

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



**CARACTERIZACIÓN DE UN ACERO 1045 PROCESADO POR
DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA**

Por:
ING. JUDITH FRESNEDA GARCÍA

**TESIS EN OPCIÓN AL GRADO DE
Maestría en Ciencias de la Ingeniería con Orientación en Materiales**

San Nicolás de los Garza, Nuevo León, México

JULIO 2020

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



**CARACTERIZACIÓN DE UN ACERO 1045 PROCESADO POR
DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA**

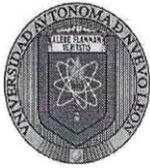
Por:

Ing. Judith Fresneda García

**TESIS EN OPCIÓN AL GRADO DE
Maestría en Ciencias de la Ingeniería con Orientación en Materiales**

San Nicolás de los Garza, Nuevo León, México

JULIO 2020



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
SUBDIRECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

Los miembros del Comité de Tesis recomendamos que la tesis titulada "CARACTERIZACIÓN DE UN ACERO 1045 PROCESADO POR DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA" realizada por la Ing. Judith Fresneda García con número de matrícula 1983173, sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería con Orientación en Materiales.

El Comité de Tesis

Dr. Edgar Omar García Sánchez
Director

Dra. Lizangela Guerra Fuentes
Co-directora

Dr. Rogelio Deaquino Lara
Revisor

Dr. Marco A. L. Hernández Rodríguez
Revisor

Vo. Bo.

Dr. Simón Martínez Martínez
Subdirector de Estudios de Posgrado



Agradecimientos

Mis estudios de superación profesional en la Maestría en Ciencias de la Ingeniería con Orientación de los Materiales nunca hubiesen sido posibles sin la oportunidad que me ha brindado la Universidad Autónoma de Nuevo León, por lo que le agradezco inmensamente a esta Institución y a todos los profesionales que trabajan en ella su apoyo y más específicamente a todos los doctores que intercambiaron conmigo de una manera u otra, sus conocimientos. Gracias a todos por su dedicación en estos dos años de estudio.

Quisiera agradecer de una manera particular al Dr. Edgar Omar García Sánchez, asesor de mi tesis, y a la Dra. Lizangela Guerra Fuentes, co-asesora, quienes siempre han estado disponibles para mí en todo momento, brindándome su apoyo incondicional sin escatimar su tiempo y ofreciéndome ambos, soluciones profesionales y de todo tipo, a mis interrogantes.

No pudiera dejar de agradecer a los estudiantes de otras nacionalidades, que han interactuado conmigo en esta institución, pues gracias a ellos he ganado también en conocimientos de idiomas, culturas y costumbres de sus diferentes países (incluyendo México, ya que también soy extranjera).

Agradecimiento especial a mi querida hermana, padres, familia en general que, aunque no han estado físicamente cerca, me han apoyado constantemente de forma emocional con su preocupación, consejos y sugerencias.

Por último agradecer a este hermoso país México, que me ha aceptado y brindado su hospitalidad y una oportunidad para crecer y superarme personal y profesionalmente.

Dedicatoria

Con esta tesis estoy cumpliendo uno de mis sueños, hacer esta maestría en la Universidad Autónoma de Nuevo León.

Este sueño nunca hubiese sido posible sin el apoyo incondicional de mi hermana y mis padres, quienes siempre me han inculcado hábitos de superación y me han apoyado en todo momento, sin anteponer sus necesidades.

A ellos, a mi querida hermana y a mis padres, dedico mi trabajo de tesis, por el apoyo que siempre me han dado, por hacerse presentes a pesar de la distancia en la que hemos estado y por siempre estimularme a cumplir mis sueños.

Contenido

Agradecimientos	4
Dedicatoria	5
Contenido	6
Índice de tablas.....	8
Índice de figuras	9
Resumen	11
Objetivo general.....	13
Objetivos específicos.....	13
Hipótesis	13
Capítulo I: Antecedentes.....	14
1.1 Aceros perlíticos.....	14
1.1.2 Acero 1045	15
1.2 Deformación Plástica Severa (SPD).....	16
1.2.1 Principios básicos de SPD	16
1.2.2 ECAP	17
1.2.3 ECAP por extrusión indirecta (IE-ECAP).....	21
1.3 Técnicas de caracterización	22
1.3.1 Microscopía Óptica	22
1.3.2 Microdureza Vickers:	22
1.3.3 DSC	23
1.3.4 XRD	24
Capítulo 2: Metodología experimental.....	26
2.1 Configuración y parámetros del proceso IE-ECAP	26
2.2 Preparación de muestras	28
2.3.1 Preparación metalográfica	29

2.3.2 Parámetros de caracterización.....	32
Capítulo 3: Resultados experimentales y su discusión.....	35
3.1 Caracterización microestructural	35
3.2 Microdureza Vickers	39
3.3 Estabilidad térmica	41
3.4 XRD	46
Conclusiones	51
Recomendaciones	52
Referencias bibliográficas	53

Índice de tablas

Tabla 1.1 Rangos angulares de deslizamiento para las rutas de procesamiento [22]	21
Tabla 2.1: Composición química de las barras de acero 1045 recibidas	28
Tabla 3.1 Valores de microdureza de las muestras deformadas por IE-ECAP	40
Tabla 3.2 Datos de DSC de las muestras procesadas por IE-ECAP	45

Índice de figuras

Figura 1.1 Microestructura típica de acero 1045. 500X [14].	15
Figura 1.2: Representación esquemática del proceso ECAP [5].	18
Figura 1.3: Esquema de las 4 rutas de procesamiento por ECAP [23].	20
Figura 1.4 (a) Esquema de DSC de flujo de calor, (b) Esquema de DSC de potencia compensada	24
Figura 1.5 Espectro de rayos X del cobre a) sin filtro b) con filtro de níquel	25
Figura 2.1: Representación esquemática del dado de IE-ECAP [27].	26
Figura 2.2: Ensamble de los elementos de la prensa de IE-ECAP	27
Figura 2.3: Ilustración de las dimensiones de las muestras a procesar.	28
Figura 2.4: Muestras después de 1, 4 y 5 pases de IE-ECAP	29
Figura 2.5: Muestra cortada para caracterización	30
Figura 2.6 Cortadora automática Struers Accutom 5 [33]	30
Figura 2.7 Pulidora Struers LaboPol-1 [33]	31
Figura 2.8 Microscopio invertido Unitron Mec 4 [34]	32
Figura 2.9 Microdurómetro Matsuzawa MMT-X7 [35]	33
Figura 2.10 Equipo de DSC NETZSCH 404F3 Pegasus [36].	33
<i>Figura 3.1: Micrografía del acero 1045 sin IE-ECAP a 50X</i>	36
Figura 3.2: Micrografía del acero 1045 con 1 pase de IE-ECAP a 50X.	36
Figura 3.3: Micrografía del acero 1045 con 4 pases de IE-ECAP a 50X.	37
Figura 3.4: Micrografía del acero 1045 con 5 pases de IE-ECAP a 50X.	37
Figura 3.5: Microdureza de las muestras procesadas por IE-ECAP	40
Figura 3.6: DSC de acero 1045 sin pases de IE-ECAP	42
Figura 3.7: DSC de acero 1045 con 1 pase de IE-ECAP	42
Figura 3.8: DSC de acero 1045 con 4 pases de IE-ECAP	43
Figura 3.9: DSC de acero 1045 con 5 pases de IE-ECAP	43
Figura 3.10: DSC de acero 1045 con 0, 1, 4 y 5 pases de IE-ECAP	44
Figura 3.11: DSC de acero 1045 con 0 y 5 pases de IE-ECAP.	44
Figura 3.12: XRD del material sin procesar por IE-ECAP	47
Figura 3.13: XRD del material con 1 pase de IE-ECAP	48
Figura 3.14: XRD del material con 4 pases de IE-ECAP	48

Figura 3.15: XRD del material con 5 pases de IE-ECAP	49
Figura 3.16: Evolución en XRD del material deformado con 0, 1, 4 y 5 pases de IE-ECAP	49

Resumen

En la presente investigación un acero AISI 1045 es sometido a Deformación Plástica Severa (SPD por sus siglas en inglés). Es un proceso de formación de materiales no tradicional o convencional, conocido por mejorar considerablemente las propiedades mecánicas de los materiales. Una de las técnicas de SPD es la Extrusión en Canal Angular (ECAP por sus siglas en inglés), en el cual, el material se somete a extrusión en un dado con ángulo interno, que, con esfuerzos cortantes, provoca la introducción de defectos cristalinos en la estructura, cambia la distribución de las fases presentes, aumenta considerablemente la microdureza (134HV de diferencia entre el material sin deformación y el material deformado 5 veces), y todo sin modificar de manera sustancial las dimensiones generales de la pieza, como en el caso de los procesos de formado convencionales.

En esta investigación se realizaron análisis térmicos mediante Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC por sus siglas en inglés), en donde se observó una disminución en la temperatura de inicio y el pico de la transformación austenítica, comparando el material sin procesar, y el material deformado plásticamente. Se realizaron estudios mediante Difracción de Rayos X donde se observó la ferrita como fase presente, en las orientaciones (110), (200) y (211) con cambios en las intensidades y anchos de sus picos. La orientación (100) disminuye su intensidad, mientras aumentan la intensidad y el ancho de los picos de las orientaciones (200) y (211).

Introducción

El tamaño de grano es una de las características más importantes de la microestructura en un metal policristalino, al disminuir mejora notablemente varias de sus propiedades mecánicas [1-5]. En la industria suele ser grueso ($>10\mu\text{m}$). Sin embargo, a través de procesos termomecánicos se puede llegar a grano fino ($\sim 1-10\mu\text{m}$), pero es difícil obtener un metal con un grano ultrafino (UFG) ($<1\mu\text{m}$) o nanométrico ($<100\text{nm}$) al utilizar procesos convencionales termomecánicos y de formación de metales [1].

En las últimas décadas se ha estado investigando la Deformación Plástica Severa o SPD por sus siglas en inglés (*Severe Plastic Deformation*) como la mejor vía para producir materiales volumétricamente ultrafinos y nanoestructurados con excelentes propiedades mecánicas. El procesamiento por SPD se refiere a varios procedimientos experimentales avanzados de formación de metal que pueden imponer a los materiales una alta tensión, introduciendo así un gran volumen de dislocaciones y produciendo un refinamiento excepcional del grano, sin variar las dimensiones de la muestra [6]. Una de las técnicas más usadas de SPD es la Extrusión/Prensado en Canal Angular o ECAE/ECAP por sus siglas en inglés (*Equal Channel Angular Extrusion/Pressing*) [7-9], de ahora en adelante en este documento, ECAP.

En la técnica de ECAP se presiona una barra en un dado especial, el cual contiene dos canales de la misma sección transversal que se cruzan en un cierto ángulo. La barra se deforma bajo el esfuerzo cortante que ocurre cuando este pasa a través de la intersección de los dos canales. Debido a que los canales tienen las mismas dimensiones, la barra no se modifica dimensionalmente, de modo que el prensado se puede repetir muchas veces para obtener una alta tensión por acumulación [10].

El acero de medio carbono AISI1045 tiene diversas aplicaciones, como componentes para vehículos, ejes, bujes, cigüeñales, bielas y piezas para la construcción de máquinas y acero para ejes, cuchillas, martillos, etc [11].

En la presente investigación el acero AISI 1045 se somete a tratamiento térmico de normalizado, para posteriormente ser procesado por IE-ECAP (Indirect

Extrusion- Equal Channel Angular Pressing), y posteriormente se analiza el cambio de sus propiedades mecánicas y su estabilidad térmica, en comparación con el material sin deformar mecánicamente.

El presente trabajo de investigación está estructurado en introducción, 3 capítulos, conclusiones y referencias bibliográficas. El primer capítulo aborda los antecedentes del proceso de ECAP, el tipo material a usar en esta investigación, así como las técnicas de caracterización utilizadas. En el segundo capítulo se describe el proceso experimental y en el tercero se analizan los resultados luego de dicho proceso.

Objetivo general

Mejorar las propiedades del acero AISI 1045 a través del procesamiento por IE-ECAP debido a la deformación acumulada.

Objetivos específicos

- Procesar el acero AISI 1045 mediante IE-ECAP.
- Caracterizar la evolución microestructural de las muestras procesadas.
- Identificar la variación en el tamaño de granos.
- Evaluar el cambio en las propiedades mecánicas.
- Evaluar la estabilidad térmica en el material.

Hipótesis

El proceso de IE-ECAP puede mejorar propiedades mecánicas del acero AISI 1045 debido a la acumulación de deformación y posible redistribución de precipitados en comparación a los procesos de formado tradicionales y con otros procesos de deformación plástica severa ya reportados en la literatura.

Capítulo I: Antecedentes

1.1 Aceros perlíticos

La perlita es un componente extremadamente común de una amplia variedad de aceros, contribuyendo de manera sustancial a la resistencia. Las estructuras eutectoides laminares de este tipo están muy extendidas en la metalurgia, y con frecuencia, la perlita se usa como un término genérico para describirlas.

Los aceros con menos del 0,76% en peso de carbono son aleaciones hipoeutectoides con ferrita y perlita como constituyentes principales. A medida que aumenta el contenido de carbono en la aleación, también aumenta el porcentaje en volumen de perlita, hasta llegar la composición eutectoide, donde hay 100% de esta.

La cementita es rica en carbono, mientras que en la ferrita se acomoda muy poco. La perlita por sí sola puede ser increíblemente resistente, llegando a 3-4GPa de resistencia en materiales comerciales disponibles. Un ejemplo magnífico ejemplo de acero perlítico es el puente colgante de un solo tramo más largo del mundo, el Puente Akashi-Kaikyo, con cuerdas perlíticas excepcionalmente fuertes para suspender la cubierta. El puente conecta Kobe con la isla Awaji y tiene una extensión de 1.9 km entre las torres. Se utiliza suficiente alambre de acero en el puente para rodear la tierra siete veces, y está diseñado para resistir un terremoto de magnitud 8.5 en la escala Richter. En este caso, el acero fue deformado plásticamente mediante trefilado, aquí la cementita experimenta una deformación plástica sustancial, y por tanto la perlita queda también deformada [12].

Es tanta la deformación que se puede lograr en aceros con esta estructura, que en 2016 Soundes Djaziri et. al. [13], lograron una increíble deformación en alambres de aceros perlíticos con alto contenido de carbono. En dicha investigación determinan que hay un cambio en las dimensiones de los parámetros de la red al aumentar la deformación, relacionando los resultados de difracción de rayos X. También determinaron cuantitativamente la fracción del contenido de carbono en el interior del grano a varias deformaciones. Se puede ver que hay más átomos de

carbono a mayor valor de deformación, excediendo el límite de solubilidad en la ferrita. Lo que significa que el proceso indujo un aumento significativo del contenido de carbono dentro de la ferrita originalmente casi libre de este. Dicho de manera sencilla, parten de una fase ferrítica con estructura Cúbica Centrada en el Cuerpo o BCC por sus siglas en inglés (Body Centered Cubic), y obtienen una estructura tetragonal, típica de la martensita.

1.1.2 Acero 1045

El acero 1045 es un acero perlítico de medio contenido de carbono, que suele tener Mn en su composición química. Su microestructura típica es perlita y ferrita (Figura 1.1).

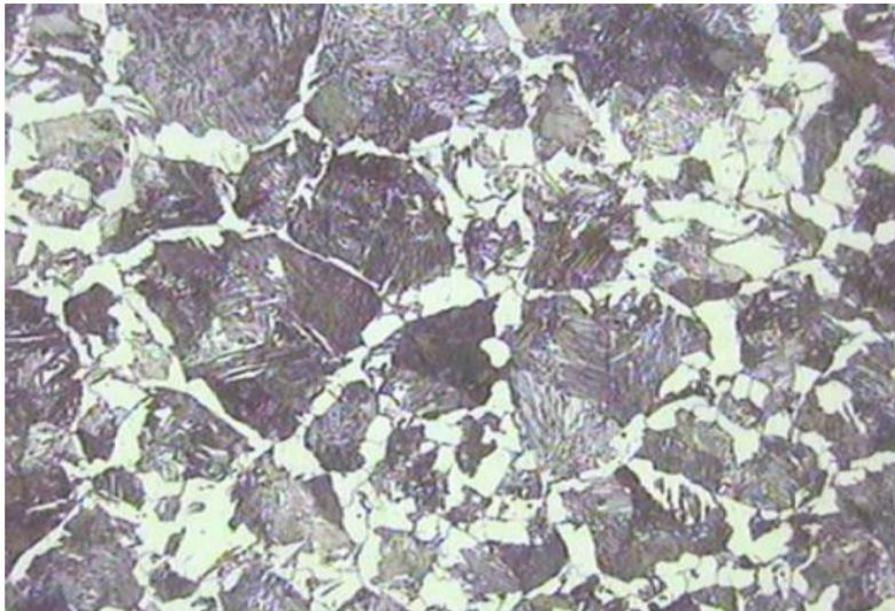


Figura 1.1 Microestructura típica de acero 1045. 500X [14].

Se puede forjar con martillo, tratarse con calor, endurecerse con llama o por inducción, pero no se recomienda para cementación o cianuración [15].

Tiene una amplia gama de aplicaciones como tubería en la salida de un recipiente separador oil-gas en desalinización en una refinería [16], componentes

automotrices como ejes, flechas [17], piñones, engranes, pernos, tornillos, semiejes, cigüeñales, etc. [18].

1.2 Deformación Plástica Severa (SPD)

Los procesos de SPD son relativamente nuevos si se comparan con los métodos tradicionales. La historia moderna del procesamiento de SPD tiene sus inicios en el trabajo de Percy Williams Bridgman en la Universidad de Harvard, quien desarrolló una serie notablemente completa de experimentos sobre la aplicación de altas presiones a sólidos volumétricos, incluso recibió el Premio Nobel de Física en 1946 por la invención de "un aparato para producir presiones extremadamente altas" y por descubrimientos en el campo de la física de alta presión [5,19].

La segunda gran influencia en el procesamiento de SPD se remonta al trabajo clásico del Dr. Segal y sus colegas en Minsk en la antigua Unión Soviética (ahora la de Bielorrusia) en la década de 1980. Segal y sus colegas desarrollaron el proceso conocido como ECAP [5,19].

1.2.1 Principios básicos de SPD

La deformación plástica severa se logra cuando un material puede deformarse plásticamente repetidamente sin un cambio significativo de forma. El proceso se repite y la deformación plástica se acumula con cada ciclo, lo que resulta en un alto nivel de deformación [20].

Una característica única del procesamiento de SPD es que la alta deformación se impone sin ningún cambio significativo en las dimensiones totales de la pieza de trabajo, lo que se logra a través de herramientas con geometrías especiales, que evitan el flujo libre del material, introduciendo una presión hidrostática significativa. Muchos materiales cristalinos, incluidos los que son frágiles en condiciones

normales (por ejemplo, óxido de tungsteno, vidrios B_2O_3 y materiales amorfos), mejoran su ductilidad en condiciones de alta presión hidrostática y pueden llegar a alta deformación antes de fallar [6].

La deformación plástica en materiales metálicos se produce a través del movimiento de defectos, ya sean de punto o lineales, dependiendo de la temperatura, la presión y la velocidad de deformación. En temperaturas bajas a medias (menos de la mitad de su punto de fusión en escala absoluta), que corresponde al rango de temperatura donde se lleva a cabo la SPD, ocurre el movimiento de las dislocaciones en planos de deslizamiento específicos que resultan en deformaciones por cizallamiento.

A bajas temperaturas homólogas, el material metálico sufre deformación plástica por el movimiento y la interacción de dislocaciones que, con el aumento de la deformación, forman una subestructura de configuración de dislocaciones dispuestas en celdas. Las paredes de las celdas contienen dislocaciones, mientras que el interior de la celda tiene baja densidad de dislocaciones.

La comprensión clásica de este mecanismo de formación de celdas con deformaciones intermedias es que con el aumento de la tensión las celdas se transforman en subgranos y, finalmente, en fronteras de ángulo grande [20].

La técnica de SPD más usada es ECAP [7-9], algunas otras técnicas que se investigan en este campo son Torsión de Alta Presión o HPT por sus siglas en inglés (*High Pressure Torsion*), Unión por Laminación Acumulativa o ARB por sus siglas en inglés (*Accumulative Roll-Bonding*), Forja Multidireccional o MDF por sus siglas en inglés (*Multi-Directional Forging*), también se pueden acoplar varias para someter al material a más de uno de estos procesos [19-21].

1.2.2 ECAP

De manera general, ECAP es una técnica que se basa en la extrusión de una muestra a través de un canal doblado utilizando un pistón, deformando la muestra por esfuerzos de cizallamiento.

Se construye un dado que contiene un canal interno con un ángulo abrupto determinado (en el caso específico de la Figura 1.2, 90°). Una muestra se introduce en el canal y se presiona a través del dado con un pistón. La muestra tiene las mismas dimensiones en sección transversal antes y después del prensado, lo que permite presionarla repetidamente. Es importante señalar que la retención de la misma área de la sección transversal diferencia el procesamiento por ECAP de una manera muy significativa de los procesos industriales más convencionales, como el laminado, la extrusión o el trefilado, donde las dimensiones de la muestra se reducen en cada pasada consecutiva. En la Figura 1.2 se ilustran los tres planos ortogonales, donde X es el plano transversal perpendicular a la dirección del flujo, Y es el plano de flujo paralelo a la cara lateral en el punto de salida del dado y Z es el plano longitudinal paralelo a la parte superior superficie en el punto de salida del dado [22].

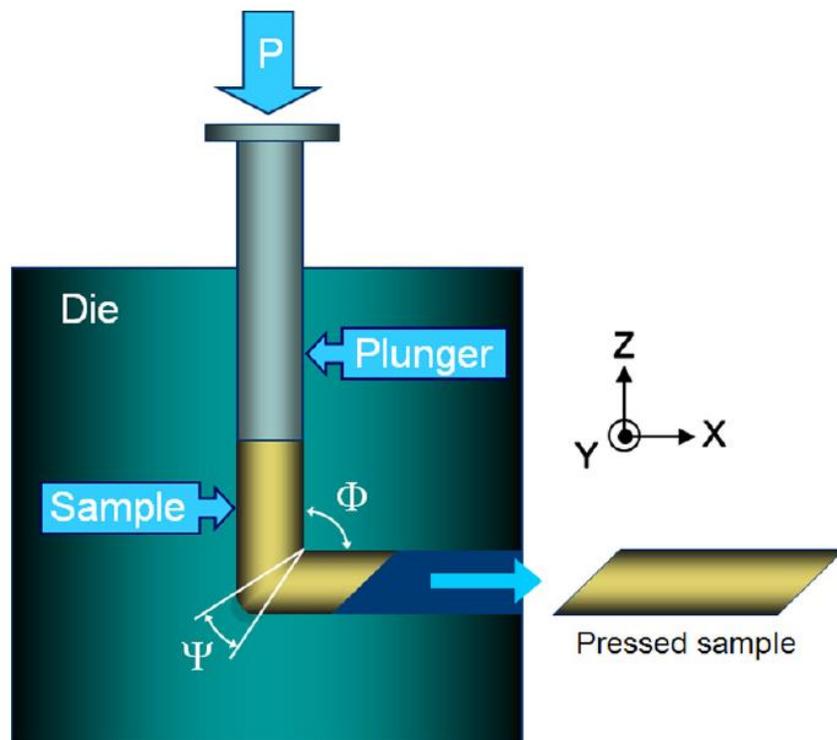


Figura 1.2: Representación esquemática del proceso ECAP [5].

La tensión impuesta a la muestra en cada paso a través de la matriz depende principalmente del ángulo (Φ), entre las dos partes del canal (90° en la figura 1.2)

y también, en menor medida, del ángulo de curvatura (Ψ), representando el arco de curvatura exterior donde se interceptan los dos canales (0° en la Figura 1.2).

La deformación impuesta en cada pasada de ECAP depende principalmente del ángulo (Φ) y, en menor medida, del ángulo (Ψ). Se puede demostrar que la deformación por cizallamiento ε_N viene dada por una relación de la forma:

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad (1)$$

Donde N es el número de pases a través del dado. En ECAP convencional, generalmente se supone que se produce una microestructura uniforme en toda muestra, debido a que se llena la esquina de la matriz en la intersección de las dos partes del canal [5].

Cuando las muestras se presionan repetidamente, se pueden introducir diferentes sistemas de deslizamiento girando las muestras alrededor del eje X entre pasadas consecutivas a través de la matriz. En la práctica, se han identificado cuatro rutas de procesamiento separadas para su uso en ECAP (ver la Figura 1.3): Ruta A, en la que la muestra se presiona repetidamente sin rotación, ruta B_A en la que la muestra gira 90° en direcciones alternas entre cada pasada, ruta B_C en la que la muestra gira 90° en el mismo sentido entre cada pasada y la ruta C, donde la muestra gira 180° entre pasadas. La importancia de elegir con cuidado la ruta de procesamiento reside en la variación de los patrones de cizallamiento en las muestras, que conducen a diferencias tanto en las distorsiones macroscópicas de los granos individuales en las matrices policristalinas como en la capacidad de obtener una microestructura ultrafina razonablemente homogénea y equiaxial [22].

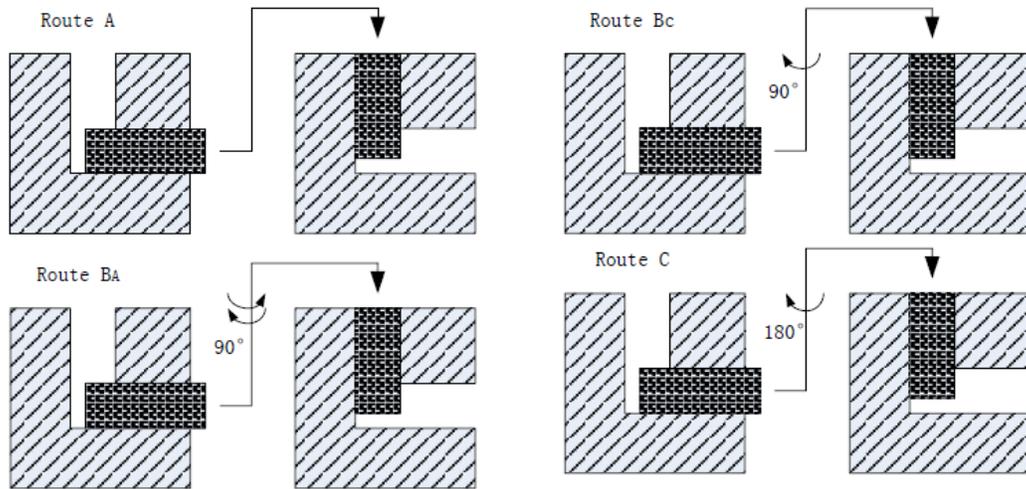


Figura 1.3: Esquema de las 4 rutas de procesamiento por ECAP [23].

En la Tabla 1.1 se muestran los rangos angulares (η) estimados correspondientes a las diferentes rutas de procesamiento de 2 a 4 pases. El rango angular es el rango de ángulos que contienen trazas de deslizamiento cuando se observa en cada plano separado, y expresa de manera correcta el espectro de deslizamiento para cada plano y cada ruta de deslizamiento.

Por lo tanto, cuatro pasos a través de la ruta A no son satisfactorios para producir una microestructura equiaxial porque el rango angular es solo 37° en el plano Y y 0° en los planos X y Z. Además, la ruta C es aún menos satisfactoria porque los rangos angulares son 0° en los tres planos ortogonales. Por el contrario, la condición óptima se logra en la ruta de procesamiento Bc donde los rangos angulares son 90° , 63° y 63° para los planos X, Y y Z, respectivamente. Por lo tanto, el deslizamiento sobre un amplio rango angular es un requisito previo importante para lograr el rápido desarrollo de una microestructura equiaxial de grano ultrafino [22].

Tabla 1.1 Rangos angulares de deslizamiento para las rutas de procesamiento [22].

Ruta de procesamiento	Número de pases	Rango angular total, η (°)		
		X	Y	Z
A	2	0	27	0
	3	0	34	0
	4	0	37	0
B _c	2	27	18	45
	3	63	18	63
	4	90	63	63
C	2	0	0	0
	3	0	0	0
	4	0	0	0

1.2.3 ECAP por extrusión indirecta (IE-ECAP)

Se han propuesto diferentes variaciones a los dados de ECAP [9, 24-28].

En la presente investigación, se experimenta con un dado diferente, diseñado por Mathieu et. al [26], quien plantea que existe una fricción excesiva durante el movimiento relativo de la pieza de trabajo con las paredes del canal del dado. Propone un diseño de dado incorporando las modificaciones necesarias en sus características, de modo que el efecto de fricción se pueda reducir al mínimo posible. A esta técnica de procesamiento de ECAP por extrusión indirecta se le llamará en este documento IE-ECAP.

Al proponer este diseño de dado de IE-ECAP, Mathieu et. al [26], hicieron experimentos en titanio comercialmente puro a 400°C y 450°C, y en cobre puro a 100°C y 300°C, utilizando varias rutas de procesamiento hasta 8 pases, obteniendo resultados favorables.

S. Surendarnath et.al. [28] reportaron mejor refinamiento del grano, y aumento de resistencia a la tensión y de la dureza en muestras Al 6082 procesado por ECAP con este dado modificado, con respecto al convencional.

También B. Omranpour et. al. [27] encontraron sustancial mejoramiento en la microdureza y considerable refinamiento de grano en aleaciones de tantalio y niobio utilizando este dado de IE-ECAP.

1.3 Técnicas de caracterización

Con el propósito de verificar el estado de la microestructura y propiedades del material procesado por IE-ECAP, se utilizan diferentes técnicas de caracterización de materiales, que se complementan entre sí: Microscopía Óptica, Microdureza Vickers, Calorimetría Diferencial de Barrido o DSC por sus siglas en inglés (*Differential Scanning Calorimetry*) y Difracción de Rayos X o XRD por sus siglas en inglés (*X Ray Diffraction*).

1.3.1 Microscopía Óptica:

El análisis microscópico es una herramienta extremadamente útil y básica en el estudio y caracterización de los materiales, ya que permite asociar las propiedades con la estructura, observar defectos, verificar resultados de tratamientos térmicos, etc. Los elementos básicos en un microscopio óptico son los sistemas ópticos y de iluminación. Para los materiales que son opacos a la luz visible (todos los metales y muchas cerámicas y polímeros), solo la superficie está sujeta a observación, y el microscopio óptico debe usarse en modo reflectante. Los contrastes en la imagen producida son el resultado de diferencias en la reflectividad de las diversas regiones de la microestructura. Las investigaciones de este tipo a menudo se denominan metalográficas porque los metales fueron los primeros en examinarse con esta técnica [29]. En este estudio se analizaron las características microestructurales de los materiales previo a la deformación plástica severa y después de cada pase.

1.3.2 Microdureza Vickers:

Técnica también ampliamente utilizada para determinar y obtener información de propiedades mecánicas.

Las pruebas de dureza son una medida de la resistencia de un material a la deformación plástica localizada. En el caso de la microdureza Vickers, es un

método de prueba de microindentación, teniendo en cuenta que el penetrador de diamante es muy pequeño, con geometría piramidal, es forzado hacia la superficie de la muestra aplicando cargas que oscilan entre 1 y 1000 g. La impresión resultante se observa bajo un microscopio, se miden las diagonales de la huella dejada por el indentador, con esta información y la carga aplicada se determina un valor de dureza. Esta información se asocia con otras propiedades mecánicas como resistencia máxima y cedencia, incluso con el tamaño de grano aplicando la relación hall-Petch [30].

1.3.3 DSC:

La Calorimetría Diferencial de Barrido es una técnica de análisis térmico utilizada en este estudio para verificar cambios en las temperaturas/intercambio de energía en las transformaciones de fase y, por tanto, posibles cambios en la estabilidad térmica. La sensibilidad de la técnica permite evaluar reacciones de fusión, solidificación, precipitación, disolución, recuperación y recristalización. Esto la hace una técnica altamente recomendada para evaluar transformaciones de fase y en general modificaciones microestructurales en función de la temperatura.

La calorimetría diferencial de barrido es una técnica de análisis térmico que implica la medición de la diferencia de temperatura entre la muestra y el material de referencia en función de la temperatura, mientras que la muestra y la referencia están sujetas a un programa de temperatura controlada. Esta técnica se utiliza especialmente para la determinación del cambio de temperatura en reacciones endotérmicas y exotérmicas. La muestra y la referencia se mantienen a casi la misma temperatura durante todo el experimento. La calorimetría es el proceso de medir la cantidad de calor liberado o absorbido durante una reacción química y el dispositivo se conoce como calorímetro [31].

En la Figura 1.5 se pueden ver los esquemas de funcionamiento de un DSC.

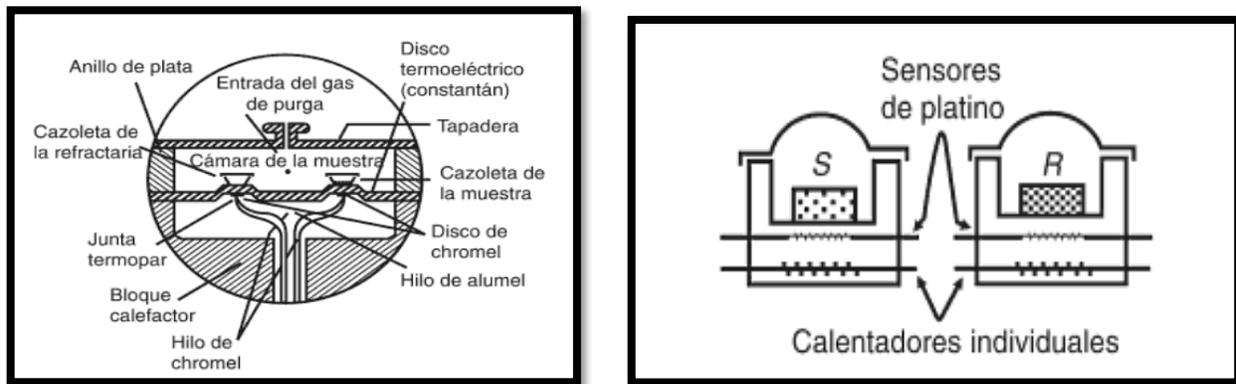


Figura 1.4 (a) Esquema de DSC de flujo de calor, (b) Esquema de DSC de potencia compensada

1.3.4 XRD: se utilizó para estudiar variaciones en la estructura cristalina, causadas a la acumulación de deformación.

Los rayos X son una forma de radiación electromagnética que tiene altas energías y longitudes de onda cortas, del orden de los espacios atómicos para los sólidos. Cuando un haz de rayos X incide en un material sólido, una parte de este haz se dispersa en todas las direcciones por los electrones asociados con cada átomo o ion que se encuentra dentro de la trayectoria del haz.

Uno de los usos principales de la difracción de rayos X es la determinación de la estructura cristalina, mediante la ley de Bragg. El tamaño y la geometría de la celda unitaria pueden resolverse a partir de las posiciones angulares de los picos de difracción, mientras que la disposición de los átomos dentro de la celda unitaria está asociada con las intensidades relativas de estos picos [32].

En la Figura 1.6 se muestra el espectro de rayos X del cobre, como ejemplo de este análisis.

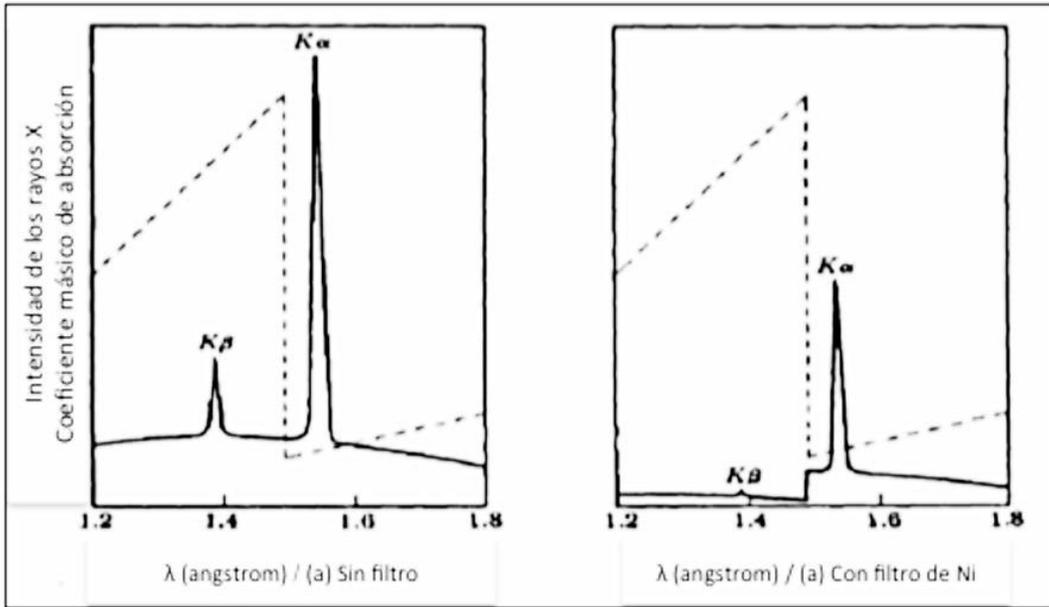


Figura 1.5 Espectro de rayos X del cobre a) sin filtro b) con filtro de níquel

Capítulo 2: Metodología experimental

En este capítulo se describe detalladamente la metodología experimental para deformar el acero 1045 con el fin de modificar su microestructura y favorecer mejoras en las propiedades mecánicas. Por otro lado, se describen los parámetros utilizados en cada técnica para analizar los cambios microestructurales, térmicos y mecánicos.

2.1 Configuración y parámetros del proceso IE-ECAP

El dado de IE-ECAP usado se muestra en la Figura 2.1. El equipo consta de tres partes: pistón, cubierta y dado con canal. El pistón puede moverse hacia arriba y abajo libremente, pero la cubierta y el dado están fijos.

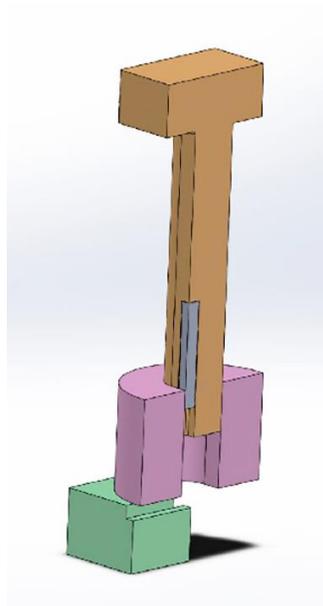


Figura 2.1: Representación esquemática del dado de IE-ECAP [27].

Hay una ranura estrecha en el pistón donde se puede introducir la pieza de trabajo, de manera que está rodeada por tres lados por el pistón y por un lado por la superficie interior de la cubierta. Al presionar el pistón y moverlo hacia abajo, la muestra está bajando con este, y no hay fricción entre ellos a medida que se

mueven juntos, por lo que se esperan mejores propiedades luego del procesado. Debajo de la cubierta está el dado con canal que proporciona un espacio para extruir la pieza de trabajo del troquel. Hay una plataforma sobresaliente al comienzo del canal que evita que la pieza de trabajo se mueva más hacia abajo, haciendo que los materiales cambien la dirección y fluyan a través del canal. A continuación, se muestran todos los elementos de IE-ECAP ensamblados, en la prensa utilizada en la experimentación, en la Figura 2.2.



Figura 2.2: Ensamble de los elementos de la prensa de IE-ECAP

Parámetros geométricos del canal del dado de IE-ECAP:

- Ángulo del canal (φ): 90°
- Ángulo de curvatura del arco exterior (ψ): 0°

Teniendo en cuenta que el rango angular óptimo para el deslizamiento de dislocaciones lo provee la ruta de procesamiento B_c [22], esta es la ruta escogida, con 90° de rotación en sentido horario de la pieza de trabajo entre cada pasada.

La velocidad de extrusión para todos los casos fue de 6mm/s. El proceso de deformación se realizó a temperatura ambiente.

El material fue sometido a 5 pases, debido a que comenzaron a aparecer grietas en la superficie.

El proceso de IE-ECAP se realizó en el Departamento de Ingeniería de Materiales de la Universidad de Tecnología de Tallin, en Estonia.

2.2 Preparación de muestras

La tabla 2.1 presenta la composición química de las barras de acero AISI 1045.

Tabla 2.1: Composición química de las barras de acero 1045 recibidas.

C	Si	Mn	Cr	Ni	Cu	P	S
0.42	0.30	0.78	0.15	0.14	0.15	0.025	0.008

Las barras de acero AISI 1045 fueron maquinadas para obtener probetas con dimensiones de 12x12x120mm, como se muestra en la Figura 2.3. Estas son las dimensiones requeridas para IE-ECAP con la prensa disponible.

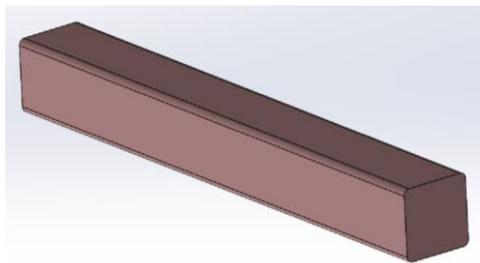


Figura 2.3: Ilustración de las dimensiones de las muestras a procesar.

Antes de procesar las muestras por IE-ECAP, se sometieron a tratamiento térmico de normalizado a 860°C durante 16 min en una mufla Felisa FE-360, con enfriamiento al aire para asegurar una estructura homogénea. Este proceso provocó la formación de una capa de óxido que fue removida con el uso de lijas de granulometría 800 marca Struers.

Luego se sometieron a IE-ECAP, recubiertas en láminas de cobre. En la figura 2.4 se pueden observar dichas muestras después de 1, 4 y 5 pases.



Figura 2.4: Muestras después de 1, 4 y 5 pases de IE-ECAP

2.3 Caracterización

Como se mencionó anteriormente, con el fin de evaluar la evolución del acero durante el procesamiento de IE-ECAP, se caracterizaron las muestras usando las técnicas mencionadas en la sección anterior, microscopía óptica, microdureza, DSC y XRD.

2.3.1 Preparación metalográfica

Con el fin de analizar el material mediante diferentes técnicas se cortó un primer set de muestras de cada pase de deformación de forma longitudinal (ver Figura 2.5). De estas secciones, se cortaron grupos de muestras pequeñas para el análisis por DSC, teniendo en cuenta el peso (entre 20 y 50 mg) que deben tener para implementar la técnica. Las muestras del set original se utilizaron además para los análisis por XRD, microdureza y microscopía óptica.



Figura 2.5: Muestra cortada para caracterización

Se utilizó una cortadora automática para cortes pequeños marca Struers Accutom-5 (ver Figura 2.6) a 0.15mm/s. En ambos casos se usó agua como líquido de enfriamiento y lubricante para evitar daños a las muestras por el aumento de la temperatura y en los discos de corte.



Figura 2.6: Cortadora automática Struers Accutom 5 [33]

Después se pulieron las muestras hasta llegar a superficie con acabado espejo utilizando lijas de granulometrías desde 500 hasta 4000 marca Struers y paño para pulir con alúmina en polvo de granulometría 0.3 μ m. Se utilizó agua para evitar daños a la muestra en todos los pasos, y en el pulido con alúmina, también se le añadió jabón líquido. Se empleó una pulidora Struers, LaboPol-1 (ver Figura 2.7).



Figura 2.7: Pulidora Struers LaboPol-1 [33]

Preparación para DSC

En el caso de las muestras para DSC, se usó una balanza Ohaus Explorer, para asegurar que la masa de la muestra estuviese en el intervalo correcto (20-30mg). En este caso el pulido se realizó uniendo las muestras a baquelita para facilidad en el manejo de las mismas, por ser demasiado pequeñas.

Para revelar la microestructura del acero al carbono se utilizó mucho el Nital como reactivo químico, ya que brinda el máximo contraste entre la perlita y una red de ferrita o cementita; revela límites de ferrita; diferencia la ferrita de la martensita. Su composición sería 2 ml de HNO_3 con 98 ml de etanol o metanol (95% o absoluto, también alcohol amílico). Se preparó al 2%, y se colocaron las muestras sobre un chorro de agua para luego limpiarlas con alcohol, en cuanto se percibía un cambio en la superficie, que denotara el ataque.

Para evitar la rápida oxidación de las muestras, luego de aplicar alcohol, estas fueron secadas con aire con una secadora convencional.

Toda la preparación metalográfica se llevó a cabo en el laboratorio habilitado para estos fines en el Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico (CIDET) de la FIME, UANL.

2.3.2 Parámetros de caracterización

Para observar y analizar las microestructuras antes y después de IE-ECAP se usó un microscopio invertido Unitron Mec 4 (ver Figura 2.8), con lentes de aumento 10X, 20X, 50 y 100X disponibles, en el CIDET de la FIME, UANL.



Figura 2.8: Microscopio invertido Unitron Mec 4 [34]

Para el análisis de microdureza se aplicaron las indentaciones con más de 2 diagonales de distancia entre ellas, siguiendo la norma ASTM-E384 [32], con carga de 100g y 10 segundos de aplicación de la misma, en un equipo semi-automático marca Matsuzawa Modelo MMT-X7 (ver Figura 2.9), en las instalaciones del Centro de Investigación en Materiales Avanzados (CIMAV), Unidad Monterrey.



Figura 2.9: Microdurómetro Matsuzawa MMT-X7 [35]

Se utilizó un equipo de DSC NETZSCH 404F3 Pegasus en el CIDET de la FIME, UANL, con calentamiento y enfriamiento de 15K/min hasta 850°C, teniendo en cuenta que a esa temperatura ya ocurrió la transformación austenítica. Las masas de las muestras con normalizado, y con 1, 4 y 5 pases de IE-ECAP fueron de 23.8mg, 24.5mg, 21.9mg y 20.2mg respectivamente.

Se utilizaron crisoles de alúmina para este estudio y como referencia se utilizó un crisol vacío.



Figura 2.10: Equipo de DSC NETZSCH 404F3 Pegasus [36]

Para XRD se utilizó radiación $\text{CuK}\alpha$ con $\lambda=1.5406 \text{ \AA}$, en un rango de 20° a 90° en un difractómetro marca PANalytical-Empyrean, a un voltaje de 45 kV y una corriente de 40 mA a temperatura ambiente, en el Centro de Investigación e Innovación en Ingeniería Aeronáutica (CIIIA) de FIME, UANL.

Capítulo 3: Resultados experimentales y su discusión

En el presente capítulo se muestran los resultados de la caracterización de las muestras procesadas y se analizan los cambios en las propiedades de las mismas, luego de ser sometidas a IE-ECAP. Los resultados y sus análisis se irán presentando de la siguiente manera: caracterización de la evolución microestructural (a través de microscopía óptica), variación en microdureza, variación en las transiciones de fase, sus temperaturas y energías correspondientes (a través de DSC) y posible variación cristalográfica (utilizando XRD).

Tras cada pase de IE-ECAP, hay una deformación impuesta, que se puede calcular por la ec. 1, planteada en el primer capítulo, que relaciona los ángulos Ψ y Φ con la cantidad de pases. Lo que da una cantidad de deformación para un pase de 1.15, para dos pases: 2.3, para tres pases: 3.46, tras cuatro pases de IE-ECAP: 4.6 y tras cinco pases: 5.7.

3.1 Caracterización microestructural

Como se menciona anteriormente, se utiliza microscopía óptica para analizar la evolución microestructural de las muestras deformadas y de referencia. Las Figuras 3.1-3.4, muestran las micrografías del acero 1045 sin IE-ECAP y con 1, 4 y 5 pases de IE-ECAP.

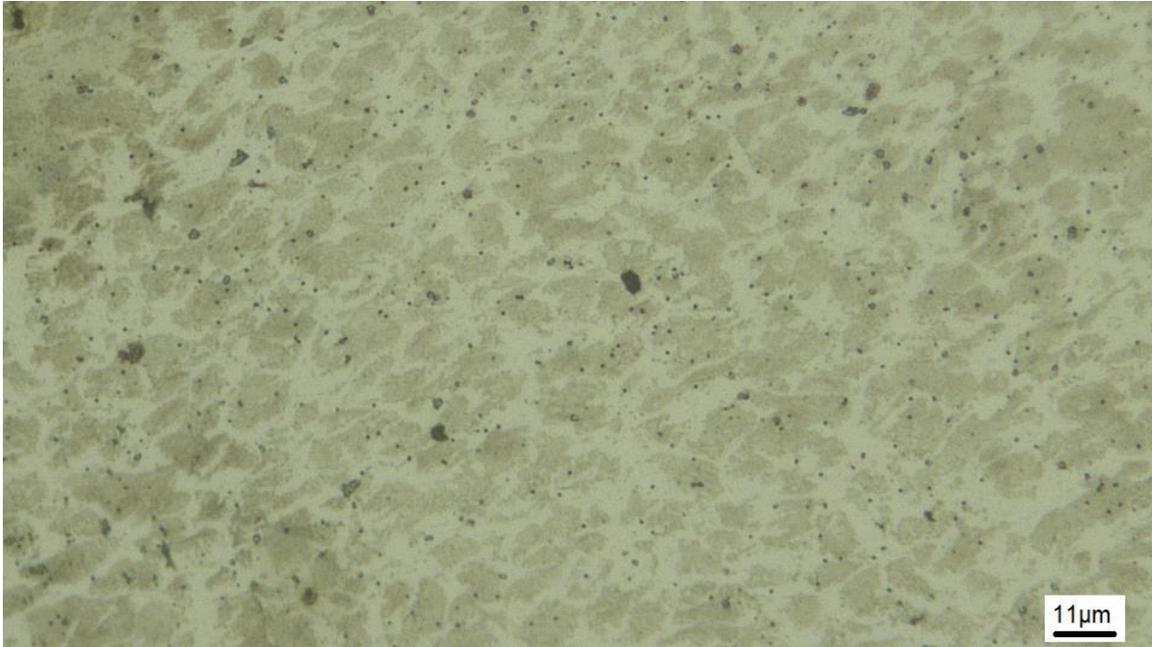


Figura 3.1: Micrografía del acero 1045 sin IE-ECAP a 50X

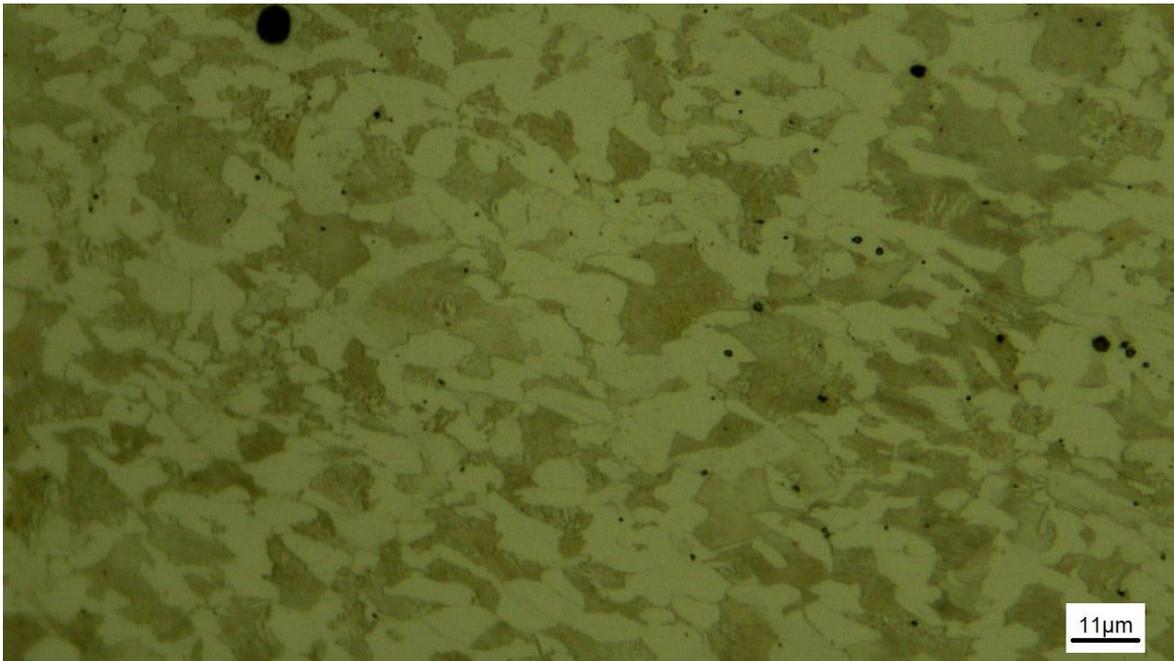


Figura 3.2: Micrografía del acero 1045 con 1 pase de IE-ECAP a 50X

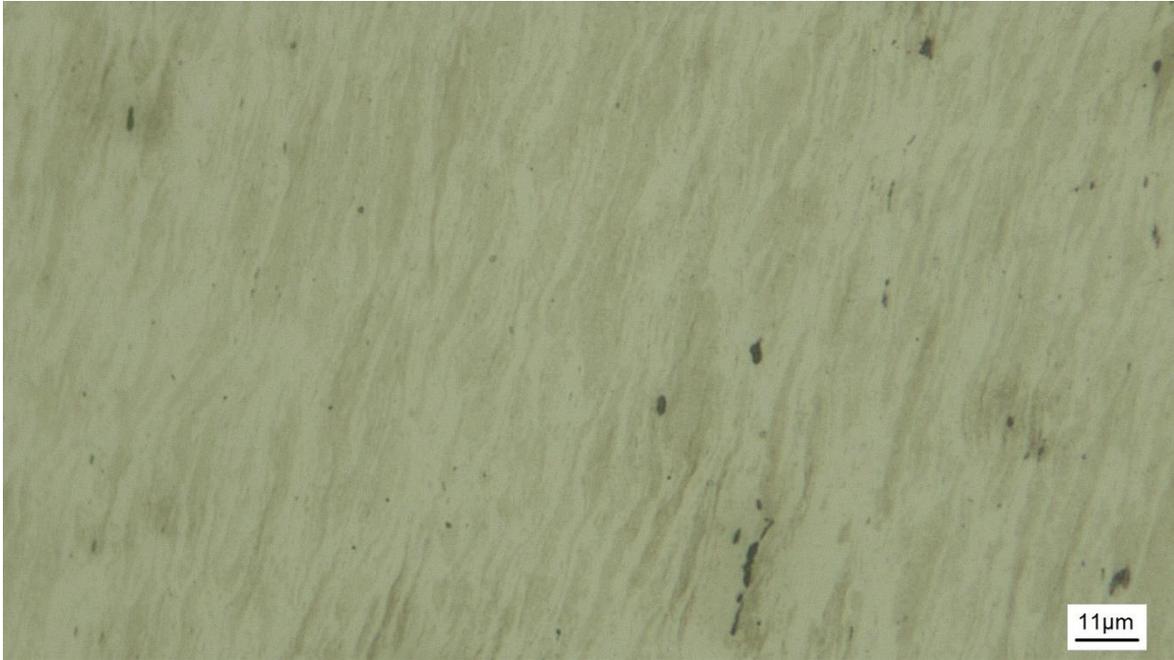


Figura 3.3: Micrografía del acero 1045 con 4 pases de IE-ECAP a 50X

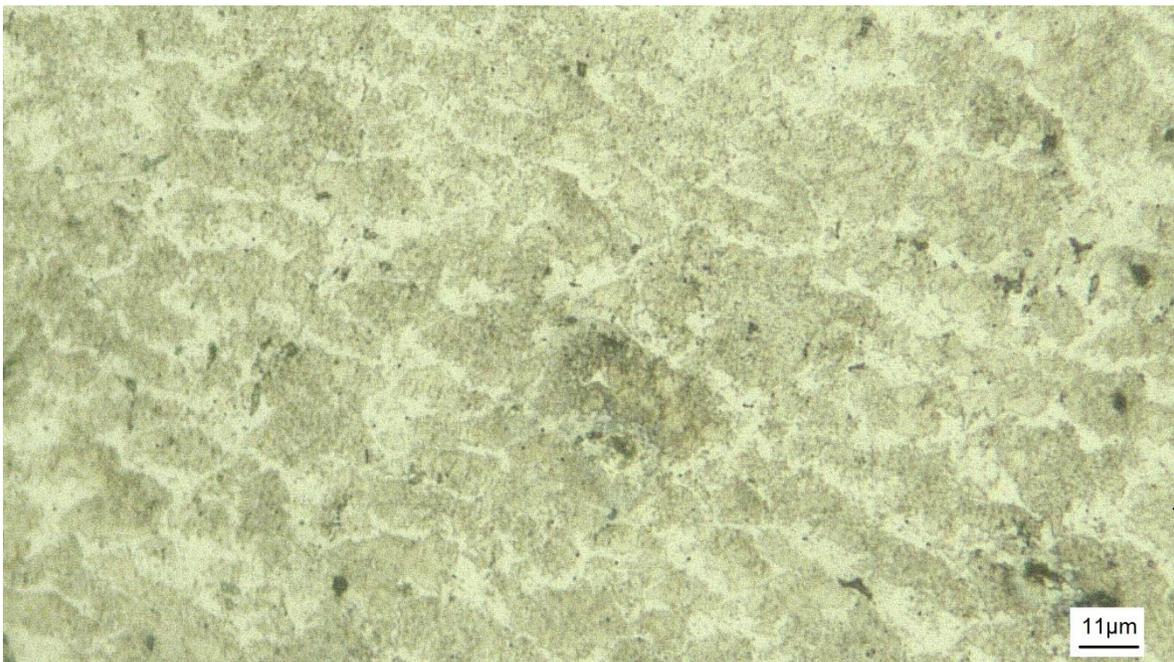


Figura 3.4: Micrografía del acero 1045 con 5 pases de IE-ECAP a 50X

Al hacer un análisis comparativo de las imágenes, se pueden observar bandas de deformación en la microestructura, estas bandas causadas por la deformación y

esfuerzos cortantes durante el pase a través del canal e extrusión en forma de “L”. A medida que aumenta la cantidad de pases de IE-ECAP en las muestras, hay una subdivisión sucesiva de las paredes de dislocaciones debido a la operación de múltiples sistemas de deslizamiento, por lo que aumenta el nivel de deformación, encontrándose que las fases van cambiando su distribución con la constante acumulación de deformación a cada pase de IE-ECAP y la dirección del flujo del proceso.

En la Figura 3.2, que representa la microestructura de la muestra el primer pase, se observa un cambio perceptible a comparación con la muestra sin deformar, principalmente en la distribución de las fases, tanto de la perlita como de la ferrita, aunque la ferrita (más dúctil que la perlita) presenta una mayor deformación.

En la Figura 3.3, muestra la microestructura deformada después de 4 pases, y observa un cambio en las fases mucho más significativo, observándose una distribución de fases alargadas y finas, de manera homogénea, la alineación de estas microestructuras sigue la dirección de la deformación.

En la Figura 3.4 se observa la microestructura deformada después del quinto pase, que no muestra las fases de manera alargada ni fina, como el caso del pase anterior, aunque sí existe una distribución orientada de las fases.

En la investigación de ECAP sobre acero de bajo carbono por de D.M. Marulanda et. al. [37] determinan, que después de dos pasadas la perlita se distorsiona severamente por la imposición de una deformación muy alta, lo que se debe probablemente a que, en los procesos de deformación plástica severa, la alta deformación impuesta produce que una proporción sustancial de la cementita perlítica se disuelva, aún a temperatura ambiente [37].

Con estas modificaciones microestructurales se espera que las propiedades mecánicas y térmicas cambien idealmente de manera favorable, aunque se sabe que las microestructuras alargadas (granos alargados) presentaran propiedades anisotrópicas en sentido del flujo plástico del material o de la deformación aplicada.

3.2 Microdureza Vickers

Se utilizó la microdureza como técnica de caracterización mecánica, esta técnica es una de las más utilizadas sobre materiales sometidos a SPD por indicar el efecto de la deformación sobre el comportamiento mecánico de manera relativamente rápida y sencilla, pero de manera eficiente. Las mediciones se procesaron en el software Origin 9.

En la Figura 3.5 se presentan los valores de microdureza de las muestras procesadas por IE-ECAP. Para diferentes niveles de deformación, un nivel 0 de deformación, el cual corresponde al estado de normalizado sin aplicación de IE-ECAP, en esta condición el acero presentó una microdureza de 247HV. Este valor va aumentando de manera considerable a medida que aumenta el nivel de deformación, presentando 292HV después del primer pase. El aumento más significativo fue cuando el nivel de deformación fue de 4 pases, con una microdureza de 361HV. El menor aumento fue de 4 a 5 pases de IE-ECAP, con 381.6HV de microdureza para el quinto pase. En total, la deformación aumentó en un rango de 134HV en la microdureza, respecto a su valor inicial. Lo cual corresponde a un 35% con respecto al valor inicial. El % de error que se considera normalmente en esta técnica es alrededor del 3%.

Para hacer una comparación con algunos procesos tradicionales de formado, un acero doblado, por ejemplo, tiene una microdureza Vickers de 223HV y laminado en caliente, tiene 170 HV [15]. Por lo tanto, se puede afirmar que el proceso de SPD IE-ECAP mejora considerablemente la microdureza de este material, en comparación con los procesos tradicionales.

El mejoramiento en esta propiedad mecánica desde el estado de normalizado hasta el quinto pase de IE-ECAP por endurecimiento por deformación (*strain hardening*), es debido a la influencia de la acumulación de la deformación plástica, después de cada pase, en estos materiales.

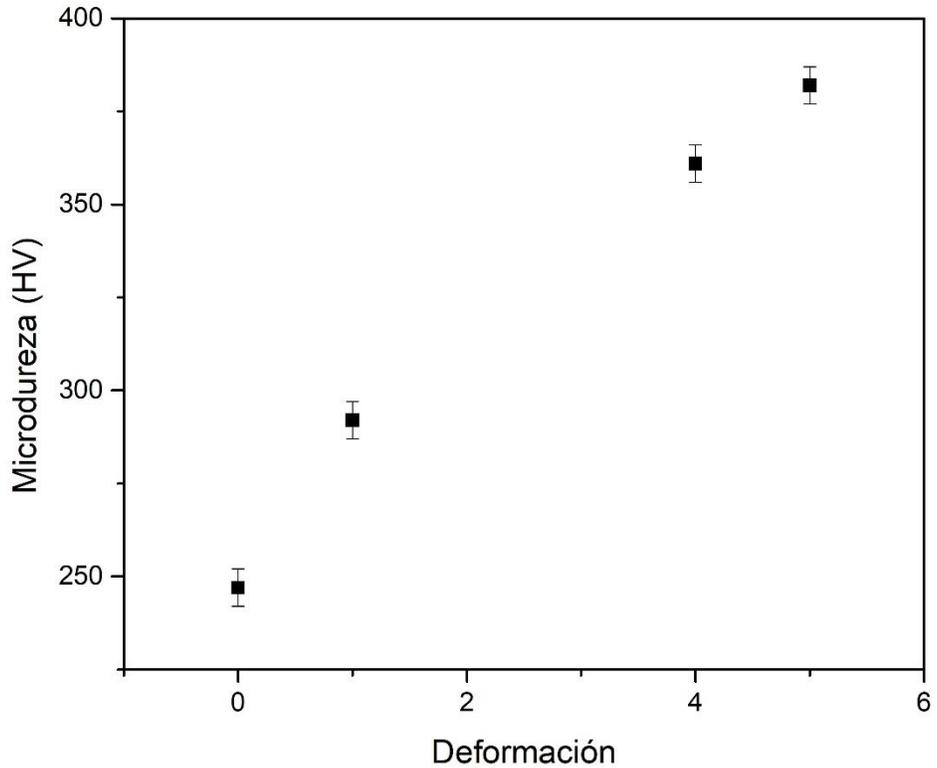


Figura 3.5: Microdureza de las muestras procesadas por IE-ECAP

La tabla 3.1 muestra los valores de microdureza antes y después de IE-ECAP.

Tabla 3.1 Valores de microdureza de las muestras deformadas por IE-ECAP

Muestra	Microdureza (HV)
0 Pases	247
1 Pase	292
4 Pases	361
5 Pases	382

El fenómeno de endurecimiento por deformación se explica sobre la base de las interacciones de campo de deformación dislocación-dislocación. La densidad de

dislocación en un metal aumenta con la deformación debido a la multiplicación o la formación de nuevas dislocaciones. En consecuencia, la distancia promedio de separación entre dislocaciones disminuye. En promedio, las interacciones dislocación-dislocación de tensión son de separación. El resultado es que el movimiento de una dislocación se ve obstaculizado por la presencia de otras dislocaciones. A medida que aumenta la densidad de dislocaciones, también lo hace la resistencia al movimiento de estas por otras dislocaciones.

En el proceso de IE-ECAP, se introdujeron nuevos sistemas de deslizamiento de dislocaciones en cada pase, mientras se rotan las muestras en el eje x.

De manera general, los procesos de SPD inducen una alta densidad de dislocaciones, lo que contribuye al aumento de la microdureza. A su vez, un aumento menor de esta propiedad en el quinto pase respecto a los demás, se atribuye a la resistencia al movimiento que presentan las dislocaciones, debido a la deformación acumulada.

En investigaciones como la de M. Nagaraj et. al. [38] de ECAP en acero estructural de bajo carbono, la de B. Omranpour et. al. [27] de IE-ECAP en aleaciones de vanadio y tantalio, entre otras, establecen que a medida que aumentan los pases, también aumentan los valores de microdureza.

3.3 Estabilidad térmica

Debido a la cantidad de defectos cristalinos introducidos en el material luego de ser sometido a IE-ECAP, se analiza la estabilidad térmica de las muestras procesadas. Por ejemplo, en la investigación de Faezeh Javadzadeh Kalahroudi et. al. [39] encuentran un aumento en los picos de energía de transformaciones de fases, y además, aparecen picos nuevos en muestras procesadas por SPD.

A continuación, se muestran las curvas de DSC de las muestras con los diferentes niveles de deformación. Para la obtención de los termogramas se utilizó el software NETZSCH Proteus®, que tiene las funciones necesarias para llevar a cabo las mediciones en el equipo de DSC NETZSCH 404F3 Pegasus. Luego se procesaron los datos utilizando el software Origin 9.

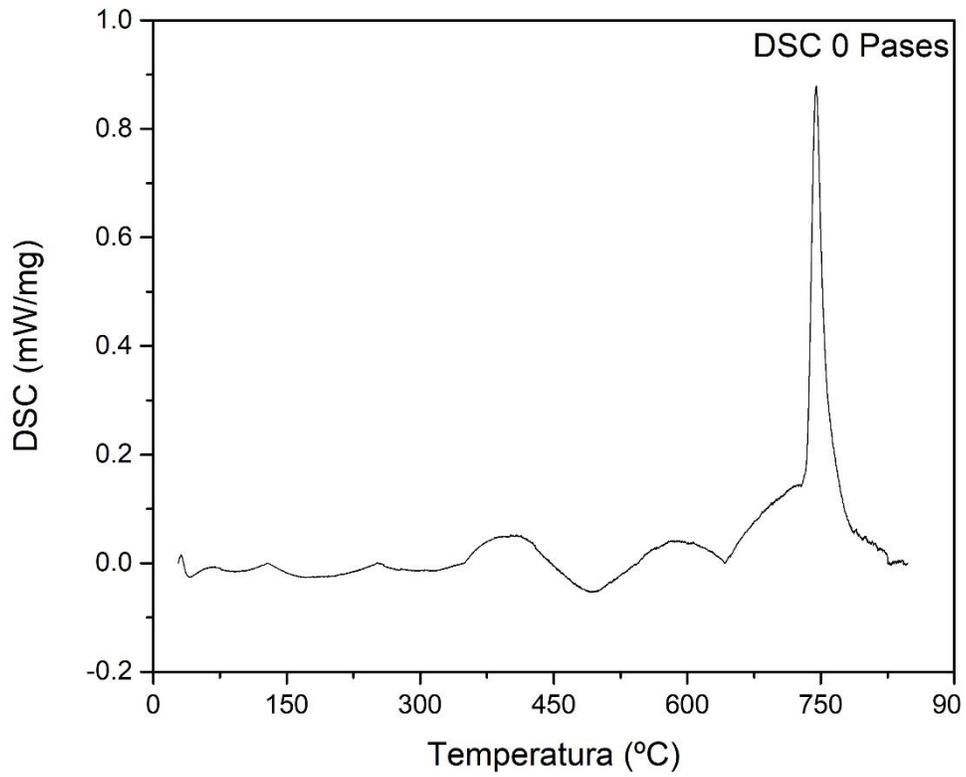


Figura 3.6: DSC de acero 1045 sin pases de IE-ECAP

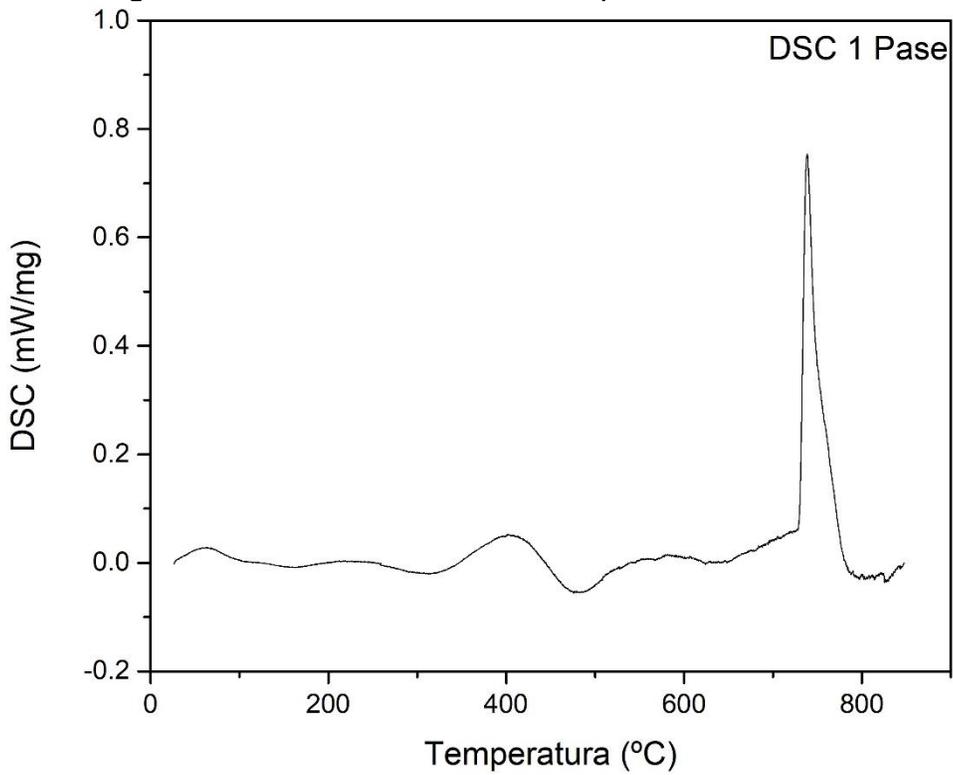


Figura 3.7: DSC de acero 1045 con 1 pase de IE-ECAP

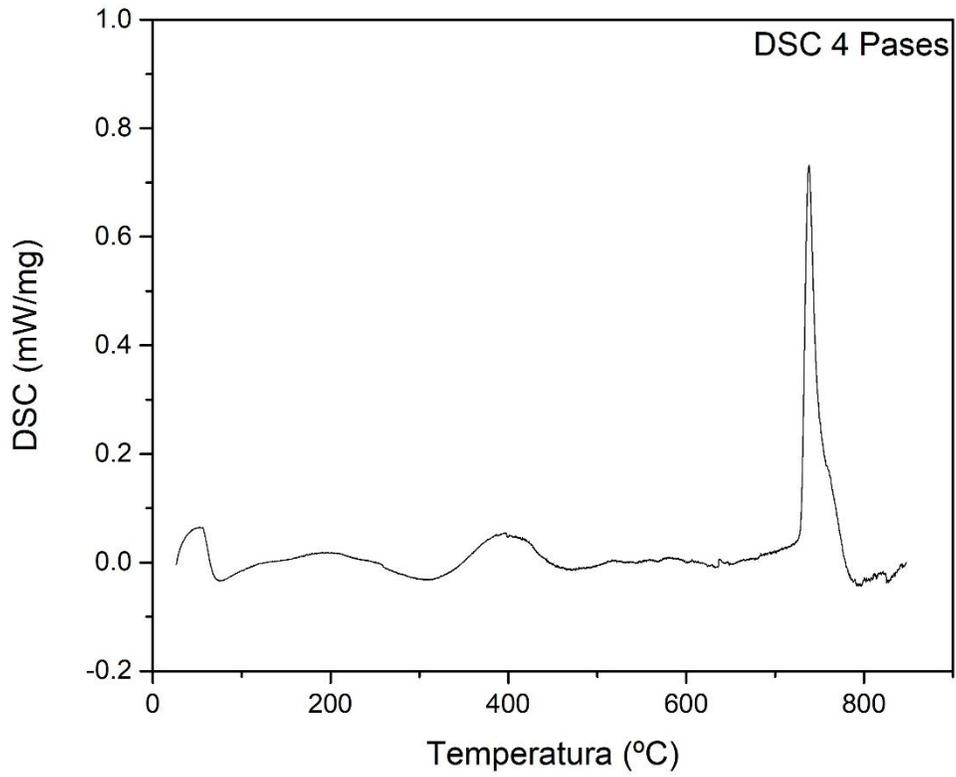


Figura 3.8: DSC de acero 1045 con 4 pases de IE-ECAP

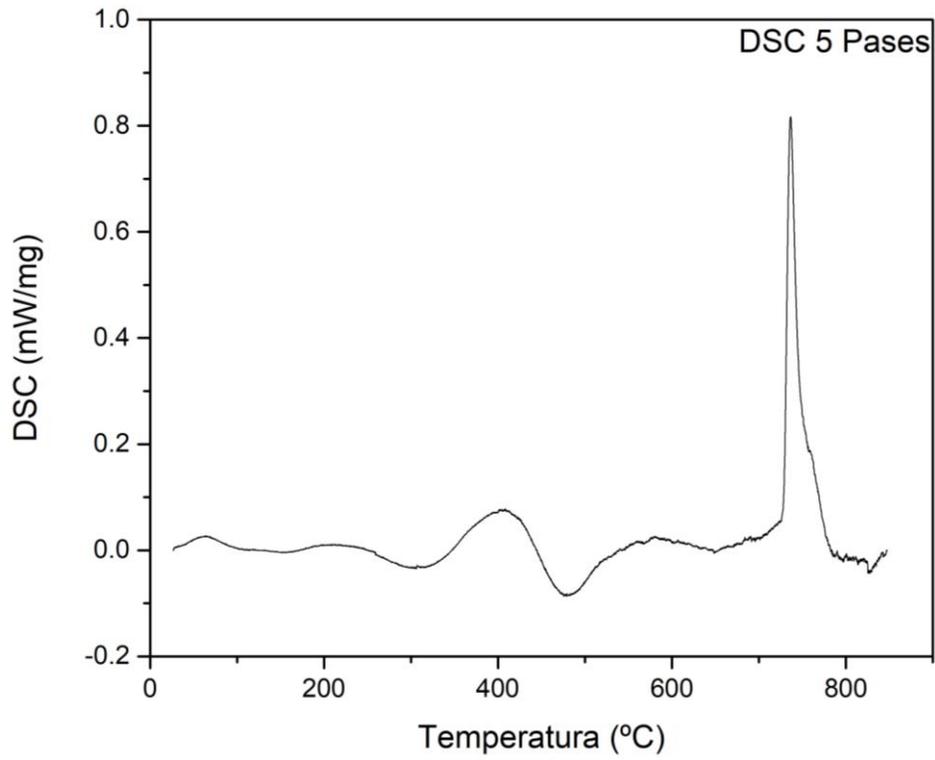


Figura 3.9: DSC de acero 1045 con 5 pases de IE-ECAP

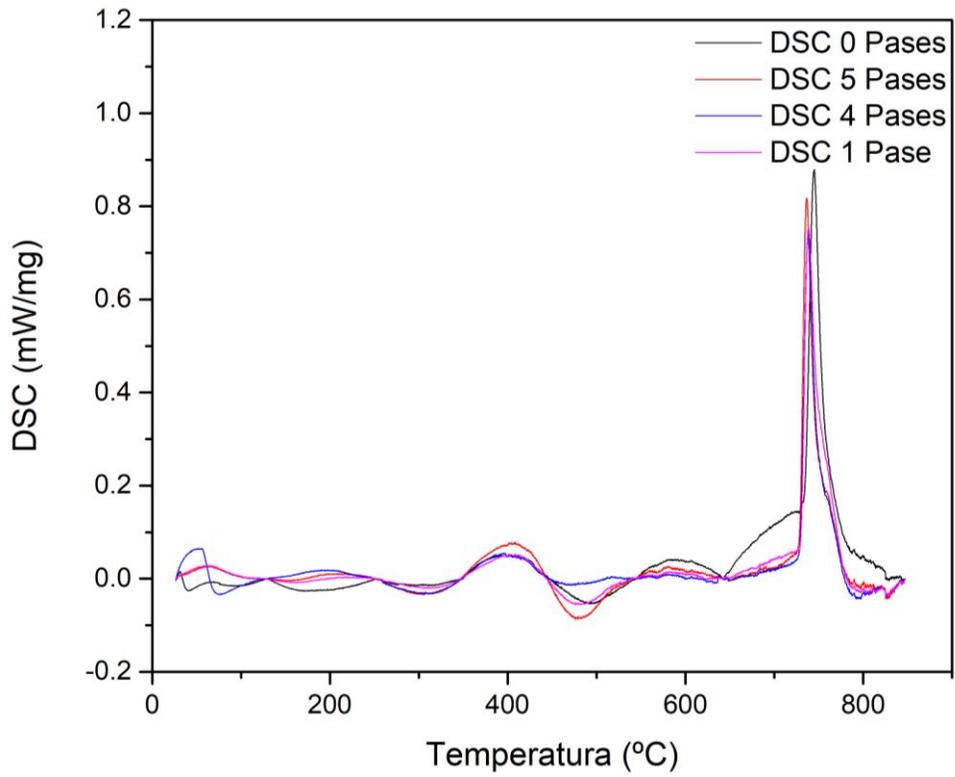


Figura 3.10: DSC de acero 1045 con 0, 1, 4 y 5 pases de IE-ECAP

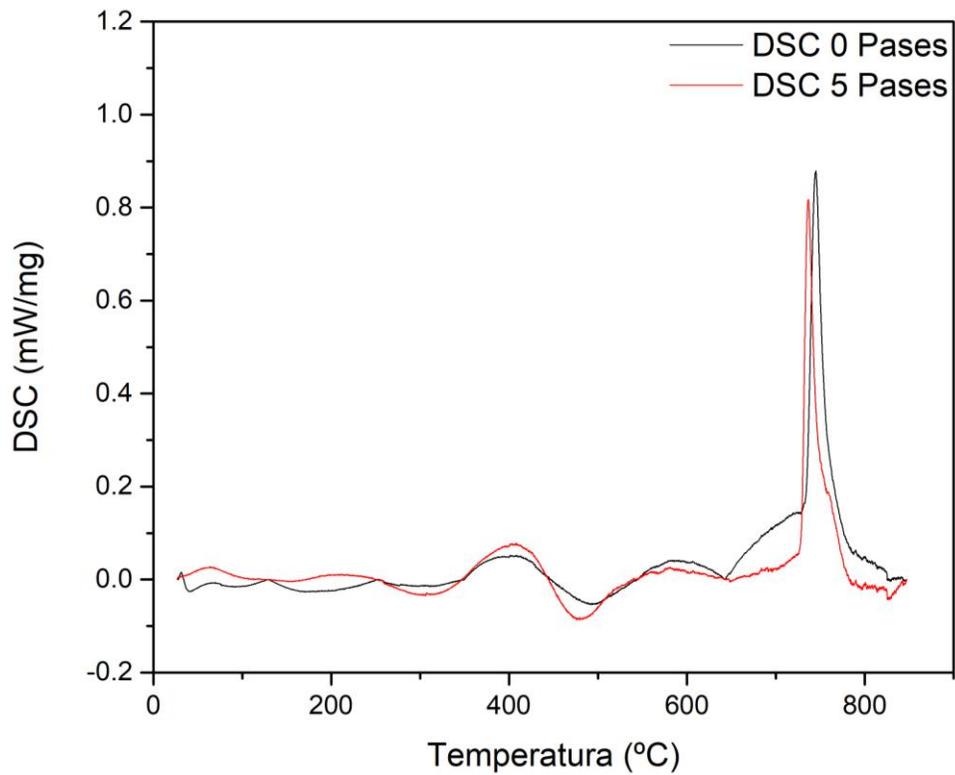


Figura 23.11: DSC de acero 1045 con 0 y 5 pases de IE-ECAP

En las Figuras 3.6-3.11 se muestran los termogramas se ven principalmente dos transformaciones. La primera (exotérmica), que puede estar asociada a la formación de carburos de Fe aprovechando la migración de átomos de carbono de la cementita hacia los límites de grano, así como a la aparición carburos de elementos presentes en la aleación. Esto se presenta alrededor de 400 °C. La segunda transición (endotérmica), puede estar relacionada con la nucleación y crecimiento de los granos de la transformación austenítica, esta se observa alrededor de 730 °C.

No se perciben diferencias en el comportamiento entre material sin procesamiento por IE-ECAP y el material deformado en las curvas de DSC por separado.

En la Figura 3.10 se presentan los resultados de todas las muestras analizadas y se pueden apreciar los cambios asociados con la deformación. En específico, comparando las curvas de DSC del material sin IE-ECAP y el material con 5 pases de IE-ECAP (ver la Figura 3.11), se observa que no aparecen picos nuevos, pero hay diferencias marcadas en el comportamiento térmico entre inicio y final del proceso, con 5 pases de SPD.

Para poder analizar las diferencias del comportamiento térmico del material procesado, a continuación, se tabulan los datos específicos de temperatura de inicio de la transformación austenítica, su pico o temperatura máxima, y la energía absorbida durante esta transformación, esto se presenta en la tabla 3.2.

Tabla 3.2 Datos de DSC de las muestras procesadas por IE-ECAP

Muestra	Temperatura de inicio (°C)	Temperatura máxima (°C)	Energía absorbida (J/g)
0 pases	735.3	745	48.65
1 pase	730.4	738.5	56.78
4 pases	729.8	737.8	52.55
5 pases	728.9	736.6	55.97

Se puede ver que a medida que aumenta la cantidad de pases de IE-ECAP, disminuye el inicio de la transformación austenítica, de 735.3°C en el material sin pases, a 728.9 en el material con 5 pases, hay una diferencia de 6.4°C.

El pico de la transformación austenítica también disminuye, de 745°C a 736.6°C cuando se aumenta a 5 pases, con una diferencia de 8.4°C.

Este comportamiento se entiende, si se tiene en cuenta que la estructura del material procesado por IE-ECAP presenta más defectos cristalinos, a medida que va aumentando la cantidad de deformación con la cantidad de pases, por lo que es ahora un material menos estable térmicamente debido a la cantidad de energía almacenada por deformación, y entonces esto favorezca el inicio de las transformaciones y en este caso comience antes la transformación austenítica, considerando que ésta, es una estructura estable térmicamente.

A diferencia de las temperaturas de la transformación austenítica, que se mantienen disminuyendo, el comportamiento de la energía absorbida en los materiales procesados, es el parámetro que más varía: primero aumenta, de 48.65 J/g a 56.78 J/g entre el material sin procesar y el material procesado con un pase, luego disminuye del primer pase al cuarto, de 56.78 J/g a 52.55 J/g, y posteriormente, del cuarto pase al quinto, vuelve a aumentar, de 52.55 J/g a 55.97 J/g.

3.4 XRD

Para identificar las fases cristalinas presentes en el material antes de ser sometido a IE-ECAP, y su evolución a medida de avanzan los pases de este proceso, el material fue analizado mediante Difracción de Rayos X.

La fase cristalina presente en el caso de este material es la ferrita, en las orientaciones (110) para 45°, (200) para 65 ° y (211) para 82°, de acuerdo a la base de datos COD, sincronizada con el software PANalytical Highscore Plus 3.0.5/3.0e, cuando el material no tiene todavía ningún pase de IE-ECAP (ver Figura 3.12). Aunque el análisis de fases se hizo con el softwre PANalytical

Highscore Plus 3.0.5/3.0e, mientras que el procesamiento de los datos para graficar se hizo en Origin 9.

A continuación, se presentan los difractogramas del material sin procesar (Figura 3.12), con 1 pase de IE-ECAP (Figura 3.13), con 4 pases (3.14), con 5 pases (3.15), y la evolución resumida en un solo gráfico para que sean más visibles los posibles cambios de fases (Figura 3.16).

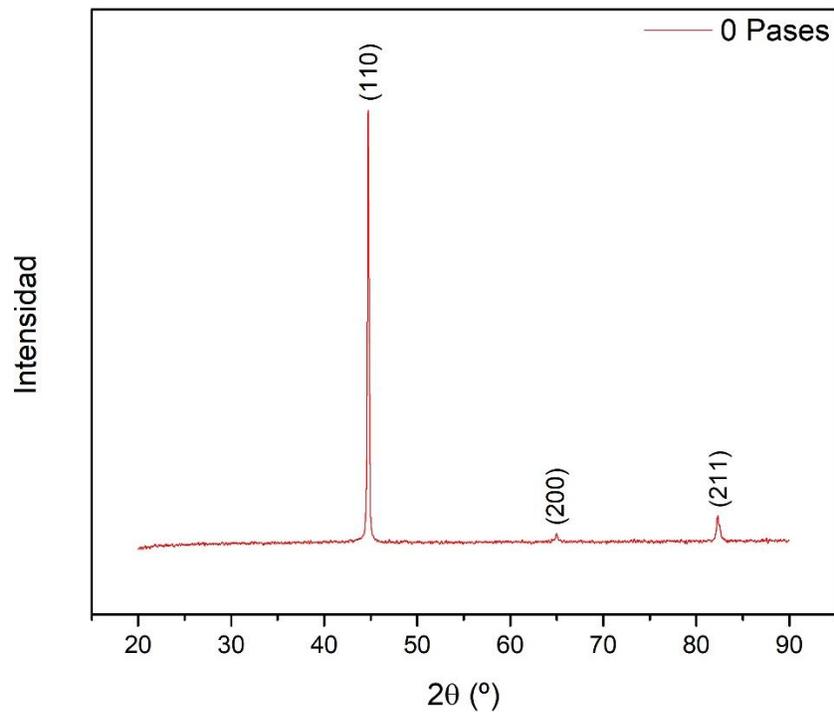


Figura 3.12: XRD del material sin procesar por IE-ECAP

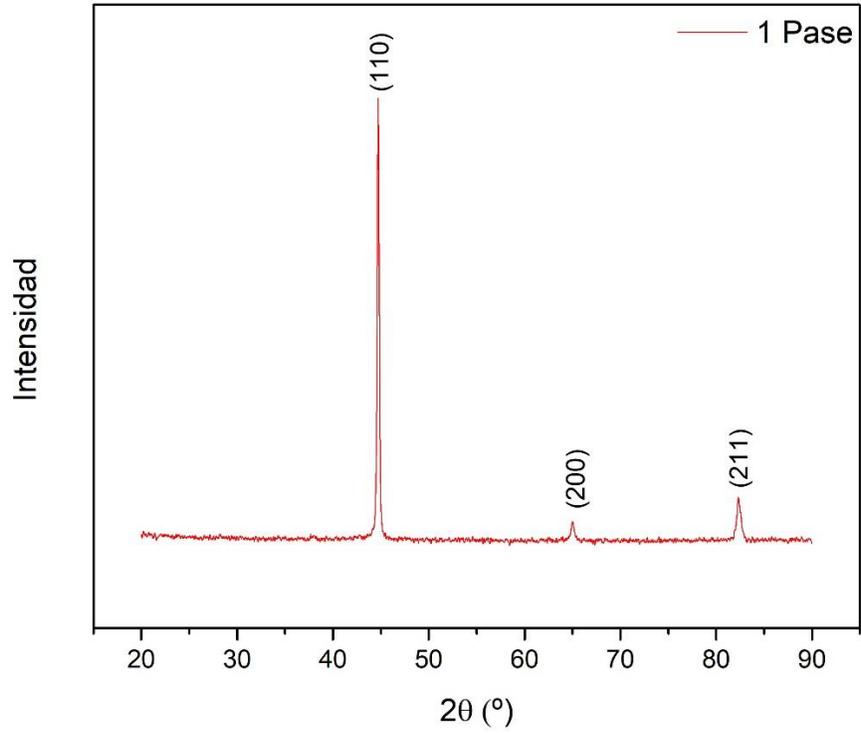


Figura 3.13: XRD del material con 1 pase de IE-ECAP

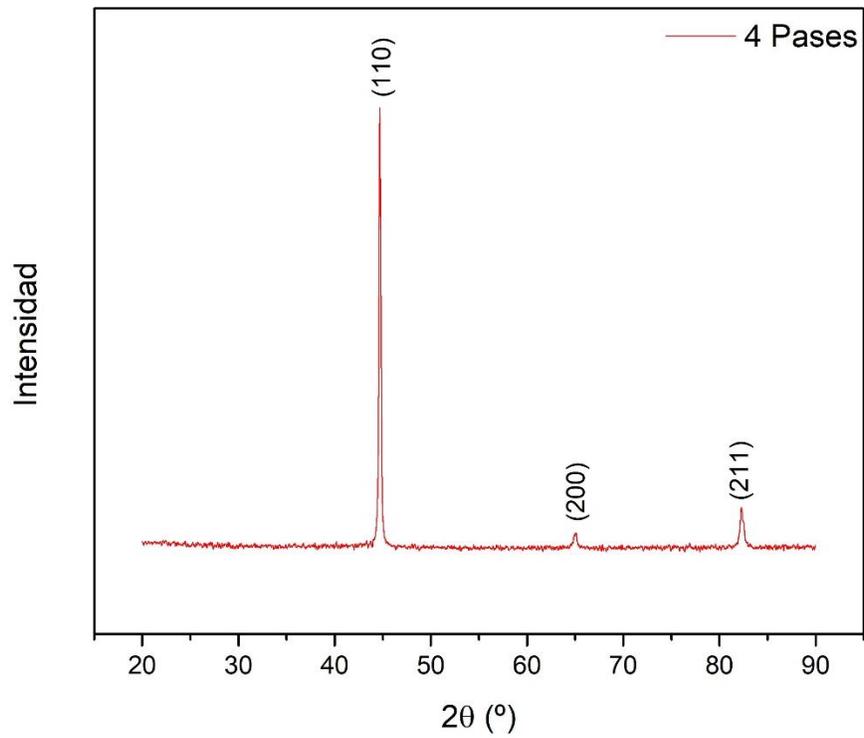


Figura 33.14: XRD del material con 4 pases de IE-ECAP

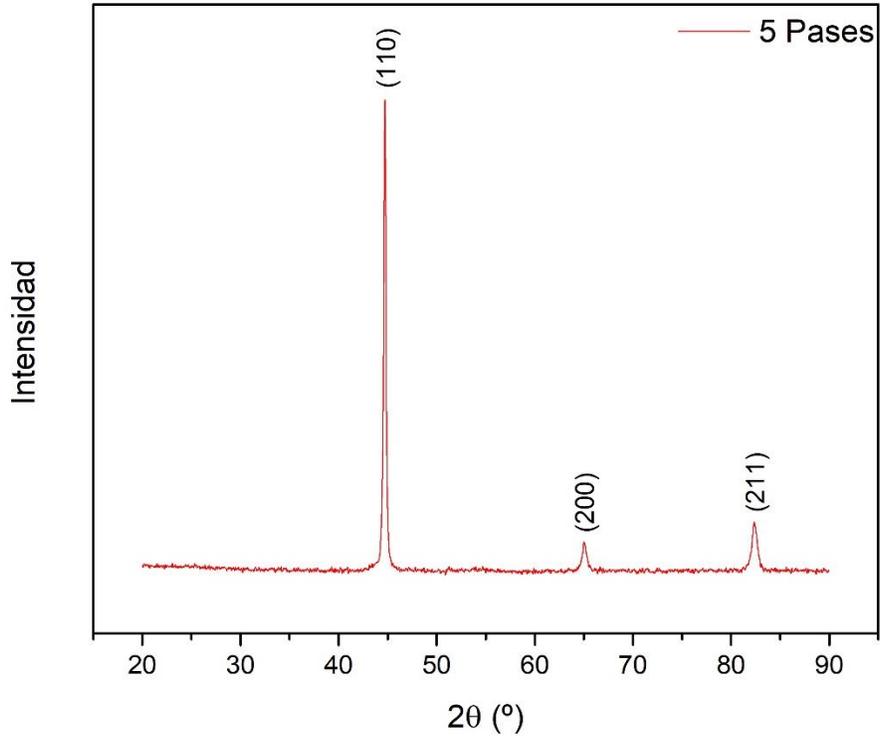


Figura 3.15: XRD del material con 5 pases de IE-ECAP

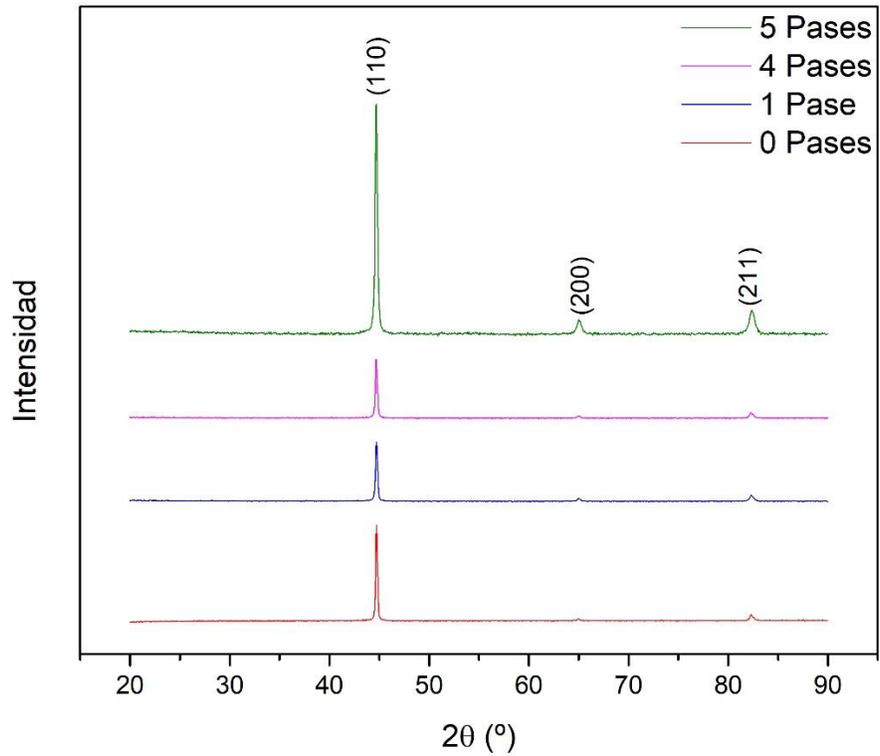


Figura 3.16: Evolución en XRD del material deformado con 0, 1, 4 y 5 pases de IE-ECAP

No se observan nuevas fases después del proceso IE-ECAP. Sin embargo, se presentan cambios en la intensidad y los anchos de los picos ya desde el primer pase. Esto podría indicar que se produce un refinamiento de la estructura, debido a que, como consecuencia de la alta deformación impuesta, puede surgir una subdivisión de los granos de $Fe\alpha$ (110), lo que produciría granos más finos en las orientaciones (200) y (211), que son las orientaciones que aumentan, mientras la orientación (110) disminuye en intensidad.

El ensanchamiento de los picos presentado para los picos $Fe\alpha$ (110) y $Fe\alpha$ (200) puede atribuirse a este mismo proceso de refinamiento de la estructura en estas orientaciones.

Este posible refinamiento de la estructura estaría estrechamente ligado al aumento de la microdureza Vickers encontrado en los ensayos de esta propiedad mecánica, teniendo en cuenta que como se menciona anteriormente, uno de los mecanismos de endurecimiento de materiales, es la disminución del tamaño de grano, que en este caso es consecuencia de los altos niveles de deformación.

En la investigación de D.M. Marulanda et. al. [38] sobre ECAP en un acero de bajo carbono, encuentran el mismo comportamiento en los difractogramas que ejecutan, con un aumento de la intensidad en el ancho de los picos que representan las orientaciones (200) y (211), y una disminución del pico correspondiente a la orientación (110).

Conclusiones

- ✓ El proceso de IE-ECAP resultó ser efectivo en la modificación microestructural.
- ✓ Las propiedades mecánicas mejoraron de manera significativa a medida que la deformación aumentó hasta cinco pases.
- ✓ Este acero presenta un límite de deformación en las condiciones experimentales propuestas de un máximo de cinco pases, correspondiente a una deformación de 5.7. Después de este nivel de deformación aparece agrietamiento significativo.
- ✓ La estabilidad microestructural se ve modificada por las condiciones y nivel de deformación. Este nivel causa modificación en las temperaturas de transformación.
- ✓ Disminuyó la estabilidad térmica de la microestructura, por lo que disminuyeron: la temperatura de inicio de la transformación austenítica y la temperatura máxima de esta transformación.
- ✓ Se obtuvo una estructura con una distribución de fases en la dirección de flujo del proceso de deformación y como consecuencia del flujo en la intersección del canal de extrusión.
- ✓ El mecanismo de endurecimiento es principalmente por acumulación de deformación con cada pase consecutivo de IE-ECAP.
- ✓ Hay un aporte en la modificación de propiedades causada por la redistribución de otras fases, principalmente precipitados.
- ✓ Los resultados de XRD indican un refinamiento de la estructura, sin que exista ningún cambio de fases, además de acumulación de deformación por corrimiento y ensanchamiento de picos. Estos resultados fueron cualitativos.

Recomendaciones

- Extender la cantidad de experimentos a nuevos parámetros de procesamiento.
- Evaluar la homogeneidad de propiedades mecánicas a través del material.
- Realizar tratamientos térmicos en los materiales con deformación del orden de 5.
- Evaluar puntualmente transiciones de fase mediante la combinación de deformación, tratamientos térmicos y nanoindentación.
- Utilizar otras técnicas de SPD para entender los mecanismos que favorecen mejoras en propiedades y sus límites.

Referencias bibliográficas

- [1]. G. Faraji, H. S. Kim; Review of principles and methods of severe plastic deformation for producing ultrafinegrained tubes. *Materials Science and Technology*, 2016.
- [2]. Chen Zhou, Jing Yu, Yanping Qin and Jie Zheng; Grain size effects in polycrystalline gold nanoparticles. *Nanoscale*, 2012, 4, 4228.
- [3]. Kristína Václavová, Josef Stráský, Veronika Polyakova, Jitka Stráská, Jitka Nejezchlebová, Hanuš Seiner, Irina Semenova, Miloš Janeček; Microhardness and microstructure evolution of ultra-fine grained Ti-15Mo and TIMETAL LCB alloys prepared by high pressure torsion. *Materials Science & Engineering A* 682 (2017) 220–228.
- [4]. Pauli Lehto, Heikki Remes, Tapio Saukkonen, Hannu Hänninen, Jani Romanoff; Influence of grain size distribution on the Hall–Petch relationship of welded structural steel. *Materials Science & Engineering A* 592 (2014) 28–39.
- [5]. Terence G. Langdon; Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement. *Acta Materialia* 61 (2013) 7035–7059.
- [6]. Nong Gao, Chuan Ting Wang, Robert J. K. Wood, Terence G. Langdon; Tribological properties of ultrafine-grained materials processed by severe plastic deformation. *J Mater Sci* (2012) 47:4779–4797.
- [7]. Jie Xu, Xinwei Wang, Xiaocheng Zhu, Mahmood Shirooyeh, Jitraporn Wongsan-Ngam, Debin Shan, Bin Guo, Terence G. Langdon; Dry sliding wear of an AZ31 magnesium alloy processed by equal-channel angular pressing. *J Mater Sci* (2013) 48:4117–4127.
- [8]. Dileep BP, Vitala HR, Ravi kumar V, Suraj MM; Effect of ECAP on Mechanical and Micro-Structural Properties Of Al7075-Ni Alloy. *Materials Today: Proceedings* 5 (2018) 25382–25388.

- [9]. P. Snopiński, T. Tański, O. Hilšer, A. Lubos; Effect of ECAP process on structure and hardness of AlMg3 aluminium alloy. Archives of Materials Science and Engineering 82 (79-85). 2017
- [10]. Marta Ciemiorek, Marta Orłowska, and Małgorzata Lewandowska; Ultrafine-Grained Plates and Sheets: Processing, Anisotropy and Formability. Adv. Eng. Mater. 2019
- [11]. Senthilkumar, N., Sudha, J., Muthukumar, V.; A grey-fuzzy approach for optimizing machining parameters and the approach angle in turning AISI 1045 steel. APEM Journal 2015 (195-208).
- [12]. Bhadeshia, Harshad, Honeycombe, Robert. Steels: Microstructure and properties. 4th Edition. Chapter 3: Iron-Carbon Equilibrium and Plain Carbon Steels (59-100) 2017. ISBN 978-0-08-100270-4
- [13]. Soundes Djaziri, Yujiao Li, Gh. Ali Nematollahi, Blazej Grabowski, Shoji Goto, Christoph Kirchlechner, Aleksander Kostka, Stephen Doyle, Jörg Neugebauer, Dierk Raabe, and Gerhard Dehm. Deformation-Induced Martensite: A New Paradigm for Exceptional Steels. Adv. Mater. 2016, 28, 7753–7757
- [14]. Ricardo Angelo da Silva, Antonio Faria Neto. The 4th International Congress on University-Industry Cooperation. Brazil. 2012
- [15]. Matweb: The Online Materials Information Resources. <http://matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=cbe4fd0a73cf4690853935f52d910784&ckck=1>
- [16]. Farzad Nasirpouri, Amir Mostafaei, Leila Fathyunes, Robabeh Jafari. Engineering Failure Analysis 40 (2014) 75–88
- [17]. S.R. Ahmad, A. Arifin, S. Abdullah and S.A.N. Mohamed. Magnetic flux gradient observation during fatigue crack propagation: A case study of SAE 1045 carbon steel used for automotive transmission parts. MATEC Web of Conferences 90 01035 (2017)
- [18]. Aceros Levinson <https://www.aceroslevinson.com/aceros/gradomaquinaria/>

- [19]. Ghader Faraji, Hyoung Seop Kim, Hessam Torabzadeh Kashi; Severe Plastic Deformation: Methods, Processing and Properties; Chapter 1 - Fundamentals of Severe Plastic Deformation. 2018 (19-36).
- [20]. Rajeev Kapoor. Materials under extreme conditions. Chapter 20: Severe plastic deformation of materials. 2017 (717-750). Elsevier
- [21]. R. N. Harsha, V. Mithun Kulkarni, B. Satish Babu; Severe Plastic Deformation- A Review. Materials Today: Proceedings 5 (2018) 22340–22349.
- [22]. Terence G. Langdon. The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing. Materials Science and Engineering A 462 (2007) 3–11
- [23]. Hongfei Wang, Chunyan Ban, Tipeng Qin, Nannan Zhao, Sitong Liu, Yiyao Kang, Jianzhong Cui. Effect of extrusion routes on thermal stability of pure titanium processed by equal channel angular pressing. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 768 (2020) 022020
- [24]. P. Snopiński, T. Tański, K. Matus, S. Rusz. Microstructure, grain refinement and hardness of Al–3%Mg aluminium alloy processed by ECAP with helical die. Archives of civil and mechanical engineering 19 (2019) 287–296
- [25]. Vahid Ayati, Mohammad Habibi Parsa and Hamed Mirzadeh. Deformation of Pure Aluminum Along the Groove Path of ECAP-Conform Process. Advanced engineering materials 2016, 18, No. 2
- [26]. J.-P. Mathieu, S. Suwas, A. Eberhardt, L.S. Tóth, P. Moll. A new design for equal channel angular extrusion. Journal of Materials Processing Technology 173 (2006) 29–33
- [27]. B. Omranpour, L. Kommel, V. Miklia, E. Garcia, J. Huot, Nanostructure development in refractory metals: ECAP processing of Niobium and Tantalum using indirect-extrusion technique, International Journal of Refractory Metals & Hard Materials 79 (2019) 1–9
- [28]. S Surendarnath, K Sankaranarayananasamy, B Ravisankar. Experimental investigation on the performance of an improved equal channel angular pressing die. IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 63 (2014) 012011

- [29]. William D. Callister, Jr. David G. Rethwisch. Materials Science and Engineering: An Introduction. 9th Edition. Chapter 4: Imperfections in Solids (105-139) 2014. Wiley
- [30]. William D. Callister, Jr. David G. Rethwisch. Materials Science and Engineering: An Introduction. 9th Edition. Chapter 6: Mechanical Properties of Metals (168-215) 2014. Wiley
- [31]. Muhammad Sajid Hamid Akash, Kanwal Rehman. Essentials of Pharmaceutical Analysis. Chapter 17 Differential Scanning Calorimetry (199-205) Springer 2020
- [32]. William D. Callister, Jr. David G. Rethwisch. Materials Science and Engineering: An Introduction. 9th Edition. Chapter 3. The Structure of Crystalline Solids (51-105) 2014. Wiley
- [33]. Web oficial de Struers <https://www.struers.com/es-ES>
- [34]. Web Unitron <https://microscopes.unitronusa.com/unitron-microscopes/metallurgical-microscopes/mec4.html>
- [35]. Web Matsuzawa http://www.matsuzawa-ht.com/us/item/m_vick.htm
- [36]. Web Netzsch <https://www.netzsch-thermal-analysis.com/en/products-solutions/differential-scanning-calorimetry/dsc-404-f3-pegasus/>
- [37]. D.M. Marulanda, J. Cuellar, C. Rojas, L.M. Acosta. Microestructura y propiedades mecánicas del Acero AISI 1016 calibrado procesado por ECAP. Univ. Sci. 2014, Vol. 19 (2): 139-146
- [38]. M. Nagaraj, P. Deena, B. Ravisankar. Thermal Stability and Mechanical Behaviour of Equal Channel Angular Pressed Structural Steel IS2062. Trans Indian Inst Met. 72, 2581–2589(2019)
- [39]. Faezeh Javadzadeh Kalahroudi, Hamidreza Koohdar, Hamid Reza Jafarian, Yi Haung, Terence G. Langdon, Mahmoud Nili-Ahmadabadi. On the microstructure and mechanical properties of an Fe-10Ni-7Mn martensitic steel processed by high-pressure torsion. Materials Science & Engineering A 749 (2019) 27–34.