

## Obtención de microestructuras de grano ultrafino en aleaciones de aluminio mediante extrusión en canal angular (ECAE)

J. ALKORTA, C. GARCÍA-ROSALES, J. GIL

Departamento de Materiales, Centro de Estudios e Investigaciones Técnicas (CEIT) y TECNUN  
(Campus Tecnológico, Universidad de Navarra, 20009 San Sebastián, Spain)

Varias muestras de aluminio 5083 se han sometido a extrusiones en canal angular de 90° a 270°C. A continuación se midieron las durezas de las muestras obtenidas y se caracterizó la textura en el plano perpendicular a la dirección de extrusión mediante Rayos-X y difracción de electrones retrodispersados (EBSD). La caracterización microestructural se hizo mediante microscopio óptico y EBSD. Se ha observado que la dureza aumenta sensiblemente con el grado de deformación y que alcanza un nivel máximo de saturación a partir de  $\epsilon \sim 4$ . En cuanto a la textura, se observa que los planos {111} tienden a orientarse paralelos al plano de la última cortadura.

*Palabras clave:* Extrusión en canal angular (ECAE); Microdureza; Textura; EBSD; Estructuras de grano ultrafino.

### Obtaining ultra-fine grained (UFG) structures in an aluminium alloy by equal-channel angular extrusion (ECAE)

Al 5083 samples have been subjected to 90° equal-channel angular extrusion (ECAE) at 270°C. After ECAE, the microhardness was measured and the texture for the plane perpendicular to the extrusion direction was analysed by X-Rays and EBSD. The microstructure was characterized by optical microscopy and EBSD. As deformation accumulates the hardness increases until it reaches saturation at an effective strain of about  $\epsilon \sim 4$ . With regard to the texture, it has been shown that a high density of {111} planes are oriented parallel to the shear plane of the last pass.

*Keywords:* Equal-channel angular extrusion (ECAE); Microhardness; Texture; EBSD; Ultrafine grained (UFG) structures.

### 1. INTRODUCCIÓN

En los últimos años ha surgido un interés creciente por materiales masivos ("bulk") de grano ultrafino debido a sus buenas propiedades mecánicas unidas a la posibilidad de comportarse superplásticamente a altas temperaturas (1). Mediante repetición de extrusión en canal angular, ECAE (Figura 1), que imparte en cada pasada una deformación homogénea a cortadura importante y muy localizada, pueden llegar a obtenerse fácilmente estructuras de grano de tamaño submicrométrico. La extrusión en canal angular consiste en presionar una muestra a través de una matriz que contiene dos canales de sección idéntica que intersecan en ángulo (en el presente trabajo, 90°). De esta manera, la muestra se deforma idealmente por cortadura simple (2). Debido a la geometría de la matriz, la muestra procesada puede ser reintroducida nuevamente por lo que la deformación acumulada puede ser, a priori, tan alta como la ductilidad del material lo permita. Por otro lado, existe la opción de diseñar distintas rutas de deformación aplicando giros alrededor del eje de extrusión entre sucesivas pasadas (2, 3, 4); en el presente trabajo se ha seguido la ruta denominada  $B_c$  (4) (con giros de 90°) que ha demostrado ser la ruta más eficaz en el afino de grano (3, 5, 6). Por otra parte, la selección de una ruta determinada puede ser clave a la hora de controlar la textura obtenida. En este trabajo se analizan las microestructuras, texturas y durezas obtenidas por ECAE en una aleación de aluminio-magnesio (Al 5083) para un ángulo entre canales de 90° (deformación equivalente por pasada en torno a 1,15) y diferente número de extrusiones. Están en curso la caracterización estructural mediante microscopía electrónica de transmisión, TEM, y el estudio de la deformabilidad de las muestras de la aleación 5083 más fuertemente deformadas ( $\gamma=16$ ,  $\epsilon \sim 9,24$ ).

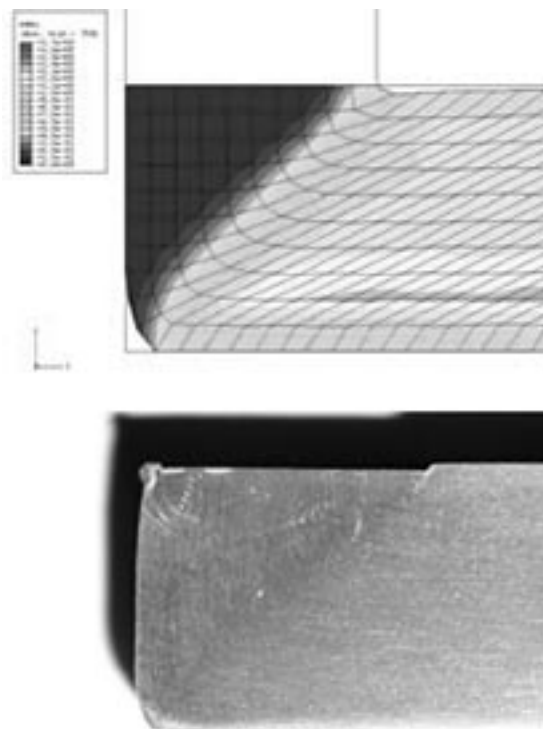


Figura 1: a) Simulación por elementos finitos de ECAE. b) Fotografía de una muestra procesada por ECAE.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Se mecanizaron varias muestras de aluminio 5083 con las dimensiones del canal de la matriz de ECAE: 5x5x25 mm<sup>3</sup>. La matriz ECAE consiste en dos canales que intersecan en un ángulo de 90°, lo que supone una deformación equivalente nominal de valor 1,15. Dichas muestras fueron sujetas a extrusión en canal angular a 270°C a una velocidad de cruceta de 1 mm/min. Se analizaron las muestras previas a ECAE así como muestras procesadas mediante ECAE 1, 2, 4 y 8 veces (Ruta B<sub>c</sub>). De cada muestra procesada se cortaron cuatro láminas paralelas perpendiculares a la dirección de extrusión y se montaron juntas con el fin de disponer de un área de 10 x 10 mm<sup>2</sup> con el fin de analizar la textura mediante un difractómetro de rayos-X Philips X-Pert-MRD. Las muestras fueron progresivamente lijadas hasta el papel de grado 1200 y posteriormente pulidas sucesivamente con diamante de 6 y 1 μm y, finalmente con sílice coloidal. Las medidas de microdureza Vickers (Hv) se realizaron sobre probetas cortadas perpendicularmente a la dirección de extrusión, con 200g durante 15 segundos mediante un microdureómetro LECO M 400. Se midió la microdureza Vickers de las muestras sin deformar y de las muestras sujetas a 1, 2, 4 y 8 extrusiones.

Por otra parte, se realizó una caracterización microestructural mediante microscopio óptico y microscopio electrónico de barrido (MEB) mediante la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD), de las muestras electropulidas mediante una solución al 20 % de H<sub>3</sub>ClO<sub>4</sub> en etanol. La técnica de EBSD se utilizó, además, para completar el trabajo de análisis cristalográfico realizado por Rayos-X. El análisis se hizo mediante el software OIM Analysis 3.03 de TexSEM Laboratories©.

## 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN

En este apartado se recogen los resultados obtenidos por las distintas técnicas descritas en el anterior apartado de las muestras previas a ECAE así como de las muestras sujetas a 1, 2, 4 y 8 extrusiones.

### 3.1. Análisis de la textura.

Las figuras 2 (a, c y d) muestran las figuras de polos obtenidas para las muestras extruídas 1, 4 y 8 veces en el plano perpendicular a la dirección de extrusión. La textura observada tras una extrusión ECAE es la típica observada para una deformación de cortadura con el correspondiente giro. Como se puede ver en la figura 2(b), los planos {111} se sitúan paralelos al plano de cortadura. La textura de ECAE girada 45° es casi idéntica a las medidas o calculadas para probetas sujetas a ensayos de torsión (7). Esta componente de la textura predomina también tras sucesivas extrusiones, en las que el material tiende a adquirir la textura correspondiente a la última cortadura, aunque también retiene componentes de anteriores extrusiones. Tras cuatro extrusiones (que completan una revolución completa alrededor del eje de extrusión) se consigue una textura característica que se remarca tras las cuatro extrusiones posteriores. La microtextura analizada por EBSD (Figura 3) verifica la textura obtenida por Rayos-X a mayor escala.

### 3.2. Análisis microestructural.

La figura 4 muestra una micrografía óptica del plano longitudinal de una muestra tras la primera pasada ECAE. En ella, se revela una microestructura deformada y orientada aproximadamente a 45°, debi-

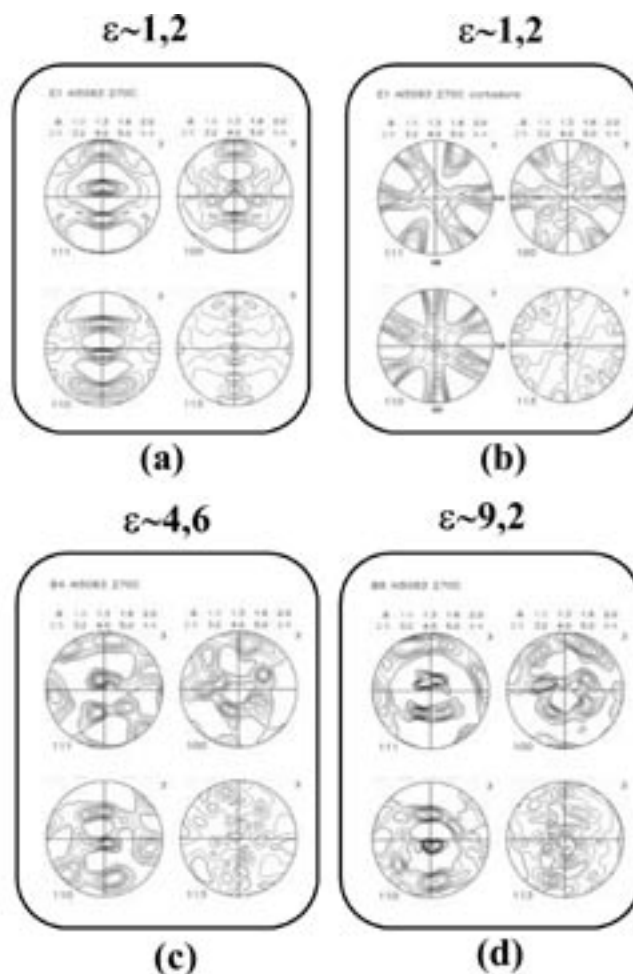


Figura 2: Figuras de polos para las muestras procesadas mediante la Ruta B<sub>c</sub> para ECAE tras 1 extrusión (a), 4 extrusiones (c) y 8 extrusiones (d) en el plano perpendicular a la última extrusión. La figura; (b) corresponde a la textura de una muestra extruída 1 vez en el plano que contiene la dirección de cortadura (SD) y la dirección perpendicular a la cortadura (ND).

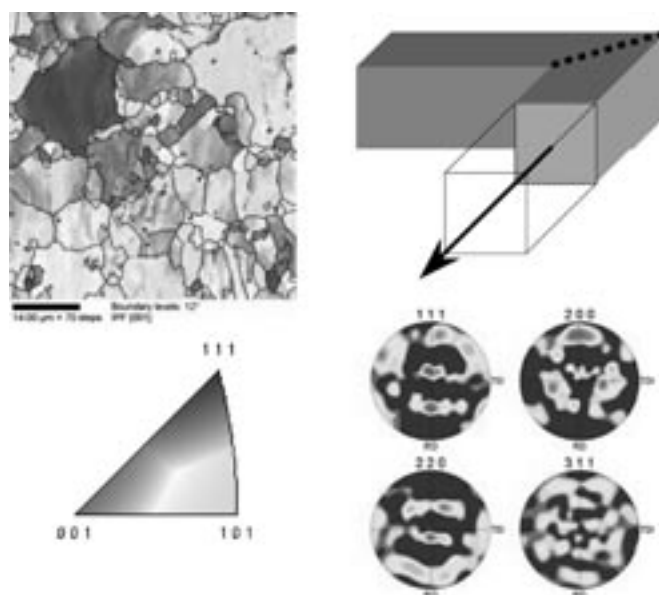


Figura 3: Micrografía obtenida mediante EBSD de la microestructura tras una extrusión (ε~1,2) en la sección trasversal a la extrusión como se muestra esquemáticamente. La figura de polos corresponde a la muestra tal y como se orientó en las medidas de R-X.

do a la cortadura localizada.

### 3.3. EBSD

La difracción de electrones retrodispersados o EBSD nos permite analizar más exhaustivamente la microestructura resultante de ECAE así como dotarnos de información cristalográfica detallada a nivel micrométrico. En la Figura 3 se puede ver la imagen obtenida por EBSD de una zona de  $60 \times 60 \mu\text{m}^2$  de la probeta deformada una pasada mediante ECAE ( $\gamma=2$ ,  $\epsilon \sim 1,15$ ) en el plano perpendicular a la última extrusión. Las líneas negras corresponden a juntas de grano de alto ángulo ( $>12^\circ$  de desorientación). Para más altas deformaciones se observa que la calidad de las imágenes se reduce notablemente debido a la acumulación de la deformación y del afino de grano. En lo que respecta a la primera extrusión ( $\epsilon \sim 1$ ), se observa que empiezan a desarrollarse dentro de los granos originales unas bandas (subgranos) paralelas a la traza del plano de cortadura. Por otra parte, y en lo que a la información cristalográfica se refiere, se observa una buena coincidencia con los datos obtenidos mediante R-X, en los cuales se observa que los planos  $\{111\}$  de la mayor parte de los granos son paralelos al plano de cortadura.

### 3.4. Microdureza.

Todas las muestras fueron sujetas a microindentaciones Vickers de 200g durante 15 segundos. La figura 5 muestra la evolución de la microdureza de la zona central de la sección transversal con el número de extrusiones a las que ha sido sujeta la muestra. Como se puede comprobar, y en consonancia con lo descrito por otros autores (8, 9) para aluminio puro a temperatura ambiente, la extrusión en canal angular aumenta notablemente la dureza del material ya en la primera pasada. Por otra parte, el aumento de la dureza se hace menos relevante en sucesivas extrusiones ECAE mediante la ruta B<sub>c</sub> y alcanza la saturación hacia la cuarta extrusión ( $\epsilon \sim 4,6$ ). Esta deformación de saturación, sin embargo, en comparación con la descrita por esos mismos autores, es mayor debido probablemente a la mayor restauración dinámica que tiene lugar en el aluminio puro en comparación con el Al5083.

## 4. CONCLUSIONES

- En el presente trabajo se ha realizado un estudio microestructural del comportamiento de la aleación de Al-Mg 5083 procesado a  $270^\circ\text{C}$  mediante ECAE a  $90^\circ$ . Asimismo, se ha analizado su textura a escala tanto macroscópica como microscópica mediante Rayos-X y EBSD respectivamente.

- Tras la primera extrusión, la micrografía EBSD revela que los granos primitivos se han orientado de tal manera que una gran proporción de planos  $\{111\}$  se sitúan paralelos al plano macroscópico de cortadura; por otra parte, los granos están sensiblemente deformados y contienen ligeras desorientaciones en el interior formando bandas en la dirección contenida por el plano de cortadura.

- Las texturas obtenidas mediante difracción de Rayos-X muestran que los granos tienden a reflejar, fundamentalmente, la última extrusión ejercida sobre el material. Así, y a pesar de que se mantienen restos de las componentes de textura inducidas por anteriores extrusiones, los planos  $\{111\}$  tienden a orientarse paralelos al plano de la última cortadura. Los resultados obtenidos por Rayos-X se han verificado mediante la técnica EBSD a menor escala.

- Las muestras de Al5083, procesadas mediante ECAE, adquieren un aumento de dureza notable desde la primera extrusión. La dureza

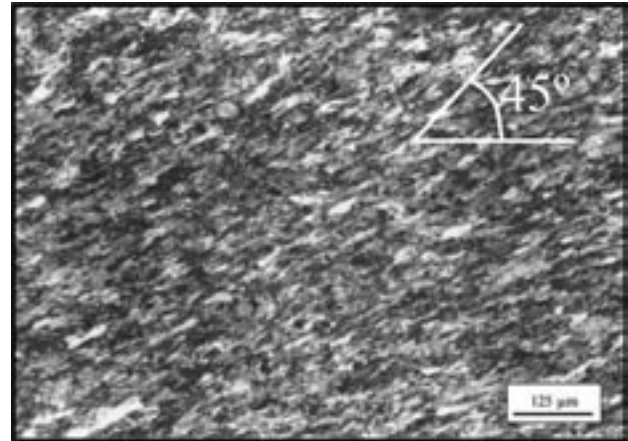


Figura 4: Micrografía de la microestructura obtenida tras una extrusión ( $\gamma=2$ ,  $\epsilon \sim 1,2$ ) en la sección longitudinal.

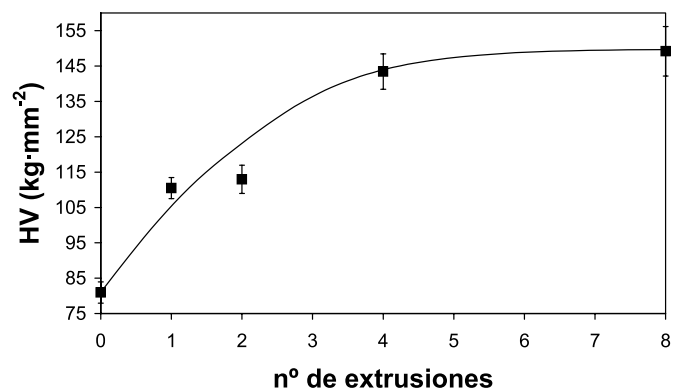


Figura 5: Dependencia de la dureza con el número de extrusiones ECAE

sigue aumentando hasta una deformación efectiva en torno a  $\epsilon \sim 4,6$ .

## 5. AGRADECIMIENTO

Esta investigación corresponde a resultados obtenidos en el proyecto 2FD1997-1798-C02-02 (MAT), Dirección General de Investigación, Ministerio de Ciencia y Tecnología, en colaboración con el Departamento de Ingeniería Mecánica, Energética y de Materiales de la Universidad Pública de Navarra.

## BIBLIOGRAFÍA

- R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov. "Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation". *Prog. Mat. Sci.* **45** 103-189 (2000)
- V.M. Segal. "Materials processing by simple shear". *Mater. Sci. Eng.* **A197** 157-164 (1995)
- Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon. "The process of grain refinement in equal-channel angular pressing". *Acta Mater.* **46** 3317-3331 (1998)
- K. Oh-Ishi, Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, T.G. Langdon. "Optimizing the rotation conditions for grain refinement in equal-channel angular pressing". *Metal. Mater. Trans.* **29A** 2011-2013 (1998)
- A. Gholinia, P.B. Prangnell, M.V. Markushev. "The effect of strain path on the development of deformation structures in severely deformed aluminium alloys processed by ECAE". *Acta Mater.* **48** 1115-1130 (2000)
- L. Dupuy. "Comportement mécanique d'un alliage d'aluminium hyper-déformé". Ph.D. Thesis. Institut National Polytechnique de Grenoble. (2000)
- J. Gil Sevillano, P. van Houtte, E. Aernoudt. "Large strain work hardening and textures". *Prog. Mater. Sci.* **25** 69-412 (1981)
- Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon. "An investigation of microstructural evolution during equal-channel angular pressing". *Acta Mater.* **45** 4733-4741. (1997)
- K. Nakashima, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon. "Development of a multi-pass facility for equal-channel angular pressing to high total strains". *Mater. Sci. Eng.* **A281** 82-87 (2000).

Recibido: 1.2.03

Aceptado: 30.11.03