañas de dislocaciones, b) formación de celdas, c) aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas, d) formación de <u>subgranos</u> y e) crecimiento de subgranos [13].	6
Figura 4.	Representación esquemática de la migración de límite de grano inducida por deformación. [5].	10
Figura 5.	Ejemplo de discretización del modelo.	15
Figura 6.	Discretización numérica del método de elemento finito [22].	15
Figura 7.	Tipos de elementos [24].	17
Figura 8.	Malla generada con elementos de primer orden [20].	17
Figura 9.	Malla generada con elementos de segundo orden [20].	18
Figura 10.	(a) Distribución de temperatura de un medio continuo unidimensional (aleta) con un número infinito de incógnitas. (b) Discretización lineal del continuo, es decir, dividido en 4 subdominios (o elementos). (c) División de la aleta en dos subdominios (los elementos 1 y 2) [26].	19
Figura 11.	Tamaño de grano superficial (μm) predicho durante el torneado una pieza de la AA7075 [33].	25
Figura 12.	Proceso de soldadura por fricción modelado mediante un código de elementos finitos [34].	26
Figura 13.	Predicción de la fracción recristalizada de una parte de automóvil de la AA6082 [35].	26
Figura 14.	Resultados de la simulación de forjado: (a) distribución de temperatura ($^{\circ}\text{C}$) y (b) distribución de tamaño de grano ausentico (μm) [36].	27

Figura 15.	Fracción recristalizada dinámicamente a una temperatura de 1023K y con distintas velocidades de deformación a) 0.1 s^{-1} b) 1 s^{-1} c) 10 s^{-1} [32].	28
Figura 16.	Tamaño de grano recristalizado dinámicamente al final de la simulación de un proceso de soldadura por fricción [37].	29
Figura 17.	Resultados de simulación del forjado final: (a) Fracción en volumen recristalizado; (b) Tamaño promedio de grano [38].	29
Figura 18.	Esquema general de trabajo.	32
Figura 19.	Probeta de Al 7075-T651.	33
Figura 20.	Dureza de la AA7075 como función de la temperatura de envejecimiento a 30, 90 y 180 minutos [43].	35
Figura 21.	Ciclo termomecánico empleado en el pretratamiento.	35
Figura 22.	Patrón de prueba para el conteo por intercepción.	36
Figura 23.	Dirección de la zona de medición de tamaño de grano en la sección longitudinal y transversal.	37
Figura 24.	Maquina Universal Shimadzu UH-600kNI.	38
Figura 25.	Ciclo termomecánico del procesamiento vía ECAP a $250 \text{ }^\circ\text{C}$.	39
Figura 26.	Representación esquemática del proceso de análisis de MEF (parte 1).	41
Figura 27.	Representación esquemática del proceso de análisis de MEF (parte 2).	42
Figura 28.	Distribución de la deformación efectiva (ϵ) después de ECAP: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.	47
Figura 29.	Distribución global de la deformación efectiva a lo largo de la pieza: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.	49
Figura 30.	Variación de la fracción recristalizada dinámicamente (X_{DRX}) en función de la deformación a $250 \text{ }^\circ\text{C}$, calculada teóricamente.	50
Figura 31.	Fracción recristalizada dinámicamente (X_{DRX}) después de ECAP: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.	51
Figura 32.	Distribución global de la fracción recristalizada dinámicamente (X_{DRX}) a lo largo de la pieza: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.	53
Figura 33.	Tamaño de grano recristalizado dinámicamente (d_{DRX}) después de ECAP: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.	54
Figura 34.	Distribución global del tamaño de grano recristalizado dinámicamente (d_{DRX}) a lo largo de la pieza: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.	56

Figura 35. Tamaño de grano promedio (d) después de ECAP: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.	57
Figura 36. Distribución global del tamaño de grano promedio (d) a lo largo de la pieza: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.	59
Figura 37. Curvas de carga-desplazamiento experimentales y calculadas por el software DEFORM 3D.	60
Figura 38. (a) Geometría de la pieza después de la deformación por ECAP. (b) Hueco formado en la superficie superior de la pieza en el canal de salida.	62
Figura 39. Hueco formado entre el punzón y la parte posterior de la pieza (a) antes de pasar por el ángulo de canal, (b) durante el paso por el ángulo del canal.	63
Figura 40. Microdureza de la AA7075 después procesarse repetidamente (4 pasos) en ECAP usando la ruta Bc a 250 °C.	64
Figura 41. Imagen de MO de la sección longitudinal de la AA7075-T651.	65
Figura 42. Imagen de MO de la sección longitudinal de la AA7075-O.	65
Figura 43. Imágenes de MO de la AA7075 después de ECAP adquiridas en campo claro y campo oscuro: (a) y (b) primer paso, (c) y (d) segundo paso.	67
Figura 44. Imágenes de MO de la AA7075 después de ECAP, adquiridas en campo claro y campo oscuro: (a) y (b) tercer paso, (c) y (d) cuarto paso.	68
Figura 45. Imágenes de MET adquiridas en campo claro de la AA7075-O antes de ECAP (a) SADP, (b) y (c) microestructura.	71
Figura 46. Imágenes de MET de la AA7075 después de un paso de ECAP usando la ruta Bc a ~250 °C. (a) SADP, (b) y (c) microestructura en campo claro y oscuro, (d) arreglo de dislocaciones y (e) efecto de los precipitados en la deformación.	72
Figura 47. Imágenes de MET de la AA7075 después de cuatro pasos de ECAP usando la ruta Bc a ~250 °C. (a) SADP, (b) – (e) microestructura en campo claro y campo oscuro.	74
Figura 48. Efecto de ECAP en la distribución de la desorientación para la aleación Al-Cu-Mg-Ag en estado sobreenviejado, deformado a 250 °C usando la ruta Bc. (a) $\epsilon=1$, (b) $\epsilon=2$, (c) $\epsilon=4$ (d) $\epsilon=8$ [69].	75

- Figura 49. Cambio en la distribución de la desorientación de los (sub)límites inducidos por deformación vía ECAP para la aleación Al 7475 a 523 K. (a) $\varepsilon = 1$, (b) $\varepsilon = 4$, (c) $\varepsilon = 8$ [70]. 76
- Figura 50. Efecto de la deformación en la fracción en volumen de granos recristalizados, V_{REX} , y ángulo de desorientación promedio θ_{av} (a). Densidad de LAB y HAB, γ_{LAB} y γ_{HAB} respectivamente (b). Para la aleación Al-Cu-Mg-Ag deformada vía ECAP a 250 °C usando la ruta Bc [69]. 76

SÍMBOLOS Y ABREVIATURAS

A	Área del elemento
AA7075	Aleación de aluminio con zinc como elemento de aleación principal.
AA7075-O	Aleación de aluminio en estado recristalizado
AA7075-T651	Aleación de aluminio con tratamiento térmico tratamiento de disolución, relevado de esfuerzos y envejecimiento artificial
ARB	Laminación acumulada (<i>accumulated roll-bond</i>)
B_C	Ruta de procesamiento vía ECAP
CDRX	Recristalización dinámica continua (<i>continuous dynamic recrystallization</i>)
DRV	Recuperación dinámica (<i>dynamic recovery</i>)
DDRX	Recristalización dinámica discontinua (<i>discontinuous dynamic recrystallization</i>).
DRX	Recristalización dinámica (<i>dynamic recrystallization</i>).
E	Módulo de elasticidad
ECAP	Extrusión en canal angular constante (<i>equal-channel angular pressing</i>)
F	Incremento de las fuerzas nodales correspondientes a los incrementos de los desplazamientos y esfuerzos del elemento
F^t	Fuerzas nodales que corresponden q los esfuerzos del elemento en la configuración actual
F_v, f_v	Fracción en volumen de partículas
GDRX	Recristalización dinámica geométrica (<i>geometric dynamic recrystallization</i>)
HPT	Torsión a alta presión (<i>high pressure torsion</i>)
JMAK	Modelo de Johnson-Mehl-Avrami-Kolgomorov
L₁₋₄	Longitud del elemento
M	Movilidad del límite de grano
MEF	Método de elementos finitos
MET	Microscopía electrónica de transmisión
MF	Forja multidireccional (<i>multidirectional forging</i>)
MO	Microscopía óptica
PSN	Nucleación estimulada por partículas (<i>particle stimulated nucleation</i>).
Q₁₋₉	Energía de activación
R	Constante de los gases
R^t	Fuerzas externas aplicadas en puntos nodales
SFE	Energía de falla de apilamiento (<i>stacking-fault energy</i>)
SPD	Deformación plástica severa (<i>severe plastic deformation</i>)
T	Temperatura absoluta
T_f	Temperatura absoluta de fusión
U	Vector incremental de desplazamientos nodales
UFG	Granos ultra finos (<i>ultra-fine grained</i>)
V_{REX}	Fracción de granos recristalizados
X_{DRX}	Fracción recristalizada dinámicamente
α₁₋₁₀	Constantes del material

c	Velocidad del sonido
c_{1-8}	Constantes del material
d	Tamaño de grano promedio
d_0	Tamaño de grano inicial
d_{DRX}	Tamaño de grano recristalizado dinámicamente
d_g	Tamaño de grano final
k_{5-8}	Constantes del material
k_d	Constantes del material
l	Longitud mínima del elemento de mall
\bar{l}	Longitud de intercepción media
\bar{l}_l	Longitud de intercepción media de la sección longitudinal
\bar{l}_t	Longitud de intercepción media de la sección transversal
\bar{l}_p	Longitud de intercepción media de la sección planar
m_{1-8}	Constantes del material
n_{1-8}	Constantes del material
r	Radio de partícula / tamaño medio de las partículas.
t	Tiempo
ν	Coefficiente de poisson
$\{F\}$	Vector de cargas aplicadas
$[K]$	Matriz de rigidez
$\{u\}$	Vector de desplazamientos nodales desconocidos
β_d	Constantes del material
γ_{AB}, γ_{GB}	Energía de límite de grano
γ_{HAB}	Densidad de límites de ángulo alto
γ_{LAB}	Densidad de límites de ángulo bajo
Δt	Intervalos de tiempo para la solución
ϵ	Deformación efectiva
$\dot{\epsilon}$	Velocidad de deformación
ϵ_C	Deformación crítica
ϵ_p	Deformación pico
$\epsilon_{0.5}$	Deformación para un 50% de recristalización
η	Fase estable de equilibrio ($ZnMg_2$)
η'	Fase metaestable ($ZnMg_2$)
ρ	Densidad del material

INTRODUCCIÓN

El aluminio y sus aleaciones son los materiales metálicos con mayor uso después del hierro. Se utilizan en la manufactura de partes estructurales de automóviles, aviones, construcción de edificios, embalaje, etc. Su amplia variedad de usos se debe a su baja densidad, alta resistencia a la corrosión, alta resistencia mecánica, fácil formabilidad y alta conductividad eléctrica y térmica. Sin embargo, los procesos tradicionales de formado son ineficaces para lograr una mejora en las propiedades requeridas en componentes ingenieriles de nuevo desarrollo. Por esta razón, los métodos de deformación plástica severa (*Severe Plastic Deformation, SPD*) son procesos aceptados para incrementar las propiedades mecánicas de estos materiales mediante el refinamiento del tamaño de grano a valores por debajo de $1\ \mu\text{m}$ [1-3].

Muchas técnicas de procesamiento de SPD actualmente están disponibles y una de las que ha recibido mayor atención es la extrusión en canal angular constante (*equal-channel angular pressing, ECAP*) porque puede reproducirse a gran escala con relativa facilidad para la producción de placas o barras primarias que posteriormente serán sometidas a otros procesos.

Debido a que las propiedades mecánicas que presentan los materiales procesados vía ECAP están directamente relacionadas con la deformación plástica, es necesario entender los cambios microestructurales que ocurren durante este proceso, así como los parámetros intrínsecos (temperatura, deformación, velocidad de deformación) que controlan el tamaño de grano, sin embargo, es importante puntualizar que el estudio experimental de estos parámetros para buscar la optimización del ECAP, resulta en una alta inversión de tiempo, pruebas y dinero. Es por esto, que la simulación computacional de procesos de conformado plástico se aplica cada vez más en la actualidad y se ha convertido en una herramienta muy importante para el diseño y desarrollo de nuevos productos y/o procesos. El procesamiento mediante ECAP no solo puede ser utilizado para validar los procesos de fabricación, sino también para predecir la microestructura adquirida en los materiales investigados utilizando modelos de recristalización y/o de transformaciones de fase.

Debido a que la mayoría de los estudios de ECAP publicados en la literatura se concentran en la predicción de esfuerzos y deformaciones tanto en la pieza como en el herramental, el objetivo principal de este trabajo es analizar computacionalmente y luego validar mediante experimentos, el efecto de la SPD en el desarrollo de la recristalización dinámica de la AA7075 durante el procesamiento vía ECAP a 250 °C, ya que este cambio microestructural no ha sido reportado en esta aleación sometida a ECAP hasta donde nuestro conocimiento concierne. Así mismo, los objetivos específicos son:

- Implementar un modelo de recristalización dinámica basado en las ecuaciones de Johnson-Mehl-Avrami-Kolgomorov (JMAK) a través del software DEFORM 3D.
- Evaluar la influencia que tiene la deformación en la recristalización dinámica de la AA7075 a $0.6 T_f$ durante el proceso de ECAP.
- Validar el modelo de simulación mediante la medición del tamaño de grano recristalizado dinámicamente, y del tamaño promedio de grano por medio de microscopía óptica y de transmisión.

CAPÍTULO 1

Cambios microestructurales durante la deformación plástica de las aleaciones de aluminio y su predicción mediante modelado computacional.

1.1 Deformación plástica severa

La deformación plástica severa (*Severe Plastic Deformation*, SPD) es una técnica ampliamente usada para producir granos ultrafinos (*Ultra-Fine Grained*, UFG) menores a $1\mu\text{m}$, usando herramientas especiales de diferentes geometrías que permiten al material experimentar una alta deformabilidad sin alterar las dimensiones de la pieza de trabajo [3, 4].

Actualmente existen varios métodos de procesamiento de deformación plástica severa: extrusión en canal angular constante (*Equal Channel Angular Pressing*, ECAP), torsión a alta presión (*High Pressure Torsion*, HPT), unión por laminación acumulada (*Accumulated Roll-Bond*, ARB) y forja multidireccional (*Multidirectional Forging*, MF) [4, 5], sin embargo, se ha puesto mayor atención al ECAP porque puede reproducirse a mayor escala con relativa facilidad para la producción de piezas de dimensiones mayores [6, 7].

El refinamiento de grano promueve una mejora significativa de propiedades como la resistencia y ductilidad. Dicha mejora permite que los materiales severamente deformados puedan ser usados en aplicaciones estructurales, por ejemplo, estructuras de aleaciones de aluminio para componentes de bicicleta, engranajes, pedales, palancas de cambio [8]. Aleaciones de titanio que han sido procesadas por ECAP son utilizadas en la industria de dispositivos médicos, un ejemplo es el implante de placa para la osteosíntesis de hueso [8]. Otro ejemplo importante de la aplicación de aleaciones de titanio que han sido procesadas mediante ECAP son los tornillos para uso automotriz y aeronáutico.

1.2 Extrusión en canal angular constante

En el procesamiento por ECAP, una barra de material sólido se hace pasar a través de un dado que tiene dos canales de sección transversal constante, los cuales se intersectan con un ángulo de 90° , como se muestra en la Figura 1. Como la forma de la barra no sufre cambios dimensionales, el proceso puede ser repetido varias veces hasta obtener deformaciones reales de hasta 12 (considerando que para un paso existe un alargamiento equivalente de 220%) [9]. En la práctica, el canal es definido por dos ángulos: el ángulo entre las dos partes internas de los canales (Φ) y el ángulo que abarca la curvatura del vértice exterior a las dos partes del canal de intersección (Ψ).

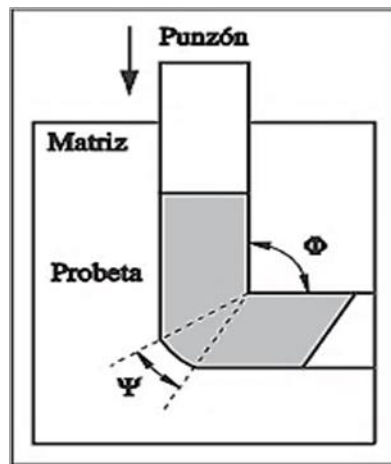


Figura 1. Extrusión por canal angular (ECAP) [10].

En el ECAP es posible definir varias rutas mediante las cuales las muestras son introducidas en el canal de entrada (Figura 2), por medio de la rotación de la barra respecto de su eje longitudinal: ruta A, sin rotación de la barra. Ruta B_A y B_C, cuando la muestra es rotada 90° en dirección alterna o en la misma dirección, respectivamente. Y por último la ruta C, rotación de 180° entre cada paso. En la literatura se ha reportado que la ruta B_C es la ruta óptima de procesamiento para el aluminio puro y sus aleaciones, ya que por medio de ésta es posible obtener granos de la fase matriz (α) con morfología equiaxial [7].

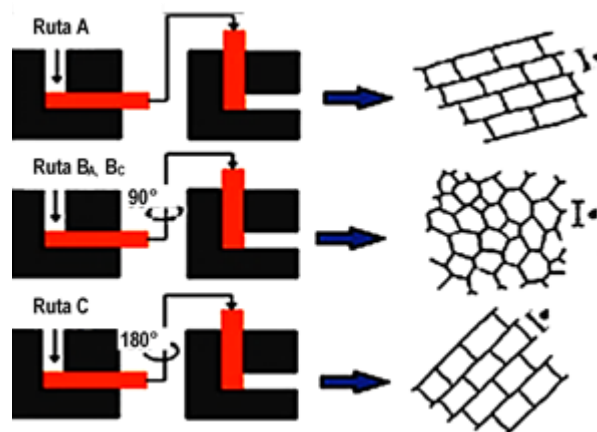


Figura 2. Rutas de procesamiento vía ECAP y estructura del grano después de 4 pasos de procesamiento [11].

1.3 Recuperación dinámica en aleaciones de aluminio

La recuperación es el término utilizado para describir la restauración parcial de las propiedades de un material cuando éste ha sido calentado a temperaturas entre $0.3-0.5T_f$ (donde T_f es la temperatura de fusión del metal) y que previamente ha sido deformado plásticamente a temperaturas por debajo de $0.5T_f$. Los cambios microestructurales que se llevan a cabo durante este mecanismo inician con el reacomodo de marañas de dislocación para formar celdas, dentro de las cuales las dislocaciones de signo contrario se aniquilan para después formar subgranos y finalmente iniciar su crecimiento, como se muestra en la Figura 3 [12]

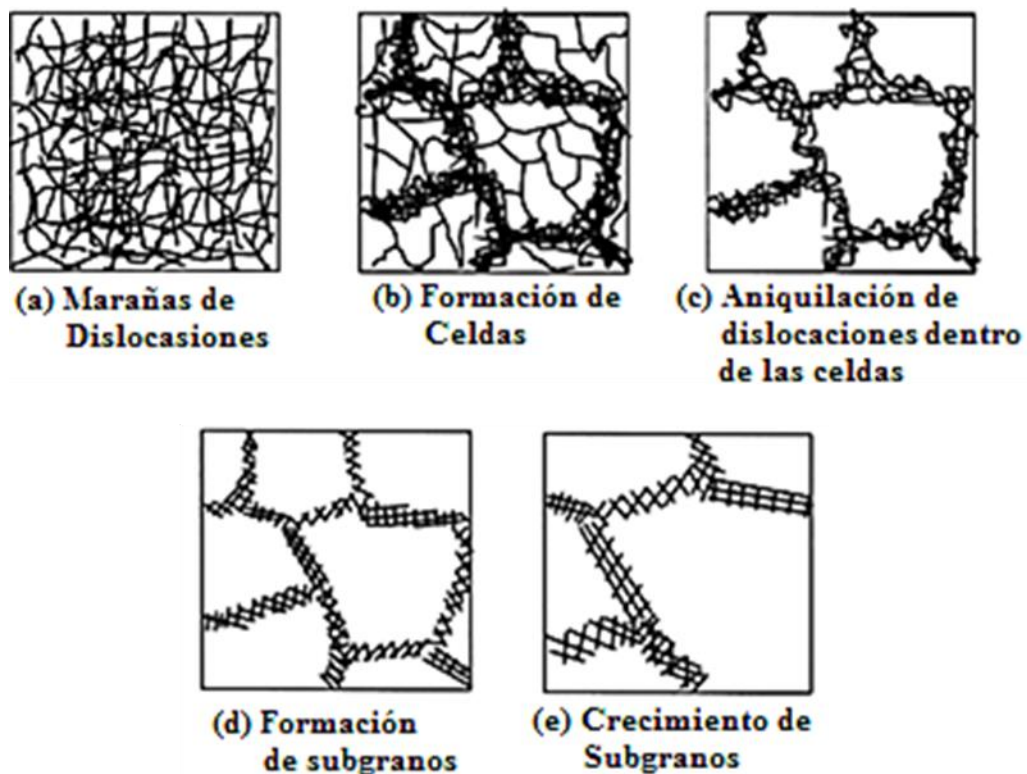


Figura 3. Etapas del proceso de recuperación de una microestructura deformada: a) microestructura inicial formada por marañas de dislocaciones, b) formación de celdas, c) aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas, d) formación de subgranos y e) crecimiento de subgranos [13].

Durante el rearreglo/aniquilación parcial de las dislocaciones en el proceso de recuperación, los límites de grano en el material no migran; el proceso de recuperación se produce más o menos homogéneamente a través del material, en contraste con la recristalización, caracterizada por la propagación de los límites de grano de ángulo alto a través de la matriz deformada, proceso que tiene lugar de manera heterogénea [14].

La recuperación estática es inducida en materiales que han sido trabajados en frío y que después han sido recocidos a una temperatura entre $0.3-0.5 T_f$. Sin embargo, si los procesos de recuperación se llevan a cabo a temperatura elevada (mayor a $0.5 T_f$) durante la aplicación de la deformación del material, entonces la recuperación es de naturaleza dinámica.

La fuerza motriz para la migración de las dislocaciones que conducen a una configuración diferente y/o a una aniquilación parcial de las mismas, es una reducción de la energía de deformación incorporada en los campos de deformación de las dislocaciones. Este decremento de la energía almacenada disminuye (en gran medida) la fuerza motriz para que ocurra la recristalización (aunque en ocasiones ambos mecanismos ocurren al mismo tiempo). La aniquilación de las dislocaciones puede ocurrir por varios mecanismos: por aniquilación de dislocaciones de signos opuestos (proceso 1), por medio del deslizamiento a lo largo de un solo plano de deslizamiento, por deslizamiento cruzado y por ascenso [5].

Otro mecanismo de aniquilación de dislocaciones es el movimiento a lo largo de un plano de deslizamiento y al "colisionar" con un límite de grano (proceso 2) se incorporan en la estructura de éste. Por lo tanto, la dislocación como un defecto aislado puede perder su identidad por entremezclado atómico local en el límite del grano, en asociación con la pérdida de energía de deformación y en este sentido, también se ha producido la aniquilación de la dislocación [5].

La liberación de energía de deformación también puede realizarse mediante el reordenamiento de las dislocaciones en el interior de un grano del material. Evidentemente, si el número de dislocaciones del signo opuesto es desigual, la aniquilación completa por cualquiera de los dos primeros procesos mencionados anteriormente es imposible. La presencia de un número desigual de dislocaciones de signo opuesto puede ser el resultado de la flexión de un solo grano experimentando deslizamiento a lo largo de un solo plano de deslizamiento: un grano curvado resulta por un exceso de dislocaciones de borde del mismo tipo. Después del recocido, estas dislocaciones de borde pueden esforzarse para formar arreglos en "paredes" y por lo tanto formar límites de ángulo bajo. Este reordenamiento se realiza por ascenso y deslizamiento de corto alcance. Como resultado de la formación de estas paredes, los planos de la red inicialmente curvados del grano considerado (es decir, después de la deformación plástica) se convierten en los lados de un polígono: se ha formado una serie de subgranos que están orientados ligeramente de manera diferente unos con respecto a los otros. Este mecanismo es conocido como poligonización [5, 13].

La energía por unidad de área de la pared de dislocación aumenta con el incremento de la densidad de dislocaciones en la pared, pero la energía por dislocación en el límite de ángulo pequeño disminuye con el aumento de la densidad de dislocaciones. Por lo tanto, después de que se ha iniciado la poligonización, existe una fuerza motriz para aumentar el tamaño de los subgranos basada en la migración y unión de los límites de ángulo bajo [13].

La formación de subgranos no debe considerarse como un proceso de recristalización ya que la orientación (entre ellos) no cambia significativamente, sin embargo, éstos desempeñan un papel significativo al inicio de la recristalización.

La recuperación y la recristalización compiten mutuamente, ya que ambas son propiciadas por la energía almacenada a causa de la deformación, es decir, si la recuperación se lleva a cabo con mayor facilidad, disminuirá la fuerza motriz necesaria para la recristalización.

Durante el formado de materiales, con alta o moderada energía de falla de apilamiento (*Stacking-Fault Energy*, SFE), por ejemplo, en el caso del aluminio y sus aleaciones, la recuperación dinámica (*Dynamic Recovery*, DRV) y la recristalización dinámica son los únicos mecanismos de ablandamiento que son propiciados por el deslizamiento cruzado y el ascenso de las dislocaciones, lo cual produce la formación de límites de ángulo bajo.

La morfología de los granos del aluminio y sus aleaciones recuperados dinámicamente exhiben granos elongados paralelos a la dirección de la deformación, con subgranos finos y equiaxiales. El tamaño de la subestructura aumenta con el incremento de la temperatura y disminuye con la velocidad de deformación [15].

1.4 Recristalización en aleaciones de aluminio

Recristalización estática

La recristalización estática es un proceso de ablandamiento, que puede ocurrir durante el recocido o después de la deformación en el intervalo entre operaciones sucesivas durante el trabajo en caliente. El mecanismo de operación de este proceso es la reducción en la densidad de dislocaciones y su reordenamiento. En el rango de baja temperatura ($<0.5T_f$) el mecanismo que actúa es el movimiento de vacancias. Mientras que esta operación a intermedias o altas temperaturas ($>0.5T_f$) involucra el deslizamiento cruzado y el ascenso de dislocaciones [14, 16, 17].

La recristalización estática toma lugar en dos etapas: nucleación de nuevos granos y el crecimiento de estos granos a expensas de los deformados. Algunas características de la recristalización estática son:

- Se requiere de una cantidad mínima de deformación, llamada deformación crítica, necesaria para el inicio de la recristalización estática.
- A menor grado de deformación, mayor es la temperatura requerida para iniciar la recristalización estática; esta temperatura es llamada de inicio de recristalización estática.
- El tamaño de grano final, depende del grado de deformación y en menor grado de la temperatura de recocido.
- Entre más grande sea el tamaño de grano inicial, más lenta es la velocidad de recristalización.

Recristalización metadinámica

La recristalización metadinámica comienza durante la deformación y termina después de la deformación, es decir, una vez que la recristalización dinámica se ha iniciado durante la deformación, los núcleos recristalizados dinámicamente continúan creciendo después de que la deformación es interrumpida. A diferencia de la recristalización estática, la recristalización metadinámica no requiere de un tiempo de incubación, ya que ésta hace uso de los núcleos formados durante la recristalización dinámica. [14, 16, 17].

Recristalización dinámica

El proceso de formación de nuevos granos libres de deformación que crecen mediante la migración de límites de grano de ángulo alto en la matriz deformada es conocido como recristalización [18].

Aunque muchos investigadores han sugerido que el mecanismo predominante de ablandamiento en el aluminio y sus aleaciones durante el trabajo a temperaturas iguales o mayores a $0.5T_f$ es la DRV, se ha encontrado que, bajo ciertas condiciones, tales como muy altas temperaturas o bajas velocidades de deformación, puede ocurrir recristalización dinámica (*Dynamic Recrystallization*, DRX) [15].

Los mecanismos de recristalización más comúnmente observados en el aluminio y sus aleaciones son: la recristalización dinámica continua (*Continuous dynamic recrystallization*, CDRX) y la recristalización dinámica geométrica, (*Geometric dynamic recrystallization*, GDRX) aunque se ha observado que ocurre recristalización dinámica discontinua en aleaciones de aluminio que contienen grandes dispersoides y en aluminio de alta pureza [15].

E. J. Mittemeijer [5] propone que la migración de los límites de grano se inicia en un límite de grano de ángulo alto en la microestructura deformada, donde la densidad de dislocaciones en ambos lados del límite es significativamente diferente debido a la deformación plástica. Una parte del límite de grano puede ensancharse (Figura 4) de A a B bajo la eliminación simultánea de un excedente de dislocaciones de B. Este ensanchamiento no es exclusivo de los límites de grano ya que se reconoce la heterogeneidad de la deformación dentro de los granos. Esto sugiere que un solo subgrano (celda) suficientemente grande en una microestructura constituida de celdas de dislocación y situada en un límite de grano A/B (ángulo alto), puede actuar como la región que inicia la recristalización [5].

De este modo, la condición para que se inicie la recristalización no es expresada como una condición de la diferencia en la energía de deformación de los granos adyacentes y simplemente el tamaño de subgrano adyacente al límite del grano es decisivo para dicho mecanismo. Incluso si las energías de deformación almacenadas en ambos granos A y B son similares (el mismo tamaño medio de subgrano/celdas de dislocación), el mecanismo explicado puede funcionar siempre que la distribución de tamaños de los subgranos sea suficientemente amplia.

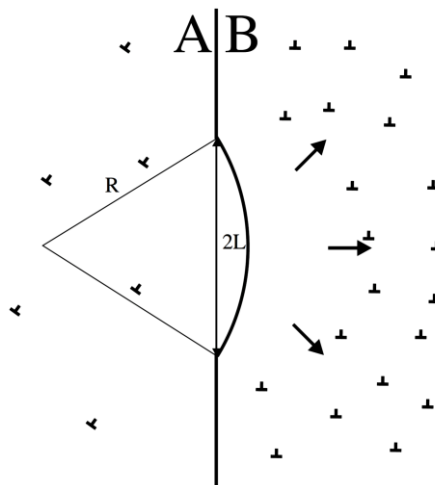


Figura 4. Representación esquemática de la migración de límite de grano inducida por deformación. [5].

Por otro lado, existen diversos factores que influyen en el desarrollo de la *DRX*, por ejemplo, las partículas de segunda fase, ya que los efectos que estas partículas tienen en la recristalización son:

- Aumento de la energía almacenada y por tanto, la fuerza motriz para la recristalización se incrementa.
- Las partículas grandes pueden actuar como sitios de nucleación para la recristalización.
- Si las partículas tienen una separación estrecha, pueden ejercer un efecto de anclaje (*pinning*) significativo en límites de grano de ángulo bajo y alto.

Los primeros dos efectos tienden a promover la recristalización principalmente cuando las partículas tienen un tamaño mayor que $1 \mu\text{m}$, debido a las dislocaciones que se acumulan alrededor de ellas, conducen a la formación de núcleos de recristalización dinámica, mientras que el último la inhibe [19].

Asimismo, el tamaño de grano final depende fuertemente del tamaño de partícula y del espaciamiento entre partículas, ya que un tamaño de grano final será mayor cuando la recristalización es retrasada y entre mayor es el espaciamiento entre partículas, la recristalización se acelera y el tamaño de grano final disminuye.

La transición de la recristalización retardada a acelerada es función de la fracción en volumen (F_v) y del radio de partícula (r). Aproximadamente, el aplazamiento de la recristalización ocurre cuando el parámetro F_v/r es mayor que $\sim 0.2 \mu\text{m}^{-1}$. Si F_v/r es menor que este valor, la recristalización es acelerada en comparación con una matriz libre de partículas, incluso si las partículas son muy pequeñas puede ocurrir que estimulen núcleos de recristalización, lo cual es llamado nucleación estimulada por partículas (*Particle Stimulated Nucleation*, PSN) [16].

La aceleración de la recristalización se atribuye tanto al incremento de la fuerza motriz derivada de las dislocaciones generadas durante la deformación como al mecanismo de PSN. Una aleación que muestra recristalización retardada después de pequeñas deformaciones puede mostrar recristalización acelerada después de grandes deformaciones.

El mecanismo PSN se ha observado en muchas aleaciones, incluyendo las de aluminio, hierro, cobre y níquel, y por lo general sólo puede ocurrir en partículas de diámetro mayor de $1 \mu\text{m}$ [19].

Por otro lado, al incrementar la temperatura de deformación, la *DRX* puede ser promovida ya que la difusión de átomos aumenta, sin embargo, la *DRV* también se favorece.

Por lo tanto, para promover el desarrollo de la DRX e inhibir el mecanismo de recuperación se deben ajustar y optimizar los parámetros y modos de deformación [15].

1.5 Crecimiento de grano

Después de que termina el proceso de recristalización, un crecimiento del grano recristalizado puede ocurrir, impulsado por la liberación de energía de límite de grano: los granos más grandes crecen a expensas de los más pequeños. Como la fuerza motriz de este proceso es más pequeña que para la recristalización, la velocidad de los límites de grano que migran es menor comparada con la recristalización. Se pueden distinguir dos casos de crecimiento de grano [5]:

- Crecimiento normal del grano, que se caracteriza por una velocidad aproximadamente uniforme para los límites de grano que migran, con la consecuencia de que el tamaño de grano se mantiene más o menos uniforme a través de la muestra, pero se incrementa durante el proceso.
- Crecimiento anormal del grano, es caracterizado por el movimiento de los límites de algunos granos solamente, con la consecuencia de que éstos llegan a ser muy grandes en comparación con la mayoría de los granos restantes.

Los átomos en un límite de grano generalmente poseen una energía más alta que los átomos dentro del grano a causa de su estado menos ideal o porque sus enlaces químicos están incompletos. La cantidad de energía que tienen los átomos en el límite del grano es más de la que tendrían como átomos dentro del grano, es una "energía en exceso" y expresada por unidad de área, se llama energía de límite de grano, γ_{GB} .

Un área curvada de límite entre dos bordes del grano tiene una energía más grande que el área planar de estos, entre dichos bordes del límite. Por lo tanto, la energía se reduce si el área de límite de grano curva se sustituye por el área plana correspondiente. Lo anterior indica que la fuerza de tensión que actúa sobre los límites de grano curvados induce una migración para minimizar dicha fuerza, es decir, los límites de grano curvados tienden a migrar hacia su centro de curvatura y un límite convexo se mueve hacia afuera [5].

Es apropiado indicar la diferencia en la dirección de la migración del límite del grano entre los casos de recristalización y de crecimiento del grano. La recristalización puede proceder por la migración hacia fuera de los límites de grano cóncavos: por ejemplo, la migración de límite de grano, inducida por deformación, en un límite de ángulo alto o por

engrosamiento del subgrano en presencia de un gradiente de orientación del subgrano. Esto contrasta con el crecimiento del grano donde los segmentos del límite de grano de naturaleza cóncava se mueven hacia adentro. En el proceso de recristalización el (sub)grano en la parte cóncava del límite es libre de deformación y crece en la matriz deformada, es decir, en la dirección opuesta a la de crecimiento de grano. El proceso es impulsado por la diferencia de energía de deformación de la matriz y el grano recristalizado que crece, lo cual es suficiente para compensar el aumento desfavorable de la longitud/área del límite producido por los procesos de recristalización. El crecimiento del grano, en contraste con la recristalización, ocurre en una matriz libre de deformación y por lo tanto es conducido por la disminución de la densidad del límite del grano y, por lo tanto, de la energía del límite del grano solamente.

La fuerza motriz para el crecimiento del grano depende del valor del esfuerzo del límite grano σ_{GB} : un límite de grano de baja energía experimenta una fuerza motriz más pequeña y por lo tanto muestra una velocidad de límite de grano más pequeña que un límite de grano de alta energía (ángulo alto).

Al continuar el crecimiento normal del grano, la fuerza motriz para este fenómeno disminuye a medida que los granos se vuelven más grandes. Entonces, después de un tratamiento de recocido prolongado, la activación térmica, que se expresa a través de la movilidad de los límites de grano, M , es demasiado pequeña ya que el valor de la fuerza motriz ha disminuido fuertemente, con el fin de sostener una velocidad de migración de límite de grano medible v . En consecuencia, el proceso de crecimiento normal de grano se detiene.

En alguna etapa prolongada del crecimiento del grano, la fuerza motriz se ha vuelto tan pequeña que una posible fuerza de anclaje (*pinning*) del límite del grano se hace significativa en vista de la disminución de valor de la fuerza motriz [5]:

- Efecto de partículas de segunda fase. El anclaje de un límite de grano por una partícula de segunda fase en una matriz puede ser entendido como sigue: después de la intersección de la partícula con el límite de grano, una parte éste, tan grande como el área de intersección, se ha eliminado. Por lo tanto, se ha liberado la energía de los límites de grano, se podría decir que el límite de grano es atraído por la partícula, o dicho de otra manera, cuesta energía para eliminar el límite de grano de la partícula. Se puede demostrar que esta energía necesaria para separar la partícula y el límite de grano es proporcional a la tensión límite de grano y el tamaño de la partícula [5].

- Efecto de los átomos de soluto. Los átomos de soluto pueden influir en la movilidad de los límites de grano. La energía de un átomo soluto en el límite de grano es generalmente diferente de la energía del átomo soluto en la mayor parte de los granos, como consecuencia directa de la diferencia en el estado de unión (diferencia en la disposición atómica local). De este modo, un soluto puede ser atraído hacia el límite (y por lo tanto la energía es liberada) o puede ser repelido desde el límite (cuesta energía mover el átomo del soluto del interior de un grano al límite). Si el soluto es atraído hacia el límite, la concentración de soluto en el límite es mayor que en el volumen y se habla de "segregación de soluto". En este caso, los átomos de soluto pueden inducir una fuerza de "arrastre de soluto" sobre el límite móvil. Como resultado, se produce un tamaño de grano limitante cuando la fuerza motriz neta es nula [5].

1.6 El Método de elementos finitos

El método de elementos finitos (MEF) es un método numérico [20] utilizado para resolver ecuaciones diferenciales que describen diversos problemas macroscópicos de varias disciplinas de ingeniería, como ingeniería estructural, resistencia de materiales, mecánica de fluidos, electromagnetismo, conducción de calor, etc.

El método consiste en subdividir una estructura en pequeñas partes (elementos finitos). Éstos están conectados por medio de puntos comunes llamados nodos (Figura 5). El proceso de subdivisión se llama mallado. Esta división de la estructura se denomina discretización del modelo, ya que, en lugar de intentar resolver el problema sobre toda la estructura, al subdividir la pieza en un número finito de elementos, éstos arrojan resultados individuales que posteriormente son interpolados al resto de la estructura, resultando finalmente en una solución aproximada (Figura 6) [21].

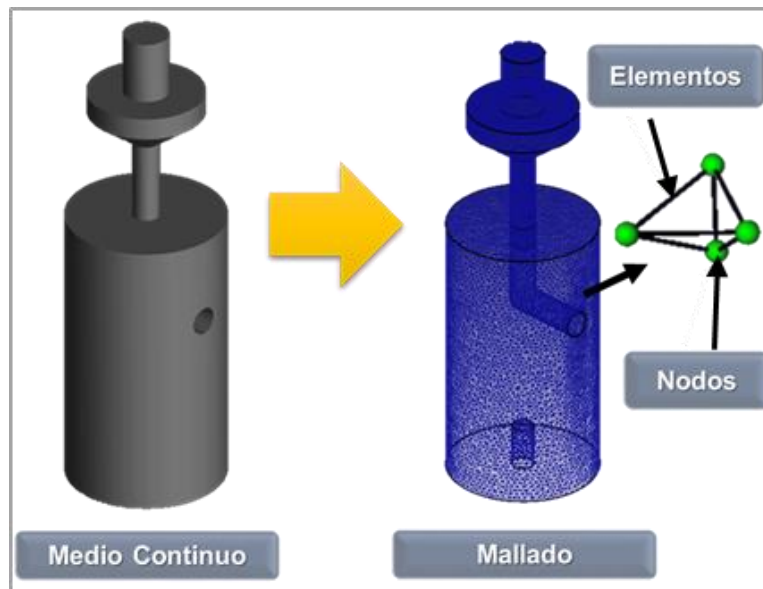


Figura 5. Ejemplo de discretización del modelo.

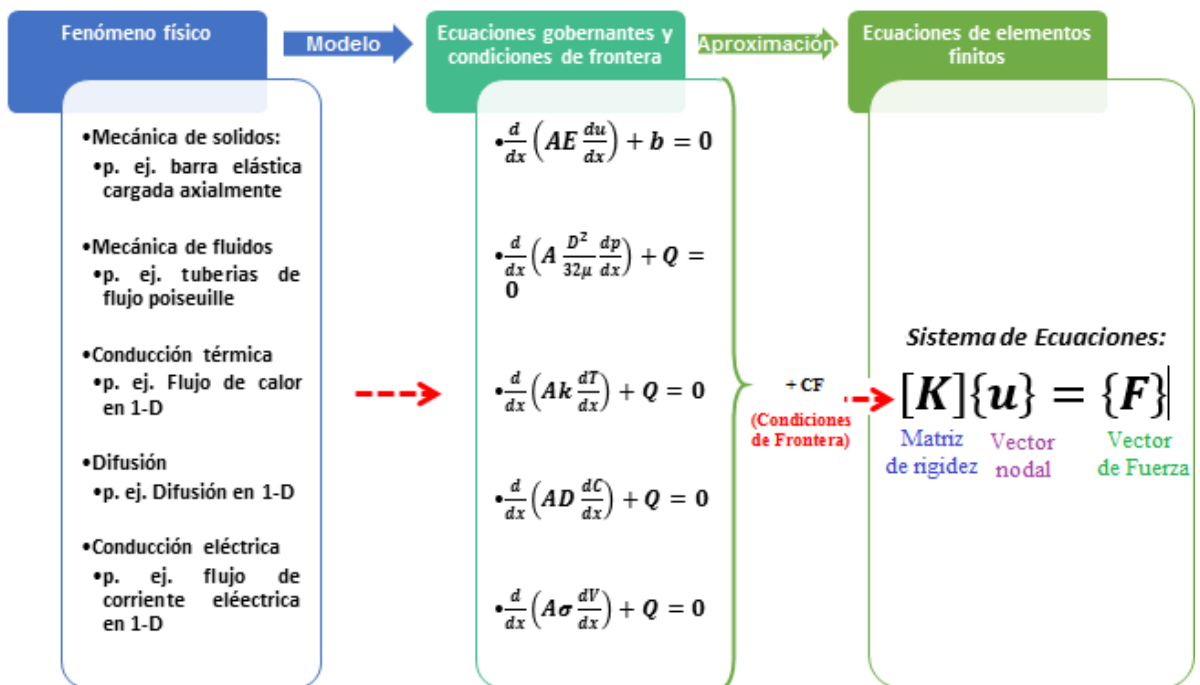


Figura 6. Discretización numérica del método de elemento finito [22].

1.6.1 Etapas para solucionar problemas mediante MEF

Independientemente del tipo de problema, se requieren de tres pasos básicos para llevar a cabo un análisis mediante el MEF:

Preprocesamiento: El análisis comienza con la creación de un modelo geométrico en 2D o 3D, es decir un dibujo de la estructura que será analizada. Esta geometría es generada mediante un programa de diseño, por ejemplo, SolidWorks®. Una vez lista la geometría, se genera la malla en función del número de elementos, se define el material y sus propiedades mecánicas, cargas y restricciones como temperatura de trabajo, intercambio de calor con el ambiente, etc. Y se proporciona información sobre el tipo de análisis que se desea realizar.

Solución: En esta etapa es donde se aplica el método de análisis por elementos finitos para obtener la solución aproximada.

Postprocesamiento: En el Postprocesamiento la solución se representa de manera gráfica. Una interpretación correcta de los resultados requiere tener en cuenta las suposiciones, simplificaciones y errores introducidos en los primeros tres pasos: construcción del modelo matemático, construcción del modelo de elementos finitos y resolución del modelo de elementos finitos.

1.6.2 Tipos de elementos

La forma, tamaño, número y configuración de los elementos se elige de acuerdo con el tipo de geometría del cuerpo, al número de coordenadas independientes necesarias para describir el sistema y a la física que describe el problema en cuestión. Si la geometría, las propiedades del material y el campo de variables del problema puede describirse en términos de una sola coordenada espacial, se pueden usar elementos de línea o unidimensionales.

Cuando la configuración y otros detalles del problema se pueden describir en términos de dos coordenadas espaciales independientes, se deben usar elementos bidimensionales. El elemento básico utilizado para un análisis bidimensional es el elemento triangular. Cuando la configuración y otros detalles del problema se describen en términos de tres coordenadas espaciales independientes. El elemento básico utilizado para un análisis tridimensional, análogo al elemento triangular en el caso de problemas bidimensionales, es el elemento tetraedro. Un ejemplo de los elementos en una, dos y tres dimensiones se muestra en la Figura 7.

Para la discretización de problemas que involucran geometrías curvas, son útiles elementos finitos con lados curvos. La capacidad de modelar los límites curvos ha sido posible gracias a la adición de nodos intermedios. Elementos finitos con lados rectos se conocen como

elementos lineales, mientras que aquellos con lados curvos se llaman elementos de orden superior [23].

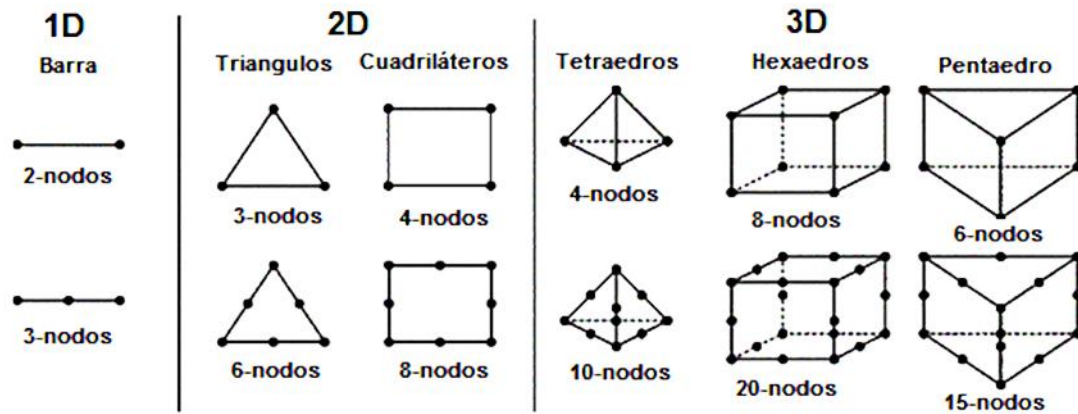


Figura 7. Tipos de elementos [24].

Por ejemplo, los elementos tetraedros de primer orden (lineales) tienen un total de cuatro nodos, uno en cada extremo. Las aristas de los elementos de primer orden son rectas y las caras planas. Estas aristas y caras deben permanecer así, aunque los elementos hayan experimentado una cierta deformación. Esta situación impone una gran limitación a la capacidad de creación de una malla construida con elementos de primer orden para modelar los campos de desplazamiento y tensión de complejidad real, sobre todo cuando éstos se encuentran en la región plástica. Además, las aristas rectas y las caras planas no se ajustan correctamente a geometría curvilínea (Figura 8).

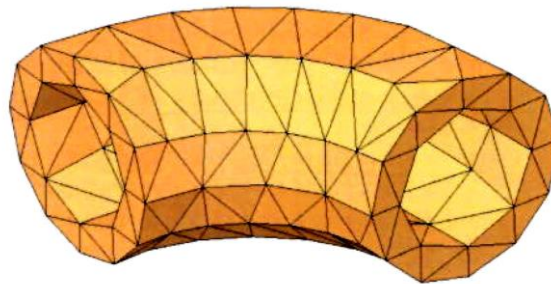


Figura 8. Malla generada con elementos de primer orden [20].

Los elementos tetraédricos de orden superior modelan el campo de desplazamiento de segundo orden (parabólico), y en consecuencia el campo de deformación de primer orden (lineal), la derivada de la función parabólica es una función lineal. Cada elemento tetraédrico de segundo orden tiene diez nodos (cuatro nodos en las esquinas y seis nodos intermedios) y

cada nodo tiene tres grados de libertad. Las aristas y caras de los elementos de segundo orden pueden asumir formas curvilíneas si son asignados a una geometría curvilínea y/o la pieza que los contiene es deformada plásticamente (Figura 9).

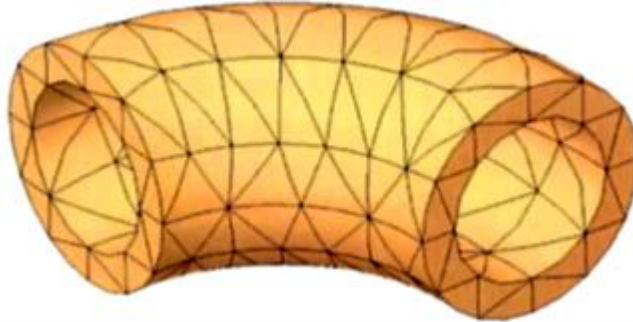


Figura 9. Malla generada con elementos de segundo orden [20].

1.6.3 Funciones de interpolación

Como se mencionó anteriormente, el principio básico del método de elementos finitos es la solución de un problema mediante la división de la región de interés en pequeñas regiones (elementos finitos) y aproximando la solución sobre cada subregión mediante una función simple. Las funciones utilizadas para representar el comportamiento de la solución dentro de un elemento se denominan funciones de interpolación o modelos de interpolación. Las funciones de interpolación de tipo polinomial han sido ampliamente utilizadas en la literatura debido a las siguientes razones:

- Es más fácil formular y calcular las ecuaciones de elementos finitos con funciones de interpolación de tipo polinomial, es decir es más fácil realizar diferenciación o integración con polinomios.
- Es posible mejorar la precisión de los resultados aumentando el orden del polinomio. Teóricamente, un polinomio de orden infinito corresponde a la solución exacta. En la práctica se usan polinomios de orden finito sólo como una aproximación [25].

Un ejemplo claro de aplicación de polinomios de distinto orden se muestra en la Figura 10, en donde se grafica la distribución de la temperatura a lo largo de la aleta en una dimensión.

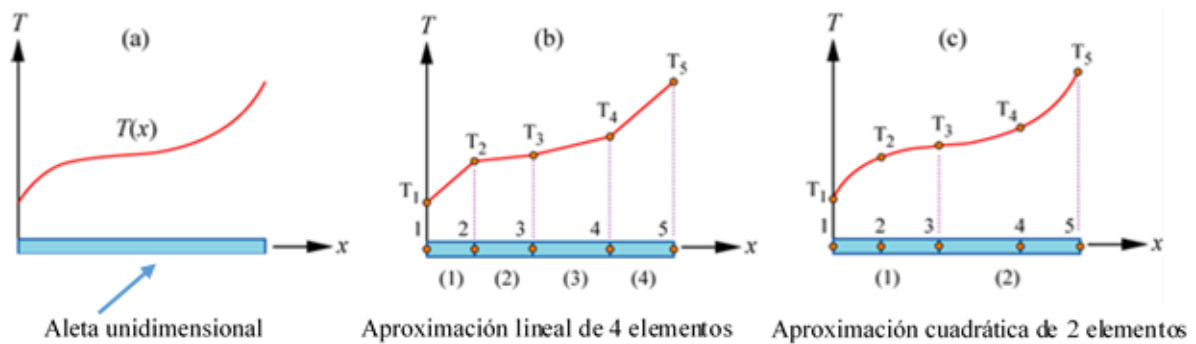


Figura 10. (a) Distribución de temperatura de un medio continuo unidimensional (aleta) con un número infinito de incógnitas. (b) Discretización lineal del continuo, es decir, dividido en 4 subdominios (o elementos). (c) División de la aleta en dos subdominios (los elementos 1 y 2) [26].

Como se puede ver en la Figura 10b, los nodos están numerados consecutivamente de izquierda a derecha de forma similar a los elementos. Los elementos son de primer orden; el esquema de interpolación entre los nodos es por lo tanto lineal. Sin embargo, en la Figura 10c se ha optado por utilizar un elemento de segundo orden (cuadrático). Estos elementos contienen nodos intermedios como se muestra, y la interpolación entre los nodos es cuadrática, esto permite una aproximación mucho más aproximada al sistema real. Sin embargo, el tiempo de simulación es mayor en (c) que en (b) debido a que la interpolación cuadrática (que calcula la temperatura entre los nodos), es más exacta que el caso lineal.

1.6.4 Proceso de solución del elemento finito

Dentro de las diferentes aplicaciones de la ingeniería en las que se utiliza el método de elementos finitos se encuentra el análisis estructural. Los problemas de este tipo de análisis se pueden analizar de dos formas: análisis lineal y análisis no lineal [27]. Un análisis lineal ya sea estático o dinámico se utiliza para analizar el diseño de un elemento mecánico o alguna estructura compleja, para validar de forma rápida y eficaz la calidad, el rendimiento y la seguridad del material. Por otro lado, el análisis no lineal se utiliza para modelar una estructura lo más cercana posible al comportamiento real, tal es el caso de componentes de plástico o conformado de metales.

Análisis Lineal

El procedimiento general para resolver un problema de elementos finitos es el siguiente:

- Discretización del dominio (estructura) en elementos finitos.

- Derivar las ecuaciones para cada uno de los elementos de la malla y colocarlos de la forma: $[K^e]\{u^e\} = \{F^e\}$ (matriz elemental).
- Ensamblar todas las ecuaciones del paso anterior para tener una ecuación global.
- Aplicar las condiciones de frontera tales como restricciones de movimiento, cargas, flujo de calor, etc.
- Solución de las ecuaciones ensambladas.
- Análisis de resultados

De los pasos anteriores la matriz elemental en donde se obtienen los desplazamientos de una estructura es la siguiente:

$$[K]\{u\} = \{F\} \quad (1)$$

donde:

$\{u\}$: vector de desplazamientos nodales desconocidos

$[K]$: matriz de rigidez

$\{F\}$: vector de cargas aplicadas

Análisis No Lineal

Durante el conformado de metales, la pieza de trabajo se deforma plásticamente cuando una herramienta aplica una carga, haciendo que la pieza no regrese a su estado original cuando la carga es retirada. Este tipo de problemas en los cuales se desarrollan grandes desplazamientos son característicos de un análisis no lineal.

Las características principales de un análisis no lineal son las siguientes:

- Comportamiento no lineal del material. Las relaciones de esfuerzo-deformación de los materiales que no cumplen con la ley de Hooke son no lineales.
- Geometría no lineal. Esta se presenta cuando las fuerzas o cargas aplicadas producen grandes desplazamientos, rotaciones, deformaciones o una combinación de estas. De forma que las relaciones de fuerza y desplazamiento son no lineales.
- Contacto. Cuando las herramientas entran en contacto se presenta el efecto de fricción, el cual se modela mediante leyes o modelos de fricción no lineales.

La solución de un análisis no lineal no puede obtenerse de un simple paso de análisis ya que las ecuaciones que describen la solución deben incorporar condiciones que no son completamente determinadas hasta que la solución es conocida, por ejemplo: la condición de

carga y estado de esfuerzos. Por esta razón, es necesario aumentar el número de pasos para actualizar la solución tentativa y después de cada paso repetir hasta que el criterio de convergencia sea satisfecho.

Este tipo de análisis se resuelve haciendo una modificación de la ecuación (1). Entonces, asumiendo que las cargas externas están en función del tiempo, las condiciones de equilibrio de un cuerpo sujeto a una carga se pueden expresar de la siguiente manera:

$$R^t - F^t = 0 \quad (2)$$

donde el vector R^t incluye las fuerzas externas aplicadas en puntos nodales en un tiempo t y el vector F^t incluye las fuerzas nodales que corresponden a los esfuerzos del elemento en la configuración actual.

Para resolver un análisis no lineal se usa una solución incremental paso a paso, en donde en cada paso de análisis se lleva a cabo un problema estático donde la solución es independiente del tiempo. Para llevar a cabo una solución incremental paso a paso es necesario asumir que la solución para el tiempo t es conocida y que para la solución de tiempo $t + \Delta t$ es necesario obtener un valor, siendo Δt el incremento del tiempo. De esta forma, considerando la expresión (2) y añadiendo incrementos de tiempo $t + \Delta t$ se tiene:

$$R^{t+\Delta t} - F^{t+\Delta t} = 0 \quad (3)$$

donde el superíndice de lado izquierdo de R indica “un tiempo $t + \Delta t$ ” (se asume que $R^{t+\Delta t}$ es independiente de las deformaciones). Conociendo la solución a un tiempo t , se obtiene:

$$F^{t+\Delta t} = F^t + F \quad (4)$$

donde F es el incremento de las fuerzas nodales correspondientes a los incrementos de los desplazamientos y esfuerzos del elemento desde un tiempo t hasta $t + \Delta t$. El vector F puede calcularse a partir de la matriz de rigidez K^t la cual corresponde a las condiciones de geometría y material del sistema en un tiempo t :

$$F = K^t U \quad (5)$$

donde U es un vector incremental de desplazamientos nodales. Substituyendo las ecuaciones (4) y (5) en la ecuación (3) se obtiene:

$$K^t U = R^{t+\Delta t} - F^t \quad (6)$$

Resolviendo para U se calcula una aproximación para los desplazamientos a un tiempo $t + \Delta t$,

$$U^{t+\Delta t} = U^t + U \quad (7)$$

Los desplazamientos exactos al tiempo $t + \Delta t$ son los que corresponden a las cargas aplicadas $R^{t+\Delta t}$. Teniendo evaluado una aproximación de los desplazamientos correspondientes al tiempo $t + \Delta t$, se puede resolver para una aproximación a los esfuerzos y a los correspondientes puntos de fuerza nodales a un tiempo $t + \Delta t$, y entonces se procede a los siguientes pasos de análisis. Sin embargo, debido a la suposición en (5), tal solución está sujeta a errores significantes y dependiendo del tiempo o los tamaños de paso de carga, podría ser inestable. La iteración más ampliamente utilizada en el elemento finito es la del método de Newton-Raphson [27].

En el caso del software DEFORM® los incrementos de tiempo se calculan en base a pequeños intervalos de tiempo para la solución (Δt). Estos intervalos de tiempo determinan la precisión de la solución final y para calcularlos, el software verifica todos los elementos. Por razones de estabilidad utiliza un factor de escala de 0.9 (default) para decrementos de pasos de tiempo:

$$\Delta t = 0.9 \frac{l}{c} \quad (8)$$

donde l es la longitud mínima del elemento de malla y c es la velocidad del sonido. Las características principales de l y c es que dependen de la densidad del material (ρ), módulo de elasticidad (E) y coeficiente de Poisson (ν), de acuerdo con las siguientes relaciones:

$$l = \frac{A}{\max(L_1, L_2, L_3, L_4)} \quad (9)$$

$$c = \sqrt{\frac{E}{\rho(1 - \nu^2)}} \quad (10)$$

donde A es el área del elemento y L_1, L_2, L_3 y L_4 indican la longitud del elemento. Para calcular cada incremento de tiempo el software actualiza el valor de A y la longitud máxima de los lados del elemento cuadrado en cada paso, esto para recalculer el siguiente incremento de tiempo. De esta forma, el programa calcula los incrementos de tiempo automáticamente haciendo uso de las características del elemento y las propiedades del material. Estos incrementos de tiempo son almacenados en un archivo de resultados con sus respectivos valores de esfuerzo, deformación, cargas, desplazamientos, etc.

1.6.5 Errores en MEF

El proceso de creación de un modelo matemático y de individualización en un modelo de elementos finitos introduce errores que no se pueden evitar. La formulación de un modelo matemático introduce errores de modelado, también llamados errores de idealización. La individualización del modelo matemático introduce errores de individualización y la solución introduce errores numéricos. De estos tipos de errores, sólo los errores de individualización son errores específicos del MEF. Por lo tanto, sólo dichos errores se pueden controlar con los métodos de MEF. Los errores de modelado, que afectan al modelo matemático, se introducen antes de usar el MEF y sólo se pueden controlar usando las técnicas de modelado correctas. Los errores de solución que son errores de redondeo acumulados en la etapa de simulación, resultan difíciles de controlar, pero afortunadamente suelen ser muy pequeños [20].

1.6.6 Modelo de recristalización dinámica

Los programas de computación basados en el método de MEF pueden dividirse en aquellos que son de uso general, (por ejemplo, ANSYS, COMSOL MULTIPHYSICS y ABSCUS) y los que son de dedicación específica, en este último caso está el software DEFORM, el cual es utilizado para simular procesos de formado de metales y predecir los cambios microestructurales que ocurren durante el proceso de deformación utilizando el módulo de evolución microestructural.

Si la deformación se lleva a cabo a temperaturas elevadas ocurre un proceso conocido como recristalización dinámica, el cual controla el tamaño de grano resultante, que a su vez depende de la microestructura de partida y de las condiciones de la deformación (la velocidad de deformación, el grado de deformación y el esfuerzo de flujo). La integración de dichos parámetros en modelos establecidos en la literatura, permiten predecir cambios microestructurales durante el proceso de ECAP. Para el objetivo de este trabajo se adoptan los modelos ofrecidos por el DEFORM-3D. Este modelo es principalmente empírico, ya que es necesario determinar experimentalmente las constantes que son específicas de la aleación.

El proceso de recristalización inicia cuando se excede una deformación crítica (ε_c):

$$\varepsilon_c = a_2 \varepsilon_p \quad 11)$$

donde ε_p denota la deformación pico correspondiente al esfuerzo de flujo máximo y a_2 es una constante.

$$\varepsilon_p = a_1 d_0^{n_1} \dot{\varepsilon}^{m_1} \exp(Q_1/RT) + c_1 \quad (12)$$

donde (d_0) es el tamaño de grano inicial y ($\dot{\varepsilon}$) es la velocidad de deformación, R es la constante de los gases, T es la temperatura absoluta, a_1, n_1, m_1 y c_1 son constantes que dependen del material.

La ecuación de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov [28-30] es usada para describir la relación entre la fracción recrystalizada dinámicamente (X_{DRX}) y la deformación efectiva (ε):

$$X_{DRX} = 1 - \exp \left[-\beta_d \left(\frac{\varepsilon - a_{10}\varepsilon_p}{\varepsilon_{0.5}} \right)^{k_d} \right] \quad (13)$$

donde ($\varepsilon_{0.5}$) es la deformación para un 50% de recrystalización, a_{10} y β_d son constantes.

$$\varepsilon_{0.5} = a_5 d_0^{k_5} \dot{\varepsilon}^{n_5} \exp(Q_5/RT) + c_5 \quad (14)$$

El tamaño de grano recrystalizado es expresado en función del tamaño de grano inicial, la deformación, la velocidad de deformación y la temperatura, donde k_8, n_8, m_8 y c_8 son constantes que dependen del material.

$$d_{DRX} = a_8 d_0^{k_8} \dot{\varepsilon}^{n_8} \exp(Q_8/RT) + c_8 \quad (15)$$

El tamaño de grano promedio (d) puede ser calculado mediante la siguiente ecuación:

$$d = d_0(1 - X_{DRX}) + (d_{DRX}X_{DRX}) \quad (16)$$

El crecimiento de grano puede ser expresado mediante la siguiente expresión:

$$d_g = \left[d_0 + a_9 t \exp \left(-\frac{Q_9}{RT} \right) \right]^{1/m} \quad (17)$$

donde t es el tiempo de análisis y d_g es el tamaño de grano final, Q_9 es la energía de activación para el crecimiento de grano.

La determinación experimental de las constantes empleadas en las anteriores expresiones se realiza con una serie de ensayos de compresión manteniendo una deformación definida, pero variando la velocidad de deformación y la temperatura de trabajo tal y como se detalla en [31, 32].

1.7 Predicción de evolución microestructural mediante DEFORM 3D®

En los últimos años, la aplicación del método de los elementos finitos (MEF) ha sido muy útil para estudiar el flujo plástico de metales, así como la evolución microestructural durante los procesos de conformado. Un ejemplo es el modelado del cambio microestructural

en el torneado de una pieza de la AA7075-T651 realizado por G. Rotella et al. [33]. Su trabajo consistió en modelar los cambios en el tamaño de grano de la fase matriz (α) que ocurren en la superficie de la pieza durante el proceso de maquinado. Ya que estos cambios se realizan de manera dinámica, implementó una rutina personal en el software DEFORM 3D para predecir los procesos de recristalización dinámica (DRX) y los cambios de la dureza (Figura 11), logrando validar satisfactoriamente la rutina implementada ya que el valor promedio del tamaño de grano superficial ($9.71 \mu\text{m}$) predicho por el software, fue coincidente satisfactoriamente con el tamaño de grano medido experimentalmente ($10 \mu\text{m}$).

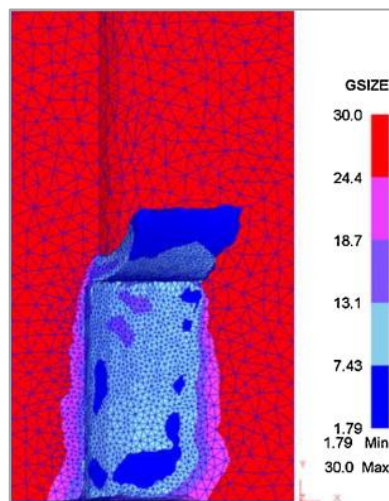


Figura 11. Tamaño de grano superficial (μm) predicho durante el torneado una pieza de la AA7075 [33].

G. Buffa et. al. [34] implementaron dos modelos (A y B) de análisis para predecir el cambio de tamaño de grano de la fase matriz (α) en la AA7075-T6 debido a los fenómenos de recristalización dinámica que ocurren durante la soldadura por fricción (Figura 12). Los dos modelos fueron implementados en el software DEFORM 3D como una subrutina. Los autores utilizaron un error cuadrático con el fin de comparar los resultados de los dos métodos utilizados. El modelo A tiene en cuenta el valor local de la deformación, la velocidad de deformación y temperatura, así como un par de constantes del material. El modelo B tiene en cuenta el parámetro de Zener-Hollomon y algunas constantes. Los resultados de esta investigación mostraron que ambos modelos son capaces de predecir el tamaño de grano promedio cerca de la línea de soldadura, sin embargo, la predicción empeora al aumentar la distancia. El modelo A mostró mejores resultados debido a la presencia de la deformación efectiva, lo que resulta en una mayor robustez del propio modelo.

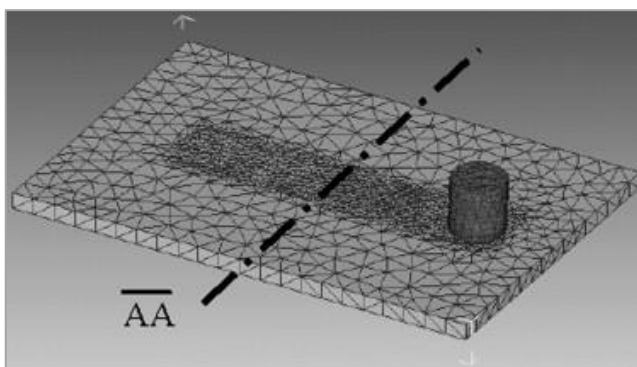


Figura 12. Proceso de soldadura por fricción modelado mediante un código de elementos finitos [34].

F. Chen et. al [35] realizaron una revisión sobre la predicción de los cambios en la microestructura durante el forjado en caliente. En esta investigación se mencionan los principales métodos para la predicción de la evolución microestructural durante los procesos de forjado en caliente, así como algunos ejemplos de recientes investigaciones sobre predicciones de la evolución microestructural de aceros, aleaciones de magnesio y aleaciones de aluminio. Una de las investigaciones mencionadas en el trabajo de Chen es la predicción de la fracción recrystalizada durante el forjado en caliente de la AA6082 utilizada para la fabricación de una parte de automóvil. El modelo microestructural propuesto fue integrado en el software DEFORM a través de una rutina propia (Figura 13), y los resultados predichos en la situación fueron comparados con los resultados del análisis metalográfico, mostrando un tamaño promedio de $5\mu\text{m}$.

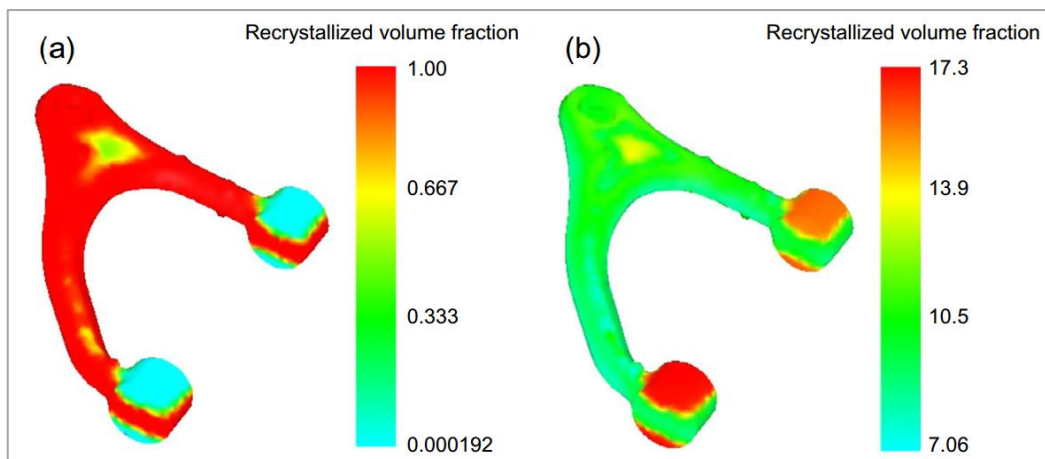


Figura 13. Predicción de la fracción recrystalizada de una parte de automóvil de la AA6082 [35].

A. L. Moraes y O. Balancin [36] simularon el proceso de forjado para manufacturar ganchos con bola (Figura 14), con el propósito de analizar la variación de la temperatura, deformación, velocidad de deformación y el cambio en la microestructura durante el

conformado. Los datos obtenidos del tamaño de grano de la fase matriz (α) de la simulación fueron comparados con los resultados obtenidos por microscopía óptica y se concluyó que la simulación reproduce de manera satisfactoria los cambios de la geometría y temperatura del proceso real, ya que las predicciones en las regiones de interés fueron de 45 y 20 μm , mientras que los resultados experimentales evaluados en las mismas zonas fueron de 52 y 26 μm .

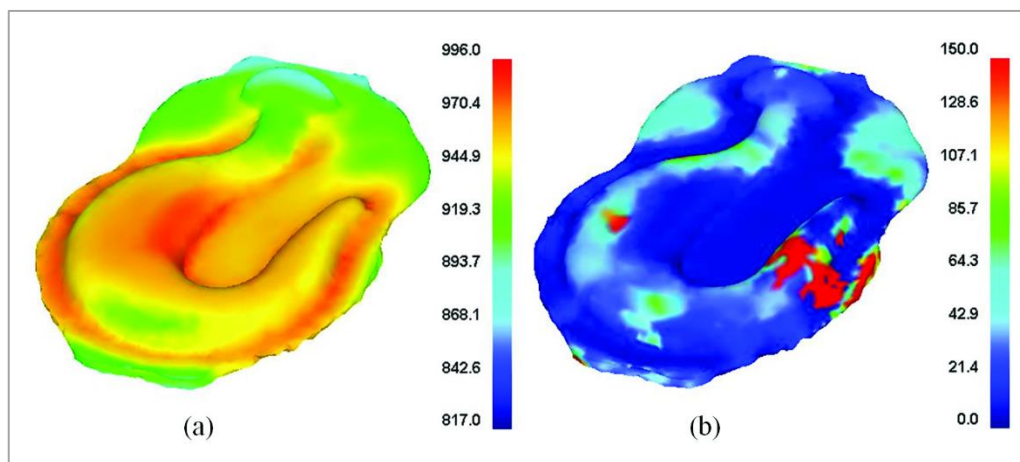


Figura 14. Resultados de la simulación de forjado: (a) distribución de temperatura ($^{\circ}\text{C}$) y (b) distribución de tamaño de grano austenítico (μm) [36].

G. Quan [32] analizó la evolución microestructural durante la compresión isotérmica de la aleación de Ti-6Al-4V (Figura 15). Los ensayos de compresión se realizaron en el rango de temperaturas de 1023-1323 K y un rango de velocidades de deformación de 0.01-10 s^{-1} . El análisis de las curvas de esfuerzo-deformación resultantes permitieron obtener dos parámetros característicos de la recristalización dinámica ε_c y ε_p . Adicionalmente, se utilizó el software DEFORM 3D para simular los ensayos de compresión y predecir el desarrollo de recristalización dinámica. Los resultados de la simulación fueron validados mediante microscopía óptica.

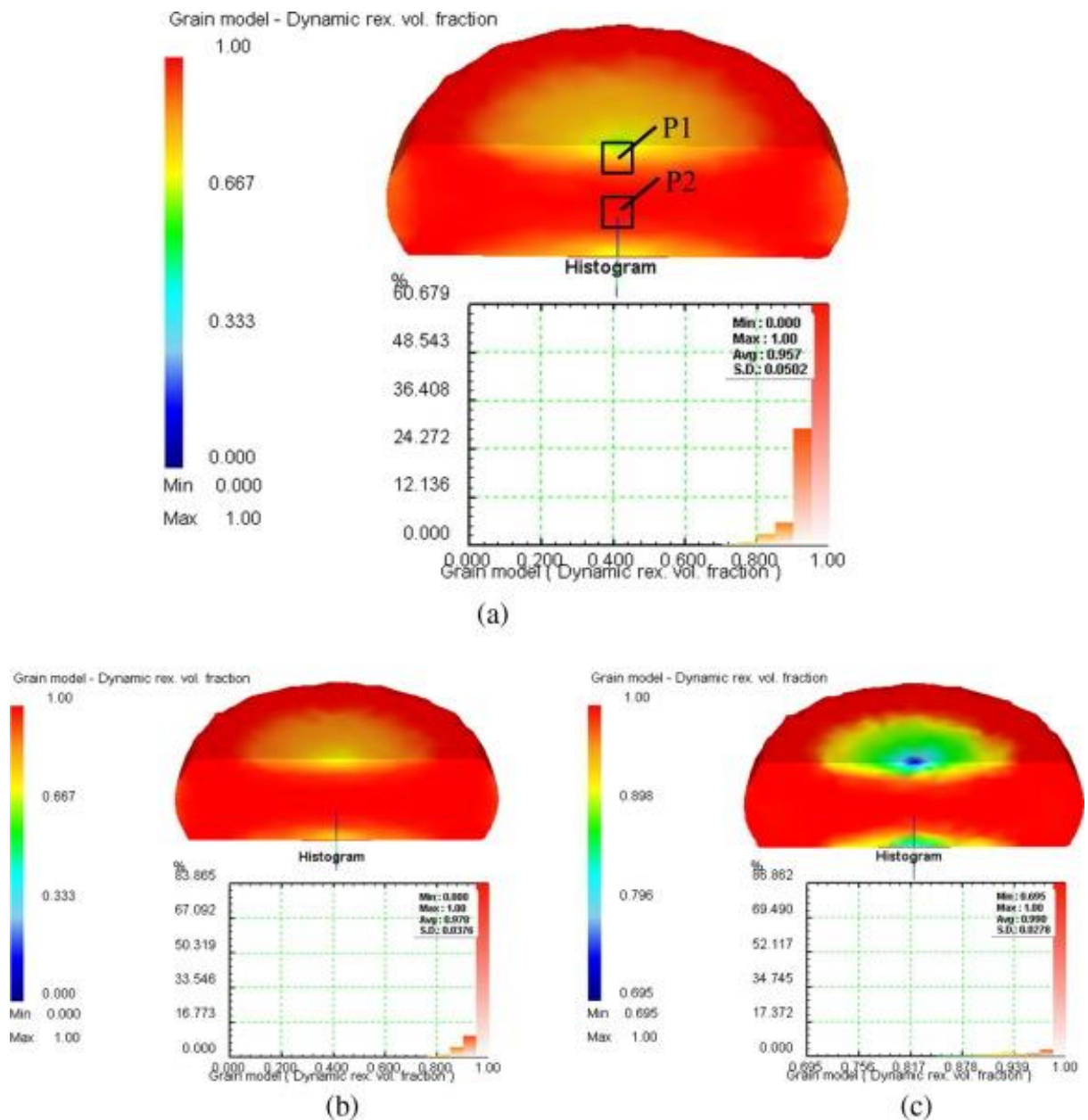


Figura 15. Fracción recristalizada dinámicamente a una temperatura de 1023K y con distintas velocidades de deformación a) 0.1 s^{-1} b) 1 s^{-1} c) 10 s^{-1} [32].

A. Khalkhali y M. J. Zaranga [37] implementaron un modelo de evolución de microestructura en 3D con el fin de predecir el tamaño medio de grano de la fase matriz (α) que se produce en la soldadura por fricción (*Friction Stir Welding*, FSW) de placas de la AA7050 debido a los fenómenos de recristalización dinámica (DRX). El tamaño de grano predicho en la zona de soldadura fue de aproximadamente $2\text{-}5 \mu\text{m}$ (Figura 16), el cual fue similar al obtenido experimentalmente ($2\text{-}5 \mu\text{m}$).

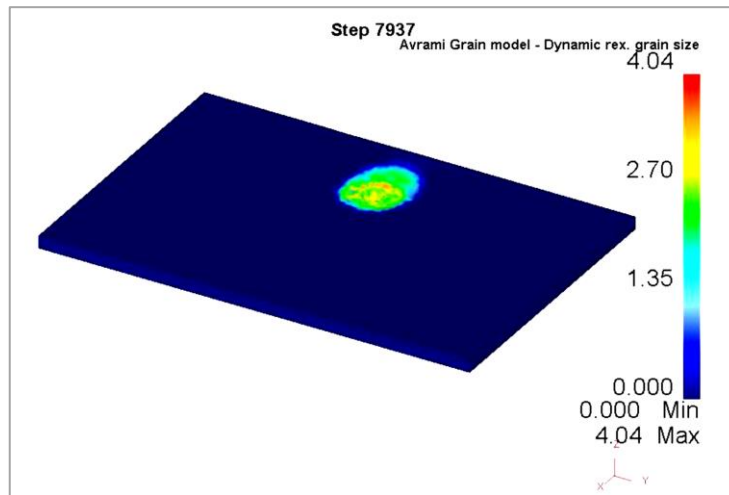


Figura 16. Tamaño de grano recristalizado dinámicamente al final de la simulación de un proceso de soldadura por fricción [37].

Y. You-ping et al. [38] propusieron un modelo numérico para optimizar el proceso de forjado de la AA7050 utilizando el método de elementos finitos en el software DEFORM-3D. Los resultados de la simulación mostraron que la recristalización dinámica en el área central de la palanquilla es promovida en un mayor grado que en el borde. A medida que las etapas de forja aumentaron, la deformación efectiva aumentó y el tamaño promedio del grano se redujo. Las fracciones en volumen recristalizadas en la mayor parte de la pieza de forjado final alcanzaron el 100% y el tamaño de grano medio se reduce a $10\ \mu\text{m}$ desde el valor inicial de $90\ \mu\text{m}$ (Figura 17).

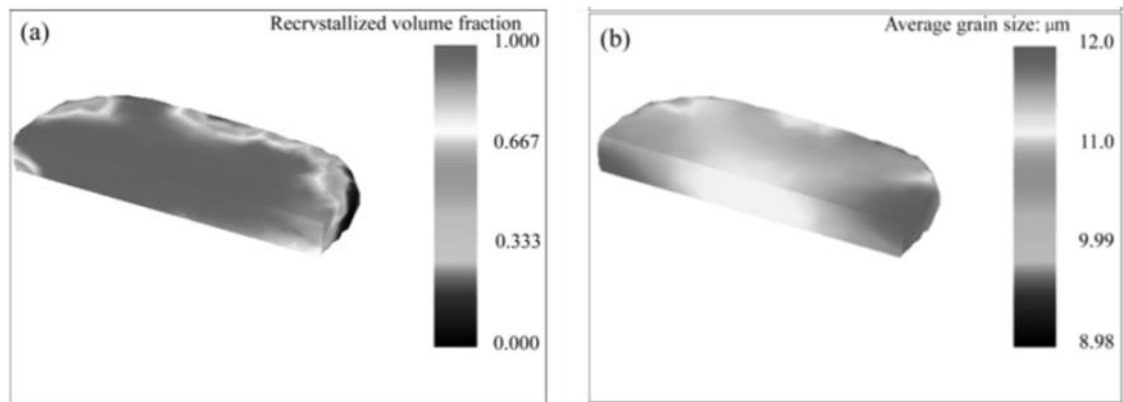


Figura 17. Resultados de simulación del forjado final: (a) Fracción en volumen recristalizado; (b) Tamaño promedio de grano [38].

CAPÍTULO 2

Condiciones experimentales y descripción de la metodología computacional para el análisis de la recristalización dinámica en la aleación de aluminio 7075 deformada severamente.

2.1 Esquema general del trabajo

El esquema de trabajo de la Figura 18 muestra de manera general las etapas llevadas a cabo durante el desarrollo de esta tesis, la cual ha sido dividida en dos partes: experimentación y simulación computacional. La primera parte se divide a su vez en dos secciones, a) Pretratamiento y b) Procesamiento vía ECAP, ya que para analizar experimentalmente los cambios en la microestructura de la AA7075 deformado severamente, fue importante que la morfología del grano de partida de la fase matriz (α), fuera equiaxial. De este modo se disminuyó la influencia del historial previo de deformación sobre la microestructura desarrollada durante ECAP.

La primera sección de la experimentación (pretratamiento) permitió obtener un grano con morfología equiaxial, además de que facilitó medir cuantitativamente su tamaño promedio (d_0). En la segunda sección, las muestras pretratadas se procesaron por 1, 2, 3 y 4 pasos de ECAP a 250 °C. Posterior a la deformación, se realizó la caracterización microestructural empleando microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de transmisión (MET).

En la segunda parte de este trabajo se explican las condiciones iniciales bajo las cuales se llevó a cabo la simulación computacional, es decir, el preprocesamiento para el análisis estructural y microestructural.

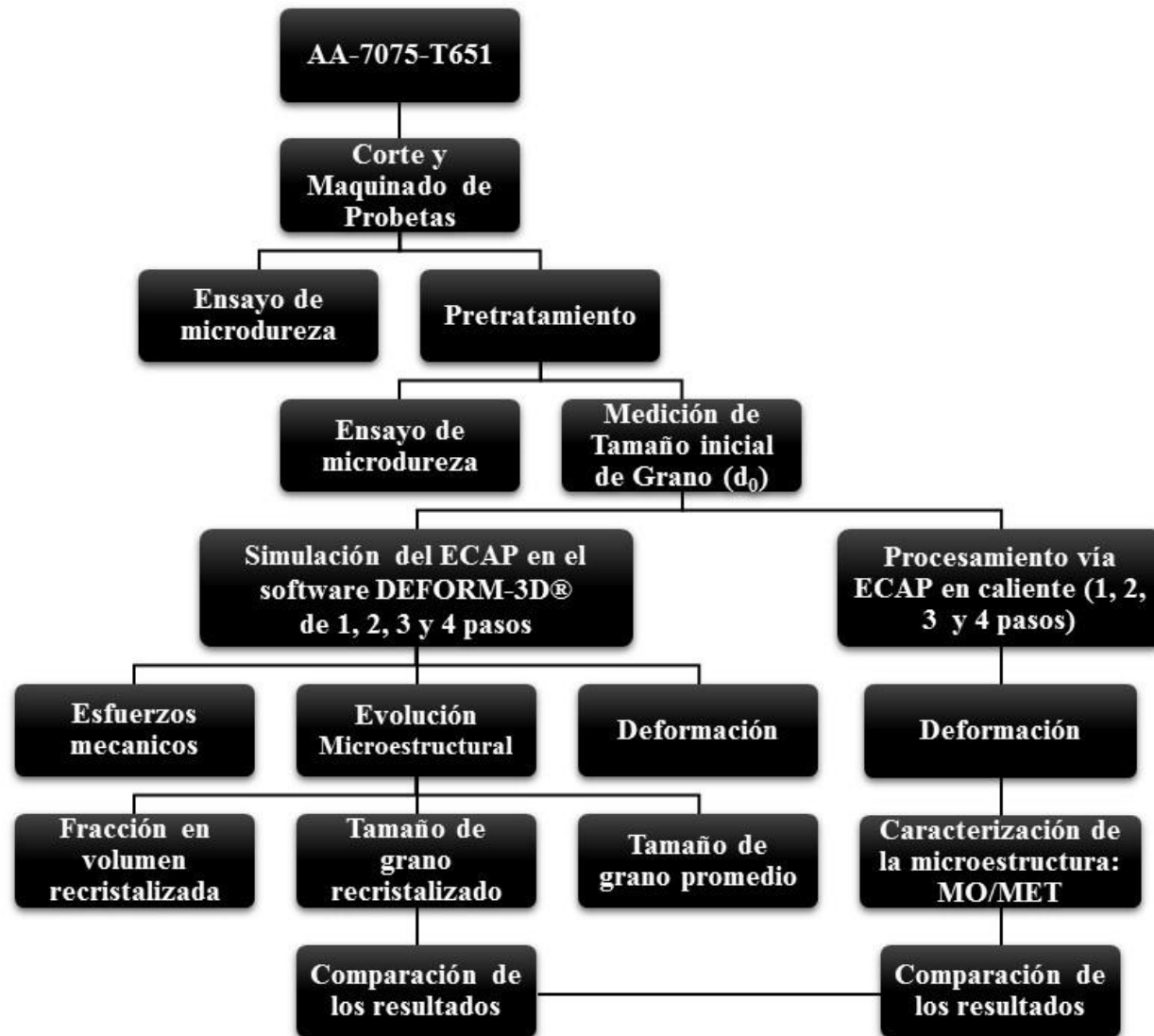


Figura 18. Esquema general de trabajo.

2.2 Corte y maquinado de probetas

La muestra de AA7075 se recibió en estado T651 (tratamiento térmico de disolución, relevado de esfuerzos y envejecimiento artificial), en barra redonda de 19 mm de diámetro. Esta barra se cortó y maquinó en probetas redondas de 15.5 x 55 mm para adaptarse a la geometría de las herramientas (Figura 19).

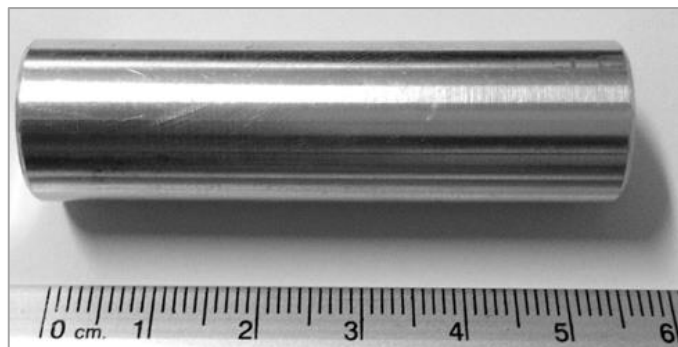


Figura 19. Probeta de Al 7075-T651.

La composición de la barra de la AA7075-T651 tal como se recibió (en base al certificado expedido por el distribuidor) se muestra en la Tabla 1

Tabla 1. Composición química nominal de la barra de la AA7075-T651 (% en peso).

Al	Zn	Mg	Cu	Fe	Cr	Mn	Si	Ti
Base	5.6	2.5	1.6	0.50	0.23	0.30	0.40	0.20

2.3 Pretratamiento

Como se mencionó anteriormente, el objetivo del pretratamiento fue obtener un grano con morfología equiaxial y que tuviera la ductilidad necesaria para ser deformado de manera severa y analizar su efecto sobre la microestructura, por lo tanto, se estableció un método para obtener granos equiaxiales, el cual se resume en la Tabla 2 y es descrito a continuación. Cabe mencionar que otras rutas fueron exploradas previamente y los resultados se muestran en el apéndice A.

La AA7075-T651 se caracteriza por ser una aleación de alta resistencia debido al endurecimiento por precipitación. En el primer paso del pretratamiento se llevaron las muestras hasta una temperatura de 450 °C y se mantuvieron ahí por 2 horas con el propósito de disolver los precipitados hasta obtener una sola fase (solubilización). La temperatura de solubilización sugerida en la referencia [39] fue tomada como base, sin embargo, existieron

problemas de fusión localizada en algunas regiones de la muestra, por lo que se prefirió una temperatura menor en la que no se presentó este problema. El tiempo de permanencia se basó en el tiempo de tratamiento térmico de solubilizado típico de aleaciones forjadas como una función del espesor [40], seguido de un rápido enfriamiento para mantener los elementos de aleación en solución a temperatura ambiente.

Tabla 2. Metodología del pretratamiento para obtener granos equiaxiales.

Tratamiento	Tiempo (h)	Temperatura (°C)
Tratamiento térmico de solubilizado	2	450
enfriamiento en salmuera (agua saturada con sal)		
Sobre-envejecido	4	215
Deformación (3 pasos por ECAP)		Ambiente
Recristalización	6	450
Enfriamiento en salmuera		
Sobre-envejecido	4	215

Sin embargo, en la literatura se ha reportado que las aleaciones de aluminio sometidas a tratamiento térmico de solubilizado desarrollan un alto nivel de endurecimiento a los pocos minutos y esto continúa por varias horas, provocando inestabilidad plástica (fluencia localizada en una sección de la muestra) y agrietamiento [6, 41, 42] durante el procesamiento por ECAP si las pruebas se desarrollaban en tiempos superiores a una hora. Por lo tanto, para evitar este fenómeno las muestras se sometieron a un sobre-envejecido y posterior enfriamiento al aire, con el fin de proveer al material con la suficiente ductilidad para ser deformado por ECAP posteriormente.

Las muestras se sobre-envejecieron a 215 °C durante 4 horas (Figura 20) [43, 44] con el fin de asegurar que los precipitados presentes fueran los correspondientes a la fase estable η y evitar el endurecimiento promovido por las fases inestables.

Después del primer ciclo de temperatura se comprobó que las muestras no recrystalizaron durante el mantenimiento a alta temperatura (450 °C), por lo que se decidió someter la muestra a un nivel mayor de deformación en frío y de este modo, promover la recrystalización durante un segundo ciclo térmico.

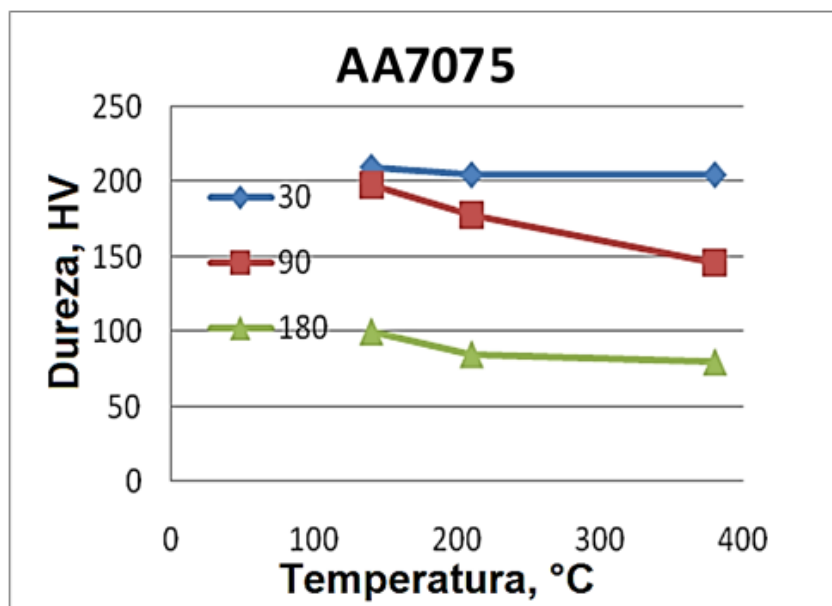


Figura 20. Dureza como función de la temperatura de envejecimiento a 30, 90 y 180 minutos [44].

Por lo tanto, las muestras en estado sobre-envejecido se deformaron a temperatura ambiente (25 °C) por 3 pasos de ECAP usando la ruta B_c (las muestras son rotadas 90° en un mismo sentido entre cada paso de procesamiento). Después de la deformación las muestras se calentaron a 450 °C durante 4 horas para propiciar la recristalización y así obtener granos equiaxiales de la fase matriz (α). Por último, las muestras se enfriaron en salmuera y sobre-envejecieron nuevamente para aumentar su ductilidad evitando el fenómeno de precipitación. El ciclo termomecánico del pretratamiento completo se presenta en la Figura 21:

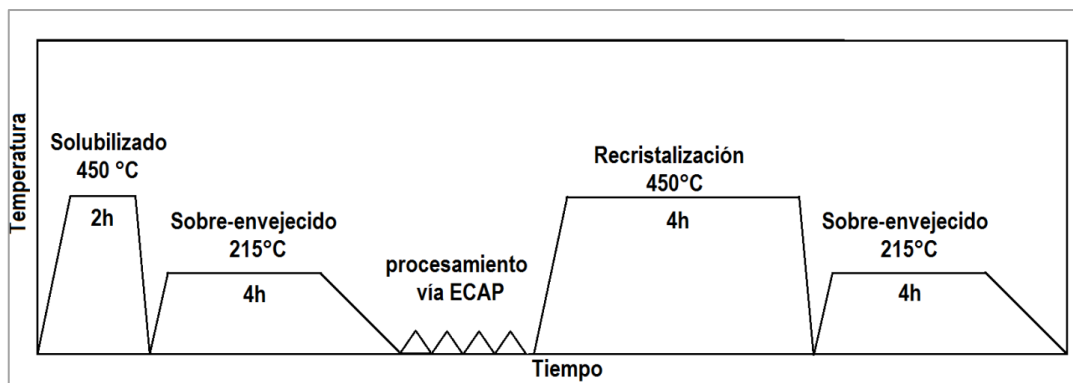


Figura 21. Ciclo termomecánico empleado en el pretratamiento.

2.4 Medición de tamaño de grano

La medición del tamaño de grano de la fase matriz (α) antes y después de la deformación severa se realizó en un microscopio óptico de platina invertida modelo Olympus

GX-51, se adquirieron imágenes tanto en campo claro como en campo oscuro con una cámara digital QImaging MicroPublisher 3.3. Además, se realizó un análisis microestructural en el microscopio electrónico de transmisión usando un MET JEOL JEM-1230 operando a 100 kV. Se adquirieron imágenes en campo claro y campo oscuro para estimar el tamaño y características de la subestructura desarrollada en los límites de grano previos. También se utilizó la técnica de difracción de electrones con una longitud de cámara de 15 cm, para obtener los patrones de difracción correspondientes de las muestras deformadas.

A fin de cuantificar el tamaño de grano inicial (d_0) del Al 7075 requerido tanto para la deformación vía ECAP, como en los modelos de evolución microestructural que se explicarán más adelante, se procedió a medir el tamaño resultante mediante el método de intercepción circular (método de Abrams) según la norma ASTM E112 [45], y con la ayuda del analizador digital de imágenes Stream Essentials. La nomenclatura usada para la AA7075 después del pretratamiento es 7075-O.

El método de intercepción se basa en un conteo de límites de grano con una línea de prueba, usado para calcular la longitud de intercepción promedio (l), la precisión del método es función del número de intercepciones contadas. Los procedimientos de intercepción pueden dividirse en dos: (a) intercepción lineal y (b) intercepción circular, este último se divide en: (a) procedimiento de Hilliard de un solo círculo y (b) procedimiento de Abrams de tres círculos.

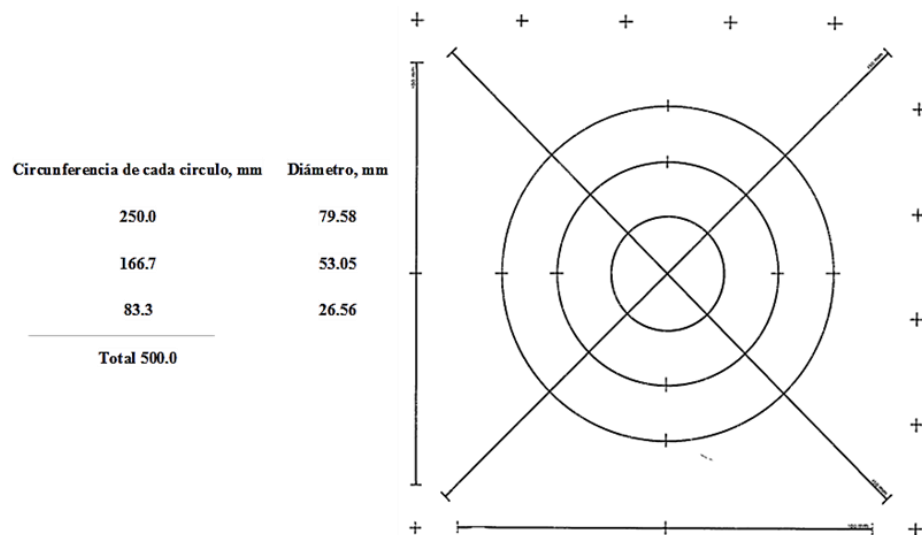


Figura 22. Patrón de prueba para el conteo por intercepción.

El procedimiento Abrams consta de tres círculos equidistantes que tienen una circunferencia total de 500 mm, como se muestra en la Figura 22. Se requiere obtener mínimo un total de 400 a 500 conteos, por lo tanto, la magnificación adecuada es aquella en la que se obtengan de 40 a 50 conteos por campo. De acuerdo a la norma previamente mencionada, la medición del tamaño de grano en barras redondas con forma de grano no equiaxial debe hacerse en la sección transversal, longitudinal y planar, sin embargo, en este trabajo no se realizaron mediciones en la sección planar, dado que la pieza es una barra cilíndrica y se consideró que por la simetría y por el giro que se da en cada uno de los pasos durante el pretratamiento, la morfología y tamaño de grano de la secciones longitudinal y planar eran equivalentes, por lo tanto el valor determinado para la sección longitudinal se introdujo dos veces en la ecuación 18 (Figura 23).

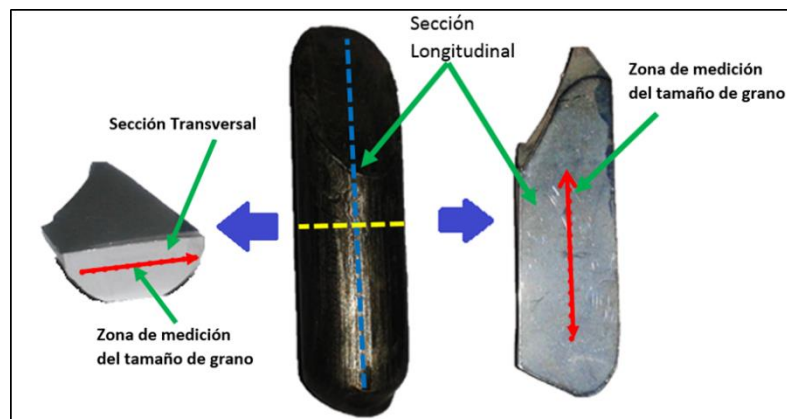


Figura 23. Dirección de la zona de medición de tamaño de grano en la sección longitudinal y transversal.

El cálculo de la longitud de intercepción media tomando en cuenta la sección longitudinal y transversal es:

$$\bar{l} = \bar{l}_l \cdot \bar{l}_t \cdot \bar{l}_p \quad 18)$$

donde:

\bar{l} = longitud de intercepción media

\bar{l}_l = longitud de intercepción media de la sección longitudinal

\bar{l}_t = longitud de intercepción media de la sección transversal

\bar{l}_p = longitud de intercepción media de la sección planar

Las imágenes se tomaron a lo largo de la zona central de la pieza (Figura 23). Para la medición, se consideraron ocho campos en secciones longitudinal y transversal, a una magnificación de 50x, y se obtuvieron en cada campo un promedio de 56 y 66 intercepciones, respectivamente. Al final de la medición, el software genera un reporte de resultados por cada sección. Del reporte generado y aplicando la ecuación 18, se obtuvo el promedio general de \bar{l} . Finalmente, con el valor de \bar{l} y usando la tabla disponible en la referencia [45] se obtuvo el tamaño de grano ASTM.

2.5 Procesamiento vía ECAP

Los ensayos de ECAP se realizaron en una máquina universal (Figura 24) Shimadzu UH-600kNI (60 ton) a una velocidad del cabezal de 5 mm/min (0.083 mm/s) a una temperatura de 250 °C, precalentando las probetas a esa temperatura durante 5 minutos antes de ser deformadas, para asegurar la uniformidad de la temperatura en todo el volumen. Cuatro muestras fueron deformadas por 1, 2, 3 y 4 pasos respectivamente (Figura 25), utilizando la ruta de procesamiento B_c (giro de 90° en el mismo sentido sobre el eje longitudinal). Entre cada paso de deformación las probetas se enfriaron a temperatura ambiente.

Para eliminar o disminuir los efectos de fricción entre las probetas y el dado se utilizó el lubricante comercial MOLYKOTE (disulfuro de molibdeno, MoS₂).



Figura 24. Máquina Universal Shimadzu UH-600kNI.

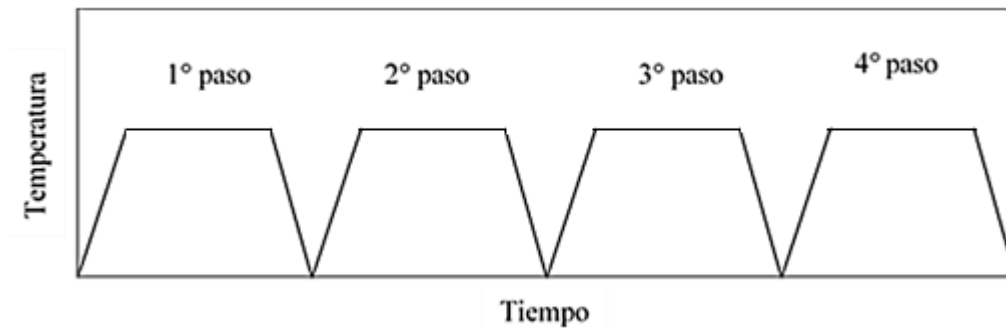


Figura 25. Ciclo termomecánico del procesamiento vía ECAP a 250 °C.

2.6 Preparación metalográfica para observaciones en el microscopio óptico y microscopio electrónico de transmisión

Para la caracterización de las muestras antes y después del pretratamiento, así como después de la deformación, éstas se prepararon metalográficamente siguiendo el proceso a continuación descrito:

- Corte longitudinal y transversal de la probeta, para este fin se utilizó una cortadora LECO VC-50 con disco de diamante.
- Desbaste: Para este propósito las muestras se pasaron por una serie de lijas (grados 320, 400 y 600).
- Pulido: El propósito del pulido es eliminar las rayas producidas en el proceso de desbaste y obtener una superficie especular, por eso, se usó pasta de diamante de 1 y 0.5 μm .
- Limpieza: Después de cada paso las muestras se limpiaron con agua mientras se frotaban con un algodón. Después se enjuagaron con alcohol etílico y se secaron con aire caliente.
- Ataque Químico: Para revelar la microestructura las muestras se atacaron con el reactivo Keller (2 ml HF, 3 ml HCl, 5 ml HNO₃, 190 ml H₂O) durante 15 segundos.

Por otro lado, para el análisis de MET se obtuvieron muestras cuadradas de 1, 2, 3 y 4 pasos de ECAP, las cuales se cortaron en la zona central de la sección longitudinal de las piezas, utilizando la cortadora de disco diamantado. El largo de las laminillas fue de aproximadamente 2 cm y 4 mm de espesor con el fin de obtener 6 muestras circulares de 6

mm de diámetro, el cual es el tamaño de muestra estándar en el MET. Posterior al corte, se procedió a adelgazar manualmente las laminillas utilizando lijas No. 400, 600 y 1200, hasta alcanzar un espesor de 120 μm , subsecuentemente se pulieron las muestras utilizando pasta diamante de 1 y 0.5 μm . Las laminillas se limpiaron con agua mientras se frotaban con un algodón, después se enjuagaron con alcohol y se secaron con aire caliente.

Posteriormente, las muestras se cortaron en discos de aproximadamente 5 mm de diámetro y se sometieron a electropulido utilizando una solución con una concentración de 75% metanol y 25% ácido nítrico, asimismo se utilizó nitrógeno líquido como refrigerante, para mantener el electrolito por debajo $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$. La fuente de poder se ajustó a 12 mA y 14 V. Consecutivamente, las muestras se enjuagaron en metanol cuatro veces seguidas y se colocaron en un porta muestras.

2.7 Ensayo de microdureza

Antes y después del pretratamiento se efectuaron pruebas de microdureza para observar el efecto del pretratamiento sobre la dureza del material. Estas pruebas se realizaron en un microdurómetro Shimadzu utilizando una carga de 100 g_f (980.7 mN) y un tiempo de carga de 15 segundos. Las muestras sobre las que se efectuó esta prueba fueron previamente preparadas metalográficamente, esto con el fin de efectuar con mayor precisión las mediciones. En cada muestra se realizaron por triplicado 15 indentaciones a lo largo del eje longitudinal, en dirección de punta (extremo frontal) a cola (extremo posterior) con una separación de 1.5 mm entre cada huella, reportando el promedio como la dureza antes y después del pretratamiento, de acuerdo a la norma ASTM E384 [46].

2.8 Condiciones de simulación

La simulación computacional se realizó en el software DEFORM 3D®, el cual está basado en el método de elemento finito. Este método se lleva a cabo en tres etapas: preprocesamiento, simulación y post-procesamiento, además incluye el módulo de microestructura basado en el modelo JMAK con el cual se realizó la predicción de la recristalización dinámica. En la Figura 26 y Figura 27 se muestra el esquema general de trabajo realizado en el MEF.

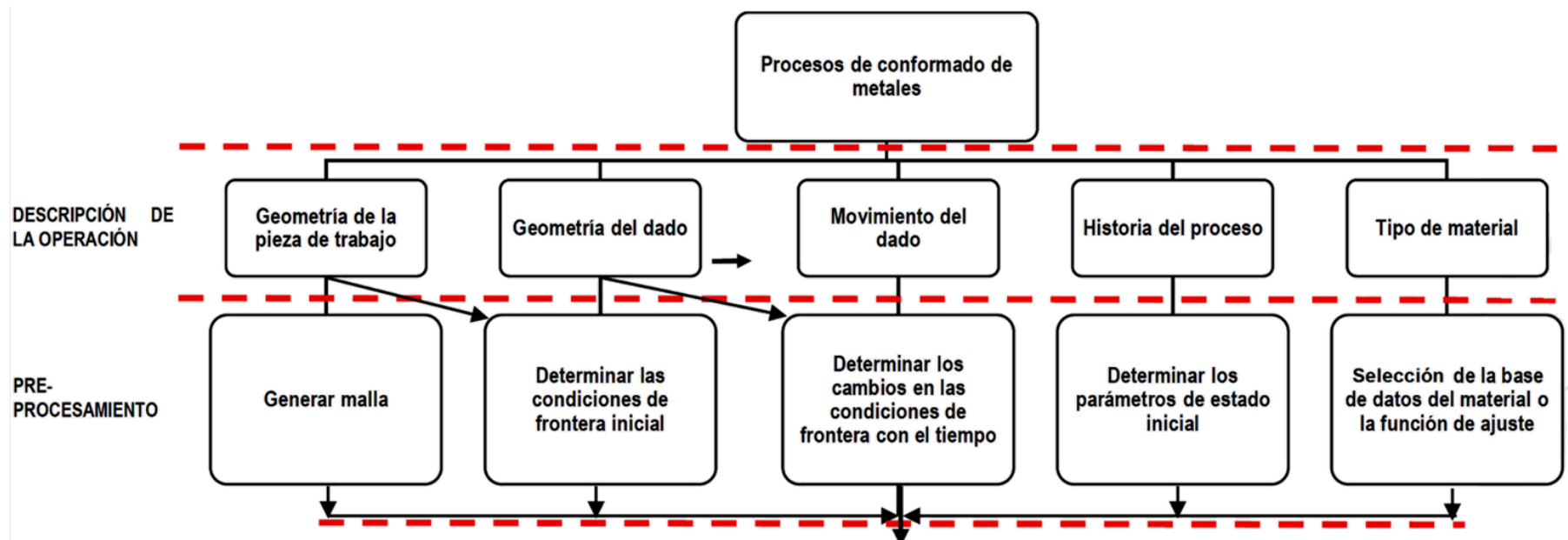


Figura 26. Representación esquemática del proceso de análisis de MEF (parte 1).

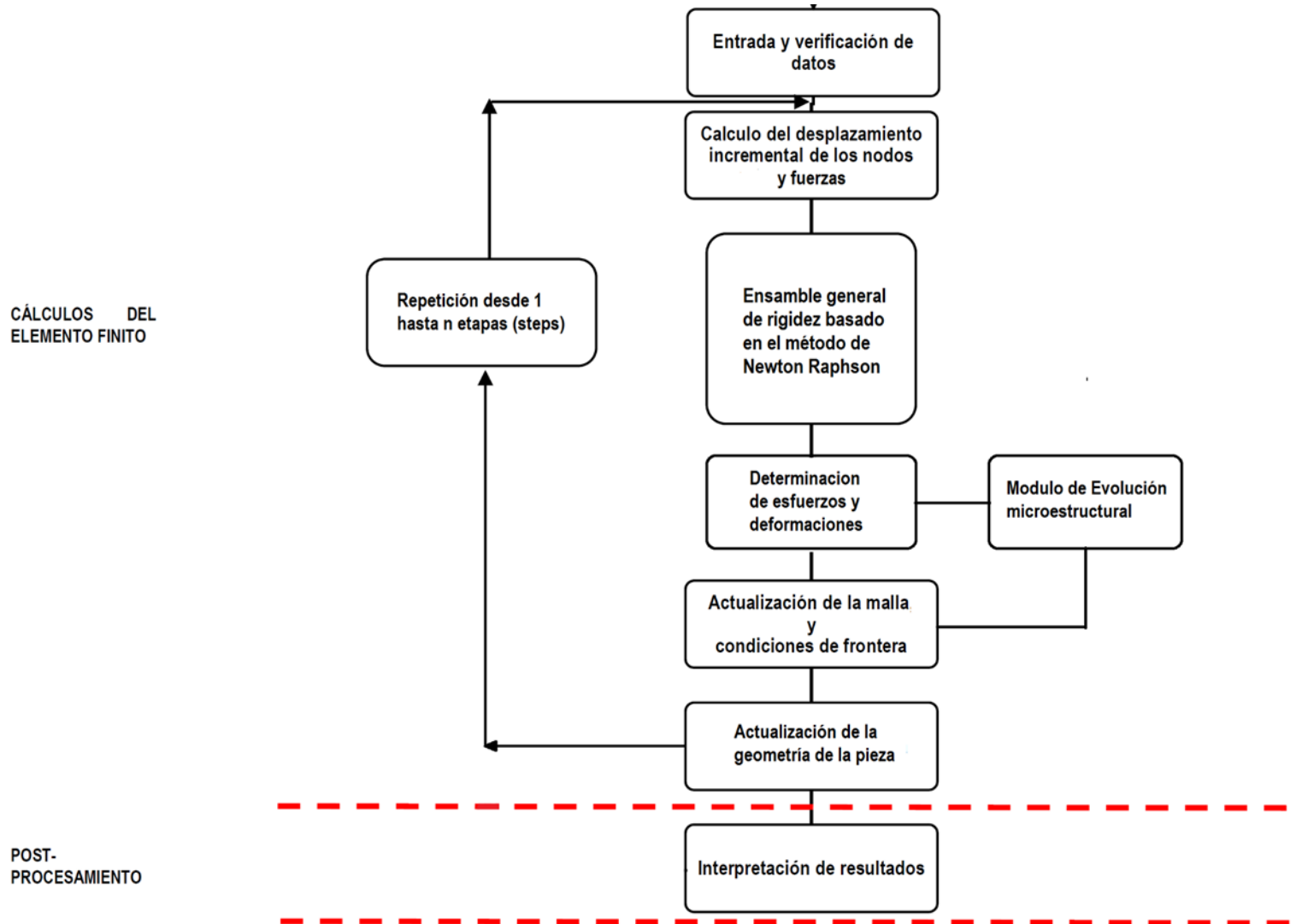


Figura 27. Representación esquemática del proceso de análisis de MEF (parte 2).

2.8.1 Preprocesamiento

La metodología del preprocesamiento consistió en definir las condiciones iniciales del proceso de ECAP de la siguiente manera.

- Diseño de la geometría de herramientas y pieza de trabajo en el software SolidWorks.
- Acoplamiento de los herramientas y la pieza de trabajo con el software DEFORM 3D
- Definición del número de elementos y generación de la malla sobre la pieza de trabajo y herramientas. En el software se genera la malla automáticamente y se utilizan elementos tetraédricos de segundo orden para geometrías en 3-D. Aunque existen otros elementos, por ejemplo los hexaédricos, el uso de éstos implica un mayor gasto computacional en tiempo, debido a que son más robustos que los primeros [47].
- Asignación de las condiciones de operación, ver Tabla 3.

Las constantes del modelo de evolución microestructural utilizado para esta investigación presentado en la sección 1.6.6 fueron tomadas de la literatura [48] y se muestran en la Tabla 4

Tabla 3. Condiciones iniciales para la simulación del procesamiento vía ECAP.

Diámetro de la pieza	15.5 mm
Temperatura de la pieza	250 °C
Temperatura de herramientas	250 °C
Velocidad de desplazamiento del punzón	0.083 mm/seg.
Material de los herramientas	Acero grado herramienta (H13)
Material de la pieza de trabajo	AA7075 (tomado de la base de datos del DEFORM)
Tamaño de grano inicial	16 μm (medido experimentalmente)
Fricción entre herramientas y pieza de trabajo	0.3 (trabajo en caliente)
Número de elementos de la pieza	50000
Tipo de elementos	Tetraédrico
Modelo de evolución microestructural	Recristalización dinámica

Tabla 4. Constantes del modelo de recristalización dinámica de la AA7075, determinadas experimentalmente en la literatura [48].

a_1	0.958
a_2	0.8
a_5	4.786
a_{10}	0.8
c_1	0
c_5	0
k_5	-0.134
k_d	2
m_1	0.0166
m_5	-0.135
n_1	-0.174
n_5	0
Q_1	4724.2
Q_5	-3259.6
β_b	0.693

CAPÍTULO 3

Discusión de los resultados de simulación y experimentales de la recristalización dinámica promovida por la deformación severa en la aleación de aluminio 7075.

En este capítulo se presentan y comparan los resultados de la simulación computacional basada en el MEF de la recristalización dinámica de la AA7075 a 250 °C, con los resultados obtenidos experimentalmente en las mismas condiciones de procesamiento. El análisis de los resultados experimentales y de simulación se realizó únicamente en el área central de la pieza, ya que el flujo en la parte frontal y final no es uniforme[49], además la parte posterior en la simulación no es igual que la geometría resultante en los ensayos experimentales, en los cuales la parte posterior es seccionada después de cada paso de deformación.

Los resultados de la simulación computacional pueden ser analizados de manera local mediante mapas de contorno, los cuales se presentan en imágenes que muestran la vista isométrica de la sección longitudinal de la pieza. Cada mapa de contorno contiene una escala de colores que representa la distribución de los valores de cada parámetro evaluado (ϵ , \mathbf{X}_{DRX} , \mathbf{d}_{DRX} , \mathbf{d}), donde el color rojo y azul corresponde al valor máximo y mínimo, respectivamente. Asimismo, el análisis puede realizarse de manera global (de toda la pieza) utilizando histogramas de frecuencia.

3.1 Deformación efectiva

Se puede observar en la Figura 28 la naturaleza heterogénea de la deformación efectiva (ϵ) a lo largo de un corte longitudinal de la pieza, donde la región menos deformada después del primer paso se encuentra en la parte inferior de la pieza, mientras que la deformación efectiva del centro hacia la parte superior es de 1. Este valor de deformación es similar al valor teórico que ha sido descrito en la literatura [7], mediante la ecuación 19, la cual expresa la deformación efectiva después de N pasos, ϵ_N , donde Φ y Ψ son el ángulo interno y el ángulo externo del canal, respectivamente.

$$\epsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad (19)$$

Sin embargo, es importante puntualizar que con el aumento en el número de pasos la deformación se vuelve más homogénea, como se puede ver después del cuarto paso donde la parte inferior de la pieza experimenta una mayor deformación efectiva, desarrollando mayor uniformidad con respecto a la parte superior después del cuarto paso (Figura 28d). Lo anterior se atribuye a la ruta de procesamiento utilizada, donde la muestra es rotada 90° sobre su eje longitudinal entre cada paso de procesamiento. La ruta de procesamiento utilizada para este análisis fue la ruta B_c, ya que diversas investigaciones, como la de K. Oh-Ish et al.[50],

Peiman P. S. Roodposhti [51], entre otros, afirman que es la ruta óptima para obtener el mayor refinamiento de grano con límites de ángulo alto.

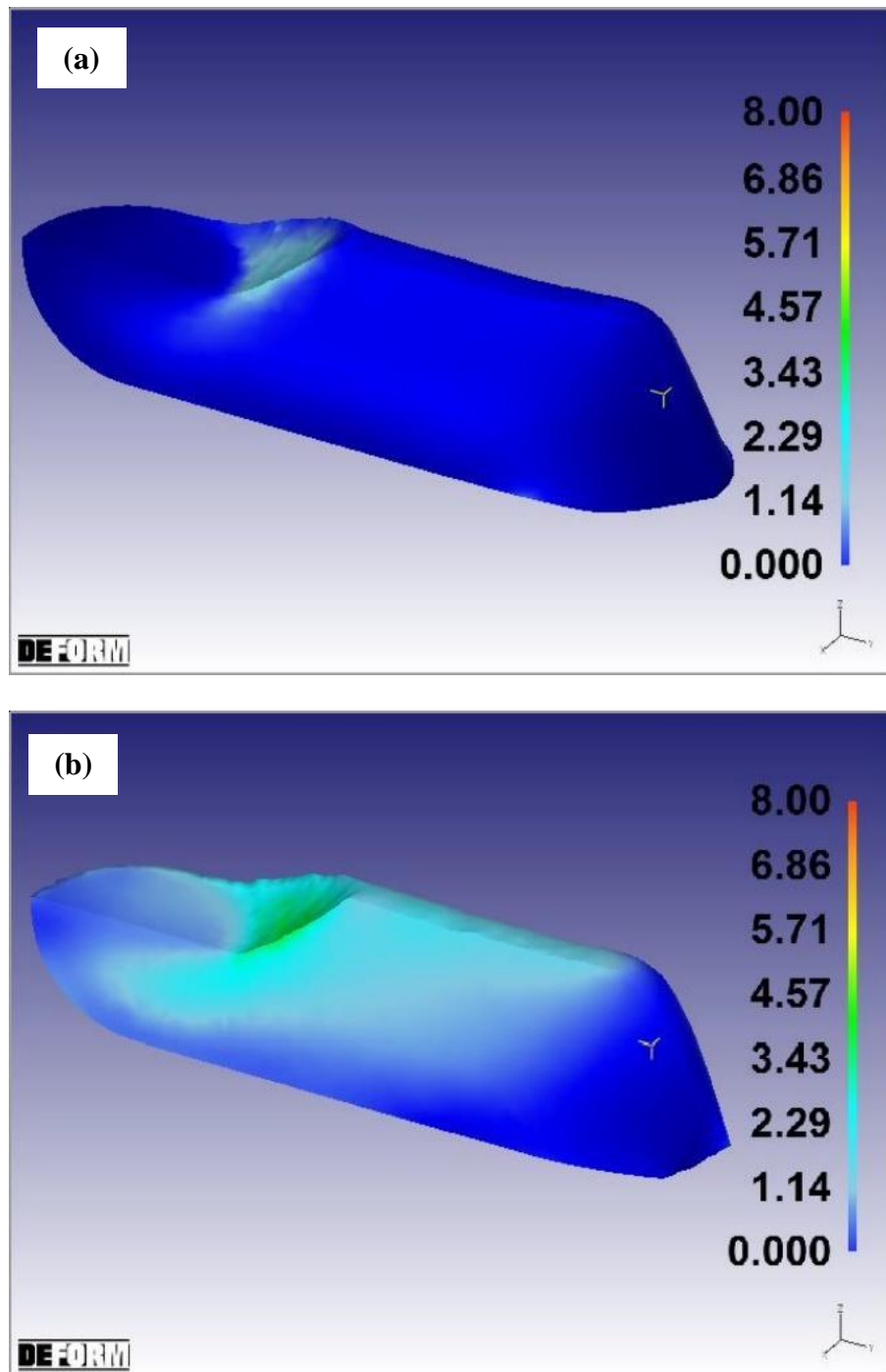
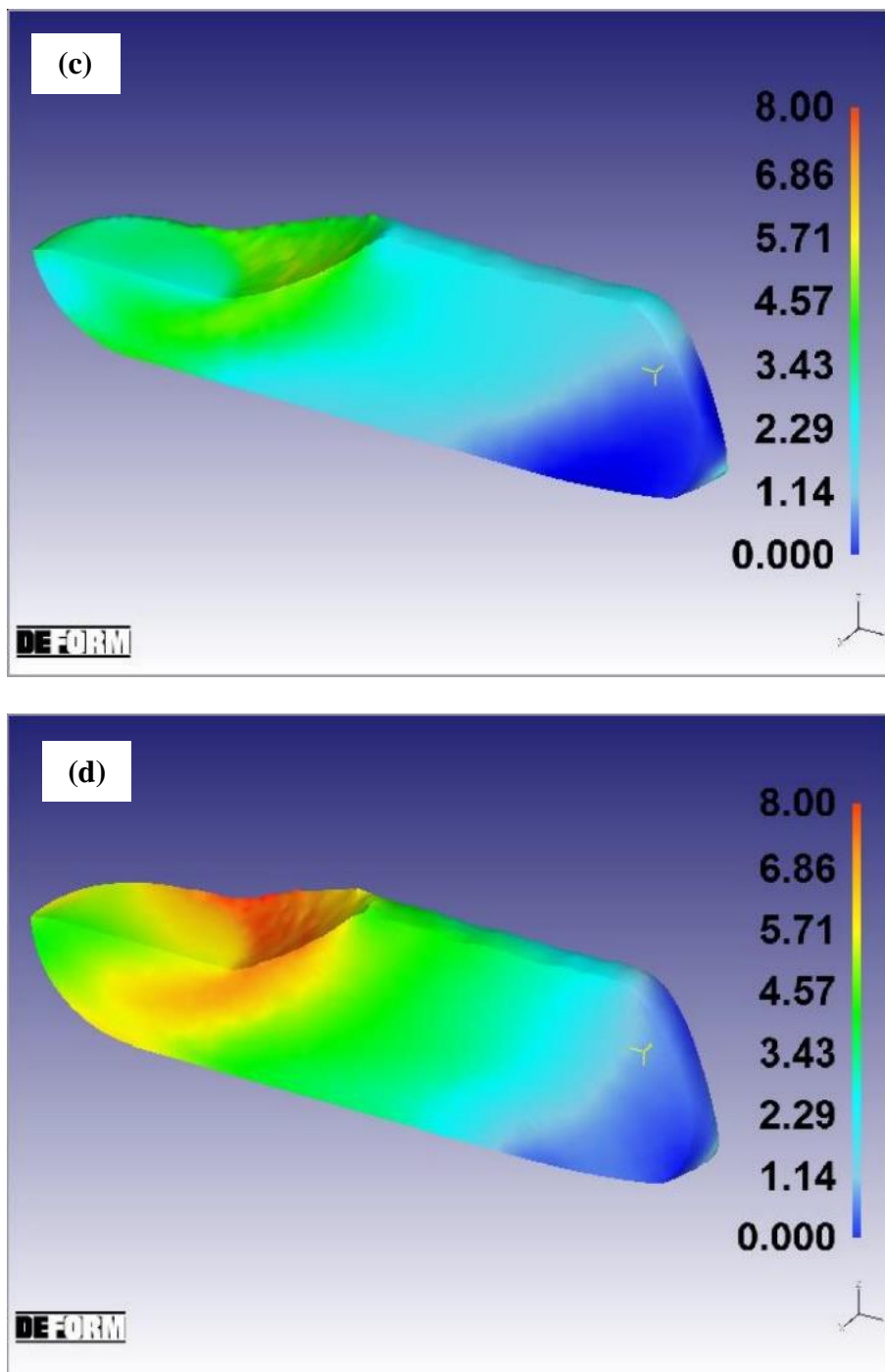


Figura 28. Distribución de la deformación efectiva (ϵ) después de ECAP: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.



Continuación de la Figura 28. Distribución de la deformación efectiva (ϵ) después de ECAP: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.

Por otro lado, si ahora el análisis se realiza de forma global mediante los histogramas de la Figura 29, se observa que la ϵ promedio al final del primero, segundo, tercero y cuarto paso es de 0.8, 1.9, 3.1 y 4.2, respectivamente. Es importante mencionar que el software calcula estos histogramas considerando todo el volumen de la pieza. El histograma de la deformación

del primer paso muestra una distribución sesgada a la derecha e (Figura 29a) indica que el 55% de la pieza alcanza una ϵ menor e igual a 1, mientras que el restante 45% supera este valor. La deformación efectiva predicha en el primer paso coincide con los resultados de simulaciones previas en la literatura en las que se ha reportado un valor promedio de 1.0 para la misma geometría de canal [52-55].

Por otro lado, en el histograma correspondiente al segundo paso (Figura 29b), se observa que la distribución cambia a una distribución normalizada que se mantiene en los pasos posteriores, indicando el desarrollo de la homogeneidad de la deformación.

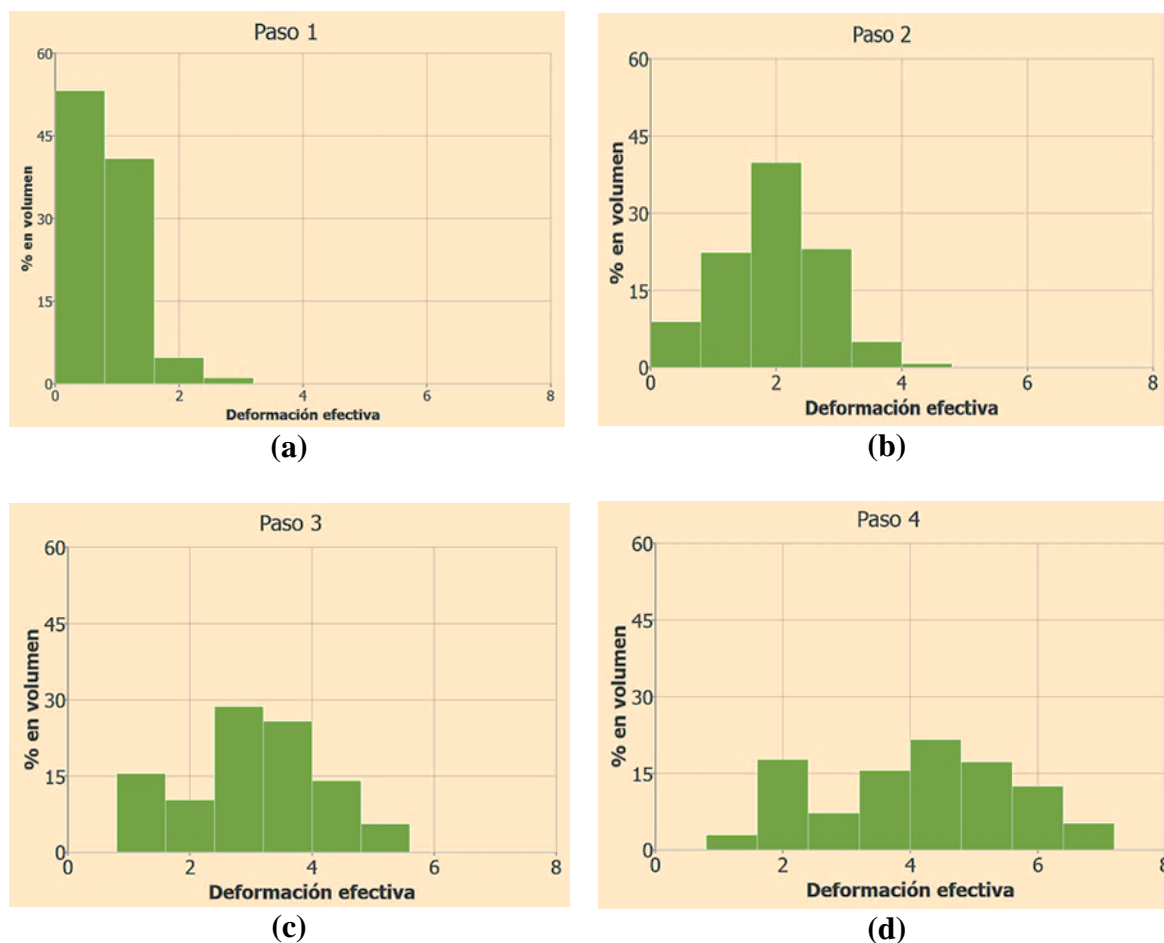


Figura 29. Distribución global de la deformación efectiva a lo largo de la pieza: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.

3.2 Fracción en volumen recristalizada dinámicamente

En la Figura 30 (la curva teórica de la cinética de recristalización dinámica de acuerdo al modelo JMAK), se puede ver que la deformación crítica (ϵ_c) necesaria para el inicio de la DRX es de 1.5, este nivel de deformación no es alcanzado con un solo paso de ECAP, por esta razón el proceso de DRX no ocurre en esta condición (Figura 31a). Por otra parte, a

consecuencia de la heterogeneidad de la ε , los valores de la X_{DRX} en la región de interés se encuentran en el rango de 0-0.16 para el segundo paso y de 0.16-0.3 después del tercer paso (Figura 31b y c). En cuanto al cuarto paso (Figura 31d), la distribución de la X_{DRX} es relativamente más homogénea, ya que en promedio el valor se localiza entre 0.3-0.6. Es así como el proceso de DRX ha ocurrido parcialmente, ya que como se puede ver en la Figura 30, es necesario lograr una ε superior a 6 para considerar que la DRX ha sido completada en toda la pieza. Esta dificultad de las aleaciones de aluminio de la serie 7xxx para recrystalizar de manera dinámica ha sido reportada previamente, aunque en otros modos de deformación. Por ejemplo, G. Hai-Long et al.[48] han predicho mediante simulación que la máxima X_{DRX} fue de 0.7 para una deformación efectiva de 4. La discrepancia observada (0.1) entre esta tesis y la investigación de G. Hai-Long et al., está asociada a que las simulaciones se realizaron con una diferencia de 100 °C. Entre las pocas referencias acerca de evolución microestructural, Y. You-Ping et al. [38] argumentan llegar a una fracción recrystalizada dinámicamente de 1, a 300 °C, sin embargo, en su artículo no detalla el nivel de deformación efectiva alcanzada, solo menciona arriba a este resultado después de 10 pasos de forja en dado abierto.

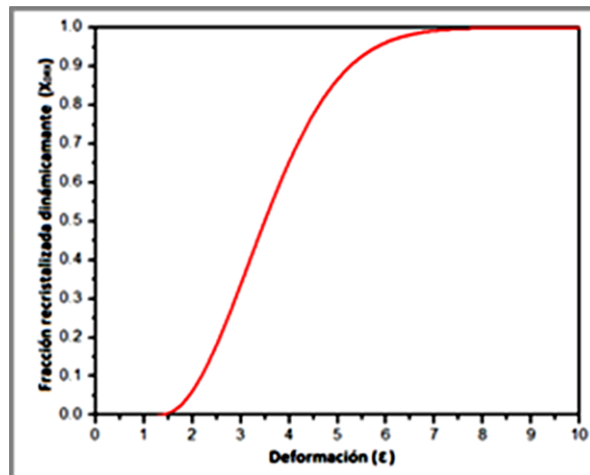


Figura 30. Variación de la fracción recrystalizada dinámicamente (X_{DRX}) en función de la deformación a 250 °C, calculada teóricamente.

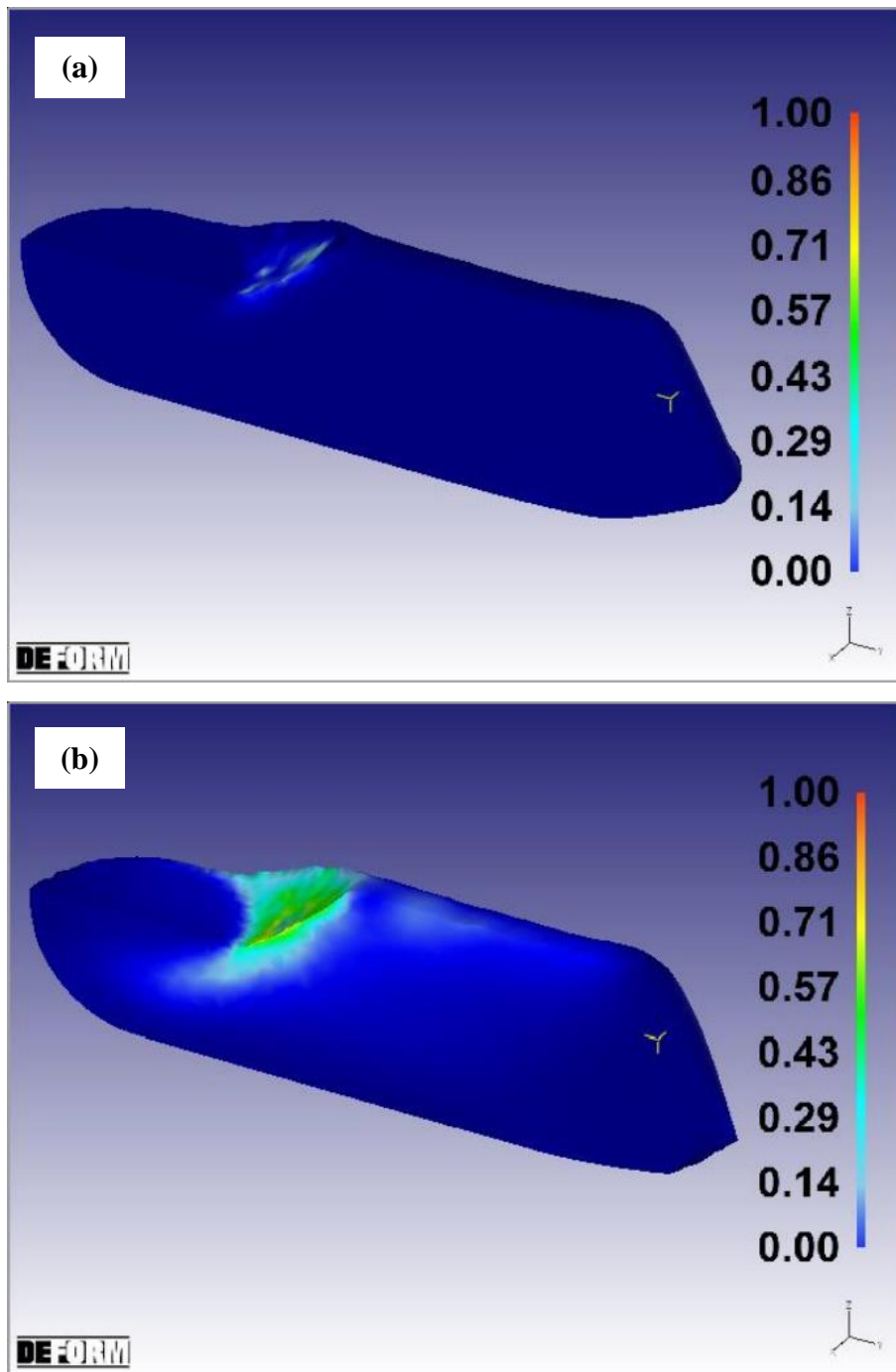
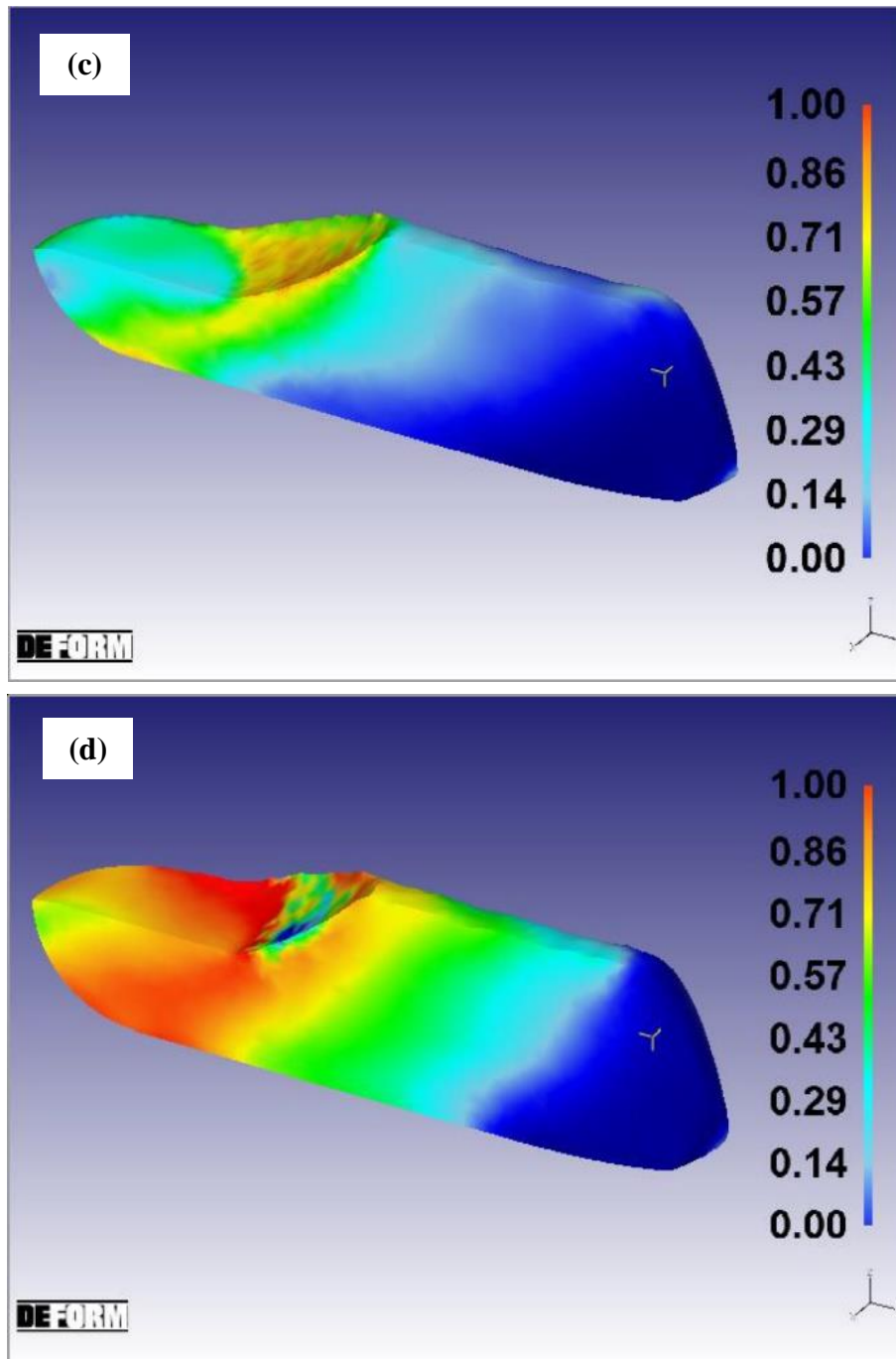


Figura 31. Fracción recristalizada dinámicamente (X_{DRX}) después de ECAP: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.



Continuación de la Figura 31. Fracción recristalizada dinámicamente (X_{DRX}) después de ECAP: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.

El histograma de la X_{DRX} para un paso (mostrado en la Figura 32a), indica que la DRX después de este paso es de aproximadamente 2.5% en volumen. Dicho histograma muestra una distribución sesgada a la derecha muy similar al mostrado en la Figura 32b, correspondiente al segundo paso. En este último se observa que la DRX ha avanzado hasta un 30% en volumen. Por lo que se refiere al tercer y cuarto paso (Figura 32c y d), las distribuciones de la

DRX han cambiado a forma de meseta o rectangular, la cual es típica de datos provenientes de zonas que han experimentado un flujo muy distinto durante cada giro en el procesamiento.

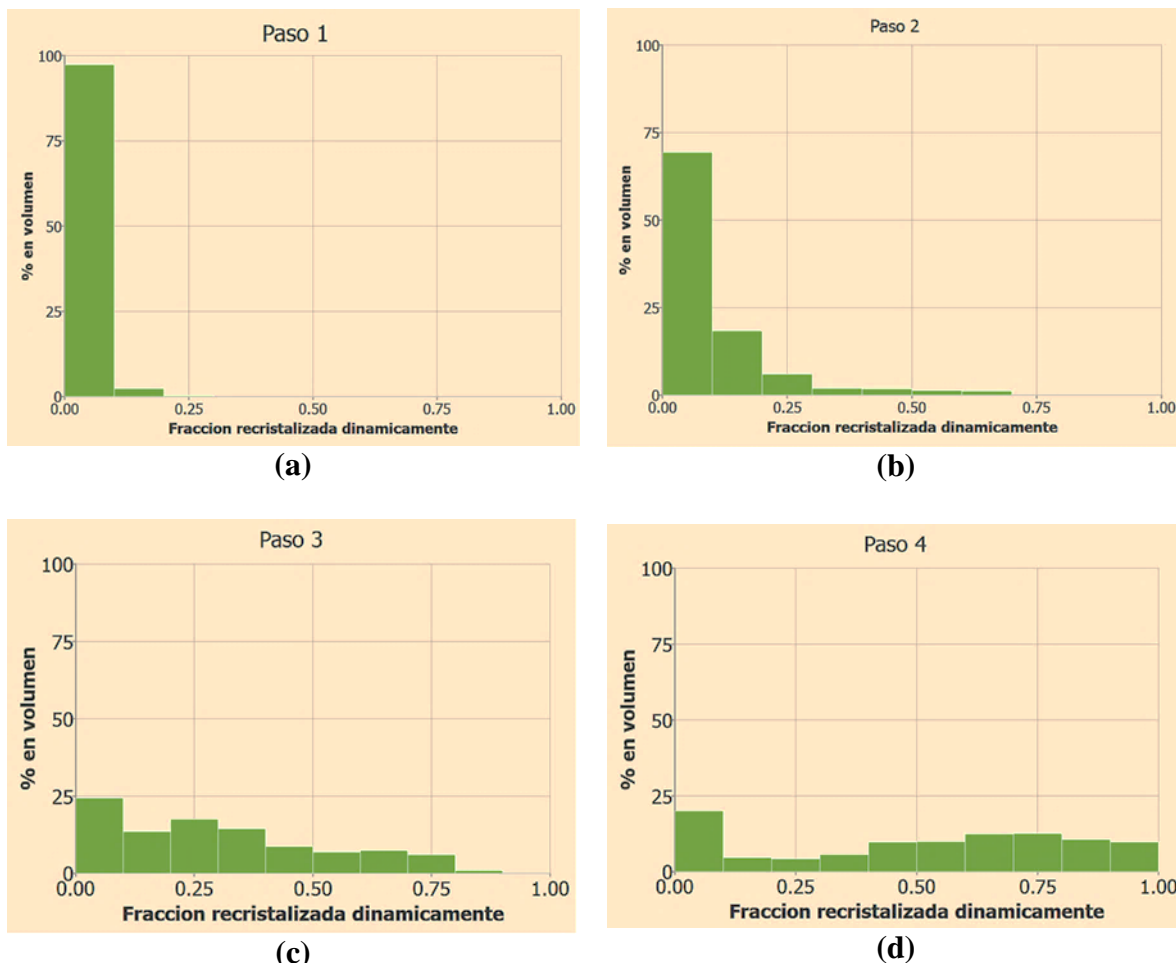


Figura 32. Distribución global de la fracción recristalizada dinámicamente (X_{DRX}) a lo largo de la pieza: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.

3.3 Tamaño de grano recristalizado dinámicamente

El d_{DRX} después del primer paso se muestra en la Figura 33a, en la cual se puede ver la ausencia de granos recristalizados de la fase matriz (α), ya que como se mencionó en las secciones anteriores el nivel de deformación alcanzado en este primer paso no es suficiente para que inicie el proceso de recristalización dinámica. Por otra parte, al final del segundo paso (Figura 33b), se puede ver que el d_{DRX} tiene un valor 8 μm en las zonas de la pieza donde se ha iniciado la recristalización dinámica. En cuanto al tercer paso (Figura 33c) el d_{DRX} tiene un valor de 9 μm , correspondiente a una X_{DRX} de entre 0.16 a 0.3. Asimismo, el d_{DRX} en el cuarto paso (Figura 33d) es de 11 μm , sin embargo, la homogeneidad de la deformación ha permitido que este tamaño de grano se incremente hasta cubrir un volumen de

60% ($X_{DRX} = 0.6$). G. Hai-Long et al. [48] han reportado tamaños de grano recristalizado dinámicamente de hasta 9 micrones para el mismo nivel de deformación que se ha aplicado en esta tesis ($\epsilon=4$), en dicho artículo se inicia de un tamaño de grano de $32 \mu\text{m}$, y el nivel de refinamiento que logran es mayor.

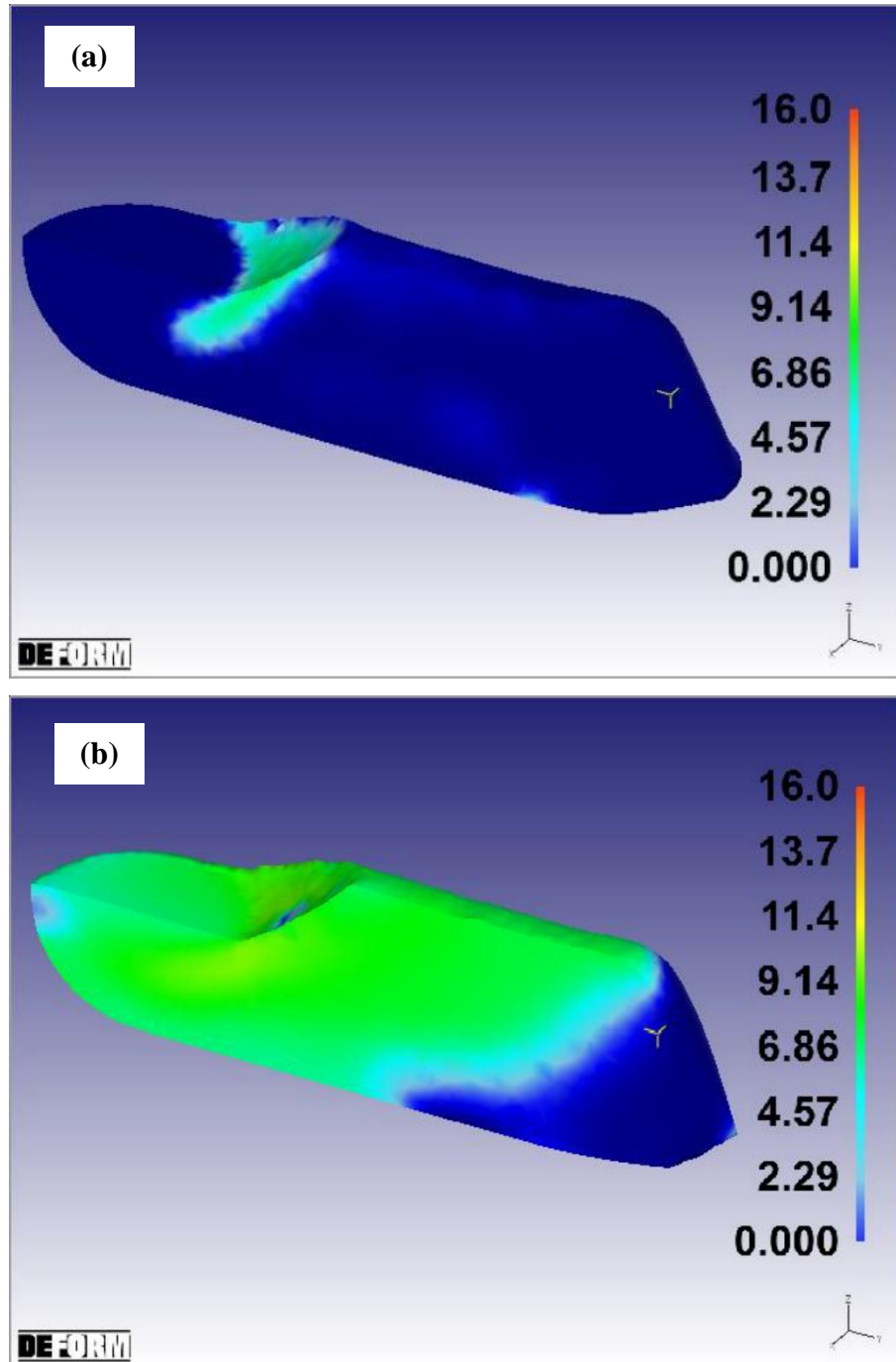
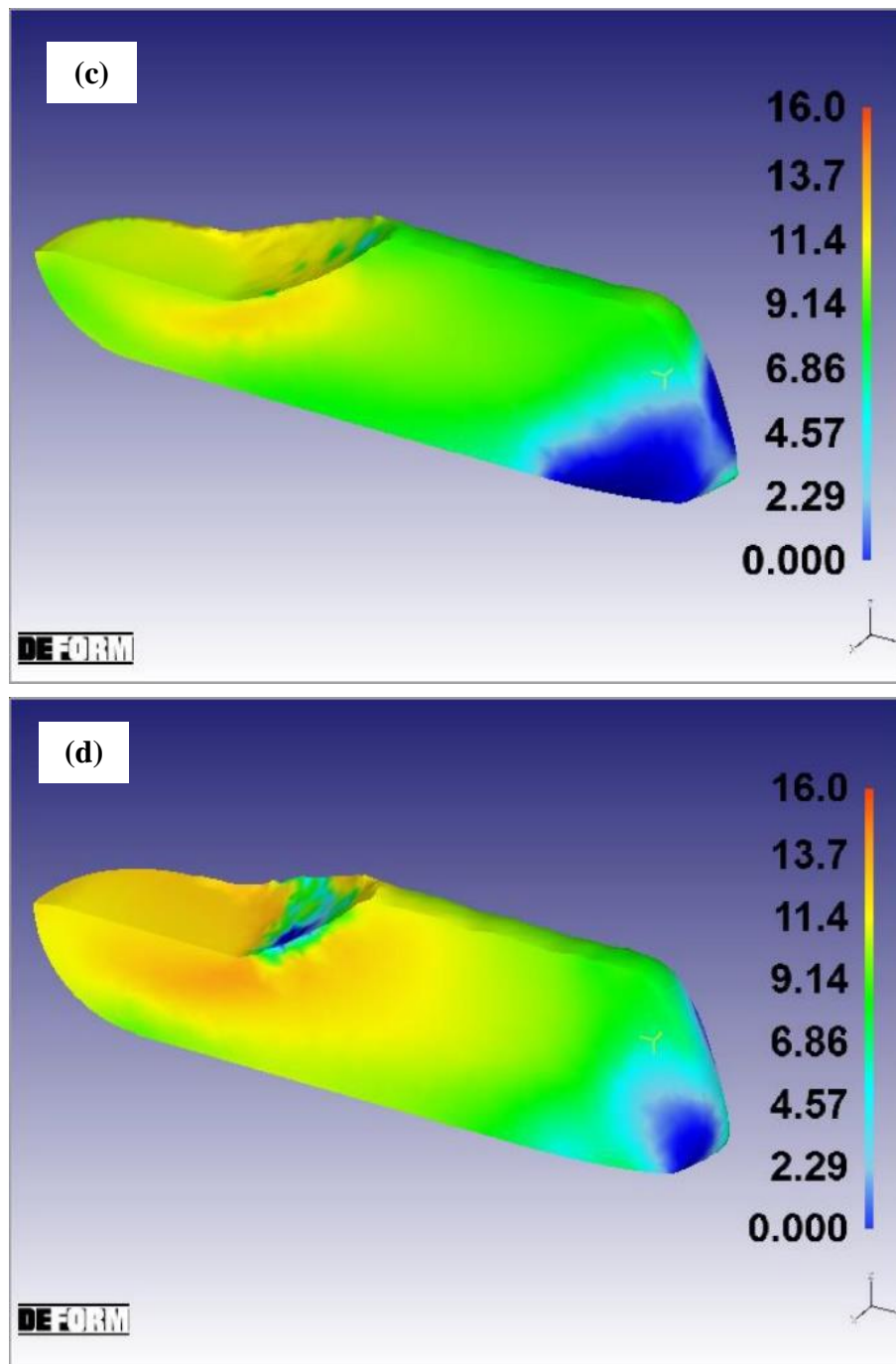


Figura 33. Tamaño de grano recristalizado dinámicamente (d_{DRX}) después de ECAP: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.



Continuación de la Figura 33. Tamaño de grano recristalizado dinámicamente (d_{DRX}) después de ECAP: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.

Sin embargo, se debe mencionar que la velocidad con la que deforman es muy alta (5 mm/s) comparada con la usada en esta tesis, la cual fue de 0.08 mm/s, lo que puede explicar la alta discrepancia observada en el refinamiento obtenido. El histograma correspondiente al tamaño de grano recristalizado dinámicamente después del primer paso (Figura 34) presenta una distribución sesgada a la izquierda, que indica que no ha ocurrido generación de granos

recristalizados dinámicamente. Por otro lado, un comportamiento sesgado a la derecha se observa en los pasos dos, tres y cuatro. Dicho comportamiento sugiere que el grano recristalizado evoluciona hasta un tamaño comprendido entre 8 y 10 μm en un 50% del volumen en el primer paso. Mientras tanto, en el segundo, tercero y cuarto paso, esta evolución es afectada por un posible crecimiento del grano recristalizado dinámicamente, es por eso por lo que la distribución se desplaza cada vez más a la derecha a medida que el número de pasos aumenta.

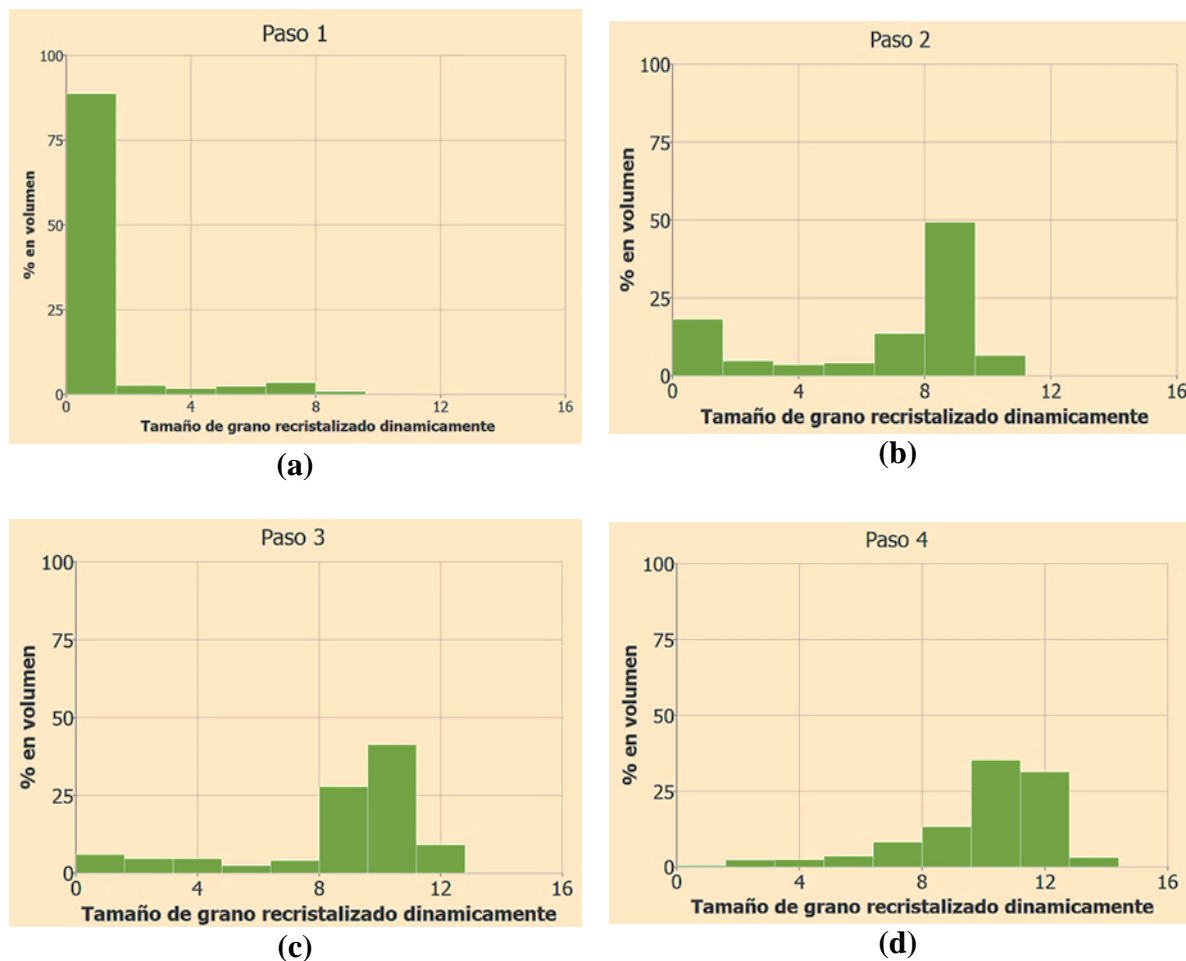


Figura 34. Distribución global del tamaño de grano recristalizado dinámicamente (d_{DRX}) a lo largo de la pieza: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.

3.4 Tamaño de grano promedio

En la Figura 35 se presenta los mapas de contorno correspondientes al tamaño de grano promedio resultante al final de cada paso. Se observa que un paso de ECAP no es suficiente para que haya refinamiento de grano de la fase matriz (α) (Figura 35a). En lo que respecta a los siguientes tres pasos, las imágenes aparentemente muestran un avance en el refinamiento

de grano, sin embargo, este cambio no es muy significativo ya que al final del segundo paso el tamaño de grano promedio (d) en la parte superior de la pieza, muestra un ligero refinamiento con un $d = 11 \mu\text{m}$, sin embargo, en el área de interés aún no se observan cambios en el tamaño de grano respecto al tamaño inicial. En el tercer paso el tamaño de grano promedio en la zona de análisis, que se encuentra entre 14 y 15 μm . En el cuarto paso el $d = 13 \mu\text{m}$.

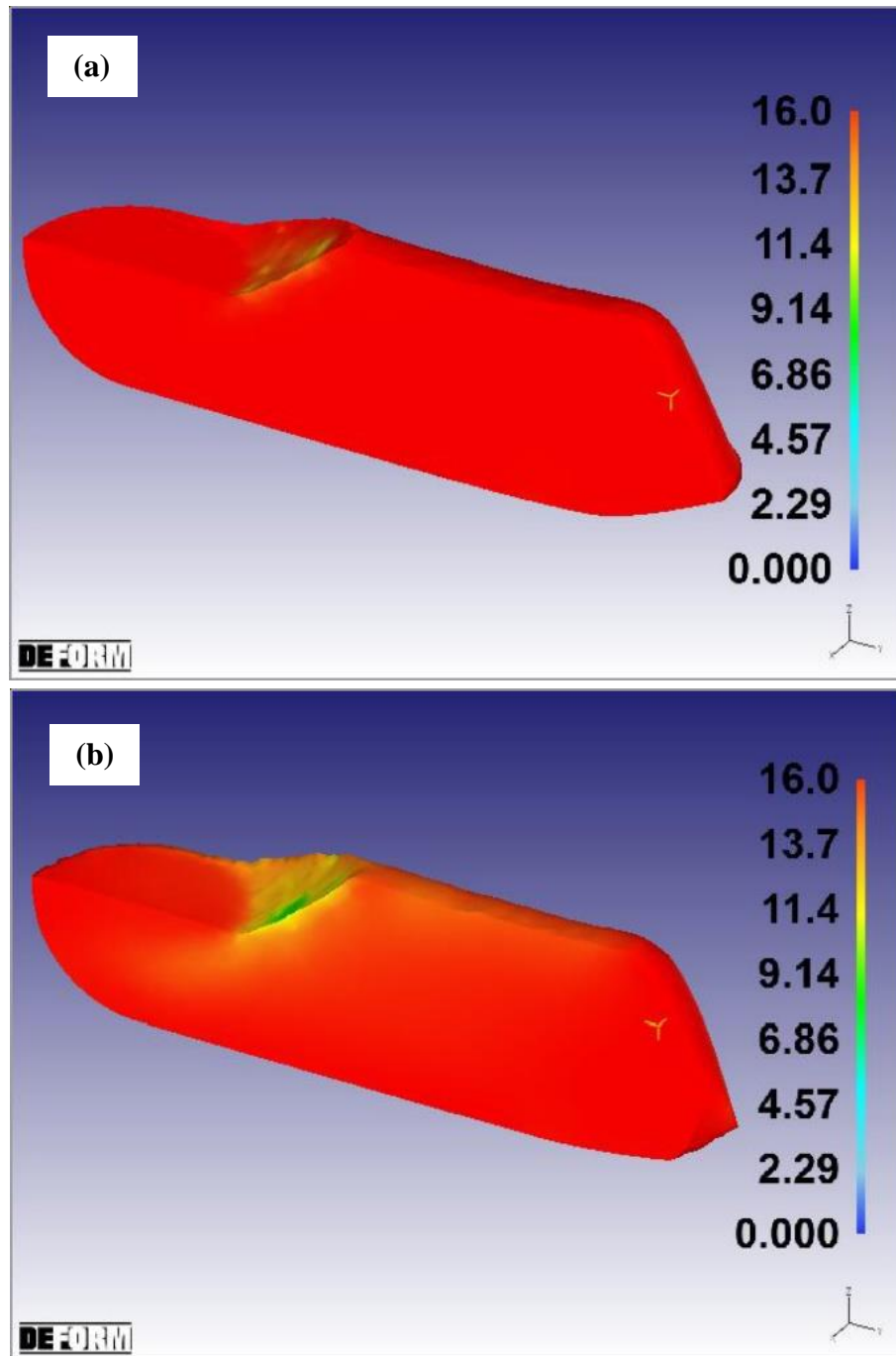
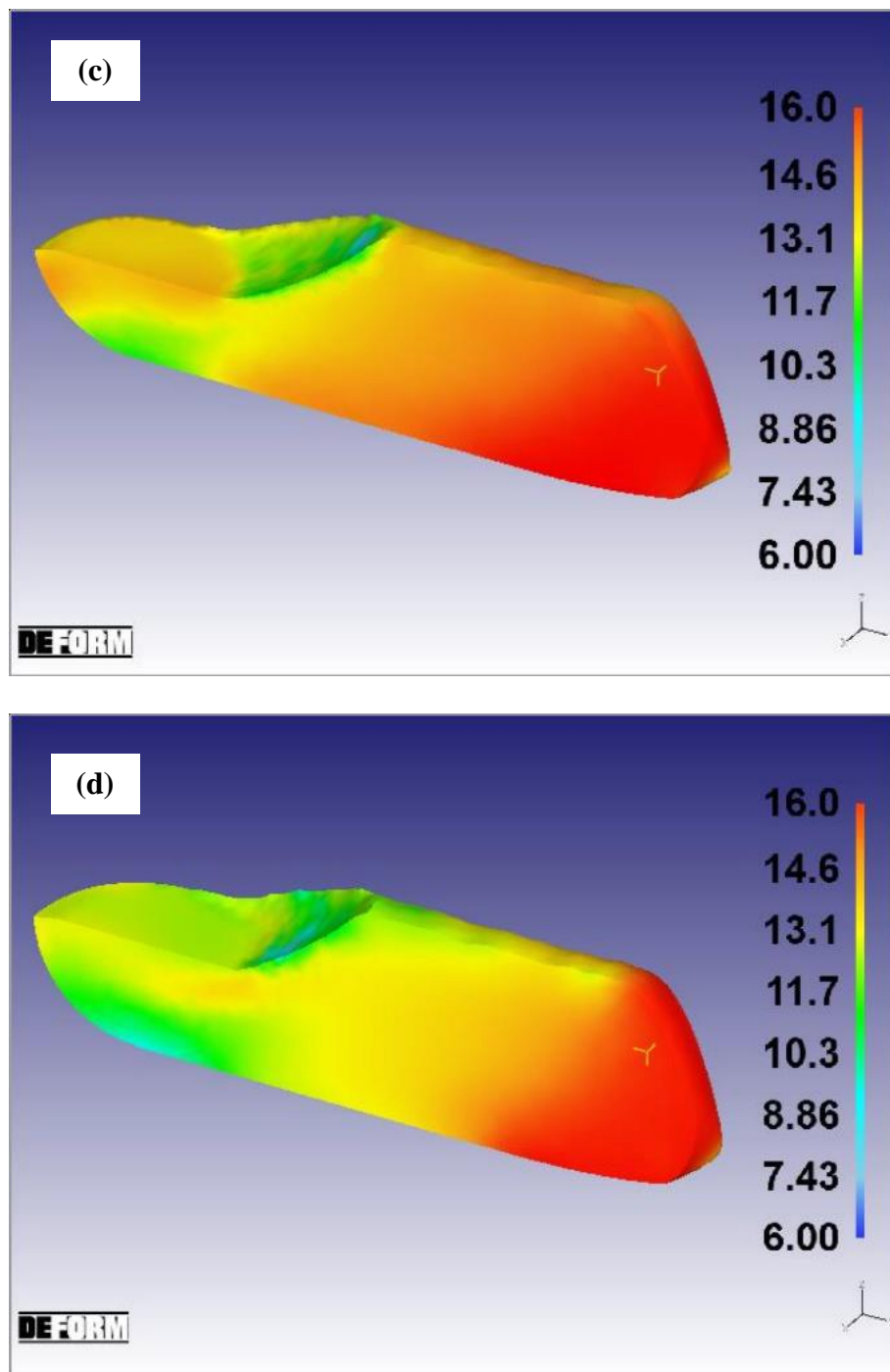


Figura 35. Tamaño de grano promedio (d) después de ECAP: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.



Continuación de la Figura 35. Tamaño de grano promedio (d) después de ECAP: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.

Esto significa que con cuatro pasos de ECAP, el d promedio tuvo una reducción de 3 μm . G. Hai-Long et al. [48] reportaron un tamaño de grano promedio de 9 μm para el mismo nivel de deformación reportado en esta tesis. Como se mencionó en la sección anterior, el nivel de refinamiento de grano alcanzado en ambos casos es muy diferente, ya que las velocidades de deformación son diferentes. De manera complementaria, se puede visualizar el

cambio en el tamaño de grano mediante sus respectivos histogramas obtenidos a partir de todo el volumen de la pieza, y no solo la región central, ya que como se puede ver en la Figura 36a y b, el histograma correspondiente al primer y segundo paso, presentan una distribución sesgada a la derecha, lo que significa el 97.5% y 65% del volumen exhiben poco o nulo refinamiento. En lo que respecta a los histogramas del tercer y cuarto paso, éstos presentan una distribución rectangular atribuible a que el tamaño de grano promedio se ve alterado significativamente en estas etapas debido a los gradientes de flujo provocados cada vez que la muestra es girada. Lo anterior es asociado al hecho de que los granos originales son consumidos paulatinamente por los granos recristalizados dinámicamente a medida que los pasos se incrementan.

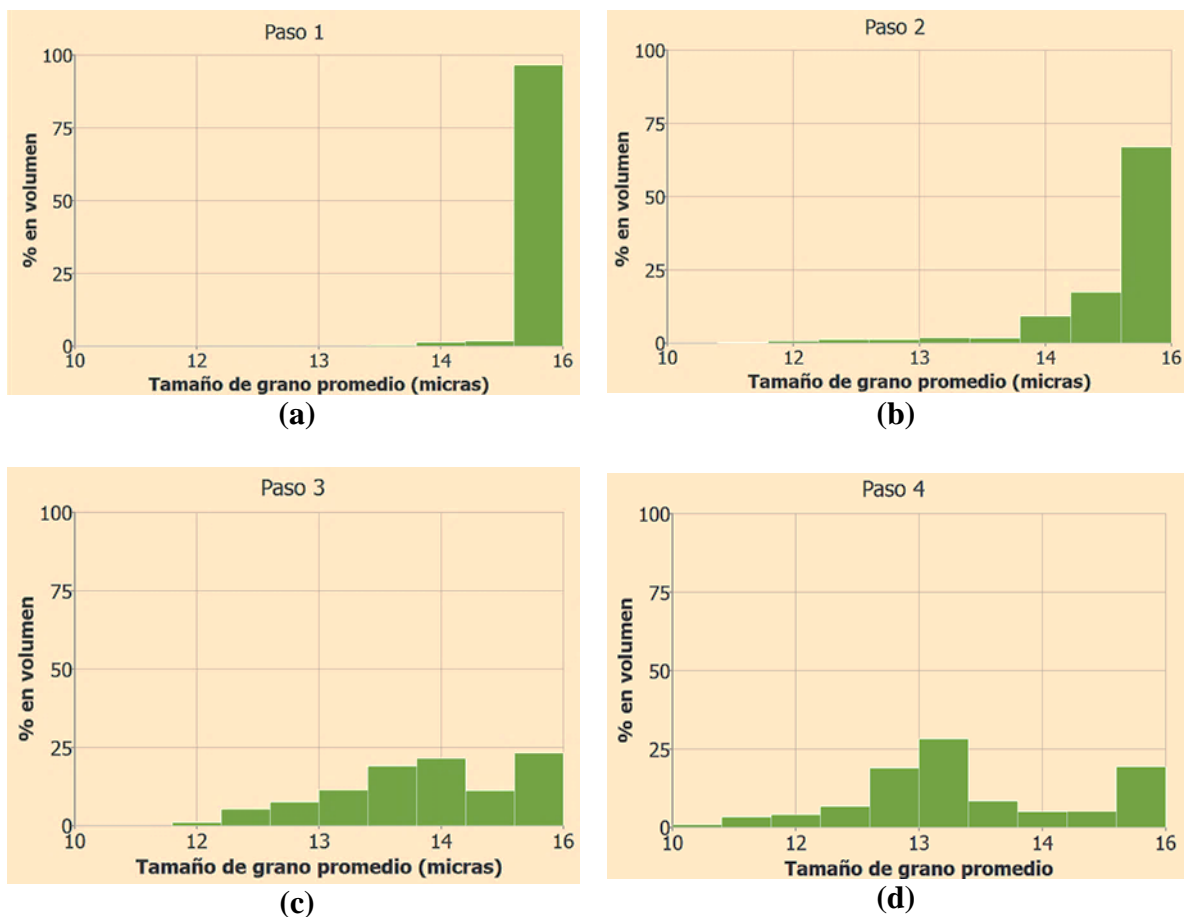


Figura 36. Distribución global del tamaño de grano promedio (d) a lo largo de la pieza: (a) paso 1, (b) paso 2, (c) paso 3 y (d) paso 4.

De lo anterior se puede decir que la simulación predice una recristalización parcial ($X_{DRX} \sim 60\%$) al final de cuatro pasos, sin embargo, la cantidad de deformación impuesta sobre el material y otros parámetros, como la temperatura y probablemente la velocidad de deformación, no han sido suficientes para tener un refinamiento significativo de grano de la

fase matriz (α). Estos resultados obtenidos por la simulación están asociados al modelo de material (curvas de flujo plástico) asignado de la base de datos del software DEFORM, el cual corresponde a la misma aleación de aluminio, pero puede tener curvas que difieren un poco debido al historial termomecánico de procesamiento al que fue sometido el material del cual se determinaron dichas curvas. Hay que mencionar adicionalmente, que el modelo de recristalización activado en el módulo de evolución microestructural fue de naturaleza dinámica, ya que después de una exhaustiva revisión en la literatura no se lograron identificar datos de las constantes necesarias para los modelos de recristalización metadinámica y estática que también pueden tener lugar en el proceso modelado y que no fueron activadas en las simulaciones realizadas. Teniendo en cuenta lo anterior, se realizó un análisis experimental mediante MO y MET para comparar y validar los resultados de la simulación, además de realizar un estudio de las cargas necesarias para el ECAP, así como la dureza resultante en cada paso.

3.5 Comportamiento mecánico de la AA7075

En la Figura 37 se muestran las curvas de carga-desplazamiento simuladas por MEF y las obtenidas experimentalmente durante el procesamiento vía ECAP.

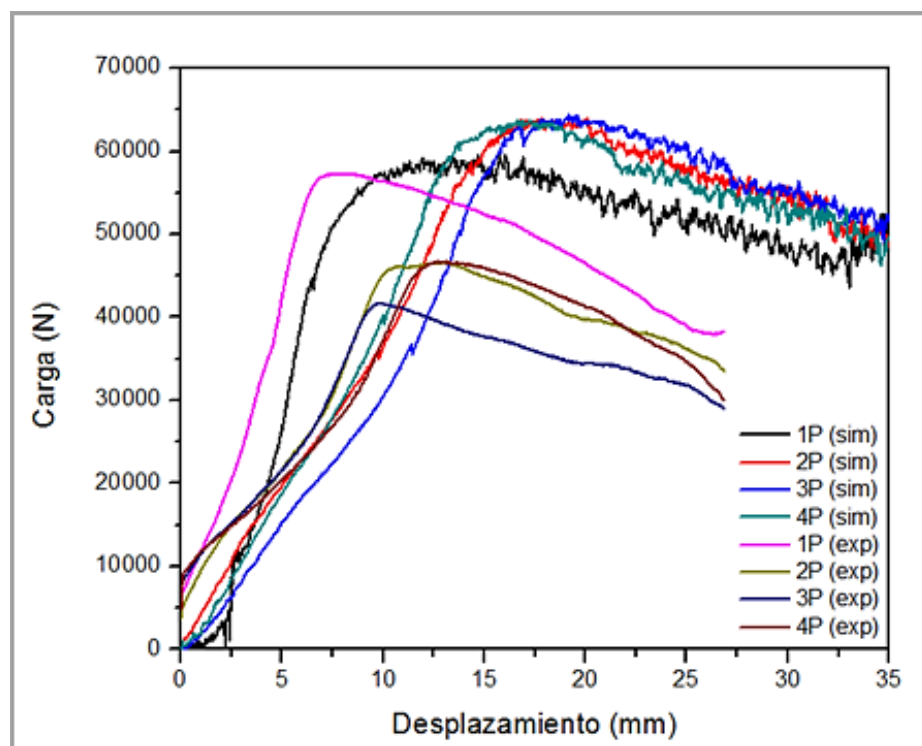


Figura 37. Curvas de carga-desplazamiento experimentales y calculadas por el software DEFORM 3D.

De acuerdo con H. S. Kim [49], el comportamiento oscilatorio en las curvas de carga simuladas se debe a la discontinuidad de los nodos superficiales de la malla de la pieza que están en contacto con la esquina donde se intersectan los canales de entrada y salida del dado. Así mismo, afirma que la curva de carga-desplazamiento simulada puede dividirse en cinco regiones, 3 de las cuales pueden identificarse en esta tesis. Si se analiza la curva simulada correspondiente a 1 paso de ECAP, se puede ver que la **región I**, comprendida entre 0 y 5 mm de desplazamiento, la parte frontal de la pieza comienza su paso a través de las esquinas del dado, haciendo que aumenten los esfuerzos internos dentro de la pieza y por consecuencia la carga aumenta súbitamente. **En la región II** (comprendida entre 5 y 10 mm de desplazamiento) la pieza de trabajo ha salido del plano de corte, lo que significa que ya no tiene restricciones importantes para la deformación, y la carga aumenta lentamente para finalmente exhibir un comportamiento estable. **En la región III** (de 10 mm en adelante) la parte frontal de la pieza se flexiona hacia arriba haciendo contacto con la parte superior del canal de salida, disminuyendo la carga rápidamente debido a la reducción de la fricción a causa del hueco formado entre la superficie superior del canal de salida y la muestra, así como la flexión de la parte inferior de la punta frontal (Figura 38b).

A su vez, las curvas de carga-desplazamiento simuladas de 2, 3 y 4 pasos tienen un comportamiento similar, (Figura 38a). De este modo, las curvas pueden dividirse en 2 regiones: **La región I** (0-17 mm para 2, 3 y 4 pasos) la carga máxima es más grande que en el primero debido a que un mayor volumen de la pieza está experimentando deformación. La parte frontal de la pieza ha llenado por completo la esquina del dado y el material sufre deformación por corte, mientras que la parte posterior sufre deformación por compresión debido a que la parte posterior forma un hueco entre la pieza y el punzón (ver Figura 39). **La región II** (>17 mm en 2,3 y 4 pasos) muestra que la reducción de la carga en esta región también está asociada a la disminución de la fricción, debido al hueco formado entre la superficie superior del canal de salida y la muestra (Figura 38b).

Por otro lado, la curva de carga-desplazamiento experimental en un primer paso de procesamiento tiene una carga máxima muy cercana a la predicha en la simulación, sin embargo, después de este punto la carga disminuye de una manera muy similar a las curvas simuladas, debido a los huecos formados entre pieza y canal de salida.

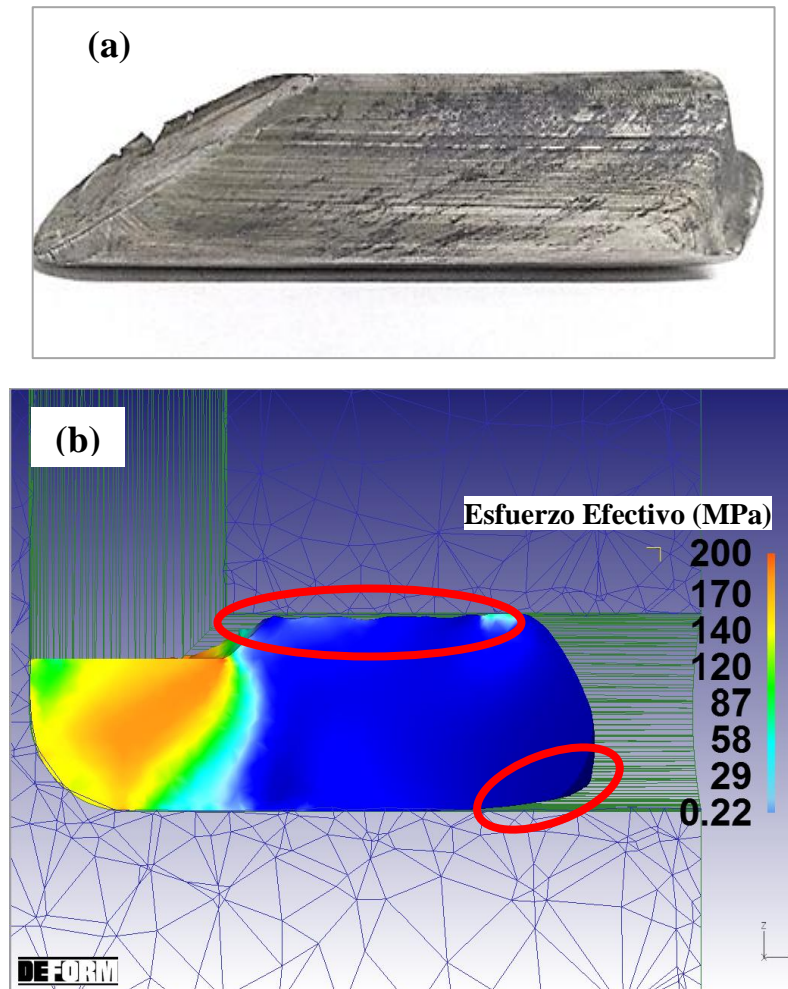


Figura 38. (a) Geometría de la pieza después de la deformación por ECAP. (b) Hueco formado en la superficie superior de la pieza en el canal de salida.

Es importante señalar que, en el caso de las curvas experimentales, se nota una caída en la fuerza máxima necesaria para realizar la extrusión a medida que el número de pasos aumenta, con excepción de la curva correspondiente al cuarto paso, en el cual se nota un incremento. También se nota una diferencia en el desplazamiento de las curvas experimentales respecto a las simuladas, lo cual puede ser atribuido a que la parte posterior de la pieza experimental es seccionada entre cada paso mientras que las simuladas mantienen la misma longitud y geometría de la parte posterior. Se descarta que la velocidad programada en la máquina en la que se hicieron las pruebas experimentales, tenga influencia en el valor del desplazamiento registrado ya que el manual de la máquina indica que existe un control llamado *ram-stroke detector*, el cual posee un decodificador electrónico de pulsos de 0.002 mm/pulso que permite que la unidad hidráulica mantenga el control del desplazamiento en tiempo real y no basado en un algoritmo almacenado en la memoria de la máquina.

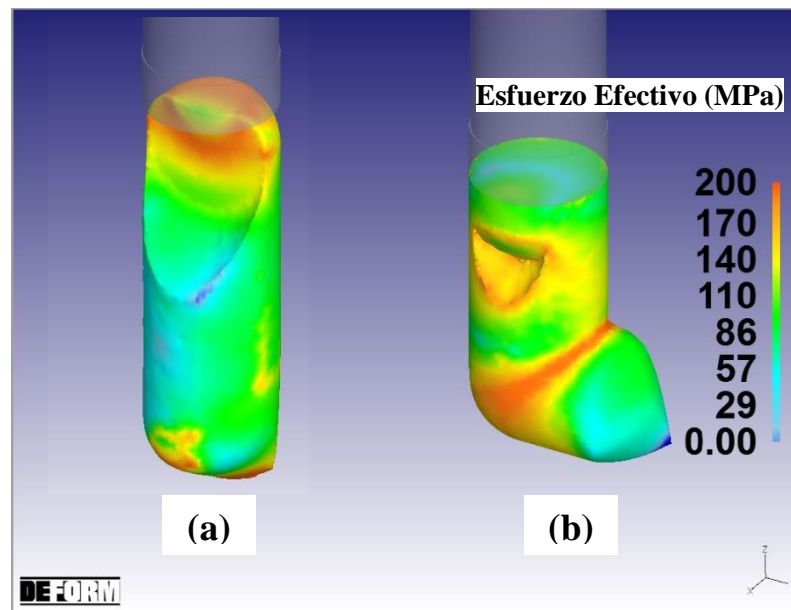


Figura 39. Hueco formado entre el punzón y la parte posterior de la pieza (a) antes de pasar por el ángulo de canal, (b) durante el paso por el ángulo del canal.

Un comportamiento similar a la curva de carga-desplazamiento del primer paso se ha reportado por Y. Nishida et al. [56], donde la carga máxima fue de 63 kN y se alcanzó para un desplazamiento de 7 mm, a una temperatura de 300 °C. La discrepancia observada entre las curvas de dicha referencia y este trabajo es que en la carga se mantienen estable una vez que alcanza su máximo valor, mientras que en el segundo caso se nota una caída considerable. Lo anterior se puede atribuir a la velocidad con la que se extruyeron las muestras, la cual fue de 1 y de 0.08 mm/s, respectivamente.

Se puede observar que la microdureza también disminuye a medida que los pasos de ECAP aumentan (Figura 40) mostrando un valor de 120 HV en estado recrystalizado (AA7075-O), comparado con una microdureza de 100 HV después del primer paso. Asimismo, se observa que conforme aumentan los pasos, la microdureza sigue disminuyendo, sin embargo, después del cuarto paso la dureza se mantiene sin cambios respecto al paso anterior. Lo anterior es coincidente con lo observado en las curvas carga-desplazamiento en el sentido de que existen un cambio marcado en el comportamiento del paso cuatro, tanto en la carga necesaria para extruir como en la dureza, la cual ya no aumenta. Asimismo, puede ser atribuido al progreso paulatino de los fenómenos de recuperación y recrystalización que están ocurriendo en el material a medida que la deformación es incrementada, es decir, a la densidad de límites de bajo y alto ángulo presentes en cada paso. Esta afirmación está basada en las

investigaciones realizadas por D. G. Morris et al. [57] y M. Cabibbo [58]. Estos autores mencionan que todos los límites se deben considerar en el análisis de Hall-Petch, independientemente de la desorientación que éstos tengan.

En las investigación realizada por D. G. Morris et al. [57] examinaron una aleación de Al-Mg-Si, en tres diferentes condiciones: en estado deformado, después de un recocido a 200 °C y después de alta temperatura de recocido. Ellos observaron que la pendiente de Hall-Petch es la misma en los tres casos, $78 \text{ MPa}\sqrt{\mu\text{m}}$, y la intercepción del esfuerzo (σ_0) cae con el incremento de la temperatura de recocido, de 160 a 70 MPa y 40MPa. Asu vez, reportaron que la pendiente de Hall-Petch cambia a $110 \text{ MPa}\sqrt{\mu\text{m}}$ cuando se excluyen los límites de grano de bajo ángulo y mencionan que es un valor bastante alto para una aleación Al-Mg-Si ligeramente aleada, mientras que el valor deducido considerando todos los límites ($78 \text{ MPa}\sqrt{\mu\text{m}}$), es más razonable.

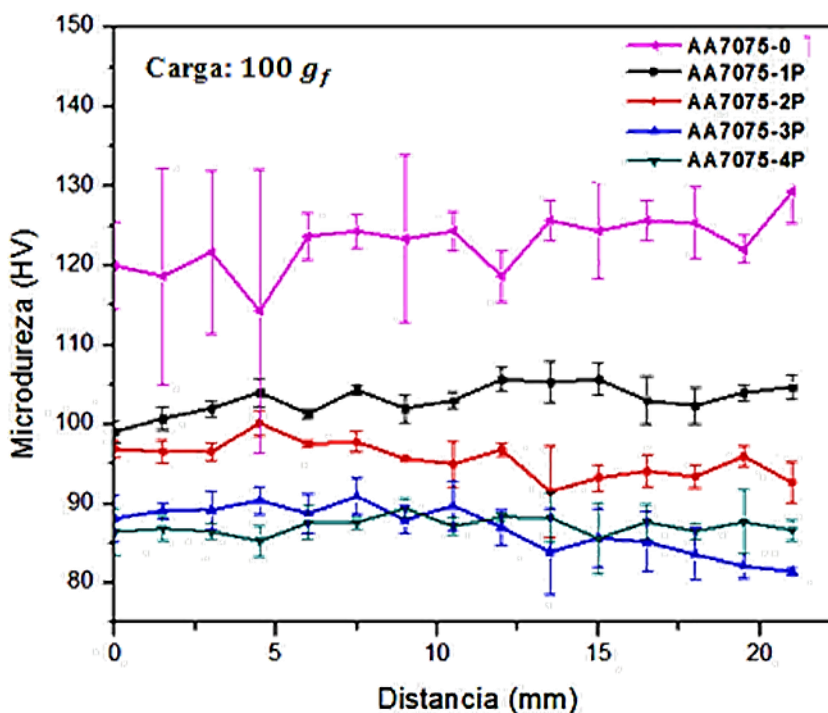


Figura 40. Microdureza de la AA7075 después procesarse repetidamente (4 pasos) en ECAP usando la ruta Bc a 250 °C.

3.6 Resultados experimentales

3.6.1 Tamaño de grano inicial, d_0 después del pretratamiento.

La Figura 41 muestra la microestructura de la barra de partida vista en la sección longitudinal de la AA7075-T651, donde se pueden ver granos de forma alargada en la dirección de la extrusión, con presencia de precipitados distribuidos aleatoriamente y alineadas en la dirección de extrusión [59, 60].

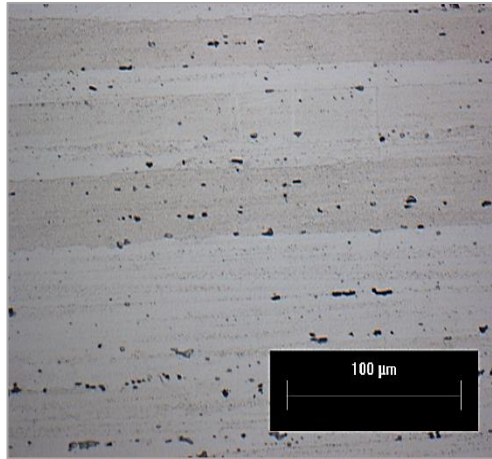


Figura 41. Imagen de MO de la sección longitudinal de la AA7075-T651.

Por otra parte, la Figura 42 muestra la microestructura de la barra después del pretratamiento aplicado, en la cual se puede ver como los granos de la fase matriz (α) ahora tienen un tamaño cuantificable.

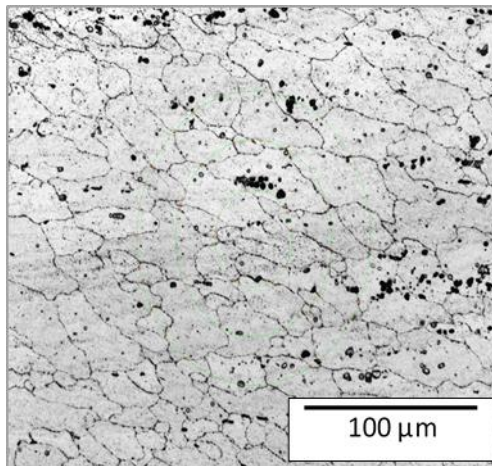


Figura 42. Imagen de MO de la sección longitudinal de la AA7075-O.

La longitud de intercepción media de la sección longitudinal y transversal fue 15.21 y 13.26 μm respectivamente, con estos valores y aplicando la ecuación (18) del procedimiento experimental, el tamaño de grano ASTM fue de 8.92 ± 0.24 , lo cual equivale a un diámetro promedio de 16.38 ± 1.44 (Tabla 5).

Tabla 5. Resultados de la cuantificación del tamaño de grano inicial (d_0)

Tamaño de grano de acuerdo con el método de intercepción ASTM E112	
Longitudinal [μm]	15.21
Transversal [μm]	13.26
$\bar{l} = (\bar{l}_l \cdot \bar{l}_t \cdot \bar{l}_p)^{1/3}$ [μm]	14.530
Diámetro promedio [μm]	16.38 ± 1.44
Tamaño de grano ASTM (G)	8.92 ± 0.24

Se ha reportado en [61], que el método utilizado para la medición del tamaño de grano de otras aleaciones de aluminio deformadas vía ECAP, es el método de intercepción lineal, asimismo se ha encontrado en la literatura que la norma ASTM E112 ha sido empleada ampliamente para la determinación del tamaño de grano en metales [62-64].

3.6.2 Tamaño de grano posterior a la deformación

En las Figura 43 y Figura 44 se muestran las imágenes de MO adquiridas en campo claro y campo oscuro de la AA7075 sometida a SPD. En estas imágenes se puede observar como la morfología de los granos cambia con el incremento de la deformación. Al final de los pasos 1 y 2 (Figura 43a, b, c y d) el grano se ha alargado en dirección de la deformación y el límite de grano es distinguible en ambos modos de adquisición, sin que se observe la presencia de DRX, al menos a estas magnificaciones.

Por otro lado, con tres pasos de deformación (Figura 44a) los límites de grano no son distinguibles fácilmente en campo claro, de igual modo que al final del cuarto paso (Figura 44c), esto está asociado a la alta deformación alcanzada en estos pasos; los límites de los granos previos van siendo consumidos por nuevos granos recristalizados dinámicamente, los cuales no son visibles a estas magnificaciones y en este modo de adquisición en particular. En cambio, en campo oscuro los límites se distinguen un poco mejor (Figura 44b y d), pudiéndose observar que en los límites previos es donde se inicia el proceso de DRX. Como se ha reportado en [4, 14, 18], los nuevos cristales nuclean en los límites de grano iniciales formando una banda creciente en forma de collar (“*necklace*” structure) (Figura 44b y Figura

44d). Aunque este mecanismo es propio del proceso de DDRX, se ha reportado que en estados intermedios del proceso de CDRX, también puede producirse dicho arreglo [4, 14, 18]. Esto se debe al rápido desarrollo de gradientes de deformación cerca de los límites de grano, produciendo una mayor desorientación en las proximidades de los éstos.

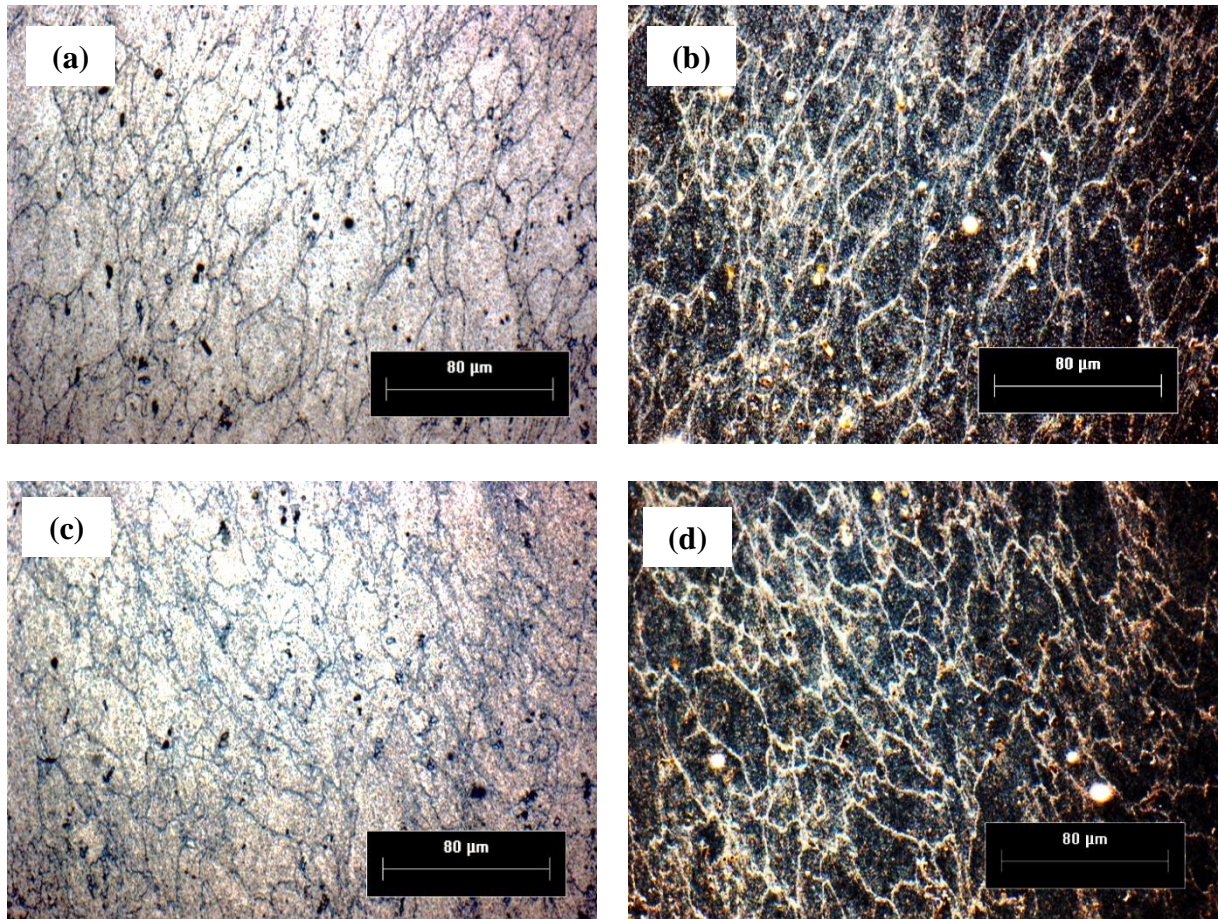


Figura 43. Imágenes de MO de la AA7075 después de ECAP adquiridas en campo claro y campo oscuro: (a) y (b) primer paso, (c) y (d) segundo paso.

El proceso de DDRX consiste en la nucleación de nuevos granos durante la deformación, los que posteriormente reemplazan la microestructura inicial a muy altas deformaciones. En este proceso hay una transformación gradual de subgranos formados en las cercanías del límite en núcleos delineados por ángulos altos. Por otro lado, en el proceso de CDRX los nuevos granos se forman como resultado del aumento en la desorientación de los sublímites, provocado por la acumulación continua de arreglos de las dislocaciones introducidas por la deformación. Los cambios en la microestructura están asociados con la formación continua de HAB debido a la acumulación de dislocaciones [4, 14, 18].

En ciertos materiales en los cuales el movimiento de las dislocaciones es inhibido por la falta de un sistema de deslizamiento independiente (por ejemplo, aleaciones de magnesio) o por partículas de segunda fase (por ejemplo, aleaciones de aluminio-magnesio o aluminio-zinc), nuevos granos con límites de ángulo alto pueden formarse durante la deformación mediante la rotación progresiva de subgranos [4, 14, 18].

Este proceso es conocido como rotación progresiva de la red cerca de los límites de grano (*CDRX by progressive lattice rotation near grain boundaries*), y cae dentro de la clasificación fenomenológica general de la CDRX. Aunque el mecanismo mediante el cual ocurre la rotación progresiva de subgranos no está totalmente claro, usualmente resulta en una microestructura de collar parcialmente recrystalizada [4, 14, 18], tal como se observa en la Figura 44.

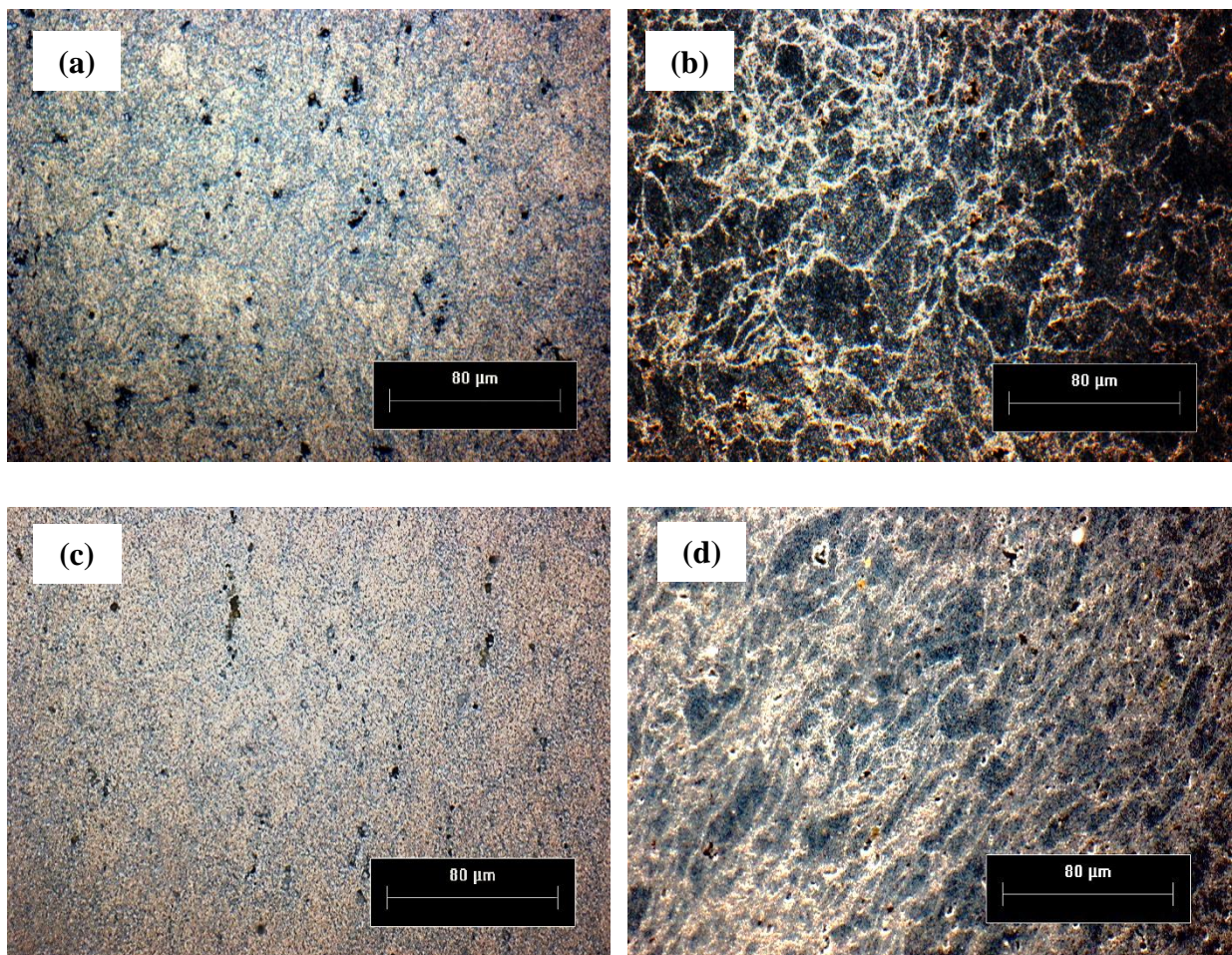


Figura 44. Imágenes de MO de la AA7075 después de ECAP, adquiridas en campo claro y campo oscuro: (a) y (b) tercer paso, (c) y (d) cuarto paso.

Por otro lado, el diámetro promedio de grano para cada paso de ECAP se presenta en la Tabla 6. Los resultados de la simulación muestran que el tamaño de grano promedio en los primeros tres pasos cambia ligeramente ($1 \mu\text{m}$) respecto al tamaño de grano inicial (d_0), mientras que en el cuarto paso el cambio es más evidente ($4 \mu\text{m}$). A su vez, las mediciones realizadas por MO evidencian que en los 3 primeros pasos el tamaño de grano promedio aumenta comparado con el tamaño de grano inicial y finalmente en el cuarto paso, el tamaño de grano promedio se reduce aproximadamente $6 \mu\text{m}$ hasta quedar por debajo del valor inicial. Si se comparan ambos resultados, las variaciones entre la simulación y los datos experimentales son de 1 a $4 \mu\text{m}$. Estudios con un nivel de variación similar entre simulaciones y pruebas experimentales han sido reportadas previamente. Por ejemplo, A. L. I. Moraes et al. [36] reportaron una variación de entre 7 y $6 \mu\text{m}$ en los resultados de una simulación basada en el MEF y las mediciones experimentales de tamaño de grano promedio, y afirman que la simulación reproduce de manera satisfactoria los cambios en la microestructura de un acero cuando es sometido a forja a $1040 \text{ }^\circ\text{C}$. Por otra parte, G. Rotella et al. [33] obtuvieron variaciones de tamaño de grano promedio entre 3 y $5 \mu\text{m}$ durante la validación de sus simulaciones (basadas en MEF) mediante pruebas experimentales, cuando estudiaron el proceso de torneado de una AA7075. Aunado a lo anterior, es importante mencionar que el MEF es un método de aproximación, por lo tanto, los resultados de una simulación siempre conllevaran errores de idealización, individualización y numéricos los cuales originan las diferencias observadas en esta tesis y en la literatura.

Tabla 6. Comparación de tamaño de grano promedio (d) medido y simulado

No. de pasos Diámetro prom.	AA7075-O	1°	2°	3°	4°
Experimental (μm)	16.8	17.1 +/-1.4	19.3 +/-2.3	19.3 +/-2.5	10.5 +/-3.3
Simulación (μm)	16.8	16+/- 0.3	16+/- 0.8	15+/- 1.1	12.5 +/- 1.1

En cuanto a la caracterización por MET, en la Figura 45 se presentan micrografías de la microestructura de la AA7075-O antes de ECAP junto con el patrón difracción de área selecta (*selected area diffraction*, SADP) tomado con una apertura de $4.5 \mu\text{m}$. Para esta condición el patrón de difracción muestra que los límites tienen ángulos de baja desorientación, los límites de ángulo bajo son definidos como límites que tienen un ángulo de desorientación $< 15^\circ$. Por otra parte, la microestructura consta de granos de la fase matriz (α) con morfología equiaxial,

que denotan medidas aproximadas al promedio determinado en la sección 3.6.1. Además, en estas mismas imágenes se distingue la presencia de precipitados de la fase η (MgZn_2) que se encuentran distribuidos tanto en el interior del grano, como en los límites. Una caracterización similar de estos precipitados fue reportada por S. R. Kumar et al. [65] quienes afirman que para la AA7075 en estado recocido hay dos tamaños de precipitado presentes:

- Precipitados de η (MgZn_2) en forma de barras con una longitud promedio de 180 nm y un diámetro de 40 nm
- Precipitados finos esféricos de fase- η con diámetro de 30-100 nm

Además, señalan que los precipitados esféricos de la fase- η no sufrieron cambios en su forma después de hacer pasar la AA7075 por cuatro pasos de ECAP, mientras que los precipitados de η (MgZn_2) en forma de barras fueron fragmentados, cambiando a una morfología esférica, alcanzando un diámetro de entre 30 y 100 nm, un tamaño muy similar a los observados en esta tesis.

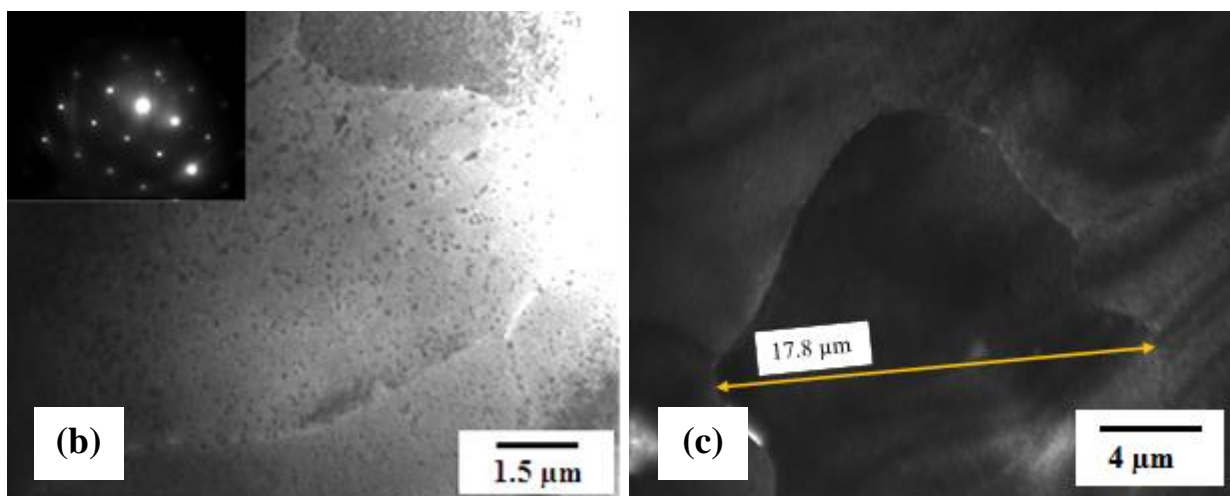
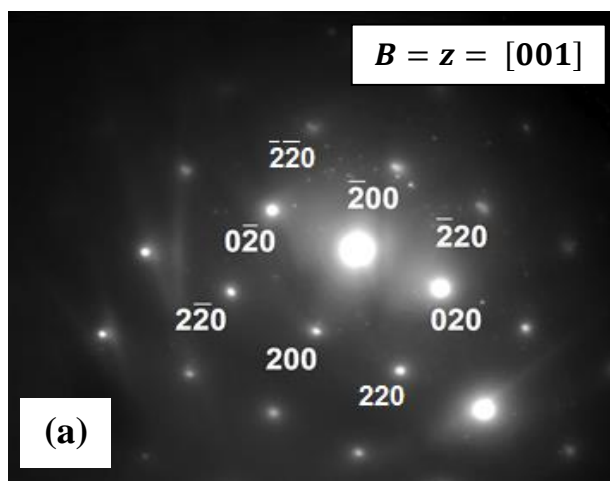


Figura 45. Imágenes de MET adquiridas en campo claro de la AA7075-O antes de ECAP (a) SADP, (b) y (c) microestructura.

La microestructura formada en la AA7075 después de un solo paso de ECAP se muestra en la Figura 46, además del SADP correspondiente, el cual indica que los límites siguen teniendo una desorientación de ángulo bajo, ya que el patrón obtenido es de puntos. Dos características importantes se pueden observar en la Figura 46, el evidente estado deformado del material [12], caracterizado por el cambio en la forma de los granos y el incremento en la superficie total del límite de grano, como se puede ver en Figura 46b y la Figura 46c, donde se observan subgranos de la fase matriz (α) con morfología no equiaxial, indicados con línea azul y amarilla, los cuales tienen un tamaño de ~ 7 y $3 \mu\text{m}$ respectivamente. Por otra parte, la segunda característica es la presencia de una estructura interna dentro del grano (Figura 46d y Figura 46e), en la cual se observa la formación de una estructura de celdas limitadas por paredes de dislocaciones. La formación de este tipo de estructuras de celda es típico de las aleaciones de media o alta energía de falla de apilamiento que están sujetas a altas deformaciones.

Observaciones similares a los de esta tesis fueron realizadas por T. Kvačak et al. [66]. Estos autores realizaron un estudio de MET del aluminio de alta pureza (Al 99.999%) procesado por ECAP usando la ruta C, a temperatura ambiente y con un ángulo de canal de $\Phi=90^\circ$. Después de 4 y 6 pasos observaron que las dislocaciones generadas por la deformación plástica formaban arreglos de paredes de dislocaciones, que posteriormente se transformaban a subgranos con bajo o alto ángulo. A su vez, S. Giribaskar et al. [67] estudiaron la evolución del arreglo de dislocaciones en una aleación de Al-3%Mg procesada por ECAP, a temperatura ambiente y un ángulo de canal de $\Phi=90^\circ$. En este trabajo se reporta la presencia de paredes de dislocaciones bien definidas, que después del recocido formaban granos finos en el rango de unas pocas decenas de nanómetros en regiones localizadas. La diferencia entre las investigaciones antes mencionadas y esta tesis radica en la temperatura de procesamiento, ya que las dos primeras se realizaron a temperatura ambiente y la última a 250°C . Sin embargo, de acuerdo con F. J. Humphreys et al. [14] este tipo de arreglos también se encuentra en aleaciones de aluminio después de la deformación a altas temperaturas o bajas velocidades de deformación.

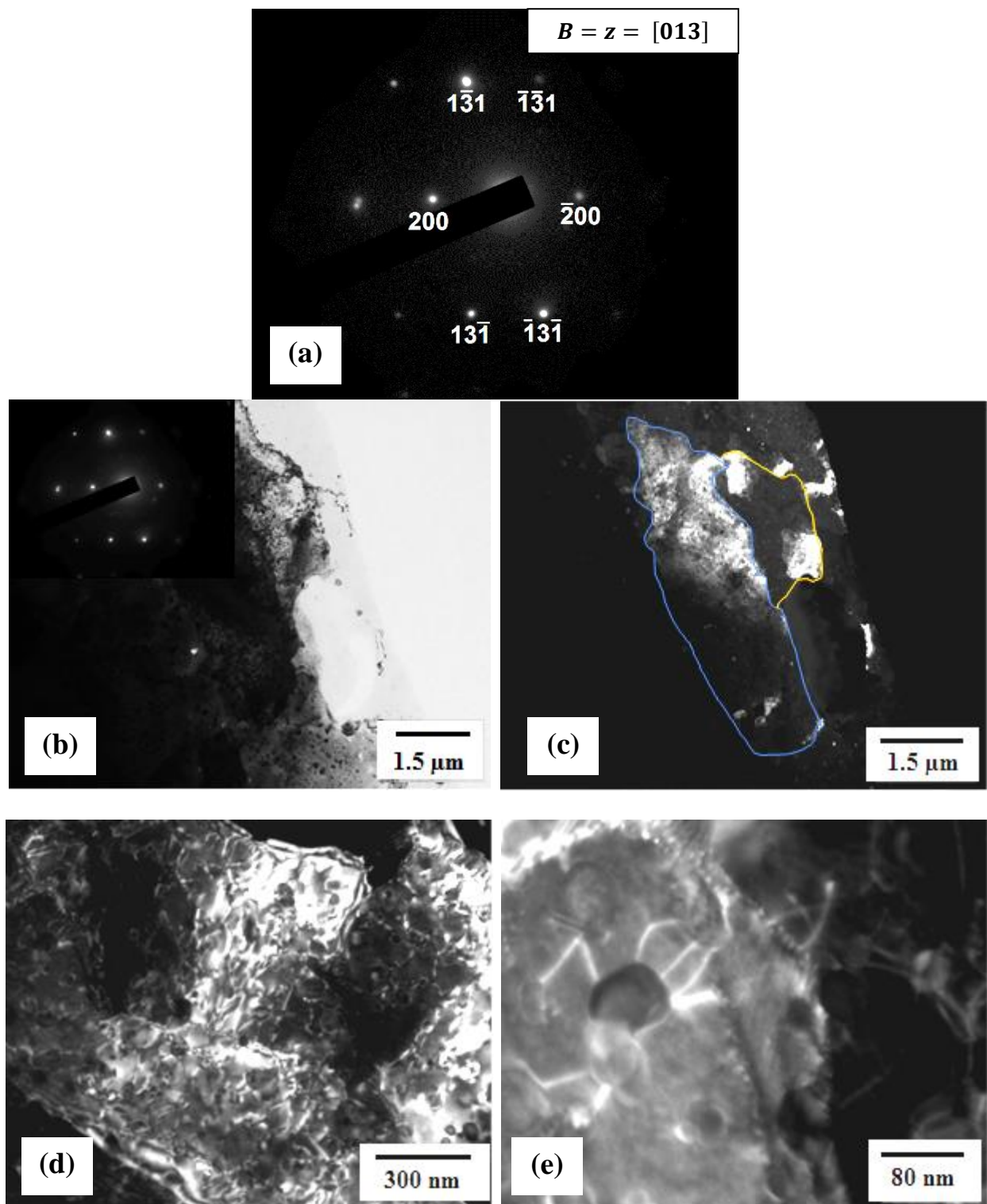


Figura 46. Imágenes de MET de la AA7075 después de un paso de ECAP usando la ruta Bc a $\sim 250 \text{ }^\circ\text{C}$. (a) SADP, (b) y (c) microestructura en campo claro y oscuro, (d) arreglo de dislocaciones y (e) efecto de los precipitados en la deformación.

Por otra parte, en la Figura 46d se observan los precipitados presentes en la aleación, así como su interacción con las dislocaciones generadas por la deformación. Es bien conocido que las partículas de segunda fase tienen una influencia importante en el proceso de recrystalización y que finos precipitados menores a $1\ \mu\text{m}$, pueden retardar o inhibir el proceso de recrystalización [19], ya que una dispersión de partículas ejerce una fuerza o presión de anclaje (*pinning pressure*) en los límites de grano de ángulo bajo y alto. El efecto es conocido como *Zener pinning* [68]. Por otro lado, las micrografías de MET de la Figura 47 muestran la microestructura y el SADP de la AA7075 después de cuatro pasos. En estas imágenes se observa que algunos granos de la fase matriz (α) han adquirido una morfología equiaxial típica de un grano recrystalizado, con un tamaño mucho menor que la AA7075-O, en el rango de $1\ \mu\text{m}$ (Figura 47b y c). Por lo tanto, dichos granos son identificados como granos resultantes de la recrystalización dinámica en la zona del límite previo de grano, el cual para 3 y 4 pasos no era completamente distinguible mediante MO. Este d_{DRX} confirma que la recrystalización inicia en los límites previos. Sin embargo, también se puede observar en la Figura 47c y Figura 47d, la presencia granos deformados, lo que confirma que la recrystalización se encuentra en un estado intermedio, como se había dicho en las observaciones de MO, de ahí que el SADP asociado, el cual fue tomado con un tamaño de apertura de $4.5\ \mu\text{m}$, sea un patrón de puntos, indicando que los límites de subgrano siguen teniendo una baja desorientación.

Otros investigadores han observado un comportamiento similar, por ejemplo Shaeri et al. [69] investigaron el efecto de la temperatura en la microestructura de la AA7075 deformada por ECAP, con un ángulo del canal $\Phi = 90^\circ$, usando la ruta de procesamiento B_c. Estos investigadores observaron que los SADP de muestras sometidas a tres y cuatro pasos de ECAP a temperatura ambiente, 120, 150 y 180 °C, consistían en tipo anillos entre más baja era la temperatura. Ellos asociaron esto con el cambio gradual de la desorientación de los límites de grano, en los cuales conforme aumentaba la temperatura, la nitidez y continuidad de los anillos disminuía y algunos puntos discretos aparecieron en los patrones SADP, finalmente concluyen que la densidad de límites de alto ángulo disminuye al aumentar la temperatura de ECAP.

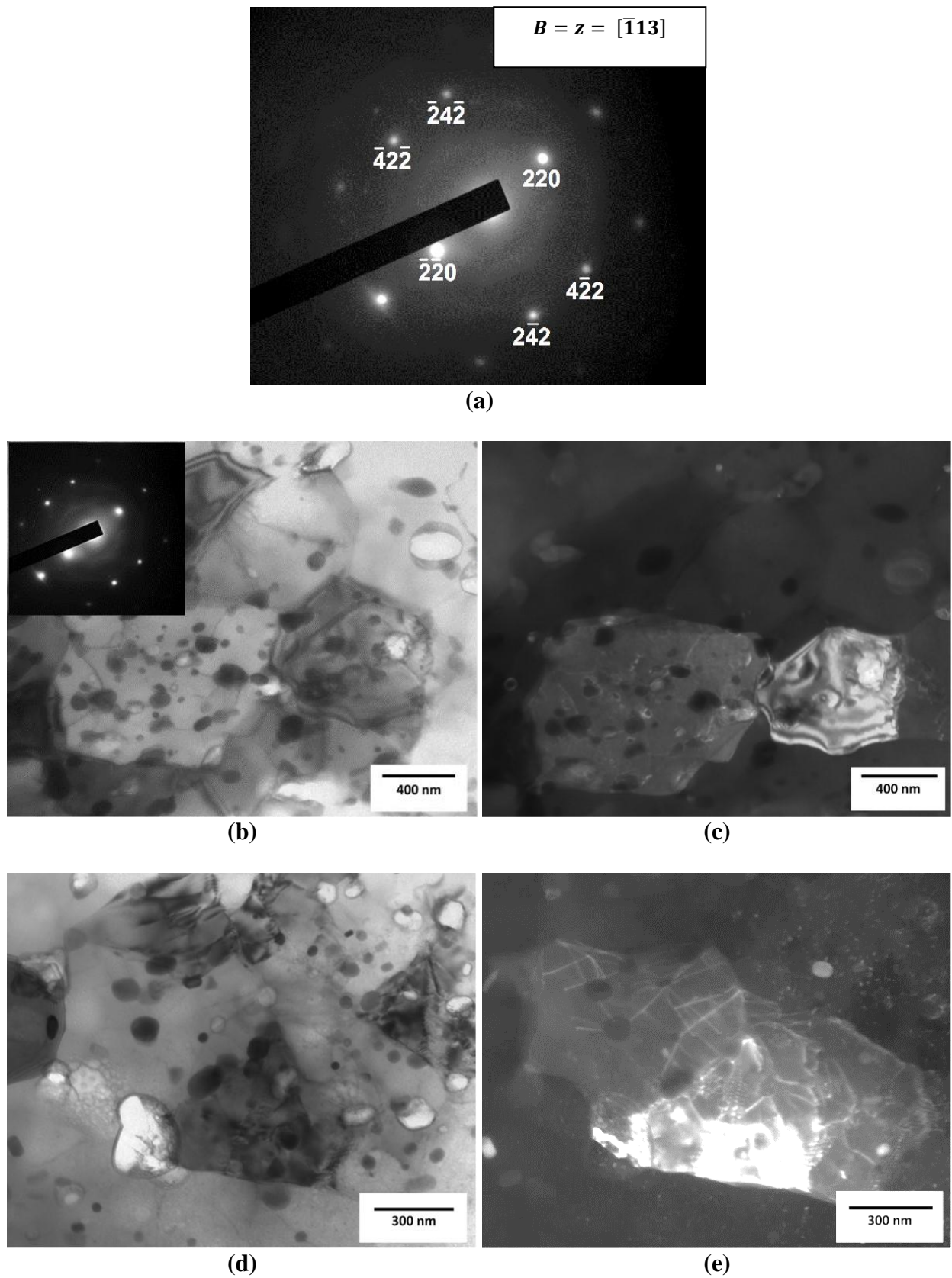


Figura 47. Imágenes de MET de la AA7075 después de cuatro pasos de ECAP usando la ruta Bc a ~ 250 °C. (a) SADP, (b) – (e) microestructura en campo claro y campo oscuro.

Como resultado de las observaciones hechas tanto en esta sección como en la 3.2, se establece que el mantenimiento de la dureza y el ligero incremento en la carga necesaria para extruir, están asociados a la cantidad y naturaleza de los límites de grano formados durante la deformación y la recrystalización. Esta afirmación es coincidente con resultados reportados previamente en investigaciones hechas en aleaciones de aluminio deformadas vía ECAP, donde reportan la densidad de límites de ángulo alto (γ_{HAB}) y ángulo bajo (γ_{LAB}), así como la desorientación promedio entre granos conforme aumenta la cantidad de deformación [70]. Por ejemplo, en la Figura 48 y Figura 49 la desorientación de los (sub)límites de grano se vuelve más alta después de cuatro pasos de deformación, es decir, los límites de ángulo bajo comienzan a aumentar su desorientación después de este paso.

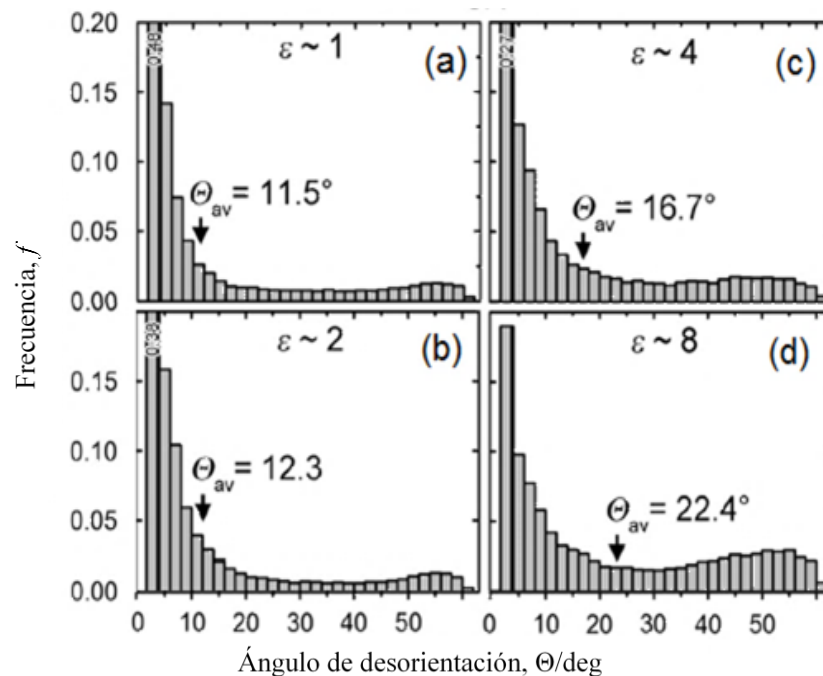


Figura 48. Efecto de ECAP en la distribución de la desorientación para la aleación Al-Cu-Mg-Ag en estado sobrevejecido, deformado a 250 °C usando la ruta Bc. (a) $\epsilon = 1$, (b) $\epsilon = 2$, (c) $\epsilon = 4$ (d) $\epsilon = 8$ [70].

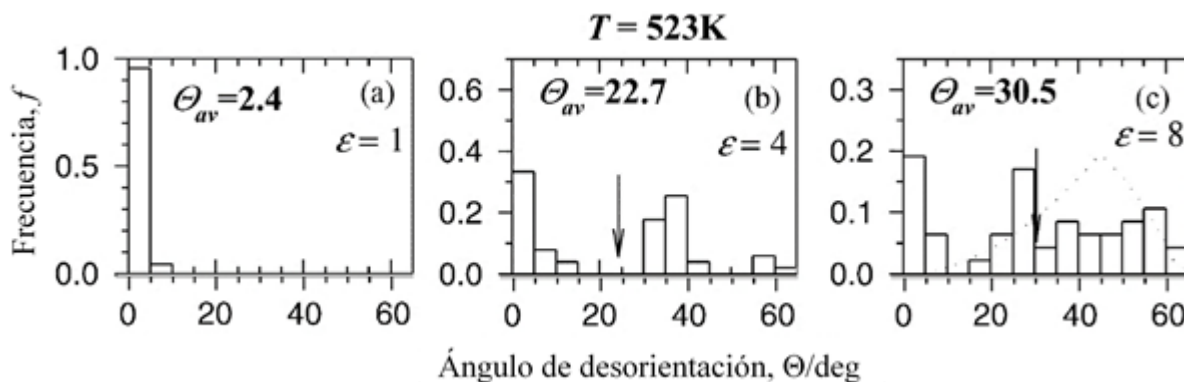


Figura 49. Cambio en la distribución de la desorientación de los (sub)límites inducidos por deformación vía ECAP para la aleación Al 7475 a 523 K. (a) $\varepsilon = 1$, (b) $\varepsilon = 4$, (c) $\varepsilon = 8$ [71].

Por otra parte, el cambio en la fracción de granos recristalizados (V_{REX}) en función de la deformación presentado en la Figura 50a establece que para una ε de 4, el porcentaje de granos recristalizados es 20%, es decir, la DRX para este nivel de deformación es parcial, lo cual concuerda con los resultados reportados en este trabajo. Hay que mencionar, además que la densidad de límites de ángulo alto para una deformación de 4 es de tan solo $0.6 \times 10^{-6} m^{-1}$, mientras que la densidad de límites de ángulo bajo es de $1.2 \times 10^{-6} m^{-1}$, es decir, para este nivel de deformación el material está conformado principalmente de subgranos. Dicho lo anterior y en base a las observaciones de MO (sección 3.3.1.2), se infiere que el material investigado tiene el mismo comportamiento.

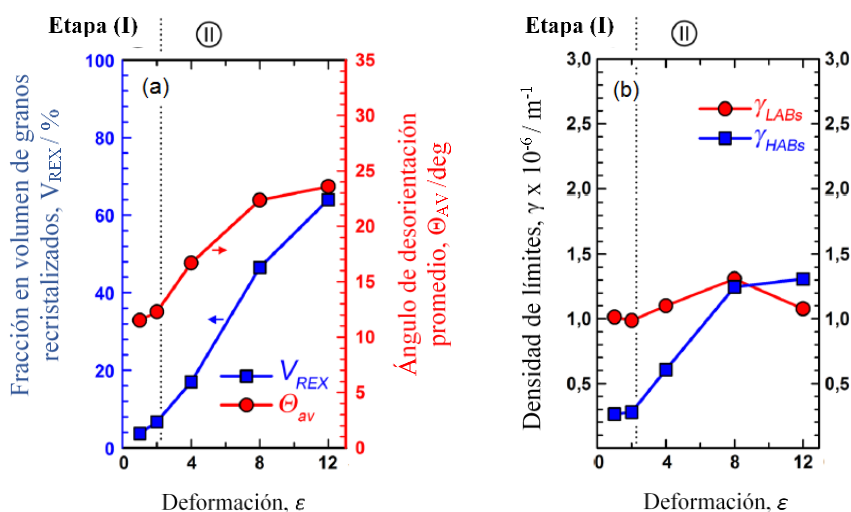


Figura 50. Efecto de la deformación en la fracción en volumen de granos recristalizados, V_{REX} , y ángulo de desorientación promedio θ_{av} (a). Densidad de LAB y HAB, γ_{LAB} y γ_{HAB} respectivamente (b). Para la aleación Al-Cu-Mg-Ag deformada vía ECAP a 250 °C usando la ruta Bc [70].

Finalmente, la comparación de los resultados experimentales y de simulación mostraron que en ambos casos ocurre el proceso de DRX, sin embargo, la simulación sobreestima el tamaño de grano recristalizado logrado al final del cuarto paso de ECAP. Un comportamiento similar parece ocurrir en la fracción recristalizada dinámicamente si el resultado de simulación se compara con la gráfica de la Figura 50a, sin embargo, debe mencionarse que dicho parámetro no fue posible cuantificarlo en este trabajo. Desde el punto de vista industrial, se puede considerar como una desventaja el que la AA7075 solo haya recristalizado parcialmente para el nivel de deformación al que la muestra fue sometida, ya que las propiedades mecánicas las dicta en gran medida el tamaño de grano resultante, sin embargo, es importante seguir con pruebas a otras velocidades de deformación para poder lograr un mayor refinamiento.

El hecho de que la simulación sobreestime los valores de ambos parámetros se debe a diversos factores como son: el estado de esfuerzos, el efecto de las partículas de segunda fase y la influencia de mecanismos de recristalización metadinámica y estática.

En el caso del estado de esfuerzos, la deformación vía ECAP se realizó mediante esfuerzo por corte simple, pero las constantes utilizadas para la predicción computacional de la recristalización se tomaron de la literatura. Dichas constantes se determinaron en un estado uniaxial de esfuerzo (compresión a distintas temperaturas). Por otra parte, como se desconoce el estado microestructural del modelo de material de la base de datos del DEFORM, no se conoce con certeza si el efecto de las partículas de segunda fase es considerado por el software o no.

Otro factor no menos importante que también contribuye a las discrepancias entre los resultados experimentales y de simulación son las constantes de las ecuaciones constitutivas que describen el flujo plástico, las cuales se mantuvieron igual para cada paso en este trabajo, pero es recomendable que sean actualizadas para cada paso debido a los cambios microestructurales que el material experimenta al ser deformado en múltiples etapas.

CONCLUSIONES

- Se realizó adecuadamente el acoplamiento del modelo computacional de la recristalización dinámica (DRX) con la deformación efectiva para predecir los cambios en la fracción en volumen recristalizada dinámicamente y X_{DRX} y el diámetro promedio de grano producido por cuatro pasos de ECAP
- Se observó que la carga máxima y la dureza disminuían al aumentar el número de pasos de ECAP, lo cual está asociado con el desarrollo de procesos de ablandamiento de manera continua en cada paso de ECAP.
- Se confirmó mediante MET (de acuerdo con morfología y tamaño de los granos) que los límites iniciales no visibles por MO para cuatro pasos, eran zonas donde la DRX ya había sido iniciada, promoviendo granos recristalizados dinámicamente de aproximadamente 1 μm con una morfología equiaxial.
- Se encontró que la simulación sobre-estima el valor del tamaño de grano recristalizado dinámicamente (d_{DRX}) ya que ésta no considera la influencia de la recristalización metadinámica y estática durante el procesamiento de ECAP y es muy probable, que tampoco la influencia de las partículas de segunda fase.

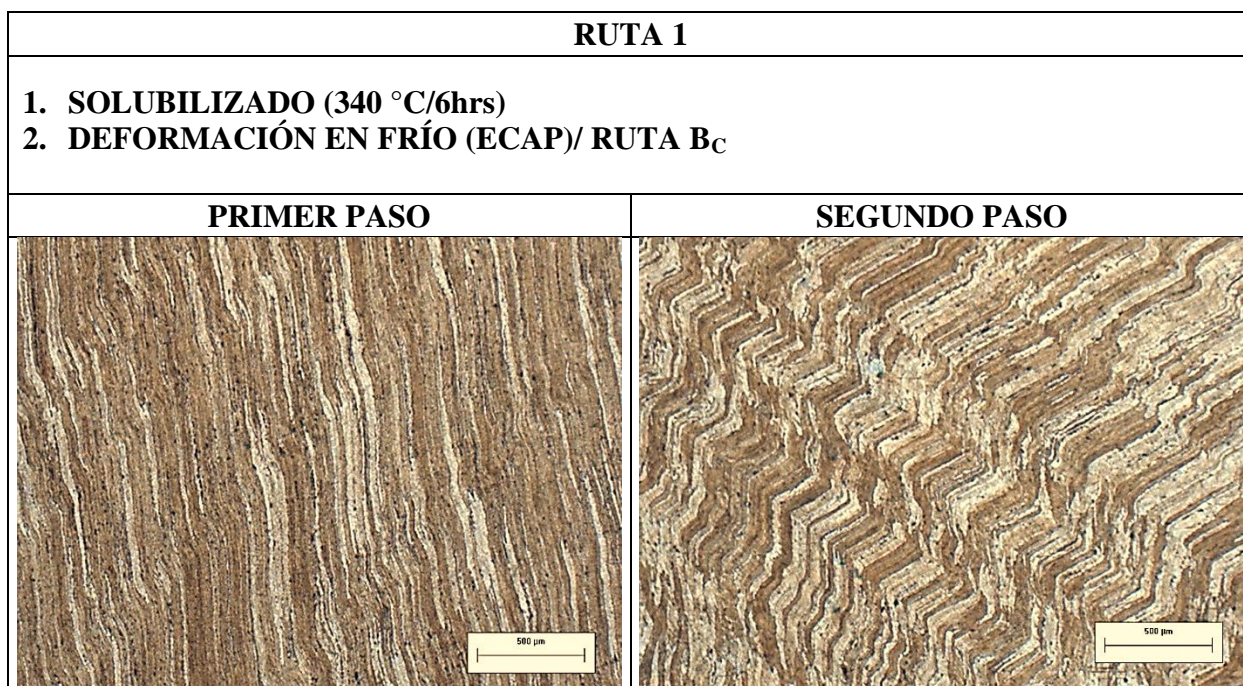
TRABAJO FUTURO

De acuerdo con los resultados observados es recomendable activar los modelos módulos de recristalización metadinámica y estática en el módulo de evolución microestructural, así como la determinación de las curvas de flujo y las constantes del modelo de material específicas para la aleación estudiada, con el fin de realizar una predicción más fidedigna y precisa basada en el MEF. También es recomendable caracterizar los tipos de la cantidad y naturaleza de límites formados a medida que la deformación avanza mediante el uso de la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD).

APÉNDICES

APÉNDICE A

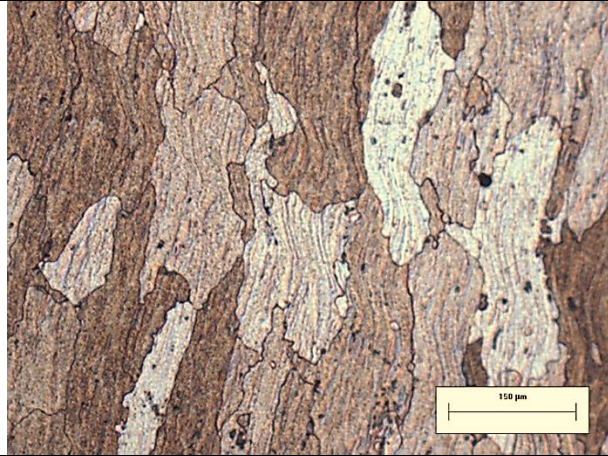
RUTAS DE PROCESAMIENTO ALTERNATIVAS



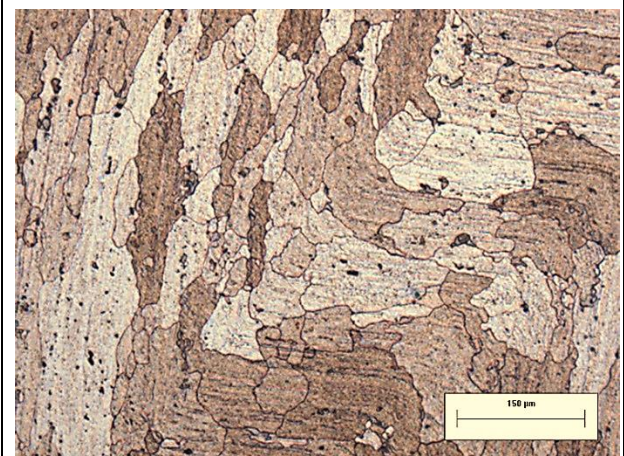
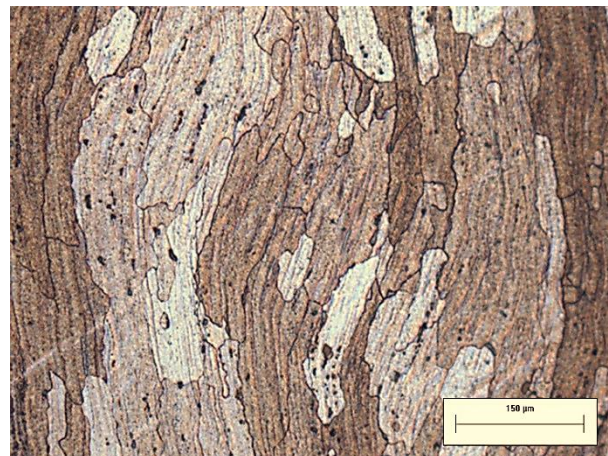
RUTA 2

- 1. SOLUBILIZADO (340 °C/6hrs)**
- 2. DEFORMACIÓN EN FRÍO (ECAP)/ RUTA B_C**
- 3. RECOCIDO (450 °C/ 6hrs)**

1



2

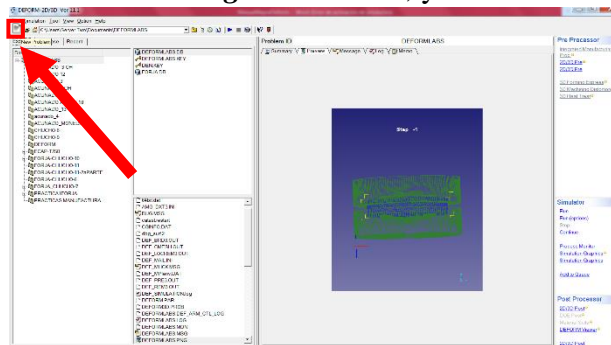


APÉNDICE B

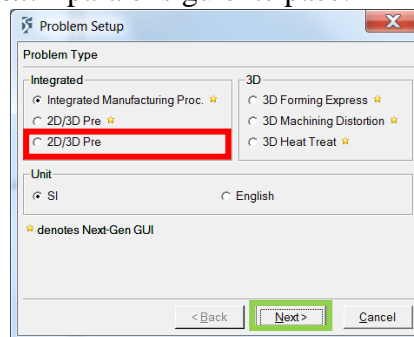
SECUENCIA DE PASOS PARA REALIZAR LA SIMULACION EN DEFORM DE LA EVOLUCION MICROESTRUCTURAL DE LA AA7075

La simulación del proceso de extrusión de canal angular por ECAP de piezas cilíndricas de aluminio AA7075 involucra los siguientes pasos:

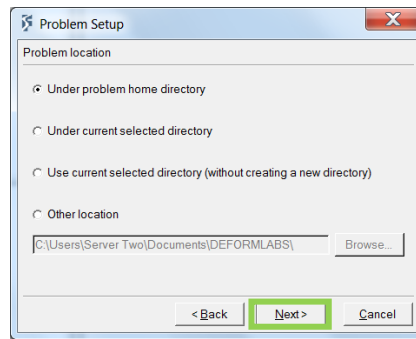
- ✓ Abrir el software **DEFORM Integrated 2D/3D**; y seleccionar un nuevo problema.



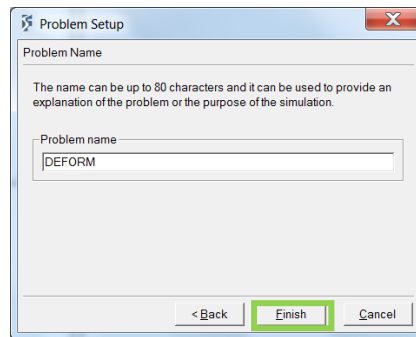
- ✓ Crear nuevo problema seleccionando **File**→**New Problem** o dar click en el icono de **New Problem** en la barra de herramientas, por lo que aparecerá una ventana con título **Problem SETUP** y se selecciona “**2D/3D Pre**” como tipo de problema y **SI** como el sistema de unidades. **Next**> para el siguiente paso.



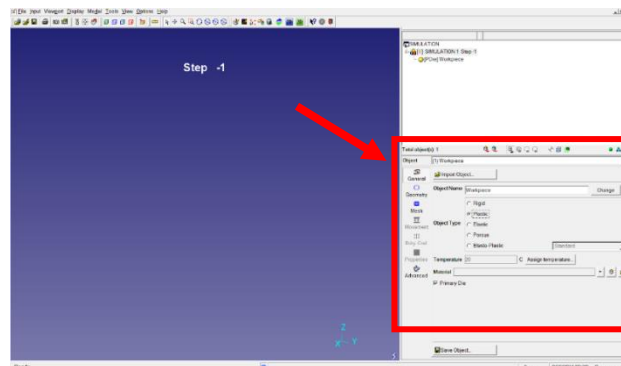
- ✓ En la ventana de **Problem location** es designada la ubicación del proyecto. Generalmente son guardados en el directorio local del software (**la primera opción**), de ser necesario se puede asignar una ubicación específica, seleccionando la última opción. → **Next**> para el siguiente paso.




- ✓ Aparece una nueva ventana con título **Problem Name** en donde el proyecto es denominado desde el cuadro **Problem name** finalizando este paso en el botón **Finish**.



- ✓ Los parámetros para la simulación se seleccionan en el menú inferior derecho.



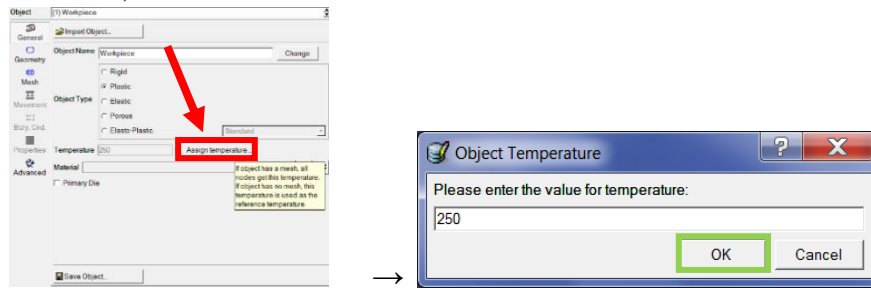
- ✓ En este menú, se insertan las otras piezas de trabajo necesarias para la simulación, esto al presionar el icono de “insert object”  dos veces para insertar **Top Die** y **Bottom Die**.




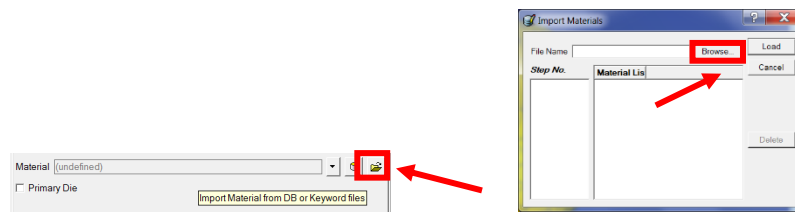
- ✓ Son asignadas las condiciones de trabajo para cada una de las piezas.

WORKPIECE

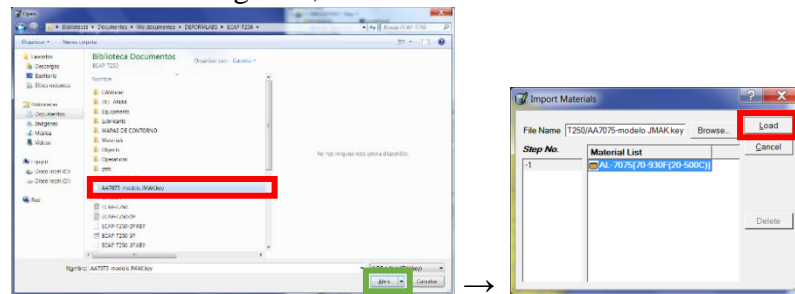
- ✓ En la pestaña “**General**” se asigna en **Object Temperature** una temperatura de **250 °C**, clic **OK**.




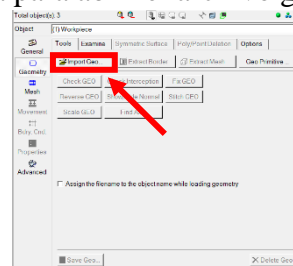
- ✓ Como **Material** de la pieza de trabajo se selecciona **AL-7075** haciendo clic en el botón  **import Material from DB or Keyword files** y aparece una ventana “**Import Materials**” clic en **Browse**.



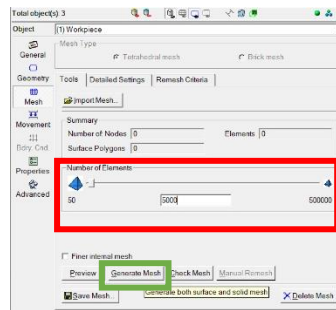
- ✓ Se importa el material de la **Workpiece** desde un archivo con extensión **.KEY** (con nombre **AA7075-modelo JMAK**) clic en **Abrir**. Posteriormente una ventana aparece para seleccionar el material designado, clic en **Load**.



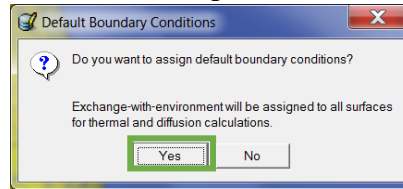
- ✓ En la pestaña de **Geometry** se carga la pieza (creada en Solid Works), haciendo clic en  **Import Geo...** y se busca la ruta para abrir el archivo guardado STL de la pieza de trabajo.



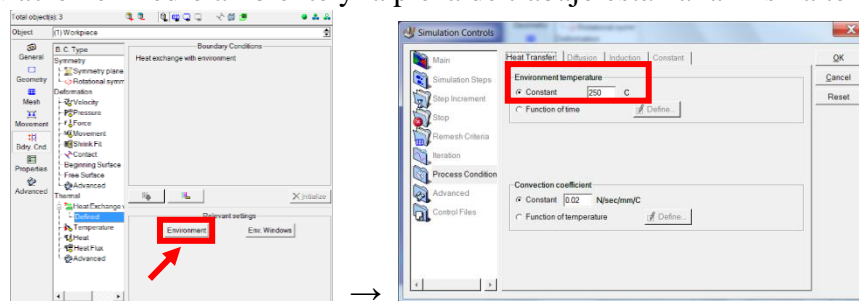
- ✓ Como siguiente paso, en la pestaña **Mesh** se asigna el número de elementos para mallar la pieza de trabajo; en esta simulación se utilizó un valor de 50000 elementos para la workpiece. Clic en **Generate Mesh**.




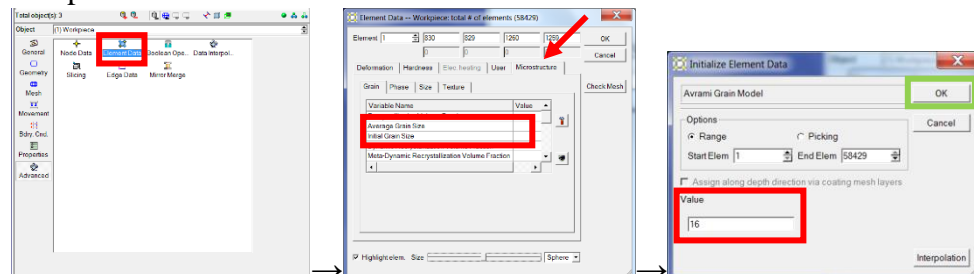
- ✓ Una ventana emergente aparecerá para confirmar que las condiciones de frontera serán asignadas automáticamente. Clic en **Yes** para continuar.



- ✓ En la pestaña **Boundary Conditions** en la opción **Thermal** → **Heat Exchange with Environment** → **Defined** al hacer clic en el botón **Environment** es posible asignar una temperatura para el medio ambiente en contacto con la pieza de trabajo. (para esta simulación el medio ambiente y la pieza de trabajo están a la misma temperatura).




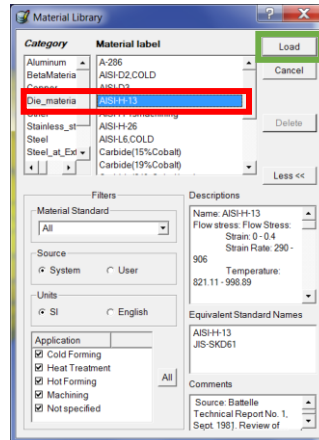
- ✓ La workpiece no tiene movimiento ni se le especifica ninguna propiedad por lo que dichas condiciones no serán modificadas.
- ✓ En la pestaña de **Advanced** → **Element Data** → **Microstructure** → **Grain** se asigna el tamaño de grano de la pieza en los parámetros de **Initial Grain Size** y **Average Grain Size** los dos parámetros tendrán siempre el mismo valor (para esta simulación se seleccionó un tamaño de 16µm), para fijar el tamaño de grano se da clic en el icono  y **OK** para continuar.




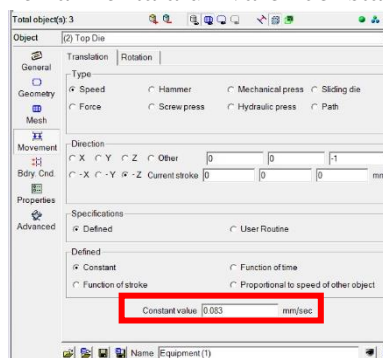
TOP DIE (Punzón)

Las condiciones para el punzón son las siguientes:

- ✓ En la pestaña **General** se asigna en *Temperature* una temperatura de **250°C**, en *Object type* es activada la casilla **Rigid** y también la casilla de dado primario dando clic en **Primary Die**.
- ✓ El material para el punzón es asignado desde el botón  *Load Material from Library*; se selecciona en *Category* como **Die-material**, en *Material Label*→**AISI-H-13**, para continuar clic en el botón **Load**.




- ✓ Al igual que para la Workpiece en la pestaña **Geometry** se carga la pieza (creada en Solid Works), haciendo clic en  y se busca la ruta para abrir el archivo guardado STL del punzón, seleccionar y dar click **Abrir**.
- ✓ En la pestaña **Mesh** se asigna el número de elementos para mallar el punzón (para el punzón se utilizó un numero de 25000 elementos) y se selecciona **Generate Mesh**.
- ✓ Como siguiente sección en la pestaña **Movement**→ **Translation** se asigna le velocidad de desplazamiento de la herramienta a un valor constante de **0.083 mm/sec**.





- ✓ En la pestaña **Boundary Conditions** en la opción *Thermal* → *Heat Exchange with Environment*→ *Defined* al hacer click en el botón es posible asignar una temperatura para el medio ambiente en contacto con las piezas de trabajo. (para esta simulación el medio ambiente y la pieza de trabajo están a la misma temperatura).

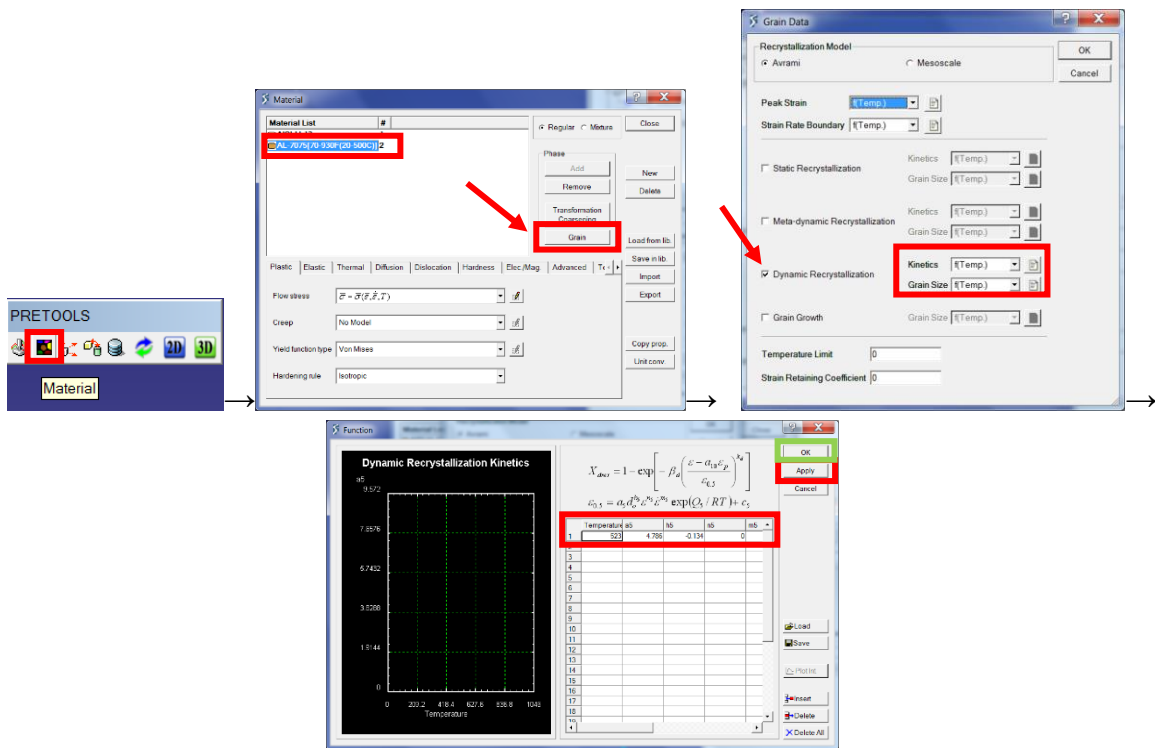
BOTTOM DIE (Dado)

Las condiciones para el dado son las siguientes:

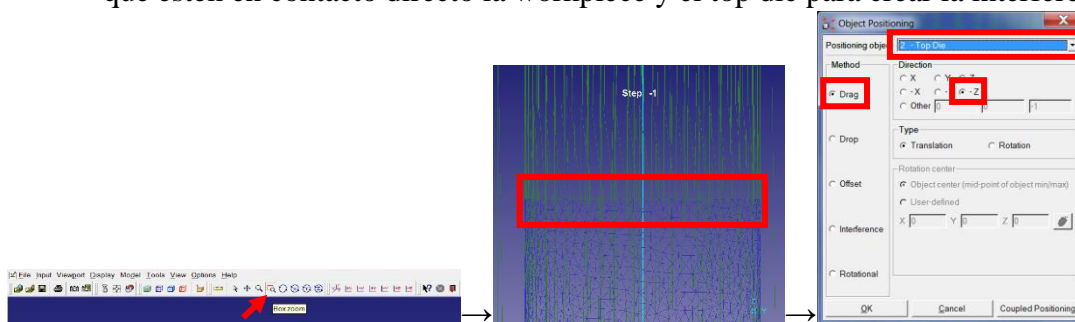
- ✓ En la pestaña **General** se asigna en *Temperature* una temperatura de **250°C**, en *Object type* es activada la casilla Rigid .
- ✓ El material del dado es asignado de la misma manera y por el mismo material del punzón.
- ✓ En la pestaña **Geometry** se carga la pieza (creada en Solid Works), haciendo clic en  y se busca la ruta para abrir el archivo guardado STL del dado, seleccionar y dar clic **Abrir**.
- ✓ En la pestaña **Mesh** se asigna el número de elementos para mallar la herramienta del dado (en este caso se trabajó con 25000 elementos) click en **Generate Mesh** para continuar.
- ✓ En la pestaña **Boundary Conditions** en la opción *Thermal* → *Heat Exchange with Environment* → *Defined* al hacer click en el botón Environment es posible asignar una temperatura para el medio ambiente en contacto con las piezas de trabajo. (para esta simulación el medio ambiente y la pieza de trabajo están a la misma temperatura).
- ✓ Como siguiente paso, en el menú **PRETOOLS** → **Material** se asignan la temperatura de trabajo en Kelvin, así como las constantes para el modelo de recristalización dinámica del material de la workpiece (para esta simulación las constantes fueron tomadas de la literatura).

Al hacer clic en el botón , una ventana aparece describiendo la lista de materiales utilizados, seleccionamos el material que corresponde a la workpiece y clic en el botón Grain, la ventana **Grain Data** emerge donde es necesario activar la casilla de **Dynamic Recristalization**, al hacerlo los botones  se activan para asignar la temperatura de trabajo en Kelvin y las constantes correspondientes para la cinética y tamaño de grano del modulo de recristalización dinámica. Clic en **Apply** → **OK**.

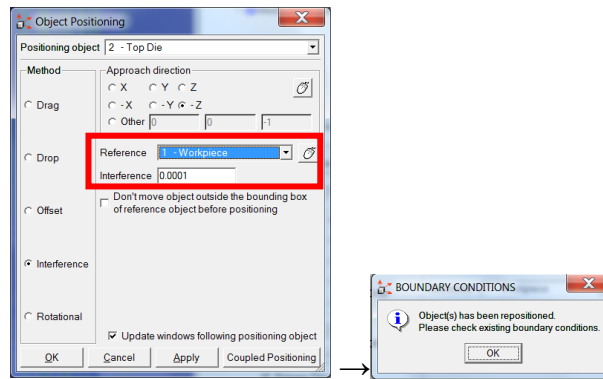
A continuación se ilustra el procedimiento descrito anteriormente, este es el mismo para cinética y tamaño de grano del modulo de recristalización dinámica.





- ✓ Después se hace un zoom en la frontera entre la workpiece y el punzón para generar los contactos con mayor facilidad, en el menú **PRETOOLS** → **Object Positioning** emerge la ventana de **Object Positioning** en la cual es necesario seleccionar la pieza **Top Die**, como método activar la casilla **Drag**, en dirección la casilla **-Z**, después de activar estos parámetros es posible mover el punzón de forma vertical, es importante que estén en contacto directo la workpiece y el top die para crear la interferencia.

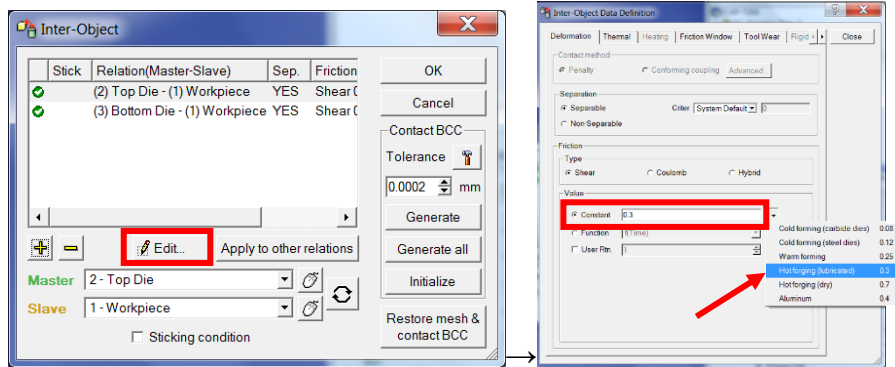


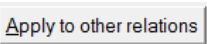
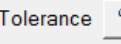
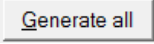
Al tener el contacto directo entre la *workpiece* y el *top die*, es posible crear la interferencia activando la casilla de **interference** y tomando como referencia la workpiece seleccionándolo en el cuadro de dialogo correspondiente. Para continuar clic en los botones **Apply** → **OK**. A continuación, emerge una ventana para confirmar que los objetos fueron reposicionados, clic en **OK**.

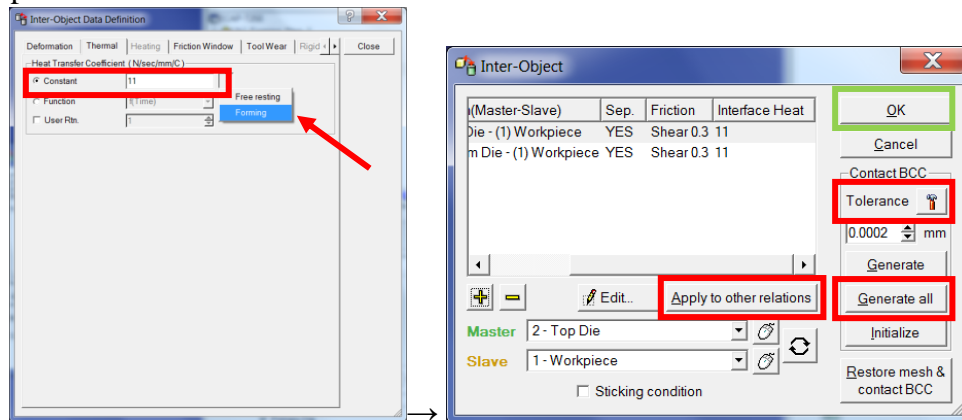



El procedimiento se repite, pero ahora seleccionando el **Bottom Die (dado)** como objeto para reposicionar.

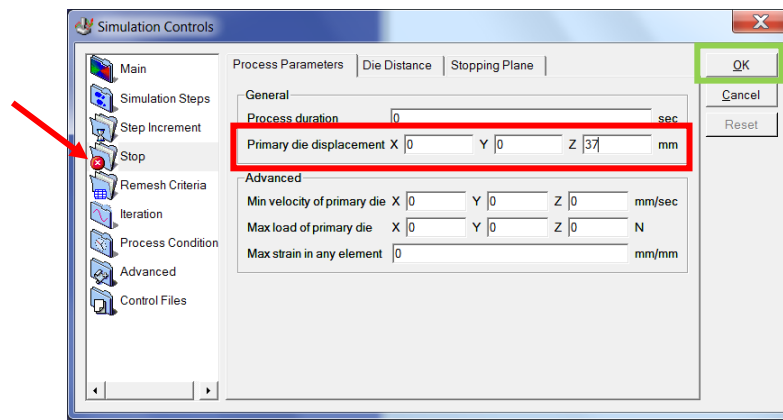
- ✓ Ahora clic en el botón de **Inter-object** , aparece la ventana *Inter-object* donde se crean los contactos entre las piezas de trabajo, como primer paso clic en el botón  para asignar el valor de las constantes de fricción en la pestaña de **Deformation**, variando estas en función del trabajo de deformación realizado, en este caso se selecciona el valor para **hot forming (lubricated) 0.3**.



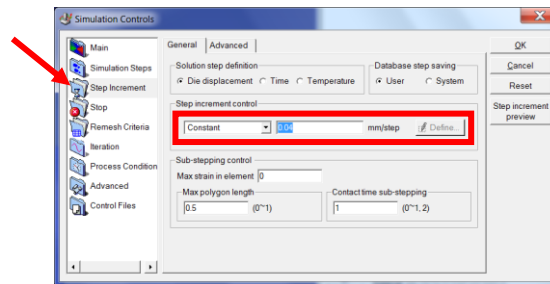
- ✓ En la pestaña de **Thermal** se asignas las constantes termicas **Forming**. Clic en **Close**.
Y para finalizar clic en el botón  →  →  → **OK**.



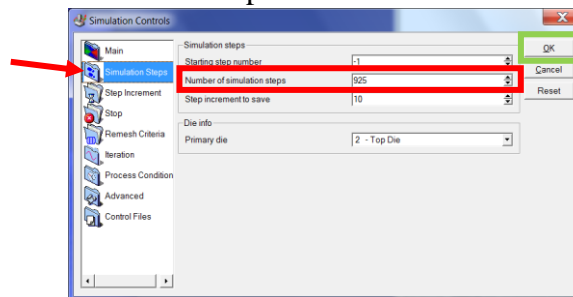
- ✓ En el boton de  **Simulation Control** en la pestaña **Stop** donde se asigna el **Primary die displacement** (recorrido total del punzón) en el eje **Z**, en este caso el valor es de 37mm.




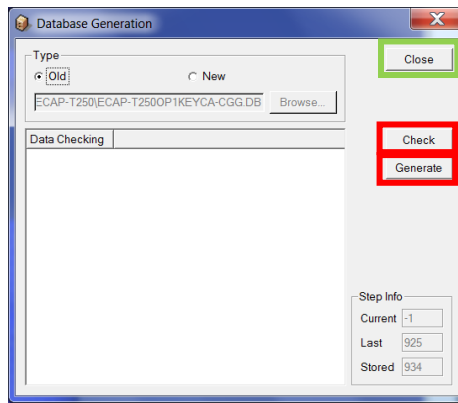
En la pestaña **Step Increment** donde se asigna el desplazamiento del punzón por paso de simulación, para asignar el tamaño de *step increment* es necesario medir el tamaño mínimo de elemento, siendo la decima parte de este valor el designado en esta pestaña. Para este caso el tamaño mínimo del elemento es de 0.43, así pues el valor del step es de 0.04. A su vez en el apartado **Solution step definition** es necesario activar la casilla Die displacement.



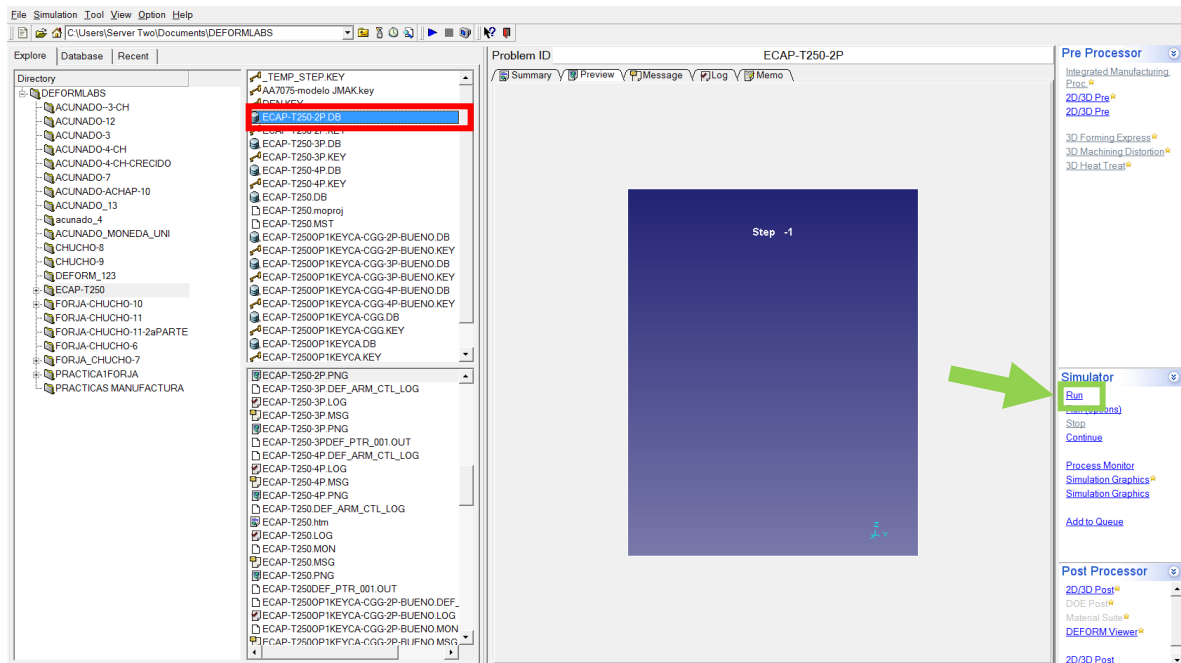
- ✓ En la pestaña **Simulation steps** se calcula el número total de pasos de la simulación, el cual se estima de la relación entre el *Primary die displacement* y *el step increment*. En este caso $37/0.04=925$. Clic en **OK** para finalizar.



- ✓ En el botón  **Database generation** del menú pretools, se confirma la generación de la base de datos de la simulación dando clic en el botón , y si el software lo permite dicha base es generada haciendo clic en → **OK** para finalizar.

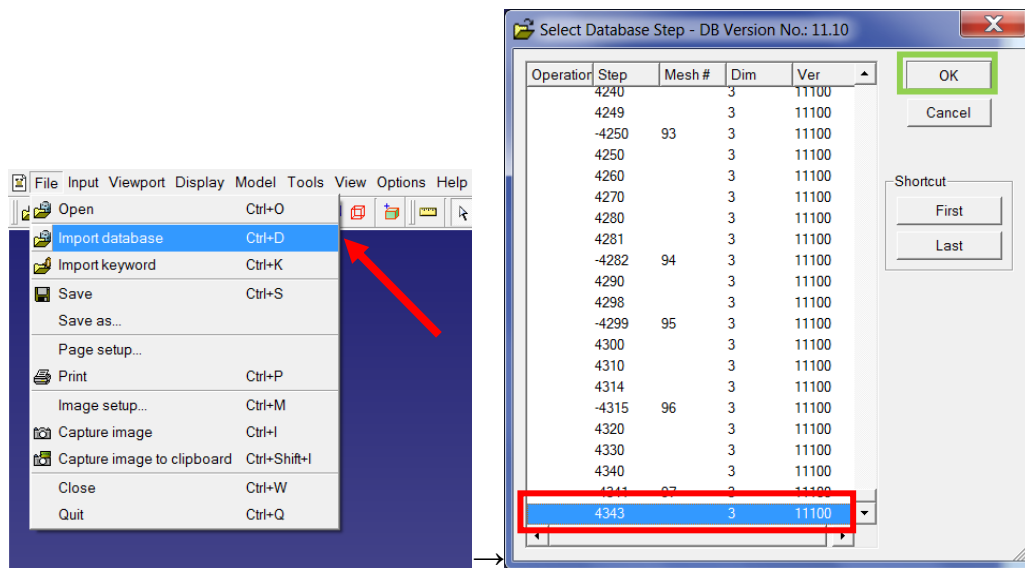


- ✓ Para finalizar se guarda el archivo .KEY, desde el menú *File*→ *Save As.* y se cierra el preprocesamiento.
- ✓ Para iniciar la simulación desde de la ventana principal se selecciona la base de datos y se da clic en *Run.*

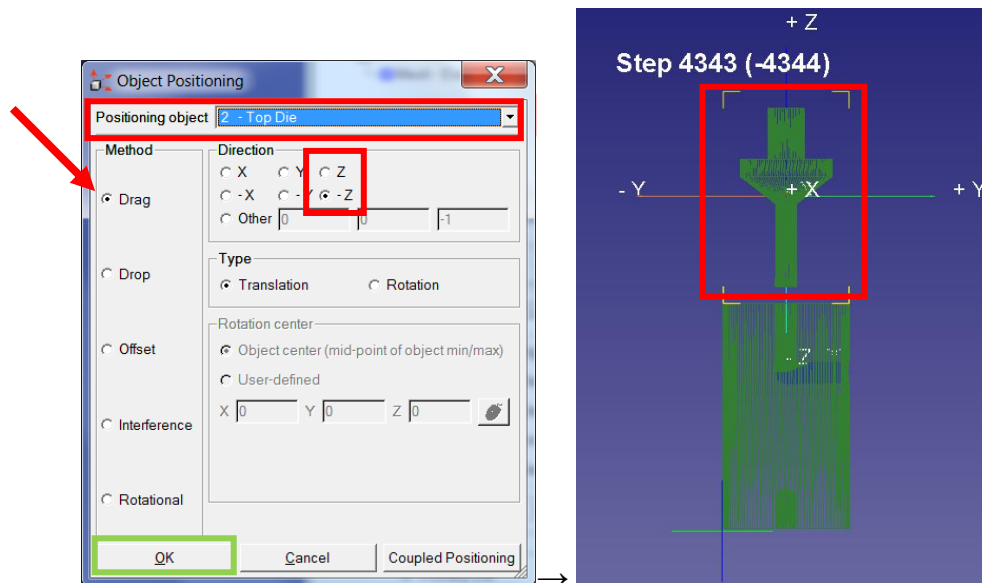



SIMULACIÓN DE PASOS SUBSECUENTES

- ✓ Es necesario abrir la ventana principal del *DEFORM Integrated 2D/3D* y crear un nuevo problema, como el principio de la simulación, los pasos para su creación los mismos.
Al abrir la ventana del nuevo problema en el menú *file*→*Import database* se selecciona el archivo con extensión .DB que se encuentra en la ruta asignada para la base de datos generada anteriormente.
Después de seleccionar el archivo .DB, una ventana emergente aparece en la cual debes seleccionar el último paso y dar clic en *OK.*

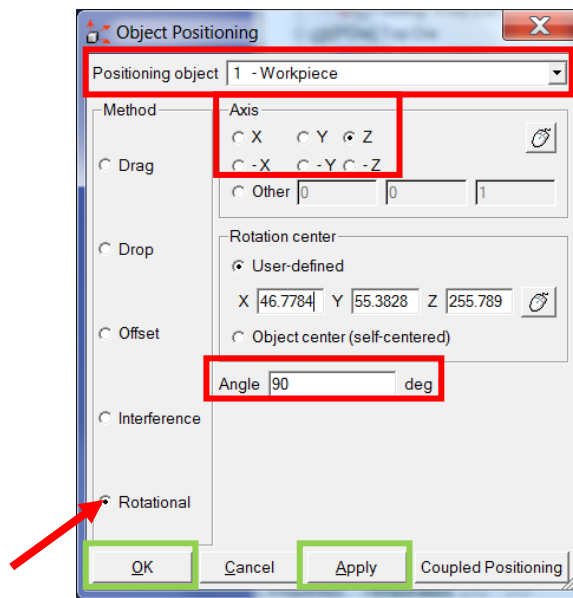


Del menú **PRETOOLS**→ **Object positioning** primeramente es necesario mover el punzón hacia arriba para mejorar la manipulación de la workpiece. Esto se logra activando el método **Drag**, el tipo **Translation** y en el eje **Z**, y moverlo manualmente hasta obtener una clara visión de las tres piezas de trabajo. Clic en **OK**.

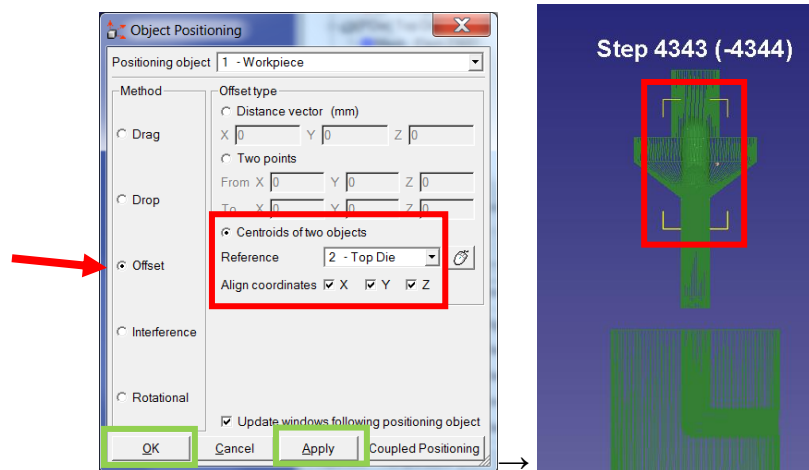


- ✓ Nuevamente en el menú **PRETOOLS**→ **Object Positioning**  en la ventana de **Object Positioning**, la casilla **Rotational** debe ser activada, es necesario seleccionar la **workpiece** como objeto a mover en el recuadro que lo indica.

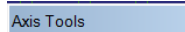
Como primera rotación se activa el eje **X**, en un ángulo de **90°**. Clic en **Apply**. En seguida es necesario hacer otra rotación para seguir la ruta de ECAP seleccionada para este trabajo, que es la ruta B_c. Se activa la casilla del eje **Z**, con un ángulo de **90°**, **Apply**→**OK**.



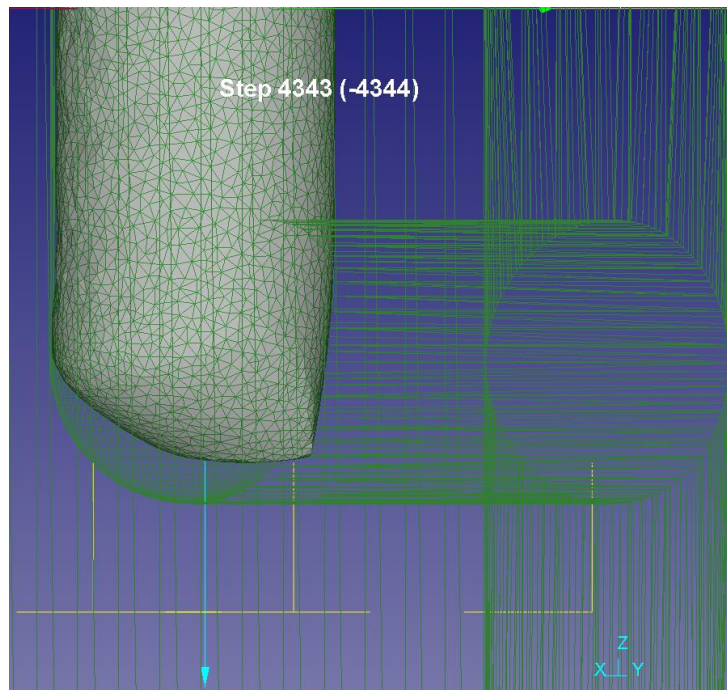
Es necesario centrar la pieza de trabajo o *workpiece*, este proceso se lleva a cabo en la ventana de **Object Positioning**, pero utilizando como método **Offset**, activar **Centroids of two objects**, y la alineación en los tres ejes y como pieza de referencia **Top Die**. Clic en **Apply**→**OK**





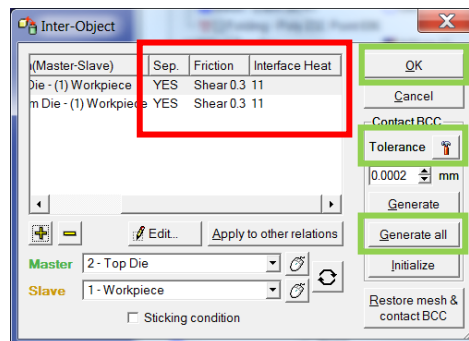
- ✓ A continuación, en la misma ventana de **Object Positioning** utilizando el método **Drag** de **Translation** en el eje **Z** manualmente es necesario mover, con la mayor precisión posible, la *workpiece* hasta llegar a donde comienza la curvatura del canal. Utilizando este mismo método en todas las direcciones y las herramientas del menú **Axial Tools**




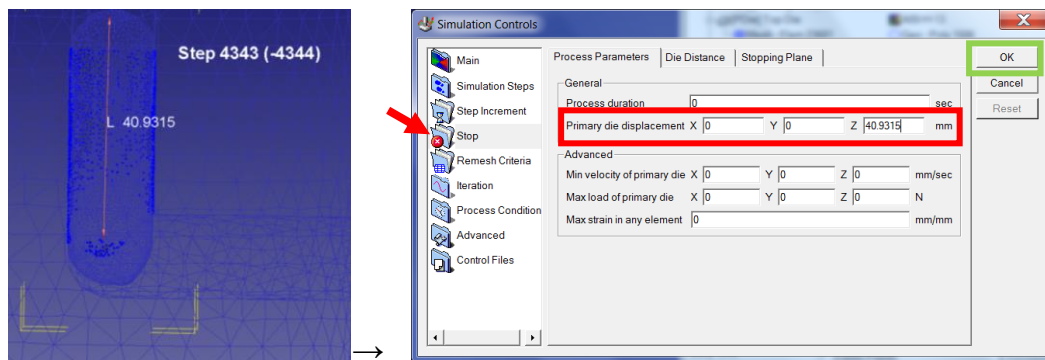
cerciorarse que la *workpiece* se encuentre dentro del canal, y genere los contactos pertinentes.



- ✓ Como siguiente paso se generan todos los contactos necesarios en el menú **PRETOOLS** → **Inter-object** , en la ventana emergente se confirma que las constantes térmicas y de fricción estén asignadas correctamente, de ser así se generan todos los contactos haciendo clic en **Tolerance**  → **Generate all** → **OK**.



- ✓ Como ultima indicación es necesario conocer la distancia entre la cola de la pieza de trabajo y donde comienza la curvatura del canal, para indicar el recorrido total del punzón para el siguiente paso a simular, como mencionamos anteriormente este parámetro determina el número de pasos a simular. El valor obtenido es registrado en **PRETOOLS** →  **Simulation Control** → **Stop** → **Primary die displacement**.



- ✓ Con este valor, se recalculan el número de pasos para simulación y se repite el procedimiento.

REFERENCIAS

- [1] L. S. Toth and C. Gu, "Ultrafine-grain metals by severe plastic deformation," *Materials Characterization*, vol. 92, pp. 1-14, 2014.
- [2] C. Wang, F. Li, B. Chen, Z. Yuan, and H. Lu, "Severe Plastic Deformation Techniques for Bulk Ultrafine-grained Materials," *Rare Metal Materials and Engineering*, vol. 41, no. 6, pp. 941-946, 2012.
- [3] A. Azushima *et al.*, "Severe plastic deformation (SPD) processes for metals," *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, vol. 57, no. 2, pp. 716-735, 2008.
- [4] T. Sakai, A. Belyakov, R. Kaibyshev, H. Miura, and J. J. Jonas, "Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions," *Progress in Materials Science*, vol. 60, pp. 130-207, 2014.
- [5] E. J. Mittemeijer, "Recovery, Recrystallization and Grain Growth," in *Fundamentals of Materials Science: The Microstructure–Property Relationship Using Metals as Model Systems*, E. J. Mittemeijer, Ed.: Springer Berlin Heidelberg, 2011, pp. 463-496.
- [6] T. G. Langdon, "Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement," *Acta Materialia*, vol. 61, no. 19, pp. 7035-7059, 2013.
- [7] R. Z. Valiev and T. G. Langdon, "Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement," *Progress in Materials Science*, vol. 51, no. 7, pp. 881-981, 2006.
- [8] Y. T. Zhu, T. C. Lowe, and T. G. Langdon, "Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation," *Scripta Materialia*, vol. 51, no. 8, pp. 825-830, 2004.
- [9] P. A. González, C. Luis Pérez, Y. Garcés, and J. Gil Sevillano, "ECAE, una tecnología de procesado emergente para producir propiedades relevantes en materiales metálicos " *Revista de Metalurgia*, vol. 37, no. 6, pp. 673-692, 2001.
- [10] R. Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T. G. Langdon, M. J. Zechetbauer, and Y. T. Zhu, "Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation," *JOM*, vol. 58, no. 4, pp. 33-39, 2006.
- [11] T. G. Langdon, "The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 462, no. 1–2, pp. 3-11, 2007.
- [12] F. J. Humphreys and M. Hatherly, "Chapter 2 - The Deformed State," in *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition)*: Elsevier, 2004, pp. 11-65.
- [13] F. J. Humphreys and M. Hatherly, "Chapter 6 - Recovery After Deformation," in *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition)*: Elsevier, 2004, pp. 169-213.
- [14] F. J. Humphreys and M. Hatherly, "Chapter 13 - Hot Deformation and Dynamic Restoration," in *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition)*: Elsevier, 2004, pp. 415-450.
- [15] D. Shan and L. Zhen, "Aging behavior and microstructure evolution in the processing of aluminum alloys," in *Microstructure Evolution in Metal Forming Processes*, J. Lin, D. Balint, and M. Pietrzyk, Eds.: Woodhead Publishing, 2012, pp. 267-297.
- [16] V. B. Ginzburg and R. Ballas, "Structural Changes in Steel During Hot Rolling," in *Flat Rolling Fundamentals*: CRC Press, 2000, p. 313.
- [17] M. Pietrzyk, L. Cser, and J. G. Lenard, "Microstructure Evolution and Mechanical Properties of The Final Product," in *Mathematical and Physical Simulation of the Properties of Hot Rolled Products*: Elsevier, 1999, pp. 151-236.
- [18] K. Huang and R. E. Logé, "A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials," *Materials and Design*, vol. 111, pp. 548-574, 2016.
- [19] F. J. Humphreys and M. Hatherly, "Chapter 9 - Recrystallization of Two-Phase Alloys," in *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition)*: Elsevier, 2004, pp. 285-319.
- [20] "Manual de formación de SolidWorks Simulations," ed, 2009.

- [21] D. V. Hutton, *Fundamentals of Finite Element Analysis*. McGraw-Hill, 2003.
- [22] D. o. I. f. t. p. o. M. Science. *Finite Element Method: Introduction* [online]. Available: <https://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/fem/intro.php>
- [23] S. S. Rao, "Discretization of the Domain," in *The Finite Element Method in Engineering (Fourth Edition)*: Butterworth-Heinemann, 2005, pp. 53-79.
- [24] H. Holm. *The Finite Element Method-Theory* [online]. Available: <http://illustrations.marin.ntnu.no/structures/analysis/FEM/theory/index.html>
- [25] S. S. Rao, "Interpolation Models," in *The Finite Element Method in Engineering (Fourth Edition)*: Butterworth-Heinemann, 2005, pp. 80-112.
- [26] D. o. I. f. t. p. o. M. Science. *Finite Element Method: Interpolation* [online]. Available: <https://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/fem/interpolation.php>
- [27] F. J. Colorado Alonso, "Análisis del Proceso de Embutido de Piezas Rectangulares Utilizando el Concepto de Diámetro Equivalente (Análisis Teórico y MEF)," Maestría en Ingeniería Mecánica, Facultad de Ingeniería-Centro de Investigación y Estudios de Posgrado, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, San Luis Potosí, S.L.P., 2011.
- [28] A. N. Kolmogorov, *Bull Acad. Sci.*, no. 3, p. 355, 1937.
- [29] M. Avrami, "Kinetics of Phase Change. I General Theory," *Journal of chemical physics*, vol. 7, pp. 1103-1112, 1939.
- [30] M. Avrami, "Kinetics of Phase Change. II Transformation-Time Relations for Random Distribution of Nuclei," *Journal of chemical physics*, vol. 8, pp. 212-224, 1940.
- [31] G. Shen, S. L. Semiatin, and R. Shivpuri, "Modeling microstructural development during the forging of Waspaloy," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 26, no. 7, pp. 1795-1803, 1995.
- [32] G. Quan, G. Luo, J. Liang, D. Wu, A. Mao, and Q. Liu, "Modelling for the dynamic recrystallization evolution of Ti-6Al-4V alloy in two-phase temperature range and a wide strain rate range," *Computational Materials Science*, vol. 97, pp. 136-147, 2015.
- [33] G. Rotella, O. W. Dillon Jr, D. Umbrello, L. Settineri, and I. S. Jawahir, "Finite element modeling of microstructural changes in turning of AA7075-T651 Alloy," *Journal of Manufacturing Processes*, vol. 15, no. 1, pp. 87-95, 2013.
- [34] G. Buffa, L. Fratini, and R. Shivpuri, "CDRX modelling in friction stir welding of AA7075-T6 aluminum alloy: Analytical approaches," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 191, no. 1-3, pp. 356-359, 2007.
- [35] F. Chen, Z. Cui, and J. Chen, "Prediction of microstructural evolution during hot forging," *Manufacturing Review*, vol. 1, no. 6, pp. 1-21, 2014.
- [36] A. L. I. Moraes and O. Balancin, "Numerical Simulation of Hot Closed Die Forging of a Low Carbon Steel Coupled with Microstructure Evolution," *Materials Research*, vol. 18, pp. 92-97, 2015.
- [37] A. Khalkhali and M. J. Saranjam, "Finite element simulation of microstructure evolution during friction stir welding of automotive aluminum parts," *International Journal of Automotive Engineering*, Research vol. 5, no. 1, pp. 932-938, 2015.
- [38] Y. You-ping, F. Xin, C. Jin-dong, and C. Hua, "Prediction of grain size for large-sized aluminium alloy 7050 forging during hot forming," *Journal of Central South University of Technology*, journal article vol. 15, no. 1, pp. 1-5, 2008.
- [39] L. MatWeb. *Material Property Data* [online]. Available: <http://www.matweb.com/index.aspx>
- [40] R. Howard, N. Bogh, and D. S. MacKenzie, "Heat treating processes and equipment," in *Handbook of Aluminum*, vol. 1, G. E. Totten and D. S. MacKenzie, Eds.: CRC Press, 2003, pp. 888-895.
- [41] R. B. Figueiredo, M. T. P. Aguilár, and P. R. Cetlin, "Finite element modelling of plastic instability during ECAP processing of flow-softening materials," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 430, no. 1-2, pp. 179-184, 2006.
- [42] M. Baig, E. El-Danaf, and J. A. Mohammad, "Thermo-mechanical responses of an aluminum alloy processed by equal channel angular pressing," *Materials and Design*, vol. 57, pp. 510-519, 2014.
- [43] C. A. Nowill, "Investigation of the quench and heating rate sensitivities of selected 7000 series aluminum alloys," Master of Science In Materials Science and Engineering Materials Science and Engineering, Worcester Polytechnic Institute, Worcester, MA, 2007.
- [44] C. Fransson, "Accelerated aging of aluminum alloys," Faculty of Technology and Science, Materials Engineering, Karlstads Universitet, Karlstad, Suecia, 2009.

- [45] ASTM E112-13, *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*, 2013.
- [46] ASTM E384-16, *Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials*, 2016.
- [47] W. Erke, N. Thomas, and R. Rainer, "Back to Elements - Tetrahedra vs. Hexahedra," 2004.
- [48] G. Hai-long, S. Zhi-chao, and Y. He, "Empirical recrystallization model and its application of as-extruded aluminum alloy 7075," *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, vol. 23, no. 6, pp. 1507-1515, June 2013.
- [49] H. S. Kim, "Finite element analysis of equal channel angular pressing using a round corner die," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 315, no. 1–2, pp. 122-128, 2001.
- [50] K. Oh-Ishi, Z. Horita, M. Nemoto, M. Furukawa, and T. G. Langdon, "Optimizing the rotation conditions for grain refinement in equal-channel angular pressing," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 29, no. 7, pp. 2011-2013, 1998.
- [51] P. S. Roodposhti, N. Farahbakhsh, A. Sarkar, and K. L. Murty, "Microstructural approach to equal channel angular processing of commercially pure titanium—A review," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 25, no. 5, pp. 1353-1366, 2015.
- [52] F. Djavanroodi and M. Ebrahimi, "Effect of die channel angle, friction and back pressure in the equal channel angular pressing using 3D finite element simulation," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, no. 4, pp. 1230-1235, 2010.
- [53] F. Djavanroodi and M. Ebrahimi, "Effect of die parameters and material properties in ECAP with parallel channels," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, no. 29, pp. 7593-7599, 2010.
- [54] V. Patil Basavaraj, U. Chakkingal, and T. S. Prasanna Kumar, "Study of channel angle influence on material flow and strain inhomogeneity in equal channel angular pressing using 3D finite element simulation," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 209, no. 1, pp. 89-95, 2009.
- [55] S. Surendarnath, R. Subbiah, K. Sankaranarayanan, and B. Ravisankar, "Finite Element Simulation of Pure Aluminum Processed by ECAP Using New Die Design," *Materials Today: Proceedings*, vol. 4, no. 2, Part A, pp. 2544-2553, 2017.
- [56] Y. Nishida, T. Ando, M. Nagase, S. Lim, I. Shigematsu, and A. Watazu, "Billet temperature rise during equal-channel angular pressing," *Scripta Materialia*, vol. 46, no. 3, pp. 211-216, 2002.
- [57] D. G. Morris, I. Gutierrez-Urrutia, and M. A. Muñoz-Morris, "Analysis of strengthening mechanisms in a severely-plastically-deformed Al–Mg–Si alloy with submicron grain size," *Journal of Materials Science*, vol. 42, no. 5, pp. 1439-1443, 2007.
- [58] M. Cabibbo, "Microstructure strengthening mechanisms in different equal channel angular pressed aluminum alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 560, pp. 413-432, 2013.
- [59] X. Dong *et al.*, "Microstructure and microhardness of hot extruded 7075 aluminum alloy micro-gear," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 219, pp. 199-208, 5// 2015.
- [60] J. H. Mulherin and H. Rosenthal, "Influence of nonequilibrium second-phase particles formed during solidification upon the mechanical behavior of an aluminum alloy," *Metallurgical Transactions*, vol. 2, no. 2, pp. 427-432, 1971.
- [61] F. Musin, A. Belyakov, R. Kaibyshev, Y. Motohashi, G. Itoh, and K. Tsuzaki, "Microstructure evolution in a cast 1421Al alloy during hot equal-channel angular extrusion," *Review on Advanced Materials Science* vol. 25, pp. 107-112, 2010.
- [62] D. Ohadi, M. Parsa, and H. Mirzadeh, "Development of dynamic recrystallization maps based on the initial grain size," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 565, pp. 90-95, 2013.
- [63] J. M. Boileau and J. E. Allison, "The effect of solidification time and heat treatment on the fatigue properties of a cast 319 aluminum alloy," *Metallurgical and Materials Transactions A*, journal article vol. 34, no. 9, pp. 1807-1820, 2003.
- [64] R. Verma, A. K. Ghosh, S. Kim, and C. Kim, "Grain refinement and superplasticity in 5083 Al," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 191, no. 1, pp. 143-150, 1995.
- [65] S. R. Kumar, K. Gudimetla, P. Venkatachalam, B. Ravisankar, and K. Jayasankar, "Microstructural and mechanical properties of Al 7075 alloy processed by Equal Channel Angular Pressing," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 533, pp. 50-54, 2012.
- [66] T. Kvačák, J. Bidulská, R. Kočíško, and R. Bidulský, "Effect of Severe Plastic Deformation on the Properties and Structural Developments of High Purity Al and Al-Cu-Mg-Zr Aluminium Alloy," in *Aluminium Alloys, Theory and Applications*, T. Kvačák, Ed.: InTech, 2011, pp. 3-26.
- [67] S. Giribaskar, Gouthama, R. Prasad, and J. Ramkumar, "TEM studies on recovery and recrystallisation in Equal Channel Angular Extrusion processed Al-3%Mg alloy," *Transactions of the Indian Institute of Metals*, journal article vol. 61, no. 2, pp. 173-176, April 01 2008.

- [68] F. J. Humphreys and M. Hatherly, "Chapter 4 - The Structure and Energy of Grain Boundaries," in *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition)*: Elsevier, 2004, pp. 91-119.
- [69] M. H. Shaeri, M. Shaeri, M. Ebrahimi, M. T. Salehi, and S. H. Seyyedain, "Effect of ECAP temperature on microstructure and mechanical properties of Al–Zn–Mg–Cu alloy," *Progress in Natural Science: Materials International*, vol. 26, no. 2, pp. 182-191, 2016.
- [70] M. Gazizov, S. Malopheyev, and R. Kaibyshev, "The effect of second-phase particles on grain refinement during equal-channel angular pressing in an Al–Cu–Mg–Ag alloy," *Journal of Materials Science*, journal article vol. 50, no. 2, pp. 990-1005, 2015.
- [71] A. Goloborodko, O. Sitdikov, R. Kaibyshev, H. Miura, and T. Sakai, "Effect of pressing temperature on fine-grained structure formation in 7475 aluminum alloy during ECAP," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 381, no. 1, pp. 121-128, 2004.