

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE CIENCIAS GEOLÓGICAS

Departamento de Cristalografía y Mineralogía



TESIS DOCTORAL

**Superplasticidad de las aleaciones aeronáuticas de aluminio 2024 y
magnesio WE54 mediante procesado severo
por fricción-agitación (FSP)"**

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTORA

PRESENTADA POR

Marta Álvarez Leal

Directores

**Óscar Antonio Ruano Mariño
Fernando Carreño Gorostiaga
Alberto Orozco Caballero**

**Madrid
Ed. electrónica 2019**

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID
FACULTAD DE CIENCIAS GEOLÓGICAS
DEPARTAMENTO DE CRISTALOGRAFÍA Y MINERALOGÍA



**SUPERPLASTICIDAD DE LAS ALEACIONES
AERONÁUTICAS DE ALUMINIO 2024 Y MAGNESIO
WE54 MEDIANTE PROCESADO SEVERO POR
FRICCIÓN-AGITACIÓN (FSP)**

Tesis Doctoral de:

MARTA ÁLVAREZ LEAL

Directores:

ÓSCAR ANTONIO RUANO MARIÑO
FERNANDO CARREÑO GOROSTIAGA
ALBERTO OROZCO CABALLERO



DEPARTAMENTO DE METALURGIA FÍSICA
CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACIONES METALÚRGICAS
CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS

Agradecimientos

A mi madre, creadora de todo

A mi padre, soporte vital

A mi hermano, por quererme tanto

En primer lugar, he de decir que no me puedo creer que esté escribiendo estas líneas, evidencia de que esto se acaba después de tanto trabajo y esfuerzo. He fantaseado mucho con encontrarme en este punto escribiendo mis agradecimientos a las personas que han participado de mi camino doctoral.

Aunque ha sido muy difícil para mí cambiar de ámbito científico, de la licenciatura en geología a metalurgia física, me alegro profundamente de haber estudiado una carrera tan preciosa la cual engloba lo más profundo de las ciencias y capacita para cualquier reto.

Me gustaría comenzar agradeciendo a Fernando Carreño su confianza en mí desde el principio, aceptando mis cambios en las distintas etapas y siempre con esa disposición a la comunicación tanto personal como científica.

A Oscar Ruano por su inmenso conocimiento que ha tratado de transmitirme siempre, especialmente al principio, cuando me quedaba todo por aprender. Espero que pueda seguir aprovechando tu sabiduría en esta nueva etapa que empieza.

A Alberto Orozco, por su soporte emocional, personal y profesional en todos los momentos de mi doctorado. Por decidir ser partícipe de la aventura de dirigirme y ser siempre tan generoso. Quiero que sepas que siempre estaré agradecida y dispuesta a emprender proyectos con un profesional de tu nivel. También para unas cañas.

Me alegro de que los tres hayáis sido mis directores de tesis.

A Sol López, la tutora de mi tesis, mi madre científica, mi guía siempre que me tuerzo. Por la capacidad de meter presión y cariño equilibradamente para que las maquinarias funcionen. No tengo manera de decirte cuanto me importas y lo que te quiero.

Agradezco al Ministerio de Ciencia Innovación y Universidades por la beca-contrato FPI concedida en 2014. Así agradezco al CENIM, CSIC por su acogida y por las facilidades de muchas de las personas que trabajan en este centro.

Agradezco al mismo ministerio la concesión de las dos becas para las estancias breves en Alemania los años 2015 y 2016. A la Universidad del Ruhr de Bochum, especialmente al Dr.-Ing. Gunther Eggeler por absolutamente todo. También a Mahmut Ersanli por su ayuda y especialmente a Kuroschi Mirheli por su inmensa y bonita amistad. A la Universidad Técnica de Berlín, especialmente al Prof. Dr. Walter Reimers.

A la Dra. Pilar Rey y a David Verdera, del Centro Tecnológico AIMEN, donde en las múltiples estancias se realizó el procesado por FSP de los materiales. Gracias David por almorzar conmigo y aguantar las largas sesiones de trabajo.

Gracias a la facultad de Ciencias Geológicas al completo, al departamento de Cristalografía y Mineralogía por brindarme facilidades siempre en mi aprendizaje e interés en los materiales.

En lo personal comenzaré por mis amigos del CENIM.

Antes que nadie, mis chicas. Ruth, por ser básicamente la caña de España, por tu apoyo siempre y las risas en momentos inesperados con tus bromas geniales, te adoro. Ana, por tu precioso carácter que arrasa con el que se ponga delante, eres un modelo de mujer y una consejera práctica e avispada. Sara, tienes una inteligencia emocional brutal, tenías que haber sido psicóloga, me parto de risa con tus puntazos. Tienes una capacidad de trabajo admirable. Edurne, compañeras de trabas vitales, gracias por haber estado en momentos tremendos. Gracias por existir a todas. David, "Deivid", gracias por haber venido al CENIM a ser mi compañero de despacho. ¡Eres lo mejor!, positivo, alegre, bueno y muy parecido a mí en muchas cosas.

A Juan, sabes que has sido todo para mí. Te odié a veces por forzarme a seguir muy al principio cuando no sabía qué hacer y por darme la idea de un doctorado invitándome a continuar en Madrid. Ahora con perspectiva me siento orgullosa de que leas mi tesis (o al menos el resumen, je je). Espero que me quieras mínimo un cuarto de lo que te quiero yo a ti.

Gracias a las mujeres de mi vida. Carlota por ser la hermana que nunca tuve, mi alma gemela y mi otra mitad. Por tener el mismo humor que yo, por conectar conmigo con el alma y por ser tan absolutamente bonita. Alba por ser tan talentosa y resuelta, por compartir todas mis aficiones, por darme esta sensación de esperanza tan grande. A Vicky por acompañarme desde pequeña, por representar la fuerza ante las dificultades y por tu sinceridad. Al resto de mis chicas, os adoro a todas.

A mi FFF, mi Paco, por estar compartiendo tu vida conmigo, por apostar por mi (mi abuela diría que te llevas una joyita), no dejemos que se vaya nunca este amor tan inmenso, no dejes de existir nunca, no me faltes ni un día que siempre estaré a tu lado. Te quiero.

Por último, a mi familia, el eje que todo lo mueve en mi vida. A la abuela Paqui, por no entender qué demonios hago tanto tiempo, pero apoyarme. A mi hermano por idealizarme y chulearse de hermana con todo el mundo pensando que soy la mejor.

A papá, a quien no puedo escribir sin llorar. Ya sabes la relación tan diferente que tenemos, te quiero tanto que creo que nunca lo vas a saber bien. Gracias por cada ayuda, por tu soporte económico y moral. Por tu inmensa preocupación cuando me encuentro mal.

A mamá..., que vas la última. Cierras mi texto. Eres todo para mí, te nombro siempre cuando hablo, vives en mi alma cada instante. Eres la luz que lo ilumina todo. Eres la que más has sufrido mis quejas, mis cansancios y mis altibajos. Sin ti nada de esto habría sido posible. Sin ti, sería una persona peor, pero gracias a tu constante guía espiritual siempre tengo un centro. Te necesito en cada momento a sí que no estés lejos nunca, que yo no lo estaré.

Os quiero.

ÍNDICE DE CONTENIDOS

Resumen.....	1
1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS	5
1.1. ALEACIONES DE ALUMINIO.....	5
1.1.1. Explotación y producción	5
1.1.2. Usos, importancia y nomenclatura	7
1.1.3. Cristalografía y propiedades mecánicas	10
1.1.4. Aleación Al 2024.....	11
1.2. ALEACIONES DE MAGNESIO	12
1.2.1. Explotación y producción	12
1.2.2. Usos, importancia y nomenclatura	13
1.2.3. Cristalografía y propiedades mecánicas	15
1.2.4. Aleación Mg WE54	17
1.3. MECANISMOS DE ENDURECIMIENTO.....	18
1.3.1. Endurecimiento por afino de grano	18
1.3.2. Endurecimiento por solución sólida.....	19
1.3.3. Endurecimiento por precipitación.....	19
1.3.4. Endurecimiento por deformación	21
1.4. DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA.....	22
1.4.1. Cambios microestructurales durante DPS	22
1.4.2. FSP	24
1.4.2.1. Aplicaciones del FSP	26
1.4.2.1.1. Industria aeroespacial.....	26
1.4.2.1.2. Industria de automoción	27
1.4.2.1.3. Industria marítima	28
1.4.2.1.4. Investigación y aplicaciones futuras	28
1.5. COMPORTAMIENTO A ALTA TEMPERATURA.....	30
1.5.1. Fluencia difusional o newtoniana (n=1).....	30
1.5.2. Deslizamiento de fronteras de grano (n=2).....	31

1.5.3. Fluencia por movimiento de dislocaciones	33
1.5.3.1. Arrastre de solutos o "Solute drag" (n=3).....	34
1.5.3.2. Fluencia controlada por trepado de dislocaciones (n=5)	35
1.5.3.3. Movimiento de dislocaciones a subestructura constante (n=8)	35
1.6. OBJETIVOS	37
1.6.1. Aportaciones para Al 2024 y Mg WE54	37
1.7. REFERENCIAS	39
2. MATERIAL Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	47
2.1. MATERIALES	47
2.1.1. Aleación de magnesio WE54.....	47
2.1.2. Aleación de aluminio 2024.....	47
2.2. PROCESADO POR FSP	48
2.3. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL.....	54
2.3.1. Elección de la muestra	54
2.3.1.1. Muestras de los materiales de partida	54
2.3.1.2. Muestras procesadas por FSP	54
2.3.1.3. Probetas ensayadas a tracción	55
2.3.2. Microscopía óptica	56
2.3.3. Microscopía electrónica de barrido	56
2.3.4. Difracción de electrones retrodispersados	57
2.3.5. Microscopía electrónica de transmisión	60
2.4. CARACTERIZACIÓN MECÁNICA.....	62
2.4.1. Ultramicroindentación instrumentada	62
2.4.2. Ensayos de tracción uniaxial.....	63
2.4.3. Análisis de las curvas de tracción	64
2.5. BIBLIOGRAFÍA	67
3. ALEACIÓN Al 2024.....	71
3.1. RESULTADOS DE LA ALEACIÓN AL 2024.....	71
3.1.1. Procesado por FSP.....	71
3.1.2. Microestructura	72

3.1.2.1. Microestructura del material de partida	72
3.1.2.2. Microestructura del material procesado por FSP.....	74
3.1.2.2.1. Microscopía electrónica de transmisión.....	74
3.1.2.2.2. Difracción de electrones retrodispersados (EBSD).....	82
3.1.2.2.3. Microscopía electrónica de barrido de probetas ensayadas en tracción a rotura a alta temperatura	93
3.1.3. Propiedades mecánicas.....	103
3.1.3.1. Ultramicroindentación	103
3.1.3.1.1. Materiales procesados por FSP.....	103
3.1.3.2. Ensayos a tracción a temperaturas intermedias y altas.....	105
3.1.3.2.1. Material de partida	105
3.1.3.2.1.1. Ensayos a velocidad de travesaño constante	105
3.1.3.2.1.2. Ensayos con cambios en la velocidad de deformación.....	107
3.1.3.2.2. Material procesado por FSP	109
3.1.3.2.2.1. Ensayos a velocidad de travesaño constante	109
3.1.3.2.2.2. Ensayos con cambios en la velocidad de deformación.....	116
3.2. DISCUSIÓN DE LA ALEACIÓN AL 2024.....	123
3.2.1. Relación tratamiento térmico - precipitación.....	123
3.2.1.1. Tamaño y desorientación de grano/subgrano.....	126
3.2.1.2. Reducción de la textura cristalográfica	131
3.2.2. Propiedades mecánicas a temperaturas intermedias y altas. Determinación de los mecanismos de deformación.....	132
3.2.2.1. Mecanismos de deformación: Material de partida.....	133
3.2.2.2. Mecanismos de deformación: Material procesado por FSP	134
3.2.2.2.1. Incremento en la ductilidad	138
3.2.2.2.2. Descenso de la tensión máxima	140
3.2.2.2.3. Disminución del exponente de la tensión.....	142
3.2.2.2.4. Disminución de la energía de activación	144
3.2.2.2.5. Predicción del comportamiento mecánico	147
3.3. CONCLUSIONES DE LA ALEACIÓN AL 2024.....	150

3.4. BIBLIOGRAFÍA AI 2024.....	153
4. ALEACIÓN Mg WE54.....	159
4.1. RESULTADOS DE LA ALEACIÓN WE54	159
4.1.1. Tratamientos térmicos.....	159
4.1.2. Procesado por FSP.....	159
4.1.3. Microestructura	160
4.1.3.1. Microestructura del material de partida	160
4.1.3.2. Microestructura del material tratado térmicamente.....	163
4.1.3.3. Microestructura del material procesado por FSP.....	165
4.1.3.3.1. Microscopía óptica.....	165
4.1.3.3.2. Microscopía electrónica de barrido	165
4.1.3.3.3. Difracción de electrones retrodispersados (EBSD).....	166
4.1.3.3.4. Microscopía electrónica de barrido de probetas ensayadas en tracción a rotura a alta temperatura	174
4.1.4. Propiedades mecánicas.....	181
4.1.4.1. Ultramicroindentación	181
4.1.4.1.1. Materiales de partida WE54 T6 y TT	181
4.1.4.1.2. Materiales procesados por FSP.....	182
4.1.4.2. Ensayos de tracción a temperaturas intermedias y altas	184
4.1.4.2.1. Material de partida	184
4.1.4.2.1.1. Ensayos a velocidad de travesaño constante	184
4.1.4.2.1.2. Ensayos con cambios en la velocidad de deformación.....	186
4.1.4.2.2. Material procesado por FSP.....	187
4.1.4.2.2.1. Ensayos a velocidad de travesaño constante	187
4.1.4.2.2.2. Ensayos con cambios en la velocidad de deformación.....	194
4.2. DISCUSIÓN DE LA ALEACIÓN Mg WE54	200
4.2.1. Procesado por FSP.....	200
4.2.2. Aspectos microestructurales	200
4.2.2.1. Relación tratamiento térmico - precipitación.....	200
4.2.2.2. Tamaño y desorientación de grano/subgrano.....	203

4.2.3. Propiedades mecánicas a temperaturas intermedias y altas. Determinación de los mecanismos de deformación.....	206
4.2.3.1. Mecanismos de deformación: Material de partida.....	207
4.2.3.2. Mecanismos de deformación: Material procesado por FSP	209
4.2.3.2.1. Incremento en la ductilidad	215
4.2.3.2.2. Descenso de la tensión máxima.....	218
4.2.3.2.3. Disminución del exponente de la tensión.....	221
4.2.3.2.4. Disminución de la energía de activación	223
4.2.3.2.5. Predicción del comportamiento mecánico	225
4.3. CONCLUSIONES DE LA ALEACIÓN WE54	229
4.4. BIBLIOGRAFÍA Mg WE54	232
5. CONCLUSIONES GENERALES.....	237
6. TRABAJOS FUTUROS	241
7. ABSTRACT	245
8. GENERAL CONCLUSIONS	249

Resumen

Cada año el consumo de materiales metálicos se incrementa en la industria de manufactura a nivel global y, por lo tanto, se requieren procesos de conformado de mayor rapidez. Además, todas las industrias mejoran cada día los procesos tecnológicos para ahorrar energía y preservar el medio ambiente, manteniendo modelos de negocio económicamente viables. La industria del conformado superplástico tiene una serie de ventajas adicionales a la de los procesos de conformado convencionales, ya que puede operar más rápido y fabricar piezas de geometrías más complejas. Los materiales metálicos con tamaños de grano fino y con una gran desorientación cristalográfica pueden presentar una potencial superplasticidad debido a la activación del mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano (DFG). La operación de DFG permite deformar el material mediante esfuerzos extraordinariamente bajos y obtener ductilidades muy elevadas a temperaturas intermedias y altas. Además, la reducción del tamaño de grano mejora también las propiedades mecánicas a temperatura ambiente que, según la relación Hall-Petch, consiste en la obtención de mayores resistencias cuanto menor sea el tamaño de grano. En este sentido, se ha probado que el procesado por Fricción-Agitación (FSP) es una técnica muy efectiva para el afino del grano. El FSP es fácil de usar en cualquier industria, cuenta con una herramienta que no se desgasta, puede procesar formas complejas y no es contaminante ni tóxico. Las aleaciones ligeras, principalmente las de aluminio y magnesio, son de especial interés para ser procesadas por FSP ya que han de ser ampliamente utilizadas en aplicaciones estructurales, cada vez más demandante de un mejor comportamiento en servicio, por lo que es necesario mejorar sus propiedades mecánicas para que puedan ser competitivas.

En la presente tesis doctoral se han procesado por deformación plástica severa (DPS) mediante la técnica de fricción-agitación (FSP) dos aleaciones ligeras utilizadas principalmente en la industria aeronáutica y automotriz (Al 2024 y Mg WE54). El objetivo principal fue disminuir el índice calorífico (IC) al mínimo y, por lo tanto, aumentar la severidad a las condiciones más extremas para obtener microestructuras ultrafinas. El límite de procesado lo marcó el fallo del material y/o la herramienta de procesado. El IC se varió combinando distintas velocidades de rotación de la herramienta, ω (rpm) y velocidad transversal, V (mm / min). Se alcanzaron velocidades de procesado de 1000 mm / min para Mg WE54 y 1400 mm / min para Al 2024. Estos valores son

record para estos materiales mediante FSP y no se han descrito en la bibliografía anteriormente. Para minimizar el crecimiento del tamaño de grano tras el paso de la herramienta debido al calor residual de procesado se seleccionaron dos soportes con diferentes velocidades de extracción de calor, uno de acero y uno de cobre refrigerado con nitrógeno líquido (a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$). Además, se estudió la influencia del estado de precipitación de los materiales de partida. Para ello, ambos materiales fueron tratados para obtener los estados de mínima y máxima dureza.

La microestructura fue analizada principalmente por MEB, MET y EBSD, mientras que las propiedades mecánicas se analizaron en una máquina de tracción y un dispositivo de nano-indentación. El tamaño de grano nanométrico se logró en las condiciones más severas y con la extracción de calor más rápida. Modificando la microestructura mediante un severo FSP, se lograron extraordinarios afinos de grano ($\sim 810\text{ nm}$ en WE54 y $\sim 100\text{ nm}$ en Al 2024) y, debido a esto, se alcanzó una mejora importante de las propiedades mecánicas. Principalmente, se obtuvo superplasticidad en una ventana de temperaturas amplia a alta velocidad de deformación y a temperaturas más bajas de lo habitual. A 10^{-2} s^{-1} a 300 y $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, se obtuvieron ductilidades de casi un 300% y un 500% en el Al 2024 y más de 400% y un 750% en el Mg WE54, respectivamente.

En la presente investigación se encontró que las condiciones óptimas de procesado combinan el IC mínimo con una alta velocidad de extracción de calor, alcanzando así microestructuras nanométricas. El procesado por FSP en las condiciones propuestas en esta tesis facilita el conformado superplástico en condiciones altamente competitivas para la industria. Por lo tanto, es posible fabricar piezas complejas con tensiones y temperaturas más bajas y a velocidades de deformación más altas, con el consecuente ahorro económicos y energético para la industria.

1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

1. INTRODUCCIÓN Y OBJETIVOS

Hace unos 8000 años, con el comienzo de la denominada edad de los metales en los inicios del Neolítico, el ser humano comenzó a fundir metales para fabricar objetos. En general, los metales poseen buenas propiedades mecánicas, un alto módulo elástico, aguantan grandes deformaciones antes de producirse un fallo debido a su gran ductilidad y poseen gran resistencia. Muchos de ellos son materiales abundantes en la tierra, reciclables y reutilizables y poseen buenas propiedades eléctricas y magnéticas. En la actualidad se seleccionan por sus propiedades específicas dependiendo de los usos finales. La utilización de estos materiales ha sido clave para el desarrollo de la tecnología en la sociedad y están presentes en prácticamente todos los objetos y procesos que nos rodean y han hecho posible el estilo de vida actual. No obstante, pese ser usados desde hace milenios es necesario mejorar y optimizar procesos industriales, desarrollar nuevos materiales, mejorar las propiedades de los existentes y fomentar su reciclabilidad, permitiendo asegurar un futuro mejor, más eficiente y más sostenible.

1.1. ALEACIONES DE ALUMINIO

1.1.1. Explotación y producción

El aluminio es el tercer elemento químico más abundante y el metal más abundante en la corteza terrestre, así como elemento constituyente de una amplia gama de minerales. El principal es la bauxita, formada en mayor parte por hidróxido de aluminio (Figura 1.1). La bauxita es además la mena preferida del aluminio debido a que es la que está más libre de impurezas (puede contener principalmente impurezas de óxido férrico y sílice). La extracción de la alúmina (Al_2O_3) desde la bauxita se realiza principalmente mediante el proceso Bayer [1]. En este proceso se utiliza soda cáustica (NaOH) para lixiviar la bauxita produciendo aluminato de sodio soluble (NaAlO_2). Posteriormente el aluminato se descompone y da lugar a $\text{Al}(\text{OH})_3$ que es calcinado para la obtención de Al_2O_3 . El aluminio fundido se obtiene a partir de un proceso electrolítico que rompe los enlaces químicos de la alúmina. Los últimos pasos son la purificación del metal, alearlo según requerimientos y moldearlo en lingotes.

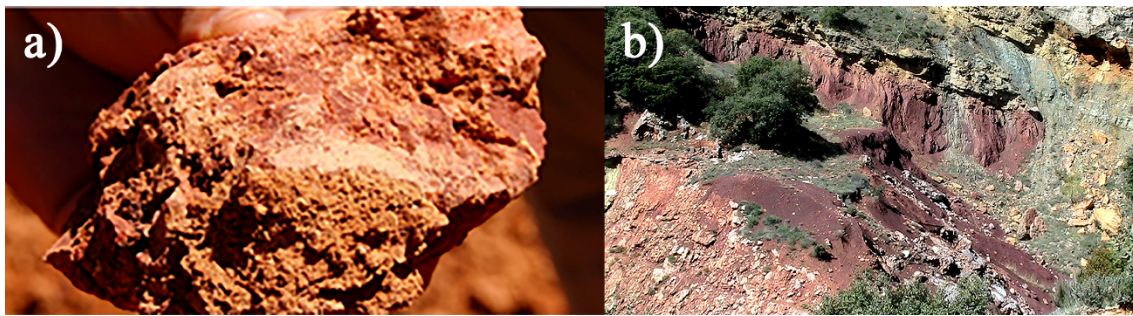


Figura 1.1. a) Bauxita y b) cantera de explotación de bauxita.

La producción mundial de este metal aumenta cada año (Figura 1.2). Los datos muestran un aumento del 1,7% con una esperanza de aumento en 2018 mayor impulsado por la fuerte demanda de aluminio en las numerosas aplicaciones en Europa. Globalmente, China representa más del 55% de la producción mundial y Europa un 8%, aproximadamente la mitad de la cual proviene de la UE [2]. Los datos de 2017 confirman el continuo aumento de la demanda de aluminio semifabricado en Europa. Ésto se refiere a productos obtenidos del procesamiento de lingotes de aluminio que deben someterse a un mayor procesamiento antes de ser utilizados en las aplicaciones finales. La creciente demanda (> 3%) de los productos laminados fueron impulsados principalmente por las industrias del transporte (principalmente la automotriz) y el embalaje. Ambos mercados representan más del 60 por ciento total del mercado de los laminados de aluminio. Los aluminios extruidos también presentaron una perspectiva de crecimiento positiva en 2017 (> 4.5%) y fue impulsado también por una fuerte demanda en los sectores de transporte e industria en general, con una recuperación del sector de la construcción en varios países europeos [2].

El aluminio se puede reciclar sin perder sus propiedades, lo que le convierte en un metal clave para una economía de escala más eficiente [3]. Las tasas actuales de reciclaje al final de su vida útil son de más del 90% en transporte y construcción y más del 60% en envases.

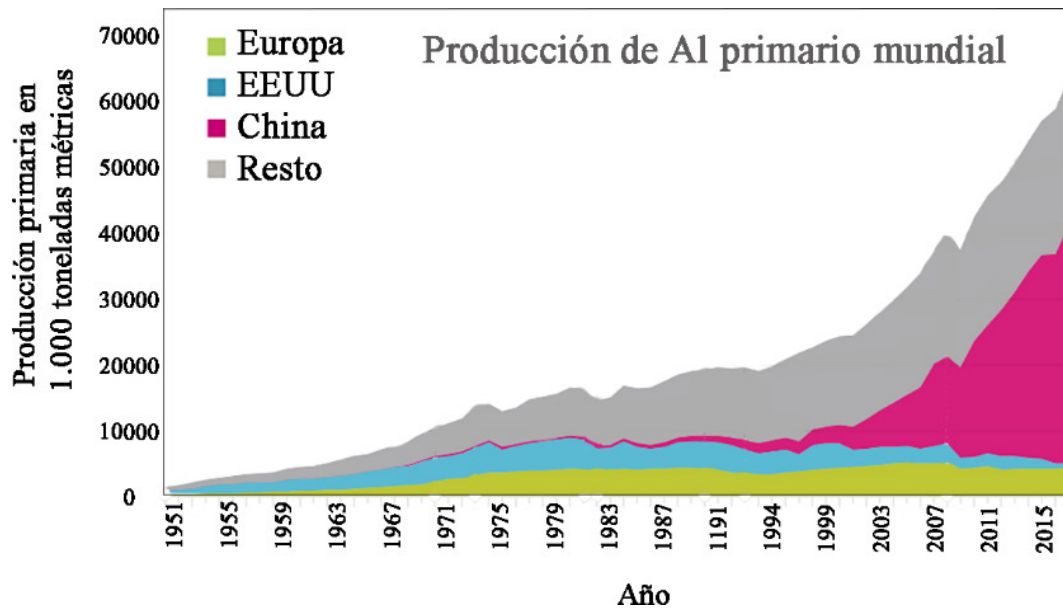


Figura 1.2. Producción mundial de aluminio primario [2].

1.1.2. Usos, importancia y nomenclatura

Las aleaciones de aluminio han sido los materiales principales de partes estructurales en aeronáutica durante más de 80 años debido a su buen comportamiento mecánico, métodos de diseño y fabricación ya establecidos, así como técnicas de inspección probadas y fiables. Sin embargo, los materiales compuestos (principalmente los compuestos con fibra de carbono) han comenzado a usarse ampliamente, especialmente desde la década de los 90, en grandes aviones comerciales por sus buenas propiedades como peso reducido, rendimiento a fatiga y resistencia a la corrosión. En la Figura 1.3 se muestra el porcentaje de diversos materiales utilizados en la estructura de los aviones desde 1980 hasta 2011. A pesar de que el uso de materiales compuestos en aeronáutica se ha extendido, las aleaciones de aluminio de alta resistencia siguen siendo parte muy importante en la construcción del fuselaje debido a su ligereza, coste relativamente bajo y la posibilidad de ser endurecidas mediante tratamientos termomecánicos. El aluminio es también ampliamente utilizado en transporte, como material estructural en automóviles [4,5], trenes de alta velocidad, metros, tanques, superestructuras de buques y bicicletas. Además, se usa en construcción (estructuras portantes de aluminio en edificios), en embalaje de alimentos (latas, papel de aluminio, tetrabriks...), en carpintería metálica (puertas, ventanas, cierres, armarios...), en herramientas y utensilios diarios, incluso en recipientes criogénicos (-200 °C) debido a la buena tenacidad a bajas temperaturas.

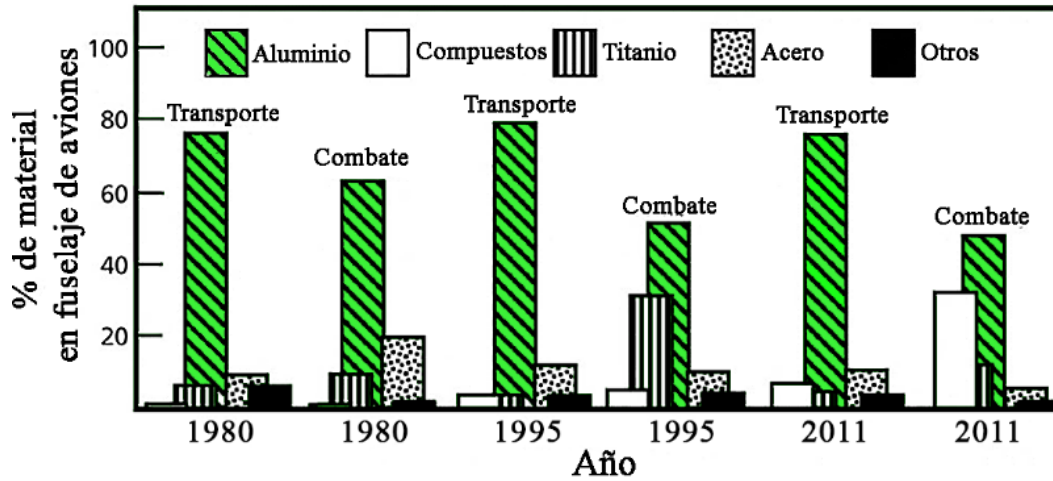


Figura 1.3. Cantidad de material (%) usado en la estructura de los aviones desde 1980 hasta 2011 [6].

La nomenclatura de las aleaciones de aluminio se basa en los aleantes principales y el estado termomecánico, según se muestra en la Tabla 1.1 y 1.2, respectivamente. La serie de Al-Cu (serie 2XXX) y la de Al-Zn (serie 7XXX) son las principales aleaciones usadas en el fuselaje de los aviones [7,8]. La serie 2XXX es usada en aplicaciones que precisan de mucha tolerancia al daño. Estas partes son por ejemplo el recubrimiento de la parte inferior de las alas de los aviones. Por otra parte, las aleaciones de la serie 7XXX son usadas en partes que requieren de una alta resistencia como es la parte superior de las alas [6]. Ejemplos de este tipo de aleaciones son la 2524-T3, 7150-T77 y 7055-T77, usadas en el Boeing 777. Una de las aleaciones más reconocidas e importantes es la 2024-T3 que ha sido una de las más ampliamente utilizadas en la construcción del fuselaje de los aviones.

Tabla 1.1. Nomenclatura de las aleaciones comerciales de aluminio según sus aleantes.

	Serie	Principales aleantes	Termo-tratables
Aleaciones de Forja	1XXX	Al puro (99%)	NO
	2XXX	Cu	SI
	3XXX	Mn	NO
	4XXX	Si	NO
	5XXX	Mg	SI
	6XXX	Si, Mg	SI
	7XXX	Zn	SI
	8XXX	Otros (Sn, Li)	Algunas
Aleaciones de Colada	1xx.x	Al 99% min	NO
	2xx.x	Cu	SI
	3xx.x	Si, Cu, Mg	La mayoría
	4xx.x	Si	Algunas
	5xx.x	Mg	SI
	6xx.x	Si, Mg	SI
	7xx.x	Zn	SI
	8xx.x	Otros (Sn, Li)	Algunas

Tabla 1.2. Denominación del estado de las aleaciones de aluminio y magnesio.

Letra	Número	Descripción
F	-	Estado de fabricación
O (recocido)	1	Tratamiento térmico a alta T + enfriamiento lento
	2	Tratamiento termomecánico
	3	Homogeneizado
H (dureza por deformación)	1	Deformación en frío
	2	Deformación en frío + recocido parcial
	3	Deformación en frío + estabilización
T (dureza por precipitación)	1	Solubilización parcial + envejecimiento natural
	2	Solubilización parcial + deformación en frío + envejecimiento natural
	3	Solubilización total + envejecimiento natural
	4	Solubilización parcial + envejecimiento artificial
	5	Solubilización parcial + envejecimiento artificial
	6	Solubilización total + envejecimiento artificial (máxima de dureza)
	7	Solubilización total + estabilización
	8	Solubilización total + deformación en frío + envejecimiento artificial
	9	Solubilización total + envejecimiento artificial + deformación en frío
	10	Solubilización parcial + deformación en frío + +envejecimiento artificial
W	-	Solubilizada

1.1.3. Cristalografía y propiedades mecánicas

El aluminio tiene una estructura de red cristalina cúbica compacta centrada en las caras (FCC) con 12 planos de deslizamiento $\{111\}$ posibles. En la Figura 1.4 se muestra la celdilla unidad del sistema FCC donde los vectores unidad a, b y c son iguales. Esto significa que es un material que, en principio, permite una deformación más isótropa que otros materiales [9], otorgando una relativamente elevada plasticidad.

Además, el aluminio tiene otras buenas propiedades como una densidad baja de 2,7 kg/m³ y una alta resistencia a la corrosión. Con los aleantes adecuados, la resistencia máxima puede aumentar a valores por encima de 600 MPa. Es buen conductor de la electricidad, del calor y se mecaniza con facilidad.

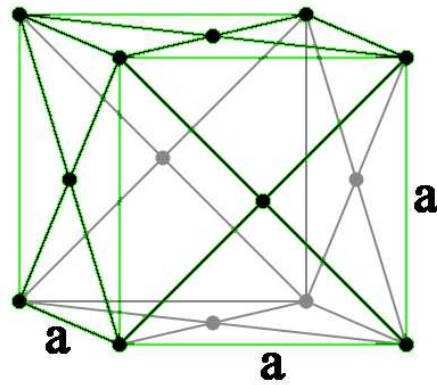


Figura 1.4. Celda unidad de un sistema cúbico compacto centrado en las caras (FCC).

1.1.4. Aleación Al 2024

El elemento de aleación principal de la aleación Al 2024 es el cobre, junto con menores cantidades de magnesio y manganeso. Es una aleación de forja tratable térmicamente. Es la aleación de aluminio con mayor tenacidad, posee un buen comportamiento a fatiga y en el estado T351 o T4 alcanza su mayor resistencia (>600 MPa). No obstante, no es la aleación de aluminio más resistente a la corrosión debido precisamente a la presencia de Cu. Normalmente la aleación Al 2024 se suministra en forma de producto extruido o laminado. En cuanto a la soldabilidad de esta aleación, se encuentra dentro del grupo denominado "no soldable". La razón es que tiene alta sensibilidad al agrietamiento en caliente por el contenido de Cu de hasta un 3%, aunque esta sensibilidad disminuye con mayores cantidades (por encima del 4% de Cu). El Al 2024 posee aproximadamente 4,5% de Cu. También el contenido de Mg como aleante puede aumentar la tendencia al agrietamiento en caliente. La razón es que la temperatura que se alcanza en los métodos de soldadura convencionales puede causar segregación de elementos como el Mg hacia las fronteras de grano facilitando la formación de grietas localizadas en esas zonas. Añadido a lo anterior, las tensiones residuales generadas en el material pueden favorecer la propagación de las fracturas [10]. Por ello se suele recurrir a la soldadura mediante fricción-agitación [11].

1.2. ALEACIONES DE MAGNESIO

1.2.1. Explotación y producción

El magnesio y sus aleaciones son los materiales metálicos más ligeros utilizados en aplicaciones estructurales. Con una densidad de $1,7 \text{ g/cm}^3$, es aproximadamente un tercio más ligero que el aluminio. Es el octavo elemento más abundante en la corteza terrestre (2,33% en peso), sin embargo, es muy raro encontrarlo en la naturaleza como magnesio puro. Esto se debe a su reactividad química y la tendencia a formar parte de compuestos químicos más estables.

La mayoría del magnesio producido globalmente proviene de fuentes minerales naturales. Aparece principalmente en minerales como la dolomita (CaMgCO_3) y la magnesita (MgCO_3). También se puede extraer magnesio del agua marina ya que contiene un 0,13% de este elemento en forma de cloruro de magnesio o carnalita ($\text{KMgCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). Este cloruro puede encontrarse además en lagos salados (salinas) y en depósitos de sales. El magnesio puede producirse a partir de las fuentes naturales a través de diferentes métodos, sobre todo mediante dos, el proceso electrolítico y la reducción térmica [12]. El proceso electrolítico implica la electrólisis de cloruro de magnesio fundido entre $655 \text{ }^\circ\text{C}$ y $720 \text{ }^\circ\text{C}$ que produce magnesio fundido y cloro. El metal fundido se vierte en lingotes para el procesado final en caso de ser necesario y el cloro restante puede venderse como producto, por ejemplo, para su utilización en la producción de polímeros como el PVC. Por su parte, en el método de reducción térmica, los minerales calcinados que contienen magnesio (magnesita y dolomita) se machacan hasta polvo fino y se mezclan con agentes reductores y agentes catalizadores. La mezcla se calienta hasta $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ en una cámara de vacío produciendo vapores de magnesio que posteriormente se condensan en cristales (Figura 1.5). A continuación, los cristales se funden, se refinan y se vierten en lingotes para su posterior procesamiento [12]. El proceso Pidgeon, que utiliza ferrosilicio como reductor y CaF_2 como catalizador, es el más antiguo y el más utilizado para la producción de magnesio mediante reducción térmica debido a que su funcionamiento es relativamente fácil, versátil y tiene un bajo coste económico [13].



Figura 1.5. Cristales de magnesio metálico depositados por vapor durante el proceso Pidgeon.

El consumo de magnesio alcanzó en 2017 la cantidad de 1100 kt (Figura 1.6) experimentando un incremento de casi el doble en la última década. En el caso de las aleaciones de magnesio para colada, la producción crece de manera destacable, en torno a un 15% por año, compitiendo con el mercado de aleaciones de aluminio que supone el grueso del mercado de aleaciones ligeras comerciales actualmente [14].

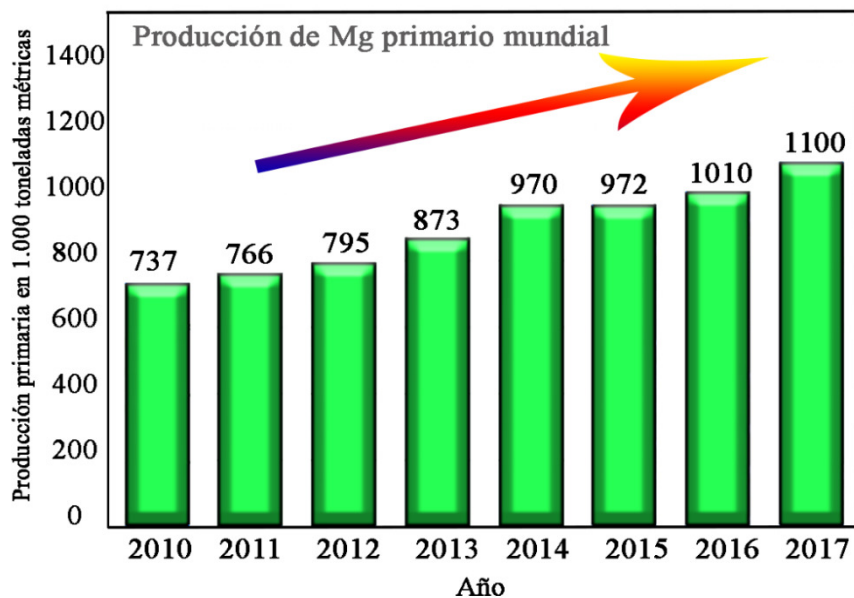


Figura 1.6. Producción de magnesio primario mundial [14].

1.2.2. Usos, importancia y nomenclatura

El magnesio tiene la densidad más baja de los metales estructurales comunes. Por lo tanto, es un material muy atractivo para aplicaciones donde la reducción de peso es importante. Las aleaciones de magnesio se utilizan en la industria electrónica, del

automóvil, aeroespacial, construcción, productos de consumo e industrias de artículos deportivos. La necesidad de un uso responsable del combustible y la reducción de emisiones hace que para el diseño de los nuevos vehículos se requiera una reducción significativa del peso, generando un interés creciente por el magnesio y sus aleaciones en la industria del transporte en las últimas dos décadas [15,16]. Los principales fabricantes de automóviles como BMW, Volkswagen (VW), Audi y Ford pretenden aligerar un mínimo de 100 kg sus vehículos, para así además cumplir los objetivos marcados en el programa europeo Horizonte 2020 [17]. De la misma manera que la reducción de peso aumenta la eficiencia de combustible en vehículos de combustión y reduce sus emisiones, el uso de materiales más ligeros favorece un mejor rendimiento y autonomía en automóviles eléctricos e híbridos. Normalmente, el uso de aleaciones de magnesio en automóviles se ha limitado principalmente a aquellas piezas obtenidas por fundición, como paneles de instrumentos, armaduras del volante, soportes de la columna de dirección, asientos (Mercedes), cubiertas de válvula, cajas de transmisión (VW, DaimlerChrysler) y bloques del motor (VW, BMW) [18].

La nomenclatura de las aleaciones de magnesio consta de dos letras mayúsculas seguidas de dos cifras numéricas. Las dos primeras letras indican los dos aleantes principales, según la Tabla 1.3. Los dos siguientes números determinan el porcentaje de los dos principales elementos de aleación. Es decir, la aleación Mg WE54 estaría formada por un 5% de itrio (“Yttrium”, letra W) y un 4% de tierras raras (“Rare Earth”, RE, letra E). El Al y Zn son los dos elementos más frecuentes en aleaciones de magnesio tanto para forja como para colada. Por último, para indicar el tratamiento termomecánico de la aleación se añade como sufijo la misma terminología usada en las aleaciones de aluminio (Tabla 1.2).

Tabla 1.3. Nomenclatura utilizada para los aleantes en aleaciones de magnesio (ASTM).

Elemento	Letra asignada	Elemento	Letra asignada
A	Aluminio	M	Manganeso
B	Bismuto	N	Níquel
C	Cobre	Q	Plata
D	Cadmio	P	Plomo
E	Tierras Raras	R	Cromo
F	Hierro	S	Silicio
G	Magnesio	T	Estaño
H	Torio	V	Arsénico
J	Fósforo	W	Itrio
K	Circonio	Y	Antimonio
L	Berilio	Z	Cinc

Las principales aleaciones comerciales de magnesio son la serie AZ (Mg-Al-Zn), serie AM (Mg-Al-Mn), AE serie (Mg-Al-RE), serie EZ (Mg-RE-Zn), serie ZK (Mg-Zn-Zr), y serie WE (Mg-Y-RE). Las aleaciones de forja de magnesio son de especial interés para su uso como piezas estructurales debido a la posibilidad de obtener una microestructura y propiedades mecánicas más homogéneas y superiores a las de fundición.

1.2.3. Cristalografía y propiedades mecánicas

El magnesio tiene una estructura de red cristalina hexagonal compacta (HCP) con una relación de parámetros de red c/a de 1,624 Å. A diferencia de los materiales cúbicos compactos centrados en las caras (FCC) y centrados en el cuerpo (BCC), con al menos 12 sistemas de deslizamiento independientes, el magnesio tiene sistemas de deslizamiento independientes limitados [19]. Los posibles sistemas de deslizamiento en magnesio se muestran en la Figura 1.7 [20,21]. El sistema de deslizamiento que se active depende de la tensión de cizalla resuelta (RSS) aplicada cuando esta excede el valor crítico o umbral de cada sistema de deslizamiento (CRSS). El valor del CRSS es mínimo en los planos con mayor empaquetamiento ya que el movimiento de las dislocaciones encuentra en estos sistemas la mínima resistencia [22]. En magnesio, el CRSS más bajo a temperatura ambiente es el del sistema de deslizamiento formado por los planos $\{0001\}$ y las direcciones $\langle 1120 \rangle$ (sistema basal) que proporciona dos sistemas independientes. Sin embargo, el criterio de Von Mises establece que se necesita la activación cinco sistemas de deslizamiento independientes para que se produzca una deformación plástica uniforme [23]. Por tanto, se deben activar sistemas de deslizamiento adicionales u otros

mecanismos de deformación como el maclado para posibilitar la compatibilidad plástica. Un adecuado conformado se consigue normalmente en magnesio procesando a temperaturas elevadas, donde los sistemas de deslizamiento prismático y piramidal se activan por la reducción de sus correspondientes CRSS [24,25]. Además, el deslizamiento cruzado y el trepado de las dislocaciones, facilitados ambos a elevadas temperaturas, mejora la ductilidad de las aleaciones de magnesio en dichas condiciones [26].

Como ya se ha mencionado, un mecanismo de deformación adicional al deslizamiento de dislocaciones es el maclado. Este mecanismo se activa especialmente a temperatura ambiente y su CRSS no cambia con la temperatura. La adición de aleantes puede afectar a la activación de distintos sistemas de deslizamiento y al maclado.

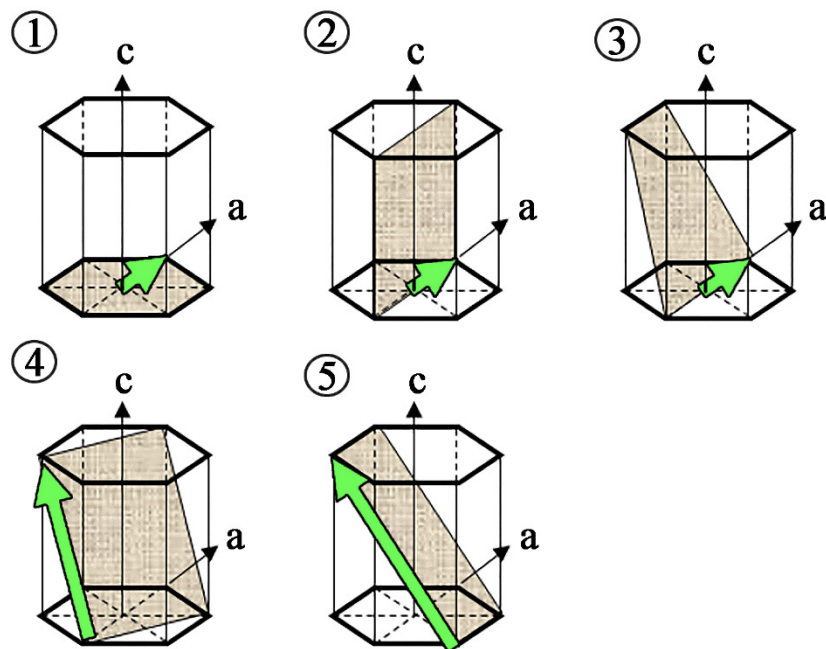


Figura 1.7. Sistemas de deformación en materiales hexagonales: 1) basal, 2) prismático, 3 y 4) dos sistemas piramidales y 5) sistema de maclado [20,21].

Debido a su estructura cristalina, las aleaciones de magnesio presentan generalmente una gran anisotropía, así como baja ductilidad, especialmente, a temperatura ambiente. No obstante, aquellos procesados que produzcan una aleatorización de la textura cristalina podrían reducir tal anisotropía.

Adicionalmente, otras desventajas de estos materiales son el bajo módulo elástico y baja tenacidad, el difícil trabajado en frío y su limitada resistencia a alta temperatura. También hay que tener especial cuidado con la alta reactividad química y la baja

resistencia a la corrosión (en determinados usos) [15,27]. Sin embargo, su baja densidad, la alta resistencia específica, buena colabilidad (también por inyección a alta presión), buena soldabilidad en atmósfera controlada (de Argón), la alta reciclabilidad, la amortiguación de las vibraciones, el fácil mecanizado, la baja toxicidad en humanos y la buena capacidad para inhibir ondas electromagnéticas hacen que sean un grupo de aleaciones idóneas para múltiples usos industriales.

1.2.4. Aleación Mg WE54

El aumento del uso de aleaciones de magnesio con tierras raras se debe a que se mejora la colada, se reduce la microporosidad y se generan aleaciones tratables térmicamente. Asimismo, se mejora la ductilidad de las aleaciones, así como las propiedades mecánicas en tracción, la resistencia a la fluencia y se mejora la formabilidad mediante la reducción de la relación eje c/a , la aleatorización de la textura y el afino del tamaño de grano [28–32]. La combinación de los aleantes Y, Nd y Zr que tiene la aleación Mg WE54 eleva la resistencia tanto a temperatura ambiente como a temperaturas de hasta 300° C. A alta temperatura se ha comprobado, además, que el Mg WE54 tratado térmicamente, mejora la resistencia a la corrosión en mayor medida que otras aleaciones de magnesio e incluso que algunas aleaciones de fundición de aluminio [33]. Debido a que el itrio puro es especialmente caro y aumenta mucho el punto de fusión en la colada para mezclarse con el magnesio metálico, se suele mezclar en proporciones de 75% itrio y 25% de otras tierras raras (gadolinio, erbio...). Además, grandes proporciones de itrio reducen la ductilidad en el estado T6 por lo que se incrementa el contenido de neodimio, alcanzando las proporciones óptimas desde el punto de vista de la ductilidad en las aleaciones WE43 y WE54 [34]. Esta última aleación se utiliza principalmente en la industria automovilística y aeronáutica. Por ejemplo, la compañía localizada en Estados Unidos Allite Inc., llamó "*Allite Super Magnesium*" a esta aleación junto a la AE81 y ZE62 ya que afirmaban que: “poseen la huella de carbono más baja de cualquier material estructural en toda la cadena de valor, además de ser abundantes y 100% reciclables”.

1.3. MECANISMOS DE ENDURECIMIENTO

Los mecanismos de endurecimiento son útiles para aumentar la dureza y resistencia a la deformación plástica de los materiales metálicos. Básicamente, la deformación plástica depende de la capacidad de las dislocaciones para desplazarse libremente en el material. Cuanto más difícil sea este movimiento, mayor tensión requerirá la deformación, por lo que aumentará la resistencia. Estos mecanismos dependen de la composición química, de las propiedades intrínsecas de los materiales y de su microestructura.

1.3.1. Endurecimiento por afino de grano

El afino de grano tiene un efecto importante sobre la dureza y resistencia del material. De hecho, es uno de los mecanismos de endurecimiento más eficaces, mejorando propiedades mecánicas sin apenas pérdida en ductilidad [35]. Las fronteras de grano actúan como una barrera al libre movimiento de las dislocaciones ya que separan dos granos con diferentes orientaciones cristalográficas, Figura 1.8, impidiendo la continuidad en el movimiento de las mismas. Cuanto más pequeños sean los granos menor será la distancia que las dislocaciones pueden desplazarse en un plano de deslizamiento particular [36] aumentando la tensión necesaria para deslizar por un nuevo plano. La relación de Hall-Petch correlaciona el tamaño de grano con la resistencia [36–38] (Ecuación 1.1):

$$\sigma_{0,2} = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad (1.1)$$

donde $\sigma_{0,2}$ es la tensión del límite elástico, σ_0 es la resistencia intrínseca de la matriz cristalina al movimiento de las dislocaciones, k_y es el coeficiente de endurecimiento (una constante específica de cada material) y d es el diámetro medio de grano.

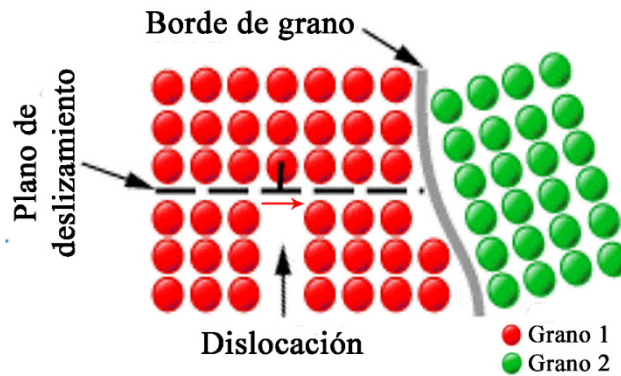


Figura 1.8. Disposición de los átomos y dislocación próximos a una frontera de grano.

1.3.2. Endurecimiento por solución sólida

Otro mecanismo común que aumenta la dureza y el límite elástico de un material, es la presencia de soluciones sólidas en la red. Ello se produce cuando los átomos de soluto causan distorsiones elásticas en la red (Figura 1.9). La efectividad del endurecimiento es mayor cuanto mayor es la diferencia de tamaño con respecto al solvente y mayor es la cantidad de soluto. Si el átomo de soluto es más grande que el del solvente, se inducen campos de compresión, mientras que, si es más pequeño, son de tracción. La presencia de cualquiera de los dos dificulta el libre movimiento de las dislocaciones al distorsionar la red cristalina [39].



Figura 1.9. Distorsiones causadas en la red cristalina por la presencia de átomos de soluto de igual o diferente tamaño (en color rojo).

1.3.3. Endurecimiento por precipitación

El endurecimiento por precipitación deriva de la presencia de precipitados en la matriz de aleaciones tratables térmicamente. El procedimiento más común para endurecer por precipitación este tipo de aleaciones comienza, en primer lugar, elevando la temperatura

(por debajo del punto de fusión), generando una solución sólida de todos los elementos aleantes en la red cristalina matriz. En segundo lugar, se realiza un temple o enfriamiento rápido, de tal manera que se disminuya la solubilidad de los aleantes por disminución de la temperatura, sobresaturándola y pudiendo comenzar una precipitación parcial al someterse a un calentamiento. Por último, se realizan tratamientos térmicos controlados, denominados comúnmente envejecimiento, en los que a temperaturas bajas o intermedias se permite que los solutos difundan por la red hasta formar precipitados (Figura 1.10). Existe un envejecimiento óptimo que genera una distribución fina y cercana de precipitados, que proporciona el mayor endurecimiento posible del material [40–42]. Cuando por temperatura y/o tiempo, se excede el óptimo, los precipitados engrosan unos a costa de otros, aumentando la distancia entre ellos (aumenta λ_p). Esto se traduce en menor número de obstáculos al paso de las dislocaciones y por tanto menor resistencia del material (Figura 1.11).

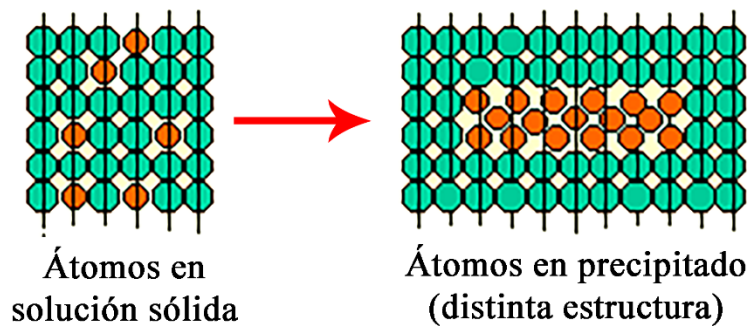


Figura 1.10. Esquema del cambio de los átomos aleantes dispuestos en solución sólida frente a la formación de un precipitado con estructura diferente a la matriz cristalina.

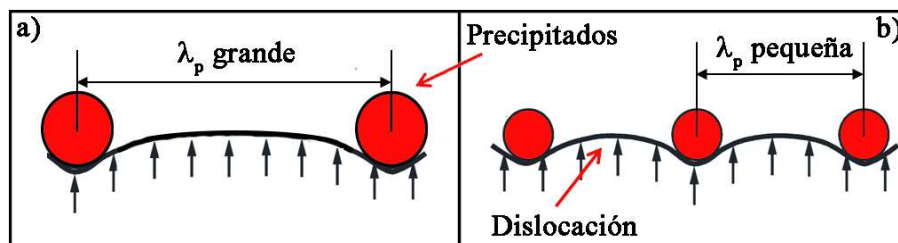


Figura 1.11. Esquema de dos situaciones dislocación-precipitado: a) precipitados grandes y más distanciados entre sí y b) precipitados más pequeños y cercanos entre sí.

1.3.4. Endurecimiento por deformación

El endurecimiento por deformación se consigue por aplicación de deformación plástica. Durante la deformación plástica se generan dislocaciones cuya movilidad se ve reducida con el aumento de su número ya que interactúan entre sí, quedando atrapadas o formando marañas [43]. En la Figura 1.12 se muestra una curva de tensión-deformación típica de un material que endurece por deformación. En esta curva se observa que, una vez en el campo plástico, la tensión necesaria para seguir deformando el material aumenta con la deformación.

Las técnicas por las que se endurece un material industrialmente a una temperatura lo suficientemente baja como para que los átomos no puedan reordenarse (sin difusión) se conocen por “trabajo o trabajado en frío”. Por otro lado, las técnicas de “trabajo en caliente” se emplean a temperaturas más altas, donde las dislocaciones pueden reordenarse gracias a procesos de difusión, logrando menor endurecimiento en general que con el trabajo en frío.

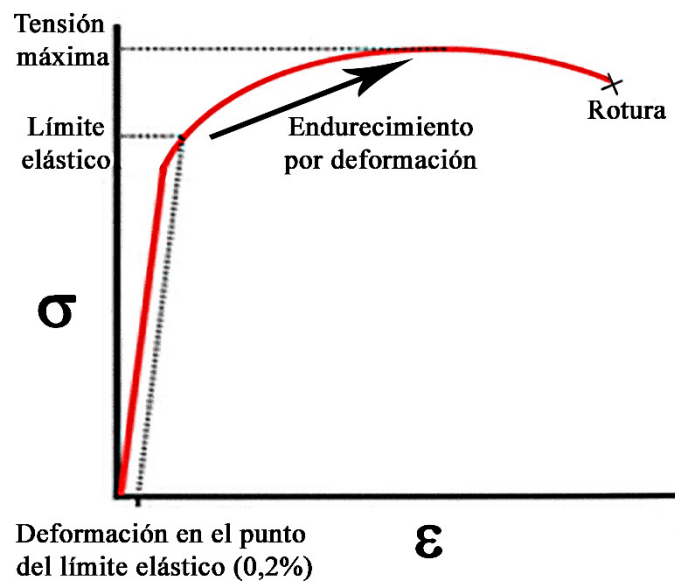


Figura 1.12. Curva tensión-deformación (σ - ϵ) de un material que endurece por deformación.

1.4. DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA

La denominación deformación plástica severa (DPS o SPD en sus siglas inglesas) engloba una serie de técnicas de procesamiento de metales que imponen elevadas deformaciones plásticas al material sin alterar generalmente las dimensiones finales de la muestra procesada. Para ello se necesitan habitualmente elevadas presiones empleando herramientas con diseños y geometrías apropiados. Tales deformaciones producen gran densidad de dislocaciones que evolucionan hacia un importante afino microestructural mediante procesos de recuperación y recristalización dinámicos, que se explicarán en detalle en la sección 1.4.1, y que permiten obtener tamaños de grano ultrafino (UFG), es decir, por debajo de 1 μm [44].

Estas técnicas se comenzaron a emplear en los años 30, especialmente en la universidad de Harvard, donde P.W. Bridgman estudió el efecto de elevadas deformaciones de cizalla en una pieza confinada mediante elevadas presiones hidrostáticas. Esto le llevó a ganar el Premio Nobel de Física en 1946 [45]. Los procesados por DPS más comunes y eficientes son la torsión a alta presión (*high pressure torsion*, HPT) [46], la laminación severa acumulativa (*accumulative roll bonding*, ARB) [47], la extrusión en canal angular constante (*equal-channel angular pressing*, ECAP) [48] y el procesamiento por fricción-agitación (*friction stir processing*, FSP). En general, los metales procesados mediante DPS exhiben elevadas resistencias y ductilidades, así como buen comportamiento a fatiga por lo que podrían usarse como materiales estructurales en la industria. Sin embargo, estas aplicaciones son por el momento limitadas porque las dimensiones de las piezas procesadas son actualmente relativamente pequeñas. No obstante, las técnicas FSP y ARB permiten procesar materiales con dimensiones aptas para un uso industrial, aunque la fácil implementación industrial de la técnica FSP ha determinado su selección para la presente tesis doctoral.

A continuación, se describen los principales cambios microestructurales acaecidos en general durante DPS y posteriormente se expone la técnica de FSP en detalle.

1.4.1. Cambios microestructurales durante DPS

La DPS produce un afino de grano que se lleva a cabo durante una serie de etapas continuas (Figura 1.13). Primeramente, a deformaciones plásticas muy bajas existe una etapa de deslizamiento fácil de las dislocaciones. Éstas se mueven por los planos de

deslizamientos más favorables según su factor de Schmid y a medida que aumenta la deformación (0,02-0,03) se forman bandas de deslizamiento, donde la deformación se acumula preferencialmente. En segundo lugar, comienza el apilamiento de dislocaciones, a deformaciones entre 0,05-0,06, ya que la cantidad de dislocaciones aumenta mucho y rápidamente, por lo que éstas interactúan al moverse en distintos planos cristalinos, aumentando la tensión necesaria para continuar con la deformación (Figura 1.13a). En tercer lugar, comienza un proceso de poligonización, mediante el cual las dislocaciones se agrupan formando celdas (Figura 1.13b). En cuarto lugar, continúa la acumulación de dislocaciones en los bordes de las celdas (Figura 1.13c), dando lugar a procesos de aniquilación de dislocaciones y a la formación de las primeras fronteras de subgrano (LABs). Esta etapa sucede antes o después dependiendo de la energía de falta de apilamiento de cada material (en aluminio sucede a una deformación entre 0,1-0,22 o incluso hasta 0,8). Por último (Figura 1.13d), a mayores deformaciones, las LABs evolucionan hacia fronteras de grano de alto ángulo (HABs), con mayores desorientaciones (mayores que 15°) [49].

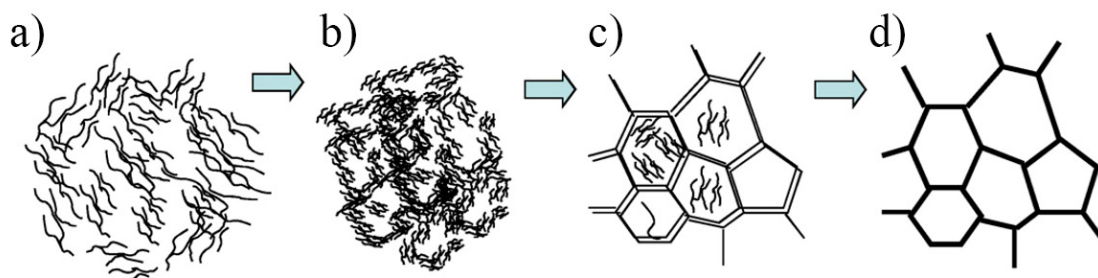


Figura 1.13. Evolución de las dislocaciones durante la DPS: a) acumulación de dislocaciones, b) formación de celdas y aumento de las desorientaciones c) formación de subgranos y aniquilación de dislocaciones, y d) equilibrio entre generación y absorción de dislocaciones, aumento de desorientación y posible crecimiento de grano o restauración extendida [50].

Los procesados por DPS tienden a aleatorizar la microestructura debido a la elevada deformación impuesta. No obstante, en muchos casos producen texturas cristalográficas características que dependen del material, los elementos aleantes, el nivel de deformación impuesto y de la geometría del procesado. Asimismo, las técnicas de DPS producen una homogeneización en la distribución de partículas, así como procesos de disolución y reprecipitación de segundas fases dependiendo de las condiciones de procesado y el material.

1.4.2. FSP

El procesado por FSP se basa en una técnica de soldadura en estado sólido denominada *friction stir welding* (FSW), inventada en The Welding Institute (TWI) (Cambridge, Reino Unido) en 1991 [51,52]. La soldadura por FSW se consigue mediante la inserción y desplazamiento de una herramienta giratoria, no consumible, formada por un punzón y un hombro, en los bordes contiguos de dos piezas a unir (Figura 1.14). El flujo plástico necesario para unir ambas piezas se consigue mediante el calor generado por la fricción entre la herramienta y las piezas a soldar, así como por la gran deformación plástica impuesta.

La soldadura por FSW es considerada el desarrollo más significativo en procesos de unión de metales en las últimas décadas y es considerada una técnica "verde", debido a su eficiencia energética, respeto al medio ambiente y versatilidad. Es particularmente útil para soldar aleaciones de aluminio aeroespaciales de alta resistencia y otras aleaciones metálicas que son difíciles de soldar con técnicas de soldadura convencionales [53–55]. Así, la implementación de esta técnica ya se encuentra en la industria habiéndose demostrado suficientes aplicaciones exitosas de FSW [56–58].

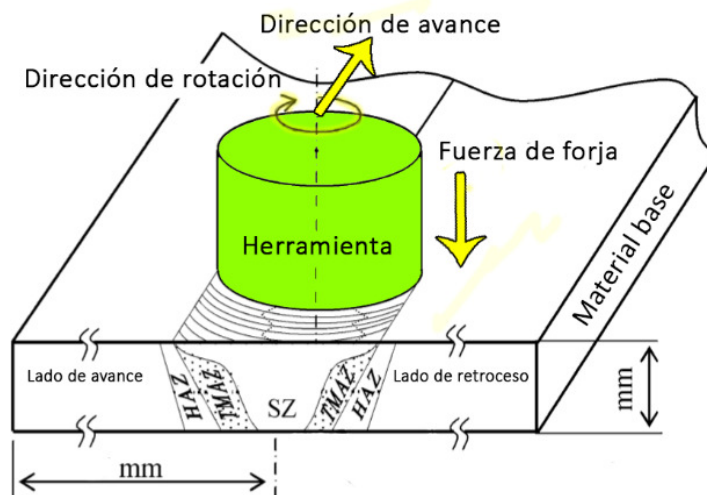


Figura 1.14. Esquema del procesado por fricción-agitación.

Una década después del invento del FSW, y basado en los principios de esa técnica, Mishra et al. [59,60] publicaron una nueva técnica de procesado, denominada procesado por fricción-agitación (FSP). En vez de soldar dos piezas distintas y modificar la microestructura, se realizaba el mismo proceso sobre una única pieza. Tanto en FSW

como en FSP, la modificación microestructural está muy localizada en el área de interacción entre herramienta y pieza. La microestructura obtenida, de grano muy fino, es idónea para obtener superplasticidad a alta velocidad de deformación, como se demostró en los primeros estudios en la aleación comercial Al 7075 [61–63]. El procesado por FSP posee una serie de ventajas muy atractivas. En primer lugar, es una técnica en estado sólido, que en un solo paso logra un importante afino microestructural, junto con la eliminación de la porosidad y una homogeneización de la distribución de segundas fases. En segundo lugar, la microestructura y las propiedades mecánicas de la zona procesada se pueden controlar optimizando el procesado a través de distintos diseños de la herramienta, el control de los parámetros de FSP así como con el uso de refrigeración/calentamiento activos. Por tanto, la profundidad de la zona procesada se puede ajustar opcionalmente cambiando la longitud del punzón de la herramienta. La profundidad puede variar entre varios cientos de micrómetros y decenas de milímetros, lo cual supone una ventaja, ya que es difícil lograr una profundidad de procesado controlada usando otras técnicas. En tercer lugar, FSP es una técnica versátil fácilmente integrable en la fabricación, procesado y síntesis de materiales. La herramienta puede acoplarse a un brazo robótico que puede procesar siguiendo diseños complejos, zonas curvas, esquinas o aristas. En quinto lugar, el aporte energético necesario proviene de la fricción y la deformación plástica, lo que significa que es una técnica energéticamente eficiente, sin emisión de gases perjudiciales, ningún tipo de radiación y sin demasiado ruido. Por último, las piezas procesadas por FSP no ven modificada su forma y tamaño.

Tal y como se muestra en la Figura 1.14, existen 4 zonas generadas en la zona procesada y sus alrededores, dependiendo del tipo de proceso termomecánico e interacción con la herramienta:

1. Zona batida o *Stir Zone* (SZ): La herramienta interacciona directamente con el material ocasionando las mayores deformaciones y afinos microestructurales.
2. Zona termomecánicamente afectada o *Thermomechanically Affected Zone* (TMAZ): La herramienta no entra en contacto de manera directa con el material, pero sí se ve afectada por el flujo de material adyacente en la SZ, así como por la temperatura que se genera en el procesado.
3. Zona térmicamente afectada o *Heat Affected Zone* (HAZ): Únicamente el aumento de la temperatura afecta al material.

4. Material base: Parte del material original que no ha sido procesado ni afectado de ninguna manera por el paso de la herramienta.

1.4.2.1. Aplicaciones del FSP

Aunque el fin último de FSW y FSP (FSWP) es distinto, ambas técnicas se basan en los mismos fundamentos, por lo que se va a usar un término genérico FSWP cuando sea oportuno para describir sus aplicaciones industriales.

1.4.2.1.1. Industria aeroespacial

Una de las primeras implementaciones de FSW en la industria aeroespacial data de 1998, cuando la NASA comenzó a implementar el proceso para el uso en el tanque externo del transbordador espacial (ET). La aplicación de esta técnica resultó ser muy fiable y posibilita la unión de aleaciones ligeras difíciles de soldar por medios tradicionales, lo cual fomentó el despegue del uso de esta técnica para aplicaciones aeroespaciales [64].

En la última década, una gran cantidad de empresas aeroespaciales privadas han adaptado la tecnología a sus propias necesidades. United Launch Alliance (ULA) utiliza FSW para soldaduras en los vehículos de lanzamiento Delta II, Delta IV y Atlas V. Las soldaduras circunferenciales y longitudinales para el Falcon IX de SpaceX son realizadas por soldadura por fricción-agitación [65]. Por su parte, la NASA continúa utilizando FSW para el ensamblaje del vehículo tripulado Orion [66] y poseen máquinas para realizar soldaduras efectivas para tuberías de plataformas de perforación mar adentro, blindaje y fabricación de cohetes [67]. A medida que el mercado de servicios privados de lanzamiento espaciales continúe creciendo con nuevos participantes como Blue Origin, Sierra Nevada y Virgin Galactic, la técnica FSWP continuará desempeñando un papel clave en la fabricación de vehículos de lanzamiento y su tecnología asociada.

Por otro lado, FSW también está reemplazando al uso de remaches en la fabricación de estructuras de aviación [68]. Además del ahorro de peso, el uso de FSW conduce a una reducción en el número de piezas, tiempos de ensamblaje, mayor resistencia de la unión y menores costes de fabricación. Los materiales aeroespaciales más comunes utilizados son las aleaciones de aluminio de la serie 2XXX y 7XXX, que han sido ampliamente estudiadas para configuraciones de uniones disimilares. Empresas como Airbus, han reemplazado los remaches de las juntas de las piezas de fuselaje longitudinal en las alas

para los aviones A340, A350 y A380 mediante la unión por FSW [69], así como los paneles del suelo de aviones militares A400M de Airbus.

1.4.2.1.2. **Industria de automoción**

FSWP también se está usando ampliamente en la industria automotriz. Los fabricantes buscan reducir el peso de los vehículos para aumentar la eficiencia del combustible, por lo que encuentran muy atractiva la integración de aleaciones de aluminio en sus diseños, así como reducir el consumo de energía de sus procesos de unión. La primera implementación de FSW a la industria automotriz comenzó en 1998, cuando TWI se asoció con BMW, Daimler-Chrysler, Ford, General Motors, Land Rover, Volvo, Tower Automotive y EWI para explorar la aplicación de FSW con aleaciones de aluminio para la fabricación de los paneles de puertas, ejes de transmisión y marcos estructurales [70].

Mazda es otra empresa que ha utilizado FSW para unir piezas de la estructura de la puerta trasera de aluminio del RX-8 desde el año 2003. Esta pieza proporciona protección contra impactos laterales y contribuye a la protección antivuelco con una valoración de cinco estrellas [71]. Ford utiliza uniones continuas por FSW para construir el eje central del Ford GT a partir de piezas de aluminio estampadas y extruidas. Esto produjo un aumento en la resistencia del 30% en comparación con los conjuntos soldados por fusión [72]. Otras empresas como Mercedes Benz también han aplicado esta tecnología para la reducción del peso. Han producido carrocerías que permiten obtener vehículos con 110 kg menos y un 20% más rígidos respecto al modelo predecesor [73]. Honda ha utilizado soldaduras por FSW continuas consiguiendo una estructura híbrida de aluminio y acero que dio como resultado una reducción de peso del 25% (Figura 1.15). El consumo de electricidad durante el proceso de unión disminuyó aproximadamente un 50%, y permitió un nuevo diseño del bastidor auxiliar incluyendo un nuevo punto de montaje de la suspensión, lo que resultó en un 20% más de rigidez y un mejor rendimiento dinámico del vehículo. Así, Honda desarrolló robots industriales para implementar el proceso FSW, incluyendo avances en pruebas no destructivas, como el uso de una cámara de infrarrojos y un sistema láser para la supervisión de defectos [74].

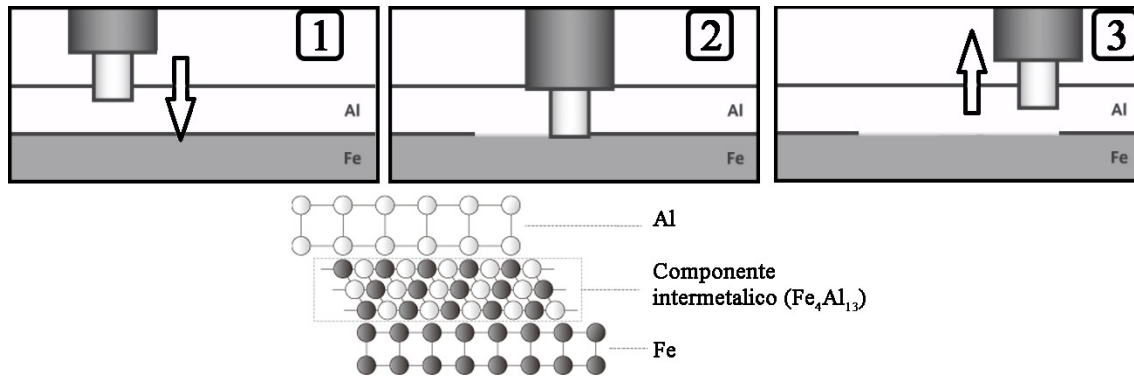


Figura 1.15. Técnica de FSW utilizada por HONDA para uniones disimilares de Al-Fe para estructuras del cuerpo principal de vehículos [74].

1.4.2.1.3. Industria marítima

Otra de las aplicaciones importantes que tiene esta técnica de FSW-P, es la industria marítima, especialmente en Estados Unidos. La marina de este país utiliza aleaciones de aluminio de la serie 5XXX (5083, 5456) y serie 6XXX (6082) en barcos de combate de la clase LCS-1, de la clase LCS-2, buques de asalto tipo LHA (X) y buques de clase Joint High Speed Kessel (JHSV). La embarcación T-craft transformable del Innovative Naval Prototype (INP) utiliza componentes de una aleación de titanio que se procesa y suelda también por FSWP. En aplicaciones actuales de la Armada, se usa como un reemplazo para la soldadura por arco de metal de gas convencional (GMAW). El T-craft incorpora titanio en grandes secciones de su plataforma que son fabricadas uniendo varias chapas largas mediante FSW ya que el aporte calorífico es mucho menor, lo que implica una reducida distorsión dimensional y menores tensiones residuales [75,76]. El resultado es una reducción en el costo total desde la fabricación hasta el ensamblaje de los componentes sin una reducción en la calidad.

1.4.2.1.4. Investigación y aplicaciones futuras

Las aplicaciones más recientes de FSWP que se han reportado cubren un rango de áreas que incluyen desde la soldadura de tanques de combustible criogénicos de naves espaciales, vehículos militares, material rodante (Rolling stock) y placas frías para la gestión térmica en dispositivos electrónicos de alta potencia. Tal vez la aplicación que más ha traído el FSW a la luz pública recientemente es la soldadura del último iMac. Apple Inc. utilizó FSW para unir la parte frontal y trasera del cuerpo del ordenador ultra fino (5 mm en el borde) [77].

Aunque la mayoría de las aplicaciones actuales están relacionadas con FSW, el uso de FSP sigue en aumento. De hecho, las publicaciones científicas basadas en FSP han aumentado de 617 en 2008 a 2235 en 2018 (según *sciencedirect.com*) y son muy superiores en número a las publicaciones basadas en FSW que han sido de 803 en 2018. Esto se debe a que es de primordial importancia investigar a fondo la influencia de los parámetros de procesado sobre el material base antes de proceder a su empleo óptimo en las diversas aplicaciones industriales.

Desde el punto de vista de la investigación, uno de los principales intereses que suscita FSWP es el de la complejidad de los procesos termomecánicos que tienen lugar durante el proceso y su influencia en la microestructura resultante. Los más recientes estudios en FSWP se han centrado en la gestión del aporte calorífico, fijando límites de temperatura controlando los parámetros de procesado y acelerando la velocidad de extracción de calor. Con el objetivo de crear soldaduras de muy alta resistencia, Reynolds y Tang utilizaron velocidades de extracción de calor rápidas, mediante un rociador de agua situado en la parte posterior a la herramienta, para evitar el sobrevejecimiento en las soldaduras de Al 7050 en la HAZ [78]. Otra área de investigación de gran interés es el de calidad del proceso, con el objetivo de evitar defectos en los cordones. Asimismo, otras áreas de interés incluyen:

- a) La expansión en la aplicabilidad de FSWP a una gama más amplia de materiales de ingeniería.
- b) El avance de las técnicas de control para soldadura continua y soldadura por puntos
- c) El desarrollo de nuevas variantes de FSWP.
- d) La obtención de microestructuras ultrafinas para su posterior conformado superplástico.

1.5. COMPORTAMIENTO A ALTA TEMPERATURA

Las deformaciones de los materiales llevadas a cabo a altas temperaturas pertenecen a un campo de investigación que se denomina fluencia. Se entiende por alta temperatura, en general, aquellas por encima del 40% de la temperatura absoluta de fusión (T_f) del material en cuestión. Los tres mecanismos de deformación generales que operan en condiciones de fluencia son la fluencia difusional, el deslizamiento de fronteras de grano y el movimiento de dislocaciones.

La expresión más usual que recoge los parámetros que influyen en este campo es la ley potencial de la fluencia (1.2). En dicha expresión se relaciona, durante la deformación, la tensión (σ), la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) y la temperatura (T). También se encuentra asociado a cada material una constante que depende del estado de la microestructura (K), el módulo de Young (E), el exponente de la tensión (n) y el coeficiente de difusión (D), siendo $D=D_0 \exp(-Q/RT)$ y donde D_0 es la constante preexponencial, R es la constante de los gases y Q la energía de activación.

$$\dot{\epsilon} = K \left(\frac{\sigma}{E} \right)^n \exp \left(-\frac{Q}{RT} \right) \quad (1.2)$$

Dependiendo del mecanismo de deformación, el valor de los parámetros varía, siendo necesario introducir otros parámetros en la ecuación constitutiva como es el vector de Burgers (b), el tamaño de grano o subgrano (L), y una constante dependiente de la influencia de éste en la deformación (p), como se mostrará más adelante.

La ley potencial actúa en condiciones de $\dot{\epsilon}/D \leq 10^{13} \text{ m}^{-2}$. En valores por encima de 10^{13} m^{-2} cuando la temperatura es menor (intermedia y/o baja) o la $\dot{\epsilon}$ es muy alta, se encuentra lo que se denomina la zona de ruptura de la ley potencial o *powerlaw breakdown* (PLB).

1.5.1. Fluencia difusional o newtoniana ($n=1$)

La fluencia difusional requiere de muy altas temperaturas ($\sim 0,9T_f$), donde los valores de difusividad son muy elevados. El mecanismo sucede por movimiento de vacantes desde fronteras de grano sometidas a tracción a fronteras de grano sometidas a compresión o un flujo de átomos en sentido opuesto.

Si las vacantes se desplazan a través de la red cristalina, la fluencia sucede mediante el mecanismo de Nabarro-Herring [79,80]. En este caso los parámetros de la ley potencial toman valores $n=1$, $p=2$ y $Q=Q_R$. En cambio, si las vacantes se mueven a lo largo de las fronteras de grano, la fluencia se da mediante el mecanismo de Coble, y los parámetros de fluencia son $n=1$, $p=3$ y $Q=Q_{FG}$ [81]. Ambas ecuaciones constitutivas se recogen en la Tabla 1.4.

En materiales de tamaño de grano muy grande, cuando se aplican velocidades de deformación muy bajas y las tensiones son tan bajas como las tensiones internas del material, aparece el mecanismo de Harper-Dorn. El mecanismo funciona mediante movimiento de dislocaciones y sus parámetros son $n=1$, $p=0$ y $Q=Q_R$ [82]. La ecuación constitutiva se recoge también en la Tabla 1.4.

Tabla 1.4. Ecuaciones constitutivas de los mecanismos de deformación a elevada temperatura para materiales policristalinos.

Mecanismo	Ecuación Constitutiva
Fluencia Difusional	
Nabarro-Herring	$\dot{\epsilon} = K_1 \left(\frac{\sigma}{E}\right) \left(\frac{b}{L}\right)^2 \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right)$
Coble	$\dot{\epsilon} = K_2 \left(\frac{\sigma}{E}\right) \left(\frac{b}{L}\right)^3 \exp\left(-\frac{Q_{FG}}{RT}\right)$
Deslizamiento de fronteras de grano	
Controlado por D_R	$\dot{\epsilon} = K_3 \left(\frac{\sigma}{E}\right)^2 \left(\frac{b}{L}\right)^2 \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right)$
Controlado por D_{FG}	$\dot{\epsilon} = K_4 \left(\frac{\sigma}{E}\right)^2 \left(\frac{b}{L}\right)^3 \exp\left(-\frac{Q_{FG}}{RT}\right)$
Movimiento de dislocaciones	
Harper-Dorn	$\dot{\epsilon} = K_5 \left(\frac{\sigma}{E}\right) \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right)$
Solute Drag	$\dot{\epsilon} = K_6 \left(\frac{\sigma}{E}\right)^3 \exp\left(-\frac{Q_s}{RT}\right)$
Trepado de dislocaciones	$\dot{\epsilon} = K_7 \left(\frac{\sigma}{E}\right)^5 \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right)$
Subestructura constante	$\dot{\epsilon} = K_8 \left(\frac{\sigma}{E}\right)^8 \left(\frac{\lambda}{b}\right)^3 \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right)$

1.5.2. Deslizamiento de fronteras de grano ($n=2$)

El mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano (DFG) puede activarse cuando el material posee granos equiaxiales, con un tamaño por debajo de aproximadamente $15 \mu\text{m}$ y alta desorientación cristalográfica. El mecanismo de DFG se activará entonces en un rango de $\dot{\epsilon}$ y T específicas que se denomina “ventana superplástica”. Este mecanismo proporciona elevadísimas ductilidades junto a muy bajas tensiones de fluencia. Mientras que con la operación de otros mecanismos de fluencia las microestructuras finales reflejan las elevadas deformaciones mostrando granos alargados, con este mecanismo los granos se mantienen equiaxiales, tal como se describe en la Figura 1.16. Acompañando al deslizamiento se produce la rotación de los granos, que requiere de una acomodación de la deformación en las juntas triples para evitar la formación de cavidades. Generalmente, este mecanismo de acomodación se relaciona con movimiento de dislocaciones [83–85].

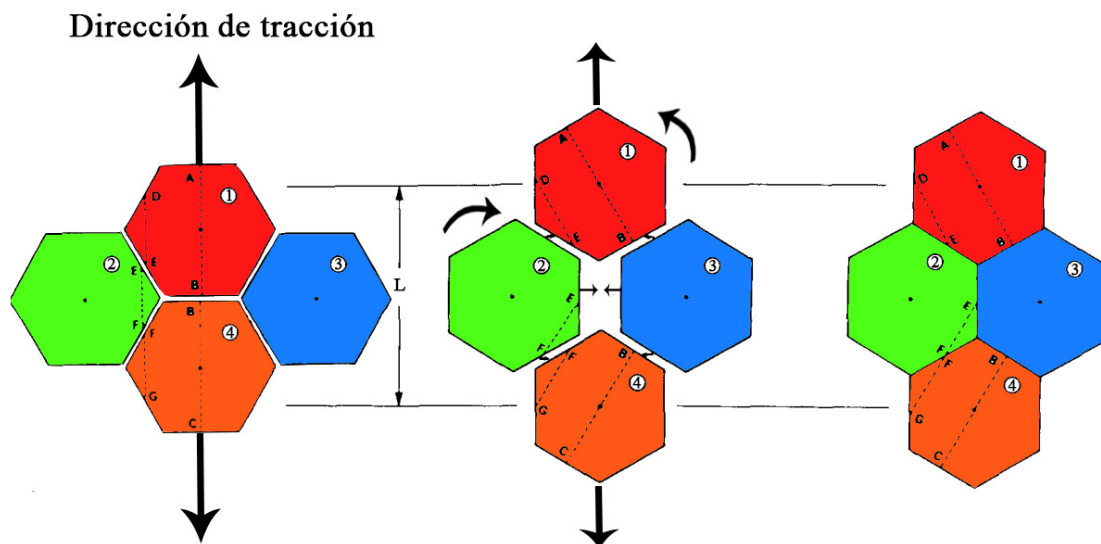


Figura 1.16. Modelo del deslizamiento y rotación de los granos equiaxiales en un mecanismo de DFG.

A través del estudio de los resultados experimentales de numerosos trabajos anteriores, Ruano y Sherby [82] publicaron los modelos que mejor predecían el comportamiento mecánico. Dedujeron que, cuando operaba DFG los parámetros de la ecuación constitutiva son:

- ✓ A temperaturas entre $0,4$ y $0,6T_f$ (temperatura de fusión) $n = 2$, $p = 3$ y $Q = Q_{FG}$.
- ✓ A temperaturas por encima de $0,6T_f$ se obtiene $n = 2$, $p = 2$ y $Q = Q_R$.

De este modo obtuvieron, dependiendo del rango de temperaturas, las siguientes ecuaciones fenomenológicas (Ecuaciones 1.3 y 1.4).

$$0,4T_f < T < 0,6T_f \quad \dot{\epsilon} = K_3 \left(\frac{\sigma}{E}\right)^2 \left(\frac{b}{L}\right)^3 \exp\left(-\frac{Q_{FG}}{RT}\right) \quad (1.3)$$

$$T > 0,6T_f \quad \dot{\epsilon} = K_4 \left(\frac{\sigma}{E}\right)^2 \left(\frac{b}{L}\right)^2 \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right) \quad (1.4)$$

donde K_3 y K_4 son constantes. El mecanismo de DFG presenta una influencia directa con el tamaño de grano, tal y como queda reflejado en las ecuaciones constitutivas. Debido al carácter ablandador de este mecanismo se debe evitar su activación en aplicaciones estructurales, pero, sin embargo, esto le hace muy conveniente para operaciones de conformado.

Este mecanismo resulta clave para la obtención de superplasticidad de los materiales metálicos, obteniendo espesores uniformes durante la deformación, permitiendo la obtención de piezas complejas mediante conformado a altas velocidades de deformación y todo ello acompañado de bajas tensiones, si la microestructura es muy fina. Por tanto, en los procesos de fabricación, se reduce la necesidad de uniones soldadas o utilización de remaches ya que permite realizar el diseño desde una sola pieza inicial [85,86].

1.5.3. Fluencia por movimiento de dislocaciones

En este grupo de mecanismos, la deformación de un material se produce por el movimiento de las dislocaciones a través de la red cristalina. El mecanismo opera en un gran número de materiales y condiciones experimentales y no depende directamente del tamaño de grano. Tal y como se dijo en el apartado anterior (1.5.2), la microestructura final evidencia de manera evidente las deformaciones impuestas. Así, los granos se alargarán en la dirección de la fuerza aplicada.

El movimiento de las dislocaciones consta de dos fenómenos que ocurren en serie (Figura 1.17):

- ✓ Deslizamiento o *glide* a lo largo de un plano de deslizamiento cristalino.
- ✓ Trepado o *climb* para superar obstáculos (por ejemplo, precipitados) en donde intervienen vacantes y dislocaciones.

Así, la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) global será la suma de los ambos procesos, siendo el más lento el que controle la deformación y, por tanto, determine qué mecanismo es el que opera en cada caso.

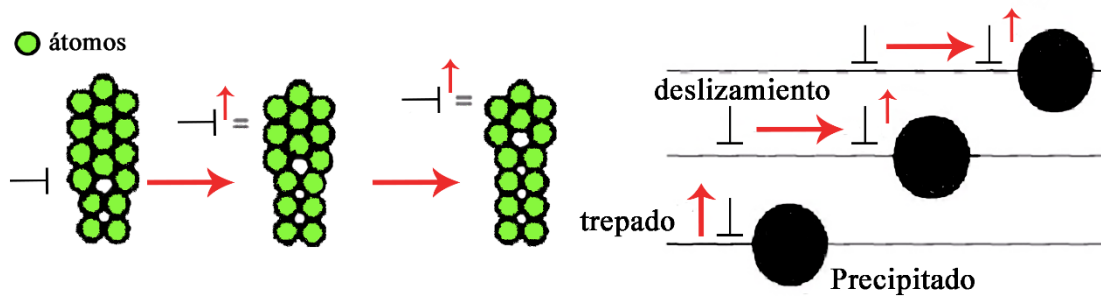


Figura 1.17. Esquema del deslizamiento y trepado de las dislocaciones en la red cristalina.

1.5.3.1. Arrastre de solutos o "Solute drag" ($n=3$)

Cuando una aleación tiene un alto contenido de solutos en la red la etapa más lenta del movimiento de dislocaciones puede ser el deslizamiento y se puede activar el mecanismo de arrastre de soluto o "*solute drag*", con un valor de $n = 3$. En este mecanismo no existe dependencia directa del tamaño de grano ni de los precipitados. Así, si la velocidad de las dislocaciones se aproxima a la de la difusividad de los aleantes en la matriz metálica, las dislocaciones pueden anclarse a solutos o viceversa. Por tanto, este mecanismo opera bajo ciertos rangos de $\dot{\epsilon}$ y temperatura concretas dependiendo del material y de los aleantes implicados en solución sólida [87].

El modelo que define este mecanismo es el de Weertman [88], que sigue la siguiente expresión (Ecuación 1.5):

$$\dot{\epsilon} = K_6 \left(\frac{\sigma}{E}\right)^3 \exp\left(-\frac{Q_s}{RT}\right) \quad (1.5)$$

donde K_6 es una constante que depende de la concentración del soluto y Q_s es la energía de activación para la difusión de los átomos de soluto en la matriz.

Algunas características específicas que se pueden dar en este mecanismo son:

- ✓ Relativa estabilidad plástica durante la deformación para mostrar ductilidades moderadas-altas, especialmente a altas temperaturas [88–90].

- ✓ Independencia del tamaño de grano y por tanto de los procesados termomecánicos para el afino de grano [91].
- ✓ Al aumentar la temperatura la tensión no desciende según la dependencia habitual, o incluso aumenta comparado con el mecanismo de movimiento de dislocaciones controlado por trepado [92].
- ✓ Posible presencia de envejecimiento dinámico o "DSA" (dynamic strain ageing), que se ve reflejado por una forma serrada en la curva σ - ε durante la deformación plástica acompañado de baja ductilidad y ruptura catastrófica del material. Observable a temperaturas bajas e intermedias [93].
- ✓ Descenso o no aumento de la ductilidad con el aumento de la temperatura, cuando se produce DSA, especialmente a temperaturas bajas e intermedias [94].
- ✓ Curvas con un límite elástico elevado y cercano al UTS, a baja deformación, junto a una morfología de la curva σ - ε con un descenso sostenido de la tensión [95,96].

1.5.3.2. Fluencia controlada por trepado de dislocaciones (n=5)

Cuando el trepado es la etapa más lenta se activa el mecanismo de deformación por movimiento de dislocaciones controlado por trepado, con un valor de $n = 5$ [87]. Es el mecanismo más común en materiales con tamaño de grano grande, tanto metales puros como aleaciones. Este mecanismo no presenta dependencia del tamaño de grano, pero las dislocaciones en su movimiento se agrupan formando una subestructura cuyo tamaño (λ_{sg}) es inversamente proporcional a la tensión de fluencia, $\lambda_{sg} \approx 1/\sigma$. La ecuación constitutiva de este mecanismo es la siguiente (Ecuación 1.6):

$$\dot{\varepsilon} = K_7 \left(\frac{\sigma}{E}\right)^5 \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right) \quad (1.6)$$

donde K_7 es una constante y Q_R la energía de activación a través de la red [87].

1.5.3.3. Movimiento de dislocaciones a subestructura constante (n=8)

En el caso de aleaciones con una gran concentración de precipitados, la distancia entre ellos (λ_p) puede ser menor que la subestructura correspondiente al mecanismo de $n = 5$

para una determinada tensión (λ_{sg}). En ese caso el mecanismo que operará será el de movimiento de dislocaciones a subestructura constante, con un exponente $n = 8$ [97]. En este caso, el tamaño de subestructura no depende de la tensión, sino que viene determinada por la distancia entre precipitados (λ_p). Sherby et al. [97] demostraron que la $\dot{\epsilon}$ depende de λ^3 y se obtiene $n = 8$ con la siguiente ecuación fenomenológica (Ecuación 1.7):

$$\dot{\epsilon} = K_8 \left(\frac{\sigma}{E}\right)^8 \left(\frac{\lambda_p}{b}\right)^3 \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right) \quad (1.7)$$

donde K_8 es una constante, λ_p la distancia entre partículas o tamaño de subgrano, b el vector de Burguers y Q_R es la energía de activación a través de la red.

En general, es un mecanismo endurecedor responsable de que las aleaciones tratables térmicamente puedan duplicar o triplicar la resistencia manteniendo un λ_p bajo respecto de un λ_p alto [97]. Es por ello que resulta de interés industrial para aplicaciones estructurales donde sea necesaria gran resistencia y no se supere la temperatura de crecimiento de precipitados (para que no aumente λ_p).

En la Tabla 1.4 se da un resumen de todas las ecuaciones constitutivas de todos los mecanismos de deformación descritos en los apartados anteriores.

1.6. OBJETIVOS

Dado que el procesado FSWP permite modificar la microestructura de los materiales aportando una elevada deformación, se pretende en esta tesis llevar la deformación plástica severa mediante FSP a su máxima expresión, dentro de los límites de las herramientas y de los materiales, para afinar la microestructura al máximo y obtener las mejores propiedades tanto a baja como a alta temperatura. Especialmente a temperaturas intermedias y altas se pretende optimizar el comportamiento superplástico de las aleaciones estructurales para el transporte aeronáutico y de automoción, Al2024 y WE54, para ampliar su abanico de procesabilidad y aplicaciones.

Así, se procesarán las aleaciones siguiendo una estrategia de incremento de severidad reduciendo el aporte energético (índice calorífico IC) y aumentando la velocidad de enfriamiento mediante un incremento de la velocidad de procesado y empleando una base criogénica, hasta el límite de la aparición de defectos. De esta manera se pretende obtener grano ultrafino y desorientado implicando superplasticidad en una ventana amplia de temperaturas a mayores velocidades de deformación y menores temperaturas de lo habitual, muy ventajoso para la industria. Esto repercutirá en un ahorro energético en el proceso de conformado junto a la posibilidad de realizar diseños de piezas complejos evitando remaches y operaciones costosas. Además, se comprobará la influencia del estado térmico de partida de cada material. Para ello se procesarán ambos materiales en estados de dureza mínimo y máximo.

1.6.1. Aportaciones para Al 2024 y Mg WE54

Los logros más relevantes obtenidos en la presente tesis doctoral son: la optimización de las condiciones de FSP para obtener el máximo de severidad (mínimo IC de procesado) obteniendo un récord en la velocidad de avance de la herramienta hasta ahora (1400 mm/min), lo cual supone una mayor velocidad de procesado, de elevado interés industrial. Otra aportación excepcional ha sido el tamaño de grano mínimo medio obtenido para ambos materiales, muy fino, ultrafino, que permitió obtener elevada superplasticidad mediante el mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano (DFG) en un amplio rango de temperaturas, a temperaturas más bajas de lo habitual (LTSUP) y velocidades de deformación elevadas (HSRSUP). Además, se ha demostrado que el estado de tratamiento térmico inicial no influye de manera decisiva en el procesado y las

propiedades finales, por lo que no es necesario una preparación específica del material para procesarlo por FSP, lo que evita sobrecostos en la aplicación industrial.

1.7. REFERENCIAS

- [1] G.M. Moody, C.A. Rushforth, Recovery of alumina from bauxite, 5.008.089, 1991.
- [2] European Aluminium Association, (2017). <https://www.european-aluminium.eu/activity-report-2017/market-overview/>.
- [3] I. Padilla, A. López-Delgado, S. López-Andrés, M. Álvarez, R. Galindo, A.J. Vazquez-Vaamonde, The application of thermal solar energy to high temperature processes: Case study of the synthesis of alumina from boehmite, *Sci. World J.* 2014 (2014).
- [4] W.S. Miller, L. Zhuang, J. Bottema, A.J. Wittebrood, P. De Smet, A. Haszler, A. Vieregge, Recent development in aluminium alloys for the automotive industry, *Mater. Sci. Eng. A.* 280 (2000) 37–49.
- [5] C.M. Sonsino, J. Ziese, Fatigue strength and applications of cast aluminium alloys with different degrees of porosity, *Int. J. Fatigue.* 15 (1993) 75–84.
- [6] F.C. Campbell, Manufacturing technology for aerospace structural materials, Elsevier, 2011.
- [7] T. Dursun, C. Soutis, Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys, *Mater. Des.* 56 (2014) 862–871.
- [8] A. Heinz, A. Haszler, C. Keidel, S. Moldenhauer, R. Benedictus, W.S. Miller, Recent development in aluminium alloys for aerospace applications, *Mater. Sci. Eng. A.* 280 (2000) 102–107.
- [9] J.R. Davis & Associates., Aluminum and aluminum alloys, ASM International, 1993.
- [10] C.D.M. Liljedahl, J. Brouard, O. Zanellato, J. Lin, M.L. Tan, S. Ganguly, P.E. Irving, M.E. Fitzpatrick, X. Zhang, L. Edwards, Weld residual stress effects on fatigue crack growth behaviour of aluminium alloy 2024-T351, *Int. J. Fatigue.* 31 (2009) 1081–1088.
- [11] E.A. Avallone, T. Baumeister, eds., Marks' Standard handbook for mechanical engineers, 10 edition, McGraw-HILL, 1958.
- [12] M.M. Avedesian, H. Baker, ASM specialty handbook: magnesium and magnesium alloys, ASM international, Victoria, Australia, 1999.
- [13] I.J. Polmear, Magnesium alloys and applications, *Mater. Sci. Technol.* 10 (1994) 1–16.
- [14] International Magnesium Assotiation (IMA), (2018). <https://www.intlmag.org/>.
- [15] B.L. Mordike, T. Ebert, Magnesium properties - applications - potential, *Mater. Sci. Eng. A.* 302 (2001) 37–45.
- [16] H. Hu, A. Yu, N. Li, J.E. Allison, Potential Magnesium Alloys for High Temperature Die Cast Automotive Applications: A Review, *Mater. Manuf. Process.* 18 (2003) 687–717.
- [17] CCOO de Industria, Informe de situación sobre el sector de automoción en España,

2015. www.industria.ccoo.es.
- [18] M.K. Kulekci, Magnesium and its alloys applications in automotive industry, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 39 (2008) 851–865.
- [19] G.W. Groves, A. Kelly, Independent slip systems in crystals, *Philos. Mag.* 8 (1963) 877–887.
- [20] M.H. Yoo, S.R. Agnew, J.R. Morris, K.M. Ho, Non-basal slip systems in HCP metals and alloys: source mechanisms, *Mater. Sci. Eng. A.* 319–321 (2001) 87–92.
- [21] S. Balasubramanian, L. Anand, Plasticity of initially textured hexagonal polycrystals at high homologous temperatures: application to titanium, *Acta Mater.* 50 (2002) 133–148.
- [22] G.E. Dieter, D.J. Bacon, *Mechanical metallurgy*, McGraw-hill, New York, 1986.
- [23] R.W. Hertzberg, R.P. Vinci, J.L. Hertzberg, *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*, 4th editio, John Wiley and Sons Inc, New York, 1996.
- [24] M.R. Barnett, A Taylor model based description of the proof stress of magnesium AZ31 during hot working, *Metall. Mater. Trans. A.* 34 A (2003) 1799–1806.
- [25] H. Watanabe, K. Ishikawa, Effect of texture on high temperature deformation behavior at high strain rates in a Mg-3Al-1Zn alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 523 (2009) 304–311.
- [26] O. Muránsky, D.G. Carr, M.R. Barnett, E.C. Oliver, P. Šittner, Investigation of deformation mechanisms involved in the plasticity of AZ31 Mg alloy: In situ neutron diffraction and EPSC modelling, *Mater. Sci. Eng. A.* 496 (2008) 14–24.
- [27] H. Watarai, Trend of research and development for magnesium alloys, *Sci. Technol. Trends.* 18 (2006) 84.
- [28] Y. Zhang, X. Zeng, L. Liu, C. Lu, H. Zhou, Q. Li, Y. Zhu, Effects of yttrium on microstructure and mechanical properties of hot-extruded Mg–Zn–Y–Zr alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 373 (2004) 320–327.
- [29] B.L. Wu, Y.H. Zhao, X.H. Du, Y.D. Zhang, F. Wagner, C. Esling, Ductility enhancement of extruded magnesium via yttrium addition, *Mater. Sci. Eng. A.* 527 (2010) 4334–4340.
- [30] L.W.F. Mackenzie, B. Davis, F.J. Humphreys, G.W. Lorimer, The deformation, recrystallisation and texture of three magnesium alloy extrusions, *Mater. Sci. Technol.* 23 (2007) 1173–1180.
- [31] L.W.F. Mackenzie, M.O. Pegguleryuz, The recrystallization and texture of magnesium–zinc–cerium alloys, *Scr. Mater.* 59 (2008) 665–668.
- [32] A.A. Luo, R.K. Mishra, A.K. Sachdev, High-ductility magnesium–zinc–cerium extrusion alloys, *Scr. Mater.* 64 (2011) 410–413.
- [33] S.L. Chawla, R.K. Gupta, *Materials selection for corrosion control*, ASM International, 1993.
- [34] N. Kumar, D. Choudhuri, R. Banerjee, R.S. Mishra, Strength and ductility optimization of Mg–Y–Nd–Zr alloy by microstructural design, *Int. J. Plast.* 68

- (2015) 77–97.
- [35] K. Muszka, J. Majta, L. Bienias, Effect of grain refinement on mechanical properties of microalloyed steels, *Metall. Foundry Eng.* 32 (2006) 87–97.
- [36] E.O. Hall, The deformation and ageing of mild steel: III discussion of results, *Proc. Phys. Soc. Sect. B.* 64 (1951) 747–753.
- [37] N.J. Petch, The cleavage strength of polycrystals, *J. Iron Steel Inst.* 174 (1953) 25–28.
- [38] C.R. Chiang, The grain size effect on the flow stress of polycrystals, *Scr. Metall.* 19 (1985) 1281–1283.
- [39] R.L. Fleisgher, Substitutional solution hardening, *Acta Metall.* 11 (1963) 203–209. doi:10.1016/0001-6160(61)90242-5.
- [40] J.B. Clark, Age hardening in a Mg-9 wt.% Al alloy, 16 (1968) 141–152.
- [41] J.E. Hatch, Aluminum: properties and physical metallurgy, Aluminum Association Inc. and ASM International, 1984.
- [42] J.-F. Nie, Precipitation and hardening in magnesium alloys, *Metall. Mater. Trans. A.* 43A (2012) 3891–3939.
- [43] M.F. Ashby, D.R.H. Jones, *Engineering Materials 2*, Butterworth-Heinemann, Oxford, 2006.
- [44] R.Z. Valiev, Superior Strength in Ultrafine-Grained Materials Produced by SPD Processing, *Mater. Trans.* 55 (2014) 13–18.
- [45] P.W. Bridgman, Effects of high shearing stress combined with high hydrostatic pressure, *Phys. Rev.* 48 (1935) 825–847.
- [46] R. Valiev, Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties, *Nat. Mater.* 3 (2004) 511–516.
- [47] Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai, R. Hong, Ultra-fine grained bulk aluminum produced by accumulative roll-bonding (ARB) process, *Scr. Mater.* 39 (1998) 1221–1227.
- [48] V.M. Segal, Materials processing by simple shear, *Mater. Sci. Eng. A.* 197 (1995) 157–164.
- [49] A.O. Caballero, Optimización de propiedades mecánicas de las aleaciones de aluminio Al-7%Si y Al 7075 mediante deformación plástica severa: Procesado por Fricción batida (FSP) y extrusión en canal angular constante (ECAP), Universidad Complutense de Madrid, 2014.
- [50] F.J. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Elsevier, Oxford, 1995.
- [51] W.M. Thomas, E.D. Nicholas, J.C. Needham, M.G. Murch, P. Templesmith, C.J. Dawes, Patent application no. 9125978.8, 1991.
- [52] R.S. Mishra, Z.Y. Ma, Friction stir welding and processing, *Mater. Sci. Eng. R.* 50 (2005) 1–78.
- [53] W.-B. Lee, Y.-M. Yeon, S.-B. Jung, Mechanical properties related to

- microstructural variation of 6061 Al alloy joints by friction stir welding, *Mater. Trans.* 45 (2004) 1700–1705.
- [54] K. Kimapong, T. Watanabe, Friction stir welding of aluminum alloy to steel, *Weld. J.* (2004) 277–282.
- [55] J. Liao, N. Yamamoto, K. Nakata, Effect of dispersed intermetallic particles on microstructural evolution in the friction stir weld of a fine-grained magnesium alloy, *Metall. Mater. Trans. A.* 40A (2009) 2212–2219.
- [56] G. Campbell, T. Stotler, Friction stir welding of armor grade aluminum plate, *Weld. J.* 78 (1999) 45–47.
- [57] J. Ding, R. Carter, K. Laweless, A. Nunes, C. Russel, M. Suits, J. Schneider, Friction stir welding flies high at NASA, *Weld. J.* 3 (2006) 54–59.
- [58] W.J. Arbegast, Friction stir welding after a decade of development, *Weld. J.* 85 (2006) 28–35.
- [59] R.S. Mishra, M.W. Mahoney, S.X. McFadden, N.A. Mara, A.K. Mukherjee, High strain rate superplasticity in a friction stir processed 7075 Al alloy, *Scr. Mater.* 42 (2000) 163–168.
- [60] R.S. Mishra, M.W. Mahoney, Friction stir processing: A new grain refinement technique to achieve high strain rate superplasticity in commercial alloys, *Mater. Sci. Forum.* 357–359 (2001) 507–514.
- [61] A. Orozco-Caballero, P. Hidalgo-Manrique, C.M. Cepeda-Jiménez, P. Rey, D. Verdera, O.A. Ruano, F. Carreño, Strategy for severe friction stir processing to obtain acute grain refinement of an Al-Zn-Mg-Cu alloy in three initial precipitation states, *Mater. Charact.* 112 (2016) 197–205.
- [62] A. Orozco-Caballero, M. Álvarez-Leal, P. Hidalgo-Manrique, C.M. Cepeda-Jiménez, O.A. Ruano, F. Carreño, Grain size versus microstructural stability in the high strain rate superplastic response of a severely friction stir processed Al-Zn-Mg-Cu alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 680 (2017) 329–337.
- [63] A. Orozco-Caballero, O.A. Ruano, F. Carreño, Influence of grain coarsening on the creep parameters during the superplastic deformation of a severely friction stir processed Al-Zn-Mg-Cu alloy, *Metall. Mater. Trans. A.* 48 (2017) 3980–3984.
- [64] NASA, Friction stir welding, Space shuttle technology summary, 2011.
- [65] SpaceX, Falcon 9 overview, (2012). <http://www.spacex.com/falcon9.php>.
- [66] R. Vogelaar, Final friction stir weld on orion spacecraft, *Aviat. News.* (2010). <http://www.aviationnews.eu/2010/06/15/lockheed-martin-completes-final-friction-stir-weld-on-orion-spacecraft>.
- [67] N.T. transfer Program, <https://spinooff.nasa.gov/flyers/orion.htm>, (n.d.).
- [68] B.J. Dracup, W.J. Arbegast, Friction stir welding as a rivet replacement technology, U.S. Patent 6,779,707, 2004.
- [69] The Aluminum Association, Airbus to use friction stir welding, 2008. www.aluminum.org/AM/Template.cfm?Section=Home&CONTENTID=%0A22762&TEMPLATE=/CM/ContentDisplay.cfm%0A.

-
- [70] W.M. Thomas, S.W. Kallee, D.G. Staines, P.J. Oakley, Friction stir welding – process variants and developments in the automotive industry, in: SAE World Congr., 2006.
- [71] R.S. Mishra, M.W. Mahoney, Friction stir welding and processing., in: ASM Int., 2007: pp. 297–302.
- [72] S.W. Kallee, NZ fabricators begin to use friction stir welding to produce aluminum components and panels, Eng. News. (2006). <http://www.twi.co.uk/technical-knowledge/published-papers/nz-fabricators-begin-to-use-friction-stir-welding-to-produce-aluminium-components-and-panels-august-2006/>.
- [73] A. Meyer, FSW in automotive mass production – the new Mercedes SL, in: Proc. 9th Int. Symp. Frict. Stir Welding, TWI., 2012.
- [74] Honda Motor Co., Honda develops new technology to weld together steel and aluminum and achieves world’s first application to the frame of a mass-production vehicle, (2012). <http://world.honda.com/news/2012/4120906Weld-Together-Steel-Aluminum/index.html>.
- [75] J. Ding, R. Carter, K. Lawless, A. Nunes, C. Russel, M. Suits, Friction stir welding flies high at NASA, AWS Weld. J. March (2006) 54–9.
- [76] L. Fratini, B. Zuccarello, An analysis of through-thickness residual stresses in aluminium FSW butt joints, Int. J. Mach. Tools Manuf. 46 (2006) 611–619.
- [77] Apple Inc., We’ve gone to extraordinary lengths and widths, iMac Design, 2012. (n.d.). <http://www.apple.com/imac/design/>.
- [78] A.P. Reynolds, W. Tang, Thermal Management for Production of Very High Strength alloy 7050 Friction Stir Welds, in: 9th Int. Frict. Stir Weld. Symp. Huntsville, AL, TWI, Publ. CD, 2012.
- [79] C. Herring, Diffusional Viscosity of a Polycrystalline Solid, J. Appl. Phys. 21 (1950) 437–445.
- [80] F.R.N. Nabarro, Steady-state diffusional creep, Philos. Mag. 16 (1967) 231–237. <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/14786436708229736>.
- [81] R.L. Coble, A Model for Boundary Diffusion Controlled Creep in Polycrystalline Materials, J. Appl. Phys. 34 (1963) 1679–1682.
- [82] O.A. Ruano, O.D. Sherby, On constitutive equations for various diffusion-controlled creep mechanisms, Rev. Phys. Appliquée. 23 (1988) 625–637.
- [83] T.G. Langdon, Grain boundary sliding as a deformation mechanism during creep, Philos. Mag. 22 (1970) 689–700. doi:10.1080/14786437008220939.
- [84] A.K. Mukherjee, The rate controlling mechanism in superplasticity, Mater. Sci. Eng. 8 (1971) 83–89. doi:10.1016/0025-5416(71)90085-1.
- [85] R.C. Gifkins, Grain-boundary sliding and its accommodation during creep and superplasticity, Metall. Trans. A. 7 (1976) 1225–1232. doi:10.1007/BF02656607.
- [86] O.D. Sherby, J. Wadsworth, Superplasticity—Recent advances and future directions, Prog. Mater. Sci. 33 (1989) 169–221.
- [87] O.D. Sherby, P.M. Burke, Mechanical behavior of crystalline solids at elevated

- temperature, *Prog. Mater. Sci.* 13 (1968) 323–390.
- [88] J. Weertman, Steady-State Creep of Crystals, *J. Appl. Phys.* 28 (1957) 1185–1189. doi:10.1063/1.1722604.
- [89] M.A. Kulas, W.P. Green, E.M. Taleff, P.E. Krajewski, T.R. McNelley, Deformation mechanisms in superplastic AA5083 materials, *Metall. Mater. Trans. A.* 36A (2005) 1249–1261.
- [90] E.M. Taleff, W.P. Green, M.A. Kulas, T.R. McNelley, P.E. Krajewski, Analysis, representation, and prediction of creep transients in Class I alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 410–411 (2005) 32–37. doi:10.1016/j.msea.2005.08.085.
- [91] E.M. Taleff, G.A. Henshall, T.G. Nieh, D.R. Lesuer, J. Wadsworth, Warm-temperature tensile ductility in Al–Mg alloys, *Metall. Mater. Trans. A.* 29A (1998) 1081–1091.
- [92] S. Gupta, A.J. Beaudoin, J. Chevy, Strain rate jump induced negative strain rate sensitivity (NSRS) in aluminum alloy 2024: Experiments and constitutive modeling, *Mater. Sci. Eng. A.* 683 (2017) 143–152.
- [93] H. Aboulfadl, J. Deges, P. Choi, D. Raabe, Dynamic strain aging studied at the atomic scale, *Acta Mater.* 86 (2015) 34–42. doi:10.1016/j.actamat.2014.12.028.
- [94] S.M. Zhu, J.F. Nie, Serrated flow and tensile properties of a Mg–Y–Nd alloy, *Scr. Mater.* 50 (2004) 51–55.
- [95] A. Miller, The MATMOD Equations, Unified Const. Equations Creep Plast. (1987) 139–219.
- [96] R.B. Sills, W. Cai, Solute drag on perfect and extended dislocations, *Philos. Mag.* 96 (2016) 895–921.
- [97] O.D. Sherby, R.H. Klundt, A.K. Miller, Flow stress, subgrain size, and subgrain stability at elevated temperature, *Metall. Trans. A.* 8 (1977) 843–850.

2. MATERIAL Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2. MATERIAL Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1. MATERIALES

2.1.1. Aleación de magnesio WE54

La aleación de magnesio WE54 utilizada en el presente estudio se recibió en forma de chapas extruidas de dimensiones 300 x 80 x 5 mm en el estado térmico T6. El material fue proporcionado por la compañía Magnesium Elektron (Reino Unido) y su composición química se muestra en la Tabla 2.1.

Tabla 2.1. Composición química de la aleación Mg WE54 suministrada (% masa)

Y	TR*	Nd	Zr	Mn	Fe	La	Zn	Mg
5,1	1,9	1,8	0,45	0,01	0,002	<0,05	<0,005	resto

*TR: Otras Tierras Raras (Eu, Sm, Gd, Er)

Las chapas de WE54 se procesaron posteriormente en los siguientes estados térmicos:

- WE54-T6: Estado de máxima dureza. Corresponde al estado de recepción de las chapas y se consigue tras una puesta en solución sólida a 525 °C durante 4 horas, seguido de un envejecimiento artificial a 200 °C durante 16 horas [1].
- WE54-TT: Estado de mínima dureza. Este tratamiento se obtuvo tras un estudio de la evolución de los precipitados y la dureza con calentamientos a diferentes temperaturas y tiempos que se desarrollará en detalle en el Capítulo 4. El tratamiento térmico consiste en un calentamiento a 500 °C durante 5 horas y enfriamiento lento controlado a 16 °C/h.

2.1.2. Aleación de aluminio 2024

La aleación comercial Al 2024 se adquirió en Alu-Stock en forma de chapas laminadas de 3 mm de espesor en estado T351. Su composición química se indica en la Tabla 2.2. Se cortaron chapas de 290 x 110 x 3 mm para el posterior procesado por FSP. Las chapas se procesaron en dos estados iniciales:

Tabla 2.2. Composición química de la aleación Al 2024 suministrada (% masa)

Cu	Mg	Mn	Si	Fe	Zn	Ti	Mn	Al
4,3	1,5	0,6	<0,5	<0,5	0,15	0,03	0,007	resto

- 2024-T351: estado de máxima dureza para esta aleación. Corresponde al estado de recepción de las chapas y se consigue tras una puesta en solución sólida a 495 °C durante 1 h, temple en agua a 40 °C máximo, aliviado de la tensión mediante estiramiento controlado y endurecido por envejecimiento natural.
- 2024-TT: Recocido de mínima dureza. Calentamiento durante 48 h a 280 °C y enfriamiento en el horno. Tras este tratamiento térmico se reduce al máximo la cantidad de átomos en solución sólida, engrosando los precipitados, por lo que se minimizan posibles procesos dinámicos, tales como nucleación y crecimiento de nuevos precipitados durante el procesado por FSP.

2.2. PROCESADO POR FSP

Las aleaciones fueron procesadas por fricción-agitación (denominada también fricción batida o fricción rotativa) durante sucesivas estancias realizadas en el *Centro Tecnológico AIMEN, O Porriño, Pontevedra, España*. En la Figura 2.1 se muestra el equipo MTS PDS-4 Intelligent-Stir diseñado especialmente para realizar soldaduras y procesados mediante fricción-agitación y que ha sido utilizado en el presente estudio. Este equipo permite trabajar en control de fuerza o de posición y tiene 5 grados de libertad para poder soldar con doble curvatura. El rango de espesores que se pueden soldar/procesar con este equipo es de 1-40 mm.



Figura 2.1. Equipo MTS PDS-4 Intelligent-Stir utilizada para procesar por FSP las aleaciones de Mg WE54 y Al 2024.

La herramienta utilizada para el procesado por FSP se muestra en la Figura 2.2. Está formada por un pin roscado y facetado. Las roscas promueven el transporte de material desde la parte superior de la herramienta, hasta la parte inferior, generando un flujo vertical que ayuda a evitar posibles defectos en la zona inferior del punzón. Por otra parte, las facetas hacen que el punzón tenga menor volumen que uno puramente cilíndrico, lo cual ayuda a reducir el valor de las cargas laterales sobre la herramienta, permitiendo alcanzar una mayor velocidad de avance [2,3]. El hombro por su parte posee un surco en espiral que favorece el confinamiento del material a la vez que proporciona un acabado superficial de gran calidad [4]. Generalmente, la herramienta se inclina cierto ángulo para consolidar el cordón durante el procesado. En este caso, se trabajó con una inclinación de $1,5^\circ$.

La herramienta está fabricada de una superaleación MP159, cuya composición química nominal se da en la Tabla 2.3. Esta aleación posee las propiedades necesarias para resistir con éxito las elevadas exigencias del procesado por FSP, tales como alta resistencia mecánica, buen comportamiento a la corrosión y al desgaste a elevadas temperaturas.

Convencionalmente, durante el procesado por FSP, las chapas reposan sobre un soporte de acero. Adicionalmente, para estudiar el efecto de dos velocidades de enfriamiento, se ha utilizado un soporte refrigerado, en este caso, hecho de cobre y que posee un circuito interno por el que se hace pasar nitrógeno líquido. La parte central del soporte de cobre es macizo para poder procesar ejerciendo la forja necesaria. Ambos tipos de soportes fueron utilizados en la presente investigación y se muestran en la Figura 2.3.

Tabla 2.3. Composición nominal de la herramienta de la superaleación MP159 para el procesado por FSP de la aleación de Mg WE54 y de aluminio Al 2024, en % en peso.

Ni	Co	Cr	Fe	Mo	Ti	Nb	Al
25,5	35,7	19,0	9,0	7,0	3,0	0,6	0,2

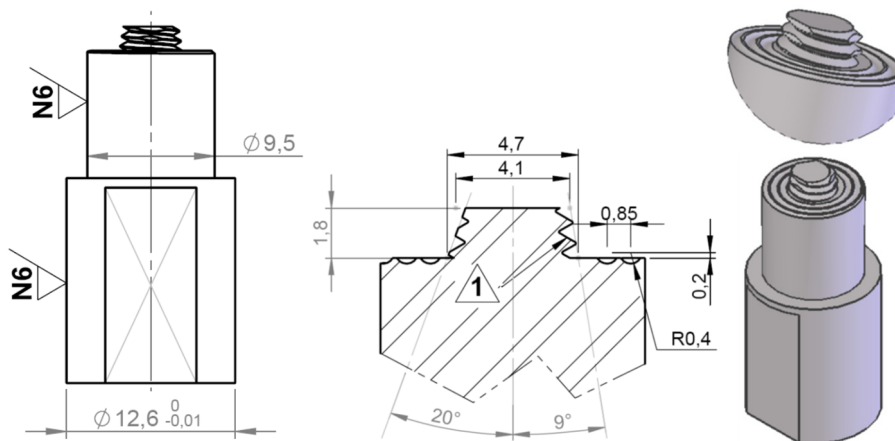


Figura 2.2. Herramienta de procesado mediante FSP de los materiales; detalle de las acanaladuras, medidas y morfología de la herramienta (hombro y punzón), en mm.

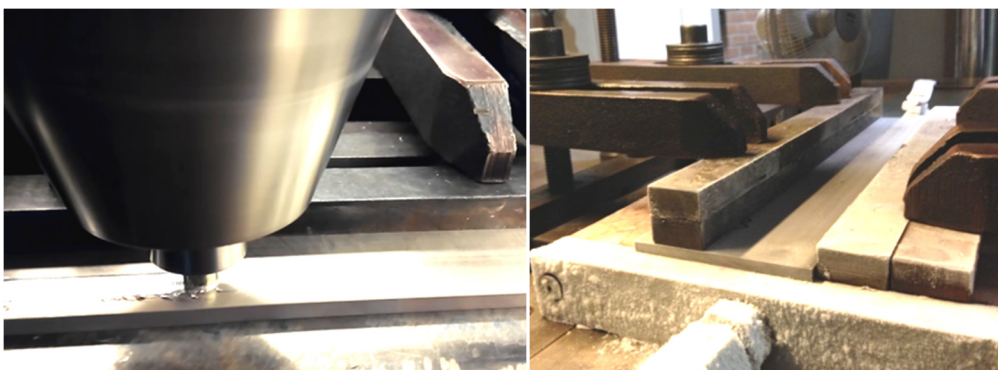


Figura 2.3. Imágenes del procesado por FSP. Soportes a) convencional de acero y b) cobre refrigerado mediante nitrógeno líquido.

El procedimiento para realizar el procesado se muestra en la Figura 2.4. Consiste en una programación del equipo en diferentes etapas:

- a) Inicio de la rotación de la herramienta con una velocidad previamente determinada (ω).
- b) Descenso del brazo de la máquina manteniendo la rotación hasta la penetración total del pin en la chapa a procesar. La penetración de la herramienta se programa al inicio, junto al resto de parámetros y se ejecuta desde el momento en el que la herramienta toca la superficie a procesar. En este caso, se trabajó en control de posición con una profundidad que oscila entre 1,99 y 2,05 mm.
- c) Movimiento del brazo de la máquina longitudinalmente manteniendo la herramienta en rotación dentro del material hasta un punto final determinado. La velocidad de avance longitudinal (v) se determina previamente. Debido a que la herramienta tarda unos segundos en acelerar hasta la velocidad programada, y decelerar al final hasta detenerse, los primeros y los últimos centímetros del material procesado no se analizaron.
- d) Al alcanzar el punto final de avance, la herramienta se mantiene rotando sobre el mismo punto brevemente.
- e) Finalmente, el brazo eleva la herramienta extrayéndola del material mientras simultáneamente se decelera la velocidad de rotación.

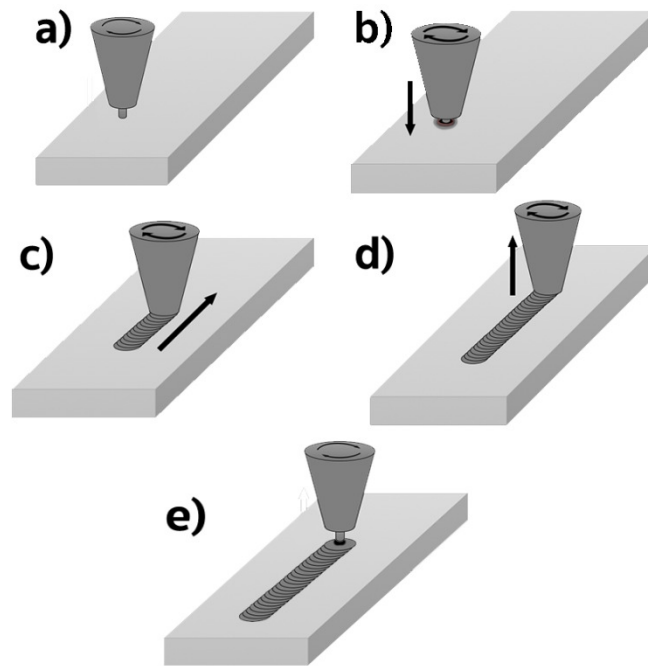


Figura 2.4. Etapas del procesado por FSP: a) inicio de la rotación, b) descenso e introducción de la herramienta en el material, c) desplazamiento a través del material, d) desaceleración y e) extracción de la herramienta.

Las condiciones de procesado elegidas en esta investigación se han seleccionado con el objetivo de conseguir la mayor severidad posible, alcanzando el límite de procesabilidad de cada material (Tabla 2.4 y 2.5). La razón por la que se ha buscado la máxima severidad es el consecuente afino microestructural que da lugar a notables mejoras en el comportamiento mecánico del material. La severidad tiene una relación inversa con el aporte energético en forma de calor que se genera por fricción entre la herramienta y el metal. De esta manera, a menor temperatura durante el procesado, mayor severidad. Con el objetivo de describir el aporte de calor se han utilizado dos parámetros que son la energía lineal (EL) y el índice calorífico (IC), que se definen con las siguientes Ecuaciones 2.1 y 2.2 [5]:

$$EL \approx \frac{\omega}{v} \quad (2.1)$$

$$IC \approx \frac{\omega^2}{v} \quad (2.2)$$

Los cordones de procesado se espaciaron en la chapa con respecto a los anteriores para evitar posibles calentamientos que puedan variar la microestructura.

Asimismo, la deformación introducida en el material durante FSP aumenta con la energía lineal, ya que es directamente proporcional a la velocidad de rotación (ω) e inversamente proporcional a la velocidad transversal (v). En cualquier caso, las deformaciones verdaderas introducidas en los procesados FSP realizados son elevadas, estimándose en el intervalo $20 < \varepsilon < 90$ [6,7].

Tabla 2.4. Condiciones de procesado por FSP utilizadas en la aleación WE54.

ω (rpm)	v (mm/min)	Soporte
1400	500	Acero convencional
		Cobre refrigerado a -60 °C
1000	500	Acero convencional
		Cobre refrigerado a -60 °C
1000	1000	Acero convencional
		Cobre refrigerado a -60 °C

Tabla 2.5. Condiciones de procesado por FSP utilizadas en la aleación Al 2024.

ω (rpm)	v (mm/min)	Soporte
1000	500	Acero convencional
		Cobre refrigerado a -60 °C
1000	1000	Acero convencional
		Cobre refrigerado a -60 °C
700	1000	Acero convencional
		Cobre refrigerado a -60 °C
700	1400	Acero convencional
		Cobre refrigerado a -60 °C

En total, se procesaron al menos 4 cordones para cada condición, soporte y tratamiento térmico inicial, con la intención de obtener 112 cordones de calidad.

2.3. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

2.3.1. Elección de la muestra

2.3.1.1. Muestras de los materiales de partida

El material de partida se caracterizó en los planos L (o XY), T (o YZ) y LT (o XZ), tal como se indica en la Figura 2.5. Las muestras se extrajeron usando una cortadora *Struers Accutom* equipada con un disco de diamante refrigerado. Estos planos son los característicos de chapas laminadas, como las de Al 2024 de partida, o de extrusiones planas, como la de la aleación de magnesio de partida, WE54.

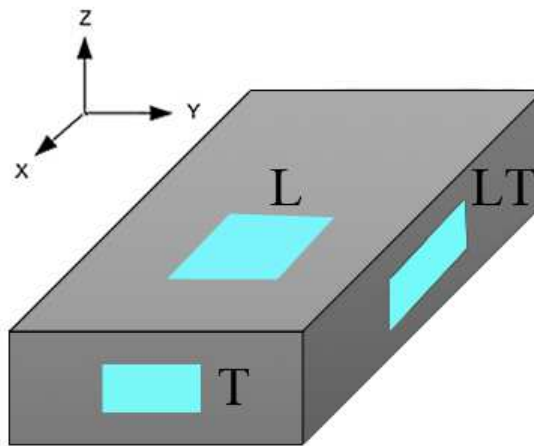


Figura 2.5. Esquema de una chapa y de los planos en los que se mecanizaron muestras.

2.3.1.2. Muestras procesadas por FSP

Las muestras procesadas por FSP se caracterización en los planos longitudinal (L) y transversal (T), mostrados en la Figura 2.6. En primer lugar, se comprobó la ausencia de defectos del procesado en el plano transversal. Esta sección YZ fue también utilizada en la caracterización mecánica mediante ultramicroindentación instrumentada. En segundo lugar, el plano longitudinal se utilizó en la caracterización microestructural mediante microscopía óptica, electrónica de barrido y de transmisión, así como en la caracterización mecánica mediante ensayos de tracción uniaxial. La caracterización microestructural en el plano longitudinal se realizó a una profundidad mínima de 0,5 mm desde la superficie de procesado y en discos de 3 mm en el centro del cordón para asegurar que el material analizado pertenece al centro de la zona batida (Figura 2.7).

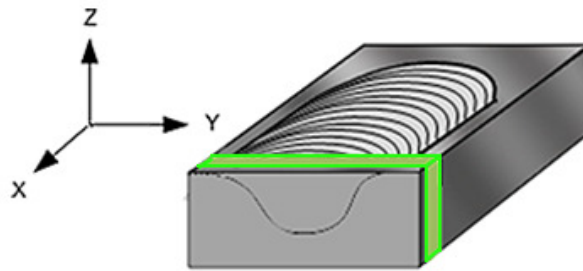


Figura 2.6. Esquema del corte de la sección transversal (plano T) en un cordón procesado.

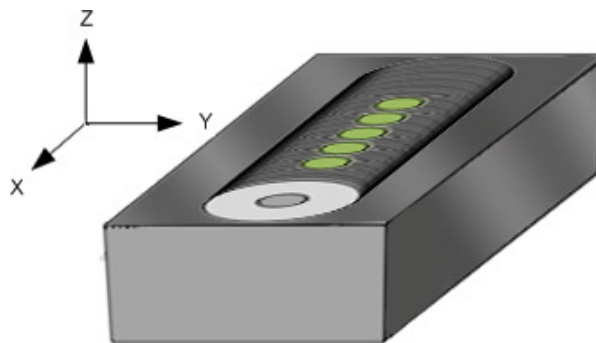


Figura 2.7. Esquema del corte para la obtención de muestras en el plano longitudinal (plano XY).

2.3.1.3. Probetas ensayadas a tracción

El material de partida y el procesado por FSP fueron ensayados a tracción en un amplio rango de temperaturas y velocidades de deformación. Las microestructuras resultantes tras los ensayos revelan información sobre mecanismos de deformación o cambios microestructurales durante la deformación. Las zonas deformadas analizadas se esquematizan en la Figura 2.8.

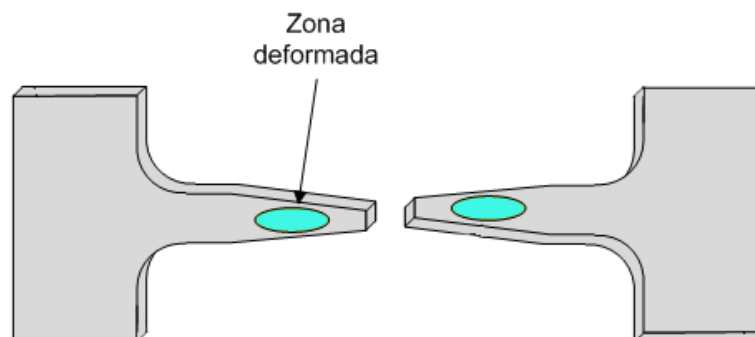


Figura 2.8. Zona analizada tras los ensayos de tracción uniaxial.

2.3.2. Microscopía óptica

La microscopía óptica, MO, se utilizó para la caracterización de la microestructura de los materiales de partida y para constatar la ausencia de defectos de procesado en los materiales Al 2024 y WE54. El equipo utilizado es un *Olympus BH-2* equipado con una cámara digital.

Los pasos para la preparación metalográfica para MO fueron los siguientes:

1. Desbaste. Se utilizaron lijas abrasivas de diferentes granulometrías, siempre comenzando por la más gruesa, de manera decreciente y acabando en 2000 gritt. En el caso del magnesio, con la WE54, la lija más gruesa fue la de 600 gritt ya que es una aleación relativamente blanda y se pierde mucho material innecesariamente en lijas más gruesas.
2. Pulido mecánico. Se emplearon pastas de diamante de 6 y 1 μm con lubricante base etanol DP-Blue (Struers). El paso final del pulido se realizó con una suspensión de partículas de sílice coloidal que no cristaliza de 0,05 μm para ambas aleaciones (MasterMet2 de Buehler).
3. Ataque químico. Para revelar las fronteras de grano se atacaron los materiales de partida. En el caso del Al 2024, se utilizó el reactivo Keller compuesto por un 95% agua, 2,5% HNO_3 , 1,5% HCl y 1% HF en volumen. En el caso de la aleación de magnesio WE54 se atacó añadiendo 1 ml de NITAL (1-5 ml en 100 ml de etanol) al último paso de pulido con sílice.

2.3.3. Microscopía electrónica de barrido

Los materiales de partida fueron caracterizados mediante microscopía electrónica de barrido, MEB. Esta caracterización fue especialmente exitosa en la aleación de magnesio WE54 mientras que la de aluminio 2024 requirió una caracterización adicional. Asimismo, esta técnica se utilizó para la caracterización topográfica de las probetas tras los ensayos de tracción.

El microscopio utilizado fue un *HITACHI ColdFEG S-4800* (CENIM-CSIC) con una resolución teórica de 1 nm a 15kV. La preparación metalográfica para MEB se realizó con los mismos métodos de desbaste y pulido convencionales descritos en el apartado

anterior. Las probetas cuya topografía fue caracterizada tras los ensayos de tracción fueron pulidas previamente y no fue necesaria preparación adicional.

2.3.4. Difracción de electrones retrodispersados

La difracción de electrones retrodispersados (EBSD) dentro de un MEB permite determinar las orientaciones cristalográficas, tamaño y morfología, así como la microtextura de una muestra. Esta técnica consiste en detectar e identificar patrones de difracción formados por líneas de Kikuchi. La muestra se inclina generalmente 70° con respecto al haz de electrones proveniente de la pieza polar del MEB. En estas condiciones se maximiza la señal de electrones retrodispersados que el detector de EBSD, situado en frente de la muestra, puede registrar. Los electrones interactúan con los planos cristalinos del material y difractan según la condición de Bragg, generando dos conos abiertos, casi planos, denominados conos de Kossel [8]. La intersección de cada par de conos en la pantalla de fósforo del sistema EBSD da lugar a dos líneas hiperbólicas paralelas llamadas líneas de Kikuchi sobre la pantalla de fósforo del detector de EBSD. El conjunto de todos los pares de líneas procedentes de los planos que difractan genera un patrón de difracción o diagrama de Kikuchi característico de la estructura cristalina del material estudiado y de la orientación de ésta en el espacio. En la Figura 2.9a se esquematiza la formación de un par de líneas de Kikuchi desde que se emiten los electrones mediante el haz, cuando incide en el material y cómo se recoge la señal en el detector. En la Figura 2.9b se muestra un diagrama de Kikuchi apto para ser analizado.

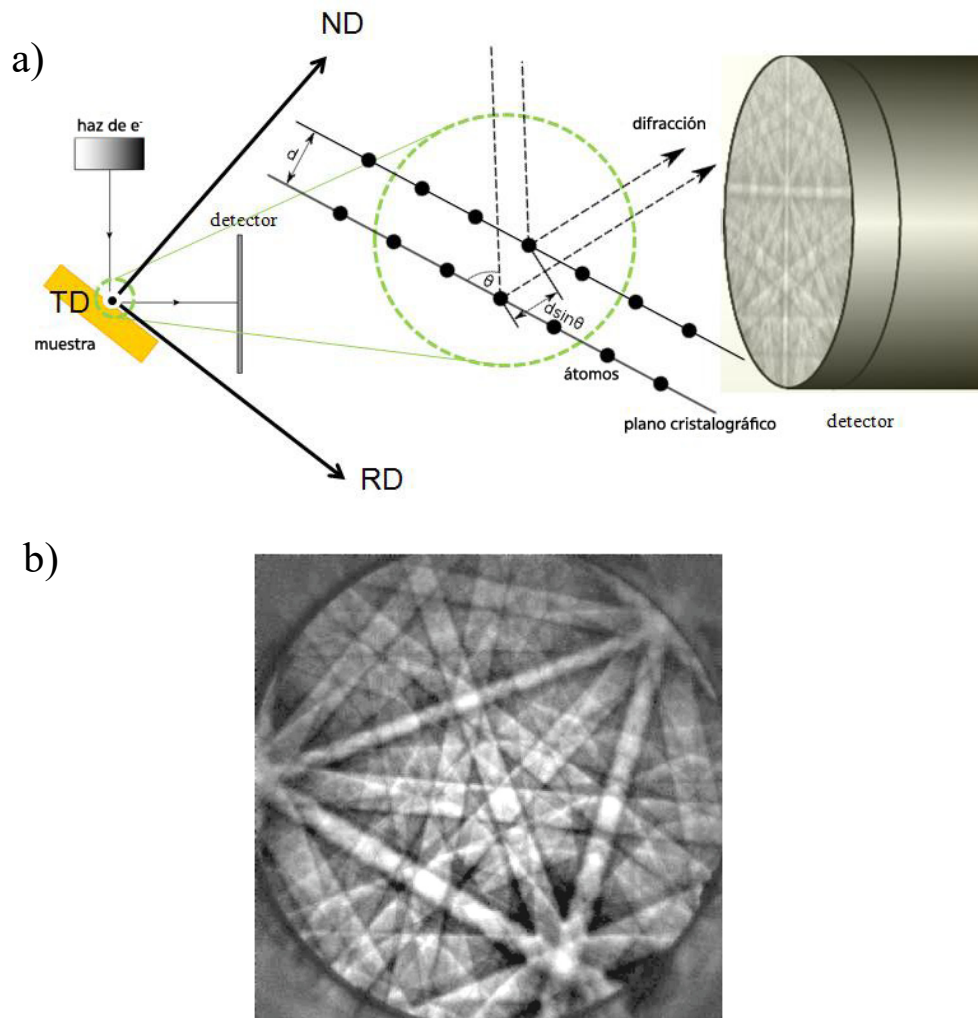


Figura 2.9. a) Esquema general del proceso de obtención de pares de líneas de Kikuchi y b) diagrama de Kikuchi típico para analizar patrones.

Los diagramas de difracción generados son analizados mediante un software que compara con los diagramas de la base de datos de orientaciones para un determinado sistema cristalino. Una vez encontrada la correspondencia se produce la indexación, asignando una orientación cristalina determinada para ese punto analizado [9].

De la aleación de magnesio WE54 se analizaron las muestras de partida y las procesadas por FSP. Para ello se empleó un microscopio de barrido JEOL JSM 6500 F (CENIM-CSIC), operando a una tensión de aceleración de 15 kV y a una distancia de trabajo de 15 mm. Todas las muestras procesadas por FSP se caracterizaron a 4000 aumentos usando un tamaño del paso de $0,07 \mu\text{m}$.

En el caso de la aleación Al 2024, el análisis del material de partida y del procesado se realizó en un ESEM FEI Quanta 650 durante la estancia realizada en la Universidad del RUHR, Bochum, Alemania. De nuevo, los mapas se obtuvieron a 4000 aumentos para las muestras procesadas.

La técnica EBSD posee limitaciones en la indexación de muestras de tamaño de grano muy fino y/o con una elevada densidad de dislocaciones. En el caso de las condiciones con el tamaño de grano más fino obtenido, no fue posible la adquisición por medio de condiciones convencionales. Por tanto, se tuvo que realizar una calibración específica en el microscopio JEOL JSM 6500F (CENIM-CSIC) para dichos casos, utilizando un voltaje de aceleración de 10 kV (en lugar del convencional, 20 kV) para minimizar el volumen de interacción de los electrones y facilitar una indexación inequívoca, evitando la detección de patrones de Kikuchi de granos subyacentes.

El tratamiento de datos se realizó con el software Channel 5 de Oxford Instruments. Los mapas de EBSD se representaron usando como leyenda el IPF de cada sistema cristalino correspondiente. Las fronteras de bajo ángulo LABs (*low angle boundaries*), entre 2° y 15° de desorientación, se representaron en gris. Por su parte, las fronteras de alto ángulo o HABs (*high angle boundaries*), superiores a 15°, se representaron en negro con un mayor grosor de línea para poder apreciar correctamente las diferencias con las anteriores.

Las figuras de polos se representaron para tres familias de planos características de cada sistema cristalino. Para los materiales hexagonales (aleación de magnesio WE54) se representaron las figuras de polos de las familias de planos {0001}, {11-20} y {10-10}, correspondientes a los planos basales, prismáticos y piramidales, respectivamente. En el caso de los materiales cúbicos (aleación de aluminio 2024), las familias de planos representadas son la {111}, {110} y {100}, correspondientes a los planos diagonales entre aristas (plano más compacto en sistemas cúbicos), diagonales entre vértices y caras de la celdilla unidad, respectivamente.

Las desorientaciones cristalográficas se calcularon como las medias aritméticas de las desorientaciones en cada punto de contacto entre los granos contiguos. Se obtuvo así el ángulo de desorientación media (θ), en el que no se consideraron ángulos menores de 2° ya que la técnica ofrece una limitada resolución angular para valores tan bajos.

La preparación de muestras se realizó de la misma manera que para las muestras utilizadas en microscopía electrónica de transmisión, explicadas en el siguiente apartado.

2.3.5. Microscopía electrónica de transmisión

La microscopía electrónica de transmisión, MET, fue empleada principalmente para el estudio detallado de los tamaños de grano de la aleación Al 2024 procesada por FSP, puesto que se obtuvieron tamaños de granos nanométricos que no son fácilmente caracterizables mediante otras técnicas. Además, se caracterizaron los precipitados, fronteras y puntualmente dislocaciones.

Las probetas, consistentes en discos de 3 mm, fueron obtenidas del plano longitudinal descrito en el apartado 2.3.1.2 (Figura 2.7). El espesor de los discos se rebajó por debajo de 100 μm , para posteriormente ser sometidos a un pulido y adelgazamiento electroquímico. De esta manera se generan zonas de espesor de apenas algunos átomos, transparentes a los electrones. Este paso se realizó en una pulidora electroquímica *Struers Tenupol 5* operando a 15 V y $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta la detección del paso de luz. El electrolito utilizado fue una solución de 30% HNO_3 - 70% CH_3OH .

Las condiciones procesadas sobre el soporte de acero se caracterizaron en una primera estancia breve de tres meses en la Ruhr-Universität en Bochum, Alemania, usando un MET Tecnai Supertwin F20 en el modo STEM a 200 kV (Figura 2.10). La microscopía STEM (Microscopía electrónica de transmisión de barrido) combina los principios de MET y MEB. Al igual que en MEB, la técnica de STEM desliza un haz de electrones fino y focalizado a lo largo de la muestra. La interacción entre este haz y los átomos de la muestra generan un flujo de señales que se correlacionan con la posición del haz para construir una imagen virtual donde la intensidad de la señal en cualquier localización de la muestra es representada por la intensidad en la escala de gris de la correspondiente localización en la imagen. La principal ventaja respecto al MEB convencional es la mejora en la resolución espacial. Por otro lado, la técnica de STEM, al igual que en TEM, requiere muestras muy finas y detecta principalmente los electrones transmitidos a través de la muestra. Su principal ventaja respecto al TEM convencional es que permite el uso de otras señales que no pueden ser espacialmente correlacionadas en TEM, como los electrones secundarios, electrones dispersados, rayos X característicos y pérdidas de energía de los electrones.



Figura 2.10. Microscopio de transmisión Tecnai Supertwin F20 (Ruhr-Universität en Bochum, Alemania).

Las adquisiciones de imágenes se realizaron en campo claro en todos los casos.

Por otra parte, el material procesado en soporte criogenizado a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ se analizó en una segunda estancia breve de tres meses realizada en el instituto de tecnología y materiales en la Technische Universität en Berlín, Alemania. En el microscopio de transmisión no se pudieron analizar las muestras debido a la falta de contraste entre granos por la ausencia de modo STEM en ese equipo. Por esta razón las muestras se analizaron en el centro de microscopía electrónica (ZELMI, Berlín) en un equipo Hitachi SU8030 (MEB) a 30 kV en modo STEM.

El estudio de los tamaños de grano y subgrano se llevaron a cabo sobre las micrografías obtenidas mediante análisis de imagen. Colocando un acetato sobre cada imagen, se pintaron todos los límites de grano que el ojo humano diferencia, pero no así un software automatizado ya que las micrografías son todas en escala de grises. Una vez pintados los acetatos con los límites en negro se escanearon sobre un fondo blanco y se realizó un análisis de imagen utilizando el software *SigmaScan 4.0*. Se obtuvieron los valores de eje mayor (D) y menor (d) de cada celda/(sub)grano, así como el diámetro de Feret (D_F), y la relación de aspecto (RA) como $RA = d/D$.

2.4 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA

2.4.1. Ultramicroindentación instrumentada

La ultramicroindentación instrumentada se utilizó para caracterizar en un área de interés los valores de dureza Berkovich a temperatura ambiente en las aleaciones Al 2024 y Mg WE54. El objetivo de caracterizar la dureza en un área es el de valorar el grado de homogeneidad microestructural después del procesado. Estos ensayos se realizaron en un ultramicroindentador Nanotest 600 de Micromaterials. El equipo registra valores de carga (P) en función del desplazamiento (h) de la punta. Para definir el valor de las durezas se ha utilizado el valor de la penetración de la punta en el material.

Los materiales se analizaron en el plano YZ o corte transversal tanto de las chapas de partida como de los materiales procesados por FSP. Las muestras se embutieron en resina epoxi y se pulieron siguiendo el método convencional descrito en 2.3.2 (Figura 2.11). Para cada área se realizaron 38 huellas separadas 350 μm a lo ancho repetido en 6 filas separadas 375 μm entre sí, lo que equivale a 228 huellas que barren un área de 13650 x 1875 μm . Esta área cubre todas las zonas de procesado: material base (MB), zona térmicamente afectada (ZT), zona térmomecánicamente afectada (ZTMA) y zona batida (ZB). Los parámetros designados para las huellas fueron: Tasa de carga/descarga 75 mN/s, carga de 2 N y con los experimentos en control de carga y no de profundidad.

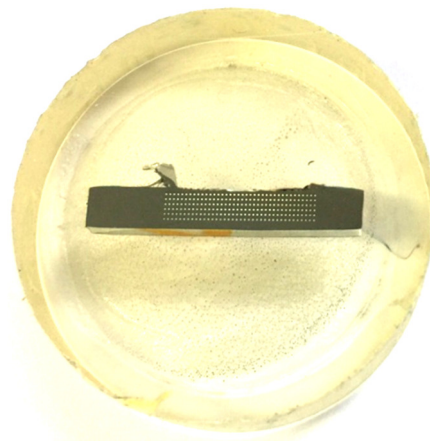


Figura 2.11. Ejemplo de matriz de indentaciones realizadas en la aleación Al 2024 procesada por FSP.

El tratamiento de las curvas resultado de estos ensayos se realizó con el software del equipo usando esencialmente el análisis propuesto por Oliver y Pharr [10]. Algunos

parámetros importantes se muestran esquematizados en la Figura 2.12.b. En el corte transversal de una huella de indentación se puede apreciar la profundidad final (h_f), consistente en la profundidad de la huella permanente después de que el indentador se retire totalmente. También la cantidad de hundimiento o penetración (h_s), definida como la distancia entre la superficie inicial del material y la primera zona que contacta con el indentador en estado de carga máxima. Este valor se extrae de la siguiente expresión: $h_s = \epsilon \cdot P_{\max}/S$, donde ϵ es una constante que depende de la geometría del indentador y que para una punta tipo Berkovich vale $\epsilon = 0,72$, y S es la rigidez (es decir, la pendiente de la curva de descarga). Por último, la profundidad total en contacto entre el indentador y el material (h_c) puede obtenerse de $h_c = h_{\max} - h_s = h_{\max} - \epsilon \cdot P_{\max}/S$; siendo el valor de área (A) de la huella en estado de carga máxima ($A = f(h_c)$). El cálculo de la dureza se realiza efectuando el cociente $H = P_{\max}/A$.

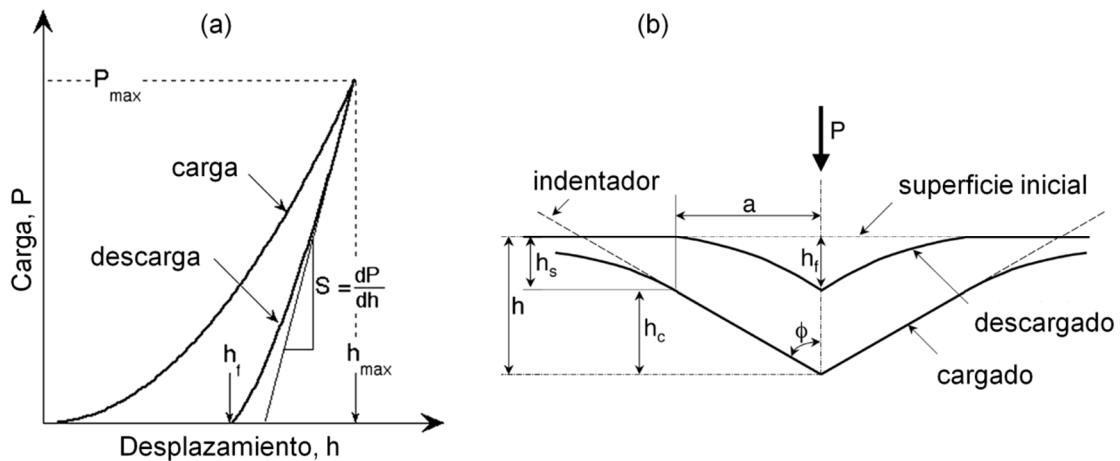


Figura 2.12. (a) Ejemplo típico de una Curva P-h obtenida en un ensayo de indentación (b) perfil de una huella de indentación con los parámetros necesarios para el cálculo de dureza, rigidez (S) y módulo elástico.

2.4.2. Ensayos de tracción uniaxial

Las propiedades mecánicas de las aleaciones Al 2024 y Mg WE54 se evaluaron mediante ensayos de tracción uniaxial en un amplio rango de temperaturas, desde temperatura ambiente hasta 450 °C. Estos ensayos se realizaron en dos máquinas hidráulicas universales de ensayos mecánicos, una *Instron 1362* y una *Servosis ME-405*. Ambos equipos están equipados con sendos hornos de radiación elípticos dotados de cuatro lámparas de cuarzo capaces de alcanzar la temperatura objetivo en menos de 10 min. Se mecanizaron probetas mediante electroerosión con las dimensiones mostradas en

la Figura 2.13. En el caso de los materiales procesados por FSP las probetas se mecanizaron a lo largo del cordón y asegurando que la zona ensayada contiene sólo la zona batida del procesado, Figura 2.14.

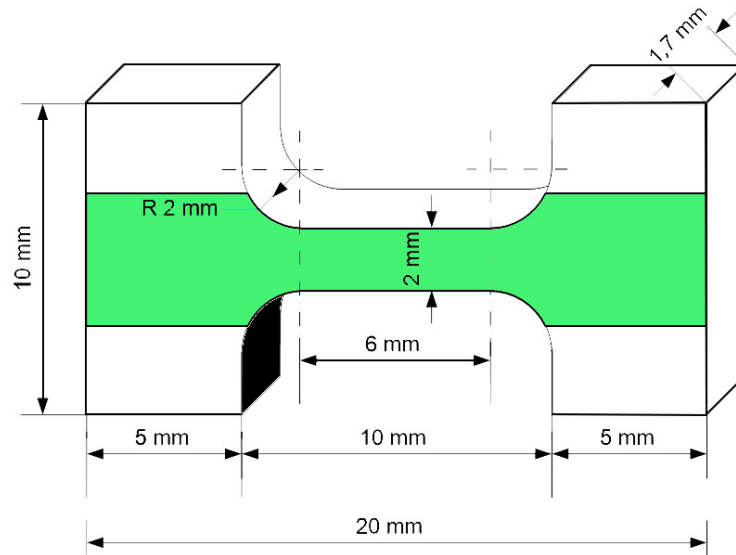


Figura 2.13. Esquema y dimensiones de las probetas de tracción utilizadas en los ensayos de tracción del material procesado por FSP.

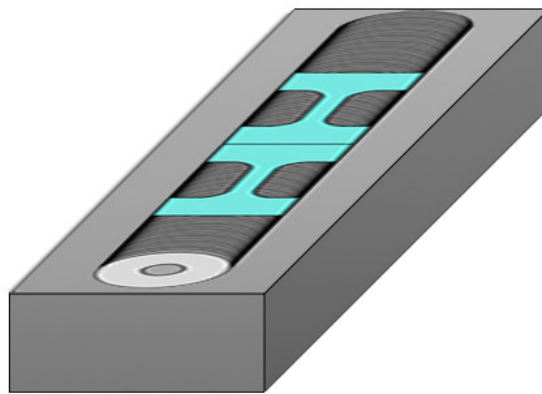


Figura 2.14. Esquema de mecanizado de las probetas de tracción en un cordón de procesamiento por FSP.

2.4.3. Análisis de las curvas de tracción

Los datos obtenidos de los ensayos mecánicos son valores de fuerza-desplazamiento. Estos datos se deben convertir en valores de tensión-deformación verdaderos (σ - ϵ) utilizando las siguientes Ecuaciones 2.3 y 2.4.

$$\sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{S_0}(1 + e) \quad (2.3)$$

$$\varepsilon = \ln(1 + e) \quad (2.4)$$

donde F es fuerza, S el área, S_0 es la sección de las probetas antes de los ensayos y e es el alargamiento plástico instantáneo, que viene dado por la Ecuación 2.5:

$$e = \frac{L - L_0}{L_0} \quad (2.5)$$

donde L_0 es la longitud inicial de la probeta, $L_0 = 6,5$ mm, y L es la longitud de la probeta de tracción instantánea.

Se realizaron dos tipos de ensayos mecánicos:

- a) Ensayos de tracción uniaxial a velocidad de travesaño constante. Estos ensayos se realizaron desde temperatura ambiente hasta 450 °C en intervalos de 50 °C. La velocidad de travesaño fue seleccionada de tal manera que la velocidad de deformación inicial fuese $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.
- b) Ensayos con cambios en la velocidad de deformación a intermedias y altas temperatura, desde 300 °C hasta 450 °C. Estos ensayos comienzan a $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ y tras un alargamiento de 1,2 mm se disminuye progresivamente la velocidad de deformación hasta 10^{-5} s^{-1} en “saltos” de velocidad de medio orden de magnitud, durante el tiempo necesario para alargar 0,2 mm en cada salto, para posteriormente incrementar de nuevo la velocidad de deformación hasta 10^{-2} s^{-1} , en saltos de velocidad de un orden de magnitud, completando el ensayo hasta la fractura del material. De esta manera, con un solo ensayo, calentando una sola vez el horno y utilizando una sola probeta, se obtiene la información equivalente a diferentes ensayos uniaxiales a distintas velocidades de deformación a una temperatura dada. Esta manera de proceder es muy ventajosa, especialmente si el material es escaso, caro y/o se ensayan muchas condiciones.

Mediante los ensayos del grupo a), se obtuvieron los siguientes parámetros mecánicos: límite elástico ($\sigma_{0,2}$), definido como la tensión para dada para un alargamiento plástico $\epsilon = 0.2\%$, resistencia máxima o UTS (σ_{\max}), definida como el valor máximo de tensión verdadera, alargamiento uniforme (ϵ_u), definido como el alargamiento plástico hasta alcanzar σ_{\max} , y alargamiento a rotura (ϵ_f), definido como el alargamiento plástico hasta el punto de rotura de la muestra. Este último parámetro ha sido utilizado en el presente estudio como indicador de la ductilidad del material en cuestión.

Puesto que uno de los objetivos de la tesis es obtener la mayor superplasticidad y por lo tanto los mayores alargamientos a rotura posibles, se ha considerado dar las tensiones corregidas por la disminución de la sección durante el ensayo, es decir, considerar tensiones verdaderas. Por esta razón, el valor considerado del UTS es el correspondiente a la tensión máxima verdadera. Para altas deformaciones este valor no coincide con el obtenido del punto máximo de la curva fuerza-desplazamiento sin corregir.

Con los ensayos del grupo b), se extrajeron los pares $\dot{\epsilon} - \sigma$ necesarios para obtener los parámetros de fluencia característicos del mecanismo de deformación activo durante la deformación. Estos parámetros son: exponente de la tensión, n , y energía de activación, Q . Puesto que los parámetros se calcularon a partir de los pares $\dot{\epsilon} - \sigma$ experimentales, se denominaron exponentes de la tensión y energías de activación aparentes (n_{ap} y Q_{ap} respectivamente). Estos parámetros se calcularon con las siguientes Ecuaciones 2.6 y 2.7:

$$n_{ap} = \left[\frac{\Delta \log \dot{\epsilon}}{\Delta \log \sigma} \right]_{T=cte} \quad (2.6)$$

$$Q_{ap} = n_{ap} R \left[\frac{\Delta \ln \left(\frac{\sigma}{E} \right)}{\Delta \left(\frac{1}{T} \right)} \right]_{\dot{\epsilon}=cte} \quad (2.7)$$

donde $R = 8.31 \text{ J/K mol}$ es la constante universal de los gases y E es el módulo de Young. Para el aluminio y el magnesio, el valor de E y su dependencia con T vienen recogidos en [11].

2.5 BIBLIOGRAFÍA

- [1] P. Rodrigo, C.J. Múnez, M.D. López, J. Ramos, E. Otero, M.D. Escalera, Heat Treatment of WE54 Wrought Alloy, in: *Int. Conf. Magnes. Alloy. Their Appl.*, 2009: pp. 577–582.
- [2] R.E. Thomas, W. M., & Dolby, Friction Stir Welding Developments, *Proc. Sixth Int. Trends Weld. Res.* (2003) 203–211.
- [3] M. Aissani, S. Gachi, F. Boubenider, Y. Benkedda, Design and Optimization of Friction Stir Welding Tool, *Mater. Manuf. Process.* 25 (2010) 1199–1205.
- [4] W. M. Thomas et al., Friction Stir Welding, U.K. Patent Application 2, 1996.
- [5] I. Charit, R.S. Mishra, Abnormal grain growth in friction stir processed alloys, *Scr. Mater.* 58 (2008) 367–371. doi:10.1016/j.scriptamat.2007.09.052.
- [6] H.W. Zhang, Z. Zhang, J.T. Chen, The finite element simulation of the friction stir welding process, *Mater. Sci. Eng. A.* 403 (2005) 340–348.
- [7] S. Palanivel, A. Arora, K.J. Doherty, R.S. Mishra, A framework for shear driven dissolution of thermally stable particles during friction stir welding and processing, *Mater. Sci. Eng. A.* 678 (2016) 308–314.
- [8] D.B. Williams, C.B. Carter, *Transmission Electron Microscopy*, 2009.
- [9] V. Randle, O. Engler, *Introduction to texture analysis : macrotexture, microtexture and orientation mapping*, Gordon & Breach, Amsterdam, 2000.
- [10] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mater. Res.* 7 (1992) 1564–1583.
- [11] W. Köster, Die temperaturabhängigkeit des elastizitätsmoduls reiner metalle, *Z. Met.* 39 (1948) 1–9.

3. ALEACIÓN AI 2024

3. ALEACIÓN Al 2024

3.1. RESULTADOS DE LA ALEACIÓN Al 2024

3.1.1. Procesado por FSP

La aleación de Al 2024 fue procesada teniendo en cuenta el índice calorífico (IC) y el límite de severidad en el que el material presentó defectos, tal y como se explicó en el capítulo 2. En la Tabla 3.1 se muestra la nomenclatura de las condiciones de procesado utilizada en este capítulo indicándose la velocidad de rotación (ω), velocidad de avance (V), energía lineal (EL) e índice calorífico (IC). La nomenclatura total de cada muestra se compone de una primera abreviatura AL (de aluminio) y del tratamiento térmico en el que se encuentra el material procesado: T3 para el estado de máxima dureza y TT para el de mínima. El sufijo _CRIO se usa para el soporte de procesado criogenizado, mientras que si no se especifica nada corresponde al de acero convencional. Así, una condición procesada a 1000 rpm y 500 mm/min, con tratamiento térmico de partida T3 y sobre soporte criogenizado se nombrará: ALT3_10_5_CRIO.

El paso de la herramienta proporciona un aspecto superficial que depende de la velocidad de avance y de rotación (Figura 3.1). A menor IC mayor separación entre las bandas que aparecen en la superficie. Las condiciones más severas utilizadas fueron de 700 rpm y 1400 mm/min, con un IC de 350, no siendo posibles usar condiciones con menor IC ya que se forman defectos en el material.

Se procesó el material en control de posición manteniendo valores de penetración lo más constantes posibles (≈ 2 mm) sin provocar excesiva rebaba confinando correctamente el material. El valor de forja alcanzado fue en torno a ≈ 20 kN.

Tabla 3.1. Nomenclatura de las condiciones de procesado por FSP, indicándose la velocidad de rotación (ω), velocidad de avance (V), energía lineal (EL) e índice calorífico (IC).

ω (rpm)	V (mm/min)	EL (rpm/mm)	IC (rpm ² /(mm/min))	Nomenclatura
1000	500	2	2000	10_5
1000	1000	1	1000	10_10
700	1000	0,7	490	7_10
700	1400	0,5	350	7_14

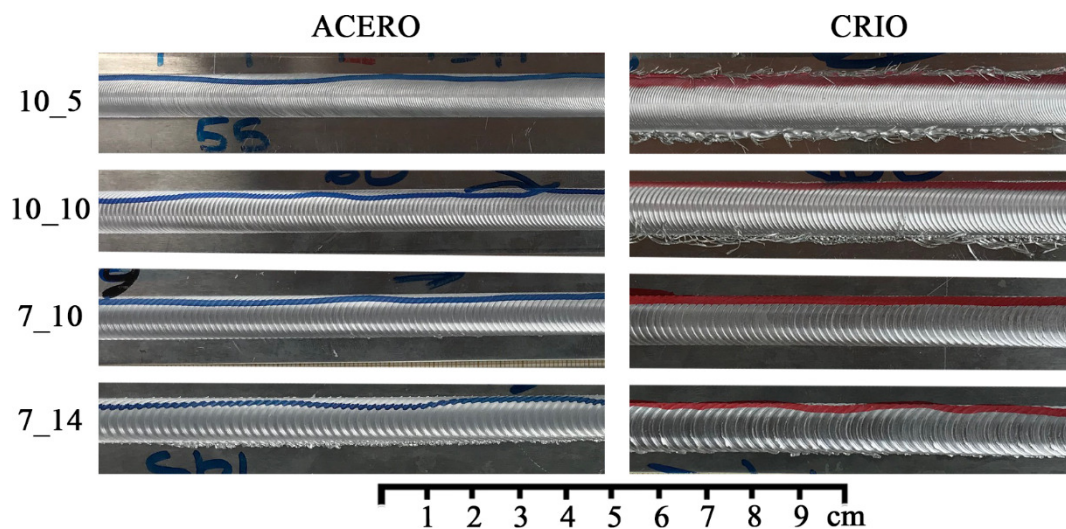


Figura 3.1. Macrografías de los acabados superficiales para las cuatro condiciones de procesado por FSP en los dos diferentes soportes, convencional de acero y criogenizado.

3.1.2. Microestructura

3.1.2.1. Microestructura del material de partida

La microestructura del material de partida fue examinada mediante microscopía óptica (MO), microscopía electrónica de transmisión (MET) y difracción de electrones retrodispersados (EBSD).

La microestructura de la aleación de partida en estado T3 se observó en los planos L, LT y T mediante MO, Figura 3.2. Las micrografías muestran granos alargados, especialmente en el plano LT, de un tamaño entre 50 y 150 μm en su eje mayor y entre 20 y 40 μm en su eje menor. Los precipitados, de distinto tamaño y tipo, se distribuyen por toda la muestra. Se pueden observar partículas negras de morfología irregular de tamaño 5-15 μm , denominadas partículas constituyentes, con una composición compleja rica en Fe, Mn, Si y Al.

En la Figura 3.3 se muestran micrografías MET donde se observa un segundo tipo de precipitados de menor tamaño. Estos precipitados se denominan endurecedores y pueden tener morfologías tipo bastón con un tamaño entre 50-500 nm en el eje mayor y 10-50 nm en el eje menor. La composición principal de este tipo de compuestos es CuAl_2 o CuMgAl_2 [1]. Los precipitados con morfología de bastón se encuentran orientados en la misma dirección y pueden atravesar fronteras de grano tal y como se observa en la Figura 3.3a. En la Figura 3.3b se observa una sección circular de un precipitado de unos 600 nm

de diámetro. Durante el tratamiento de mínima dureza (TT) se propicia el crecimiento de los precipitados endurecedores de más tamaño a costa de los más pequeños. Esto hace que la separación entre ellos en el estado TT sea superior que en el T3. En último lugar, en la Figura 3.4, se muestra una micrografía de MET con marañas de dislocaciones dentro de un grano del aluminio de partida del estado T3.

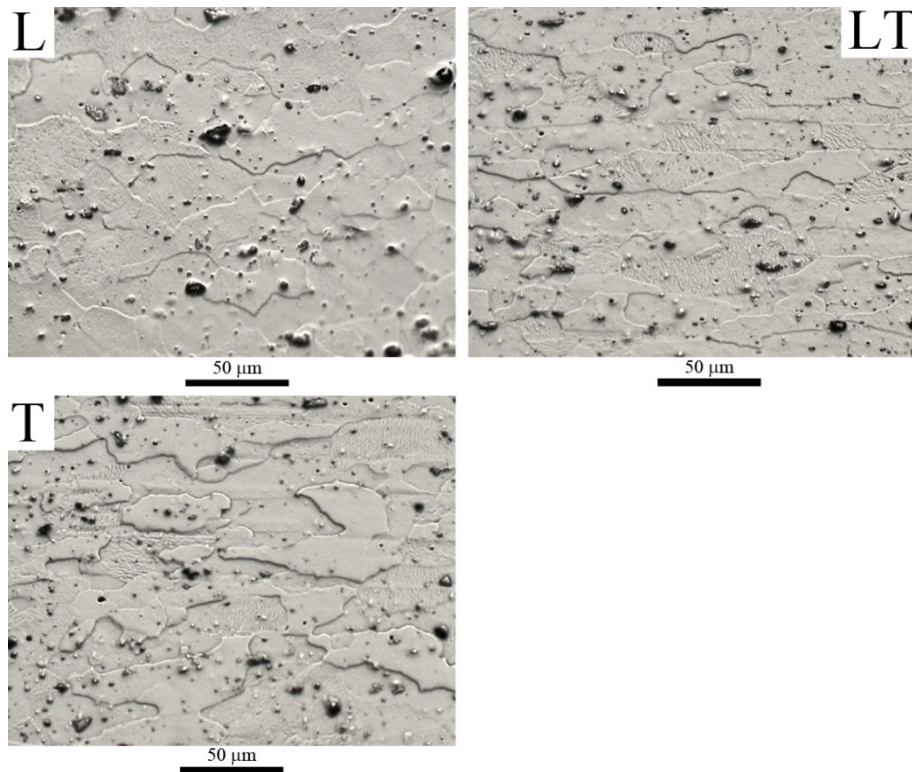


Figura 3.2. Micrografías MO de la aleación Al 2024-T351 inicial.

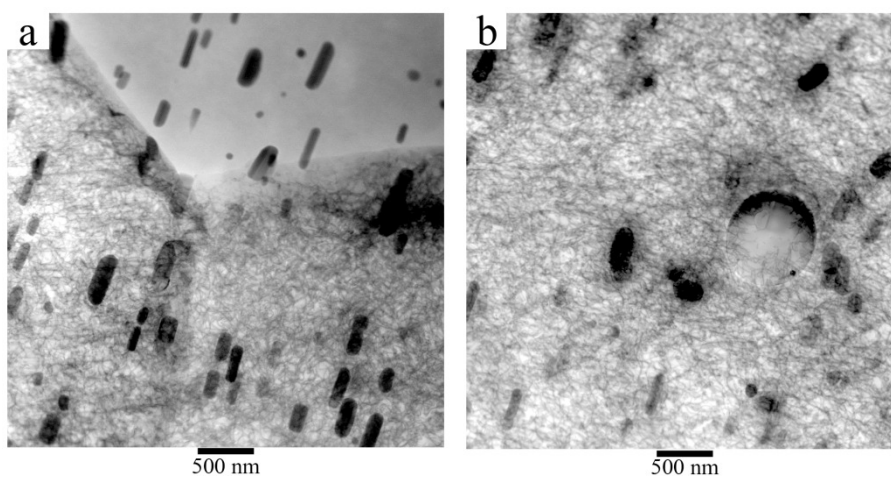


Figura 3.3. Micrografías MET de la aleación de partida Al 2024 en estado T351. a) Detalle de una frontera de grano y b) de los precipitados.

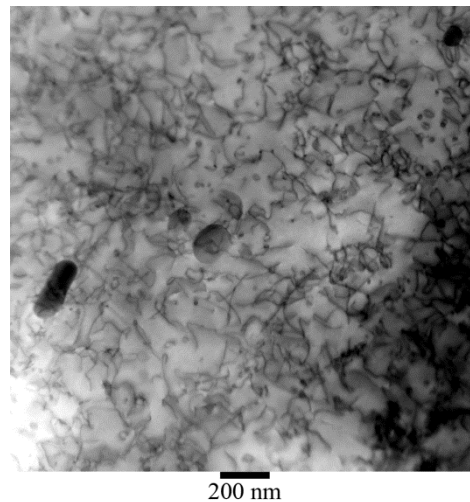


Figura 3.4. Micrografía MET mostrando dislocaciones en la aleación de partida Al 2024- T351.

3.1.2.2. Microestructura del material procesado por FSP

El material procesado por FSP fue estudiado mediante diferentes técnicas de microscopía para determinar los tamaños de grano, orientaciones y texturas cristalográficas, así como la distribución de los precipitados. En el caso de esta aleación de aluminio el tamaño de grano alcanzado fue muy fino y por ello se requirió el uso de técnicas de microscopía de alta resolución y modo STEM tanto en MEB como en MET.

3.1.2.2.1. Microscopía electrónica de transmisión

En las Figuras 3.5-3.6 se muestran las micrografías MET de todas las condiciones de procesado por FSP para los estados térmicos T3 y TT. En ambas figuras se observan materiales formados por granos y subgranos de tamaño fino a ultrafino (estos últimos por debajo de $1\ \mu\text{m}$). Al disminuir el IC del procesado por FSP disminuye el tamaño de grano de los materiales. En los casos en los que el material es procesado en soporte convencional, los granos tienen fronteras de grano bien definidas, lo cual indica gran desorientación entre granos. Sin embargo, al procesar en soporte criogenizado, las fronteras de grano son más difusas, indicando menor desorientación entre granos comparado con el otro soporte. El afino de la microestructura es mayor en las condiciones en soporte criogenizado en comparación con el soporte de acero. El tamaño de grano más fino se alcanzó en la condición ALTT_7_14_CRIO (Tabla 3.2), con un valor medio de diámetro de Feret de 100 nm. En la Tabla 3.2 se muestran los valores de D_F obtenidos a partir del análisis de imagen de las micrografías MET. Los datos, que se ajustan a una distribución lognormal, se muestran como medias geométricas de los diámetros de Feret

(D_F) junto a los intervalos de confianza correspondientes con este tipo de distribución ($\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g$). Además, los histogramas con las distribuciones lognormales se muestran en la Figura 3.7 y Figura 3.8. Como muestran las distribuciones, en general, el tamaño de grano disminuye con la disminución del IC. Para el tratamiento térmico T3 en soporte criogenizado hay una excepción y los valores se mantienen muy similares en las cuatro condiciones. En el caso del tratamiento térmico TT, la disminución es evidente tanto en soporte criogenizado como en soporte de acero. En cuanto a la dispersión de los datos, para el estado T3 tanto en acero como en crio, no se muestran grandes diferencias y la dispersión se mantiene similar en todas las condiciones. Sin embargo, para el estado TT, esta dispersión es menor cuanto menor es el IC tanto en acero como en criogenizado. Este hecho sugiere que el estado de precipitación inicial antes del procesado influye en el tamaño de grano obtenido tras el FSP.

En las Figuras 3.5-3.6 se puede observar la disposición y tamaño de los precipitados en el material procesado. La morfología de estas partículas es predominantemente en forma de bastones alargados y redondeados. La mayoría de ellos se encuentran distribuidos homogéneamente por toda la matriz de aluminio y con una orientación preferente siguiendo los planos $\{210\}$ del aluminio. La relación entre la matriz y los precipitados es: $[1\ 0\ 0]_{Al} \parallel [1\ 0\ 0]_S$, $[0\ 2\ \bar{1}]_{Al} \parallel [0\ 1\ 0]_S$, $[0\ 1\ 2]_{Al} \parallel [001]_S$, siendo Al la matriz de aluminio y S la fase correspondiente a los precipitados [2]. En la Figura 3.5 se puede apreciar que el tamaño de estos precipitados es mayor para las condiciones con mayor IC (fácilmente apreciable en la condición AL_10_5) en comparación con las condiciones con menor IC (por ejemplo, AL_7_10).

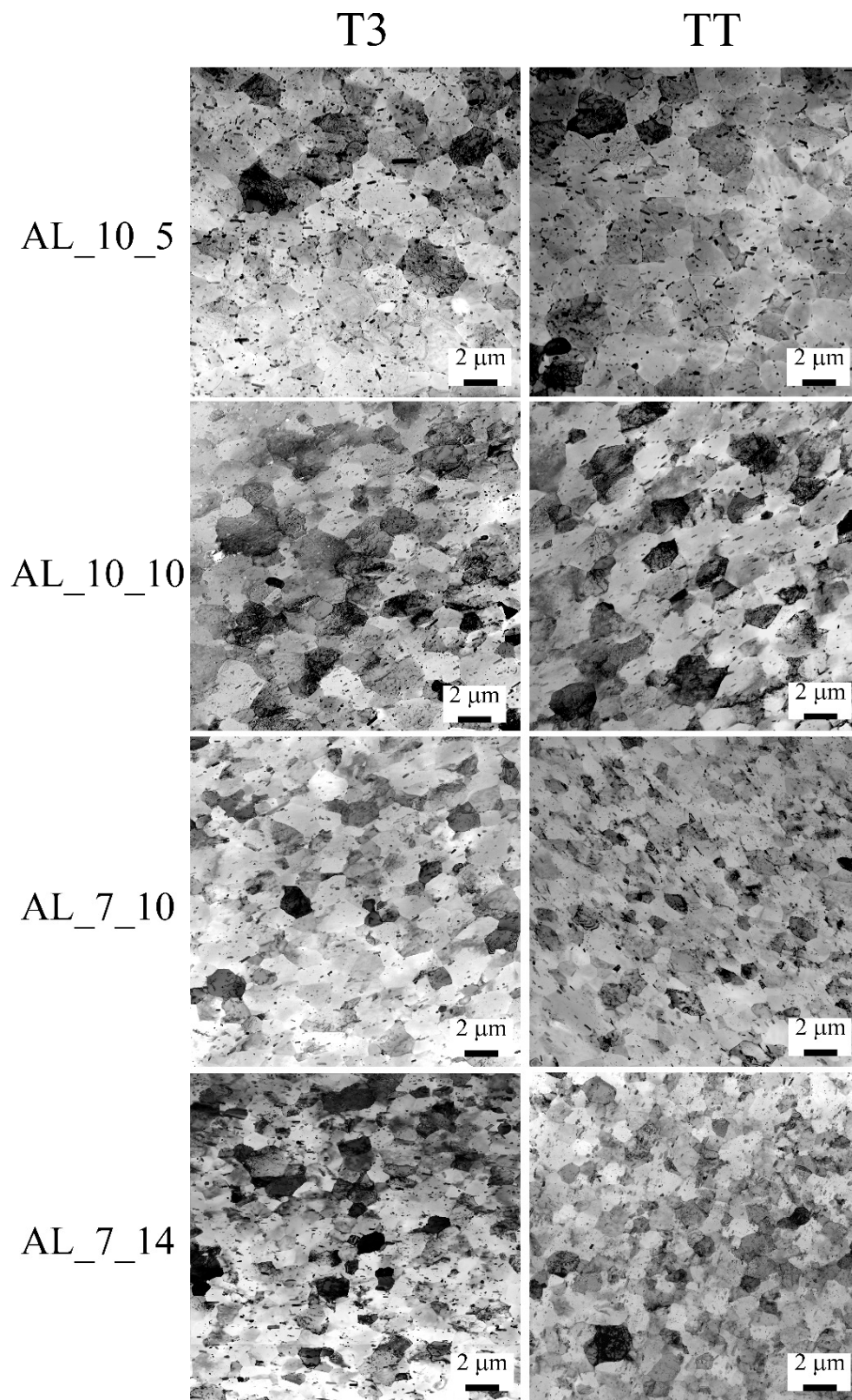


Figura 3.5. Micrografías MET del material procesado sobre acero para el tratamiento térmico T3 y TT.

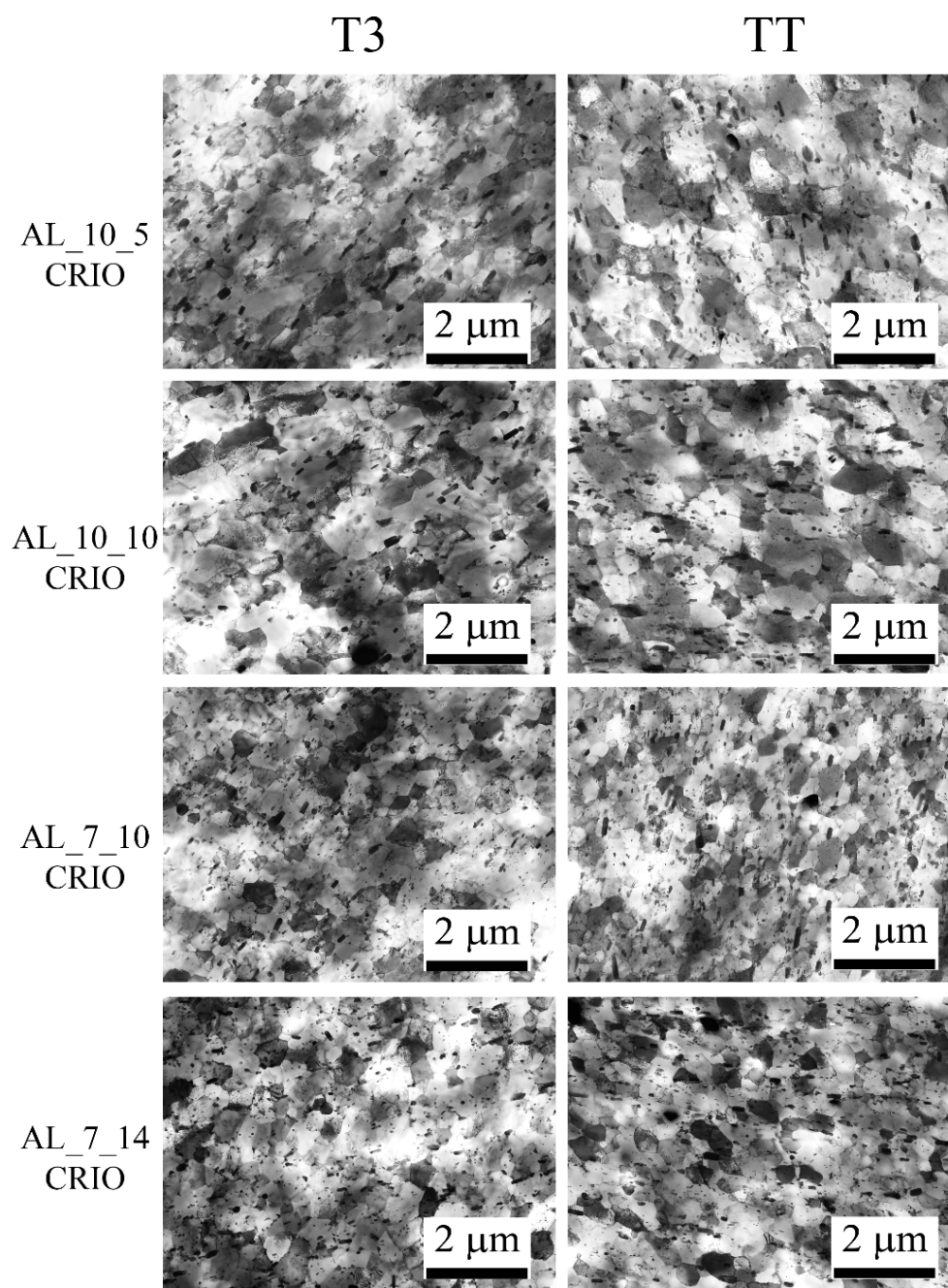


Figura 3.6. Micrografías MET del material procesado en soporte criogenizado para el tratamiento térmico T3 y TT.

Tabla 3.2. Diámetros de Feret (D_F) obtenidos a partir de las micrografías MET para todas las condiciones de FSP para la aleación Al 2024. Se muestran las medias geométricas de los valores de D_F junto a los intervalos de confianza correspondientes a una distribución lognormal μ_g/σ_g - $\mu_g\sigma_g$.

Condición	IC	Soporte acero		Soporte criogenizado		
		D_F (μm)	μ_g/σ_g - $\mu_g\sigma_g$	D_F (μm)	μ_g/σ_g - $\mu_g\sigma_g$	
10-5	2000	-	-	0,33	0,19-0,58	T3
10-10	1000	1,19	0,84-1,70	0,36	0,19-0,67	
7-10	490	1,27	0,88-1,81	0,33	0,19-0,56	
7-14	350	1,08	0,80-1,47	0,38	0,23-0,61	
10-5	2000	-	-	0,53	0,31-0,90	TT
10-10	1000	1,43	0,95-2,16	0,43	0,27-0,68	
7-10	490	1,02	0,74-1,40	0,27	0,17-0,45	
7-14	350	0,95	0,72-1,24	0,10	0,06-0,16	

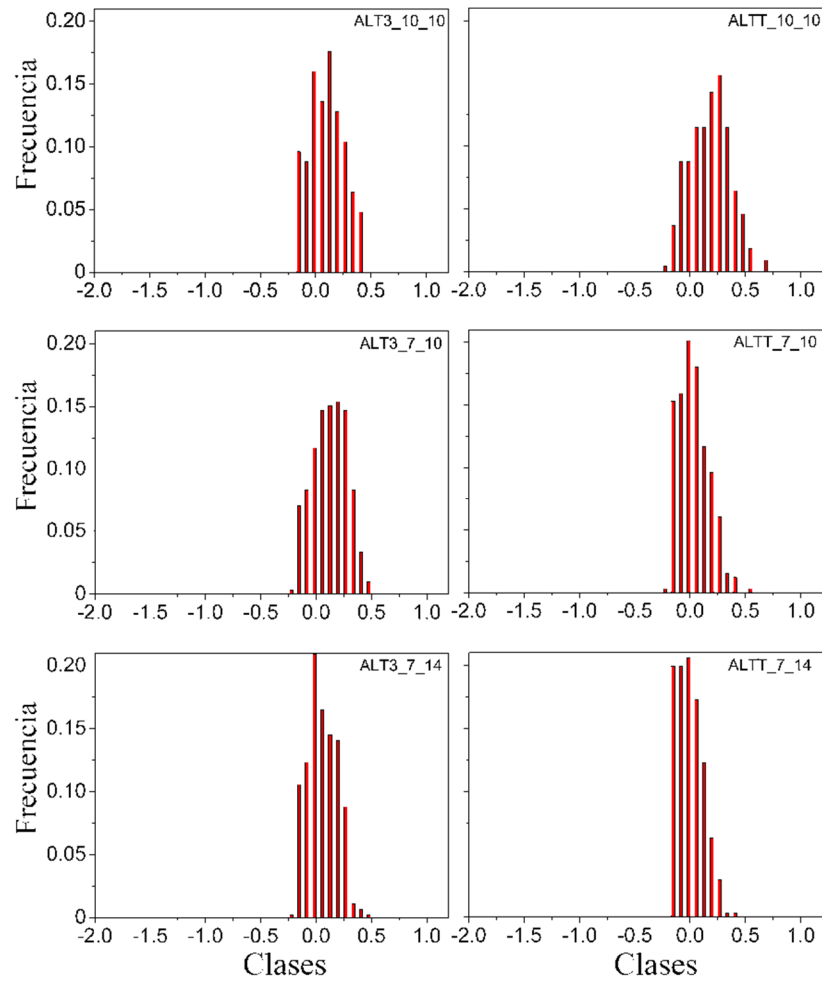


Figura 3.7. Histogramas de D_F para una distribución lognormal de tamaños de grano a partir del análisis de imagen de las micrografías MET de todas las condiciones de procesado por FSP en soporte de acero.

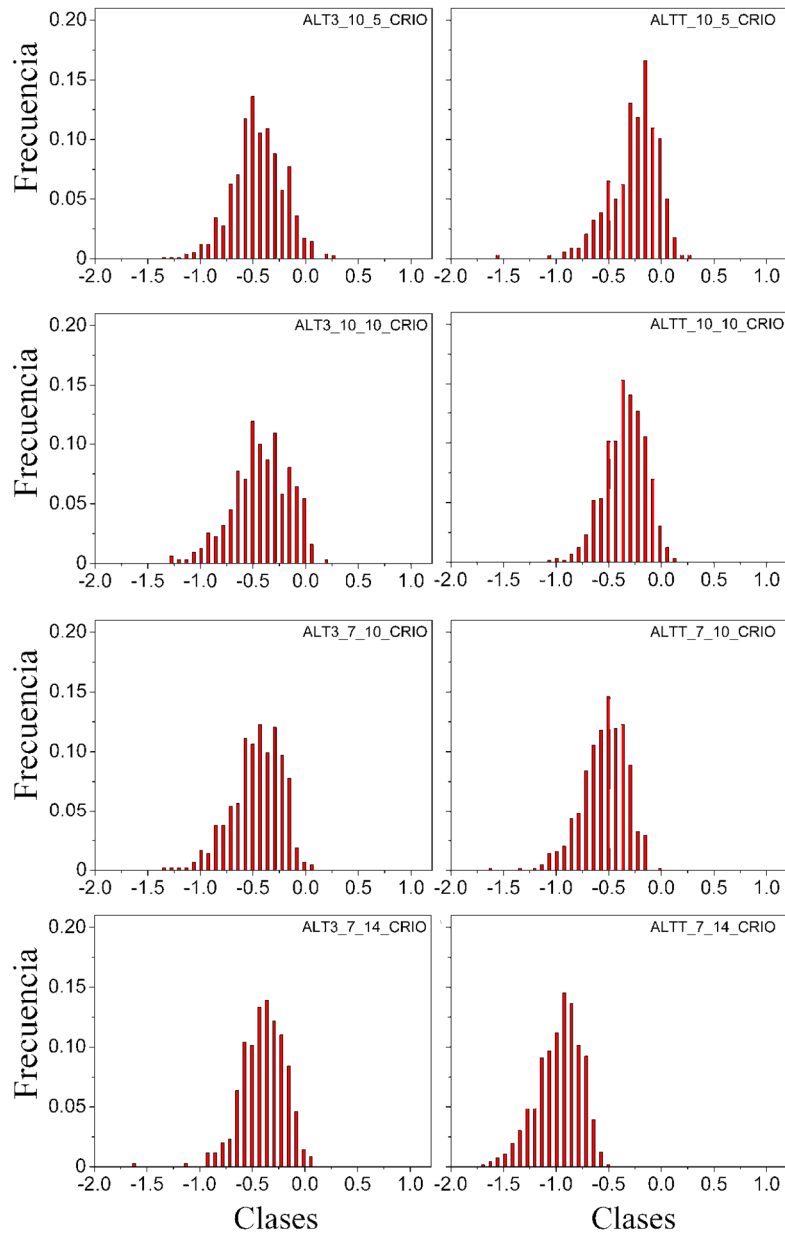


Figura 3.8. Histogramas de D_F para una distribución lognormal de tamaños de grano a partir del análisis de imagen de las micrografías MET de todas las condiciones de procesado por FSP en soporte criogenizado.

En la Figura 3.9 se observan los precipitados y fronteras de grano para una de las condiciones de FSP (ALT3_7_10). Los precipitados son de un tamaño entre 0,2-1,5 μm en su eje mayor y se disponen tanto en fronteras de grano como intragranularmente. En la Figura 3.9b están marcados en rojo dos microanálisis realizados en dos precipitados. El número 1, de menor tamaño en una frontera de grano y el número 2 en un precipitado

de mayor tamaño situado en el centro de un grano. Los resultados de estos dos microanálisis se muestran en la Figura 3.10. Los resultados revelan precipitados de aluminio y cobre predominantemente y otros con aluminio, manganeso y cobre. Se ha observado que en los precipitados de mayor tamaño tiende a incorporarse manganeso en la estructura.

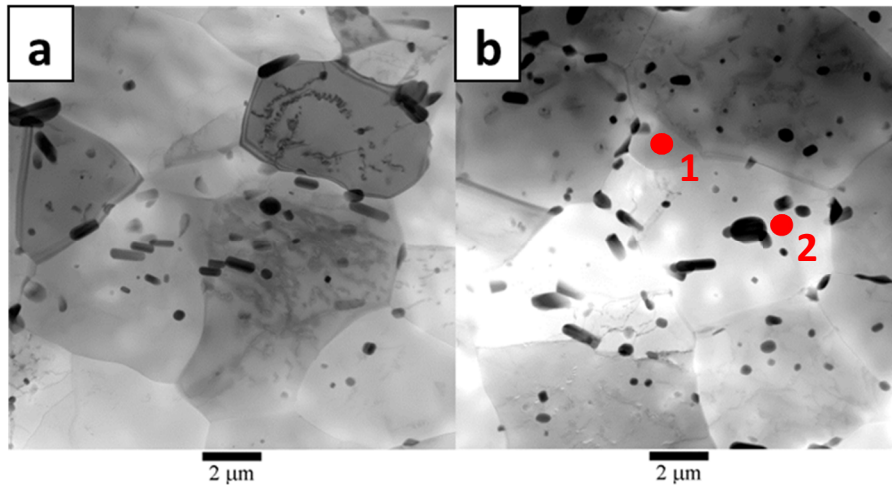


Figura 3.9. Micrografía MET (campo claro) en detalle de la condición ALT3_7_10. a) Detalle de dislocaciones dentro de un grano y b) precipitados y granos con dos microanálisis marcados en rojo como 1 y 2.

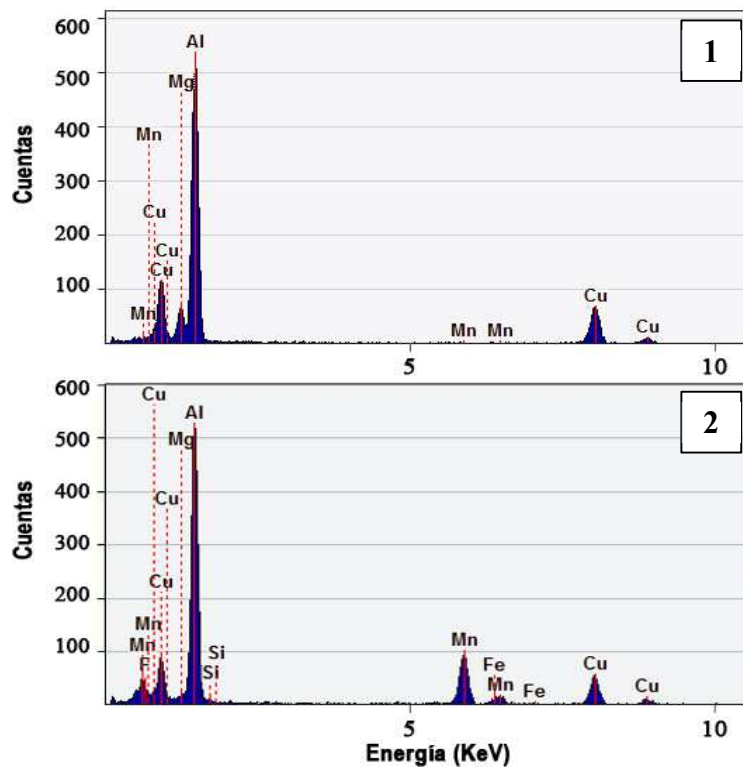


Figura 3.10. Microanálisis realizado por MET en 1) precipitado en un borde de grano y 2) precipitado en el centro de un grano para la condición ALT3_7_10 de procesado por FSP.

3.1.2.2.2. Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

La técnica de EBSD se usó para caracterizar la morfología, tamaño y desorientación cristalográfica de los materiales procesados. Los mapas de orientaciones cristalográficas (OIM) se encuentran codificados respecto al plano de observación L, en este caso según la orientación de los ejes cristalográficos correspondientes con la celda CCC del aluminio. En las Figuras 3.11-3.12 se muestran los mapas OIM obtenidos de la zona central del cordón de procesado para cada condición del estado T3 y TT respectivamente. En primer lugar, se observa que con la disminución del IC hay una disminución del tamaño de grano tanto en un soporte como en otro. Para un mismo IC, las muestras procesadas en soporte criogenizado muestran una microestructura más fina que las de acero, véase la condición ALT3_10_5 (Figura 3.11). Nótese que la escala es un 45% superior para las muestras en soporte criogenizado respecto a las procesadas en acero. La microestructura es homogénea, mostrando granos equiaxiales y altamente desorientados puesto que se observa una amplia variedad cromática. Además, la mayoría de fronteras de grano son de alto ángulo ($>15^\circ$). Estos resultados apuntan a microestructuras con altas desorientaciones típicas del procesado por FSP, ya que impone grandes deformaciones en el material. A partir de los mapas OIM, se llevó a cabo el estudio de tamaños de grano para todas las condiciones de FSP. En las Figuras 3.13-3.14 se muestran los histogramas con las distribuciones de las poblaciones para el soporte de acero y el soporte criogenizado, respectivamente. Así mismo, las medias geométricas de los diámetros de Feret para cada condición de FSP se muestran en la Tabla 3.3, junto con sus correspondientes intervalos de confianza. En general, las poblaciones de granos del soporte criogenizado están desplazadas hacia valores menores, y además las poblaciones son ligeramente más estrechas que en el caso de las del soporte de acero. Analizando los datos de la Tabla 3.3, las muestras procesadas en soporte criogenizado tienen menor tamaño, en general, que las de acero. El tamaño de grano tiende a disminuir con el aumento de la severidad (a menor IC), siendo más evidente ese fenómeno en soporte de acero que en soporte crio. Así en las condiciones T3 de acero disminuye desde 1,70 μm hasta 0,93 μm de la condición más cálida a la más fría, así como desde 1,32 μm hasta 0,58 μm en las TT en acero. En las muestras de soporte criogenizado, para el estado T3, el valor medio de D_F se mantiene constante (en torno a 0,67 μm) y en TT disminuye ligeramente (de 0,69 a 0,50 μm). Los datos de esta tabla muestran ligeras variaciones en los tamaños de grano respecto de la Tabla 3.2 (MET), resultando, en general, menores los valores obtenidos

por MET. La razón se encuentra en la propia naturaleza de cada técnica de análisis (MET o EBSD) como se discutirá en el apartado 3.2.2.2.

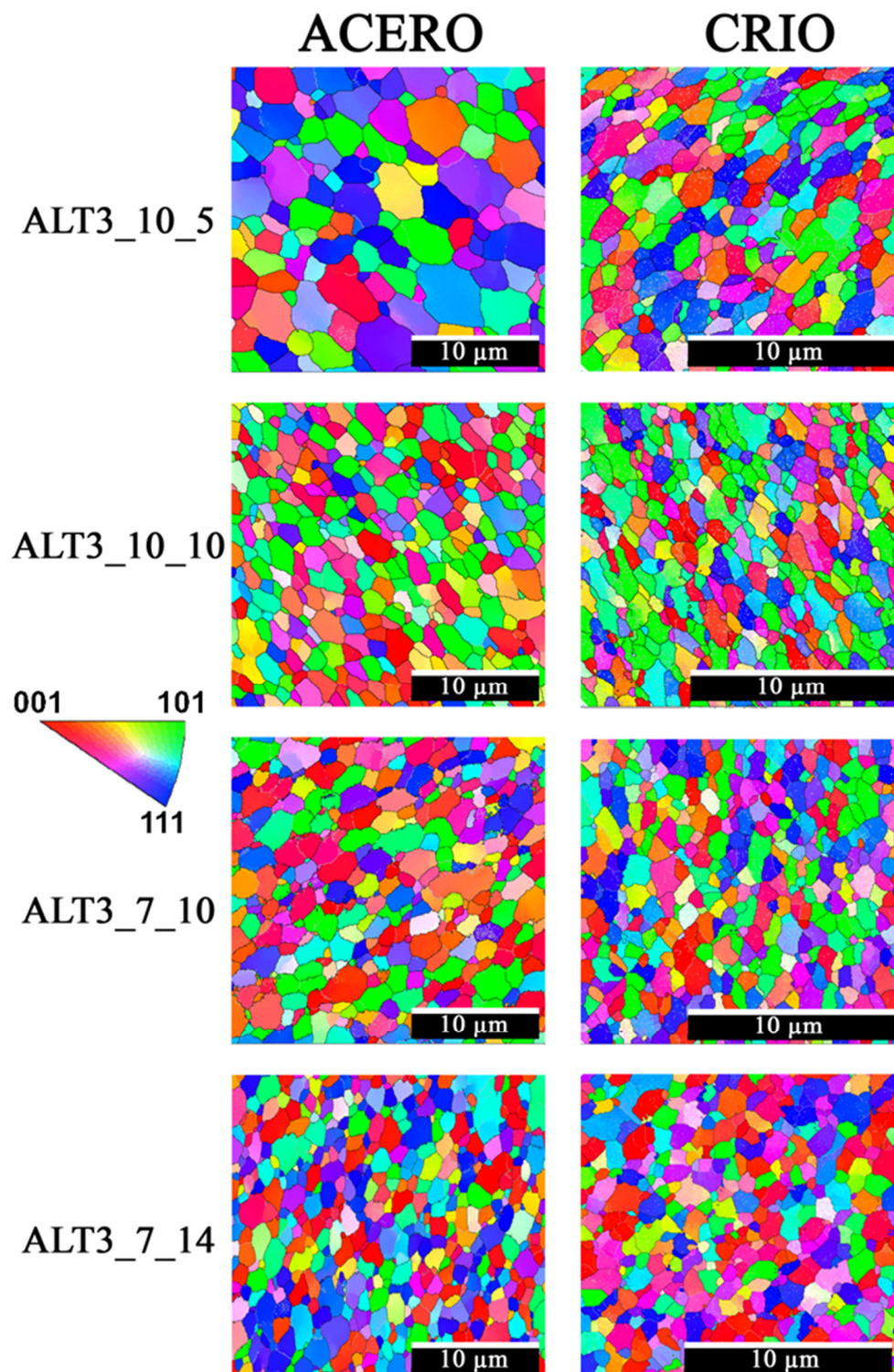


Figura 3.11. Mapas de orientaciones cristalográficas (OIM). Se muestran todas las condiciones de FSP para el tratamiento térmico T3 en soporte de acero y en soporte criogenizado. Nótese la escala.

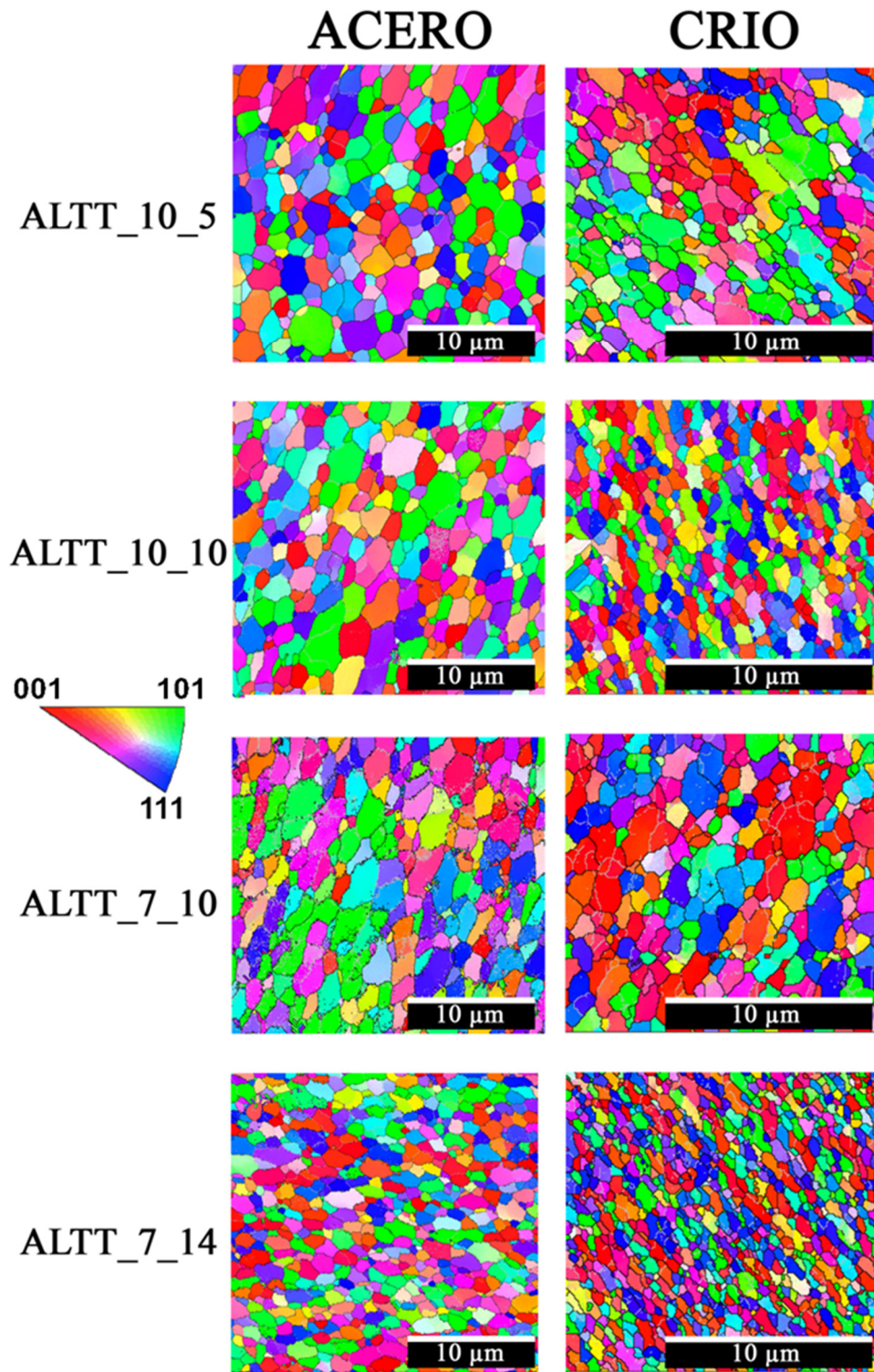


Figura 3.12. Mapas de orientaciones cristalográficas (OIM). Se muestran todas las condiciones de FSP para el tratamiento térmico TT en soporte de acero y en soporte criogenizado. Nótese la escala.

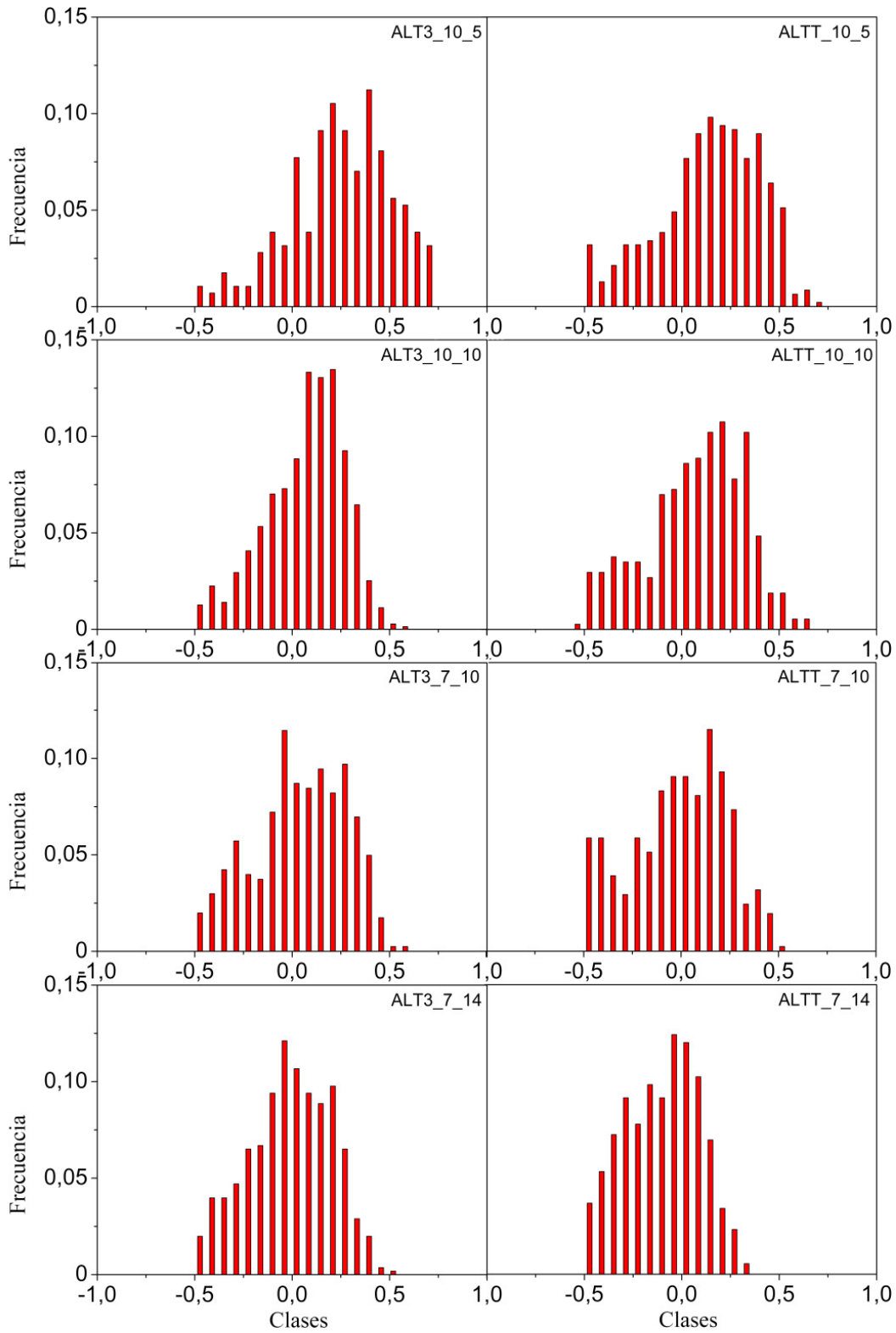


Figura 3.13. Histogramas para una distribución lognormal de tamaños de grano a partir de los EBSDs de todas las condiciones de procesado por FSP en soporte de acero.

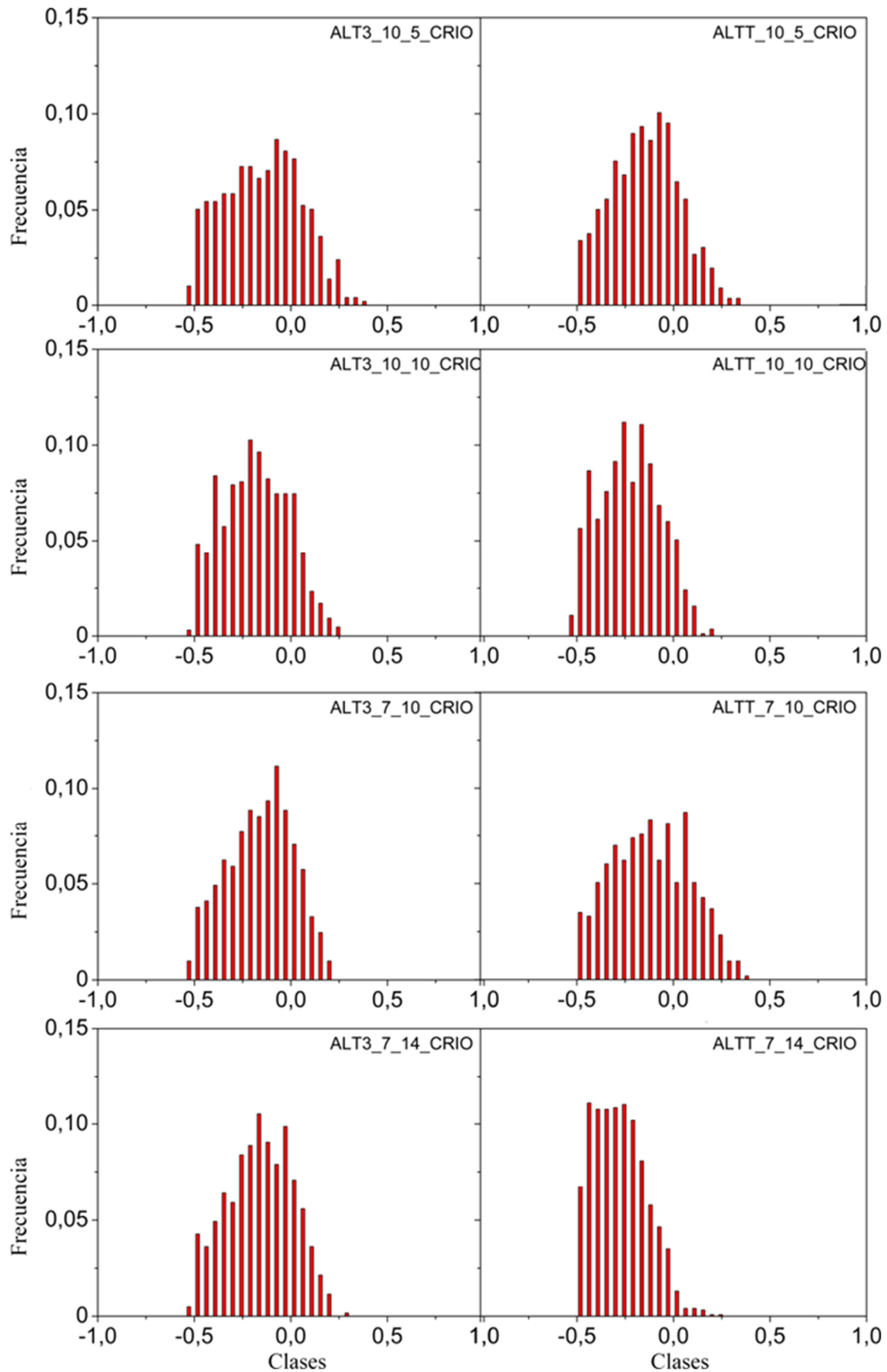


Figura 3.14. Histogramas para una distribución lognormal de tamaños de grano a partir de los EBSDs de todas las condiciones de procesado por FSP en soporte criogenizado.

Tabla 3.3. Diámetros de Feret (D_F) obtenidos a partir de los datos de EBSD para todas las condiciones de FSP para la aleación Al 2024. Se muestran las medias geométricas de los valores de D_F junto a los intervalos de confianza correspondientes a una distribución lognormal μ_g/σ_g - $\mu_g\sigma_g$.

Condición	IC	Soporte convencional (A)		Soporte criogenizado (C)		
		D_F (μm)	μ_g/σ_g - $\mu_g\sigma_g$	D_F (μm)	μ_g/σ_g - $\mu_g\sigma_g$	
10r05v	2000	1,70	0,93-3,07	0,69	0,44-1,09	T3
10r10v	1000	1,12	0,70-1,80	0,63	0,43-0,94	
07r10v	490	1,05	0,61-1,80	0,67	0,45-0,99	
07r14v	350	0,93	0,57-1,52	0,67	0,45-0,99	
10r05v	2000	1,32	0,73-2,41	0,69	0,46-1,04	TT
10r10v	1000	1,13	0,63-2,03	0,58	0,40-0,83	
07r10v	490	0,93	0,53-1,65	0,64	0,46-1,18	
07r14v	350	0,58	0,43-0,79	0,50	0,36-0,69	

En las Figuras 3.15-3.16 se muestran las figuras de polos $\{100\}$ para el sistema CCC del aluminio extraídas de los mapas de EBSD (Figura 3.11 y Figura 3.12) para el estado T3 y para el estado TT respectivamente. Las texturas en todos los casos son poco intensas y similares para todas las condiciones de FSP. La textura con menor intensidad se observa en la condición 10_5, que es la menos severa, tanto para T3 como para TT. Esta es la condición que impone mayores deformaciones en el material por lo que provoca una mayor *randomización* o aleatorización en las orientaciones cristalográficas de los granos. En términos generales, no existe una relación directa del soporte utilizado sobre la textura, ya que las variaciones no son significativas.

Los histogramas de desorientaciones cristalográficas se muestran en las Figuras 3.17-3.18. Las desorientaciones se calcularon como la media aritmética de cada punto medido respecto a sus contiguos. En todos los histogramas se muestra la distribución de Mackenzie que representa la distribución aleatoria teórica, en este caso, para materiales cúbicos compactos. En la Tabla 3.4 se muestran las desorientaciones medias para cada condición de FSP junto al valor en tanto por uno de la proporción de fronteras de alto ángulo ($> 15^\circ$ de desorientación).

Basándonos en los histogramas, la condición con una distribución más cercana a la de Mackenzie tanto en T3 como en TT para ambos soportes es la 10_5. Las condiciones se

van alejando de la distribución teórica con la disminución del IC. A igual IC y comparando soportes, el comportamiento de las poblaciones es muy similar, no existe una diferenciación clara en este aspecto. Las desorientaciones medias oscilan entre un mínimo de $35,5^\circ$ y un máximo de $39,2^\circ$, siendo el valor medio de la desorientación para la distribución de Mackenzie 41° para un material cúbico compacto. Las fronteras de alto ángulo (HABs) suponen desde un 90% hasta más de un 95% de las fronteras de grano totales de las muestras procesadas. Además, existe una tendencia a la disminución de HABs con la disminución del IC, lo cual se analizará en detalle en el apartado de discusión.

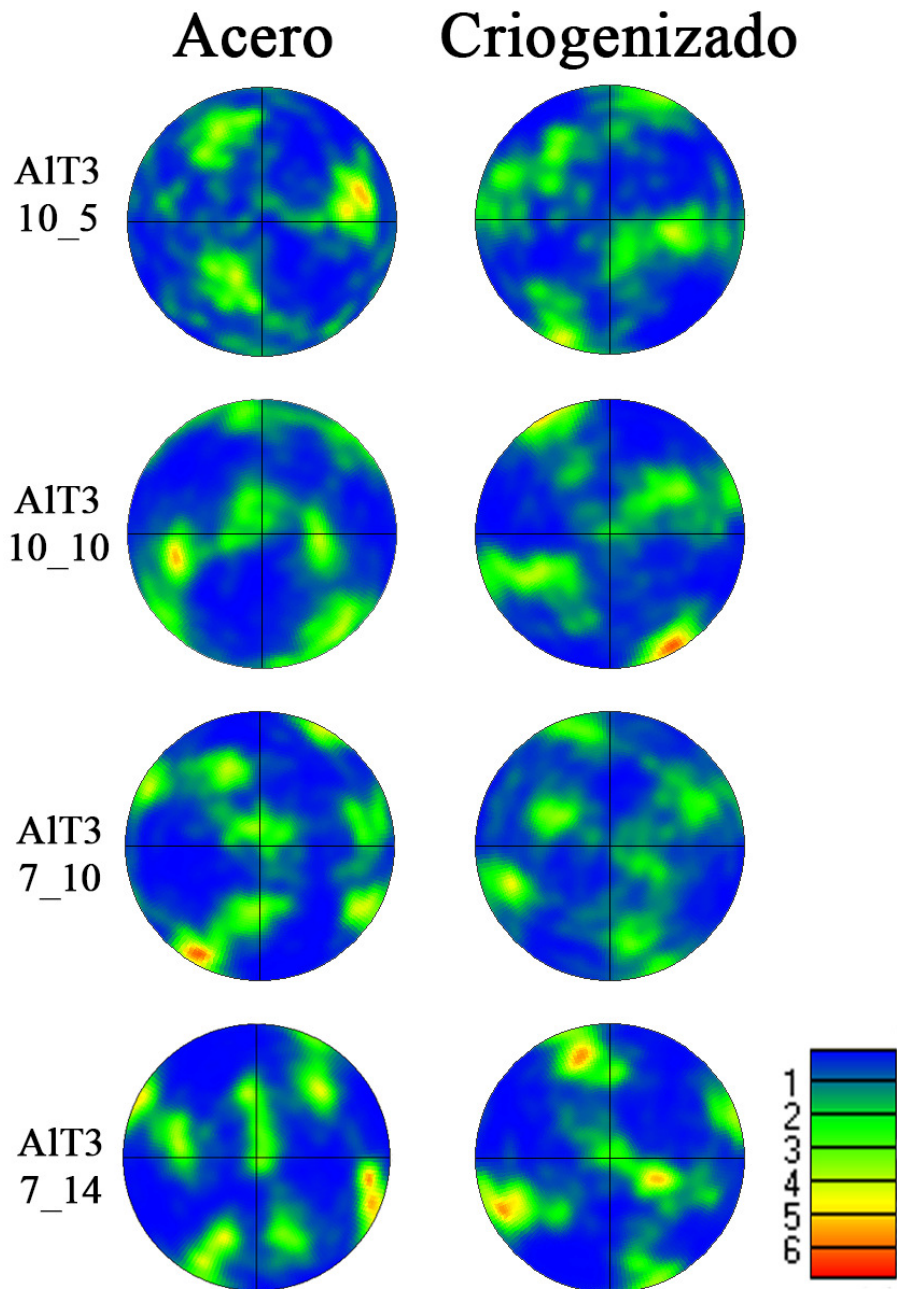


Figura 3.15. Figuras de polos $\{100\}$ obtenidas de los mapas EBSD. Se muestran todas las condiciones de FSP para el tratamiento térmico T3 en soporte de acero y en soporte criogenizado para la aleación Al 2024.

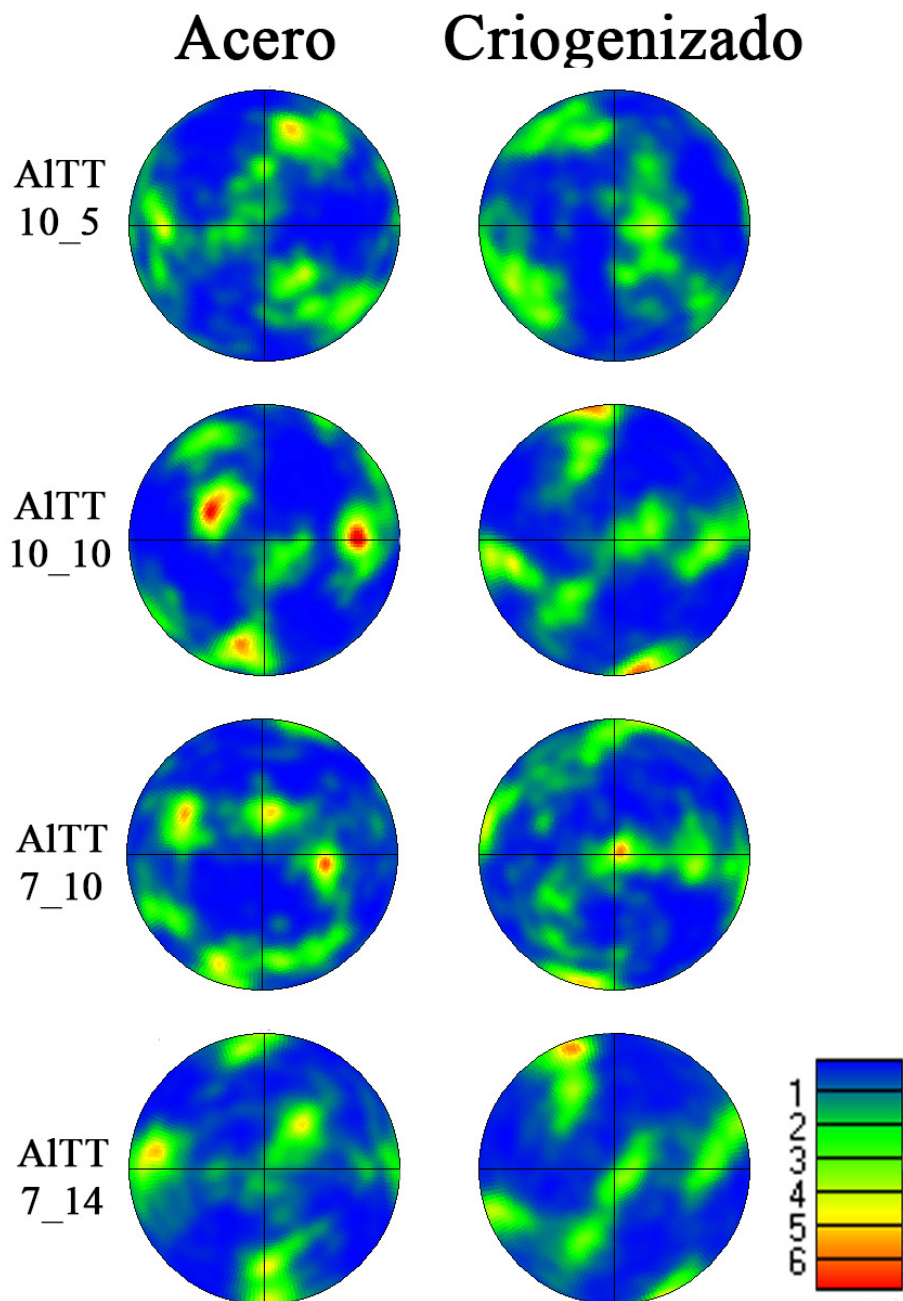


Figura 3.16. Figuras de polos {100} obtenidas de los mapas EBSD. Se muestran todas las condiciones de FSP para el tratamiento térmico TT en soporte de acero y en soporte criogenizado para la aleación Al 2024.

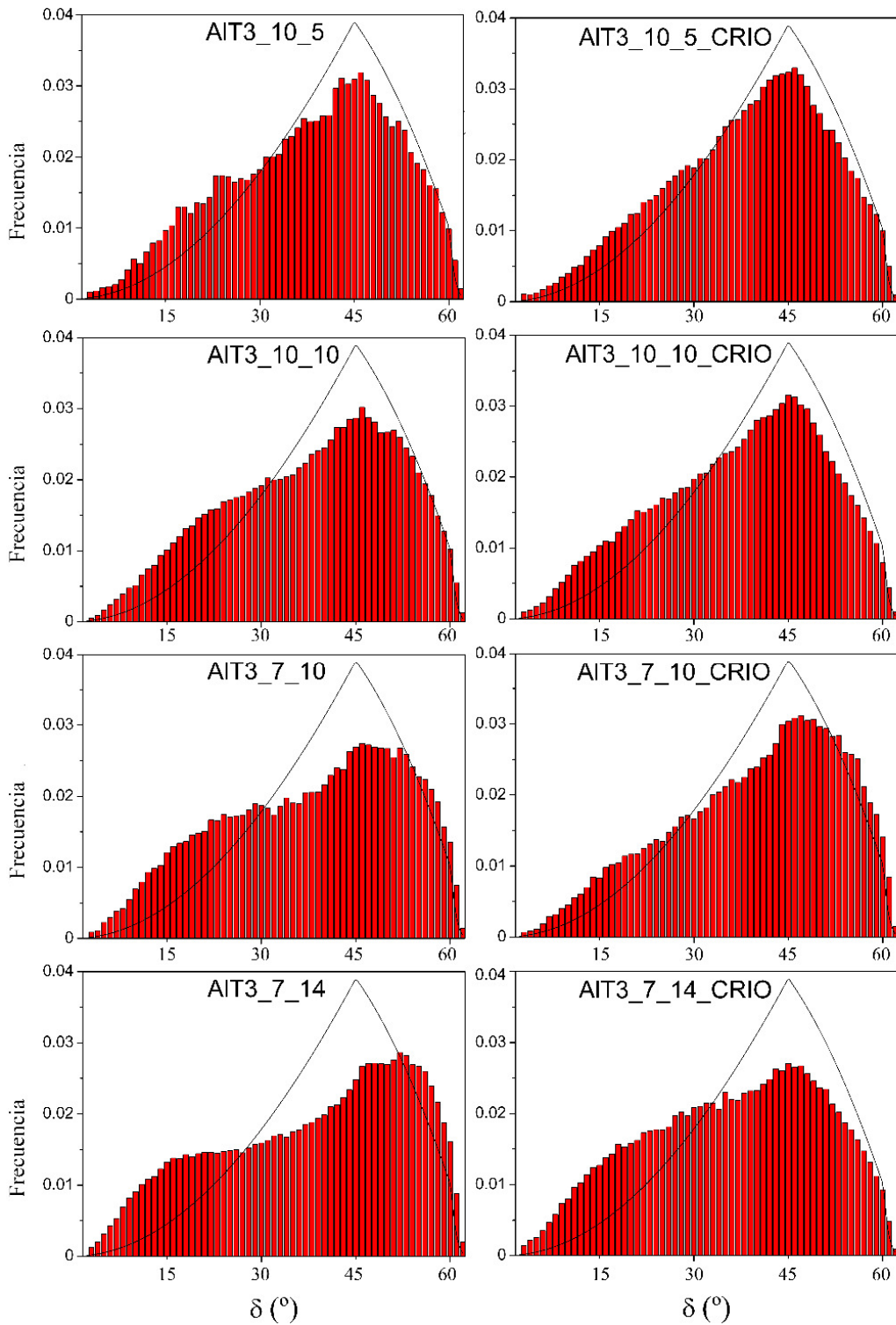


Figura 3.17. Histogramas de desorientación de los mapas EBSD de las condiciones de FSP para el tratamiento térmico T3 tanto en soporte de acero como criogenizado para la aleación Al 2024. La línea negra representa la distribución Mackenzie para una distribución al azar para un sistema cúbico compacto [3].

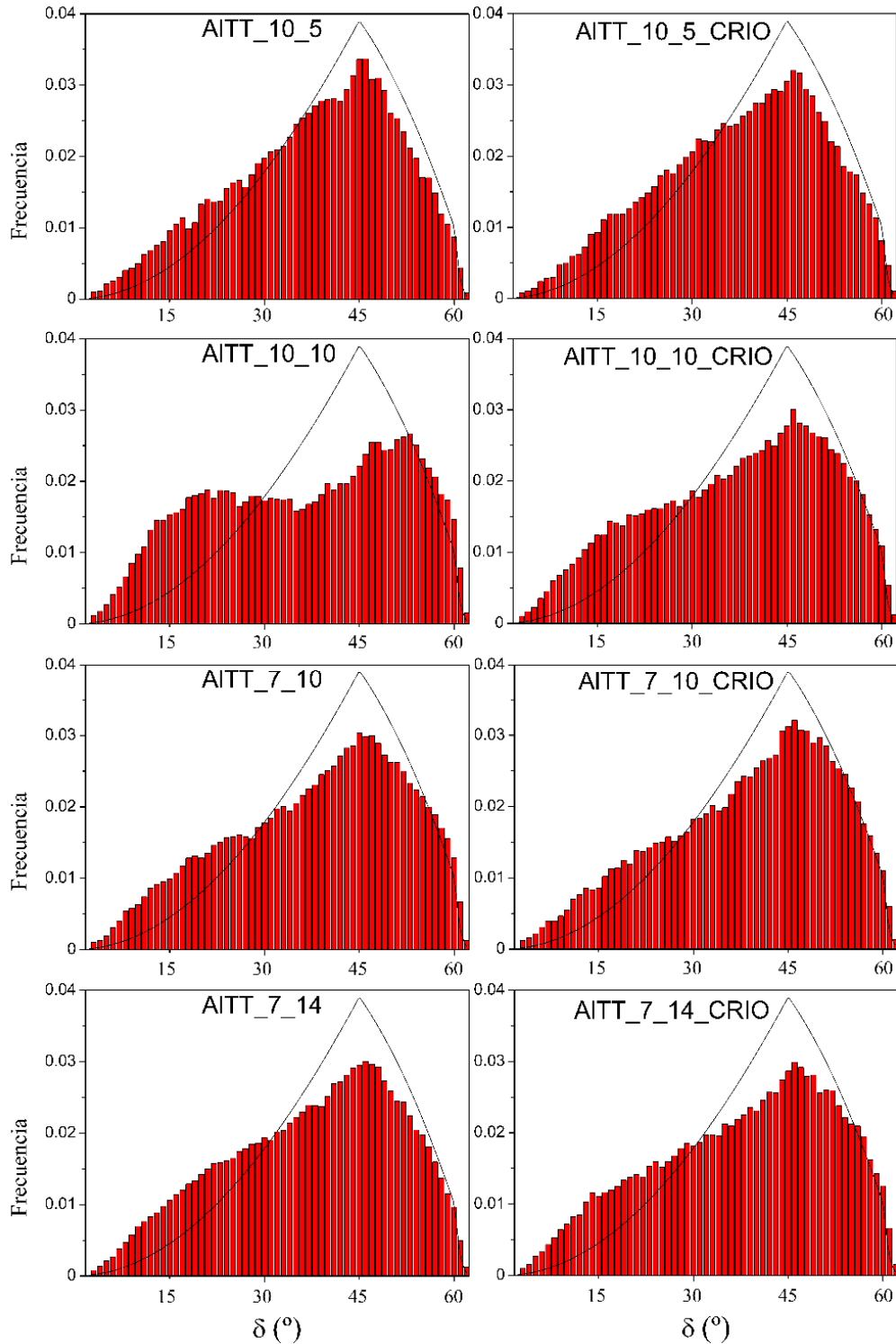


Figura 3.18. Histogramas de desorientación de los mapas EBSD de las condiciones de FSP para el tratamiento térmico TT tanto en soporte de acero como criogenizado para la aleación Al 2024. La línea negra representa la distribución Mackenzie para una distribución al azar de un sistema cúbico compacto [3].

Tabla 3.4. Desorientaciones (δ) y fracción de fronteras de alto ángulo (HABs) medias para todas las condiciones de FSP para la aleación Al 2024.

		Soporte acero		Soporte criogenizado		
Condición	IC	δ (°)	HABs	δ (°)	HABs	
10-5	2000	37,6	0,94	38,0	0,95	T3
10-10	1000	37,4	0,93	36,9	0,93	
7-10	490	37,3	0,92	39,2	0,94	
7-14	350	37,5	0,90	35,5	0,90	
10-5	2000	37,4	0,94	37,3	0,94	TT
10-10	1000	35,9	0,93	36,8	0,91	
7-10	490	37,6	0,92	38,1	0,93	
7-14	350	36,9	0,92	37,3	0,91	

3.1.2.2.3. Microscopía electrónica de barrido de probetas ensayadas en tracción a rotura a alta temperatura

La aleación Al 2024 se caracterizó mecánicamente mediante ensayos de tracción a alta velocidad de deformación (10^{-2} s^{-1}) en un amplio rango de temperaturas. Tras la fractura se tomaron micrografías MEB en la superficie de las muestras. En las Figuras 3.19-3.26 se muestran las micrografías MEB obtenidas de las probetas pulidas y ensayadas de 250 °C a 450 °C para todas las condiciones de procesamiento del tratamiento térmico T3 y del TT.

Se observan dos tipos de morfologías principalmente. Por un lado, existe una ventana de temperaturas donde granos o grupos de granos con morfología equiaxial deslizan unos sobre otros aflorando en la superficie. Esta morfología es característica del mecanismo de deformación de deslizamiento de fronteras de grano (DFG) y presenta mayores tamaños cuanto mayor es la temperatura de ensayo. Por ejemplo, en la Figura 3.19, se observa un tamaño de grano por debajo de 1 μm a 250 °C y tamaños de 2 a 5 μm a 400 °C, para la condición ALT3_10_5_CRIO. También se observa que, a igualdad de temperatura de ensayo, el tamaño de grano es más fino en las muestras procesadas en soporte criogenizado. Por ejemplo, en la Figura 3.23, a 250 °C, procesado sobre acero, los granos tienen un tamaño de unas 2,5-4 μm mientras que se sitúan en torno a 1 μm para la procesada en soporte criogenizado.

El otro tipo de morfología, fuera de la ventana de temperaturas para DFG, se corresponde con granos grandes, por encima de 100 μm , donde la deformación se produce por alargamiento de los mismos. Estas morfologías se observan a las temperaturas más altas donde algunos o todos los granos crecen de manera anormal muy por encima del tamaño de grano inicial (hasta 2 órdenes de magnitud más). Esta pérdida de estabilidad microestructural ocurre en casi todos los casos a 450 °C. En las condiciones procesadas en soporte criogenizado, la temperatura de crecimiento rápido puede ocurrir a menor temperatura. Un ejemplo se observa en la Figura 3.25 (ALTT_7_10) a 400 °C. Por tanto, a menor IC o mayor severidad, menor estabilidad microestructural a alta temperatura, estando este límite en torno a 450 °C en muestras procesadas sobre acero y en torno a 400 °C para muestras procesadas en soporte criogenizado.

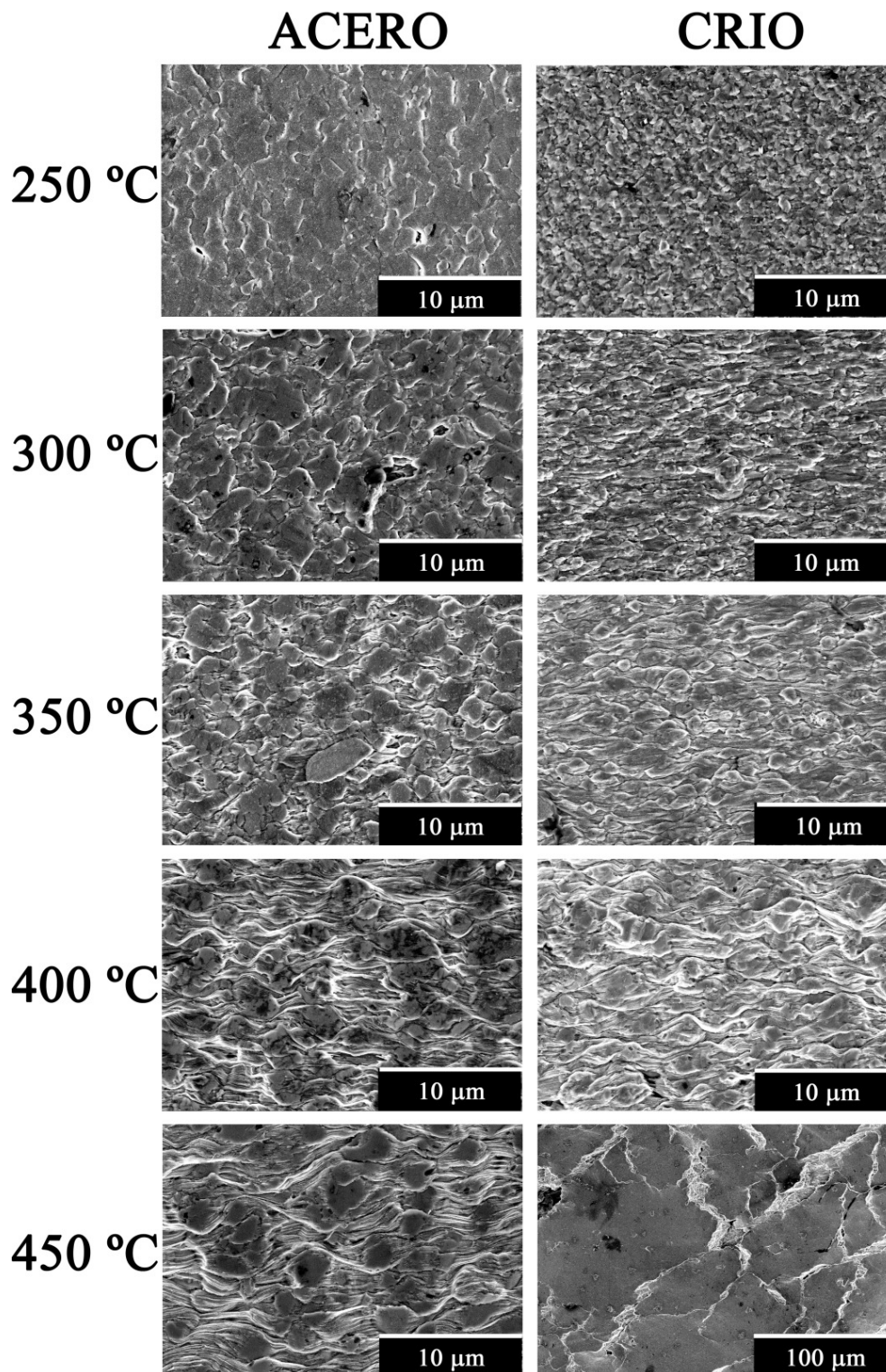


Figura 3.19. Micrografías MEB con el análisis de la topografía de las probetas ensayadas a tracción con una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas para la condición de procesado por FSP, ALT3_10_5.

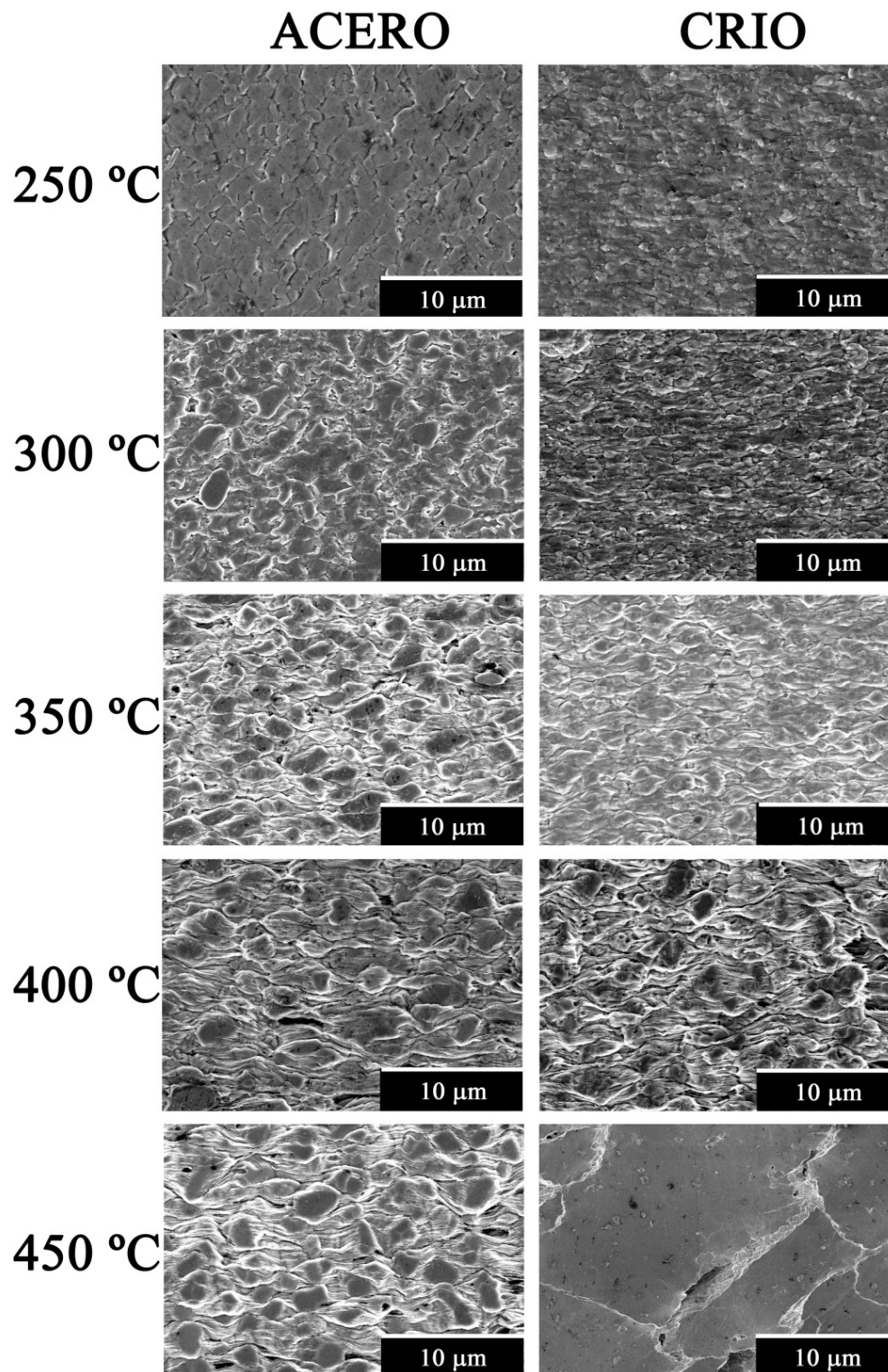


Figura 3.20. Micrografías MEB con el análisis de la topografía de las probetas ensayadas a tracción con una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas para la condición de procesado por FSP, ALT3_10_10.

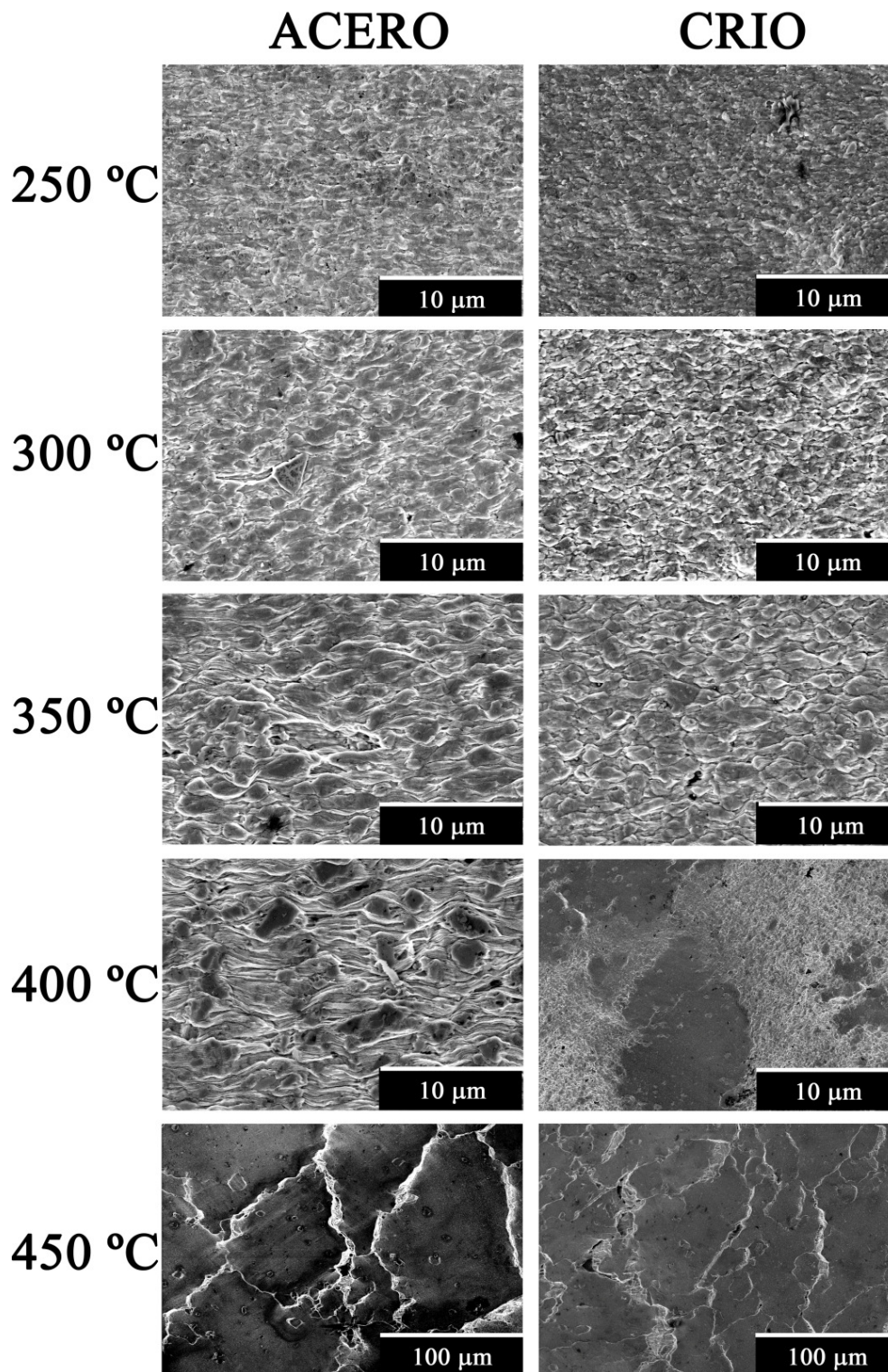


Figura 3.21. Micrografías MEB con el análisis de la topografía de las probetas ensayadas a tracción con una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas para la condición de procesado por FSP, ALT3_7_10.

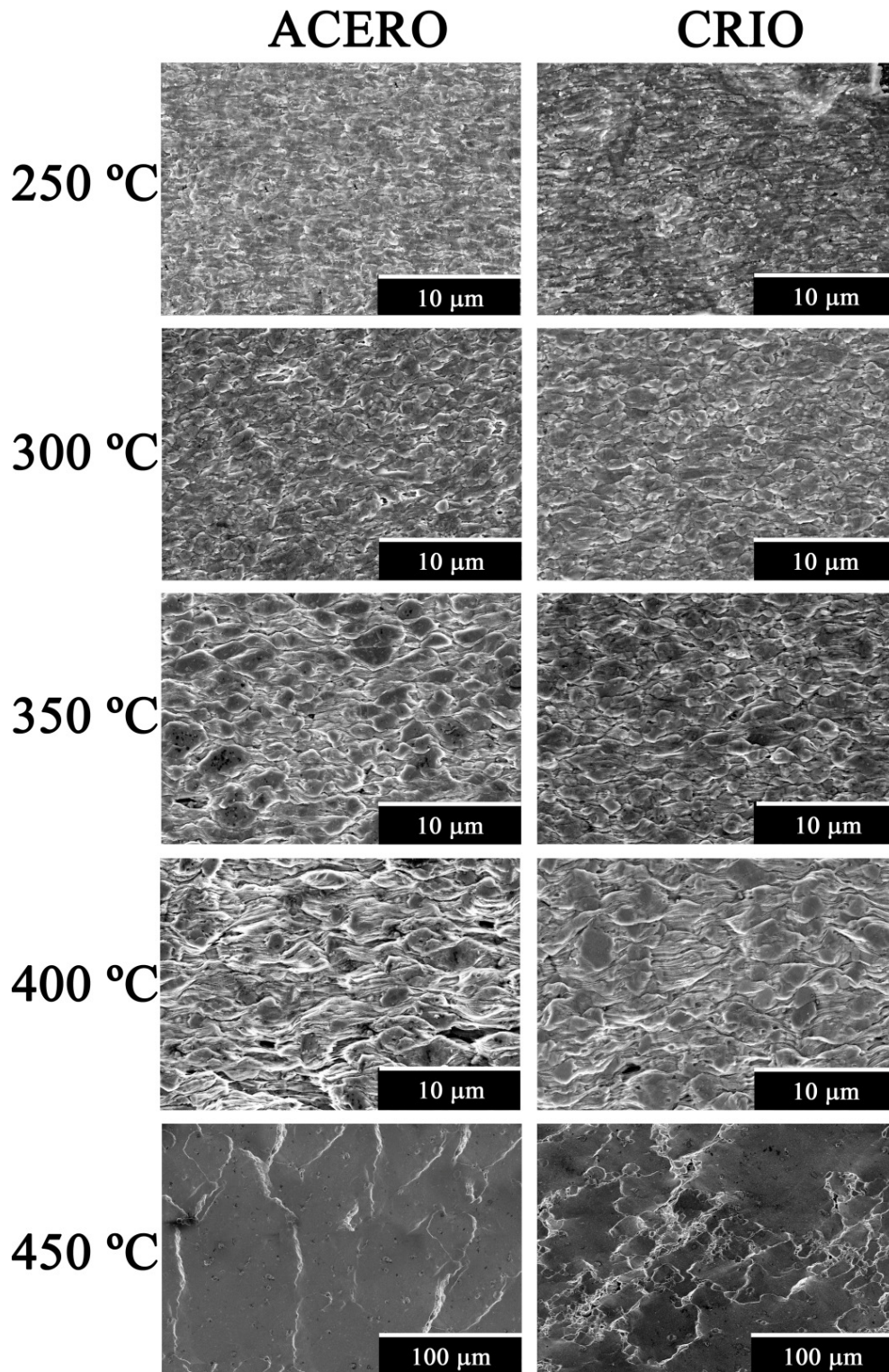


Figura 3.22. Micrografías MEB con el análisis de la topografía de las probetas ensayadas a tracción con una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas para la condición de procesado por FSP, ALT3_7_14.

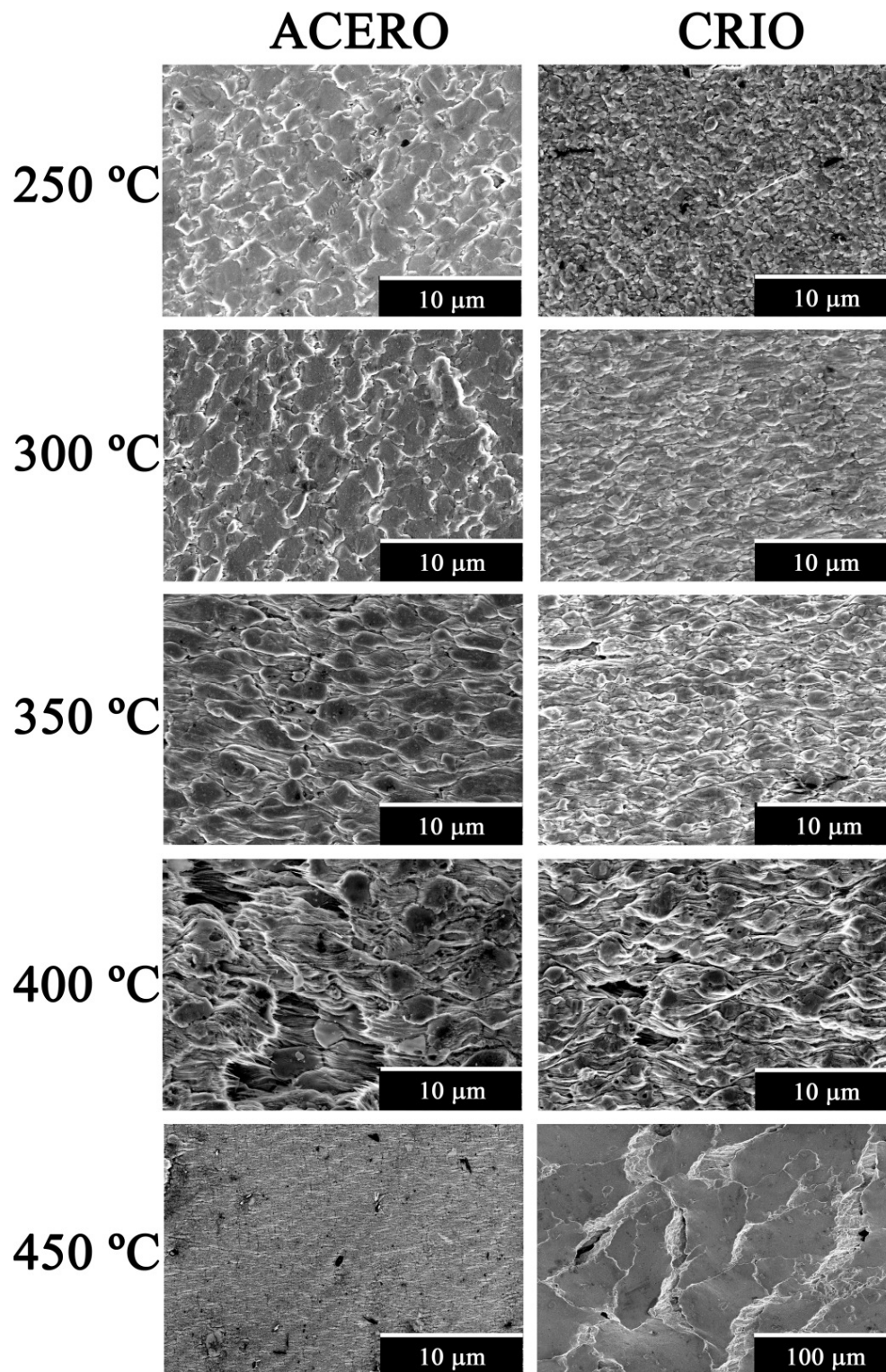


Figura 3.23. Micrografías MEB con el análisis de la topografía de las probetas ensayadas a tracción con una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas para la condición de procesado por FSP, ALTT_10_5.

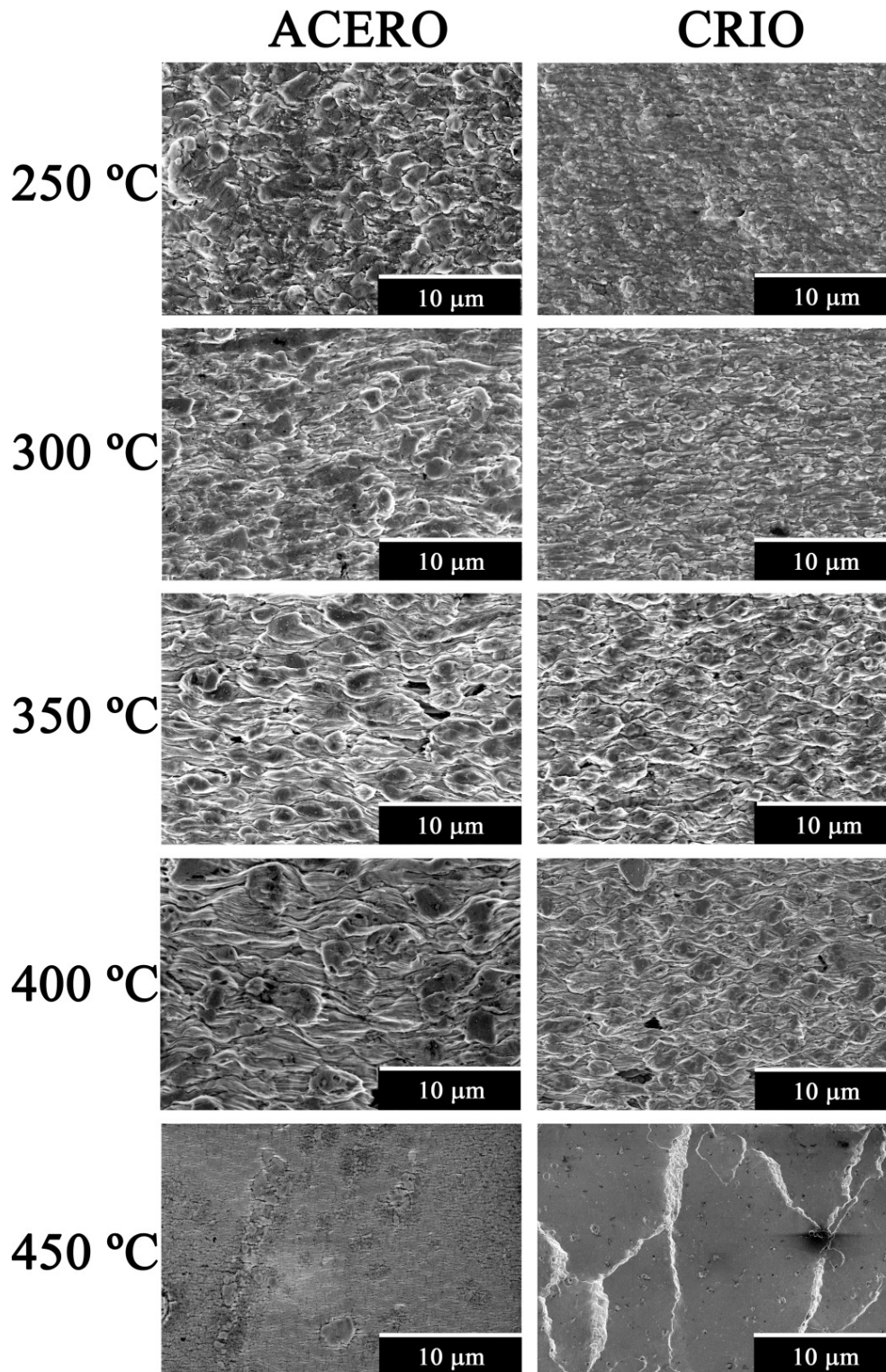


Figura 3.24. Micrografías MEB con el análisis de la topografía de las probetas ensayadas a tracción con una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas para la condición de procesado por FSP, ALTT_10_10.

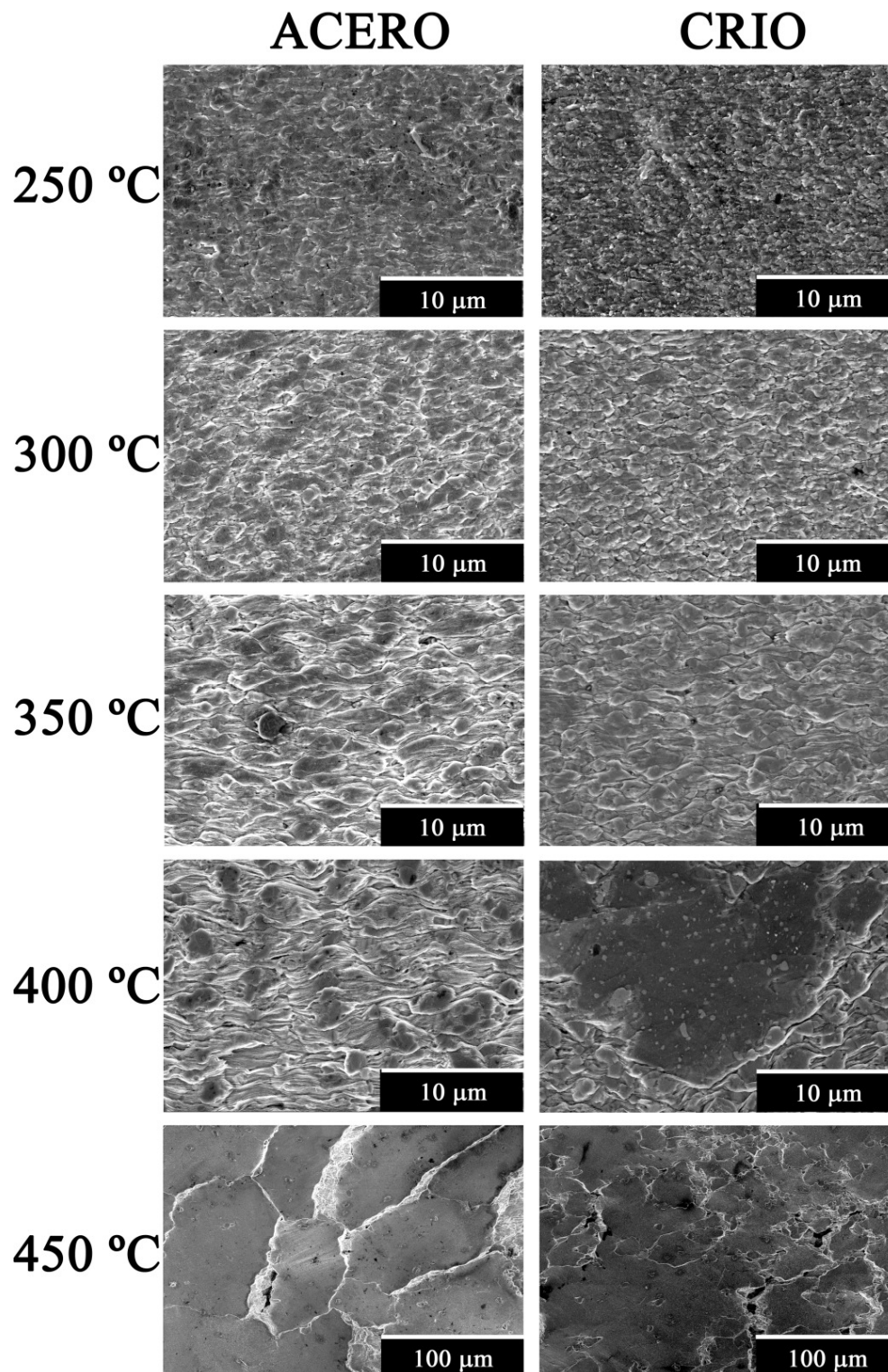


Figura 3.25. Micrografías MEB con el análisis de la topografía de las probetas ensayadas a tracción con una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas para la condición de procesado por FSP, ALTT_7_10.

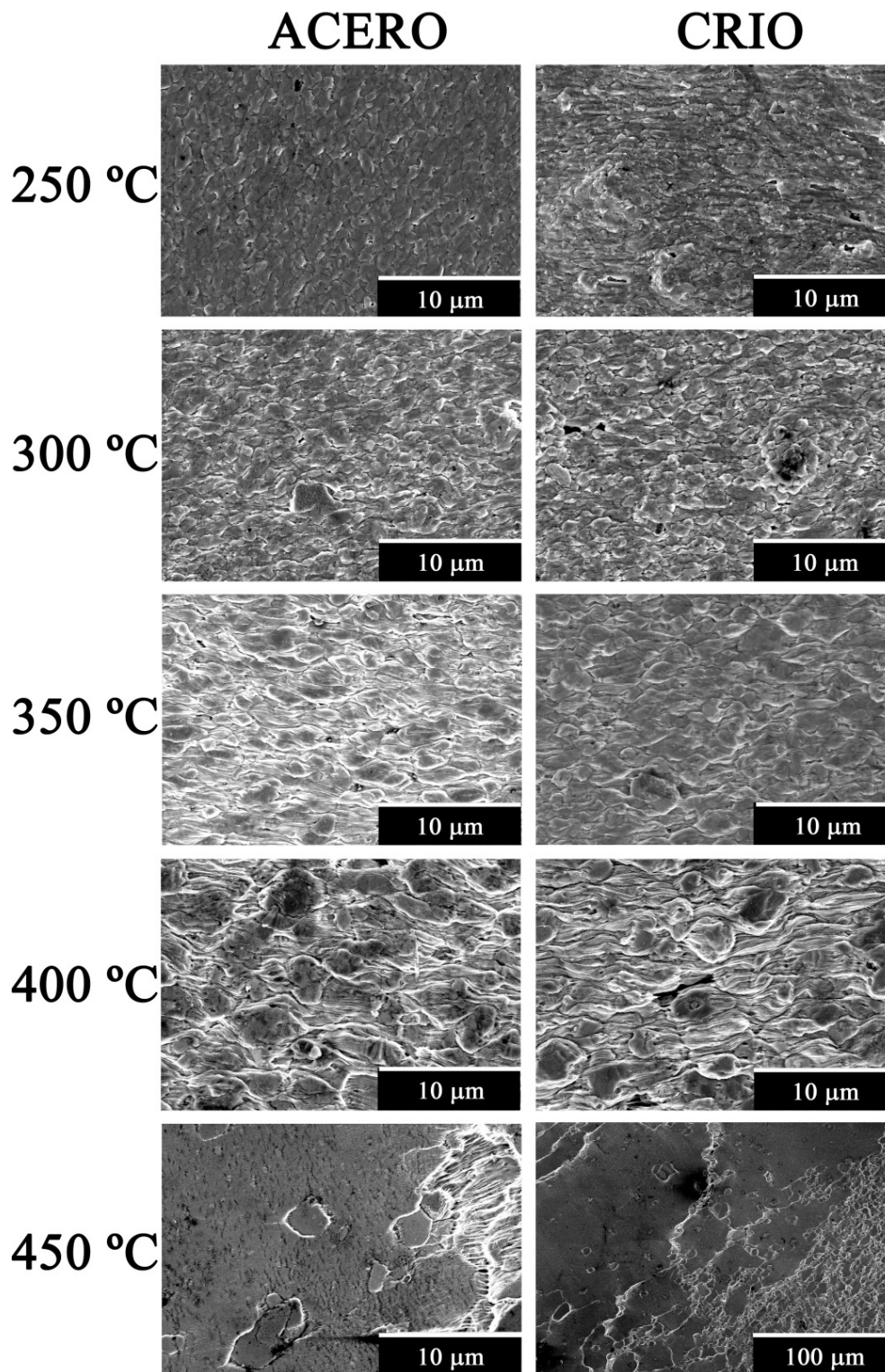


Figura 3.26. Micrografías MEB con el análisis de la topografía de las probetas ensayadas a tracción con una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas para la condición de procesado por FSP, ALTT_7_14.

3.1.3. Propiedades mecánicas.

3.1.3.1. Ultramicroindentación

3.1.3.1.1. Materiales procesados por FSP

Todos los cordones procesados por FSP para el Al 2024 en estado T3 y en TT y procesados sobre los dos tipos de soportes, así como los materiales de partida se caracterizaron mediante ultramicroindentación instrumentada. En la Tabla 3.5 se muestran las durezas de los materiales de partida en estado T3 y TT, mientras que en las Figuras 3.27-3.28 se muestran los perfiles de dureza a lo largo de las secciones transversales (plano T) de los cordones procesados.

En primer lugar, cabe destacar la diferencia de durezas entre el estado TT y el T3. El tratamiento térmico aplicado para disminuir la dureza respecto de las chapas de partida en T3 fue muy efectivo, siendo la dureza la mitad para TT. En el Al 2024 se diferencian diferentes zonas afectadas por el paso de la herramienta durante el procesado por FSP. En las Figuras 3.27-3.28 las líneas de isodureza en general tienden a delimitar las zonas de procesado SZ, TMAZ y HAZ, aunque para el estado T3 en soporte de acero estas zonas no pueden identificarse tan fácilmente mostrando un material de dureza más homogénea. En general, el material base muestra durezas inferiores a las de la zona SZ. En las condiciones del estado TT tanto en soporte de acero como criogenizado, las zonas de procesado quedan perfectamente definidas, observándose un gradiente creciente de durezas hacia el centro del cordón, más concretamente hacia la zona SZ. Las durezas son mayores en el soporte criogenizado que en el de acero, alcanzando valores de más de 1.6 GPa. La escala de durezas para la Figura 3.27 es la misma que para la Figura 3.28, mostrando esta segunda más detalle en los niveles ya que las isodurezas se definen más en el soporte criogenizado. Teniendo en cuenta los estados térmicos de partida, todas las condiciones de FSP para el estado T3 presentan valores superiores que para el estado TT. Las zonas de isodurezas, además, quedan muy bien definidas para el estado TT debido a la diferencia entre las durezas del material de base (muy blando) y lo que endurece la zona procesada. Las durezas son superiores para las condiciones procesadas en soporte criogenizado respecto a las del soporte de acero.

Las durezas aumentan con la disminución del IC a igualdad de soporte, especialmente en todas las procesadas en soporte crio, alcanzando los mayores valores en el estado T3.

Concretamente, el máximo se alcanza en la condición ALT3_7_14_CRIO con un valor de dureza por encima de 1,8 GPa en una amplia zona del perfil. Así mismo, el incremento en el valor de las durezas observado en la Figura 3.27 no sigue la ley de Hall-Petch ya que no aumenta la dureza con la disminución del tamaño de grano y disminución del IC y esto apunta a un aumento en las durezas más bien relacionado con una disolución parcial de los precipitados y un posterior envejecimiento por precipitación al enfriarse lentamente el material al aire. El detalle de estos aspectos se tratará en la discusión.

Tabla 3.5. Dureza de la aleación en los dos estados de precipitación de la aleación Al 2024 de partida.

	2024-TT	2024-T3
H (GPa)	$0.65 \pm 0,02$	$1.34 \pm 0,02$

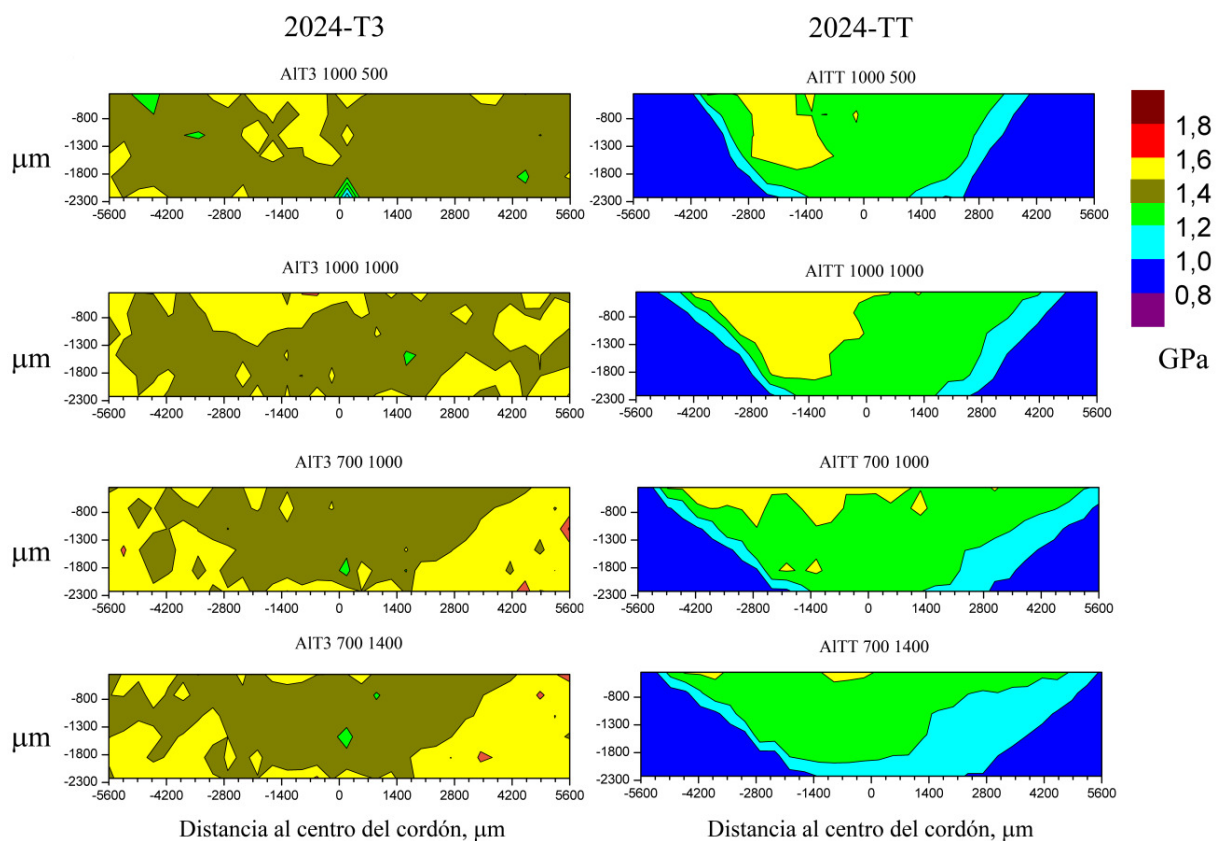


Figura 3.27. Perfiles de dureza obtenidos en la aleación 2024 en todas las condiciones de procesado en soporte de acero.

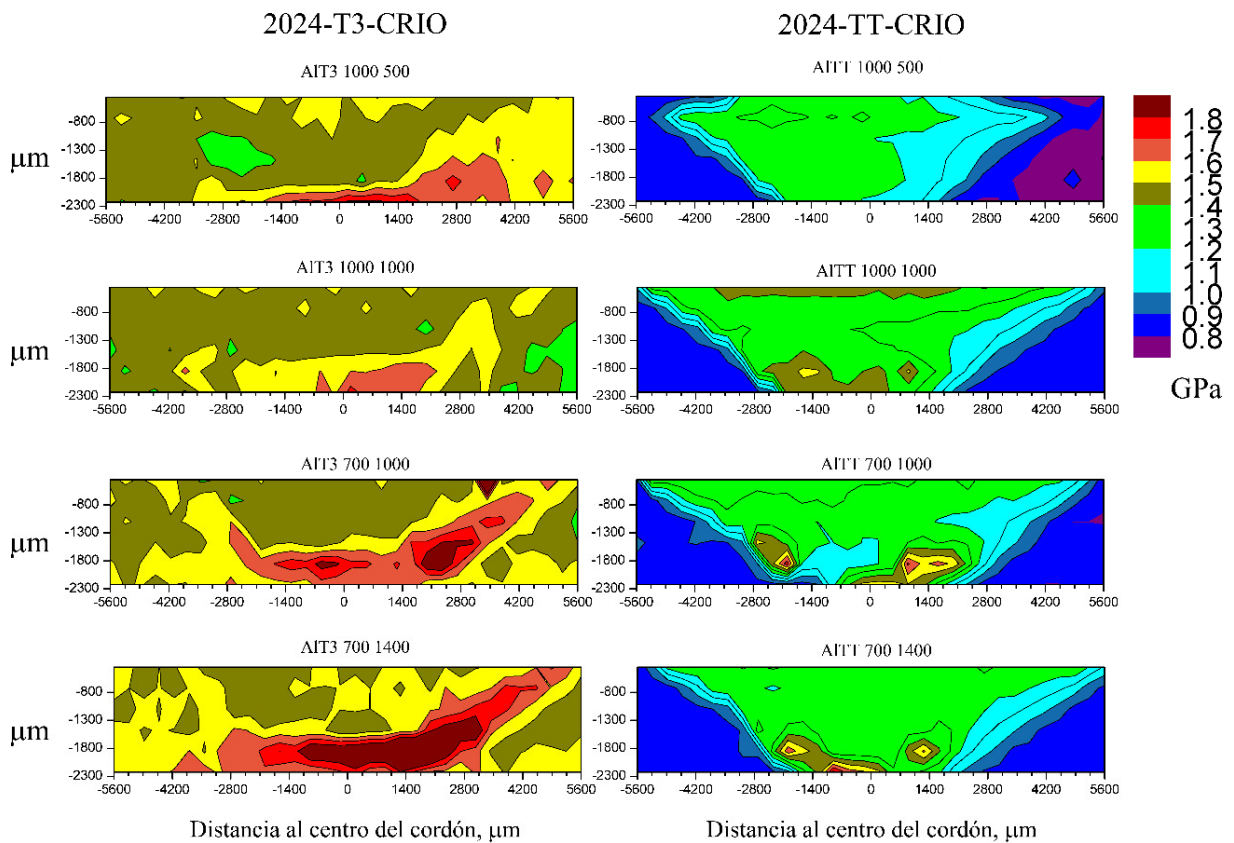


Figura 3.28. Perfiles de dureza obtenidos en la aleación 2024 en todas las condiciones de procesado en soporte criogenizado.

3.1.3.2. Ensayos de tracción a temperaturas intermedias y altas

3.1.3.2.1. Material de partida

3.1.3.2.1.1. Ensayos a velocidad de travesaño constante

Se realizaron ensayos de tracción uniaxial a rotura con una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a temperatura ambiente, 200, 250, 300, 350, 400 y 450 °C en los materiales de partida tanto en estado T3 como en TT, Figura 3.29. Los parámetros mecánicos extraídos de las curvas son: límite elástico ($\sigma_{0,2}$), resistencia máxima a tracción (σ_{\max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_f) que se muestran en la Tabla 3.6.

En términos generales se observa que con el aumento de la temperatura de ensayo disminuyen los valores de la tensión para ambos estados térmicos. A medias y altas temperaturas el valor de la tensión alcanza un estado estacionario mientras se produce la deformación plástica. A bajas e intermedias temperaturas, la resistencia del material en tratamiento térmico T3 es superior a la del estado TT. A elevadas temperaturas (400-450

°C), los valores de resistencia son muy similares en ambos. La resistencia máxima de los materiales de partida se alcanza en el estado T3 a temperatura ambiente, alcanzando $\sigma_{\max} = 606$ MPa. La ductilidad, expresada en este caso con el parámetro e_f , aumenta progresivamente con el aumento de la temperatura especialmente a partir de 300 °C en T3 y de 200 °C en TT. El alargamiento máximo alcanzado en los materiales de partida es $e_F = 122\%$ a 450 °C en el estado T3.

Las diferencias observadas en ambos materiales de partida residen en la diferente evolución de los precipitados según aumenta la temperatura de ensayo, es decir, su engrosamiento y/o disolución durante el ensayo mecánico.

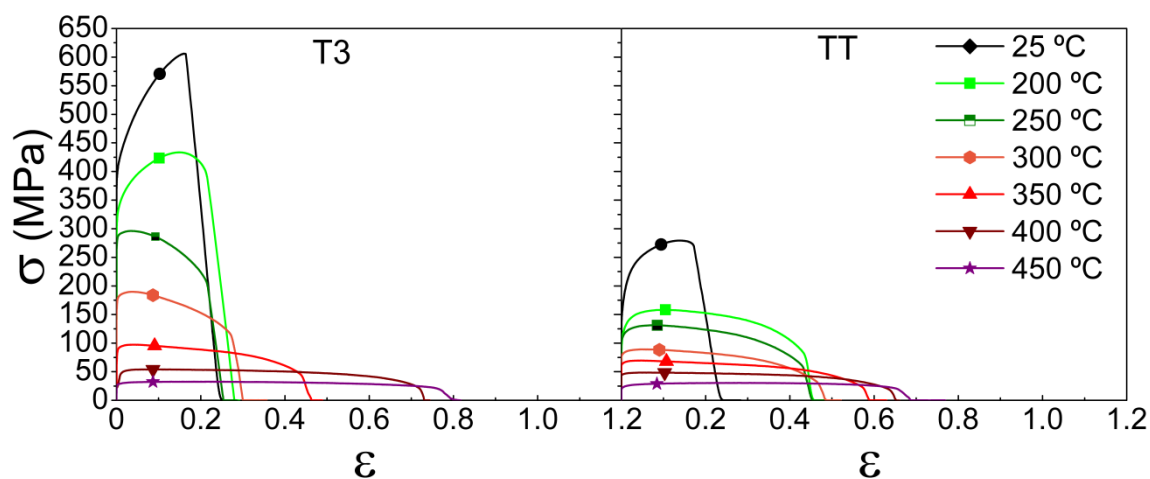


Figura 3.29. Curvas de tracción uniaxial a velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} . Ensayo realizado para diferentes temperaturas desde ambiente hasta 450 °C para el estado de tratamiento térmico inicial T3 y TT para la aleación Al 2024.

Tabla 3.6. Límite elástico ($\sigma_{0,2}$), resistencia máxima (σ_{\max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_F) a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 2024 en los dos estados de precipitación de partida estudiados.

	T (°C)	$\sigma_{0,2}$ (Mpa)	σ_{\max} (MPa)	e_u (%)	e_F (%)
2024-T3	AMB	398,8	606,2	17,3	28,3
	200	320,9	433,5	16,0	24,1
	250	280,9	295,9	3,5	24,4
	300	173,3	189,7	3,9	33,6
	350	83,1	97,2	4,3	58,6
	400	23,4	53,8	7,9	107,4
	450	26,6	32,5	24,5	122,2
2024-TT	AMB	154,5	279,3	14,8	26,9
	200	107,6	158,3	10,7	57,6
	250	108,1	131,1	7,4	57,2
	300	79,6	89,1	5,3	62,3
	350	63,5	69,6	5,0	79,9
	400	44,8	48,7	5,8	91,6
	450	21,7	30,5	28,2	98,3

3.1.3.2.1.2. Ensayos con cambios en la velocidad de deformación

Para determinar los mecanismos de deformación que operan a temperaturas intermedias y altas, se han realizado ensayos de tracción uniaxial a rotura con cambios en la velocidad de deformación durante el ensayo en los estados térmicos T3 y TT. El rango de temperaturas utilizado fue de 300 a 450 °C, con incrementos de 50 °C entre cada ensayo.

Los pares $\dot{\epsilon}$ - σ se muestran en las gráficas de la Figura 3.30, representados en doble escala logarítmica. Para un mismo valor de $\dot{\epsilon}$ los valores de tensión disminuyen con la temperatura en ambos estados térmicos. Los valores de la tensión a 300 y 350 °C son superiores para el material T3 respecto al TT, mientras que a 400-450 °C son muy similares. En la Tabla 3.7 se muestra un resumen de los valores de los exponentes de la tensión aparentes (n_{ap}) para las velocidades de deformación 10^{-2} s^{-1} y 10^{-4} s^{-1} junto a las energías de activación aparentes (Q_{ap}) de 300 a 450 °C. Además, se muestran los valores del exponente de la tensión aparente mínimo (n_{ap}^{\min}) para todas las temperaturas de ensayo con la velocidad de deformación a la que se registró. A menores temperaturas de ensayo, los valores de n_{ap} son elevados, especialmente a 300 °C y van disminuyendo con el

aumento de la temperatura de ensayo. Por otro lado, para una misma temperatura, el valor de n_{ap} disminuye al disminuir $\dot{\epsilon}$, de tal manera que a 10^{-4} s^{-1} se registran menores valores de n_{ap} que a 10^{-2} s^{-1} . Respecto a los valores de Q_{ap} , se encuentran algo por encima del valor de la autodifusión de aluminio puro, $Q_R=142 \text{ kJ/mol}$, en ambos estados térmicos T3 y TT. La relación entre los valores de Q para el aluminio puro en comparación con los que presenta esta aleación, así como la relación con los cambios microestructurales se detallará en el capítulo de discusión.

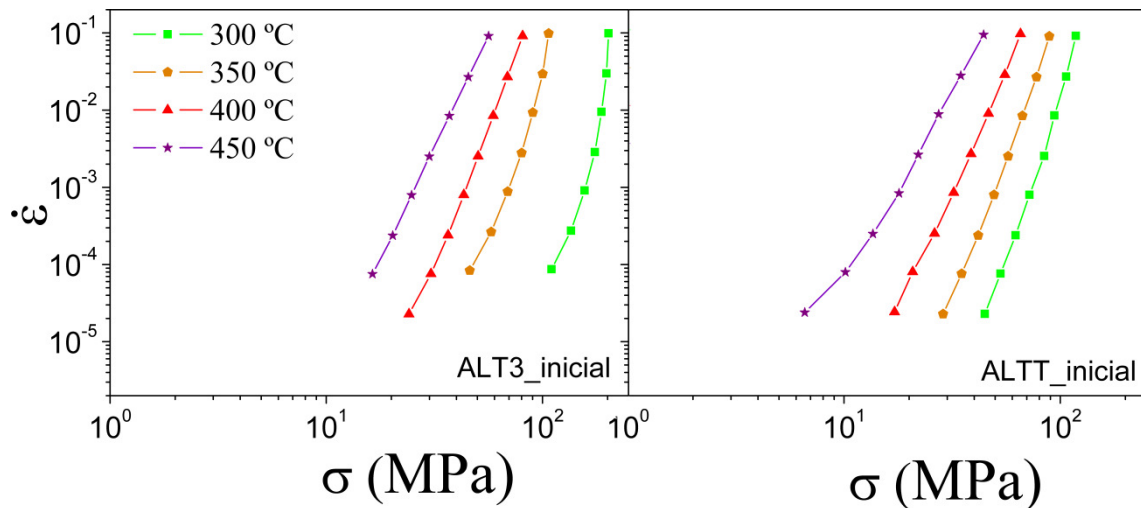


Figura 3.30. Representación en doble escala logarítmica de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 2024 en los dos estados de precipitación de partida.

Tabla 3.7. Exponentes de la tensión aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} y mínimos, y energías de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} y 10^{-4} s^{-1} a diferentes temperaturas de ensayo para la aleación Al 2024 en los dos estados de precipitación de partida. Los valores de n_{ap}^{\min} se acompañan, entre paréntesis, de la velocidad de deformación a la que fueron registrados.

	T (°C)	$n_{ap}^{10^{-2}}$	$n_{ap}^{10^{-4}}$	n_{ap}^{\min}	$Q_{ap}^{10^{-2}}$ (kJ/mol)	$Q_{ap}^{10^{-4}}$ (kJ/mol)
2024-T3	300	18,90	5,51	5,51 (10^{-4} s^{-1})	776,53	271,69
	350	10,52	5,04	5,04 (10^{-4} s^{-1})	361,42	194,98
	400	7,54	6,32	5,16 ($3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)	222,63	220,60
	450	5,69	5,35	5,35 (10^{-4} s^{-1})	191,94	247,90
2024-TT	300	10,10	7,16	7,16 ($3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)	179,69	158,83
	350	7,80	6,27	6,06 ($3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)	153,10	169,55
	400	6,53	5,49	5,41 ($3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)	193,18	233,35
	450	5,21	3,20	2,78 ($3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)	202,84	172,90

3.1.3.2.2. Material procesado por FSP

3.1.3.2.2.1. Ensayos a velocidad de travesaño constante

Todas las probetas procesadas se ensayaron a velocidad de travesaño constante inicial de 10^{-2} s^{-1} desde temperatura ambiente hasta $450 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Las Figuras 3.31-3.32 muestran las curvas tensión-deformación (σ - ϵ) y los parámetros mecánicos obtenidos de las curvas se muestran en las Tablas 3.8-3.11.

En primer lugar, la resistencia a temperatura ambiente de las probetas procesadas se encuentra entre 400-525 MPa, alcanzando su máximo en las tres condiciones de mayor IC ALT3_10_5, ALT3_10_10 y ALT3_7_10. La resistencia a temperatura ambiente es algo inferior a la del material T3 de partida (606 MPa) pero en todos los casos superior a la del material inicial TT (279 MPa). La resistencia a 200-250 $^{\circ}\text{C}$ es similar en todas las condiciones, con valores comprendidos entre los del estado T3 y TT de partida. A 300 $^{\circ}\text{C}$ las tensiones máximas de todos los materiales procesados por FSP disminuyen de manera significativa y toman valores inferiores a las de ambos materiales de partida.

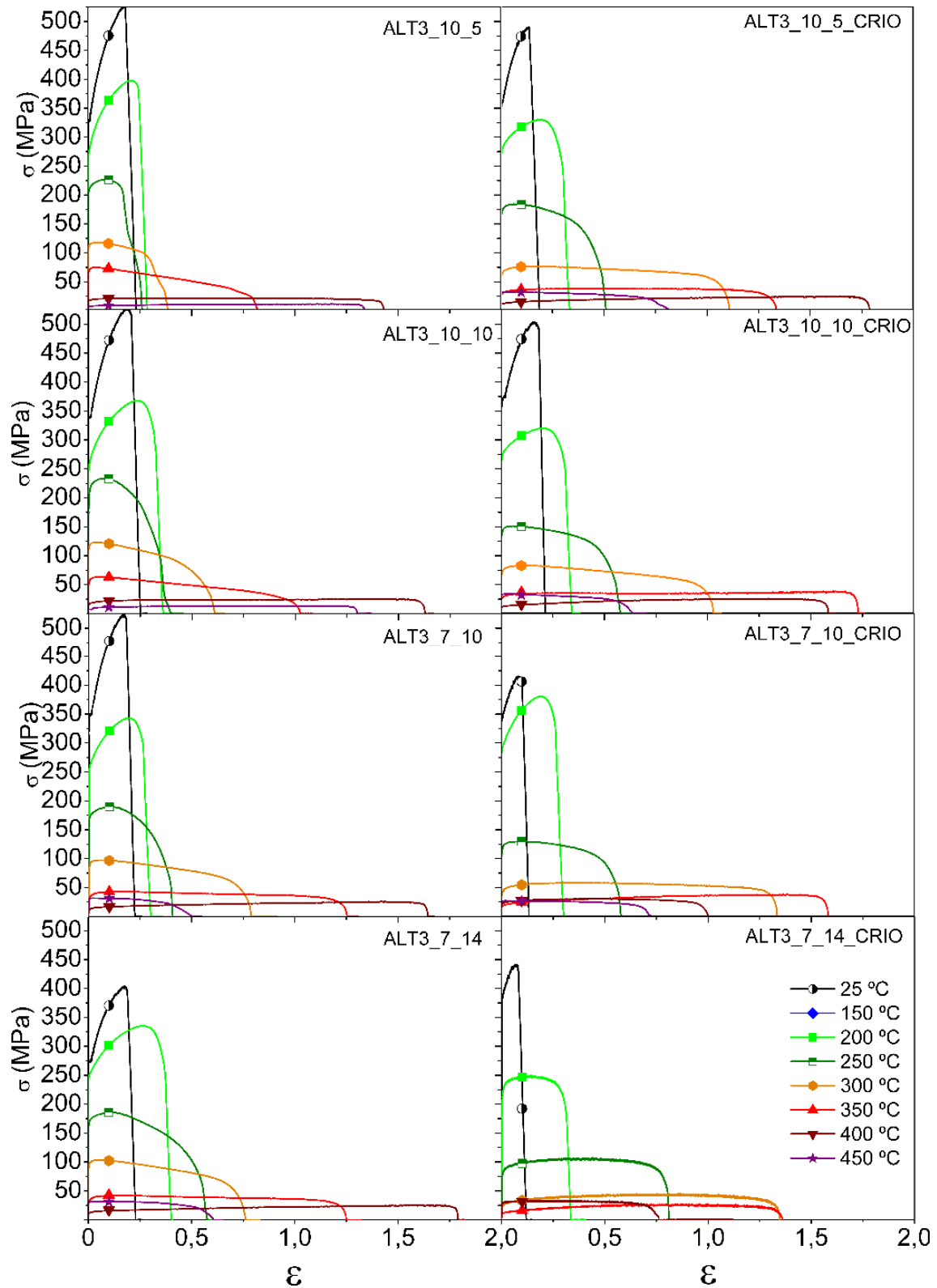


Figura 3.31. Curvas tensión-deformación de los ensayos a velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} desde temperatura ambiente hasta $450 \text{ }^{\circ}\text{C}$ del Al 2024-T3 procesado por FSP en soporte de acero y criogenizado.

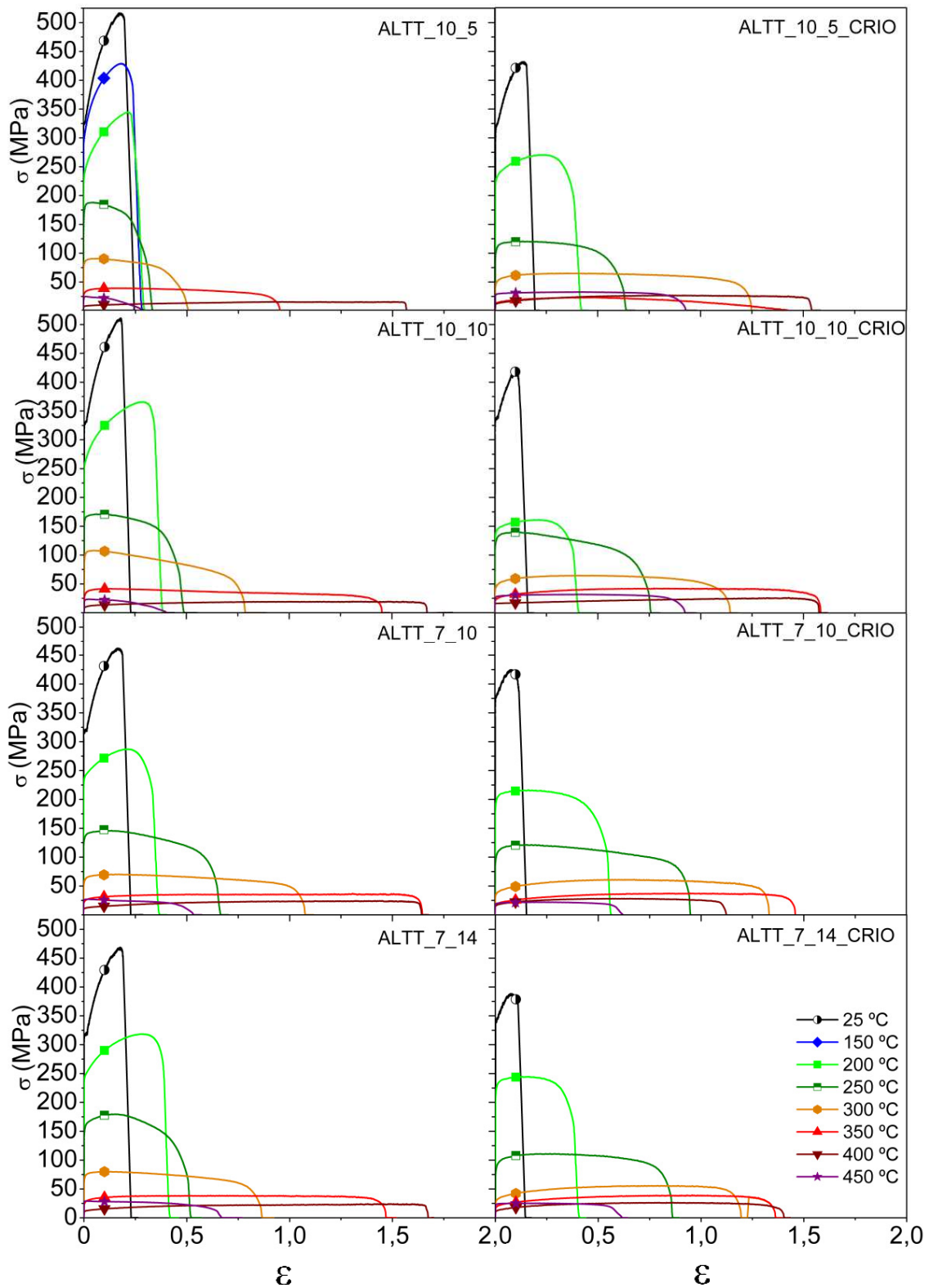


Figura 3.32. Curvas tensión-deformación de los ensayos a velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} desde temperatura ambiente hasta $450 \text{ }^{\circ}\text{C}$ del Al 2024-TT procesado por FSP en soporte de acero y criogenizado.

En general, las tensiones máximas a alta temperatura varían más o menos dependiendo de los parámetros de FSP y de la temperatura, siendo muy similares dentro de un mismo soporte y tratamiento térmico para 400 °C pero guardando relación con el IC a temperaturas de 250-300 °C o incluso 350 °C. Por ejemplo, para el tratamiento térmico T3 procesado en soporte de acero y ensayado a 350 °C, las tensiones son 75, 64, 43 y 42 MPa según disminuye el IC. Sin embargo, para esa misma temperatura en soporte criogenizado los valores son 38, 35, 34 y 26 MPa para la misma disminución del IC.

En segundo lugar, en términos generales, el procesado por FSP produce un aumento de la ductilidad respecto de los materiales de partida T3 y TT. Este aumento en la ductilidad, observable desde 250 °C y notable a 300 °C, proporciona valores superiores a 200% en muchas de las condiciones durante un intervalo de temperaturas (umbral de la denominada deformación superplástica) [4]. Esto supone triplicar la ductilidad con respecto a los valores de los materiales de partida a una elevada velocidad de deformación, de 10^{-2} s^{-1} . El máximo alargamiento se registró a 400 °C en la condición ALT3_7_14 y ALT3_10_5_CRIO con un 499 y 498%, respectivamente. A 350 °C se alcanza un alargamiento de 465% en la condición ALT3_10_10_CRIO seguido de un 388% en la condición ALTT_10_10_CRIO. Al procesar sobre un mismo soporte, al disminuir el valor de IC la localización de esta ventana de alta ductilidad se traslada hacia menores temperaturas de ensayo. Esta ventana, en general, es 50 °C más ancha en el caso de procesar sobre el soporte criogenizado comparado con el soporte convencional.

La disminución acusada de las tensiones y el aumento de la ductilidad del material con respecto a los materiales de partida indica que el procesado por FSP en este material genera un cambio en el mecanismo que opera durante la deformación en una ventana de temperaturas.

Tabla 3.8. Límite elástico ($\sigma_{0,2}$), resistencia máxima (σ_{\max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_F) a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 2024-T3 procesada por FSP en soporte de acero y ensayada en tracción a 10^{-2} s^{-1} .

	T (°C)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	e_u (%)	e_F (%)
ALT3_10_5	AMB	318	527	19	20
	200	265	398	23	29
	250	200	227	9	29
	300	106	118	5	47
	350	64	75	5	127
	400	17	22	60	319
	450	1	11	86	282
	ALT3_10_10	AMB	333	527	21
200		248	368	27	39
250		186	234	8	49
300		110	123	3	84
350		51	64	6	178
400		15	24	92	410
450		7	13	81	267
ALT3_7_10		AMB	334	524	18
	200	252	343	21	30
	250	159	190	10	49
	300	80	97	6	120
	350	30	43	16	249
	400	11	22	91	417
	ALT3_7_14	AMB	268	404	19
200		239	335	31	45
250		162	186	12	78
300		90	103	6	114
350		30	42	18	249
400		11	20	92	499
450		30	32	2	83

Tabla 3.9. Límite elástico ($\sigma_{0.2}$), resistencia máxima (σ_{\max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_F) a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 2024-T3 procesada por FSP en soporte criogenizado y ensayada en tracción a 10^{-2} s^{-1} .

	T (°C)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	e_u (%)	e_F (%)
ALT3_10_5_CRIO	AMB	354	490	14	15
	200	262	330	20	35
	250	156	184	10	70
	300	54	77	18	203
	350	27	38	66	281
	400	10	20	86	498
	450	29	32	4	126
ALT3_10_10_CRIO	AMB	325	504	17	20
	200	256	320	23	37
	250	129	151	9	79
	300	63	83	11	180
	350	22	35	45	465
	400	10	22	89	389
	450	31	34	3	89
ALT3_7_10_CRIO	AMB	340	415	9	11
	200	282	381	21	30
	250	103	130	12	79
	300	34	59	45	280
	350	16	34	93	387
	400	21	31	67	172
	450	25	27	2	106
ALT3_7_14_CRIO	AMB	384	442	7	8
	200	184	250	15	37
	250	68	107	55	124
	300	20	45	92	284
	350	10	26	89	287
	400	26	34	27	114

Tabla 3.10. Límite elástico ($\sigma_{0.2}$), resistencia máxima (σ_{\max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_F) a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 2024-TT procesada por FSP en soporte de acero y ensayada en tracción a 10^{-2} s^{-1} .

	T (°C)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	e_u (%)	e_F (%)
ALTT_10_5	AMB	325	516	19	23
	200	227	345	24	35
	250	140	188	5	40
	300	79	90	6	66
	350	35	39	12	160
	400	9	14	71	381
	450	22	25	1	34
	ALTT_10_10	AMB	328	511	20
200		256	366	33	47
250		159	171	6	62
300		93	108	5	119
350		28	42	14	325
400		9	17	62	429
450		21	23	3	48
ALTT_7_10		AMB	321	462	18
	200	227	287	24	40
	250	129	146	15	94
	300	56	70	17	194
	350	21	35	73	419
	400	10	22	90	417
	450	25	27	2	70
	ALTT_7_14	AMB	311	469	19
200		240	318	32	48
250		144	180	16	68
300		66	80	14	138
350		25	38	55	334
400		11	21	71	433
450		28	29	1	94

Tabla 3.11. Límite elástico ($\sigma_{0.2}$), resistencia máxima (σ_{\max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_F) a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación Al 2024-TT procesada por FSP en soporte criogenizado y ensayada en tracción a 10^{-2} s^{-1} .

	T (°C)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	e_u (%)	e_F (%)
ALTT_10_5_CRIO	AMB	304	431	15	17
	200	221	270	25	52
	250	95	120	14	89
	300	42	64	42	248
	350	12	23	57	300
	400	10	25	66	365
	450	26	32	53	152
	ALTT_10_10_CRIO	AMB	325	420	11
200		128	162	24	47
250		113	140	11	114
300		40	65	61	214
350		21	42	69	388
400		16	18	16	384
450		26	32	53	151
ALTT_7_10_CRIO		AMB	368	425	8
	200	183	217	17	76
	250	88	122	17	158
	300	31	61	64	279
	350	16	36	65	331
	400	15	28	64	207
	450	19	23	27	86
	ALTT_7_14_CRIO	AMB	340	388	8
200		212	245	14	47
250		78	111	30	137
300		26	54	67	230
350		17	40	66	290
400		11	25	68	307
450		22	25	24	85

3.1.3.2.2.2. Ensayos con cambios en la velocidad de deformación

Se realizaron ensayos de tracción a rotura con cambios en la velocidad de deformación en el rango de temperaturas 300-450 °C para las 16 condiciones de procesado por FSP. En las Figuras 3.33-3.34 se muestran los pares $\dot{\epsilon}$ - σ extraídos de dichos ensayos y representados en doble escala logarítmica. La pendiente de este tipo de curvas es el valor de n_{ap} , el cual es indicativo del mecanismo de deformación operativo durante la deformación a una determinada temperatura. Los valores de n_{ap} y Q_{ap} calculados a las velocidades de deformación de 10^{-2} s^{-1} y 10^{-4} s^{-1} se muestran en las Tablas 3.12-3.13.

Junto a los parámetros anteriores, se muestran también los valores del exponente de la tensión aparente mínimo (n_{ap}^{\min}), acompañado de la velocidad de deformación a la que fue obtenido.

Las curvas presentan diferentes formas según la temperatura de ensayo y en muchos casos poseen forma *sigmoidal* o en S. Las diferencias en las pendientes de las curvas indican que para una misma temperatura existen variaciones en el mecanismo de deformación según la velocidad de deformación. En general, las curvas sigmoidales se observan a 300-350 °C y son indicativas del funcionamiento del mecanismo de deformación DFG en la parte de la curva con menor pendiente. En general, se observa que los valores de σ para las curvas descritas, son menores para muestras procesadas en soporte criogenizado comparado con soporte de acero para una misma temperatura de ensayo.

En el rango de temperaturas más altas, 400-450 °C, se observan curvas de dos tipos. Unas, con valores de tensión muy bajos y pendiente muy baja, en torno a 2. Otras, con pendientes más elevadas que aumentan su tensión cruzando a curvas con valores de la tensión de menores temperaturas. Este fenómeno denota el paso a un mecanismo de deformación más resistente, como se tratará en la discusión.

El límite de estabilidad microestructural se encuentra a menor temperatura con el aumento del IC, variando de 450 a 400 °C, especialmente en los materiales procesados en soporte criogenizado con menor tamaño de grano.

En las Tablas 3.12-3.13 se muestran los valores de los exponentes de la tensión aparentes, n_{ap} , para velocidades de deformación de 10^{-2} s^{-1} y 10^{-4} s^{-1} , el n_{ap} mínimo con la velocidad de deformación a la que fue registrado y los valores de energías de activación aparentes para las mismas velocidades en un rango de 300 a 450 °C.

En general, dentro de cada condición, a menores temperaturas de ensayo mayores valores de $n_{ap}^{10^{-2}}$, disminuyendo el valor hasta ~ 2 con el aumento de la temperatura. En el caso de los valores de $n_{ap}^{10^{-4}}$, en general, son menores que los de $n_{ap}^{10^{-2}}$ en todas las temperaturas de ensayo, pero tienden a crecer para las temperaturas más altas. Para los valores de n_{ap}^{\min} , la tendencia es a localizarse a velocidades de deformación mayores con el aumento de la temperatura, tendiendo el valor a 2. Eso no se cumple si el mecanismo

de deformación cambia al aumentar la temperatura; por ejemplo, en el caso de ALTT_7_14, el n_{ap}^{min} está en torno a 2, y va aumentando la velocidad de deformación a la que se obtiene con el aumento de la temperatura de ensayo. Sin embargo, a 450 °C, el valor mínimo se obtiene a $10^{-5} s^{-1}$, debido a la inestabilidad de la fina microestructura a esta temperatura. Cabe decir que el valor de n_{ap}^{min} es importante en la determinación del mecanismo de deformación que opera y por tanto muy útil en la correcta caracterización mecánica. En términos generales, en las temperaturas donde se encuentra el límite de estabilidad microestructural, descrito en apartados anteriores, las curvas se cruzan y aumenta el valor de n_{ap}^{min} . Respecto a los valores de energía de activación, el $Q_{ap}^{10^{-2}}$ es alto a las temperaturas de ensayo bajas y va disminuyendo con el aumento de la temperatura hasta valores cercanos a $Q_R = 142$ kJ/mol a 350 °C. A temperaturas superiores cercanas al límite de inestabilidad microestructural, los valores son especialmente bajos y en muchos casos negativos. Los valores negativos de Q_{ap} , no tienen significado físico, y marcan el cambio de mecanismo de deformación en ese rango de temperaturas, como se detallará posteriormente.

En el apartado de discusión se analizarán y razonarán los resultados obtenidos en las diferentes condiciones de procesado, teniendo en cuenta las microestructuras y propiedades mecánicas en la determinación de los mecanismos de deformación que operan a las diferentes temperaturas estudiadas.

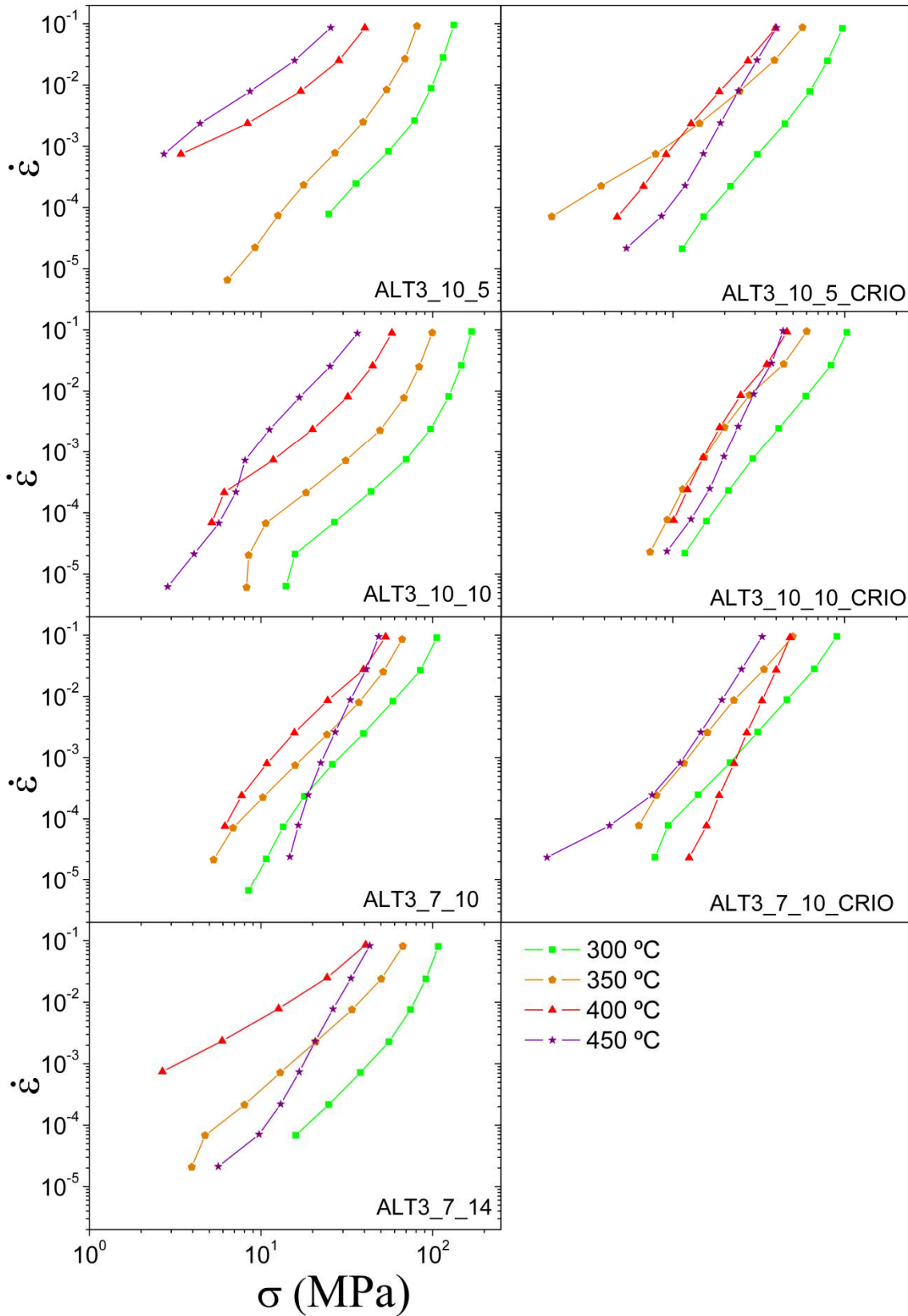


Figura 3.33. Gráficas con doble escala logarítmica de los pares ϵ - σ para la aleación Al 2024-T3 procesada por FSP en soporte de acero y criogenizado para temperaturas de 300 a 450 °C.

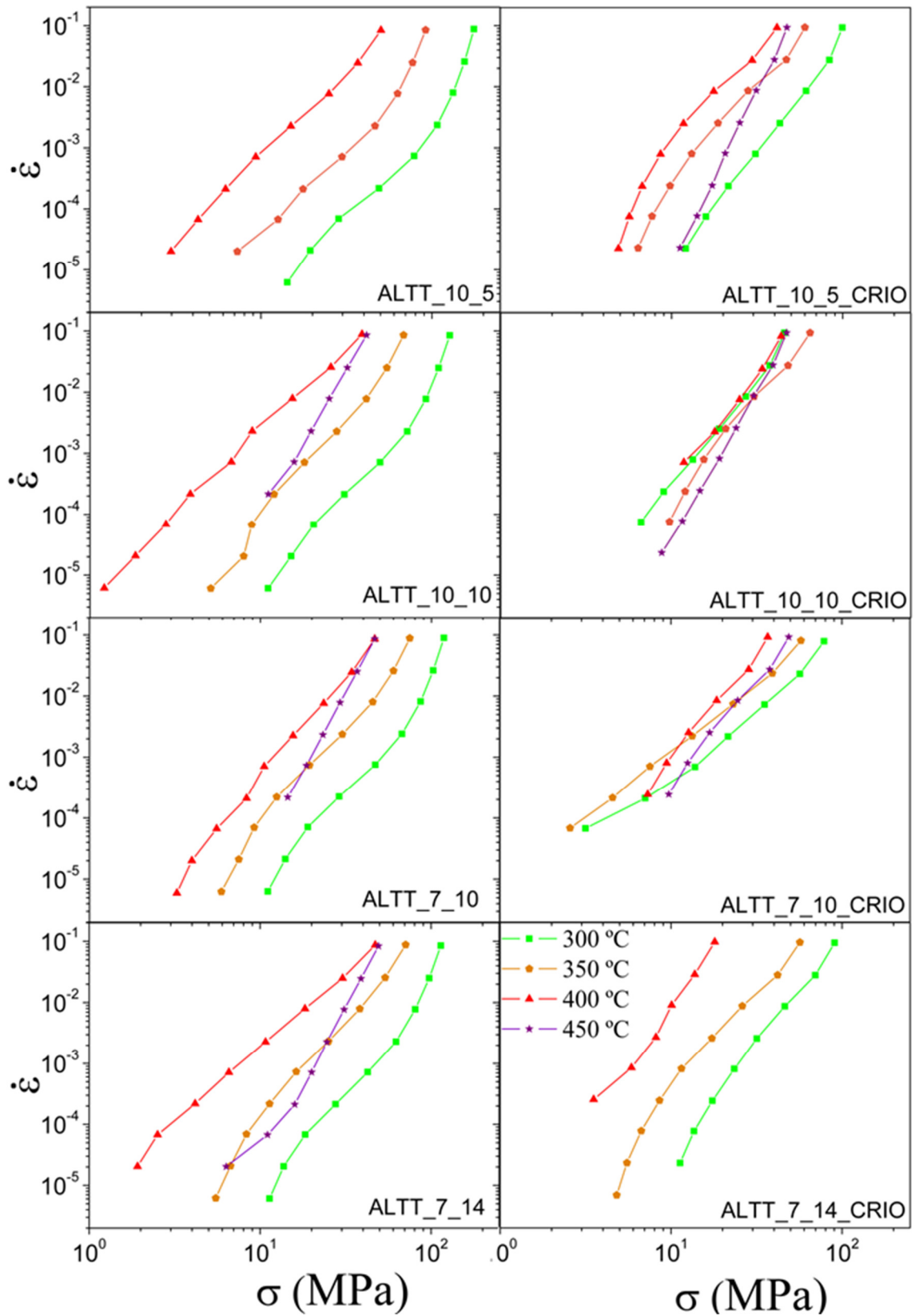


Figura 3.34. Gráficas con doble escala logarítmica de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ para la aleación Al 2024-TT procesada por FSP en soporte de acero y criogenizado para temperaturas de 300 a 450 °C.

Tabla 3.12. Exponentes de la tensión aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} y mínimos y energías de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} a diferentes temperaturas de ensayo para la aleación Al 2024-T3 procesada por FSP en soporte de acero y criogenizado. Al lado de cada valor de n_{ap}^{\min} se muestra, entre paréntesis, la velocidad de deformación a la que fue registrado.

Condición	T (°C)	$n_{ap}^{10^{-2}}$	$n_{ap}^{10^{-4}}$	n_{ap}^{\min}	$Q_{ap}^{10^{-2}}$ (kJ/mol)	$Q_{ap}^{10^{-4}}$ (kJ/mol)
ALT3_10_5	300	6,14	2,94	2,94 ($3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)	202,82	115,09
	350	4,21	3,08	3,07 ($3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)	221,81	-
	400	1,91	-	1,29 (10^{-3} s^{-1})	124,86	-
	450	1,86	-	1,87 (10^{-2} s^{-1})	95,16	-
ALT3_10_10	300	5,74	2,31	2,31 (10^{-4} s^{-1})	191,23	120,56
	350	4,48	2,89	2,20 ($3 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$)	180,69	144,74
	400	2,94	6,78	2,01 (10^{-3} s^{-1})	143,83	139,87
	450	2,93	4,11	2,93 (10^{-2} s^{-1})	142,37	-48,51
ALT3_7_10	300	3,11	4,58	2,92 ($3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)	77,24	171,81
	350	3,11	3,50	1,45 ($3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)	78,84	79,53
	400	2,56	5,10	2,56 (10^{-2} s^{-1})	3,38	-179,96
	450	5,67	9,39	5,67 (10^{-2} s^{-1})	-162,46	-786,34
ALT3_7_14	300	4,72	2,59	2,59 (10^{-4} s^{-1})	208,83	180,84
	350	2,67	3,05	2,33 ($3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)	143,06	-
	400	1,68	-	0,81 ($3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)	12,51	-
	450	4,89	2,72	2,19 ($3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)	-308,44	-
ALT3_10_5_CRIO	300	4,09	3,61	3,23 (10^{-3} s^{-1})	218,47	428,02
	350	2,35	1,73	1,69 ($3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)	86,12	63,98
	400	3,11	3,26	3,11 (10^{-2} s^{-1})	-7,99	-191,93
	450	4,81	2,95	2,55 ($3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)	-119,40	-154,08
ALT3_10_10_CRIO	300	3,40	4,01	3,34 ($3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)	143,80	115,25
	350	2,97	5,38	2,97 (10^{-2} s^{-1})	76,33	63,35
	400	3,74	6,84	3,74 (10^{-2} s^{-1})	-20,14	-105,29
	450	5,33	4,09	3,73 ($3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)	-96,47	-93,76
ALT3_7_10_CRIO	300	3,11	3,85	2,84 ($3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)	124,13	87,16
	350	3,12	4,81	3,03 ($3 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$)	27,61	-40,73
	400	5,98	5,77	5,14 ($3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)	9,03	-19,34
	450	4,32	1,65	1,42 ($3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)	170,31	168,02

Tabla 3.13. Exponentes de la tensión aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} y mínimos y energías de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} a diferentes temperaturas de ensayo para la aleación Al 2024-TT procesada por FSP en soporte de acero y criogenizado. Al lado de cada valor de n_{ap}^{\min} se muestra, entre paréntesis, la velocidad de deformación a la que fue registrado.

Condición	T (°C)	$n_{ap}^{10^{-2}}$	$n_{ap}^{10^{-4}}$	n_{ap}^{\min}	$Q_{ap}^{10^{-2}}$ (kJ/mol)	$Q_{ap}^{10^{-4}}$ (kJ/mol)
ALTT_10_5	300	6,46	2,51	$2,51(10^{-4} \text{ s}^{-1})$	270,91	115,39
	350	4,65	2,62	$2,21(3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1})$	235,09	120,51
	400	2,63	3,21	$2,41(3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	160,71	230,19
	450	-	-	-	-	-
ALTT_10_10	300	5,58	3,25	$2,52(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	252,47	152,97
	350	3,51	5,33	$5,33(10^{-4} \text{ s}^{-1})$	191,51	251,20
	400	2,27	3,16	$2,19(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	37,14	-
	450	4,88	-	$3,50(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	-215,70	-
ALTT_7_10	300	5,60	3,20	$2,50(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	201,09	129,97
	350	3,44	4,54	$2,69(10^{-3} \text{ s}^{-1})$	133,71	184,33
	400	3,02	3,18	$2,97(3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	41,19	-
	450	2,61	-	$2,61(10^{-2} \text{ s}^{-1})$	-56,90	-
ALTT_7_14	300	5,32	3,33	$2,79(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	223,17	148,29
	350	3,13	4,41	$2,78(3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	139,80	196,48
	400	2,31	2,96	$2,31(10^{-2} \text{ s}^{-1})$	12,58	-34,82
	450	5,18	2,51	$2,16(3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1})$	-241,41	-311,18
ALTT_10_5_CRIO	300	3,57	3,83	$3,41(10^{-3} \text{ s}^{-1})$	156,85	153,91
	350	2,58	4,72	$2,58(10^{-2} \text{ s}^{-1})$	96,23	144,32
	400	2,56	7,34	$2,56(10^{-2} \text{ s}^{-1})$	-17,40	-184,83
	450	3,10	3,67	$3,10(10^{-2} \text{ s}^{-1})$	-257,25	-441,42
ALTT_10_10_CRIO	300	3,51	3,79	$3,16(10^{-3} \text{ s}^{-1})$	-31,17	-94,93
	350	2,83	5,46	$2,83(10^{-2} \text{ s}^{-1})$	-0,95	-
	400	3,68	-	$2,78(10^{-3} \text{ s}^{-1})$	-11,51	-
	450	4,76	-	$4,34(3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1})$	-92,60	-
ALTT_7_10_CRIO	300	2,45	1,42	$1,42(10^{-4} \text{ s}^{-1})$	55,77	14,17
	350	2,20	2,00	$2,00(10^{-4} \text{ s}^{-1})$	39,72	19,96
	400	2,95	-	$2,95(10^{-2} \text{ s}^{-1})$	35,92	-
	450	-	-	-	-	-
ALTT_7_14_CRIO	300	3,02	5,37	$3,02(10^{-2} \text{ s}^{-1})$	95,41	213,25
	350	2,68	5,33	$2,68(10^{-2} \text{ s}^{-1})$	122,41	211,96
	400	4,46	-	$2,36(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	281,21	-
	450	-	-	-	-	-

3.2. DISCUSIÓN DE LA ALEACIÓN Al 2024

En este apartado se analiza, compara y discute detalladamente la relación del procesado por FSP con la microestructura y con las propiedades mecánicas de la aleación Al 2024.

El procesado por FSP puede mejorar las propiedades mecánicas mediante un importante afino microestructural lo cual se consigue a través de la disminución progresiva del índice calorífico (IC). La estrategia seguida fue la de procesar con la máxima severidad y mayor velocidad de extracción de calor (soporte criogenizado) para evitar el crecimiento microestructural. Además, la rápida velocidad de avance de la herramienta utilizada en esta investigación, supone una ventaja competitiva para la industria ya que se procesan chapas en poco tiempo.

Por tanto, en este capítulo, se discuten las relaciones entre parámetros de procesado con la microestructura y, posteriormente, con las propiedades mecánicas obtenidas. Las deducciones y correspondencias reveladas en este estudio son de alto interés industrial y pueden ser aplicables a una cadena de producción actual.

3.2.1. Relación tratamiento térmico - precipitación

Los precipitados observados mediante MET tanto en el material inicial como en los materiales procesados son comúnmente denominados endurecedores por su acción en las propiedades mecánicas del material [5], y pueden tener morfología esférica o tipo bastón [1,2,6]. Su composición es generalmente Al_2Cu , $Al_2(CuMn)$ y Al_2CuMg , y se encuentran homogéneamente distribuidos por todo el material, Figura 3.3 (material de partida) y Figura 3.9 (material procesado) [7]. Estos precipitados se forman durante los tratamientos térmicos impuestos a la aleación. La temperatura para tener todos los elementos aleantes en solución sólida sobresaturada es de 495 °C y templado inmediatamente a temperatura ambiente. Con el material en dicho estado, se realiza un tratamiento térmico que consiste en calentar el material a temperaturas bajas o intermedias dependiendo del resultado que se desee obtener. Así, con tiempo y temperatura comienza la siguiente secuencia de precipitación (3.1):



En esta secuencia, los elementos aleantes difunden en la matriz y comienzan a formar pequeñas agrupaciones, denominadas zonas de Guinier-Preston (GPZ), las cuales son estructuralmente coherentes con la matriz. A medida que sigue el tratamiento térmico, las zonas de Guinier-Preston acumulan un mayor número de átomos, formándose las fases S'', S' y S, respectivamente, variando la estructura cristalina hasta volverse incoherentes con la matriz. Según avanza el tratamiento térmico y aumenta la fracción de volumen de precipitados, la distancia entre ellos (λ_p) disminuye. Mientras, asimismo, el tamaño de los precipitados va aumentando progresivamente. La temperatura y el tiempo del calentamiento desde la solución sólida de partida condicionarán qué fase y cuánta fracción de ella se formará en el material dependiendo de la estabilidad del precipitado. En función de la temperatura alcanzada durante el procesado por FSP y el tiempo que el material se encuentra a temperatura, el procesado modifica el estado y tamaño de estos precipitados (disolviéndolos y/o engrosándolos).

La influencia de los precipitados endurecedores en las propiedades mecánicas del material es fácilmente observable a temperaturas bajas e intermedias, donde los precipitados son térmicamente estables. Por tanto, su influencia ha sido estudiada mediante ensayos de dureza por ultramicroindentación a temperatura ambiente tras el procesado por FSP y en los materiales de partida. La dureza es una propiedad mecánica que indica la resistencia a la deformación plástica de un material [8]. De esta manera, cualquier obstáculo que limite el movimiento libre de las dislocaciones influye en la dureza del material:

- Distancia entre partículas (λ_p): Distancia libre que una dislocación puede moverse sin encontrar un obstáculo tipo precipitado, segunda fase, partículas, etc.
- Concentración de elementos aleantes en solución sólida (c_s): Dificultan el deslizamiento de dislocaciones por interacción con el núcleo de las mismas.
- Tamaño de grano (L), tamaño de subgrano (λ_{sg}): Las fronteras de (sub)grano son defectos del material que dificultan el avance de dislocaciones entre dos cristales o regiones del cristal con distintas orientaciones.
- Textura (text): Controla mediante la orientación cristalográfica la activación de distintos sistemas de deslizamiento.

- Densidad de dislocaciones (ρ) o acritud: La interacción entre dislocaciones aumenta la dureza.

Los valores de dureza de los materiales de partida presentan notables diferencias según el tratamiento térmico, T3 y TT, Tabla 3.5. La dureza del estado T3 es el doble que el TT debido a que la distancia entre precipitados es mucho menor ($H \propto 1/\lambda$), en torno a 100 nm.

El procesado por FSP es muy heterogéneo en cuanto a los perfiles de temperatura y deformación impuestos en distintas zonas respecto al paso de la herramienta, generando zonas con distintos estados de precipitación, tamaños de grano, textura, etc. En la Figura 3.27 se muestran valores de dureza para los materiales en estado T3 y TT procesados por FSP. En general, en la zona batida (SZ) se encuentran los valores máximos de dureza. En esta zona es donde el material tiene un tamaño de grano más fino y donde mayores deformaciones se inducen. Por otro lado, se observa un gradiente de durezas, especialmente en las condiciones TT, donde la dureza disminuye hacia valores cercanos al de partida al pasar de la zona TMAZ a la HAZ. Los precipitados, que han sido parcialmente disueltos durante el procesado, vuelven a precipitar durante el enfriamiento de la chapa.

En primer lugar, la dureza cuando se procesa sobre soporte de acero, es ligeramente superior a mayor IC, Figura 3.27. Esto es debido a que el mayor aporte calorífico permite una precipitación más extensa que a menores valores de IC. Comparativamente a mismo valor de IC, el estado T3 tiene mayores valores de dureza. Esto es debido a que los precipitados iniciales en el TT son más estables térmicamente que los del T3 (muy finos). Por tanto, los precipitados de mayor tamaño y más estables del TT tardan más en disolverse y reprecipitarse durante las etapas de procesado y posterior enfriamiento que en el estado T3.

En segundo lugar, para los materiales procesados en soporte criogenizado aumenta la dureza con la disminución del IC, en concordancia con la disminución del tamaño de grano. En este caso, el tamaño de grano nanométrico es del orden de magnitud de la distancia entre precipitados y, por tanto, cobra especial importancia en las medidas de la dureza. A su vez, comparando condiciones para un mismo IC, el estado T3 presenta mayores valores de dureza que el estado TT, lo cual indica que el estado de precipitación

sigue jugando un papel importante junto al tamaño de grano. De hecho, la condición más dura (ALT3_7_14 con un tamaño de grano medio de ~ 380 nm) no es la de menor tamaño de grano (ALTT_7_14 con un tamaño de grano medio de ~ 100 nm). Lo cual indica que la mayor dureza se consigue en el estado T3 con el menor IC, debido a la finura de granos y precipitados.

En resumen, una disposición fina y cercana entre precipitados junto con la disminución del tamaño de grano ha permitido alcanzar valores de dureza máximos procesando por FSP en soporte criogenizado. Los valores son un 35% superiores a los del tratamiento térmico de partida T3, pasando de 1,34 GPa, hasta valores superiores a 1,80 GPa. En la Figura 3.35 se muestra un cuadro resumen para una mejor comprensión de la influencia de los precipitados endurecedores en la dureza de los materiales de partida, así como en los materiales procesados por FSP. La flecha marca en el origen la muestra de mínima dureza y en el extremo opuesto la de máxima dureza.

2024-T3 → Partida	2024-T3 → FSP
↑ Dureza inicial ↓↓ λ_p ↑↑ Tamaño de grano	Máxima dureza ↓↓ λ_p ↓↓ Tamaño de grano
2024-TT → Partida	2024-TT → FSP
↓ Dureza inicial ↑↑ λ_p ↑↑ Tamaño de grano	↑↑ λ_p ↓↓ Tamaño de grano

Figura 3.35. Esquema de las relaciones de los estados térmicos de partida (a la izquierda) y la distancia entre precipitados (λ_p) y tamaños de granos tras el procesado por FSP en soporte criogenizado (a la derecha). El gradiente de color junto con la flecha degradada muestran el aumento de las durezas a temperatura ambiente observados en Figura 3.28.

3.2.1.1. Tamaño y desorientación de grano/subgrano

En la Figura 3.36 y 3.37 se muestran los valores del D_F medio para cada condición de procesado por FSP para cada valor de IC obtenidos de los análisis de imagen de micrografías MET, Tabla 3.2 y de EBSD, Tabla 3.3, respectivamente. En el tratamiento térmico TT el tamaño de grano disminuye con la disminución del IC, mientras que para el estado T3 los valores de tamaño de grano se mantienen prácticamente constantes con

el IC. Asimismo, se observa que el tamaño de grano medido tras el procesado es mucho menor en el soporte CRIO, debido a una mayor eficacia en la extracción de calor que evita el engrosamiento tras el paso de la herramienta. Esta diferencia es más evidente en la Figura 3.36 que en la 3.37.

En general, la distancia entre precipitados controla el crecimiento del grano. En el estado TT los precipitados son de mayor tamaño y por tanto están más separados que en el estado T3. Por tanto, una mayor severidad provoca un paulatino afinado del tamaño de (sub)grano, mientras que en la del T3 la pequeña distancia entre precipitados limita el afinado, proporcionando tamaños de (sub)grano similares en las distintas condiciones.

Los tamaños de grano difieren ligeramente entre las medidas realizadas mediante MET y EBSD en las Figuras 3.36 y 3.37, respectivamente. Sin embargo, la disminución con el IC es similar. Esto es debido a las características intrínsecas de cada técnica de microscopía electrónica. La caracterización mediante EBSD y MEB, se realiza a través de los diagramas de Kikuchi que se obtienen de la difracción del haz de electrones a una profundidad que depende del voltaje y del peso atómico de los elementos de la aleación. Asimismo, se ve afectada con tamaños de grano ultrafinos, puesto que el volumen de interacción del haz de electrones puede ser mayor que el del tamaño de grano, obteniendo señal de granos adyacentes, dificultando la indexación. Además, la gran densidad de dislocaciones introducida durante el procesado dificulta la indexación, puesto que los diagramas de Kikuchi son muy sensibles a la deformación de la red cristalina [9]. Por tanto, las medidas de tamaño de grano obtenidas mediante EBSD están sobreestimadas respecto a las de MET, especialmente en los casos en los que el tamaño de grano de la muestra es muy fino y altamente deformado.

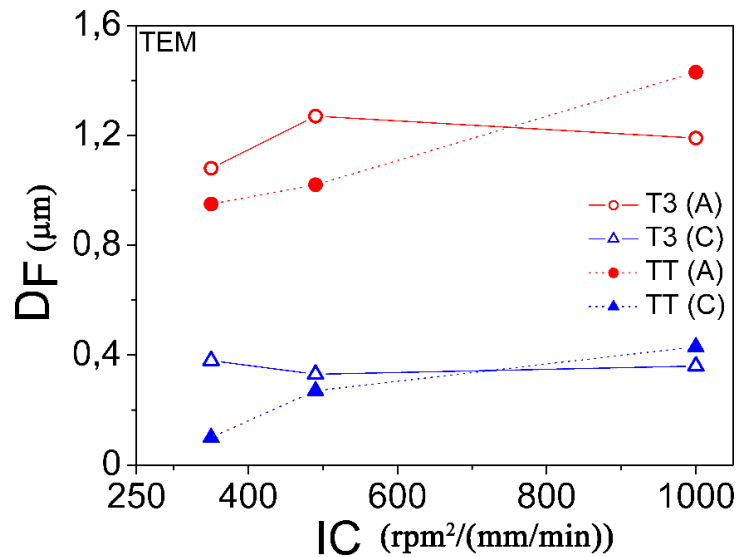


Figura 3.36. Relación entre en IC del procesado por FSP en Al 2024 y el diámetro de Feret obtenido en el análisis por MET.

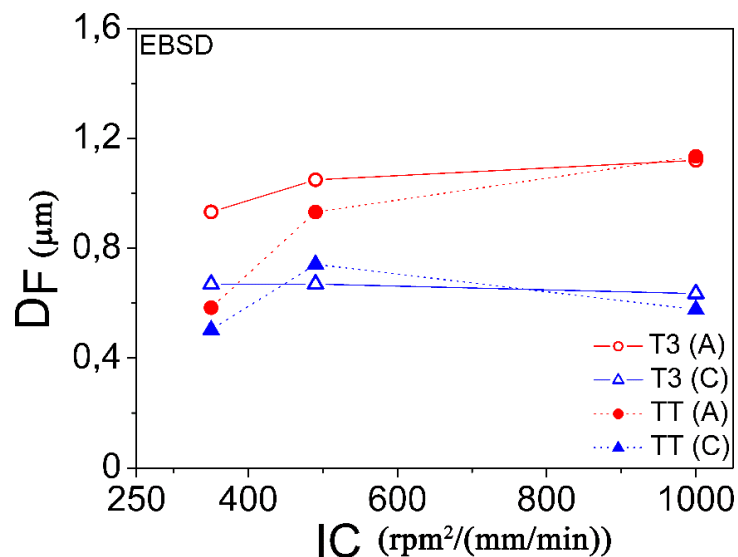


Figura 3.37. Relación entre en IC del procesado por FSP en Al 2024 y el diámetro de Feret obtenido en el análisis mediante EBSD.

En este punto de la discusión es conveniente describir el proceso de formación de la microestructura en el procesado por FSP. En primer lugar, la herramienta introduce una gran concentración de dislocaciones, que pueden agruparse para formar subgranos y/o granos de unos pocos nanómetros de tamaño, tal y como se ve en la Figura 3.38. Posteriormente, puede aumentar la desorientación y/o el tamaño de grano debido a temperatura y deformación adicionales. A todo ese proceso se le conoce como restauración dinámica (DRV) y es típico en materiales con alta energía de falta de

apilamiento como el aluminio [10,11]. No obstante, algunos autores han reportado procesos de recristalización dinámica (DRX) [12,13]. Sin embargo, esto suele ocurrir en procesados por FSP en rangos de valores de IC muy elevados, los cuales no son objeto de estudio de esta tesis.

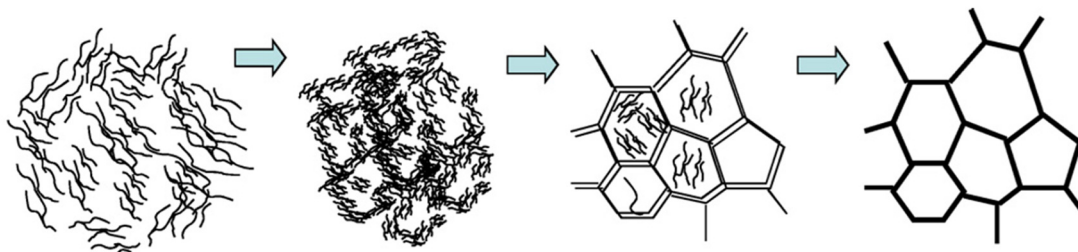


Figura 3.38. Evolución de la restauración dinámica: 1) acumulación de dislocaciones, 2) formación de celdas y aumento de las desorientaciones 3) formación de subgranos y aniquilación de dislocaciones, y 4) equilibrio entre generación y absorción de dislocaciones con posible crecimiento o restauración extendida [14].

Las diferencias microestructurales entre condiciones con mayor y menor IC en cuanto al tamaño de grano, se pueden observar en las micrografías de MET (Figura 3.5-3.6). A menor IC y mayor velocidad de extracción de calor, se obtiene una microestructura más cercana a finas celdas de dislocaciones con poca desorientación en las fronteras (ALTT_7_14_CRIO, Figura 3.6 y 3.12). Por el contrario, a mayor IC y menor velocidad de extracción de calor, se fomentan microestructuras más gruesas y desorientadas (ALTT_10_5, Figura 3.5 y 3.11). Incluso para condiciones con un mismo valor de IC ($350 \text{ rpm}^2/\text{mm}/\text{min}$), sólo variando la velocidad de extracción de calor se consiguen diferencias importantes (de $\sim 100 \text{ nm}$ en soporte criogenizado a $\sim 950 \text{ nm}$ en soporte de acero, Tabla 3.2). El IC determina en gran medida la tensión de procesado o severidad, lo que significa que justo en el momento del paso de la herramienta el estado microestructural del material es similar para ambos soportes de procesado. Sin embargo, la velocidad de extracción de calor determina el valor del tamaño de grano y desorientación final, tal y como se muestra esquemáticamente en la Figura 3.39 [15,16]. El tamaño de grano y desorientación dejan de crecer en el momento en el que se alcanza la temperatura de final de engrosamiento de grano (T_{feg}).

Por otra parte, la influencia del IC sobre el carácter de las fronteras se muestra en la Figura 3.40 donde se muestran los valores de la fracción de fronteras de alto ángulo

(HABs $\geq 15^\circ$) para todas las condiciones de FSP respecto a los valores del IC. Los valores se han ajustado a una función potencial para mostrar la tendencia a disminuir la fracción de fronteras de alto ángulo con la disminución del IC. Bajos valores de IC implican menor rotación por unidad de avance lo que implica menor deformación y una disminución en la desorientación. En el supuesto de partir de un monocristal, si no hay deformación no existe desorientación y por tanto la función de ajuste cruza en $fHABs = 0$ para un $IC = 0$.

En resumen, el procesado por FSP afina la microestructura principalmente mediante procesos de DRV, pudiendo darse DRX en condiciones con valores altos de IC. El procesado es más eficaz en el afino de grano a menores valores de IC junto con elevadas velocidades de extracción de calor (soporte criogenizado).

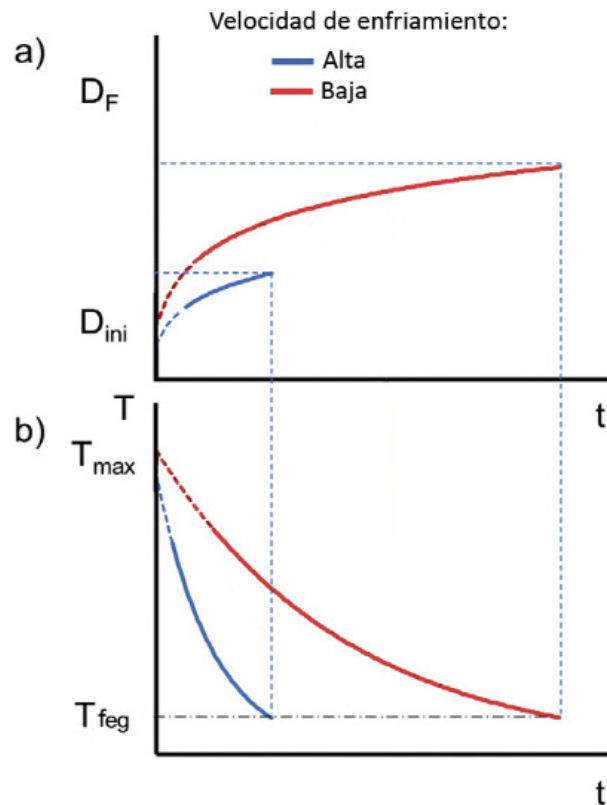


Figura 3.39. Modelo de la relación entre, a) evolución del diámetro de Feret medio y b) tasa de enfriamiento del material en el procesado por FSP. Modificada de [16].

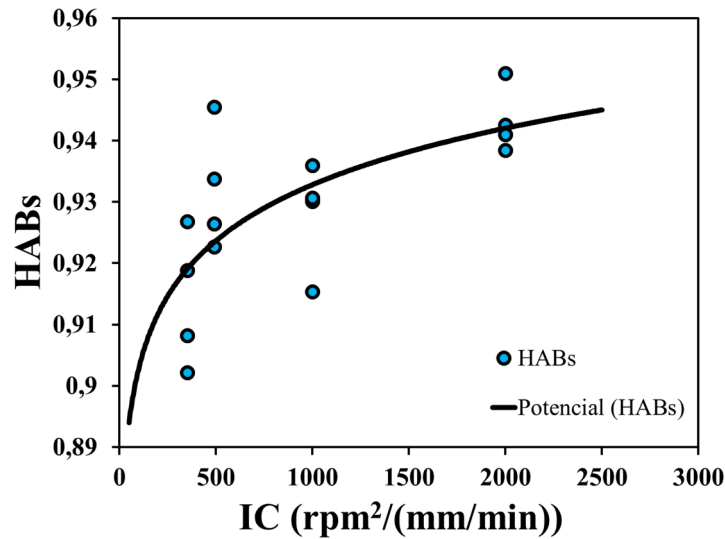


Figura 3.40. Fracción de fronteras de alto ángulo (fHABs) de todas las condiciones de procesado por FSP para el Al 2024 junto a la función de ajuste potencial.

3.2.1.2. Reducción de la textura cristalográfica

Durante la deformación plástica severa impuesta al material los granos tienden a disponerse aleatoriamente al aumentar la deformación aplicada. En este sentido, el procesado por FSP se caracteriza por ser una de las técnicas que impone mayores deformaciones en los materiales, superiores a $\epsilon = 20$ [17,18]. Por ello, los mapas de EBSD muestran un gran rango de colores que representan diversas orientaciones (Figuras 3.11-3.12). De igual manera en las figuras de polos $\{100\}$ (Figuras 3.15-3.16), se observa una textura cristalográfica de baja intensidad, sobretodo comparando el mismo material procesado por laminación o extrusión [14]. No obstante, pese a la baja intensidad se diferencian algunas componentes de cizalla, orientadas según la localización de la muestra respecto a la herramienta. Aunque hay una suave tendencia a aumentar la textura y a disminuir la desorientación media con el descenso del IC, la relación no es del todo clara, dando para todas las condiciones valores similares. Las desorientaciones oscilan entre $35,5^\circ$ y un máximo de $39,2^\circ$, muy cercanas a los 41° teóricos para un material cúbico compacto orientado de manera completamente aleatoria (distribución de Mackenzie) [3]. Esto indica la gran eficacia del procesado por FSP en la aleatorización de la microestructura. A este hecho contribuye también que se ha seleccionado la herramienta compleja con acanaladuras y aristas a lo largo del punzón. Este diseño, que se muestra en la Figura 3.41, favorece una agitación superior a la de un punzón puramente tronco-cónico. En esta figura se muestran los vectores de la componente del desplazamiento en

el plano al que el material es sometido durante el procesado por FSP. La agitación tiene componentes horizontales, verticales y el material es confinado por el hombro. Debido a la gran complejidad del flujo de material, pudieran existir pequeñas variaciones en los tamaños de grano en distintas zonas del material procesado. No obstante, las diferencias fueron pequeñas en este estudio.

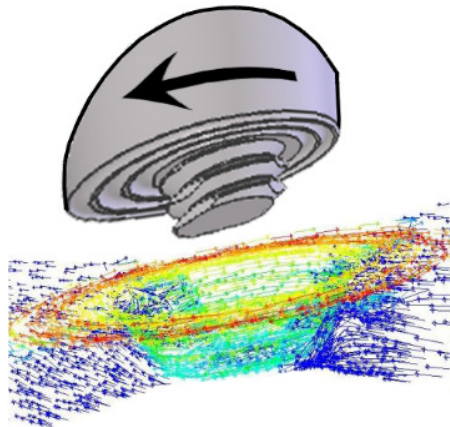


Figura 3.41. Modelo de la disposición de los vectores de la componente desplazamiento producidos por la herramienta de FSP que combina desplazamiento del material desde el lado, desde arriba a abajo gracias al confinamiento del hombro y en espiral debido a las canaladuras. Inspirado en [17].

3.2.2. Propiedades mecánicas a temperaturas intermedias y altas. Determinación de los mecanismos de deformación

En términos generales, a alta temperatura las aleaciones metálicas deforman plásticamente mediante mecanismos de deformación asociados principalmente al movimiento de dislocaciones. Cuando el movimiento de dislocaciones está controlado por el trepado, el exponente de la tensión (n) es igual a 5 y la energía de activación (Q) es la de autodifusión en la red, Q_R . Este es el mecanismo más común en materiales en metales puros y aleaciones con tamaño de grano grande. Durante la operación de este mecanismo se forma una subestructura cuyo tamaño depende inversamente de la tensión, $\lambda \approx 1/\sigma$ [19]. La deformación está controlada por la distancia más pequeña que las dislocaciones pueden recorrer libremente. En el caso de aleaciones con una gran concentración de precipitados, la distancia entre ellos puede ser menor que la subestructura correspondiente al mecanismo de $n = 5$ para una determinada tensión. En ese caso el mecanismo que operará será el de movimiento de dislocaciones a subestructura constante con un exponente $n = 8$ [20]. Al contrario que en el mecanismo de $n = 5$, no

existe un tamaño de subgrano dependiente de la tensión, y ésta vendrá determinada por la distancia entre precipitados.

En el caso de materiales con tamaños de grano inferiores a aproximadamente $15\ \mu\text{m}$, de morfología equiaxial y altamente desorientados, puede activarse el mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano (DFG). Este mecanismo se activa en un rango de velocidades de deformación y temperaturas en los que se producen fenómenos de superplasticidad en un rango de temperaturas y velocidades de deformación denominada ventana superplástica. El valor de n está en torno a 2 y las energías de activación se encuentran entre $Q = Q_L$ y Q_{FG} .

La aleación de Al 2024 es un material con gran fracción en volumen de precipitados por lo que los mecanismos de deformación esperables a alta temperatura son movimiento de dislocaciones a subestructura constante ($n = 8$) y movimiento de dislocaciones con formación de subestructura dependiente de la tensión ($n = 5$) dependiendo de la estabilidad de los precipitados. Sin embargo, la fina microestructura de los materiales procesados por FSP, Tabla 3.2, y su morfología equiaxial generada junto con altas desorientaciones (Figuras 3.11-3.12) podrían hacer posible que el mecanismo de $n = 2$ (DFG) opere en determinadas condiciones.

3.2.2.1. Mecanismos de deformación: Material de partida

En la figura 3.42 se muestran los datos de tensión compensados por el módulo de Young a cada temperatura (σ/E) [21] frente a velocidad de deformación compensada por el coeficiente de autodifusión en la red ($\dot{\epsilon}/D_R$) obtenidos de los ensayos de tracción uniaxial con cambios en la velocidad de deformación para el aluminio puro [22–24] y para las aleaciones de partida en estado de precipitación T3 y TT.

Para el aluminio puro se distinguen dos zonas para las curvas $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$; una región con valor de $\dot{\epsilon}/D_R < 10^{13}\text{m}^{-2}$ (ley potencial) en la que los datos encajan perfectamente con una línea de pendiente $n = 5$, y otra región de valores de $\dot{\epsilon}/D_R > 10^{13}\text{m}^{-2}$ en los que la pendiente aumenta progresivamente con el aumento de la tensión (PLB).

En la figura se observa que los valores de la tensión son superiores para el Al 2024 comparado con el Al puro, por lo que es más resistente a las temperaturas ensayadas, como corresponde a una aleación frente a su metal base puro. Los valores de $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$

para el estado T3 son superiores al del estado TT, siendo el doble de resistente a 300 °C. A esa temperatura los precipitados del estado T3 siguen influyendo, manteniendo una mayor resistencia que el estado TT por la menor distancia entre precipitados.

Hasta 300 °C las pendientes son elevadas y en torno a 8, lo que indica que está operando el mecanismo de deformación de subestructura constante [25,26]. Según la ecuación constitutiva de dicho mecanismo (Ecuación 1.6), un aumento en la distancia entre partículas (λ_p) produce una disminución en la tensión, un descenso en el valor de n_{ap} y un aumento del valor de Q_{ap} , Tabla 3.7 [27]. Esto es especialmente evidente a temperaturas superiores a 350 °C donde la disolución de los precipitados es mayor. A muy alta temperatura, el material tiene disueltos los precipitados y ablanda mucho con tendencia al comportamiento del aluminio puro. El importante descenso en la tensión para el estado T3 entre 300 y 350 °C (Figura 3.42) se debe a un fuerte incremento de λ_p durante el ensayo a 350 °C y, para una velocidad de deformación dada, se produce una fuerte disminución de la tensión, σ . A partir de 350 °C y hasta 450 °C el comportamiento es similar en ambos estados de precipitación.

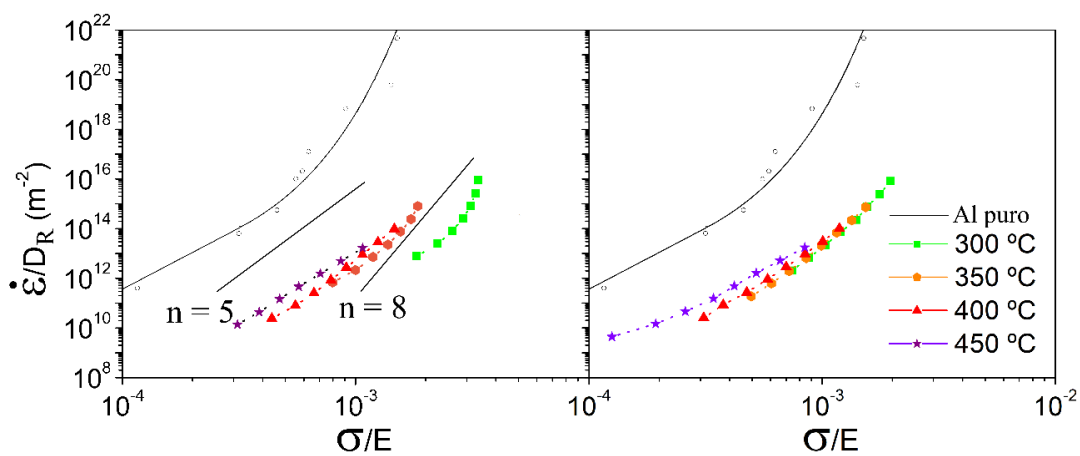


Figura 3.42. Pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ de los materiales de partida en estado T3 y TT, junto a los valores del aluminio puro [24].

3.2.2.2. Mecanismos de deformación: Material procesado por FSP

En las Figuras 3.43-3.44 se muestran los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para todos los materiales procesados por FSP, los materiales de partida (T3 y TT) y los del Al puro. Comparado con los materiales de partida, el comportamiento mecánico del Al 2024 procesado es muy diferente. El material procesado es mucho más blando que el de partida en un determinado intervalo de temperaturas y velocidades de deformación. Este ablandamiento, que

aumenta más de lo habitual de manera gradual con el aumento de la temperatura y la disminución de la velocidad de deformación, puede alcanzar valores de la tensión muy similares a los del Al puro. Excepcionalmente, el material procesado puede llegar a ser más blando incluso que el aluminio puro. Esto es apreciable a bajas velocidades de deformación en ALT3_10_5 a 400 °C y ALT3_10_5_CRIO a 350 °C (Figura 3.43) y en condiciones severas ALTT_7_14 a 400 °C y ALTT_7_10_CRIO a 300 y 350 °C (Figura 3.44).

A las temperaturas 300-350 °C, para un mismo soporte, las tensiones disminuyen con el descenso del IC. A esas mismas temperaturas, a igualdad de IC, hay menores tensiones en las procesadas en soporte criogenizado que en acero. Este fenómeno es coherente con la tendencia a la disminución del tamaño de grano con el descenso del IC discutido en la sección 3.2.2.2. De nuevo el tamaño de grano es un factor clave en el valor de la tensión durante el mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano, como predice la ecuación constitutiva 1.2-1.3.

Teniendo en cuenta las pendientes de las curvas $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ del material procesado por FSP en los intervalos de interés descritos, puede realizarse un ajuste a una recta con pendiente de valor bajo. Estas pendientes toman un valor de aproximadamente 2 (Tablas 3.12-3.13). Esto significa que el material puede comportarse superplásticamente en ese rango de pendientes bajas ya que está funcionando el mecanismo de DFG. Este mecanismo es el causante de la superplasticidad, que se caracteriza por la disminución marcada de la tensión de fluencia (ablandamientos descritos en párrafos anteriores) y del exponente de la tensión, así como de aumentos importantes en la ductilidad, y, en ocasiones, descenso del valor de la energía de activación en comparación con el valor que presenta el material fuera de las condiciones superplásticas (material de partida).

Para corroborar que el material procesado por FSP deforma principalmente mediante la operación del mecanismo de DFG, se analizará a continuación en diferentes apartados la ductilidad, la tensión de fluencia, el n_{ap} y el Q_{ap} . Mediante el estudio de estos cuatro parámetros se pueden acotar los límites de la ventana superplástica y las condiciones en las que el material vuelve a deformar por un mecanismo de movimiento de dislocaciones.

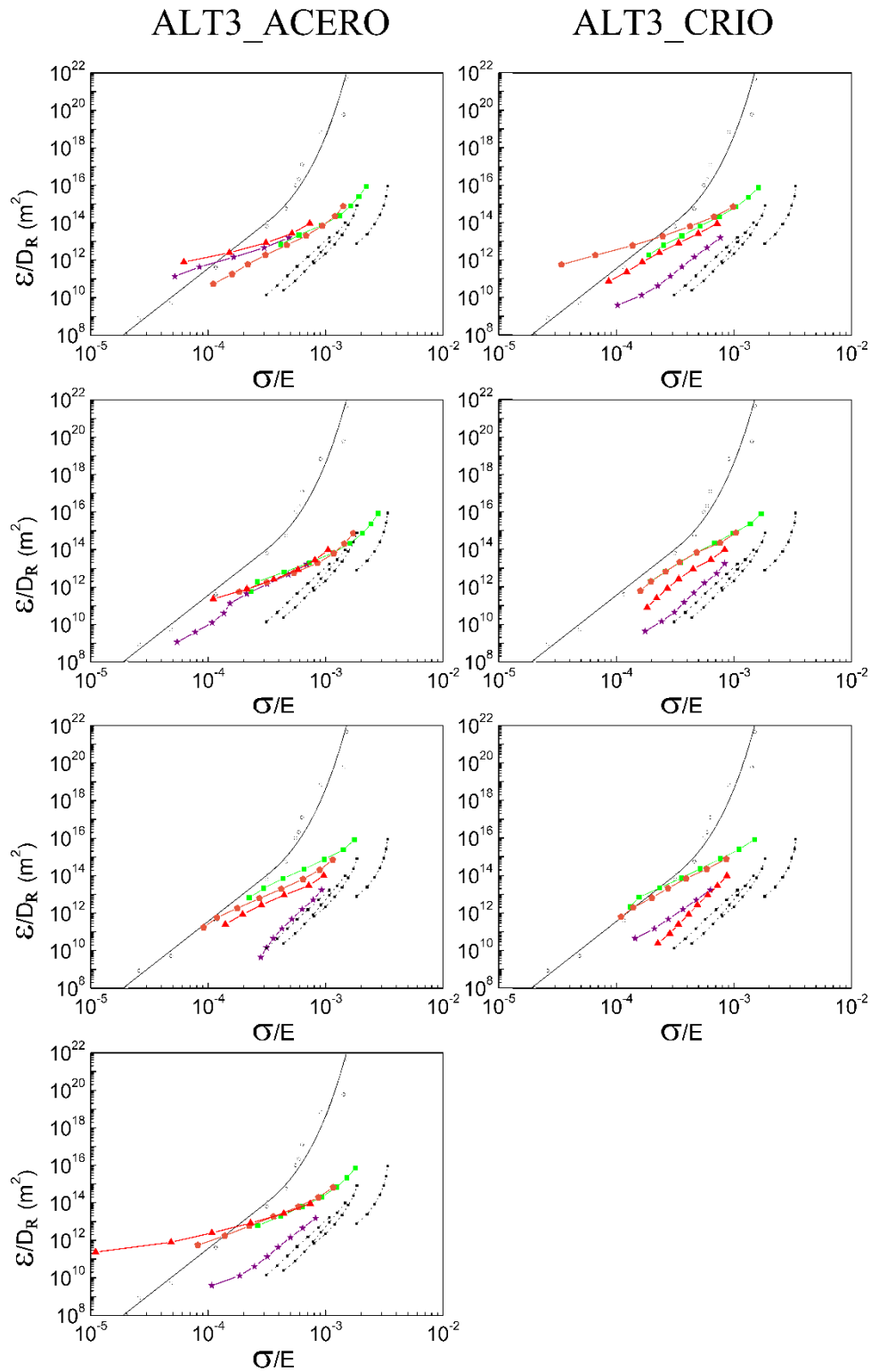


Figura 3.43. Pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ de los materiales de partida en estado T3 junto a los valores del aluminio puro [24] y los ensayos a 300-450 °C del Al 2024-T3 en soporte de acero y en soporte criogenizado.

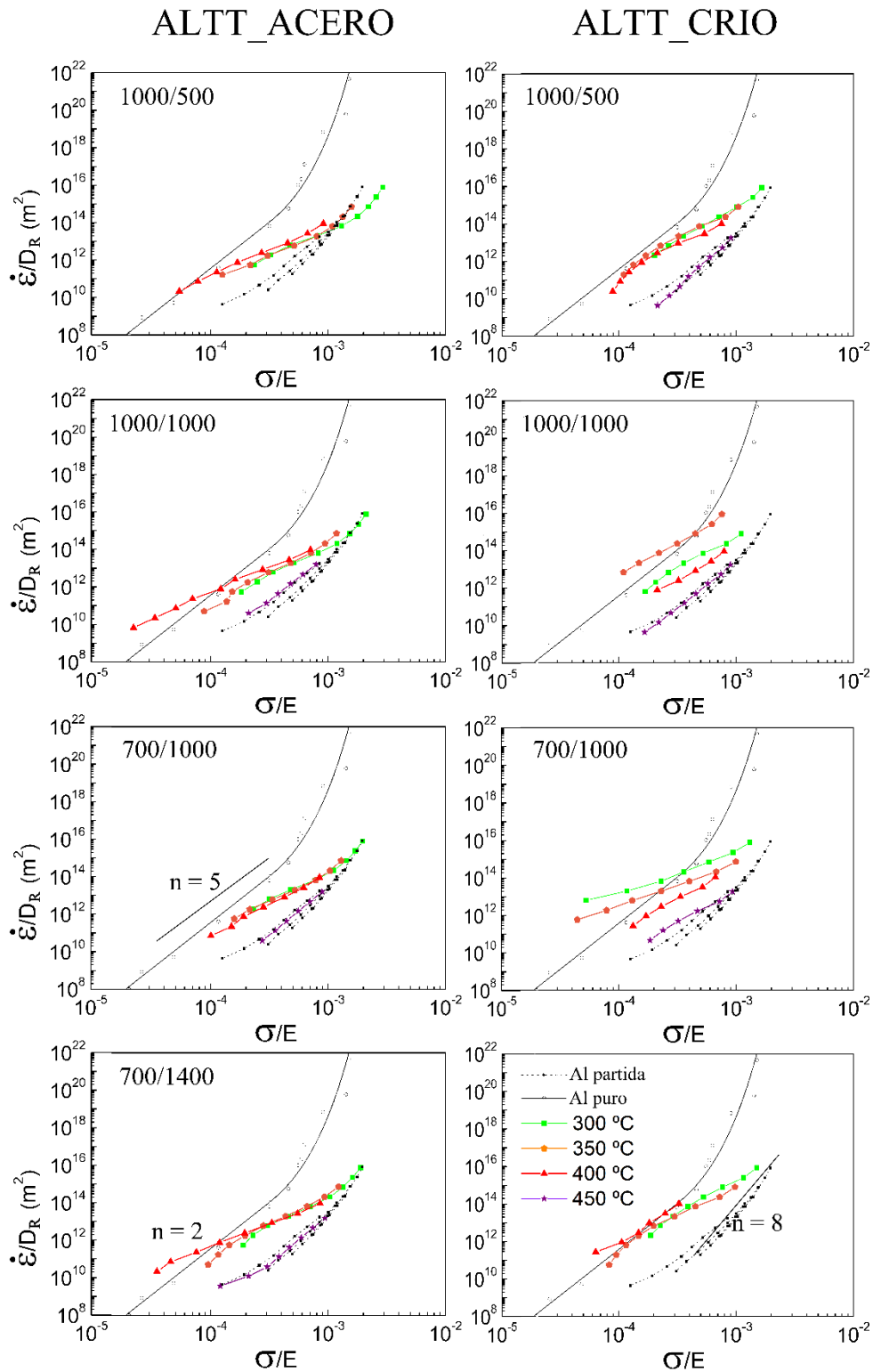


Figura 3.44. Pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ de los materiales de partida en estado TT junto a los valores del aluminio puro [24] y los ensayos a 300-450 °C del Al 2024-TT en soporte de acero y en soporte criogenizado.

3.2.2.2.1. Incremento en la ductilidad

En primer lugar, en la Figura 3.45 se muestra el análisis de los valores del alargamiento a fractura (e_F) de las probetas ensayadas a 10^{-2} s^{-1} de 200 a 450 °C de los materiales de partida y los procesados por FSP en estado T3 y TT para ambos soportes, de acero y criogenizado. Los valores han sido tomados de la Tabla 3.6 y Tablas 3.8-3.11 para el material de partida y los procesados, respectivamente. La diferencia más evidente es el contraste entre los alargamientos de los materiales de partida, tanto T3 como TT, con respecto a los materiales procesados a cualquiera de las temperaturas. Esto es especialmente evidente a 350-400 °C donde las ductilidades aumentan hasta 4 veces respecto al máximo alargamiento de los materiales de partida (de 100-120% a ~500%).

En principio, cuando opera el mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano la ductilidad es mayor cuanto menor es el tamaño de grano. Asimismo, los máximos de ductilidad se alcanzarán a menores temperaturas y mayores velocidades de deformación cuanto menor sea el tamaño de grano. Teniendo en cuenta los tamaños de grano medidos tras el procesado por FSP (Tabla 3.2), es esperable que las condiciones procesadas sobre el soporte refrigerado presenten mayores valores de ductilidad a menores temperaturas. Esto se cumplirá siempre que la microestructura sea estable a la temperatura de ensayo, puesto que un engrosamiento del tamaño de grano producirá una consecuente disminución en la ductilidad. En este sentido, se observa un aumento de la ductilidad a menores temperaturas en los materiales con menor tamaño de grano, especialmente los provenientes de las condiciones procesadas sobre el soporte refrigerado. Así, en condiciones muy severas como ALT3_7_14_CRIO, ALTT_7_10_CRIO se alcanzaron los máximos alargamientos a 300 °C, 284 y 279%, respectivamente. El máximo alargamiento a 350 °C se alcanzó en la condición ALT3_10_10_CRIO con un 465%. Sin embargo, a elevadas temperaturas, en torno a 400°C, se observa una pérdida de ductilidad en dichas condiciones debido principalmente a una pérdida de estabilidad microestructural. Las condiciones con mayor tamaño de grano, como aquellas procesadas sobre el soporte de acero, presentan una mayor estabilidad microestructural a 400 °C y por tanto siguen mostrando valores elevados de ductilidad. Esto se puede observar comparando las curvas roja y marrón (350 y 400 °C, respectivamente) de la Figura 3.31 para la condición ALT3_7_14 y ALT3_7_14_CRIO. Sin embargo, debido a su mayor tamaño de grano inicial, su incremento de ductilidad se observa a mayores temperaturas que aquellos materiales de tamaño de grano más fino. Así en las condiciones ALTT_7_10

y ALT3_7_10 hay alargamientos de un 417% a 400 °C (en ambas condiciones) y el máximo alargamiento en la condición más severa en acero, ALT3_7_14 con un 500% a 400 °C, una temperatura a la que los materiales CRIO han reducido su desempeño superplástico.

Por otro lado, el intervalo de temperaturas en la cual se observan estos excepcionales alargamientos o ventana superplástica es más ancha y desplazada a menores temperaturas cuanto menor es el tamaño de grano. De hecho, los mayores valores de alargamiento a tan solo 250 °C se obtienen en las dos condiciones más severas (7_10 y 7_14) tanto en T3 como en TT (Tabla 3.8-3.11).

Para el soporte de acero (iconos coloreados con línea discontinua en la Figura 3.45) se aprecia que, a menor IC, es decir mayor severidad, se producen mayores alargamientos, alcanzando el valor máximo generalmente a 400°C.

Respecto al soporte criogenizado, pese a poder esperarse un comportamiento similar, la dinámica es ligeramente distinta. Aquellas condiciones con menor IC poseen un tamaño de grano extremadamente fino que es muy inestable a alta temperatura y que, por tanto, posee mayor cinética de crecimiento de grano comparado con granos más gruesos y más estables. Así, los granos muy finos crecen mucho durante la etapa de calentamiento previa al ensayo y durante el desarrollo de éste. Esto produce que el efecto de la finura de grano inicial no se refleje en los alargamientos, especialmente a las más elevadas temperaturas de ensayo, $\geq 400^{\circ}\text{C}$. Sin embargo, estos materiales especialmente finos son superplásticos a menores temperaturas, desde 250°C.

Desde el punto de vista industrial, los excepcionales valores de ductilidad alcanzados a temperaturas tan bajas como 250 °C son de especial interés, puesto que para procesos de conformado se disminuye el consumo energético en calentamiento y por tanto suponen un ahorro económico.

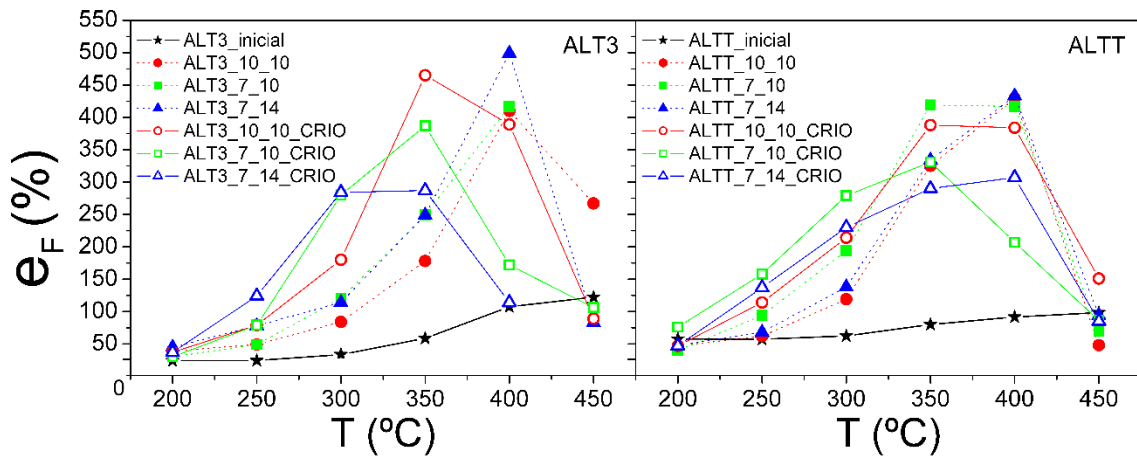


Figura 3.45. Valores del alargamiento a fractura a 10^{-2} s^{-1} de 200 a 450 °C de los materiales de partida y los procesados por FSP en estado T3 y TT para ambos soportes, de acero y criogenizado.

3.2.2.2.2. Descenso de la tensión máxima

El valor de la ductilidad en algunas ocasiones puede tener variaciones de una muestra a otra y verse alterado por imperfecciones en el material, porosidad, presencia de precipitados mas gruesos con elementos traza, etc. En contraposición, la tensión de fluencia es un parámetro muy reproducible. La presencia de una fuerte caída o descenso en la tensión de fluencia con el aumento de la temperatura de ensayo es uno de los observables de la activación del mecanismo de DFG.

En la Figura 3.46 se muestran los valores de tensión máxima de fluencia (σ_{\max}) en ensayos a 10^{-2} s^{-1} de 200 a 450 °C de los materiales de partida y todas las condiciones de procesado por FSP. Los valores han sido tomados de la Tabla 3.6 y Tablas 3.8-3.11 respectivamente para el material de partida y procesado.

En términos generales, la tensión disminuye con el aumento de la temperatura tanto en las muestras de partida como en las procesadas. Por encima de 250-300 °C, todas las tensiones del material procesado son inferiores a las del material de partida en TT, mientras que todas las tensiones del material procesado son inferiores respecto del material de partida T3.

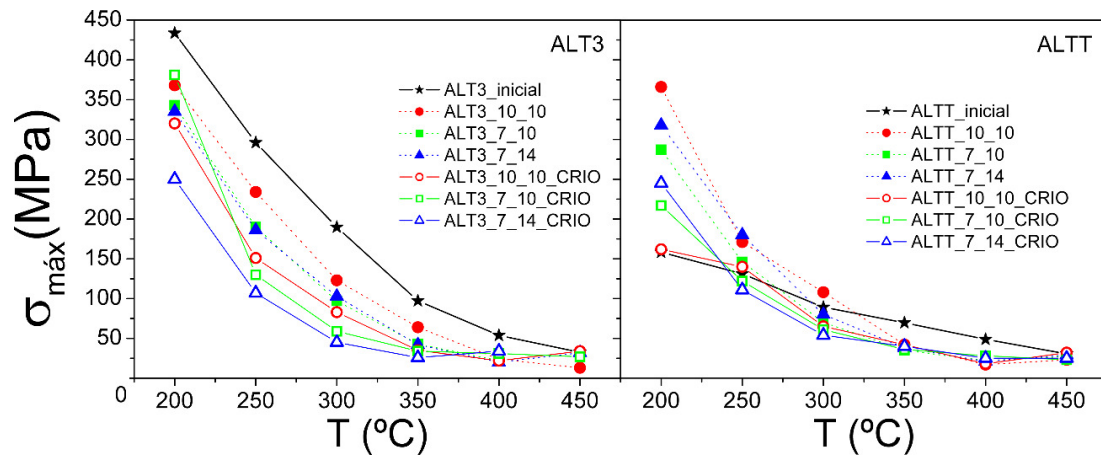


Figura 3.46. Valores tensión máxima de fluencia en ensayos a 10^{-2} s^{-1} de 200 a 450°C de los materiales de partida y los procesados por FSP en estado T3 y TT para ambos soportes, de acero y criogenizado.

A temperaturas bajas, desde ambiente hasta aproximadamente 250 °C la resistencia viene dada, entre otros parámetros, por la disposición de los precipitados (como ya se explicó en detalle en el apartado 3.2.2.1) y por el tamaño de grano. Según la relación de Hall-Petch, la disminución de tamaño de grano provoca un endurecimiento del material, de tal manera que $\sigma \approx 1/d^{1/2}$, siendo d el diámetro medio de los granos. Como ya se razonó en el apartado 3.2.2.1, en esta aleación hay una fuerte influencia del estado de precipitación en la dureza, siendo superior a la influencia de la disminución del tamaño de grano. Es por ello que en el estado endurecido T3 de partida las tensiones son superiores a baja temperatura, a pesar del fuerte afino de la microestructura del material procesado por FSP. Sin embargo, en el estado de precipitación de mínima dureza TT, los materiales procesados son más resistentes debido a la disminución del tamaño de grano.

A temperaturas intermedias y altas, el tamaño de grano fino favorece la activación del mecanismo de deformación de DFG. La activación de este mecanismo ablandador estará favorecida a menores temperaturas cuanto menor sea el tamaño de grano (Ecuación constitutiva 1.2-1.3). En este tránsito hacia la ventana superplástica, el descenso acusado de la tensión hace que los valores de los materiales procesados crucen por debajo incluso de los valores del TT de partida.

En general, las tensiones más altas se observan en los materiales procesados en soporte de acero (Figura 3.46). La condición con mayor IC muestra los mayores valores, tanto en

T3 como en TT (línea roja discontinua). Por el contrario, las menores tensiones se localizan en los materiales procesados en soporte criogenizado. La condición más severa (7_14), de menor IC, es la más blanda tanto en T3 como en TT. Este fenómeno es totalmente coherente con que un menor tamaño de grano facilita el mecanismo de DFG a menores temperaturas y menores tensiones (línea azul continua).

Así como en el estado T3 inicial se observa un descenso acusado de la tensión con el aumento de la temperatura, el descenso de la tensión es mucho más rápido en los materiales procesados. Esto es debido que en el caso del T3 de partida, la disolución progresiva de los finos precipitados endurecedores con el aumento de la temperatura causa el descenso de la tensión. En los materiales procesados por FSP, la razón es que a baja temperatura los materiales se comportan de manera resistente, siguiendo la relación de Hall-Petch y movimiento de dislocaciones. Sin embargo, a temperaturas de ensayo intermedias-altas se activa el mecanismo de DFG. Esto hace caer drásticamente la tensión con el aumento de las temperaturas de ensayo. Aunque en algunos casos, sobre todo a las más altas temperaturas, 400 y 450 °C, la tensión aumenta (por ejemplo, ALT3_10_10_CRIO), siendo la causa el cambio a otro mecanismo de deformación más resistente, el de movimiento de dislocaciones. Así, en ese punto queda marcado el final de la ventana superplástica en temperatura. Dicho cambio de mecanismo es consecuencia de un repentino crecimiento de grano a alta temperatura.

3.2.2.2.3. Disminución del exponente de la tensión

En la Figura 3.47 se muestran los valores del exponente de la tensión n_{ap} a una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} frente a la temperatura, de los materiales de partida y de los procesados por FSP en ambos estados térmicos y soportes. Los valores han sido tomados de las Tablas 3.7 y 3.12-3.13.

En los materiales de partida hay un descenso desde valores altos de $n_{ap}^{10^{-2}}$ hacia valores de 5-6 con el aumento de la temperatura. Estos materiales están deformando por movimiento de dislocaciones a subestructura constante ($n = 8$) y la disminución de n_{ap} ocurre por la progresiva disolución y crecimiento de precipitados, y por tanto, por el aumento de λ_p (apartado 3.2.3.1) [27].

En los materiales procesados los valores de $n_{ap}^{10^{-2}}$ son menores que los de partida, y alcanzan mínimos (cerca de 2) entre 300 y 400 °C. Ambos estados T3 y TT presentan

diferentes evoluciones entre soporte de acero y criogenizado. En ambos estados el mínimo $n_{ap}^{10^{-2}}$ se localiza a 400 °C para las condiciones en acero (líneas punteadas) con valores de 1,68 y 2,31 en las condiciones más severas de T3 y TT, respectivamente (Tabla 3.12-3.13). Sin embargo, en el soporte criogenizado (líneas continuas) el mínimo $n_{ap}^{10^{-2}}$ se encuentra a 350 °C con valores de 3,12 y 2,68 en las condiciones más severas de T3 y TT, respectivamente.

En general, en los materiales procesados en esta investigación existe una disminución del n_{ap} con el aumento de la temperatura. La estabilidad microestructural de cada material procesado está influenciando la tendencia de los valores n_{ap} . La estabilidad microestructural es menor cuanto menor es el tamaño de grano. Sin embargo, existen algunos casos particulares que cabe explicar (Figura 3.47). Por ejemplo, en la condición ALT3_7_10_CRIO, a 400 °C tiene un aumento muy brusco del $n_{ap}^{10^{-2}}$ que se debe a un fuerte crecimiento de grano y la activación del mecanismo por movimiento de dislocaciones a subestructura constante. Por tanto, a esa temperatura y velocidad de deformación ya no opera el mecanismo de DFG. Esto es coherente con lo observado en la topografía de la muestra después del ensayo en la Figura 3.21, que tiene una microestructura gruesa. Además, es también coherente con la caída en la ductilidad de 387% a 350 °C a 172% a 400 °C (Tabla 3.9). A 450 °C el material también engrosa rápidamente y deforma mediante movimiento de dislocaciones a subestructura constante. El valor de $n_{ap}^{10^{-2}}$ para 450 °C observado es inferior al teórico del mecanismo que opera (de valor 8) y es simplemente debido a la disolución de los precipitados a tal temperatura. Esto se ha observado de igual manera en los materiales de partida, en los cuales opera dicho mecanismo, con el aumento de la temperatura de ensayo. Por otro lado, las condiciones ALT3_10_10_CRIO y ALTT_10_10_CRIO, presentan un intervalo de transición entre el mecanismo de DFG y el de movimiento de dislocaciones ($n = 8$) amplio. Ambas condiciones poseen el mismo comportamiento entre 350 y 400°C que consiste en un aumento de $n_{ap}^{10^{-2}}$ a 400°C, habiendo alcanzado el mínimo valor a 350 °C. El aumento se corresponde con un crecimiento de grano paulatino. A 450 °C el valor de $n_{ap}^{10^{-2}}$ continúa aumentando, habiendo crecidp el grano tanto como para que el mecanismo que opera sea el movimiento de dislocaciones y no DFG.

La estabilidad de la deformación plástica de un metal es mayor cuanto menor sea el valor de n , lo cual se traduce en mayores alargamientos. Se puede entonces concluir que los alargamientos mostrados en la Figura 3.45 son consistentes con los mínimos valores del $n_{ap}^{10^{-2}}$ y con el aumento de la temperatura. Teniendo en cuenta un mismo IC, los valores de $n_{ap}^{10^{-2}}$ se aproximan a 2 a menores temperaturas cuando el soporte es criogenizado en comparación con el soporte de acero. Este hecho es coherente con la fuerte influencia del soporte utilizado en la disminución del tamaño de grano (Figura 3.36). Por otro lado, a 450 °C, temperatura a la que los alargamientos vuelven a estar por debajo del 200%, hay un aumento hacia valores altos de $n_{ap}^{10^{-2}}$, alejándose de $n = 2$. Consecuentemente, las tensiones de fluencia máximas a $10^{-2} s^{-1}$ se aproximan a las de los materiales de partida para dichas temperaturas (Figura 3.46).

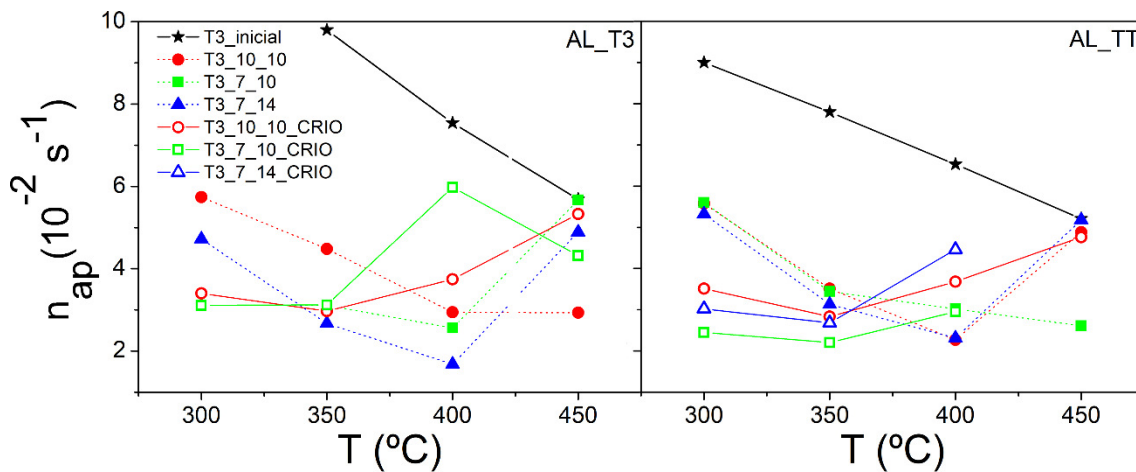


Figura 3.47. Valores del exponente de la tensión a $10^{-2} s^{-1}$ de 300 a 450 °C de los materiales de partida y los procesados por FSP en estado T3 y TT para ambos soportes, de acero y criogenizado.

3.2.2.2.4. Disminución de la energía de activación

Las energías de activación (Q) están relacionadas con las difusividades de los átomos que intervienen durante la deformación plástica. En aleaciones de aluminio existen dos difusividades que controlan a intermedias y altas temperaturas. Por una parte, las deformaciones plásticas a las temperaturas más altas están controladas por la autodifusión del aluminio en la red (D_R) que tiene un valor de $Q_R = 142$ kJ/mol [22]. A temperaturas intermedias y especialmente si se trata de materiales con grano fino (gran volumen de fronteras de grano), el control de las deformaciones plásticas se puede producir mediante la autodifusión del aluminio a lo largo de fronteras de grano (D_{FG}). El valor de la energía

de activación es entonces $Q_{FG} = 84 \text{ kJ/mol}$ [28]. Cuanto más fino sea el grano, el rango de temperaturas en las que controlará la difusión en fronteras de grano será mayor.

En las Figuras 3.48-3.49 se muestran los valores de Q_{ap} a 10^{-2} y 10^{-4} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-2}}$ y $Q_{ap}^{10^{-4}}$) para los materiales de partida y los procesados por FSP (Tablas 3.7 y 3.12-3.13, respectivamente) en ambos estados térmicos y soportes. En los materiales de partida, se observan diferencias entre el estado T3 y el TT. Por un lado, en el estado T3, a las dos velocidades de deformación se observan valores de Q_{ap} muy elevados a $300 \text{ }^\circ\text{C}$, con un descenso con el aumento de la temperatura tendiendo hacia el valor de Q_L . Por otro lado, en el estado TT, el valor de Q_{ap} se mantiene cercano al de Q_L en todas las temperaturas. Como se ha explicado anteriormente, la energía de activación es un parámetro que está influenciado por cambios microestructurales. En el tratamiento térmico TT, los precipitados son de gran tamaño y térmicamente estables. Esto significa que, con el aumento de la temperatura de ensayo, no tienden a engrosar, manteniendo la distancia entre ellos constante. Por tanto, no hay variaciones microestructurales significativas aparte de las disoluciones parciales de precipitados que ocurran a altas temperaturas. Sin embargo, para el estado T3, existe un aumento en Q_{ap} , determinado por el engrosamiento de precipitados con el aumento de la temperatura. Este crecimiento produce un aumento de λ_p (mecanismo de deformación de $n = 8$) que causa un fuerte aumento de Q_{ap} muy por encima de Q_R [27,29].

En general, los valores del Q_{ap} para los materiales procesados por FSP son inferiores a los de partida. Esto ocurre para todas las condiciones del estado T3. Para el estado TT, a las menores temperaturas los valores de Q_{ap} de los procesados están ligeramente por encima del Q_{ap} del material de partida y cercanos a Q_R . Sin embargo, al aumentar la temperatura, entre 350 y $400 \text{ }^\circ\text{C}$ los valores descienden hacia un rango que se encuentra entre Q_R y Q_{FG} . Tal y como se analizó en apartados anteriores, respecto a los alargamientos a fractura, las tensiones a fluencia y los valores de n_{ap} , a 350 - $400 \text{ }^\circ\text{C}$ el material es superplástico. La disminución de Q_{ap} tanto a 10^{-2} como a 10^{-4} s^{-1} se hace muy acusada entre 400 y $450 \text{ }^\circ\text{C}$. En muchos casos, la disminución es tanta que se alcanzan valores negativos. Estos valores carecen de sentido físico. Ahora bien, como el valor de Q_{ap} se calcula teniendo en cuenta la diferencia de la tensión entre dos temperaturas distintas para una misma velocidad de deformación, los valores de Q_{ap} negativos indican que las curvas de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ a altas temperaturas cruzan a las de temperaturas inferiores,

tal y como se explicó en el apartado 3.2.3.2. Este fenómeno evidencia el cambio de mecanismo de deformación debido al cambio microestructural que se produce a las temperaturas más elevadas.

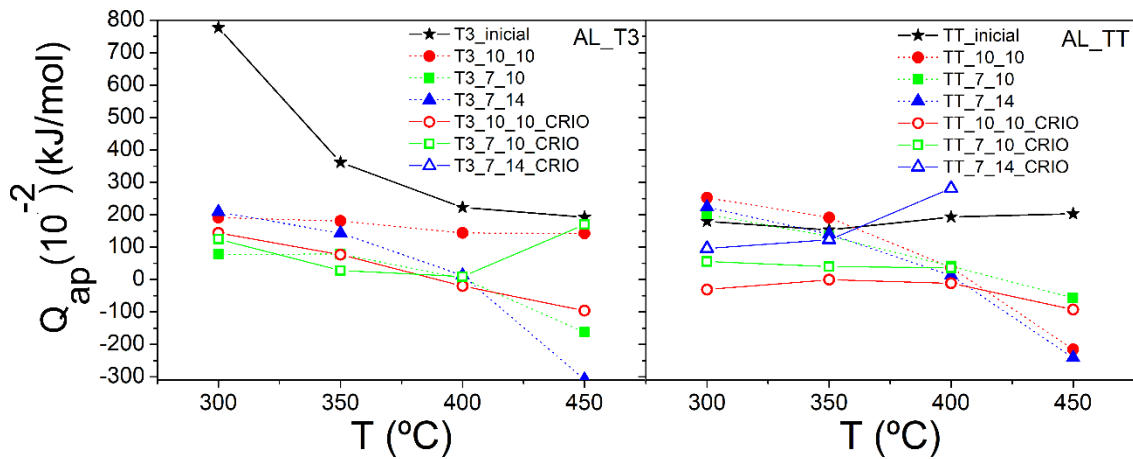


Figura 3.48. Valores la energía de activación a 10^{-2} s^{-1} de 300 a 450 °C de los materiales de partida y los procesados por FSP en estado T3 y TT para ambos soportes, de acero y criogenizado.

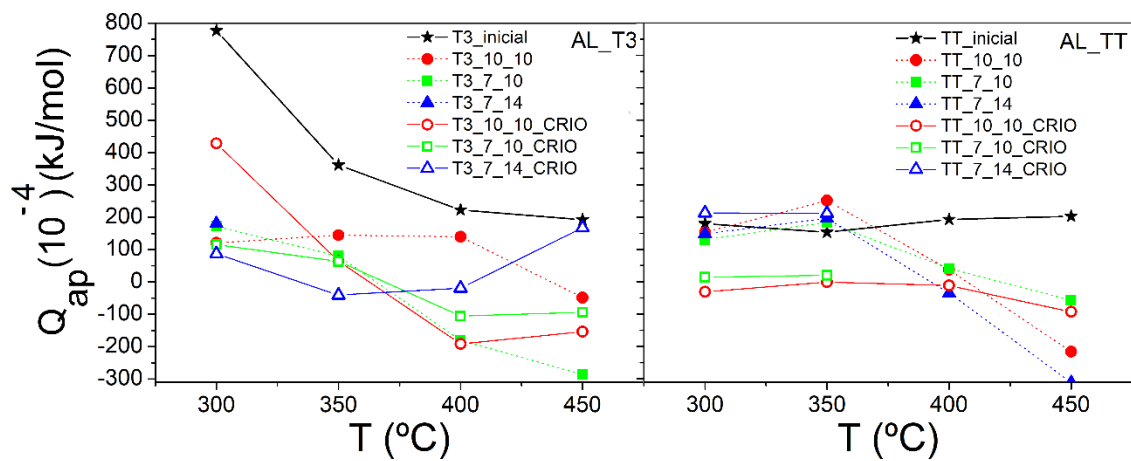


Figura 3.49. Valores la energía de activación a 10^{-4} s^{-1} de 300 a 450 °C de los materiales de partida y los procesados por FSP en estado T3 y TT para ambos soportes, de acero y criogenizado.

El mecanismo de deformación por deslizamiento de fronteras de grano opera, en los materiales procesados, a altas velocidades de deformación y en general en el rango de temperaturas entre 250 y 400 °C. El tamaño de grano juega un papel fundamental en la activación y comportamiento de este mecanismo. Los datos analizados en las curvas

$\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$, los elevados alargamientos a fractura, las bajas tensiones a fluencia, y los valores de los parámetros n_{ap} y Q_{ap} son coherentes con la operación de dicho mecanismo.

Además, una evidencia experimental adicional que corrobora la activación de DFG es la superficie de las probetas tras el ensayo observadas en MEB (Figuras 3.19-3.26), donde se observan granos finos y equiaxiales que no reflejan las enormes deformaciones macroscópicas que sufrirían fuera de la ventana superplástica.

3.2.2.2.5. Predicción del comportamiento mecánico

Teniendo en cuenta los datos de las deformaciones a diferentes temperaturas y velocidades de deformación, es posible predecir el comportamiento mecánico del Al 2024 procesado por FSP en condiciones superplásticas. Esto se realiza mediante la incorporación de una ecuación constitutiva adecuada para el rango en el que opere el mecanismo de DFG. La determinación de dicha ecuación constitutiva es una herramienta útil predictiva para la industria, que ahorra muchos de los ensayos mecánicos y material [30]. Para definir la ecuación, se han tomado los datos más representativos de la ventana superplástica. Se ha seleccionado la condición ALT3_7_14 a 400 °C y una $\dot{\epsilon}$ de 10^{-2} s^{-1} con el mínimo valor de n_{ap} . El valor de p , exponente del tamaño de grano, usado fue 2, debido a que se obtiene un Q_{ap} cercano a Q_R en casi todo el conjunto de los datos. Así, con los siguientes datos, $\dot{\epsilon}/D_R = 1,06 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$, $L = 3 \cdot 10^{-6} \text{ m}$ y $\sigma/E = 3,99 \cdot 10^{-4}$ se deduce la siguiente ecuación constitutiva para el Al 2024 procesado severamente por FSP:

$$\dot{\epsilon} = 6 \cdot 10^8 \left(\frac{D_R}{L^2} \right) \left(\frac{\sigma}{E} \right)^2 \quad (3.1)$$

En la Figura 3.50 se muestran los datos de $\dot{\epsilon} \cdot L^2/D_R$ frente a $(\sigma/E)^2$ predichos mediante las ecuaciones constitutivas para situar en contexto este material con respecto a otras aleaciones. La línea negra corresponde a la ecuación para DFG cuando controla la difusión a través de la red, según los cálculos realizados por Ruano y Sherby [30]. Por otra parte, la línea roja corresponde al ajuste obtenido mediante la ecuación 3.1 para los materiales procesados por FSP en el presente estudio. Se observa que los materiales de esta tesis son más resistentes que otras aleaciones de aluminio, puesto que se tratan de aleaciones de aluminio reforzadas con precipitados y es de esperar que la constante preexponencial A sea menor.

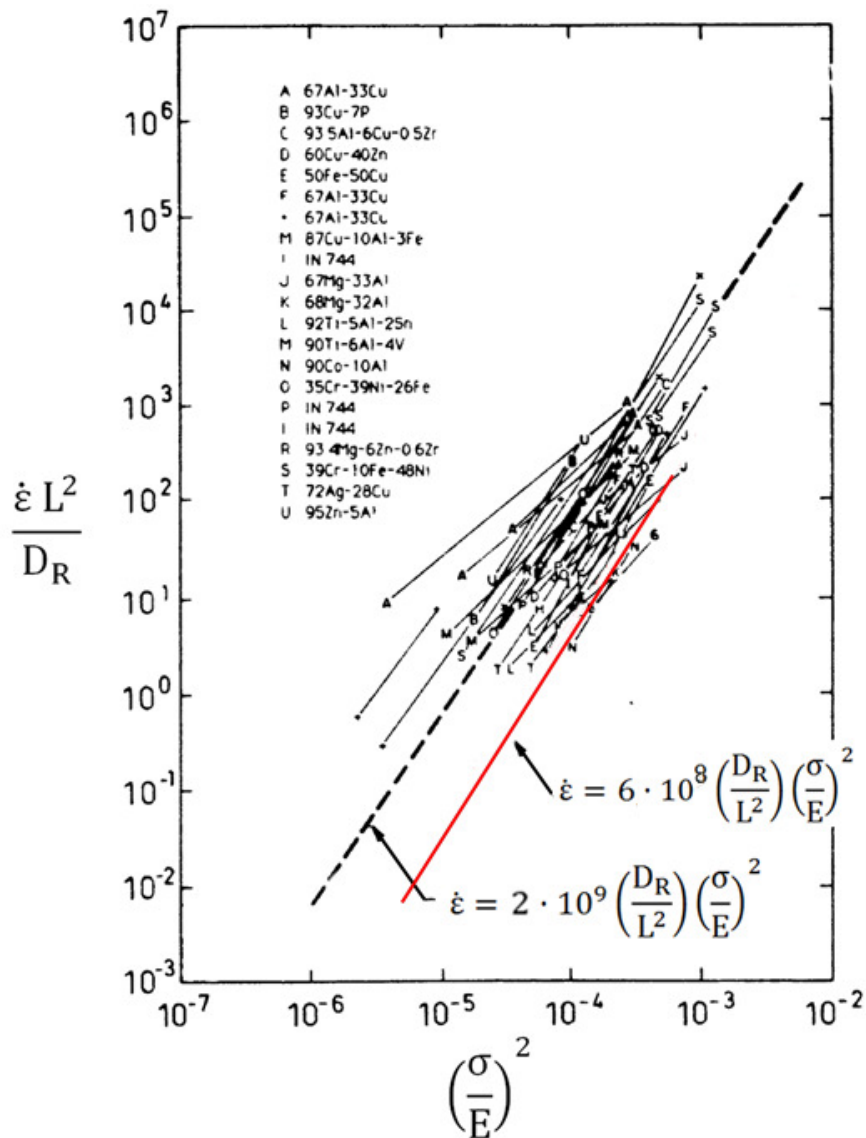


Figura 3.50. Velocidad de deformación compensada por el tamaño de grano y la difusión en la red con respecto al módulo elástico. Se representan distintos materiales que deforman por DFG controlado por D_R . Línea negra discontinua: cálculos de Ruano y Sherby [30], línea roja: cálculo con la ecuación para el Al 2024 procesado por FSP ($A = 6 \cdot 10^8$, ecuación 3.1).

Por último, conviene aclarar por qué los parámetros n_{ap} y Q_{ap} en muchos de los casos no coinciden con un valor exacto de $n = 2$ y $Q = Q_R$ o Q_{FG} dentro de las condiciones superplásticas. Por una parte, durante los ensayos mecánicos con variación en la velocidad de deformación, puede haber variaciones en la microestructura debido al tiempo al que el material está en el horno (engrosamiento microestructural de una velocidad de deformación a otra). Esto puede aumentar el valor de n_{ap} . La diferencia entre

los granos antes y después del ensayo puede apreciarse en las Figuras 3.5-3.6 (MET) y Figuras 3.19-3.26 (MEB), respectivamente. El ligero aumento del tamaño de grano puede también aportar estabilidad al material durante el ensayo y permitir mayores alargamientos a fractura en algunos casos.

Por otra parte, cuanto más fino es el grano, hay más proporción de fronteras de grano, aunque su desorientación suele ser menor. Un mayor valor de desorientación entre granos facilita el deslizamiento de fronteras de grano, aunque en otros estudios se ha descrito superplasticidad en el Al 2024 a incluso menores desorientaciones que las presentadas en esta tesis [31–34].

En resumen, se han obtenido récords de afino de grano en la aleación Al 2024 procesada severamente por FSP con ≥ 100 nm mientras que en otros trabajos se han obtenido valores de entre 700-1500 μm [35,36]. Esto es debido a que se ha seguido una estrategia de reducción de índice calorífico IC, y aumento de la velocidad de enfriamiento (mediante el soporte criogénico), procesando la aleación en las condiciones más severas que se conocen en la literatura, con las velocidades de procesado más altas, lo cual es muy interesante para la industria. En este trabajo se ha conseguido procesar a 1400 mm/min mientras que las velocidades de avance utilizadas para este mismo material en otros trabajos son de entre 10-150 mm/min [36–40]. Asimismo las desorientaciones medias entre granos obtenidas han sido muy elevadas ($>35^\circ$), obteniendo superplasticidad de alta velocidad de deformación (10^{-2} s^{-1}) y baja temperatura (200-350°C), de gran interés para la industria.

3.3. CONCLUSIONES DE LA ALEACIÓN Al 2024

La aleación Al 2024 fue procesada severamente mediante la técnica de fricción-agitación (FSP), en dos estados de precipitación, uno de máxima dureza (T3) y otro de mínima dureza (TT). En el procesado por FSP, las condiciones de velocidad de rotación y avance de la herramienta se seleccionaron con el objetivo de disminuir al máximo el índice calorífico (IC), aumentando la severidad del procesado hasta el límite de aparición de defectos. Además, se utilizaron dos soportes con distintas velocidades de extracción de calor, el primero de acero, convencional, con una extracción de calor lenta y el segundo de cobre a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ (criogenizado) con una mayor velocidad de enfriamiento.

La posterior caracterización microestructural y mecánica de los materiales tanto de partida como procesados ha dado lugar a las siguientes conclusiones:

1. La aleación Al 2024 en estado de precipitación T3 presenta precipitados endurecedores tipo bastón, con tamaños que oscilan entre 50-500 nm en el eje largo y 10-50 nm en el corto. Estos precipitados se encuentran distribuidos de manera homogénea y a muy corta distancia entre sí ($\sim 100\text{ nm}$), proporcionando valores de dureza de 1,34 GPa. Por su parte, el estado TT fue obtenido partiendo del estado T3 y tratado térmicamente hasta alcanzar la mínima dureza debido al engrosamiento de los precipitados, presentando valores de la dureza de 0,65 GPa. En cuanto al tamaño de grano, ambos estados de precipitación presentan granos alargados de tamaño entre 50 y 150 μm en su eje largo y entre 20 y 40 μm en su eje corto.
2. El estado de precipitación inicial de la aleación influye en los procesos de disolución parcial y re-precipitación que ocurren durante el procesado por FSP. La combinación del estado T3 de partida (disposición fina y cercana entre precipitados) junto con la disminución del tamaño de grano tras el procesado, ha permitido alcanzar valores de dureza máximos. Los valores son un 35% superiores a los de partida T3, pasando de 1,34 GPa, hasta valores superiores a 1,80 GPa. Para el estado TT, también se aumentó la dureza de partida por afinado del tamaño de grano, pasando de 0,65 GPa a valores por encima de 1,4 GPa.
3. Gracias a la elevada severidad del procesado por FSP realizado, las microestructuras obtenidas son ultrafinas, en el rango 100-1400 nm, con una alta desorientación cristalográfica media, por encima de 35° . Los menores tamaños

de grano se registraron en la condición ALTT_7_14_CRIO y en la ALTT_7_10_CRIO con un valor entre 100-270 nm, coincidiendo con la mayor severidad de procesado. Las desorientaciones medias presentaron valores entre 35,5° y 39,2°, medidas por EBSD. Estas desorientaciones medias son elevadas y cercanas a 41°, que es el valor teórico para un material cúbico con una distribución totalmente al azar.

4. Con la disminución del IC en un mismo soporte (disminución de la velocidad de rotación y aumento de la velocidad de avance de la herramienta), se obtuvieron menores valores de tamaño de grano. Así mismo, el uso del soporte criogenizado permitió la obtención de los tamaños de grano más finos. Se observó que la influencia más importante sobre el tamaño de grano final fue el uso del soporte criogenizado sobre la disminución del IC de procesado, aunque la combinación de ambos fue la óptima.
5. La fracción de HABs se reduce con la reducción del índice calorífico (IC) o aumento de la severidad. De esta forma, las condiciones más severas mostraron los tamaños de grano más finos, pero con menores proporciones de HABs.
6. Las figuras de polos presentan textura cristalográfica muy baja, sólo conteniendo alguna componente de cizalla.
7. Las propiedades mecánicas de los materiales de partida en los dos estados de precipitación T3 y TT, muestran que estos deforman por un mecanismo de movimiento de dislocaciones a subestructura constante a temperaturas intermedias. Este mecanismo no produce un subgrano dependiente de la tensión (como en $n = 5$), y opera con un exponente de la tensión $n = 8$, siendo su tensión de fluencia dependiente de la distancia entre precipitados (λ_p).
8. La desviación del valor de $n_{ap} \approx 8$ en los materiales de partida se debe, a bajas temperaturas, a la transición del régimen de temperatura ambiente (PLB) al régimen de temperaturas intermedias donde opera la ley potencial. A temperaturas más altas, las desviaciones de n_{ap} son debidas a cambios microestructurales asociados a la inestabilidad térmica de los precipitados, debido a un aumento de λ_p con la temperatura, hasta bajar a valores de $n_{ap} \approx 5$ asociado al habitual movimiento de dislocaciones.
9. En los materiales procesados por FSP se observaron grandes alargamientos a fractura (e_F) y bajos valores de tensión de fluencia durante los ensayos mecánicos

realizados a temperaturas intermedias y altas y a alta velocidad de deformación. Así, se han obtenido valores de $e_F = 284\%$ a 300 °C y hasta un 465% a 350 °C en los ensayos a alta velocidad de deformación (10^{-2} s^{-1}). En estas condiciones el valor de n_{ap} tiende a 2 y el comportamiento mecánico se corresponde con un mecanismo de deformación de deslizamiento de fronteras de grano (DFG). Este mecanismo es el causante de la superplasticidad en los materiales procesados. La activación de este mecanismo se posibilita gracias al importante afino microestructural y las altas desorientaciones.

10. Cuanto menor es el tamaño de grano del material procesado, la operación del mecanismo DFG se activa a temperaturas menores y velocidades de deformación mayores. Este comportamiento es coherente con la ecuación constitutiva de dicho mecanismo.
11. Se recomienda, por tanto, el uso de soporte con alta velocidad de extracción de calor y un bajo índice calorífico para obtener comportamiento superplástico a temperaturas bajas y elevadas velocidades de deformación (valores de e_F por encima del 200% desde casi 250 °C a 10^{-2} s^{-1} junto a bajas tensiones). Esto implica que las temperaturas de conformado se reducirían en la industria entre 150 y 200 °C con el consecuente ahorro económico y energético. Además, el comportamiento superplástico va acompañado de una drástica disminución de la tensión necesaria para deformar el material lo cual también supone una ventaja en el conformado industrial.
12. El material en el estado térmico TT produjo, a las temperaturas de conformado, resultados similares a los del estado T3 en cuanto a las mejoras de las propiedades mecánicas. El tratamiento térmico TT proporciona una microestructura similar a la del material tras la colada. Esto significa que la aplicación del procesado por FSP puede ser aplicada a un material recién colado, con el consecuente ahorro económico y energético para la industria al no ser necesario ningún tipo de tratamiento térmico adicional.

3.4. BIBLIOGRAFÍA AI 2024

- [1] H.H. Shih, N.N. Ho, J.C. Huang, Precipitation Behaviors in Al-Cu-Mg and 2024 Aluminum Alloys, *Metall. Mater. Trans. A*. 27A (1996) 2479–2494.
- [2] S.C. Wang, F. Lefebvre, J.L. Yan, I. Sinclair, M.J. Starink, VPPA welds of Al-2024 alloys: Analysis and modelling of local microstructure and strength, *Mater. Sci. Eng. A*. 431 (2006) 123–136.
- [3] J.K.K. Mackenzie, Second Paper On Statistics Associated With The Random Disorientation Of Cubes, *Biometrika*. 45 (1958) 229–240. <http://dx.doi.org/10.1093/biomet/45.1-2.229>.
- [4] JIS H 7007 Glossary of Terms Used in Metallic Superplastic Materials, Japanese Standards Association, Tokyo, 1995.
- [5] S. Muthu Kumaran, Identification of high temperature precipitation reactions in 2024 Al–Cu–Mg alloy through ultrasonic parameters, *J. Alloys Compd.* 539 (2012) 179–183.
- [6] T.S. Parel, S.C. Wang, M.J. Starink, Hardening of an Al–Cu–Mg alloy containing Types I and II S phase precipitates, *Mater. Des.* 31 (2010) S2–S5.
- [7] I.N. Khan, M.J. Starink, J.L. Yan, A model for precipitation kinetics and strengthening in Al–Cu–Mg alloys, *Mater. Sci. Eng. A*. 472 (2008) 66–74.
- [8] G.E. Dieter, D.J. Bacon, *Mechanical metallurgy*, McGraw-hill, New York, 1986.
- [9] E.F. Rauch, M. Veron, Coupled microstructural observations and local texture measurements with an automated crystallographic orientation mapping tool attached to a tem, *Materwiss. Werksttech.* 36 (2005) 552–556.
- [10] H.J. McQueen, E. Evangelista, M.E. Kassner, The classification and determination of restoration mechanisms in the hot working of Al alloys, *Zeitschrift Für Met.* 82 (1991) 336–345.
- [11] A. Orozco-Caballero, O.A. Ruano, E.F. Rauch, F. Carreño, Severe friction stir processing of an Al-Zn-Mg-Cu alloy: Misorientation and its influence on superplasticity, *Mater. Des.* 137 (2018) 128–139.
- [12] J.Q. Su, T.W. Nelson, C.J. Sterling, Microstructure evolution during FSW/FSP of high strength aluminum alloys, *Mater. Sci. Eng. A*. 405 (2005) 277–286.
- [13] T.R. McNelley, S. Swaminathan, J.Q. Su, Recrystallization mechanisms during friction stir welding/processing of aluminum alloys, *Scr. Mater.* 58 (2008) 349–354.
- [14] F.J. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Elsevier, Oxford, 1995.
- [15] C.G. Rhodes, M.W. Mahoney, W.H. Bingel, M. Calabrese, Fine-grain evolution in friction-stir processed 7050 aluminum, *Scr. Mater.* 48 (2003) 1451–1455.
- [16] A. Orozco-Caballero, P. Hidalgo-Manrique, C.M. Cepeda-Jiménez, P. Rey, D. Verdera, O.A. Ruano, F. Carreño, Strategy for severe friction stir processing to obtain acute grain refinement of an Al-Zn-Mg-Cu alloy in three initial precipitation states, *Mater. Charact.* 112 (2016) 197–205.

-
- [17] S. Ji, J. Xing, Y. Yue, Y. Ma, L. Zhang, S. Gao, Design of friction stir welding tool for avoiding root flaws, *Materials (Basel)*. 6 (2013) 5870–5877.
- [18] S. Palanivel, A. Arora, K.J. Doherty, R.S. Mishra, A framework for shear driven dissolution of thermally stable particles during friction stir welding and processing, *Mater. Sci. Eng. A*. 678 (2016) 308–314.
- [19] O.D. Sherby, P.M. Burke, Mechanical behavior of crystalline solids at elevated temperature, *Prog. Mater. Sci.* 13 (1968) 323–390.
- [20] O.D. Sherby, R.H. Klundt, A.K. Miller, Flow stress, subgrain size, and subgrain stability at elevated temperature, *Metall. Trans. A*. 8 (1977) 843–850.
- [21] W. Köster, *Z. Metallkd*, 39 (1948) 1–9.
- [22] T.S. Lundy, J.F. Murdock, Diffusion of Al₂₆ and Mn₅₄ in Aluminum, *J. Appl. Phys.* 33 (1962) 1671–1673. doi:10.1063/1.1728808.
- [23] H. Frost, M. Ashby, *Deformation mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics*, Pergamon Press. Oxford. (1982).
- [24] D. Caillard, J.L. Martin, New trends in creep microstructural models for pure metals, *Rev. Phys. Appliquée*. 22 (1987) 169–183.
- [25] C.M.M. Cepeda-Jiménez, O.A.A. Ruano, M. Carsí, F. Carreño, Study of hot deformation of an Al-Cu-Mg alloy using processing maps and microstructural characterization, *Mater. Sci. Eng. A*. 552 (2012) 530–539.
- [26] F. Carreño, C.M. Cepeda-Jiménez, F. Peñalba, M. Carsí, O. a. Ruano, Simulation of Hot Rolling Processing of an Al-Cu-Mg Alloy by Torsion Tests, *Mater. Sci. Forum*. 706–709 (2012) 277–282.
- [27] A. Orozco-Caballero, S.K. Menon, C.M. Cepeda-Jiménez, P. Hidalgo-Manrique, T.R. McNelley, O.A. Ruano, F. Carreño, Influence of microstructural stability on the creep mechanism of Al-7wt% Si alloy processed by equal channel angular pressing, *Mater. Sci. Eng. A*. 612 (2014) 162–171.
- [28] H.J. Frost, M.F. Ashby, *Deformation-mechanism Maps: the Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*, Pergamon Press, 1982.
- [29] A. Orozco-Caballero, C.M. Cepeda-Jiménez, P. Hidalgo-Manrique, P. Rey, D. Gesto, D. Verdera, O.A. Ruano, F. Carreño, Lowering the temperature for high strain rate superplasticity in an Al-Mg-Zn-Cu alloy via cooled friction stir processing, *Mater. Chem. Phys.* 142 (2013) 182–185.
- [30] O.A. Ruano, O.D. Sherby, On constitutive equations for various diffusion-controlled creep mechanisms, *Rev. Phys. Appliquée*. 23 (1988) 625–637.
- [31] A.H. Chokshi, A.K. Mukherjee, T.G. Langdon, Superplasticity in advanced materials, *Mater. Sci. Eng. R Reports*. 10 (1993) 237–274.
- [32] A.J. Barnes, Superplastic forming 40 years and still growing, *J. Mater. Eng. Perform.* 22 (2013) 2935–2949.
- [33] A. Alhamidi, Z. Horita, Grain refinement and high strain rate superplasticity in aluminium 2024 alloy processed by high-pressure torsion, *Mater. Sci. Eng. A*. 622 (2015) 139–145. doi:10.1016/j.msea.2014.11.009.

-
- [34] M. Kawasaki, T.G. Langdon, Review: achieving superplastic properties in ultrafine-grained materials at high temperatures, *J. Mater. Sci.* 51 (2016) 19–32.
- [35] S. Cheng, Y.H. Zhao, Y.T. Zhu, E. Ma, Optimizing the strength and ductility of fine structured 2024 Al alloy by nano-precipitation, *Acta Mater.* 55 (2007) 5822–5832.
- [36] Z.Y. Ma, F.C. Liu, R.S. Mishra, Superplastic deformation mechanism of an ultrafine-grained aluminum alloy produced by friction stir processing, *Acta Mater.* 58 (2010) 4693–4704.
- [37] C. Genevois, A. Deschamps, P. Vacher, Comparative study on local and global mechanical properties of 2024 T351, 2024 T6 and 5251 O friction stir welds, *Mater. Sci. Eng. A.* 415 (2006) 162–170.
- [38] H. Aydin, A. Bayram, A. Uğuz, K.S. Akay, Tensile properties of friction stir welded joints of 2024 aluminum alloys in different heat-treated-state, *Mater. Des.* 30 (2009) 2211–2221.
- [39] N. Nadammal, S. V. Kailas, J. Szpunar, S. Suwas, Microstructure and Texture Evolution during Single- and Multiple-Pass Friction Stir Processing of Heat-Treatable Aluminum Alloy 2024, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 48A (2017) 4247–4261.
- [40] J. John, S.P. Shanmughanatan, M.B. Kiran, Effect of tool geometry on microstructure and mechanical Properties of friction stir processed AA2024-T351 aluminium alloy, *Mater. Today Proc.* 5 (2018) 2965–2979.

4. ALEACIÓN Mg WE54

4. ALEACIÓN Mg WE54

4.1. RESULTADOS DE LA ALEACIÓN Mg WE54

4.1.1. Tratamientos térmicos

La aleación de magnesio WE54 fue sometida a una serie de tratamientos térmicos previos al procesado por FSP con el objetivo de obtener distintos estados de precipitación, concentración de átomos en solución sólida y dureza del material. Al igual que en la aleación de aluminio, se seleccionaron dos estados, el tratamiento térmico de máxima dureza (T6), correspondiente al estado de recepción del material de partida y, por otro lado, el de mínima dureza (TT). El estado TT fue obtenido tras un estudio de la evolución de la dureza a diferentes tiempos y temperaturas, y cuyas microestructuras se muestran en el apartado 4.1.3.2. junto con las durezas correspondientes en el 4.1.4.1.

4.1.2. Procesado por FSP

Las condiciones seleccionadas para el procesado por FSP atienden al criterio de aumento de la severidad de procesado, disminuyendo el índice calorífico (IC), expuesto en el capítulo 3, al máximo. En la Tabla 4.1 se muestra la nomenclatura utilizada en el presente estudio. Con el fin de facilitar futuras comparaciones con otros materiales, la nomenclatura se muestra precedida de la letra W para referirse a la aleación WE54, así como del tratamiento térmico en el que se procesó, es decir, T6 o TT. De esta manera, una chapa de la aleación WE54 procesada en el tratamiento térmico endurecido T6, a 1400 rpm y 500 mm/min (velocidad de rotación y velocidad de avance de la herramienta, respectivamente) se denomina como WT6_14_5. En caso de usar el soporte criogenizado, a la nomenclatura se le añade la denominación CRIO. Por tanto, para el ejemplo anterior, si se procesa sobre el soporte criogenizado, la nomenclatura sería WT6_14_5_CRIO.

El aspecto superficial de los materiales procesados por FSP está caracterizado por la formación de bandas, cuyo espaciado depende de las condiciones de procesado, de tal manera que cuanto menor sea el índice calorífico, mayor será el espaciado entre bandas, tal como se muestra en la Figura 4.1. De esta manera, las condiciones más severas, con menor índice calorífico, presentan una separación más ancha entre bandas comparado con las condiciones menos severas.

Por otra parte, la rebaba que se puede generar durante el procesado depende de la penetración que se haya asignado. Se han elegido valores de penetración que aseguren una fuerza de forja eficaz para evitar defectos y afinar la microestructura.

Tabla 4.1. Nomenclatura de las condiciones de procesado por FSP.

ω (rpm)	V (mm/min)	IC (rpm ² /(mm/min))	Nomenclatura
1400	500	3920	14_5
1000	500	2000	10_5
1000	1000	1000	10_10

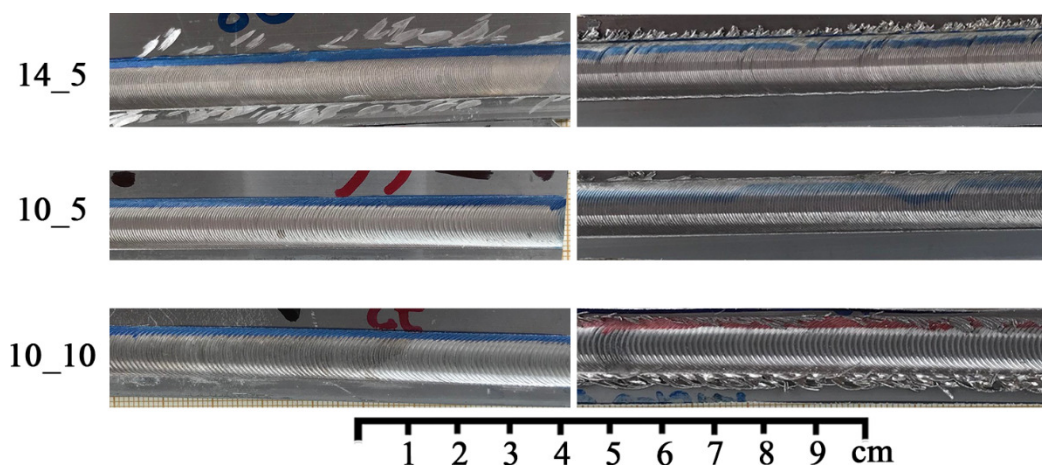


Figura 4.1. Macrografías de los acabados superficiales para las tres condiciones de procesado por FSP en los dos diferentes soportes, acero a temperatura ambiente y criogenizado.

4.1.3. Microestructura

4.1.3.1. Microestructura del material de partida

La microestructura del material de partida fue examinada por microscopía óptica (MO), microscopía electrónica de barrido (MEB) y mediante difracción de electrones retrodispersados (electron backscattered diffraction, EBSD).

Las dos micrografías tomadas por MO, en el plano L, muestran granos equiaxiales de tamaño entre 50 y 250 μm de diámetro (Figura 4.2). En ambas micrografías se observan distintas orientaciones cristalográficas reveladas mediante luz polarizada y el ataque químico con ácido acético (10 ml), ácido pícrico (4,2 gr), agua (10 ml) y etanol (70ml).

La gran variedad de coloraciones es indicativa de una distribución al azar en cuanto a las orientaciones cristalográficas.

Mediante el análisis de micrografías MEB (Figura 4.3) se determinó la morfología de los granos y los precipitados. La fracción en volumen de precipitados en la matriz es de 11,5%. En primer lugar, dentro de los granos hay una elevada fracción en volumen de precipitados de morfología lenticular. Dentro de los precipitados con esta morfología existen dos grupos diferenciables por tamaño. Los más pequeños y abundantes poseen un tamaño en torno a los 100 nm en su eje logitudinal y 10 nm en el eje transversal. Se encuentran situados en el interior de los granos de la matriz de magnesio y se disponen a 120° unos con respecto de otros. El otro grupo, compuesto por lenticulas grandes y alargadas tiene unas dimensiones en el eje mayor de 2-4 μm y en el menor de 50 nm. Además, este último grupo presenta una zona desnuda de precipitados pequeños en torno a ellos, tal y como se observa en la Figura 4.3b. Existe otro grupo de precipitados con morfología de prisma cuadrangular que se localizan tanto en el interior como en las fronteras de grano y cuyo tamaño se encuentra entre 1 y 4 μm . Estos precipitados son mucho más escasos y espaciados. Por último, las fronteras de grano se encuentran decoradas por precipitados de espesor entre 50-100 nm. La difusión de átomos de soluto hacia las fronteras de grano para formar estos precipitados hace que queden zonas vacías (desnudas) de elementos cerca de los límites de grano (Figura 4.3b). Los precipitados aumentan la dureza de la aleación dependiendo de su estado de coherencia o incoherencia con la matriz, morfología y distancia entre sí (como se verá en la discusión). Las relaciones estequiométricas más comunes son $\text{Mg}_{14}\text{Nd}_2\text{Y}$, Mg_{12}NdY , Mg_2Y y Mg_{24}Y_5 [1–5].

La distribución de orientaciones cristalográficas se caracterizó mediante EBSD en el plano L. El mapa de orientaciones cristalográficas (OIM) (a) y las figuras de polos para las familias de planos $\{0001\}$ $\{11-20\}$ $\{10-10\}$ (b) se muestra en la Figura 4.4.

En el mapa de orientaciones cristalográficas se confirma la morfología equiaxial observada por MEB, así como el tamaño de grano, situado en torno a 100-200 μm . Por su parte, la figura de polos $\{0001\}$ indica que los planos basales se encuentran paralelos a la dirección de extrusión y distribuidos a lo largo de la dirección transversal.

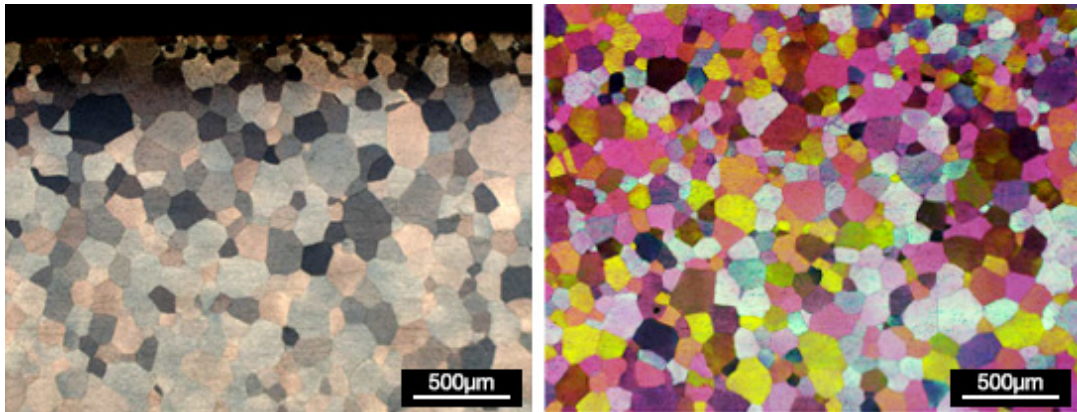


Figura 4.2. Micrografías de MO (luz polarizada) de la aleación de partida WE54.

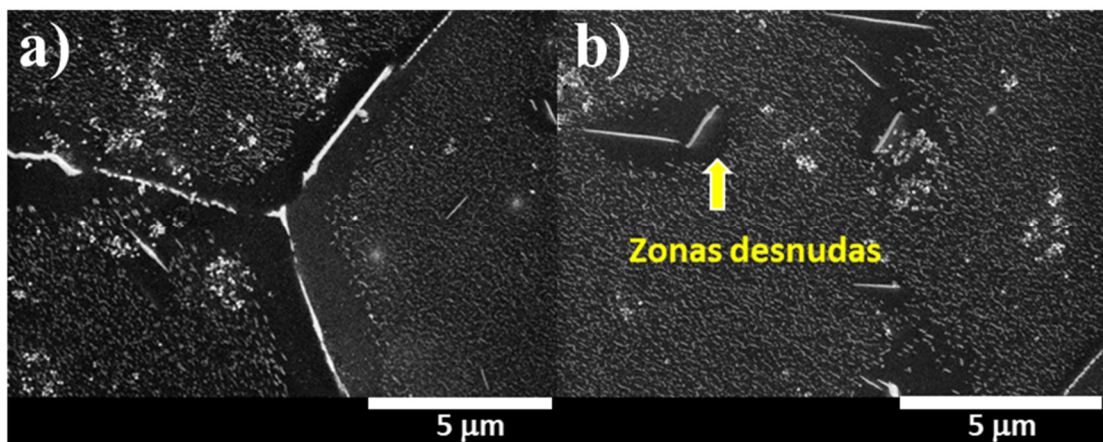


Figura 4.3. Micrografías de MEB de la aleación WE54 mostrando la disposición de los precipitados y zonas desnudas, a) Punto de unión triple entre granos b) zonas desnudas en torno a precipitados lenticulares de mayor tamaño.

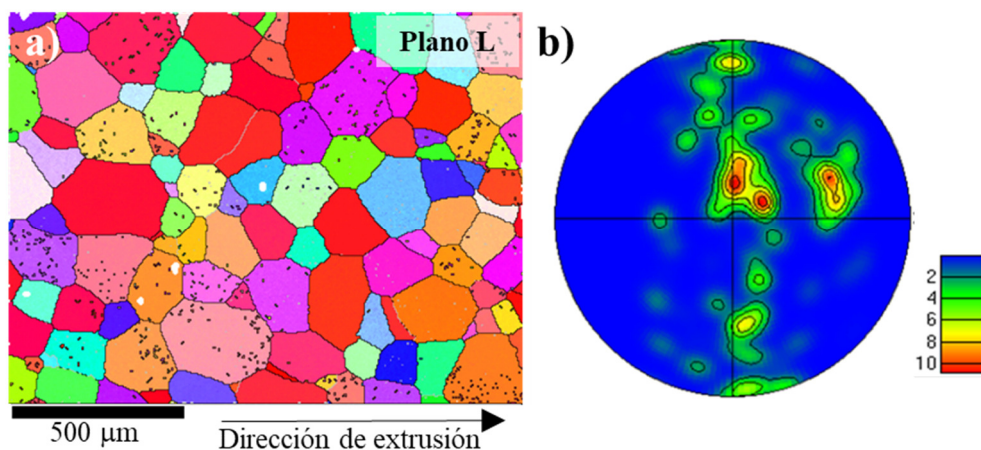


Figura 4.4. a) Mapa de orientaciones cristalográficas (OIM) obtenido mediante EBSD del material de partida en estado T6. b) Figura de polos $\{0001\}$ obtenida del mapa EBSD para el mismo material.

4.1.3.2. Microestructura del material tratado térmicamente

El material de partida en el estado T6 presenta los valores de dureza máximos alcanzables en esta aleación. Con el objetivo de realizar el procesado por FSP bajo las mismas condiciones en el material inicial T6 y en un tratamiento térmico de mínima dureza, se realizaron tratamientos térmicos a temperaturas intermedias (200 y 280 °C) y a temperaturas altas (450 y 520 °C). Con los tratamientos térmicos a temperaturas intermedias se facilita la caracterización de la evolución de los precipitados con el tiempo al ser más lenta su evolución desde unas fases y morfologías a otras.

En la Figura 4.5, se observa la evolución de los precipitados a 200 y 280 °C de 2 a 72 h. Tras dos horas de tratamiento térmico a ambas temperaturas aumentó la fracción de precipitados con respecto al material de partida (Figura 4.3b). Mientras que a 200 °C los precipitados presentes son del mismo tipo y morfología que los de partida, a 280 °C se observa mayor presencia de lentículas grandes que se agrupan, en algunos casos, en distribuciones de forma hexagonal.

Tras 72 h de tratamiento térmico, a 200 °C se observa la nucleación de nuevas lentículas pequeñas decorando completamente toda la matriz mientras que las lentículas grandes crecen notablemente en su eje largo. Sin embargo, tras 72 h a 280 °C, casi todos los precipitados que se observan decorando la matriz son lentículas grandes de tamaño homogéneo y dispuestas a 120 ° unas de otras.

A mayores temperaturas se necesitan menores tiempos de tratamiento térmico para conseguir las mismas reducciones en los valores de dureza, como se verá en el apartado 4.1.4.1.1. A 450 y 520 °C se alcanzó el mínimo de dureza a 5 h de tratamiento térmico. En la Figura 4.6 se observan las microestructuras para las dos temperaturas. Para ambos casos la distribución de los precipitados es muy similar y consiste en una menor cantidad de precipitados intragranulares y una mayor fracción en las fronteras de grano. Los precipitados son acículas grandes y prismas cuadrangulares. Comparándolo con los tratamientos a temperaturas intermedias, los precipitados son de mayor tamaño y se encuentran más distanciados entre ellos. Esto apunta a que las durezas en el material tratado térmicamente a temperaturas altas, serán inferiores que en los tratamientos a temperaturas intermedias (200 y 280 °C).

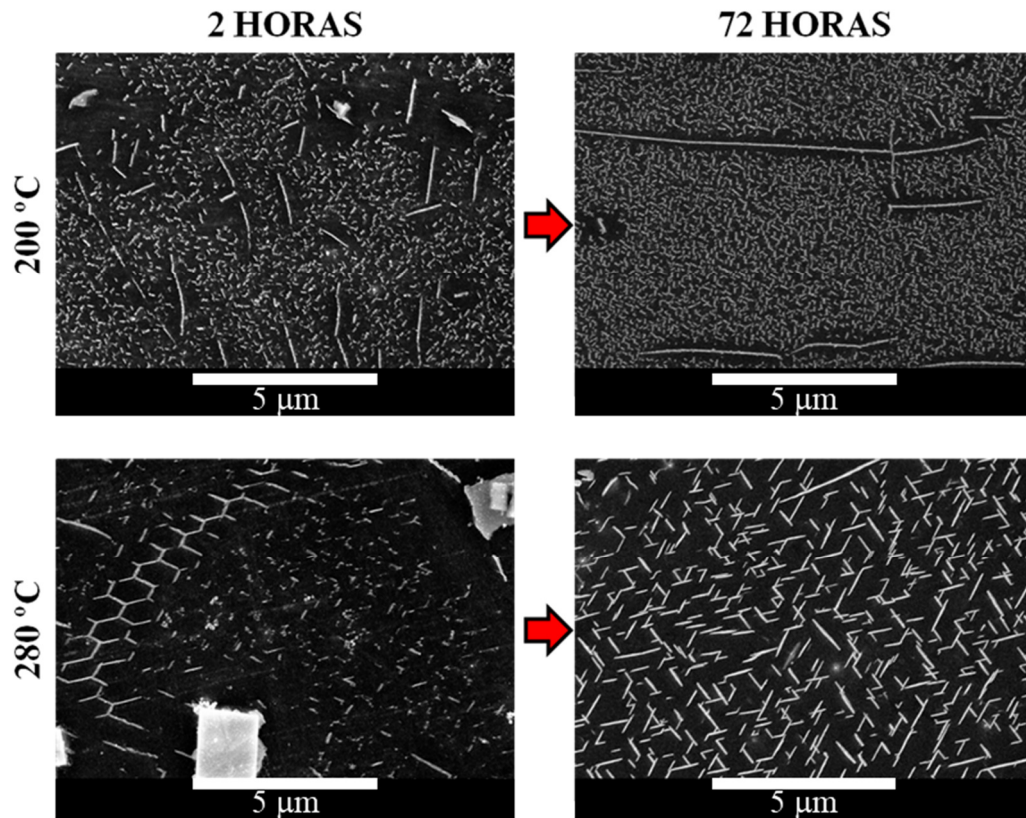


Figura 4.5. Micrografías MEB de los tratamientos térmicos realizados a 200 y 280 °C, a 2 y 72 h.

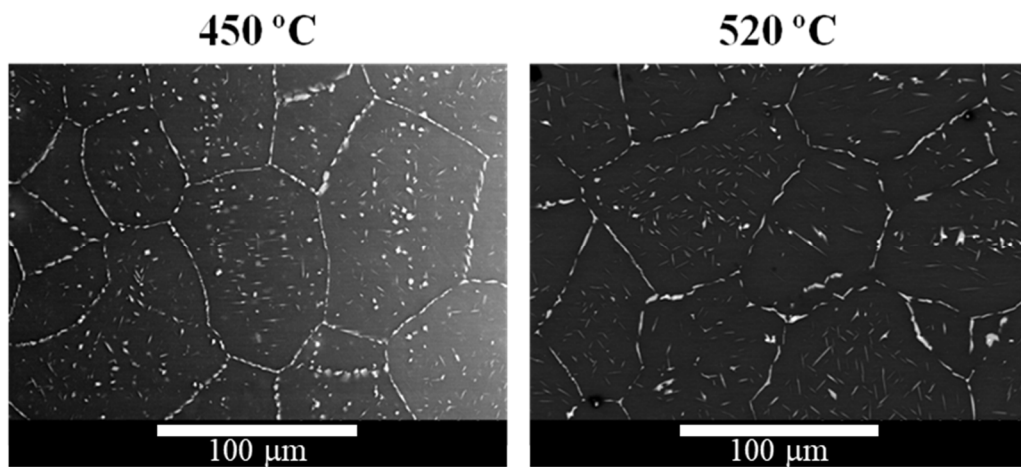


Figura 4.6. Micrografías MEB de los tratamientos térmicos a 450 y 520 °C durante 5 h con enfriamiento lento del horno.

4.1.3.3. Microestructura del material procesado por FSP

Las chapas procesadas por FSP fueron estudiadas mediante diferentes técnicas de microscopía para la determinación de tamaños y orientaciones cristalográficas, texturas y distribución de los precipitados.

4.1.3.3.1. Microscopía óptica

Se evaluaron las microestructuras de los materiales procesados por FSP en cortes transversales a los cordones (plano T), con el fin de detectar posibles defectos. No se detectaron defectos en los materiales procesados en ninguna condición. En la Figura 4.7 se muestra uno de los cortes transversales que corresponde con la condición WT6_10_5. En la macrografía se han marcado las diferentes zonas que se generan tras el procesamiento por FSP:

- Zona batida o *Stir Zone* (SZ), en rojo, el material ha sido agitado por la herramienta directamente. Es la región de interés en la presente investigación.

- Zona termomecánicamente afectada o *Thermomechanically Affected Zone* (TMAZ), en amarillo, el material no ha sido deformado directamente por la herramienta, pero si ha sido afectado por la deformación adyacente y la temperatura del procesamiento.

- Zona afectada térmicamente o *Heat Affected Zone* (HAZ), sólo influenciada por el calor del procesamiento.

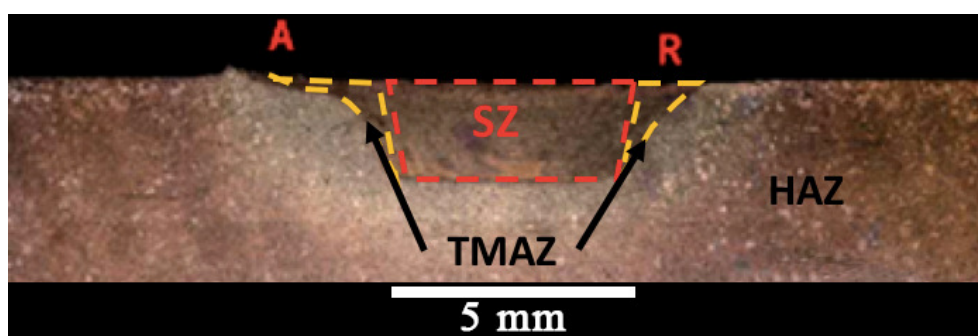


Figura 4.7. Corte transversal (plano T) de un cordón procesado por FSP en la condición WT6_10_5.

4.1.3.3.2. Microscopía electrónica de barrido

En la Figura 4.8a se muestran las micrografías MEB del límite entre la zona termomecánicamente afectada (1) y la zona batida (2). En la zona 1, se han marcado con

flechas una junta triple mientras que en la zona 2 se aprecia el flujo del material batido. En la Figura 4.8b se muestra el detalle de la zona 2 de la Figura 4.8a mostrando la morfología y tamaño de grano, mucho más fino que el material de partida (nótese la escala).

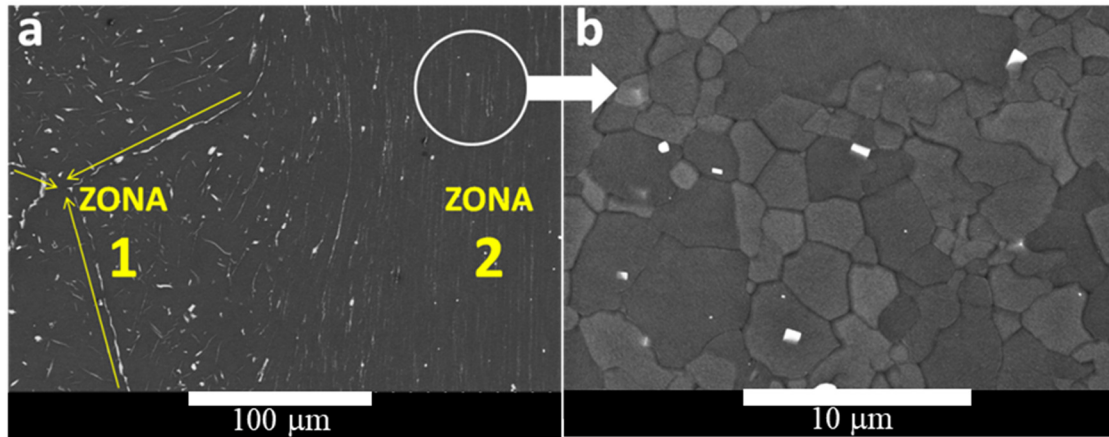


Figura 4.8. Micrografías MEB, a) detalle del límite entre la zona SZ (zona 2) y TMAZ (zona 1), y b) micrografía en detalle de la zona SZ o zona batida.

4.1.3.3.3. Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

Se realizó un estudio detallado por EBSD para describir la morfología, tamaño y desorientación cristalográfica. Los mapas de orientaciones cristalográficas están codificados respecto al plano de observación (plano L). En la Figura 4.9 y 4.10 se muestran los OIM de la zona central de los cordones procesados en el estado T6 y TT, respectivamente. En ambas figuras, se aprecia que el tamaño de grano disminuye con la disminución del IC o aumento de la severidad. Este efecto es más evidente en los mapas para el tratamiento térmico T6. En general, la gran mayoría de los granos son equiaxiales y muestran una variedad de colores amplia y aleatoria, con una gran fracción de fronteras de grano de alto ángulo ($>15^\circ$). Esto indica que hay una microestructura con elevada desorientación lo cual es esperable debido a la alta deformación impuesta por el procesado por FSP.

A partir de estos mapas se realizó el estudio de los tamaños de grano para cada condición. En la Figura 4.11 se muestran los histogramas con las distribuciones de las diferentes poblaciones de granos con las mismas clases para a) soporte de acero y b) soporte criogenizado. Las clases de los histogramas se han calculado como $\log(D_F)$, D_F en μm . Las medias geométricas de los diámetros de Feret para cada condición de FSP se

muestran en la Tabla 4.2 junto con correspondientes intervalos de confianza. Los tamaños de granos siguen una distribuciones multimodales.

En términos generales, con la disminución del IC se observa una disminución en el tamaño de grano. En las condiciones con mayor IC, WTT_14_5 y WT6_14_5, la distribución de tamaños de grano es más amplia, lo cual puede afectar las propiedades mecánicas, como se analizará más adelante. Respecto al tipo de soporte, a igualdad de IC el soporte criogenizado proporciona una distribución más estrecha y hacia tamaños de grano más finos (Figura 4.11b). Las dos condiciones que presentan distribuciones más estrechas y por tanto con tamaños de grano más homogéneos son WTT_10_10 y WT6_10_10.

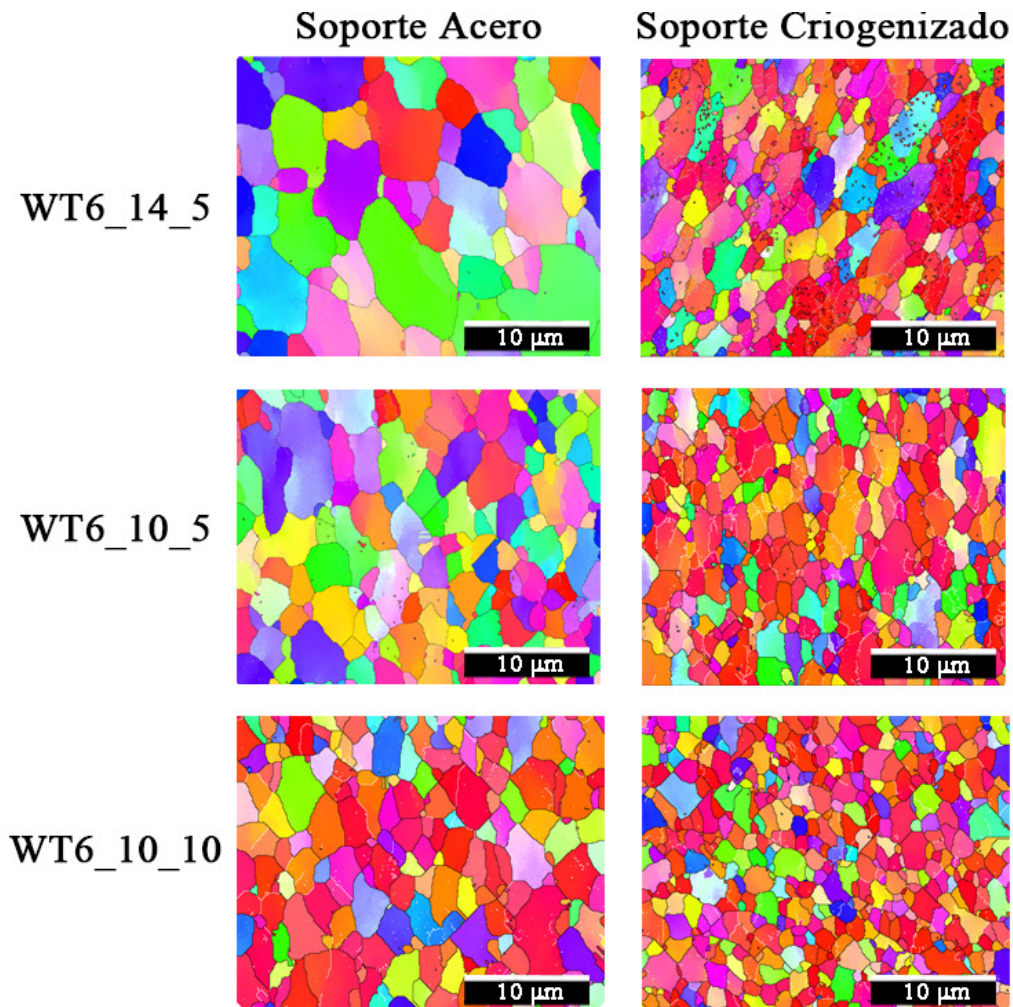


Figura 4.9. Mapas de orientaciones cristalográficas (OIM). Se muestran todas las condiciones de FSP para el tratamiento térmico T6 en soporte de acero y en soporte criogenizado.

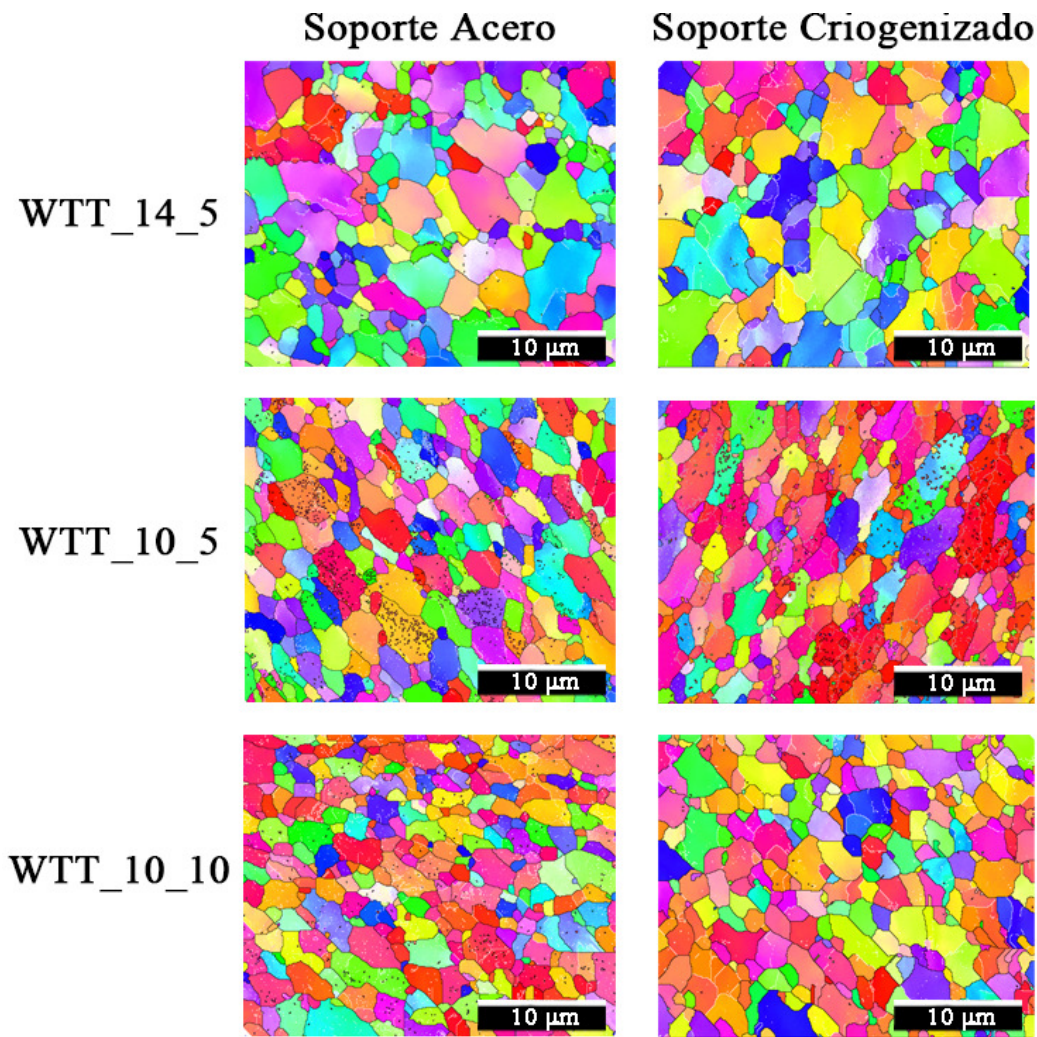


Figura 4.10. Mapas de orientaciones cristalográficas (OIM). Se muestran todas las condiciones de FSP para el tratamiento térmico TT en soporte de acero y en soporte criogenizado.

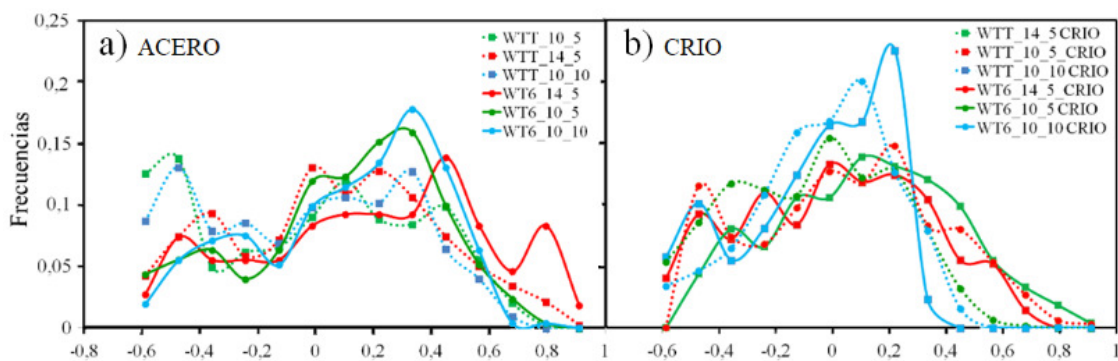


Figura 4.11. Histogramas para una distribución lognormal de tamaños de grano a partir de los EBSDs de todas las condiciones de procesado por FSP. a) Soporte de acero. b) Soporte criogenizado. Las líneas lisas corresponden al tratamiento térmico TT y las líneas discontinuas al estado T6. La condición menos severa (más cálida) es la roja, la verde es la condición intermedia y la azul las más fría o severa. Clases definidas como $\log(D_F)$, D_F en μm .

Los tamaños de grano de los materiales procesados por FSP son dos órdenes de magnitud menores con respecto a los materiales de partida tanto T6 como TT. Tras el procesamiento se consiguen importantes afinos microestructurales llegando a alcanzar tamaños ultrafinos, por debajo de 1 μm . Este importante afino microestructural tendrá influencia sobre las propiedades mecánicas y en particular en el comportamiento superplástico como ya se verá en el apartado de discusión, 4.2.

Tabla 4.2. Diámetros de Feret (D_F) obtenidos a partir de los datos de EBSD para todas las condiciones de FSP para la aleación WE54. Se muestran las medias geométricas de los valores de D_F junto a los intervalos de confianza correspondientes a una distribución lognormal $\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g$.

Condición	IC	Soporte convencional (A)		Soporte criogenizado (C)		
		D_F (μm)	$\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g$	D_F (μm)	$\mu_g/\sigma_g - \mu_g\sigma_g$	
14-5	3920	1,50	0,60-3,76	1,08	0,51-2,28	T6
10-5	2000	1,19	0,56-2,54	0,81	0,42-1,56	
10-10	1000	1,25	0,60-2,58	0,88	0,51-1,54	
14-5	3920	1,10	0,48-2,48	1,09	0,46-2,03	TT
10-5	2000	0,89	0,37-2,15	1,28	0,63-2,59	
10-10	1000	0,87	0,39-1,98	0,99	0,50-1,96	

En las Figuras 4.12-4.13 se muestran las figuras de polos $\{0001\}$ extraídas de los correspondientes mapas de EBSD (Figuras 4.10-4.11).

La mayoría de los ejes c del prisma hexagonal se encuentran en torno a 45° con respecto al eje de observación, eje normal al plano L (perpendicular a la dirección de extrusión). La posición del máximo de intensidad de plano basales varía dependiendo de la posición exacta de la muestra con respecto a la simetría de procesado.

La relación entre las condiciones de procesado y la textura cristalográfica no es clara, a pesar de que las condiciones con mayor IC y menor severidad somete al material a mayores deformaciones y por tanto debieran aleatorizar más las orientaciones de los granos. El tipo de soporte de procesado no ha causado diferencias significativas en los materiales en cuanto a su textura, ni tampoco ha variado dependiendo del tratamiento térmico inicial de la aleación.

Por último, las desorientaciones cristalográficas se muestran como histogramas de medias aritméticas de las desorientaciones en cada punto medido respecto a sus contiguos (Figuras 4.14-4.15). Así mismo para cada condición se incluye la distribución de Mackenzie. Esta representa la distribución aleatoria teórica, en este caso, para materiales hexagonales. En la Tabla 4.3 se muestran las desorientaciones medias para cada condición de FSP.

Las desorientaciones medias oscilan entre 40° y 55° , mientras que la distribución media para la distribución de Mackenzie es $67,2^\circ$. En general, las condiciones con mayor IC presentan mayores valores de desorientación media. Para un mismo IC, en T6 y TT, el soporte criogenizado proporciona menores valores de desorientación.

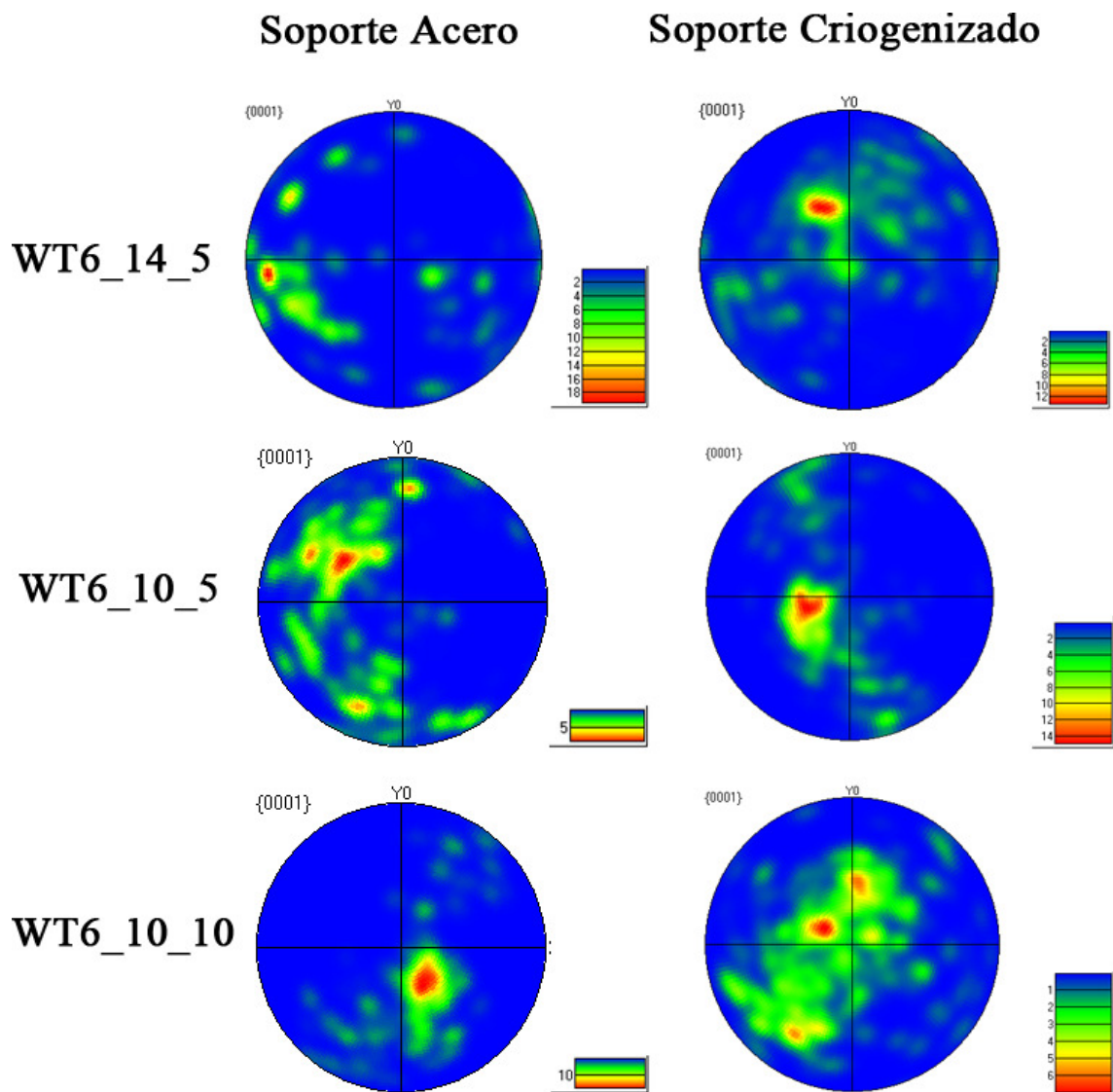


Figura 4.12. Figuras de polos $\{0001\}$ obtenidas de los mapas EBSD. Se muestran todas las condiciones de FSP para el tratamiento térmico T6 en soporte de acero y en soporte criogenizado.

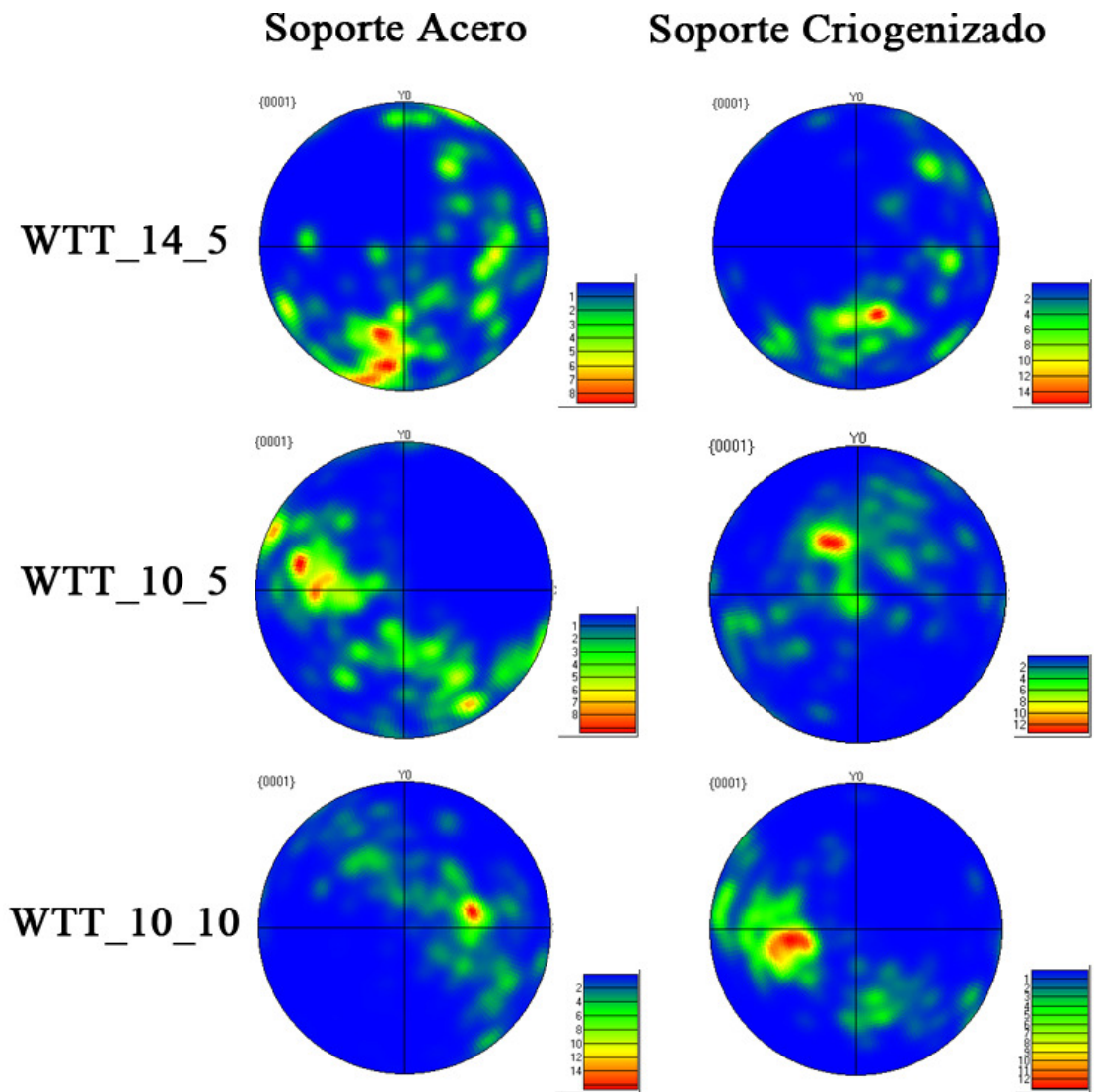


Figura 4.13. Figuras de polos {0001} obtenidas de los mapas EBSD. Se muestran todas las condiciones de FSP para el tratamiento térmico TT en soporte de acero y en soporte criogenizado.

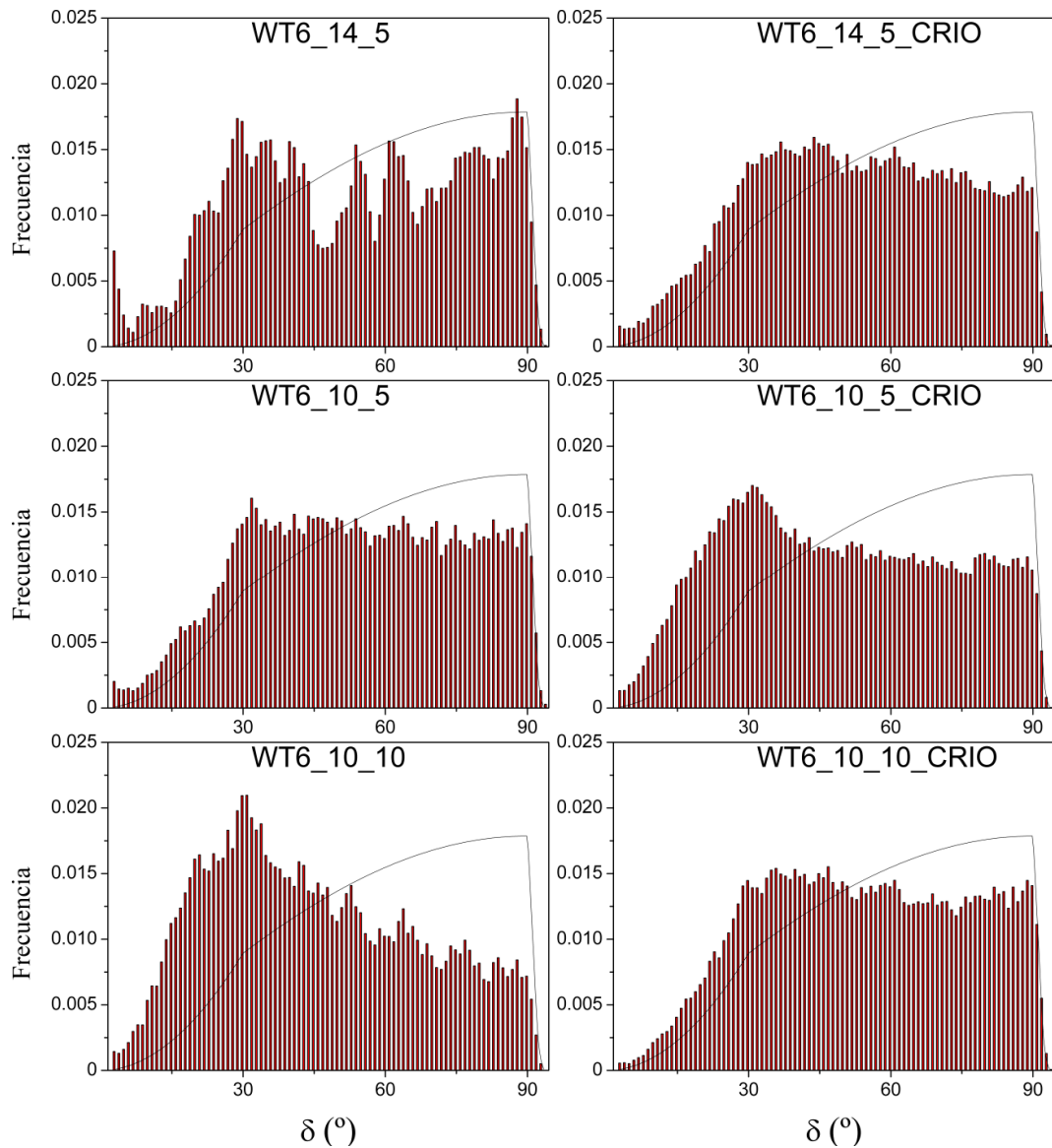


Figura 4.14. Histogramas de desorientación de los mapas EBSD de las condiciones de FSP para el tratamiento térmico T6 tanto en soporte de acero como criogenizado. La línea negra representa la distribución de Mackenzie para una distribución al azar en un sistema cristalográfico hexagonal compacto [145].

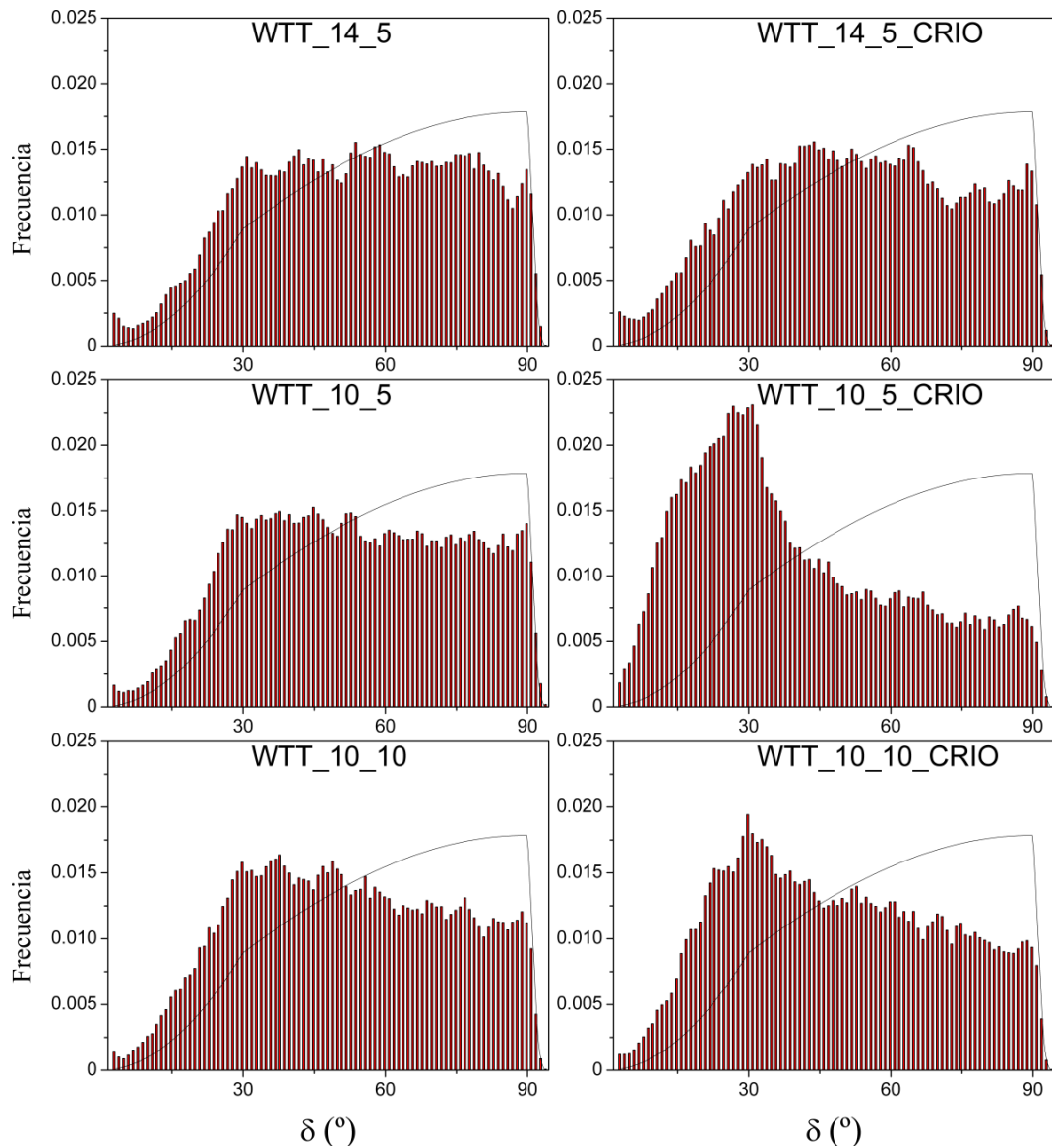


Figura 4.15. Histogramas de desorientación de los mapas EBSD de las condiciones de FSP para el tratamiento térmico TT tanto en soporte de acero como criogenizado. La línea negra representa la distribución Mackenzie para una distribución al azar en un sistema cristalográfico hexagonal compacto.

Tabla 4.3. Desorientaciones medias para todas las condiciones de FSP para la aleación WE54.

		Soporte convencional (A)	Soporte criogenizado (C)	
Condición	IC	δ (°)	δ (°)	
14-5	3920	54,3	52,8	T6
10-5	2000	53,5	48,9	
10-10	1000	44,9	53,9	
14-5	3920	54,1	52,3	TT
10-5	2000	53,2	39,9	
10-10	1000	51,6	48,3	

4.1.3.3.4. Microscopía electrónica de barrido de probetas ensayadas en tracción a rotura a alta temperatura

Como se verá en el apartado 4.1.4.2.2.1, se realizaron ensayos de tracción a alta velocidad de deformación (10^{-2} s^{-1}) en un amplio rango de temperaturas. Con el fin de identificar los mecanismos de deformación que operan durante estos ensayos, se analizaron las superficies de la zona deformada de las probetas de tracción. En las Figuras 4.16-4.18 se muestran las micrografías de MEB de las probetas pulidas y ensayadas posteriormente desde 250 °C y hasta 450 °C para todos los materiales procesados en el tratamiento térmico T6. De igual manera se muestra en las Figuras 4.19-4.21 para el tratamiento térmico TT.

En general se observan dos morfologías. Por un lado, existe una ventana de temperaturas donde granos o grupos de granos deslizan unos sobre otros aflorando en la superficie y manteniendo una morfología equiaxial. Esto es característico del mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano (DFG). Por otro lado, fuera de la ventana de temperaturas descrita, se observan granos grandes, por encima de 100 μm , que se alargan por la deformación, no deslizan entre ellos y tampoco rotan. Por último, existen dos excepciones, WTT_14_5 y WTT_10_5, donde el material presenta ambas topografías a la vez (Figuras 4.20 y 4.21).

En términos generales, a mayor temperatura de ensayo, se observan mayores tamaños de grano finales. Por ejemplo, en la Figura 4.17 para la condición WT6_10_5 los tamaños de grano son en torno a 0,8-1 μm a 250 °C y 5-8 μm a 400 °C.

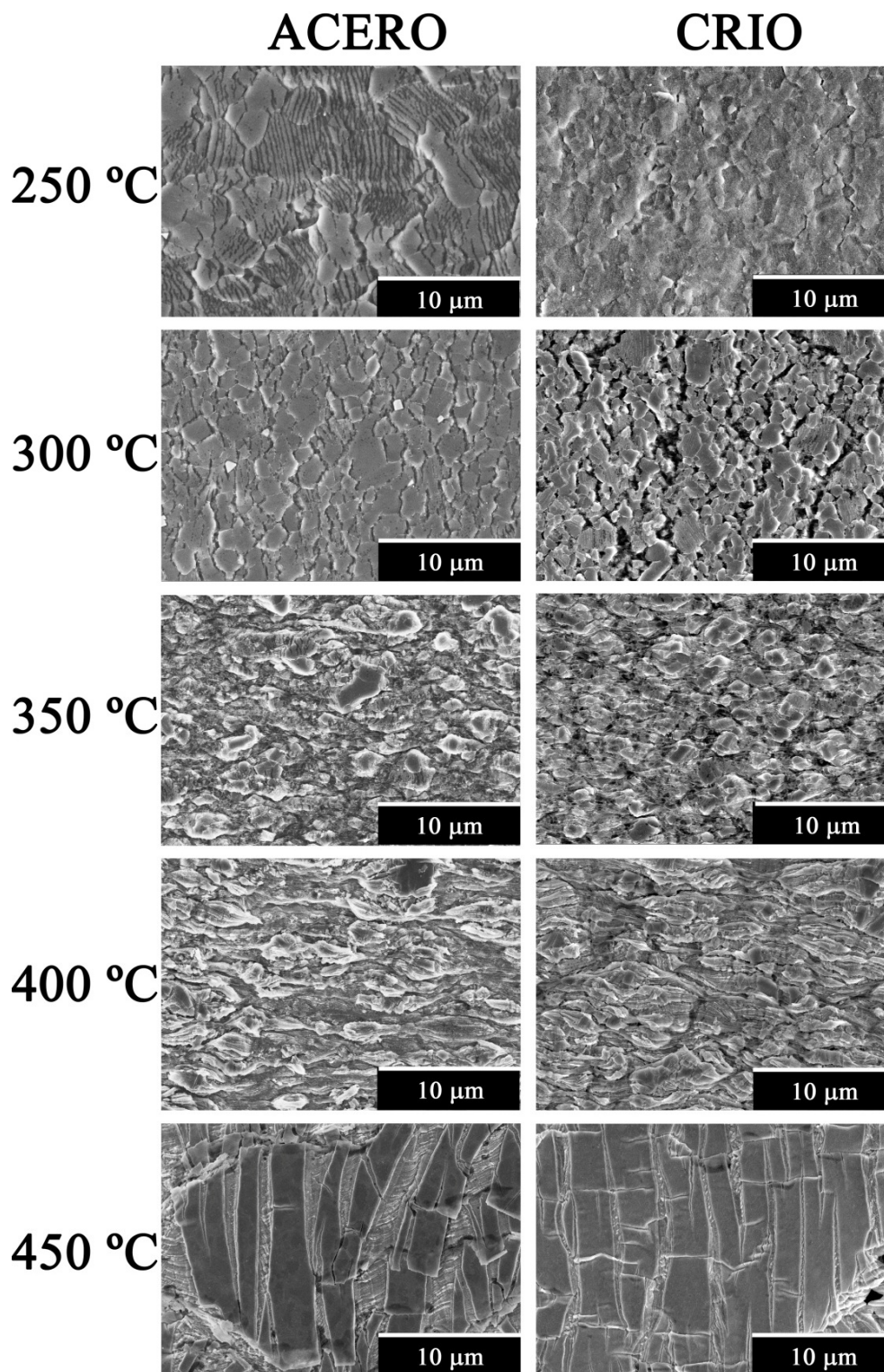


Figura 4.16. Micrografías MEB donde se analiza la topografía de las probetas ensayadas a tracción con una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas para la condición de procesado por FSP WT6_14_5.

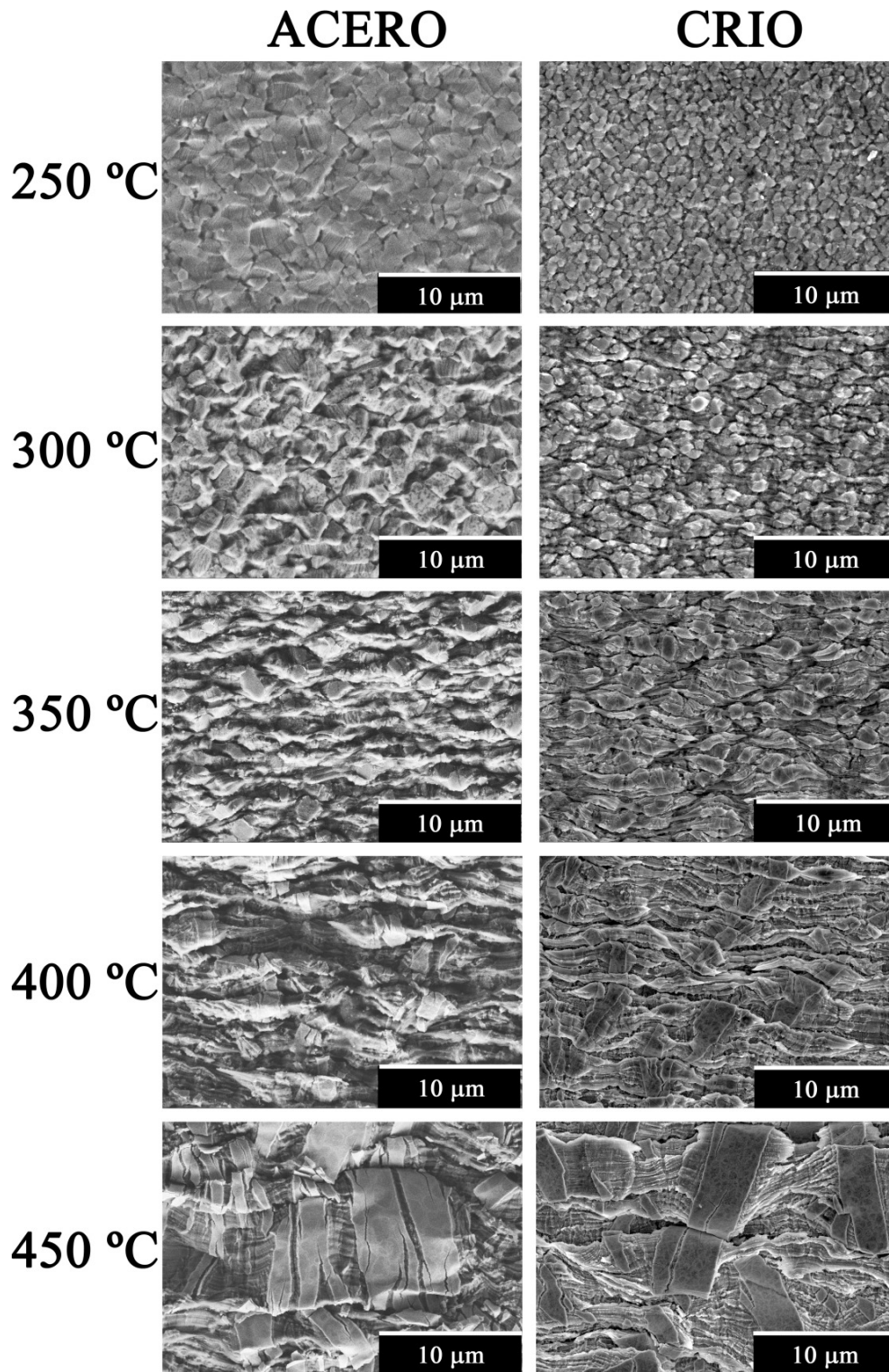


Figura 4.17. Micrografías MEB donde se analiza la topografía de las probetas ensayadas a tracción con una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas para la condición de procesado por FSP WT6_10_5.

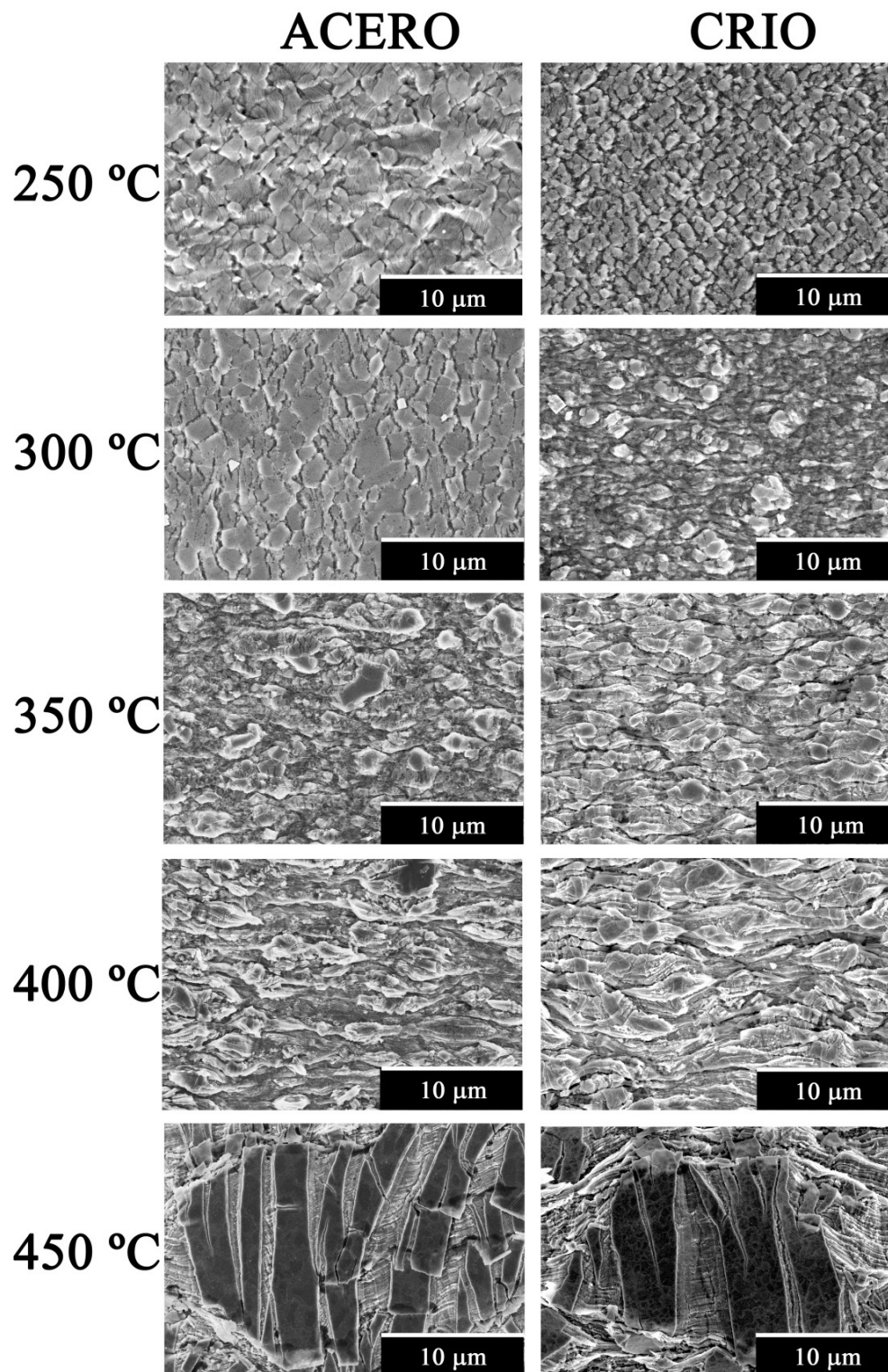


Figura 4.18. Micrografías MEB donde se analiza la topografía de las probetas ensayadas a tracción con una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas para la condición de procesamiento por FSP WT6_10_10.

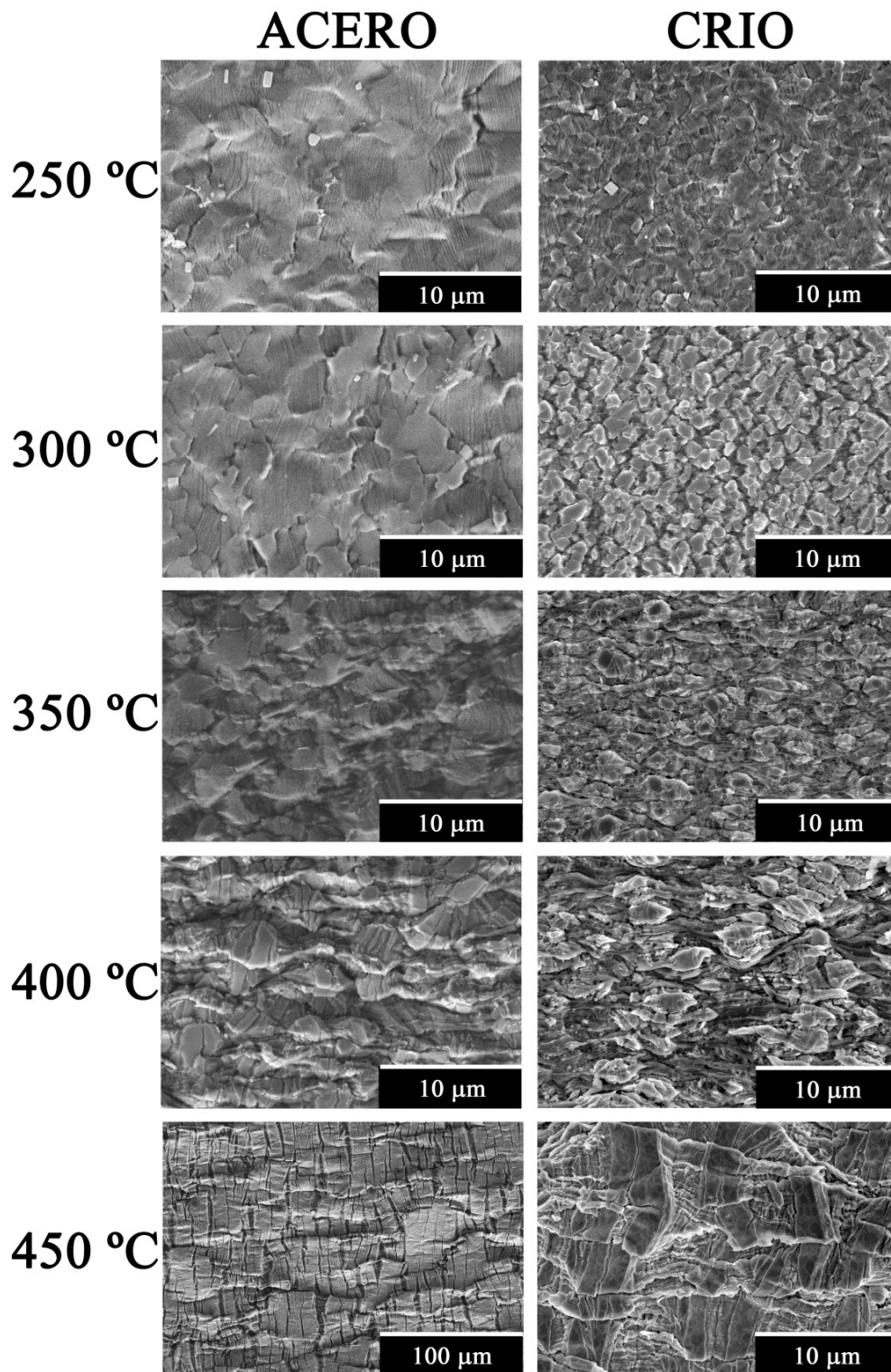


Figura 4.19. Micrografías MEB donde se analiza la topografía de las probetas ensayadas a tracción con una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas para la condición de procesado por FSP WTT_14_5.

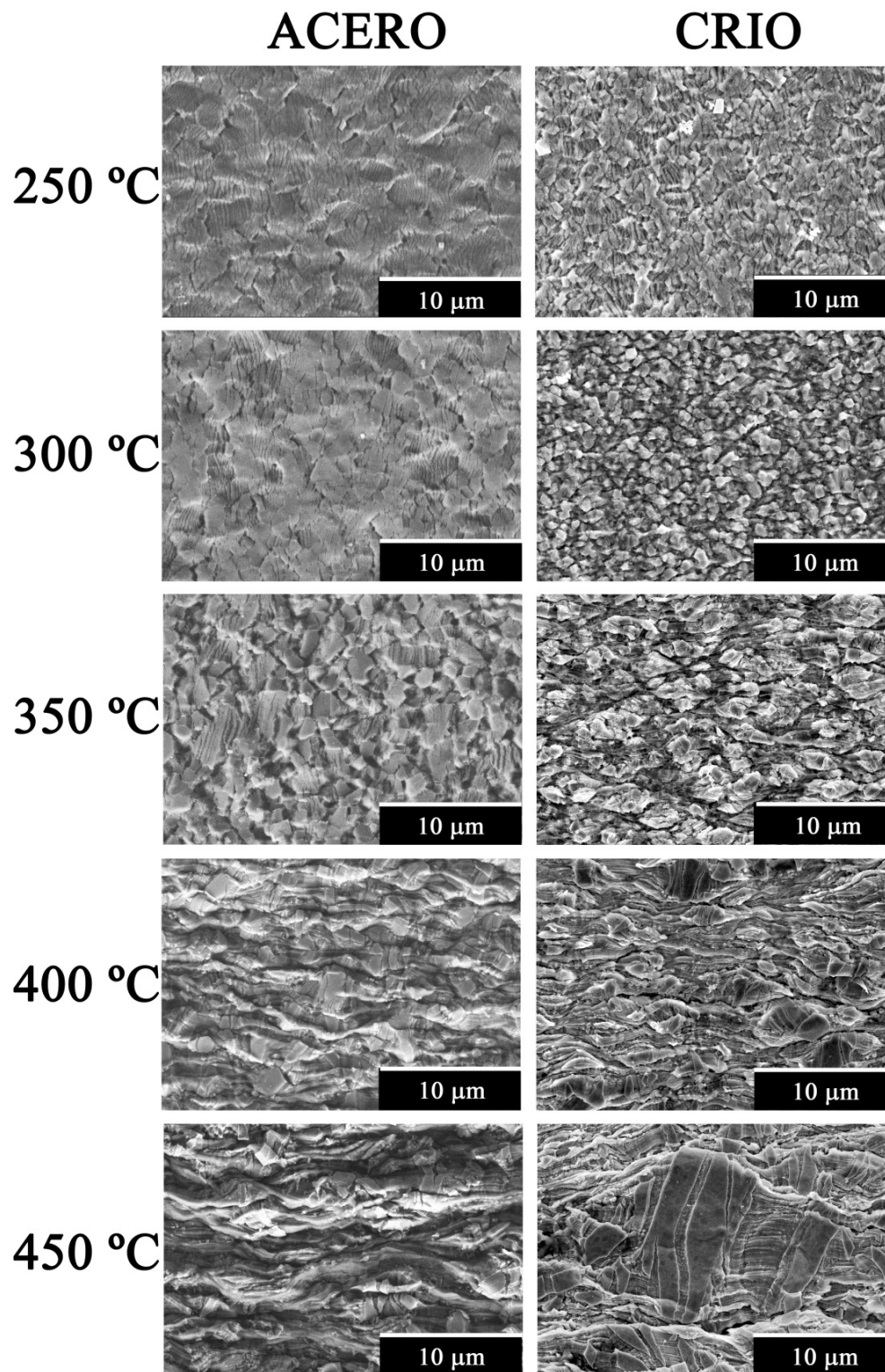


Figura 4.20. Micrografías MEB donde se analiza la topografía de las probetas ensayadas a tracción con una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas para la condición de procesado por FSP WTT_10_5.

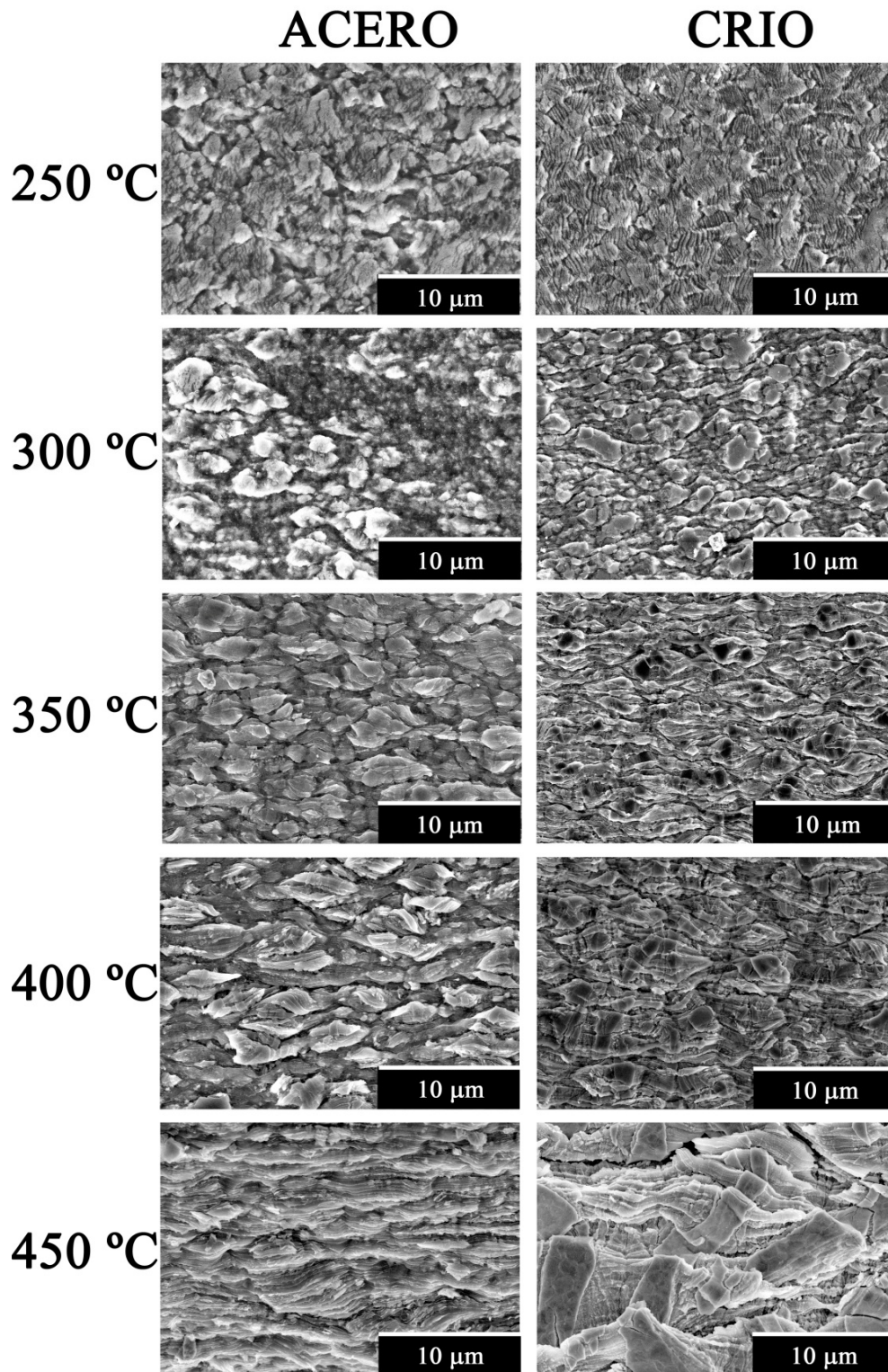


Figura 4.21. Micrografías MEB donde se analiza la topografía de las probetas ensayadas a tracción con una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas para la condición de procesado por FSP WTT_10_10.

4.1.4. Propiedades mecánicas.

4.1.4.1. Ultramicroindentación

4.1.4.1.1. Materiales de partida WE54 T6 y TT

La dureza, obtenida por ultramicroindentación instrumentada, se determinó para los materiales de partida, en los dos estados térmicos iniciales T6 y TT, y para los materiales procesados por FSP. En la Tabla 4.4 se muestran los valores de dureza para el estado T6 y TT. El valor de T6 es superior al tratado térmicamente a mínima dureza.

Para seleccionar el tratamiento térmico que proporcionase la mínima dureza (TT), se realizó la caracterización con un durómetro Vickers convencional. Los valores de dureza obtenidos de este estudio se muestran en la Figura 4.22. A temperaturas de tratamiento de 200 y 280 °C los mínimos de dureza de 78 y 73 HV se alcanzan a 2 y 1 h, respectivamente. Transcurrido este tiempo, las durezas aumentan progresivamente hasta alcanzar unos valores de dureza constantes en torno a 85 y 80 HV para 200 y 280 °C, respectivamente.

Los valores de dureza para los tratamientos a alta temperatura con velocidad de enfriamiento controlada de 8 °C/min son de 72 y 69 HV para 450 y 520 °C respectivamente.

Tabla 4.4. Dureza de la aleación en los dos estados de precipitación de la aleación WE54 de partida.

	WE54-TT	WE54-T6
H (GPa)	0.62 ±0,02	0,89 ±0,02

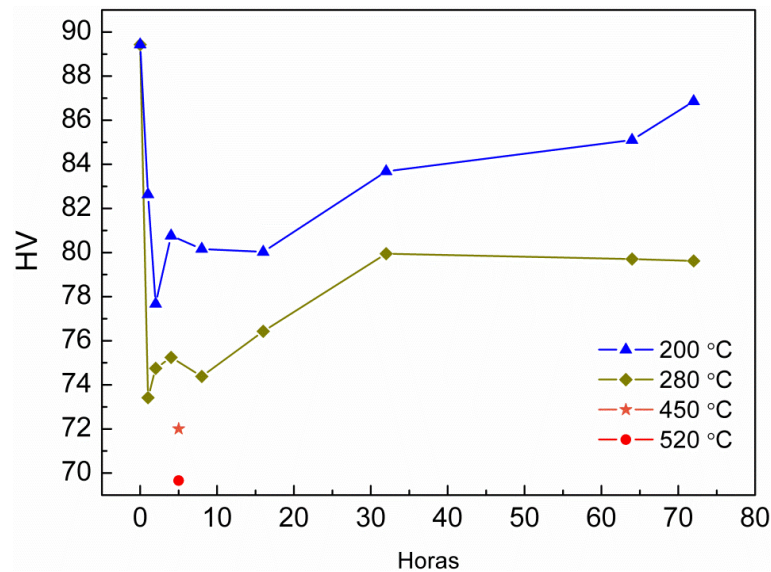


Figura 4.22. Durezas obtenidas a diferentes temperaturas y tiempos de tratamientos térmicos para la aleación de magnesio de partida WE54.

4.1.4.1.2. Materiales procesados por FSP

Todos los cordones de procesamiento por FSP para el magnesio WE54 en T6 y en TT sobre los dos tipos de soportes que se investigaron para la presente tesis fueron analizados por ultramicroindentación instrumentada a temperatura ambiente. En las figuras 4.23-4.24 se muestran los perfiles de dureza a lo largo de las secciones transversales (plano T).

En todos los perfiles de durezas se pueden diferenciar las diferentes zonas o regiones afectadas por el paso de la herramienta durante el procesamiento por FSP, donde el material base muestra durezas inferiores a la zona SZ, pasando por una transición de durezas coherente. Por tanto, se definen zonas de isodureza que corresponden con las zonas de procesamiento SZ, TMAZ y HAZ. En los materiales TT tanto en soporte de acero como en crio, estas zonas de isodurezas correspondientes con las regiones de procesamiento quedan bien definidas.

En general, las muestras procesadas por FSP sobre el soporte criogenizado muestran mayores valores de dureza que las de soporte de acero. La zona de avance, situada a la izquierda de las Figuras 4.23-4.24, presenta mayores valores de dureza en muchas de las muestras. También se puede observar que con la disminución del IC y, por tanto, el aumento de la severidad, aumenta la dureza del material. Este fenómeno concuerda con la relación de Hall-Petch, ya que el tamaño de grano disminuye con la disminución del IC al mismo tiempo que aumenta la dureza.

En la Figura 4.23, donde se comparan las condiciones de FSP para T6 y TT en soporte de acero, se pueden apreciar valores de dureza mayores en la zona batida para las probetas en tratamiento térmico de partida TT. En la condición de intermedia severidad, 1000 rpm y 500 mm/s, se alcanzan valores ≥ 1 GPa en el tratamiento térmico TT y no así en el T6. La máxima dureza se alcanzó en las condiciones más severas para el estado T6 y TT.

Lo contrario ocurre en las probetas de FSP en soporte criogenizado (Figura 4.24). Los materiales en tratamiento térmico T6 presentan mayores durezas a lo largo de todo el perfil en comparación con el estado TT. Además, las durezas que presenta tanto el material base como la zona batida por la herramienta al realizarse el procesado, alcanzan su máximo en la condición más severa para el soporte criogenizado a -60 °C (condición WT6_10_10_CRIO, WT6 1000 1000 en la figura). En todos los casos se aumentó la dureza con respecto a los valores iniciales de los materiales de partida.

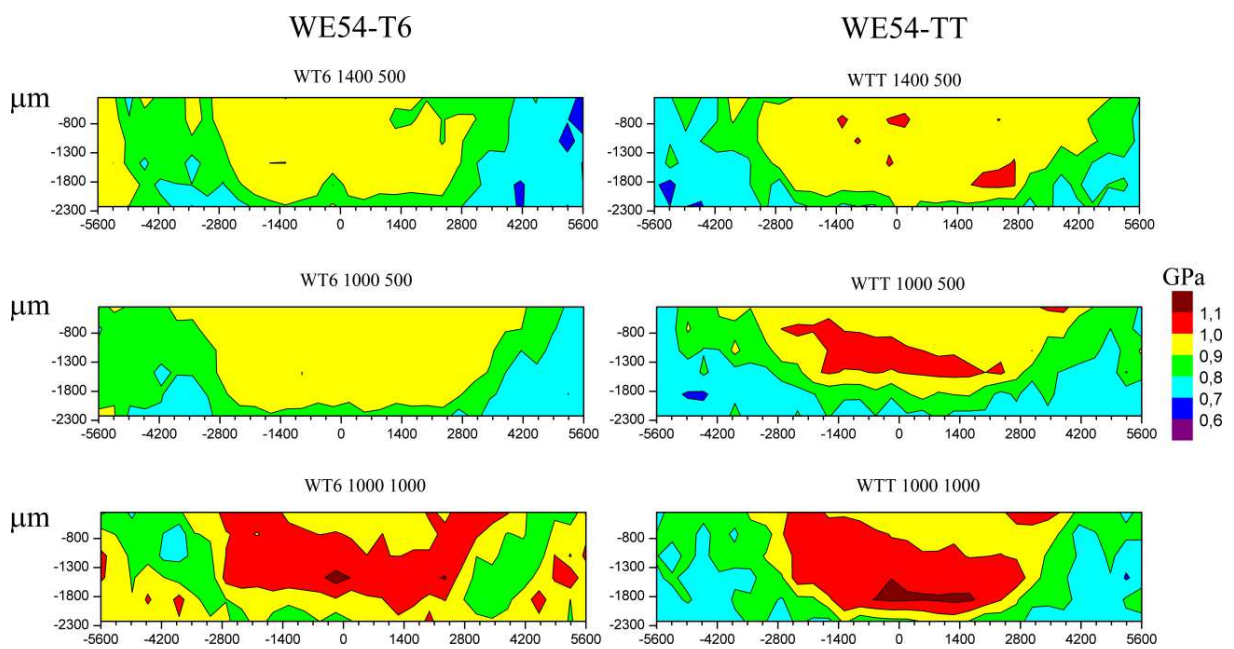


Figura 4.23. Perfiles de dureza del corte transversal de los cordones de procesado para todas las condiciones de procesado por FSP en soporte de acero.

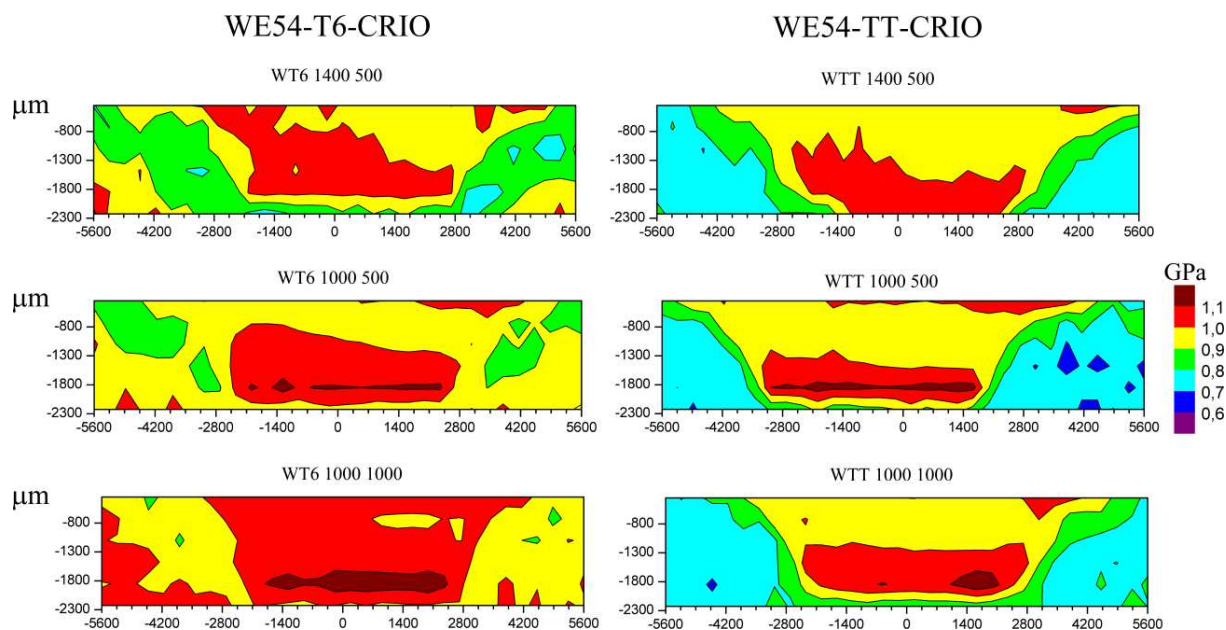


Figura 4.24. Perfiles de dureza del corte transversal de los cordones de procesamiento para todas las condiciones de procesamiento por FSP en soporte de cobre criogenizado.

4.1.4.2. Ensayos de tracción a temperaturas intermedias y altas

4.1.4.2.1. Material de partida

4.1.4.2.1.1. Ensayos a velocidad de travesaño constante

Se realizaron ensayos de tracción uniaxial a rotura con una velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} a temperatura ambiente, 200, 250, 300, 350, 400 y 450 °C. Se ensayaron los dos materiales de partida tanto en estado de máxima dureza, T6, como en el de mínima dureza, TT (Figura 4.25). Los parámetros extraídos de las curvas se muestran en la Tabla 4.5. En la figura 4.25 se observa que con el aumento de la temperatura de ensayo disminuyen los valores de la tensión ($\sigma_{0,2}$ y σ_{max}) en ambos casos (T6 y TT).

A temperaturas bajas e intermedias, la resistencia del material en tratamiento térmico T6 es superior a la del estado TT. Por otro lado, a elevadas temperaturas, 400-450 °C, los valores de resistencia son muy similares para ambos estados térmicos. La ductilidad, cuantificada en este estudio con el parámetro e_f , aumenta progresivamente con el aumento de la temperatura en términos generales. El aumento de la ductilidad es, en ambos casos, paralelo al aumento de la temperatura. No obstante, el estado T6 destaca a 450 °C por alcanzar un e_f máximo de un 312%.

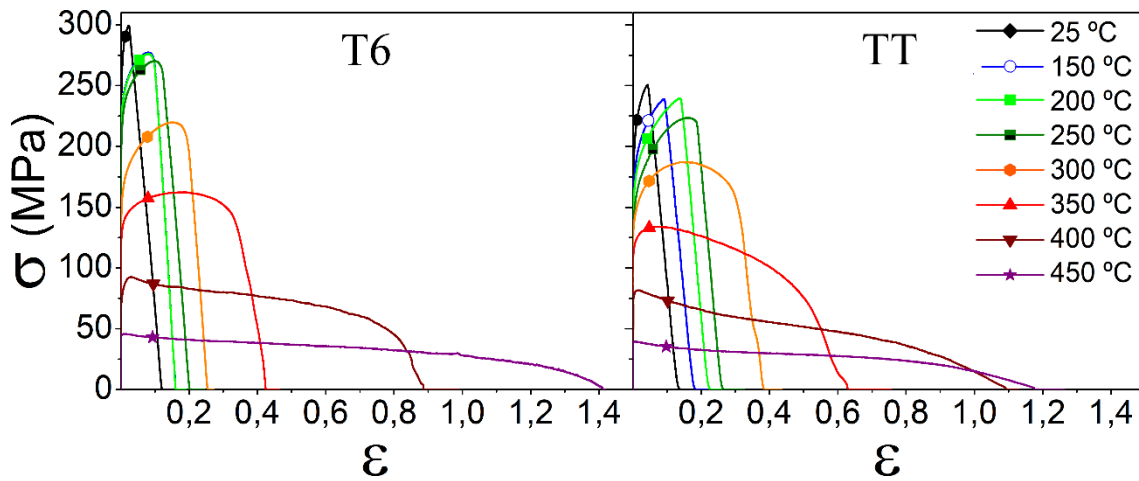


Figura 4.25. Curvas de tracción uniaxial a velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} . Ensayo realizado para diferentes temperaturas desde ambiente hasta 450 °C para el estado de tratamiento térmico inicial T6 y TT.

Tabla 4.5. Límite elástico ($\sigma_{0,2}$), resistencia máxima (σ_{\max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_F) a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación WE54 en los dos estados de precipitación de partida estudiados.

	T (°C)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	e_u (%)	e_F (%)
WE54 T6	AMB	245	299	2	3
	150	226	277	8	10
	200	252	276	8	17
	250	239	270	10	13
	300	147	220	16	22
	350	145	162	19	52
	400	92	92	2	141
	450	44	46	1	312
WE54 TT	AMB	181	251	4	14
	150	160	239	10	20
	200	152	239	15	25
	250	137	223	17	30
	300	132	187	18	46
	350	113	134	8	87
	400	75	82	2	197
	450	39	39	1	222

4.1.4.2.1.2. Ensayos con cambios en la velocidad de deformación

Con el fin de determinar los mecanismos de deformación que operan a temperaturas intermedias y altas se han realizado ensayos de tracción uniaxial a rotura con cambios en la velocidad de deformación en los estados térmicos T6 y TT, según se describió en el apartado (Cap. experimental) 2.4.3. El rango de temperaturas utilizado fue de 300 a 450 °C, con incrementos de 50 °C entre cada ensayo.

En la Figura 4.26 se representan las gráficas de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ en doble escala logarítmica. Se puede observar que para un mismo valor de $\dot{\epsilon}$ los valores de tensión disminuyen con la temperatura y que además toman valores muy similares en ambos estados térmicos. Las pendientes de estas curvas $\dot{\epsilon}$ - σ , tienden a disminuir a 300, 350 y 400 °C en ambos materiales, mientras que a 450 °C se mantienen bastante constantes para todo el rango de velocidades de deformación.

El resumen de los valores de los exponentes de la tensión aparentes para las velocidades de deformación de 10^{-2} s^{-1} y 10^{-3} s^{-1} con las energías de activación aparentes para esas mismas velocidades a diferentes temperaturas de ensayo se muestran en la Tabla 4.6 para ambos estados térmicos iniciales. También se muestran los valores del exponente de la tensión aparente mínimo (n_{ap}^{\min}) para todas las temperaturas de ensayo con la velocidad de deformación a la que se registró.

Para los ensayos a temperaturas menores, los valores de n_{ap} son mayores que para temperaturas más elevadas. El exponente viene de valores altos a 300 °C y tiende a $n = 3$ a temperaturas en torno a 400 y 450 °C. Para cada temperatura, los valores de n_{ap} son menores para una velocidad de deformación menor, de tal manera que a 10^{-3} s^{-1} se registran menores valores de n_{ap} que a 10^{-2} s^{-1} , Tabla 4.6. En términos generales, para el tratamiento térmico T6 inicial, los valores tanto de n_{ap} como de Q_{ap} son algo menores. La relación entre los valores de Q para el magnesio y los que presenta esta aleación se detallará en el capítulo de discusión.

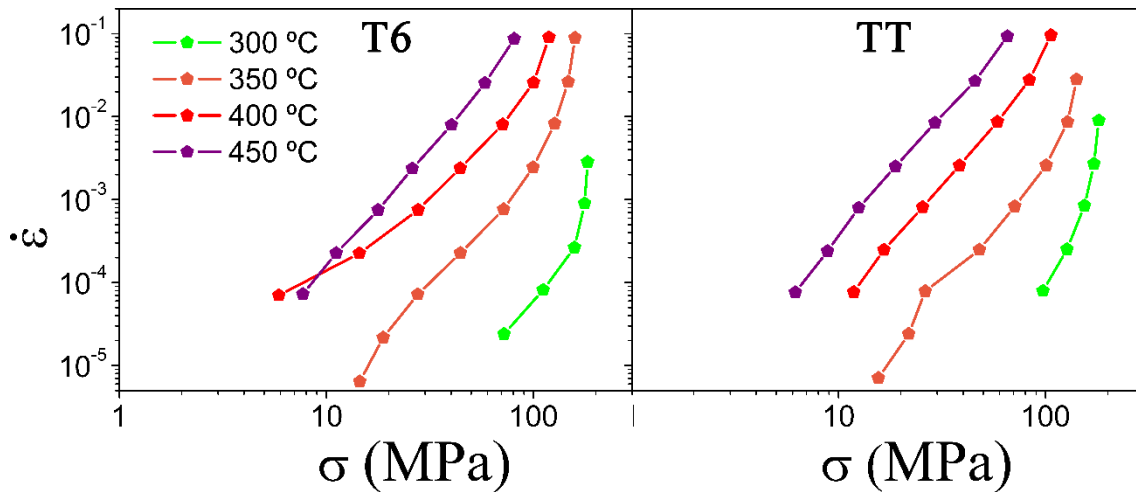


Figura 4.26. Gráficas en doble escala logarítmica de la relación de la velocidad de deformación y la tensión (pares $\dot{\epsilon}$ - σ) de 300 a 450 °C para WE54-T6 y WE54-TT.

Tabla 4.6. Valores de exponentes de la tensión aparentes (n_{ap}) a $10^{-2} s^{-1}$, $10^{-3} s^{-1}$ y mínimos así como las energías de activación aparentes (Q_{ap}) a 10^{-2} y $10^{-3} s^{-1}$.

	T (°C)	$n_{ap}^{10^{-2}}$	$n_{ap}^{10^{-3}}$	n_{ap}^{min}	$Q_{ap}^{10^{-2}}$ (kJ/mol)	$Q_{ap}^{10^{-3}}$ (kJ/mol)
WE54 T6	300	-	14,9	2,8 ($3 \cdot 10^{-5} s^{-1}$)	650	555
	350	6,0	2,9	2,5 ($3 \cdot 10^{-4} s^{-1}$)	220	163
	400	2,9	2,1	1,3 ($10^{-4} s^{-1}$)	113	102
	450	2,9	2,8	2,6 ($3 \cdot 10^{-4} s^{-1}$)	122	88
WE54 TT	300	22,2	7,7	4,3 ($10^{-4} s^{-1}$)	398	334
	350	6,7	3,1	2,7 ($10^{-4} s^{-1}$)	218	171
	400	3,0	2,79	2,8 ($10^{-3} s^{-1}$)	156	170
	450	2,8	3,1	2,8 ($10^{-2} s^{-1}$)	143	165

4.1.4.2.2. Material procesado por FSP

4.1.4.2.2.1. Ensayos a velocidad de travesaño constante

Todos los materiales procesados por FSP, en ambos estados térmicos iniciales y ambos soportes (acero y crio) fueron ensayados a una velocidad de travesaño constante inicial de $10^{-2} s^{-1}$. Las Figuras 4.27-4.28 muestran las curvas tensión-deformación (σ - ϵ) desde temperatura ambiente hasta 450 °C. Los parámetros mecánicos obtenidos de las curvas se muestran en las Tablas 4.7-4.8.

En primer lugar, la resistencia desde temperatura ambiente hasta 250 °C es superior en las probetas procesadas por FSP en comparación con las aleaciones iniciales. Esto es más evidente aun comparándolo con el material inicial en tratamiento térmico TT (Figura 4.25). Sin embargo, desde 150 °C hasta 250 °C la ductilidad disminuye en el caso de los materiales procesados en comparación con los materiales de partida. Esto apunta a la presencia de átomos en solución sólida a esas temperaturas como se explicará en el apartado de discusión.

Para unos mismos parámetros de procesado por FSP, no se observan grandes variaciones de la resistencia del material entre el estado T6 y TT para el soporte de acero. Lo mismo ocurre entre las condiciones T6 y TT en criogenizado. A temperaturas altas, en general, la resistencia disminuye con la temperatura, alcanzando el mínimo a 400 °C tanto en soporte de acero como en crio. A 400 °C, exceptuando los dos casos diferentes que son WTT_14_5 y WTT_10_5, la tensión comienza en valores por debajo de 20 MPa y aumenta durante el ensayo hasta una tensión en torno a 30 MPa. Esta tensión que se alcanza en todos los casos (menos las dos excepciones), podría ser indicativo de un crecimiento de grano para esa temperatura. A 450 °C la forma de las curvas cambia, dando un pico pronunciado de resistencia al inicio del ensayo y luego disminuyendo. La tensión de ese pico a 450 °C es superior a la tensión a 400 °C a pesar de que el ensayo sea a mayor temperatura. Este fenómeno ya apunta a un cambio de mecanismo de deformación que sucede entre estas dos temperaturas.

En general, los valores de la resistencia son similares, produciéndose una disminución en la tensión para las condiciones con menor IC. A temperaturas altas, las tensiones no muestran grandes diferencias entre las condiciones en soporte de acero y criogenizado.

En segundo lugar, en lo que concierne a la ductilidad, se observa un aumento en el rango de 300 a 400 °C (alta temperatura) para todas las condiciones de procesado exceptuando WTT_14_5 y WTT_10_5. En general se observan valores por encima del 100% desde 300 °C. Los valores de temperaturas superiores están muy por encima del 200% de alargamiento, valor a partir del cual se considera que la deformación es superplástica [6]. Asimismo, los valores de e_F máximos se alcanzan a 400 °C y están por encima de 750%. A 450 °C se observa un cambio en la tendencia del aumento de ductilidad y disminución de la tensión en casi todos los casos. Esto es indicativo de que a esa temperatura está sucediendo un cambio de mecanismo. Además, las topografías de

las probetas ensayadas a esta temperatura muestran morfologías muy distintas a las de temperaturas inmediatamente inferiores (Figura 4.16-4.21).

En resumen, los condiciones que presentan valores más destacables en cuanto a alargamientos son: la condición WT6_10_5_CRIO que a 300 °C obtiene un $e_F = 420\%$ y a 350 °C un $e_F = 512\%$, siendo la que presenta mayores alargamientos a esas temperaturas. Por otro lado, la condición más severa del estado T6, WT6_10_10_CRIO, presenta un $e_F = 440\%$ a 350 °C y la condición más severa del TT, WTT_10_10_CRIO un $e_F = 455\%$ a 350 °C.

La ventana de temperaturas en la que se producen alargamientos muy altos con tensiones más bajas tiende a ser más ancha en los materiales procesados en soporte criogenizado tanto TT como T6, lo cual pudiera relacionarse con las microestructuras más homogéneas generadas sobre dicho soporte. Este punto se explicará en detalle en el capítulo de discusión.

En las condiciones anómalas, WTT_14_5 y WTT_10_5 procesado en soporte de acero, los alargamientos son notablemente más bajos que para el resto de condiciones, incluso a 400 °C. Además, los valores de tensión para 300 y 350 °C son muy superiores a las del resto de materiales, especialmente en la condición WTT_10_5. Como se explicará más adelante, es probable que para estas dos condiciones no se haya activado el mismo mecanismo de deformación que en el resto de condiciones, puesto que ni la topografía de las superficies ensayadas ni los parámetros mecánicos siguen las mismas tendencias que en el resto de condiciones.

El hecho de que la resistencia disminuya de manera tan acusada y se produzca un notable aumento de la ductilidad del material con respecto a los materiales de partida indica que el procesado por FSP en este material genera un cambio en el mecanismo que opera durante la deformación.

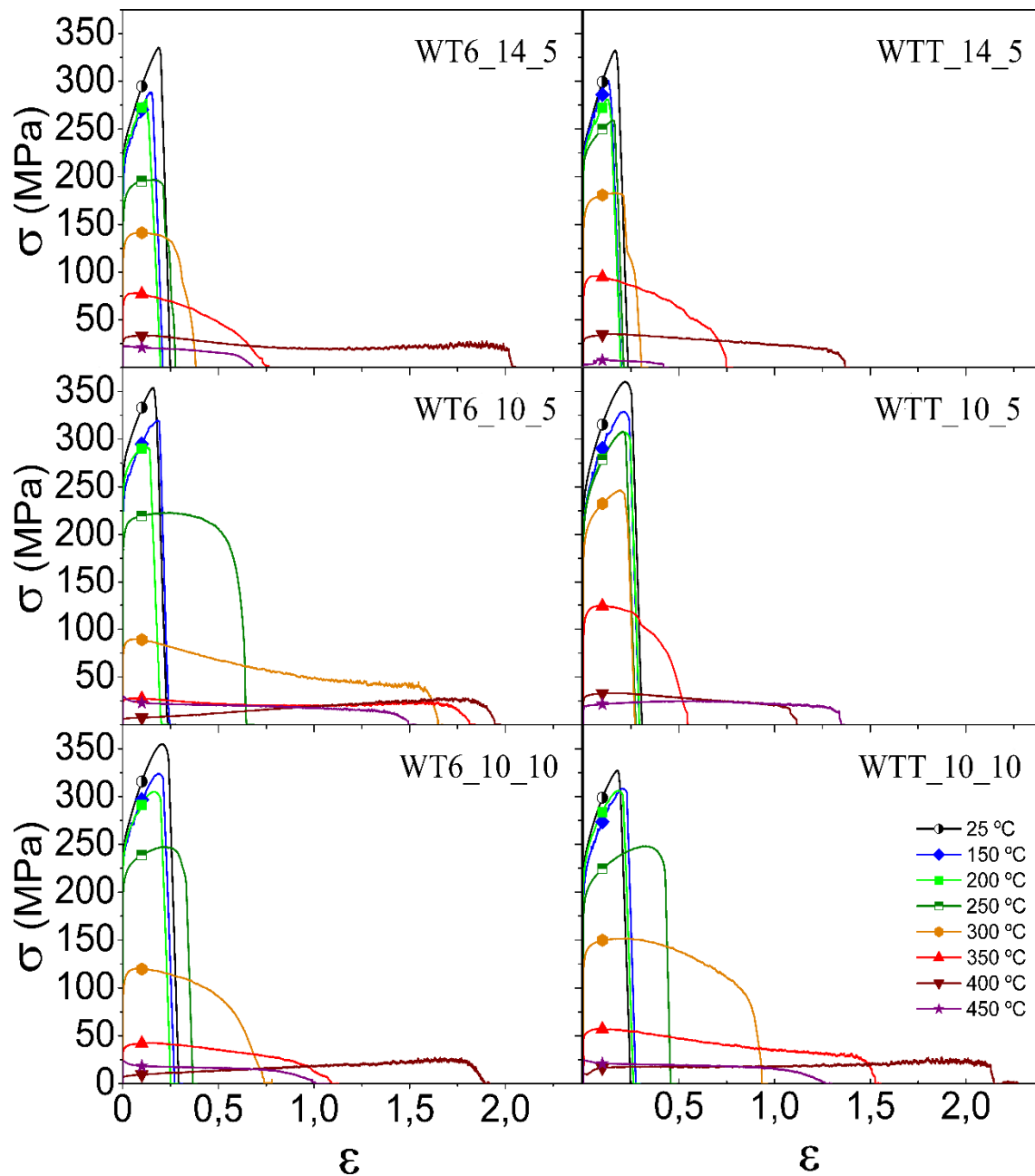


Figura 4.27. Curvas tensión-deformación de los ensayos a velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} desde temperatura ambiente hasta 450 °C de los materiales procesados por FSP en soporte de acero T6 y TT.

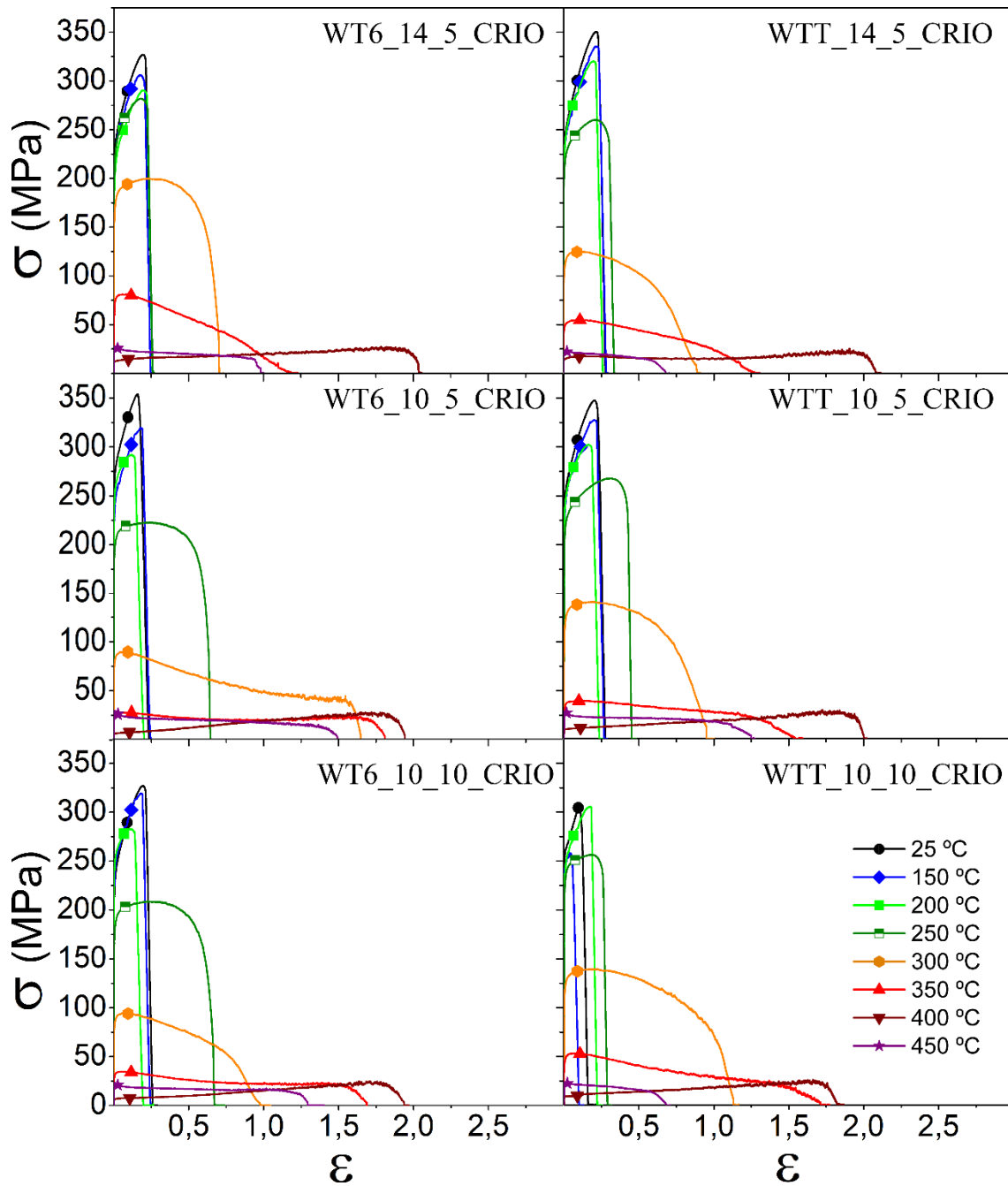


Figura 4.28. Curvas tensión-deformación de los ensayos a velocidad de deformación inicial de 10^{-2} s^{-1} desde temperatura ambiente hasta 450 °C de los materiales procesados por FSP en soporte criogenizado T6 y TT.

Tabla 4.7. Límite elástico ($\sigma_{0,2}$), resistencia máxima (σ_{\max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_F) a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación WE54-T6 procesada por FSP y ensayada en tracción a 10^{-2} s^{-1} .

Condición	T (°C)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	e_u (%)	e_F (%)
WT6_14_5	AMB	195	335	21	22
	150	165	288	15	17
	200	205	281	13	14
	250	146	197	18	24
	300	111	141	12	46
	350	63	78	7	107
	400	26	33	17	666
	450	21	22	2	98
WT6_10_5	AMB	220	336	19	24
	150	213	318	22	24
	200	218	312	21	24
	250	224	255	21	26
	300	138	140	8	61
	350	60	73	8	210
	400	12	17	69	664
	450	26	28	1	166
WT6_10_10	AMB	230	355	23	27
	150	223	324	21	24
	200	219	305	18	22
	250	194	247	23	39
	300	90	120	7	107
	350	32	43	14	198
	400	6	14	76	562
	450	22	24	1	169
WT6_14_5 CRIO	AMB	203	327	22	24
	150	194	306	20	23
	200	179	290	21	25
	250	195	282	20	25
	300	148	200	26	101
	350	60	81	6	226
	400	16	23	10	726
	450	20	23	3	222
WT6_10_5 CRIO	AMB	248	354	17	20
	150	213	282	13	14
	200	231	292	13	15
	250	179	223	27	89
	300	71	90	7	420
	350	23	28	7	512
	400	6	15	96	599
	450	29	30	0,4	345
WT6_10_10 CRIO	AMB	270	375	20	22
	150	209	319	19	21
	200	230	283	11	15
	250	159	209	25	94
	300	75	94	8	166
	350	26	35	7	440
	400	6	12	97	593
	450	22	23	0,6	265

Tabla 4.8. Límite elástico ($\sigma_{0,2}$), resistencia máxima (σ_{\max}), alargamiento uniforme (e_u) y alargamiento a rotura (e_F) a diferentes temperaturas de ensayo de la aleación WE54-TT procesada por FSP y ensayada en tracción a 10^{-2} s^{-1} .

Condición	T (°C)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	σ_{\max} (MPa)	e_u (%)	e_F (%)
WTT_14_5	AMB	211	332	18	20
	150	205	300	14	16
	200	201	281	13	15
	250	211	259	17	18
	300	142	183	19	23
	350	71	96	7	111
	400	27	35	14	292
	450	3	8	10	52
WTT_10_5	AMB	222	360	25	29
	150	202	329	24	27
	200	198	308	24	28
	250	195	308	23	25
	300	170	247	21	26
	350	87	124	10	72
	400	27	33	13	205
	450	17	25	77	281
WTT_10_10	AMB	215	327	20	22
	150	193	308	23	26
	200	206	306	20	23
	250	172	248	37	54
	300	116	152	25	154
	350	18	57	9	341
	400	9	18	97	756
	450	24	24	0,6	253
WTT_14_5 CRIO	AMB	209	350	24	27
	150	209	335	25	27
	200	204	320	22	24
	250	193	260	24	36
	300	96	125	8	143
	350	43	55	13	256
	400	13	18	15	703
	450	21	22	2	98
WTT_10_5 CRIO	AMB	222	347	23	27
	150	216	327	22	24
	200	221	302	18	21
	250	190	268	36	54
	300	100	140	20	158
	350	24	39	13	366
	400	10	15	90	640
	450	22	27	1	249
WTT_10_10 CRIO	AMB	239	305	11	13
	150	227	258	4	7
	200	214	305	19	20
	250	200	256	19	30
	300	105	139	20	210
	350	38	53	9	455
	400	8	16	95	519
	450	21	22	2	102

4.1.4.2.2. Ensayos con cambios en la velocidad de deformación

Se realizaron ensayos de tracción a rotura con cambios en la velocidad de deformación en el rango de temperaturas 300-450 °C para las 12 condiciones de procesado por FSP. En las Figuras 4.29-4.30 se muestran los pares $\dot{\epsilon}$ - σ extraídos de dichos ensayos. La pendiente de este tipo de curvas es el valor de n_{ap} , el cual es indicativo del mecanismo de deformación operativo durante la deformación a una determinada temperatura. Los valores de n_{ap} y Q_{ap} calculados a las velocidades de deformación de 10^{-2} s^{-1} y 10^{-3} s^{-1} se muestran en las Tablas 4.9-4.10. Junto a los parámetros anteriores, se muestran también los valores del exponente de la tensión aparente mínimo (n_{ap}^{min}), acompañado de la velocidad de deformación a la que fue obtenido.

Las curvas, que poseen una morfología sigmoideal en muchos casos, pueden tener pendientes altas en algunas zonas de la curva y pendientes bajas en otras, indicando que para una misma temperatura existen variaciones en el mecanismo de deformación según la velocidad de deformación. Un ejemplo puede apreciarse en la Figura 4.29 para la condición WTT_14_5 a 300 (sigmoideal) o 400 °C (pendiente constante). En general, se observa que las curvas de 300 °C tienen valores de tensión y pendientes más elevadas en comparación con el resto de curvas. A medida que la temperatura de ensayo aumenta, las tensiones para las mismas velocidades de deformación disminuyen, así como la pendiente de la curva. A 400 °C se aproxima a valores de una pendiente igual a 2. Esta evolución en este rango de temperaturas apunta a la activación del mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano. Por otro lado, a 450 °C, las curvas vuelven a aumentar su pendiente, así como los valores de tensión. En algunas ocasiones, este endurecimiento provoca que las curvas se crucen con las de temperaturas inferiores. Este cambio de comportamiento indica un cambio en el mecanismo de deformación. Un ejemplo claro de esto se encuentra en la Figura 4.30, para la condición WTT_10_5_CRIO.

En términos generales, a las menores temperaturas de ensayo se observan los mayores valores de $n_{ap}^{10^{-2}}$, que van disminuyendo hacia valores cercanos a 2 con el aumento de la temperatura. Los valores para $n_{ap}^{10^{-3}}$, en general, son menores respecto a los correspondientes a 10^{-2} s^{-1} aunque tienden a crecer a temperaturas superiores. Por ejemplo, para la condición WT6_14_5_CRIO, a 300, 350 y 400 °C los valores de $n_{ap}^{10^{-2}}$

son 5,0, 2,8 y 2,5 respectivamente. Para esa misma condición el $n_{ap}^{10^{-3}}$ es para 300, 350 y 400 °C, 2,7, 2,6 y 2,4 respectivamente.

En cuanto a los valores de n_{ap}^{min} , hay una disminución hacia valores cercanos a 2 con el aumento de la temperatura, alcanzando en general su mínimo a 400 °C y volviendo a aumentar ligeramente a 450 °C. Las velocidades de deformación donde son registrados estos mínimos varían, aunque en muchos casos se aprecia que n_{ap}^{min} a 400 °C se sitúa en velocidades de deformación superiores que a 450 °C.

Por otra parte, en lo concerniente a las energías aparentes de activación, los valores de $Q_{ap}^{10^{-2}}$ son, en general, más elevados a las temperaturas de ensayo más bajas. Esta observación se cumple en todas las condiciones excepto para las dos condiciones anómalas descritas en el apartado anterior, WTT_14_5 y WTT_10_5. Los valores de Q tienden a disminuir hasta 400 °C. A 450 °C, sin embargo, y, evidenciando de nuevo un cambio de mecanismo, los valores de Q_{ap} son negativos, lo cual carece de significado físico.

La discusión de los resultados mostrados en este capítulo se analizará en el siguiente capítulo, con el fin de conseguir establecer una relación entre los parámetros de procesado-microestructura-propiedades mecánicas, así como la determinación de los mecanismos de deformación que operan durante la deformación a las diferentes temperaturas.

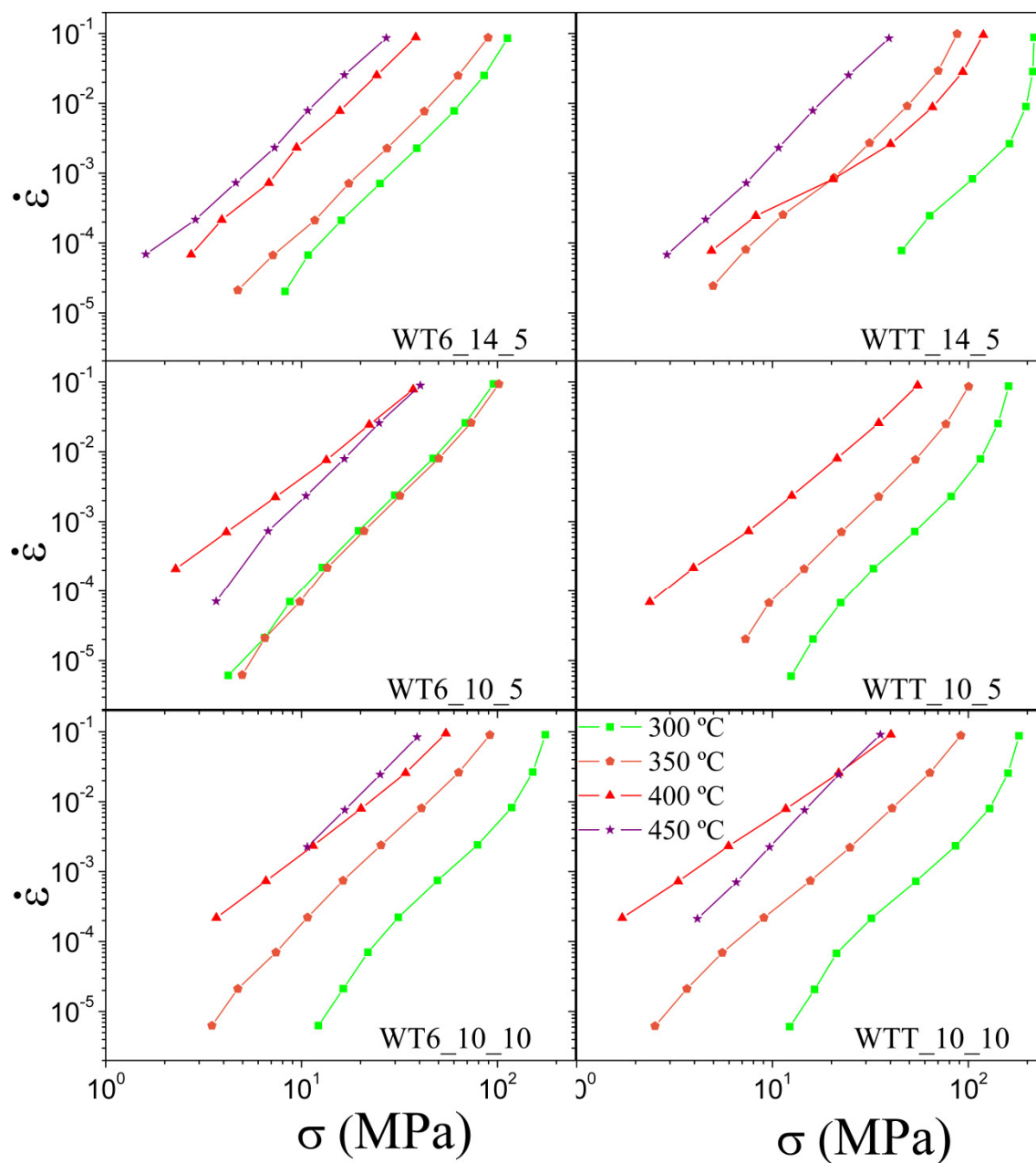


Figura 4.29. Figuras en doble escala logarítmica de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ para la aleación WE54 procesada por FSP en soporte de acero en el rango de temperaturas de 300-450 °C.

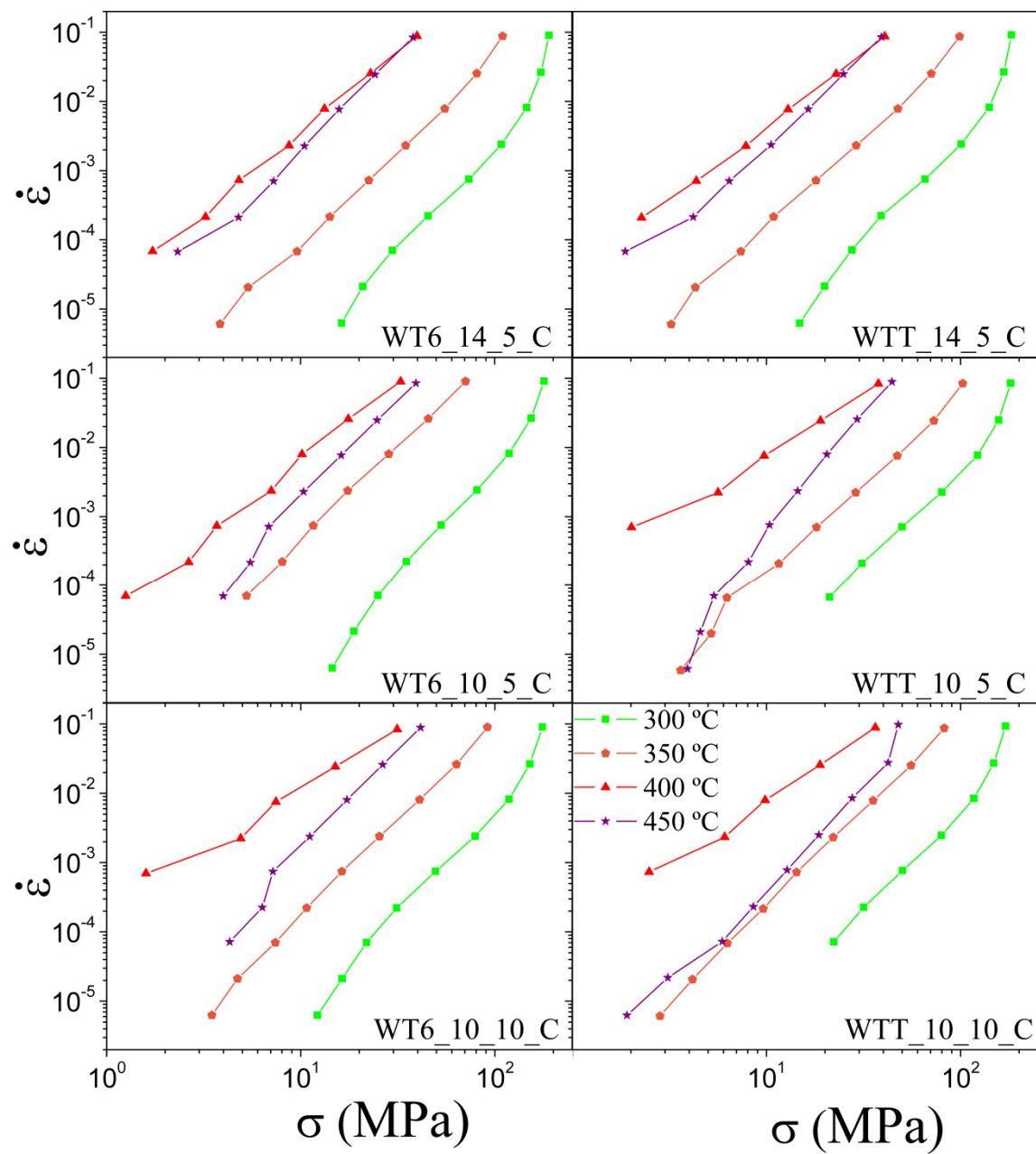


Figura 4.30. Figuras en doble escala logarítmica de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ para la aleación WE54 procesada por FSP en soporte de cobre criogenizado en el rango de temperaturas de 300-450 °C.

Tabla 4.9. Exponentes de la tensión aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} y mínimos así como las energías de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} a diferentes temperaturas de ensayo para la aleación WE54-T6 procesada por FSP. Al lado de cada valor de $n_{\text{ap}}^{\text{min}}$ se muestra, entre paréntesis, la velocidad de deformación a la que fue registrado.

Condición	T (°C)	$n_{\text{ap}}^{10^{-2}}$	$n_{\text{ap}}^{10^{-3}}$	$n_{\text{ap}}^{\text{min}}$	$Q_{\text{ap}}^{10^{-2}}$ (kJ/mol)	$Q_{\text{ap}}^{10^{-3}}$ (kJ/mol)
WT6_14_5	300	3,0	2,7	$2,7(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	55,0	51,0
	350	2,9	2,8	$2,5(10^{-4} \text{ s}^{-1})$	113,0	106,9
	400	2,5	2,6	$2,2(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	120,7	122,6
	450	2,9	2,6	$2,5(10^{-1} \text{ s}^{-1})$	75,9	69,1
WT6_10_5	300	2,9	2,8	$2,7(3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	-19,0	-18,3
	350	2,9	2,8	$2,7(3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	102,7	125,9
	400	2,2	2,0	$2,0(10^{-3} \text{ s}^{-1})$	84,3	81,3
	450	2,8	3,3	$2,6(10^{-1} \text{ s}^{-1})$	-60,0	-147,3
WT6_10_10	300	3,6	2,6	$2,6(10^{-3} \text{ s}^{-1})$	219,1	162,0
	350	2,6	2,8	$2,6(3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	141,3	169,7
	400	2,2	2,1	$1,7(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	66,6	124,7
	450	2,8	-	$2,8(3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	30,5	-
WT6_14_5 CRIO	300	5,0	2,7	$2,5(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	273,1	185,3
	350	2,8	2,6	$2,1(3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1})$	208,0	221,3
	400	2,5	2,4	$2,2(3 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1})$	109,6	94,7
	450	2,9	3,0	$1,6(10^{-4} \text{ s}^{-1})$	-52,3	-114,0
WT6_10_5 CRIO	300	3,7	2,8	$2,8(10^{-3} \text{ s}^{-1})$	303,0	247,8
	350	2,5	3,0	$2,5(10^{-2} \text{ s}^{-1})$	190,2	251,2
	400	2,6	2,3	$2,0(10^{-1} \text{ s}^{-1})$	47,9	40,9
	450	2,7	3,6	$2,2(10^{-4} \text{ s}^{-1})$	-114,7	-196,1
WT6_10_10 CRIO	300	3,6	2,6	$2,6(10^{-3} \text{ s}^{-1})$	219,1	162,0
	350	2,6	2,8	$2,6(3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	222,2	174,0
	400	2,1	-	$1,4(3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	63,7	-
	450	2,7	3,8	$1,6(10^{-4} \text{ s}^{-1})$	-200,2	-

Tabla 4.10. Exponentes de la tensión aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} y mínimos así como las energías de activación aparentes a 10^{-2} s^{-1} , 10^{-4} s^{-1} a diferentes temperaturas de ensayo para la aleación WE54-TT procesada por FSP. Al lado de cada valor de $n_{\text{ap}}^{\text{min}}$ se muestra, entre paréntesis, la velocidad de deformación a la que fue registrado.

Condición	T (°C)	$n_{\text{ap}}^{10^{-2}}$	$n_{\text{ap}}^{10^{-3}}$	$n_{\text{ap}}^{\text{min}}$	$Q_{\text{ap}}^{10^{-2}}$ (kJ/mol)	$Q_{\text{ap}}^{10^{-3}}$ (kJ/mol)
WTT_14_5	300	8,3	2,5	$2,4(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	660,8	236,9
	350	2,9	2,3	$2,0(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	98,56	117,0
	400	2,8	1,5	$1,5(10^{-3} \text{ s}^{-1})$	100,2	50,3
	450	2,9	2,7	$2,5(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	318,2	214,0
WTT_10_5	300	4,3	2,6	$2,5(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	199,5	138,2
	350	3,0	2,7	$2,7(10^{-3} \text{ s}^{-1})$	153,6	161,6
	400	2,4	2,0	$1,4(3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1})$	131,5	137,9
	450	-	-	-	-	-
WTT_10_10	300	3,8	2,4	$2,3(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	246,7	170,8
	350	2,6	2,3	$2,2(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	192,5	196,2
	400	1,8	1,9	$1,8(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	66,6	58,1
	450	2,9	2,8	$2,2(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	-65,0	-165,6
WTT_14_5 CRIO	300	4,6	2,5	$2,3(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	284,6	185,1
	350	2,7	2,4	$2,2(3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1})$	195,5	202,5
	400	2,2	1,9	$1,9(3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1})$	83,5	69,8
	450	2,7	2,6	$2,6(3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	-64,7	-93,5
WTT_10_5 CRIO	300	3,5	2,5	$2,5(10^{-3} \text{ s}^{-1})$	187,3	144,6
	350	2,6	2,6	$2,5(3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1})$	199,1	256,7
	400	2,0	1,3	$1,3(10^{-3} \text{ s}^{-1})$	57,8	25,6
	450	3,4	4,0	$3,0(10^{-2} \text{ s}^{-1})$	-218,4	-549,3
WTT_10_10 CRIO	300	3,8	2,6	$2,6(10^{-3} \text{ s}^{-1})$	259,4	185,7
	350	2,6	2,9	$2,6(10^{-2} \text{ s}^{-1})$	197,0	264,9
	400	2,1	1,3	$1,3(10^{-3} \text{ s}^{-1})$	15,8	4,5
	450	2,9	3,1	$1,9(3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1})$	-257,0	-418,5

4.2. DISCUSIÓN DE LA ALEACIÓN Mg WE54

Al igual que para el Al 2024, en este apartado se analiza, compara y discute detalladamente la relación del procesado por FSP con la microestructura y con las propiedades mecánicas de la aleación Mg WE54. En primer lugar, se justifica la elección de parámetros de procesado para los propósitos establecidos en esta tesis doctoral. En segundo lugar, se analizan las relaciones entre parámetros de procesado con la microestructura y, posteriormente, con las propiedades mecánicas obtenidas. Las correlaciones encontradas y deducciones derivadas de este estudio son de alto interés industrial y pueden ser aplicables a una cadena de producción actual.

4.2.1. Procesado por FSP

El objetivo principal de la presente tesis es mejorar las propiedades mecánicas de las aleaciones propuestas mediante el máximo afino de grano posible utilizando el procesado por FSP. Hay que tener en cuenta que en los procesos termomecánicos, una gran parte de la energía aportada en forma de trabajo se transforma en calor mientras que una pequeña parte pasa a incorporarse como energía interna del material mediante la formación de dislocaciones que pueden disponerse como celdas de dislocaciones y/o subgranos dependiendo del nivel de deformación impuesto [7].

4.2.2. Aspectos microestructurales

4.2.2.1. Relación tratamiento térmico - precipitación

Los precipitados de los materiales de partida T6 y de los tratados térmicamente (TT) fueron analizados por MEB. En general, los precipitados aumentan la resistencia del material en un grado que depende de su coherencia o incoherencia con la matriz, morfología y distancia entre sí. En el caso de la aleación WE54, los precipitados tienen en su mayoría morfologías lenticular o de plaquetas o *platelets* (Figura 4.5 a 280 °C, 72 h), cuadrangulares (Figura 4.5 a 280 °C, 2 h) o incluso globulares [8].

Los precipitados se forman durante los tratamientos térmicos correspondientes tal y como se explicó en el capítulo 3 para el Al 2024. Se parte de una solución sólida sobresaturada de los elementos aleantes en la matriz de magnesio al llevar el material a 525 °C y templando inmediatamente a temperatura ambiente [2]. Con el material en dicho

estado, se somete el material a temperaturas bajas o intermedias (dependiendo de la fase que se desee tener en la aleación) y tiempo, produciéndose la siguiente secuencia de precipitación (4.1) desde fases coherentes a incoherentes con la matriz:

Solución sólida sobresaturada (ssss) \rightarrow zonas de Guinier-Preston $\rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta$
(4.1)

Para los tratamientos térmicos realizados a temperaturas intermedias (apartado 4.1.3.2), existen varios parámetros que influyen en la dureza de las aleaciones de magnesio con tierras raras. Los elementos aleantes más comunes, como Al, Zn, tierras raras y Ag, tienen una alta solubilidad sólida y esta decrece mucho con el descenso de la temperatura, característica indispensable para ser elementos tratables térmicamente para obtener estados T4, T5 o T6 [9]. El Y y el Nd en solución sólida en la matriz de magnesio endurecen significativamente la aleación y según algunos autores hay una solubilidad parcial a todas las temperaturas, aunque sea en bajas proporciones, en esta aleación [10]. Algunos autores han mostrado que los mayores endurecimientos de esta aleación pueden ser alcanzados manteniendo estos elementos en solución sólida [2], mientras que otros han reportado que el endurecimiento principal de la aleación se consigue por su precipitación [3]. Los coeficientes de difusión de Y y Nd son en torno a un orden de magnitud menor que elementos como el Al, Zn y que la autodifusión del Mg. Las energías de activación de difusión de Y y Nd son también significativamente más bajas que las del Al y Zn por lo que las cinéticas de crecimiento de los precipitados están muy influenciadas con la temperatura [11].

Durante los tratamientos térmicos (Figura 4.22), la dureza baja bruscamente en la primera hora de tratamiento para 280 °C y en las primeras 2 horas para 200 °C. Este descenso se produce porque una gran proporción de los elementos aleantes se encontraba endureciendo el material por solución sólida en el T6 de partida. A medida que el tiempo de tratamiento aumenta, los precipitados van evolucionando a fases incoherentes con la matriz y van aumentando también su tamaño y distancia. Esto supone un aumento en la dureza, aunque al tener un λ_p superior al estado T6 inicial, no llegan a alcanzar los mismos valores de dureza. Este engrosamiento de finos precipitados se puede observar en las micrografías de SEM (Figura 4.5). En esta figura, a 200 °C se produce una precipitación de precipitados finos, muy próximos entre ellos, mientras que a 280 °C se pasa

directamente a fases distintas que engrosan más y tienen mayor λ_p . Por ello las durezas a 200 °C son superiores en todos los tiempos de tratamiento térmico respecto de 280 °C.

Algunos autores [12], han reportado que durante las primeras dos horas de tratamiento térmico de envejecimiento la temperatura no juega un papel relevante, pero que, en contraste, a mayores tiempos de tratamiento hay una fuerte influencia de la temperatura. Por ejemplo, en tratamientos térmicos a 150 °C, existe un engrosamiento progresivo de la fase β'' , mientras que, a 210 °C de temperatura de tratamiento, se produce el paso de β'' a β' . Esto significa que la morfología, y evolución de los precipitados puede variar, dependiendo de la fase o cambio de fase, tal y como se ha observado en los experimentos de esta tesis.

Por último, en los tratamientos térmicos realizados a temperaturas altas se llevó al material a temperaturas inferiores a la de solubilización total (525 °C durante 8 h) con una rampa de enfriamiento muy lenta de 16 °C/h. Con estos tratamientos se consiguieron precipitados grandes y distantes por lo que la dureza descendió al mínimo medido en este trabajo.

Al igual que en el Al 2024, la influencia de los precipitados en las propiedades mecánicas del material es especialmente importante a temperatura ambiente, donde los precipitados son térmicamente estables. Durante el procesado por FSP los materiales de partida sufren procesos de disolución y reprecipitación. Por tanto, su influencia ha sido estudiada mediante ensayos de dureza por ultramicroindentación a temperatura ambiente tras el procesado por FSP y en los materiales de partida. Los aspectos que influyen en la dureza fueron desarrollados en el apartado 3.2.2.1 de la discusión del Al 2024.

Los valores de dureza de los materiales de partida presentan diferencias según el tratamiento térmico T6 y TT (Tabla 4.4). La dureza del estado T6 supera en un $\sim 30\%$ a la del tratamiento térmico TT debido a que la distancia entre precipitados es mucho menor ($H \propto 1/\lambda$).

El procesado por FSP es heterogéneo y genera zonas con distintos estados de precipitación, tamaños de grano, textura, etc. En las Figuras 4.23-4.24 se muestran los valores de dureza para los materiales en estado T6 y TT procesados por FSP. En general, en la zona batida (SZ) se encuentran los valores máximos de dureza. En esta zona es donde el material tiene un tamaño de grano más fino y donde se han introducido mayores

deformaciones. Por otro lado, se observa un gradiente decreciente de durezas hacia las zonas TMAZ a la HAZ, especialmente en el estado TT, donde la dureza disminuye hacia valores cercanos al de partida.

En primer lugar, tanto en soporte de acero como en criogenizado, la dureza aumenta con el descenso del IC (Figura 4.23) y, por tanto, con la disminución del tamaño de grano (Figuras 4.9-4.10). El tamaño de grano medio, que se encuentra por debajo 1 μm en muchas de las condiciones (Tabla 4.2), causa un endurecimiento importante en esta aleación. Así, las dos condiciones de mayor dureza son WT6_10_5_CRIO y WT6_10_10_CRIO que coinciden con bajos valores medios de tamaños de grano, 810 y 880 nm respectivamente.

Por otra parte, el mayor aporte calorífico permite una precipitación más extensa que a menores valores de IC. Esto quiere decir que en las zonas que sólo están térmicamente afectadas, la dureza es menor para las condiciones con mayor IC. En la condición WT6_14_5, se observa que fuera de la zona SZ la dureza disminuye ya que un mayor aporte de calor de procesado junto a la baja conductividad térmica del magnesio hace que los precipitados engrosen y aumente λ_p .

En resumen, un menor tamaño de grano ha permitido alcanzar valores de dureza máximos. Los valores son casi un 30% superiores a los del tratamiento térmico de partida T6. Para el tratamiento térmico TT el aumento es de un 85%, pasando de 0,62 GPa, hasta valores por encima de 1,10 GPa.

4.2.2.2. Tamaño y desorientación de grano/subgrano

En la Figura 4.31 se muestran los valores del D_F medio para cada condición de procesado por FSP obtenidos de los análisis de EBSD (Tabla 4.2) frente al correspondiente valor de IC.

En general hay tendencia a una disminución del tamaño de grano con el aumento de la severidad del procesado, pero no es tan evidente como en el aluminio. Tal y como se ha descrito por algunos autores, al igual que por este grupo de investigación anteriormente, el tamaño de grano de las aleaciones de magnesio procesadas por FSP tiende a crecer drásticamente con el calor producido por fricción durante el paso de la herramienta [13,14]. Esto quiere decir que, en el caso del magnesio, incluso mediante condiciones

muy severas o utilizando el soporte criogenizado, no se llegan a alcanzar tamaños de grano tan pequeños como en el aluminio (apartado 3.2.2.2). También, cabe decir que la condición más severa con las que se consiguió procesar el Al 2024 tiene 1/4 del IC que la condición más severa para el Mg WE54. Lo máximo que se consiguió afinar la microestructura para la misma condición (1000 mm/min y 1000 rpm) fue 360 nm en Al 2024 y 870 nm en Mg WE54. Ambos suponen tamaños de grano nanométricos aunque se nota la diferencia en el afino de grano para los dos casos.

Para interpretar los tamaños de grano con respecto al IC se han analizado los histogramas de tamaños de grano (Figura 4.11). En las figuras se observa que cuanto más cálida es la condición (líneas rojas) más ancha es la distribución de las poblaciones. En la Figura 4.32 se muestra en detalle la diferencia entre dos condiciones utilizadas en el presente trabajo con valores de IC mínimo y máximo sobre soporte criogenizado. La línea roja muestra un IC de casi 4000 ($\text{rpm}^2/(\text{mm}/\text{min})$) mientras que la línea azul se corresponde con una condición con un IC en torno a 1000 ($\text{rpm}^2/(\text{mm}/\text{min})$). En ambas hay presencia de granos muy finos mientras que sólo en la condición más cálida (línea roja en la Figura 4.32) hay presencia de granos de mayor grosor (2,5-3,6 μm). Esto quiere decir que en las condiciones de mayor IC algunos granos han crecido, especialmente a costa de otros, incluso cuando se procesa sobre el soporte criogenizado. Teniendo en cuenta los soportes, y para iguales valores de IC, las poblaciones de las muestras en soporte criogenizado son más finas y homogéneas. Es decir, el histograma se sitúa hacia menores valores y las distribuciones son más estrechas. Esto es especialmente apreciable en las condiciones más severas (líneas azules). Comparando los tratamientos térmicos, T6 y TT, no se aprecian diferencias notables, lo cual nos indica que no hay una fuerte influencia del estado de precipitación en el tamaño de grano generado durante el procesado.

En general, debido a la fuerte cinética de crecimiento de grano del magnesio con la temperatura, los granos crecen rápidamente incluso en condiciones muy severas. En las condiciones de mayor IC, la distribución de tamaños de granos puede ser bimodal o incluso trimodal, heterogénea. Para condiciones con menor IC o en soporte con rápida extracción de calor, los tamaños de grano tienen menos diferencia entre gruesos y finos. Esto significa que la microestructura es más homogénea y fina en general. Los tamaños de grano más finos medidos por EBSD en estas condiciones fueron entre 0,8-0,9 μm

(Tabla 4.2), mientras que las de partida tenían tamaños de 100-200 μm (Figura 4.4a). El procesado fue, por tanto, muy efectivo en el afino microestructural.

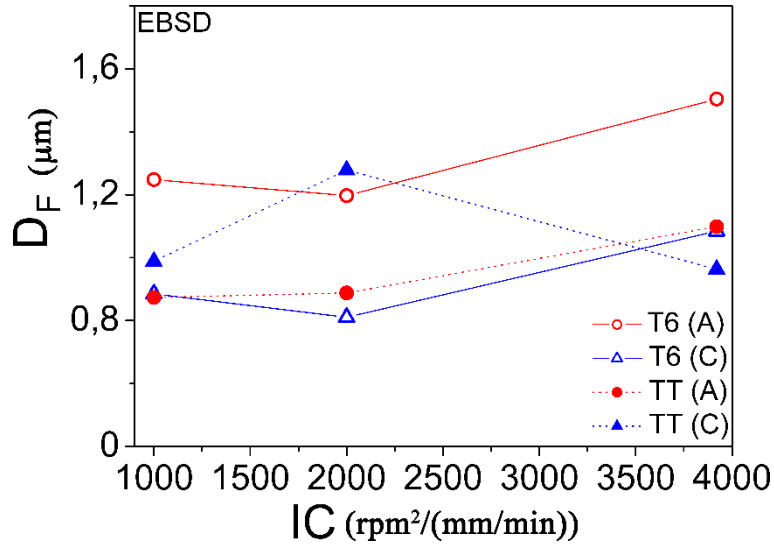


Figura 4.31. Relación entre el IC del procesado por FSP en Mg WE54 y el diámetro de Feret obtenido en el análisis mediante EBSD.

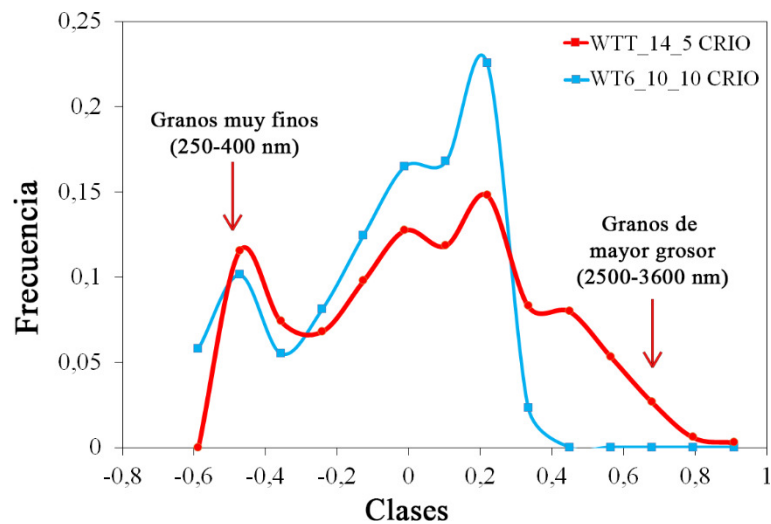


Figura 4.32. Dos histogramas superpuestos de dos condiciones con valores de IC mínimo y máximo en soporte criogenizado. La línea roja representa el IC máximo de casi 4000 ($\text{rpm}^2/(\text{mm}/\text{min})$) mientras que la línea azul se corresponde con una condición con un IC en torno a 1000 ($\text{rpm}^2/(\text{mm}/\text{min})$). Clases definidas como $\log(D_F)$, D_F en μm .

Tal y como se discutió para el caso del Al 2024, en los procesos de formación de la microestructura en el procesado por FSP, pueden formarse subgranos y/o granos de unos pocos nanómetros. Posteriormente, con mayor deformación y/o temperatura, aumenta la desorientación y el subgrano se transforma paulatinamente en grano. A todo ese proceso se le conoce como restauración dinámica (DRV) y es típico en materiales con alta energía de falta de apilamiento como el aluminio [15,16]. No obstante, las aleaciones de magnesio poseen menor energía de falta de apilamiento que el aluminio, siendo además el Y el elemento aleante que causa una mayor disminución [17]. Por esta razón, podrían verse facilitados procesos de recristalización dinámica (DRX) durante el procesado por FSP [18,19]. Sin embargo, otros autores han reportado que debido a la diferencia de tamaño entre los átomos de las tierras raras y el Mg (más de un 10%), dichos elementos tienden a segregarse hacia las fronteras de grano. Así, se ha sugerido que esta segregación puede ser responsable de la supresión de la recristalización dinámica (DRX) en las aleaciones de Mg-Y [20]. Dicha segregación se observó para esta aleación en la Figura 4.3 del material de partida y especialmente en la Figura 4.6 (después de tratamientos térmicos) donde las fronteras de grano se encuentran repletas de precipitados.

4.2.3. Propiedades mecánicas a temperaturas intermedias y altas. Determinación de los mecanismos de deformación

Además de los mecanismos de deformación descritos para el Al 2024, $n = 2$, $n = 5$ y $n = 8$, en aleaciones con alto contenido de solutos en la red se puede manifestar el mecanismo de arrastre de solutos o "*solute drag*", con un valor de $n = 3$, el cual no presenta una dependencia con el tamaño de grano. Así, al deformar el material, las dislocaciones pueden anclarse a solutos o viceversa, si la velocidad de las dislocaciones se aproxima a la de la difusividad de los aleantes en la matriz metálica. Dentro de este mecanismo existen una serie de particularidades para temperaturas intermedias y altas. Para las primeras, normalmente no se observa una disminución del límite elástico ni un aumento de ductilidad con el aumento de la temperatura tan evidente como en otros mecanismos controlados por movimiento de dislocaciones [21]. Otra de las características asociadas a este mecanismo es la posible presencia de envejecimiento dinámico o "*DSA*" (dynamic strain ageing), que se manifiesta como una forma serrada en la curva σ - ϵ durante la deformación plástica [22]. A elevadas temperaturas, por el contrario, no se

suele observar DSA pero si un punto de límite elástico superior (*upper yield point*). Además, la forma de la curva σ - ε puede presentar un descenso sostenido de la tensión acompañado de ductilidades moderadas e incluso altas para un mecanismo de movimiento controlado por movimiento de dislocaciones [23,24].

Tal y como se explicó para el Al 2024, en materiales con tamaños de grano inferiores a 15 μm , de morfología equiaxial y altamente desorientados, puede activarse el mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano (DFG). Este mecanismo se activa en un rango de velocidades de deformación y temperaturas en las que se producen fenómenos de superplasticidad (ventana superplástica).

La aleación de magnesio WE54 es un material con gran fracción de átomos de elementos aleantes por lo que los mecanismos de deformación esperables a alta temperatura son movimiento de dislocaciones a subestructura constante ($n = 8$), deslizamiento de dislocaciones con formación de subestructura dependiente de la tensión ($n = 5$) o arrastre de solutos ($n = 3$). Se podría pensar que debido a la cantidad de solutos siempre presentes en esta aleación tanto a temperaturas intermedias como a altas opere un mecanismo de arrastre de soluto ($n = 3$). Sin embargo, la fina microestructura de los materiales procesados por FSP, Tabla 4.2, y su morfología equiaxial generada junto con altas desorientaciones (Figuras 4.14-4.15), podrían hacer posible que el mecanismo de $n = 2$ (DFG) opere en una ventana de temperaturas y velocidades de deformación específicas.

4.2.3.1. Mecanismos de deformación: Material de partida

Para un mejor análisis de los datos se va a dividir la discusión de esta parte en temperatura baja-intermedia y alta. En primer lugar, analizando los ensayos a rotura a 10^{-2} s^{-1} (Figura 4.25) a temperaturas bajas-intermedias (150-250 °C), se observa que para el estado T6 y TT no hay una disminución significativa de la tensión entre los tres ensayos. De hecho, el límite elástico ($\sigma_{0,2}$) aumenta su valor de 226 a 252 MPa entre 150 y 200 °C para el T6 y no disminuye apenas para el TT (Tabla 4.5). Esta menor dependencia de la disminución del límite elástico y de la tasa de endurecimiento con la temperatura respecto a otros mecanismos de deformación es típico del mecanismo de arrastre de soluto ($n = 3$) [21]. Además, los valores de alargamiento tampoco aumentan significativamente entre 150, 200 y 250 °C, por ejemplo, para el estado T6, siendo los alargamientos a fractura 10-

17-13%, respectivamente. Aunque este parámetro por sí solo no confirma la operación de este mecanismo, está en consonancia con el mecanismo sugerido de arrastre de soluto.

A elevadas temperaturas, 400 y 450 °C (Figura 4.25), las curvas de tracción presentan un pico de tensión, tanto en T6 como en TT de partida, seguido de un ablandamiento continuo o endurecimiento negativo. Esto podría suponer una prueba más de la operación del mecanismo de $n = 3$ [25]. Además, los n_{ap} calculados (Tabla 4.6) para esas temperaturas tienen valor en torno a 3, con valores muy altos a menores temperaturas. Por otra parte, los alargamientos a fractura son moderados-altos comparado con lo típicamente observado en mecanismos de movimiento de dislocaciones, y son coherentes con un mecanismo de $n = 3$, o sensibilidad a la velocidad de deformación $m = 0,33$, que permite al material deformar plásticamente con una mayor estabilidad hasta la rotura que con $n = 5$ u 8 [26,27]. Asimismo, algunos estudios han reportado que la presencia de Y en la red de magnesio aumenta la ductilidad considerablemente, ya que activa más fácilmente el deslizamiento en los planos piramidales $\langle c+a \rangle$ durante la deformación [5].

En la Figura 4.33 se muestran los datos de tensión compensados por el módulo de Young a cada temperatura (σ/E) [28] frente a velocidad de deformación compensada por el coeficiente de autodifusión en la red ($\dot{\epsilon}/D_R$) obtenidos de los ensayos de tracción uniaxial a temperaturas altas con cambios en la velocidad de deformación para el magnesio puro [29,30] y para las aleaciones de partida en estado de precipitación T6 y TT.

Para el magnesio puro se distinguen dos zonas para las curvas $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$, una región con valor de $\dot{\epsilon}/D_R < 10^{13} \text{m}^{-2}$ (ley potencial) donde los datos se ajustan a una recta de pendiente de ligeramente superior a $n = 5$ y otra región de valores de $\dot{\epsilon}/D_R > 10^{13} \text{m}^{-2}$ en los que la pendiente aumenta progresivamente con el aumento de la velocidad de deformación y/o tensión (fin de la ley potencial o power-law breakdown, PLB).

En la Figura 4.33 se observa que los valores de la tensión son superiores para el Mg WE54 de partida (T6 y TT) comparado con el Mg puro para un mismo valor de $\dot{\epsilon}/D_R$, por lo que es más resistente a las temperaturas ensayadas, como corresponde a una aleación frente a su metal puro. Los valores de $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para el estado T6 son muy similares a los del estado TT. Esto indica que no hay una gran influencia de la disposición de los precipitados en cuanto a la resistencia a alta temperatura y que la concentración de

solutos es muy similar a estas temperaturas. Entre 300 y 350 °C las pendientes comienzan en valores en torno a 5 a altas velocidades de deformación y disminuyen con la disminución de la velocidad de deformación hacia 3, lo que indica que está operando el mecanismo de deformación de arrastre de soluto. A muy alta temperatura la pendiente disminuye ligeramente, el material ablanda y tiende al comportamiento del magnesio puro por la intensa disolución de precipitados y la alta difusividad de los solutos.

Resumiendo, todas las evidencias apuntan a un mecanismo de deformación por arrastre de solutos (en las condiciones de la Figura 4.33) y no a un mecanismo de $n = 8$. El hecho de que los diferentes estados de precipitación de partida no influyan significativamente en la resistencia como se observa en la Figura 4.26, está en línea además con la definición de este mecanismo (Ecuación 1.5). De hecho, la ecuación constitutiva correspondiente al arrastre de soluto no considera parámetros de distancia entre precipitados (λ_p) ni el tamaño de grano (L) como sí ocurre en otros mecanismos.

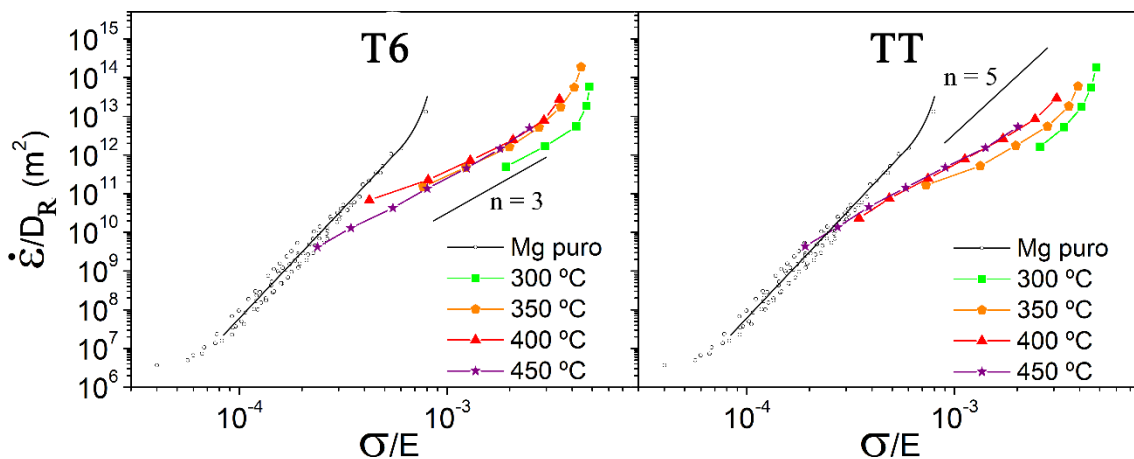


Figura 4.33. Pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ de los materiales de partida de WE54 en estado T6 y TT y del magnesio puro [29,30].

4.2.3.2. Mecanismos de deformación: material procesado por FSP

Las microestructuras muy finas en materiales metálicos son inestables a alta temperatura. No obstante, teniendo en cuenta las microestructuras muy finas obtenidas por FSP en Mg WE54 (Tabla 4.2), se espera un comportamiento superplástico por la activación del mecanismo de DFG en un amplio abanico de condiciones y temperaturas al igual que en el caso del Al 2024 siempre que la microestructura se mantenga. Sin embargo, debido a la gran anisotropía de los materiales hexagonales en comparación con materiales cúbicos, la inestabilidad microestructural y mecánica en esta aleación es

marcadamente más compleja y acentuada que en el caso del Al 2024. Por esa razón podemos observar la superplasticidad a temperaturas menores de lo habitual a alta velocidad de deformación en ciertas condiciones y no en todas. Para una mejor comprensión de los factores que condicionan fuertemente la temprana o tardía activación del mecanismo de DFG en aleaciones de base Mg hay que tener en cuenta estos dos aspectos:

1. Las tensiones críticas de cizalla resueltas (CRSS) para cada sistema de deslizamiento (basal, piramidal y prismático) y para el maclado, dependen principalmente de la temperatura y de los elementos aleantes. El esquema resumen de las tensiones críticas de cizalla resueltas (CRSS) respecto a la temperatura para aleaciones de magnesio se muestran en la Figura 4.34 [31,32]. Para temperaturas intermedias (200-300 °C), el CRSS de los sistemas prismático y piramidal es alto (~ 40 MPa para el prismático y ~ 30 MPa para el piramidal a una $\dot{\epsilon}$ de $\sim 10^{-2} \text{ s}^{-1}$). Esto supone que se impide la activación de los dos mecanismos citados durante la deformación, tanto para procesos de acomodación entre granos (en $n = 2$) como a través del material (en $n = 3$). Por tanto, independientemente del mecanismo de deformación activo, las dislocaciones se moverán con mayor facilidad en los planos basales. Sin embargo, a 400 °C, los CRSS para todos sistemas de deslizamiento están en el mismo orden de magnitud lo que favorece la activación de todos ellos por igual favoreciendo un aumento en la ductilidad (Figura 4.34).
2. Esta aleación posee un gran volumen de precipitados en las fronteras de grano [33], lo cual puede impedir o dificultar la activación del mecanismo de DFG especialmente a temperaturas intermedias. La razón es que suponen un obstáculo para el deslizamiento de unos granos con respecto a otros. Por otra parte, a elevadas temperaturas, existe una mayor disolución de precipitados, lo cual reduce la fracción de precipitados en las fronteras de grano y en este caso, facilitaría el deslizamiento de granos. También influirá el hecho de que, a menor tamaño de grano, se tiene más densidad de fronteras de grano y menor fracción de precipitados por frontera. En general, la adición de tierras raras en aleaciones de magnesio causa mejoras claras como mayor aleatorización de la microestructura, mayor resistencia del material o mejores ductilidades, pero también sistemas complejos de comportamiento [1,5,34].

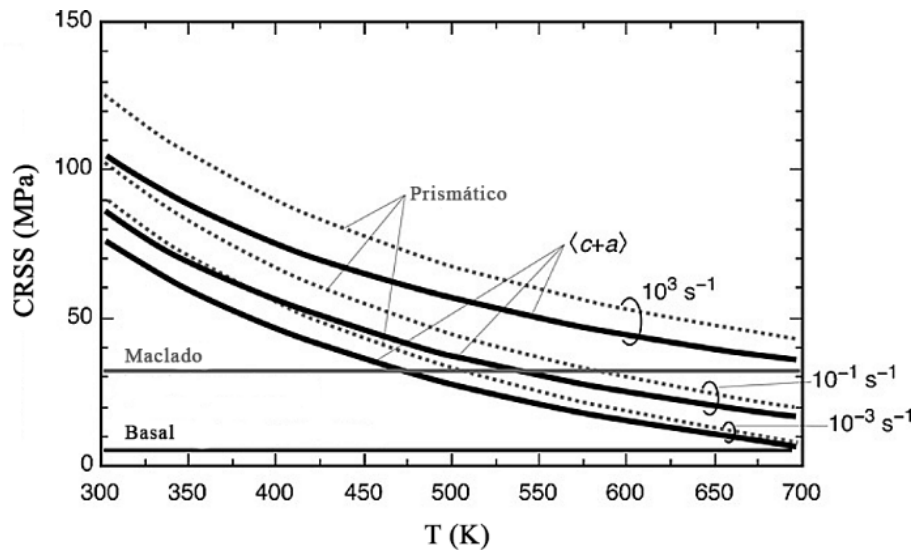


Figura 4.34. Esquema de las tensiones críticas de cizalla resueltas (CRSS) respecto a la temperatura para las aleaciones de magnesio. Figura adaptada [31,32].

En las Figuras 4.35-4.36 se muestran los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ para todos los materiales procesados por FSP, los materiales de partida (T6 y TT) y para el Mg puro ensayados entre 300 y 450 °C. En primer lugar, se observa que a estas temperaturas los materiales procesados son más blandos que los materiales T6 y TT de partida e incluso hasta más blandos que el Mg puro.

En general, a las temperaturas de 300-350 °C, para ambos soportes, las tensiones se mantienen bastante constantes con el descenso del IC. A 300 °C, la curva tiende a entroncarse con los valores del Mg puro a valores bajos de $\dot{\epsilon}$. El intenso afino de la microestructura con el procesado por FSP causa que ya desde 300 °C el material tienda a ablandar en la zona central de la curva, presentando una menor pendiente. Sin embargo, a esta temperatura, el material se encuentra en transición desde un mecanismo de $n = 3$ hacia $n = 2$. En las Figuras 4.35-4.36, se observa cómo las curvas de 300 °C no están afectadas por el tamaño de grano en cuanto a los valores de la tensión. Es decir, ni el IC ni el soporte afectan a la resistencia. En general, esto se relaciona con un comportamiento en el que aún está controlando un mecanismo de $n = 3$. Esto no quiere decir que no exista activación y/o contribución parcial del mecanismo de DFG. Se ha observado algunas excepciones a 300 °C en las que los valores de tensión son ligeramente diferentes a la mayoría de condiciones. En el estado T6, para las dos condiciones con mayor IC y en soporte de acero (WT6_14_5 y WT6_10_5), la curva presenta valores de tensión más bajos que todos los demás casos. En contraposición, en la condición con mayor IC del

estado TT en acero (WTT_14_5) los valores son ligeramente superiores a los de todas las demás condiciones. El motivo de este ablandamiento de las condiciones T6 y del ligero endurecimiento en la TT se encuentra en la naturaleza de la microestructura y en la inestabilidad microestructural. En la Figura 4.9 se aprecia cómo en las dos condiciones T6 la distribución de tamaños de granos es marcadamente bimodal. De igual manera se observa en la Figura 4.10 para la condición TT. Esto significa que existe una inestabilidad añadida por la presencia de granos muy finos junto a otros muy gruesos. En los casos de las T6 más blandas, los granos finos han deformado por DFG contribuyendo a la disminución de las tensiones. Sin embargo, en la condición TT, los granos muy finos pueden haber sido absorbidos rápidamente en el proceso de crecimiento de grano durante el ensayo y por tanto el mecanismo de DFG tiene menor contribución, presentando mayores tensiones.

A 350 °C, las curvas de las Figuras 4.35 y 4.36 presentan pendientes más bajas y constantes a lo largo de la curva respecto a 300 °C, con valores similares entre las distintas condiciones. Comparando en detalle las condiciones sobre soporte de acero y criogenizado, existe una tendencia a menores tensiones para iguales valores de IC. Por ejemplo, en la condición de IC intermedio WT6_10_5 se observan mayores valores de la tensión que para la misma condición en soporte criogenizado, WT6_10_5_CRIO. Este comportamiento es coherente con un mecanismo de $n = 2$ en el cual un menor tamaño de grano proporciona menores tensiones (Ecuación 1.3).

Las curvas de los ensayos a 400 °C son, en general, las menos resistentes y de menor pendiente de la curva. Son curvas características de deformación superplástica a pesar de la alta temperatura que provoca un claro crecimiento de grano durante el ensayo (Figuras 4.16-4.21 a 400 °C). Por una parte, el mecanismo de DFG necesita de acomodación para evitar incompatibilidades plásticas. Esta acomodación funciona por movimiento de dislocaciones. Como los CRSS de los sistemas de deslizamiento prismático y piramidal disminuyen a 400 °C (Figura 4.34) igualándose con el basal, todos los sistemas de deslizamiento se ven igualmente favorecidos para proporcionar una correcta acomodación durante la deformación superplástica. Por otra parte, los precipitados presentes en las fronteras de grano se disuelven de manera considerable a 400 °C, facilitando el deslizamiento.

A 450 °C las pendientes crecen y los valores de la tensión aumentan cruzando al resto de curvas (por ejemplo, WTT_10_5_CRIO en Figura 4.36). La tensión aumenta a causa de un cambio de mecanismo de deformación, hacia uno más endurecedor de movimiento de dislocaciones, en este caso por arrastre de soluto ($n = 3$). Así, en ese punto queda marcado el final de la ventana superplástica en temperatura. Dicho cambio de mecanismo es consecuencia de un repentino crecimiento de grano a alta temperatura tal y como se puede observar en las topografías tras los ensayos a rotura (por ejemplo, Figura 4.19 a 450 °C). Este efecto se observa de igual manera para el Al 2024 (apartado 3.2.2.2).

Para el correcto análisis del comportamiento superplástico en una ventana de velocidades de deformación y temperaturas de ensayo concretas, se analizarán en detalle los alargamientos a fractura en los ensayos de tracción uniaxial, las tensiones máximas (UTS) alcanzadas y los exponentes de la tensión junto a los valores de energías de activación asociadas. Para todos estos parámetros existen unos valores que definen la superplasticidad de un material mediante el mecanismo de DFG y otros para la deformación mediante el mecanismo de movimiento de dislocaciones. En aluminio esta diferencia es marcada. Sin embargo, para la aleación de magnesio WE54, como se verá, los límites se encuentran algo más difusos con contribución de ambos mecanismos en una transición entre $n = 2$ y $n = 3$.

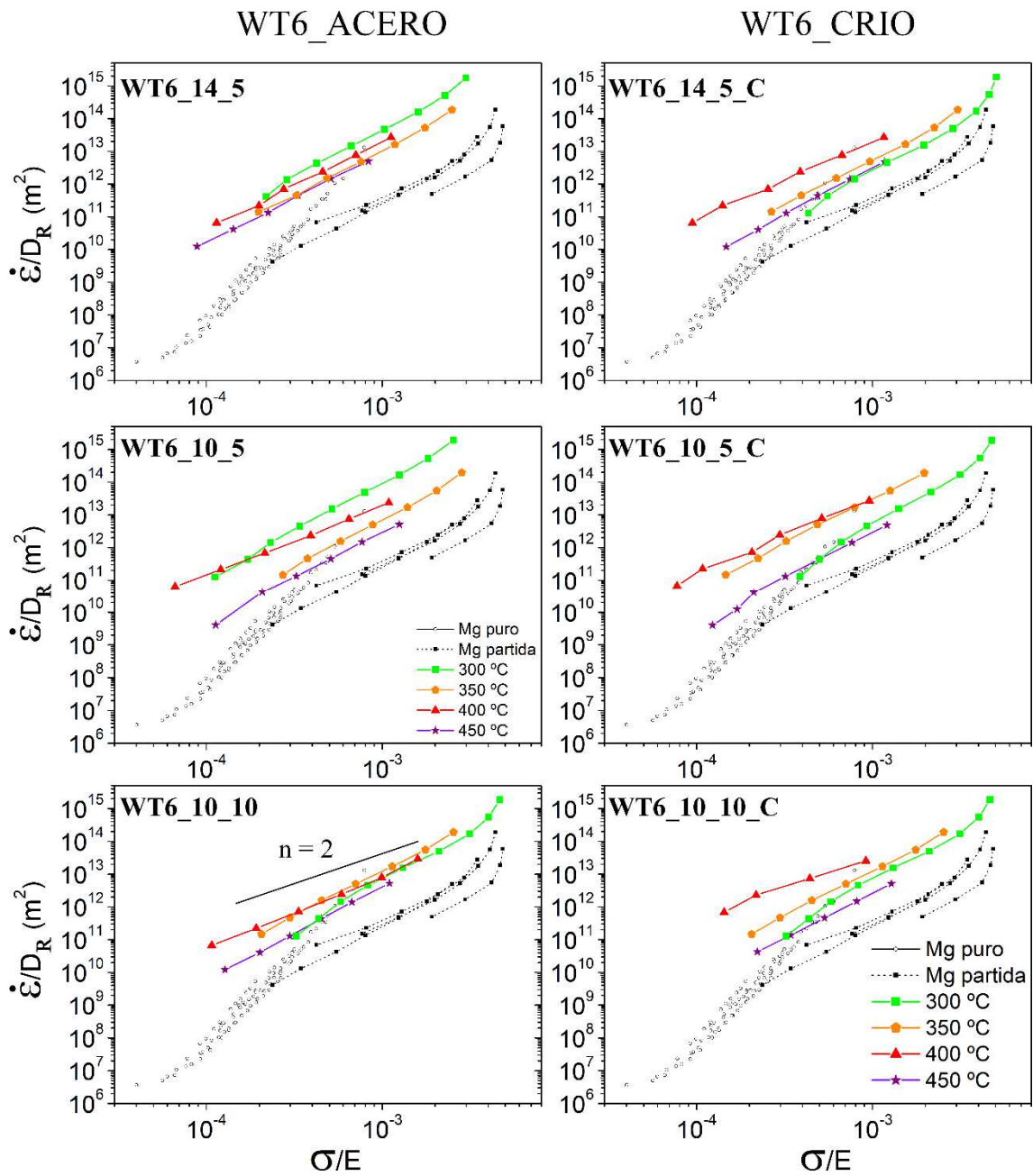


Figura 4.35. Pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ de los materiales de partida y los procesados en estado T6 a las temperaturas desde 300-450 °C en soporte de acero y en soporte criogenizado. Además se muestran los valores del Mg puro [29].

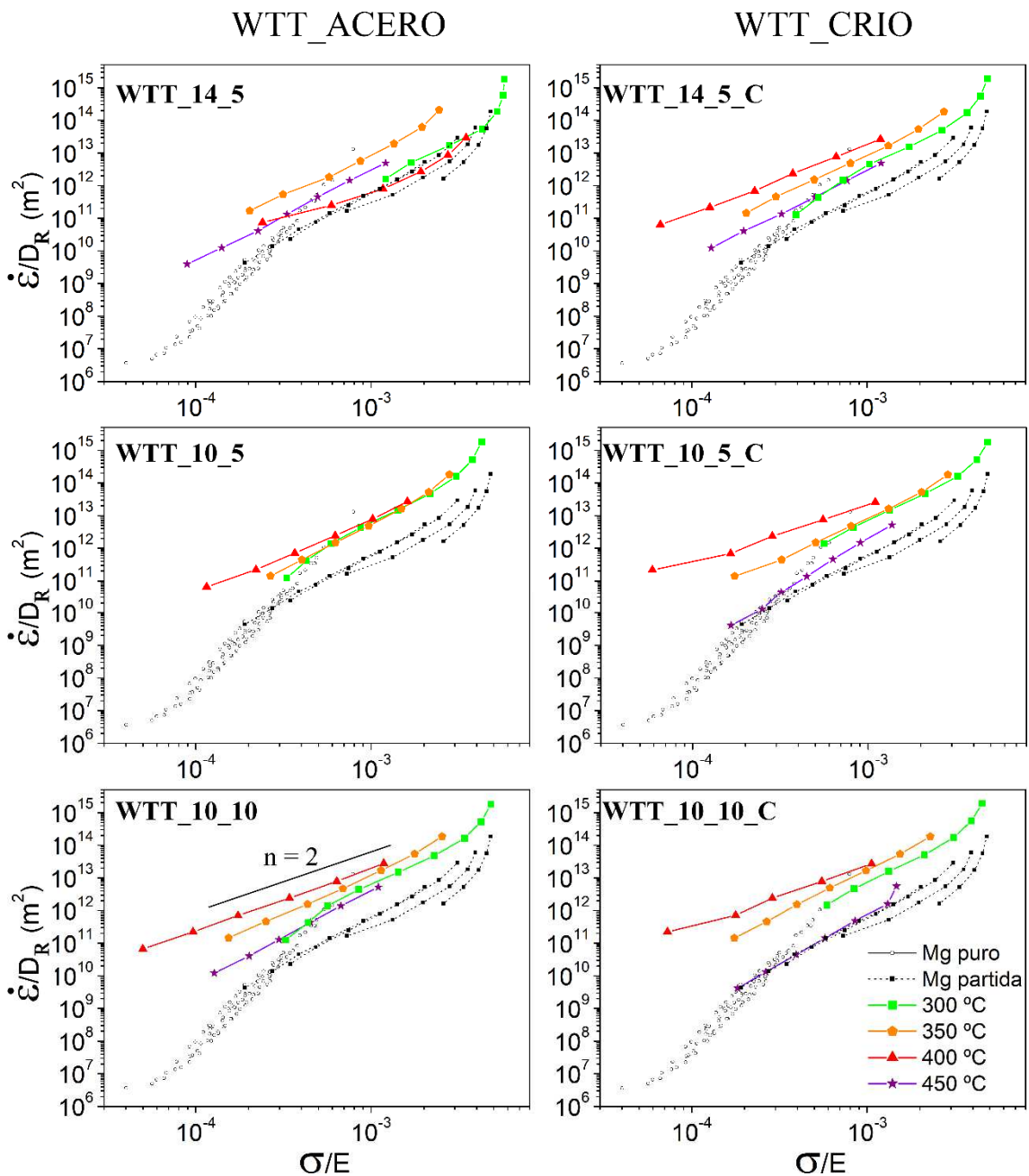


Figura 4.36. Pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ de los materiales de partida y los procesados en estado TT a las temperaturas desde 300-450 °C en soporte de acero y en soporte criogenizado. Además se muestran los valores del Mg puro [29].

4.2.3.2.1. Incremento en la ductilidad

En la Figura 4.37 se muestran los valores del alargamiento a fractura (ϵ_F) de las probetas ensayadas a 10^{-2} s^{-1} de 150 a 450 °C de los materiales de partida y los procesados por FSP en estado T6 y TT para ambos soportes, de acero y criogenizado. Los valores

han sido tomados de la Tabla 4.5 y Tablas 4.7-4.8 del material de partida y procesados, respectivamente. La diferencia más evidente es el contraste entre los alargamientos de los materiales de partida, tanto T6 como TT, con respecto a los materiales procesados a cualquiera de las temperaturas. Esto es especialmente evidente a 350-400 °C donde las ductilidades aumentan más de 5 veces respecto al máximo alargamiento de los materiales de partida (de 141% a 725% en el estado T6 y de 197% a 756% en TT).

En principio, cuando opera el mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano la ductilidad es mayor cuanto menor es el tamaño de grano. Asimismo, los máximos de ductilidad se alcanzarán a menores temperaturas y mayores velocidades de deformación cuanto menor sea el tamaño de grano. Teniendo en cuenta los tamaños de grano medidos tras el procesado por FSP (Tabla 4.2), es esperable que las condiciones procesadas sobre el soporte refrigerado presenten mayores valores de ductilidad a menores temperaturas. Hay que aclarar que el magnesio es un material con mucha inestabilidad microestructural (más que el aluminio) tal y como se explicó detalladamente en el apartado anterior. Además, la bimodalidad que presentan las condiciones más cálidas en soporte de acero puede desestabilizar fuertemente la microestructura obtenida por el procesado por FSP. Por tanto, puede producirse un engrosamiento del tamaño de grano con la consecuente disminución en la ductilidad en condiciones donde otros materiales microestructuralmente más estables podrían presentar ductilidades moderadas o altas. En este sentido, se observa un aumento de la ductilidad a menores temperaturas en los materiales con menor tamaño de grano, especialmente los provenientes de las condiciones procesadas sobre el soporte criogenizado. Así, en condiciones muy severas, como WT6_10_5_CRIO, WT6_10_10_CRIO y WTT_10_10_CRIO, se alcanzaron los máximos de alargamientos a 300 °C, 420, 166 y 210%, respectivamente. El máximo alargamiento a 350 °C se alcanzó en la condición WT6_10_5_CRIO con un 512% siendo la condición que menor tamaño de grano posee (810 nm). En todas las condiciones de FSP se alcanza el máximo de ductilidad a 400°C. Los máximos se alcanzaron en WT6_14_5_CRIO y WTT_10_10 con tamaños de grano de procesado de 870 y 1080 nm (Tabla 4.2), respectivamente. Ambas condiciones podrían ser equivalentes, siendo la primera la de mayor IC, pero en soporte criogenizado y la segunda, la de menor IC, pero en soporte de acero. Las dos condiciones generan microestructuras lo suficientemente finas como para comportarse superplásticamente pero son más estables a temperatura tan elevada como 400 °C. Esa relativa mayor estabilidad se debe a que el tamaño de grano es

algo mayor que en los materiales procesados con mínimo IC y soporte criogenizado (que tienen los tamaños de grano mínimos de todas las condiciones y son más inestables a 400 °C).

En general, a 450 °C, se observa una pérdida de ductilidad debido principalmente al fuerte crecimiento de grano. Este fuerte crecimiento que impide que siga operando el mecanismo de DFG se observa en las Figuras 4.16-4.21 a esa temperatura en ambos soportes. Los valores de alargamiento son iguales o incluso inferiores que los valores del estado T6 y TT de partida (Figura 4.37). Al igual que en el caso del Al 2024 entre 400 y 450 °C, la ventana superplástica termina por crecimiento brusco de la microestructura (apartado 3.2.3.2.1). En magnesio este límite se encuentra en general a 450 °C.

Desde un punto de vista industrial, los grandes alargamientos alcanzados a alta velocidad de deformación (10^{-2} s^{-1}) ya desde 300 °C suponen una ventaja en procesos de conformado. Sin embargo, tal y como se apuntó en el apartado 4.2.3.2, a 300 °C se encuentra la transición desde un mecanismo de $n = 3$ hacia $n = 2$. Esto significa que en las condiciones donde todavía no opera completamente el DFG y controla $n = 3$ los alargamientos son relativamente bajos (por ejemplo, WT6_10_5 que alarga un 61%). Al contrario, en condiciones donde la inestabilidad ha sido algo menor a esa temperatura, pueden darse alargamientos muy altos para 10^{-2} s^{-1} (por ejemplo, WT6_10_5_CRIO que alarga un 420%).

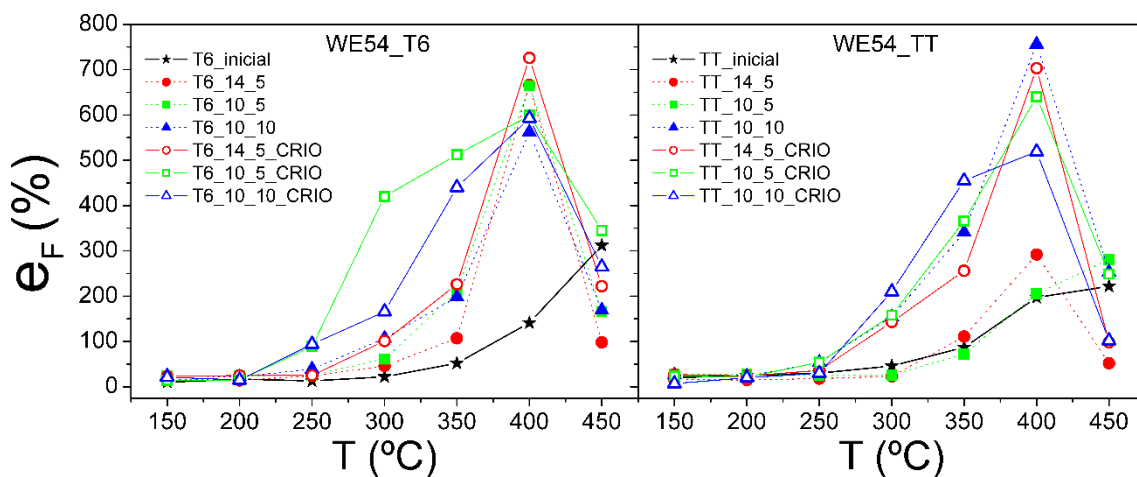


Figura 4.37. Valores del alargamiento a fractura a 10^{-2} s^{-1} desde 150 a 450 °C de los materiales de partida y los procesados por FSP en estado T6 y TT para ambos soportes, de acero y criogenizado.

4.2.3.2.2. Descenso de la tensión máxima

El valor de la ductilidad no siempre es un valor repetitivo y constante. Es fácil que esté subestimado ya que pueden existir de manera natural imperfecciones en el material, algún poro aislado, presencia de algún precipitado con alta concentración de impurezas, así como las inestabilidades propias que la activación parcial de $n = 3$ pueda tener. La presencia de algunos de estos elementos puede ocasionar una fractura prematura por la alta concentración de tensiones en ese punto. Esta variabilidad en los valores de la ductilidad, invitan a apoyar los resultados con las tensiones de fluencia que muestran los materiales durante los ensayos, el cual es un parámetro más fiable y reproducible. La presencia de una fuerte caída o descenso en la tensión de fluencia con el aumento de la temperatura de ensayo es uno de los pilares que definen el mecanismo de deformación por DFG.

En la Figura 4.38 se muestran los valores tensión máxima de fluencia en ensayos a 10^{-2} s^{-1} desde 150 a 450 °C de los materiales de partida y los procesados por FSP en estado T6 y TT para ambos soportes. Los valores han sido tomados de la Tabla 4.5 (material de partida) y Tablas 4.7-4.8 (material procesado).

En primer lugar, hay que diferenciar el comportamiento de las tensiones en dos campos: temperaturas bajas-intermedias y temperaturas altas.

A temperaturas bajas-intermedias, las tensiones son superiores a los materiales de partida (a una velocidad de deformación dada) especialmente en el estado TT donde son superiores hasta 250 °C. Debido a la solución sólida que puede dejar el procesado por FSP y como se introdujo en el apartado 4.2.3, puede presentarse fenómenos asociados a un mecanismo de deformación de $n = 3$ como es el DSA. En la Figura 4.39 se muestra el detalle de las curvas de tracción a rotura a 10^{-2} s^{-1} desde 25 a 250 °C para la condición de FSP WT6_14_5_CRIO. En ellas se puede apreciar fenómenos de flujo serrado o *serrated flow* característicos del DSA (curvas 150-200 °C) junto a valores de la tensión máxima muy constantes y un descenso o, constancia del alargamiento con el aumento de la temperatura. Este fenómeno se observa en todas las condiciones de FSP para este rango de temperaturas, aunque a 250 °C los átomos de soluto comienzan a difundir a diferentes velocidades por lo que puede ocasionarse una ligera variabilidad. Por ejemplo, en la condición WT6_10_10_CRIO a 250 °C hay una importante disminución de la tensión

junto a un marcado aumento de la ductilidad, características que no se corresponden con fenómenos de DSA (Figura 4.28).

Por otra parte, a temperaturas altas (a partir de 300 °C), las tensiones pasan a ser inferiores a los valores de los materiales de partida y disminuyen con el aumento de la temperatura como se observa en la Figura 4.38. En este rango de temperaturas se localiza la ventana superplástica marcando el mínimo de tensiones a 400 °C. En general, las tensiones más altas se observan en los materiales procesados en soporte de acero, y las más bajas en los materiales procesados en soporte criogenizado. Sobre el soporte criogenizado se han obtenido las muestras con tamaños de granos más homogéneos y con una bimodalidad menos marcada que las muestras procesadas sobre acero. Es por ello que el comportamiento del material es menos variable a pesar de la fina microestructura. En la Figura 4.40 se muestra comparativamente los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ a 400 °C del Mg WE54 procesado por FSP en soporte criogenizado con diferentes valores del IC. En la figura se puede observar claramente una tendencia a la disminución de valores de la tensión con el aumento de la severidad o disminución del IC tanto para el estado T6 como para el TT. Además, las pendientes tienden a descender ligeramente a menor IC indicando comportamientos más superplásticos. Por tanto, la condición más severa (10_10), de menor IC, en soporte criogenizado es la más blanda tanto en T6 como en TT. Este fenómeno está en línea con las deducciones realizadas en apartados anteriores. Un menor tamaño de grano facilita el mecanismo de DFG desde menores temperaturas con menores tensiones.

A 450 °C existe un aumento de la tensión (Figura 4.38). La explicación para este fenómeno es un nuevo cambio de mecanismo por el fuerte crecimiento microestructural, que indica el final de la ventana superplástica. El paso del mecanismo de deformación de DFG al de movimiento de dislocaciones causa un aumento en la tensión ya mencionado en el apartado anterior.

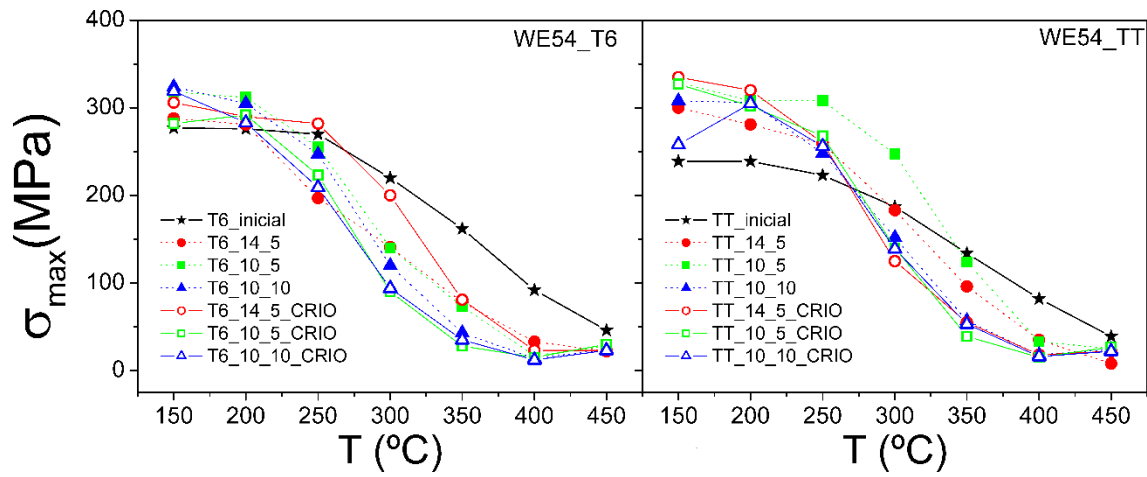


Figura 4.38. Valores tensión máxima de fluencia en ensayos a 10^{-2} s^{-1} de 200 a 450 °C de los materiales de partida y los procesados por FSP en estado T6 y TT para ambos soportes, de acero y criogenizado.

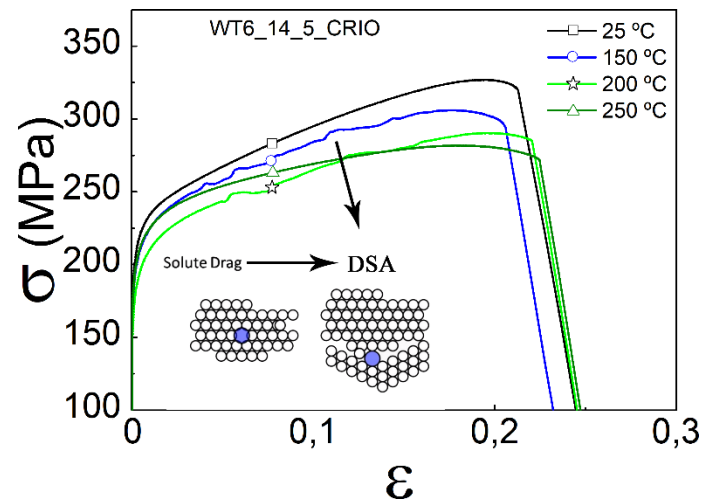


Figura 4.39. Detalle de las curvas de tracción a rotura a 10^{-2} s^{-1} desde 25 a 250 °C para la condición de FSP WT6_14_5_CRIO.

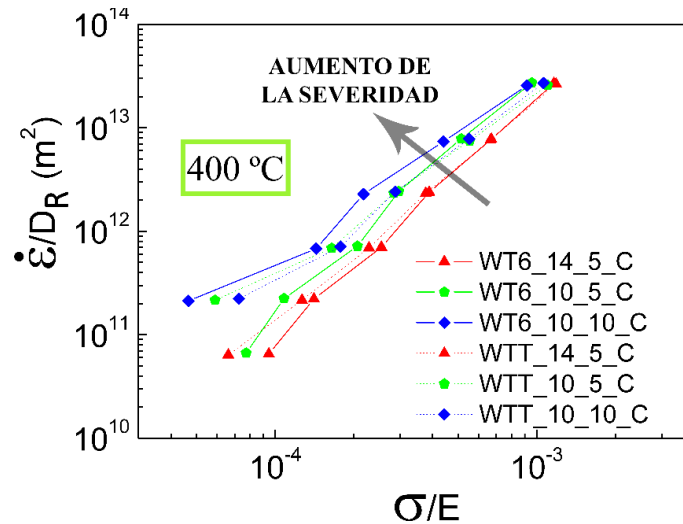


Figura 4.40. Representación de los pares $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$ a 400 °C del Mg WE54 procesado por FSP en soporte criogenizado.

4.2.3.2.3. Disminución del exponente de la tensión

En la Figura 4.41 se muestran los valores del exponente de la tensión n_{ap} a una velocidad de deformación de 10^{-2} s^{-1} frente a la temperatura de los materiales de partida y de los procesados por FSP en ambos estados térmicos y soportes. Los valores han sido tomados de las Tablas 4.6 y 4.9-4.10.

De igual manera que en el Al 2024, en los materiales de partida hay un descenso desde valores altos de $n_{ap}^{10^{-2}}$ con el aumento de la temperatura. En este caso ocurre por la progresiva disolución de precipitados, generando una mayor fracción de átomos en solución que contribuyen al mecanismo de $n = 3$. Los valores de $n_{ap}^{10^{-2}}$ en torno a 6 a 350 °C en T6 y TT de partida o 3 a temperaturas altas, junto con valores de n igual a 3 o 2 en el material procesado, han sido observados anteriormente en otros estudios para este tipo de materiales [35].

Comparando los materiales procesados con los de partida, los valores de $n_{ap}^{10^{-2}}$ son menores en los materiales procesados y toman valores mínimos entre 300 y 400 °C. Comparando el comportamiento de los procesados en función del estado térmico, cabe destacar que tanto en T6 como en TT no se muestran diferencias evidentes de $n_{ap}^{10^{-2}}$ entre soporte de acero y criogenizado. Merece la pena indicar que la gran diferencia de exponentes de la tensión entre los materiales procesados y de partida no se pueden explicar sino bajo la fuerte influencia de un tamaño de grano fino que inicia, al menos

parcialmente, la operación de un mecanismo de DFG desde 300°C. En todos los casos el mínimo de $n_{ap}^{10^{-2}}$ se localiza a 400 °C para las condiciones en acero. A esta temperatura es cuando los materiales procesados deforman principalmente mediante el mecanismo de DFG. Sin embargo, a 450 °C, el material no es estable microestructuralmente y se produce un cambio de mecanismo (tal y como se indicó en los apartados anteriores). Este cambio de mecanismo de deformación a muy alta temperatura hacia movimiento de dislocaciones se manifiesta en un aumento de la tensión (Figura 4.38) y del exponente de la tensión (Figura 4.41). En este caso el aumento es hacia un mecanismo de $n = 3$ ($n_{ap}^{10^{-2}} \approx 3$), mecanismo del material sin procesar a esta misma temperatura. Este aumento del n_{ap} es completamente coherente con el fuerte crecimiento microestructural observado en las topografías de las Figuras 4.16-4.21 a 450 °C. También está en acuerdo con el descenso de la ductilidad respecto a 400 °C observado en todos los casos (Tabla 4.7-4.8). Sin embargo, a diferencia del Al 2024, la ductilidad a 450 °C no es necesariamente baja. Mientras que en algunas condiciones la caída de la ductilidad es muy acusada (en WTT_14_5_CRIO se pasa de un 702% a 400 °C a un 97% a 450 °C), en otras, la ductilidad descende menos (en WTT_10_5_CRIO se pasa de un 639% a 400 °C a un 248% a 450 °C). Esto es debido a que para el mecanismo de arrastre de soluto se obtiene $n = 3$, es decir, $m \approx 1/n = 0,33$. Este valor se puede considerar relativamente alto dentro del modelo de ductilidad que predice mayores alargamientos para mayores valores de m [36].

En general, se observa que los alargamientos mostrados en la Figura 4.37 ocurren cuando se registran los mínimos valores de $n_{ap}^{10^{-2}}$ y con el aumento de la temperatura. A diferencia del Al 2024, para un mismo IC, los valores de $n_{ap}^{10^{-2}}$ no se acercan tanto a un valor 2 a menores temperaturas cuando el soporte es de criogenizado. Ello se atribuye, en esta aleación, a la inestabilidad, la complejidad de la disposición de los precipitados en las fronteras para cada condición y la dependencia del CRSS de los sistemas de deslizamiento con la temperatura. Ahora bien, el gran afino de grano obtenido con los diferentes procesados conlleva importantes descensos del exponente de la tensión experimental, n_{ap} , como muestra la Fig.4.41, y sólo se explica por el afino obtenido.

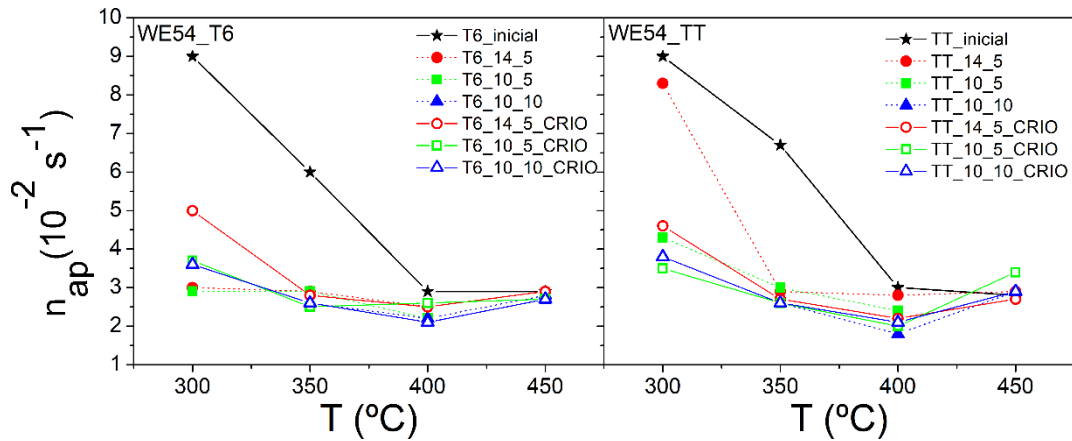


Figura 4.41. Valores del exponente de la tensión a 10^{-2} s^{-1} de 300 a 450 °C del Mg WE54 de partida y los procesados por FSP en estado T6 y TT para ambos soportes, de acero y criogenizado.

4.2.3.2.4. Disminución de la energía de activación

Las energías de activación (Q) están relacionadas con las difusividades de los átomos que tienen lugar durante la deformación plástica. En aleaciones de magnesio existen dos difusividades principales que controlan a temperaturas intermedias y altas. Por una parte, la deformación plástica a temperaturas altas está controlada por la autodifusión del magnesio en la red (D_R) que tiene un valor de $Q_R = 135 \text{ kJ/mol}$. A temperaturas intermedias, y especialmente si se trata de materiales con grano fino (gran volumen de fronteras de grano), el control de las deformaciones plásticas se produce mediante la autodifusión del magnesio a lo largo de las fronteras de grano (D_{FG}). El valor de la energía de activación es entonces $Q_{FG} = 92 \text{ kJ/mol}$ [37]. Cuanto más fino sea el grano, el rango de temperaturas en el que controlará la difusividad en fronteras de grano será mayor, mientras que la autodifusión en la red controla en un mayor rango en una microestructura más gruesa. Con una microestructura tan fina como la obtenida en esta tesis, se esperarían valores de Q_{ap} cercanos a Q_{FG} , en cierto intervalo de temperaturas.

En la Figura 4.42 se muestran los valores de Q_{ap} a 10^{-2} s^{-1} ($Q_{ap}^{10^{-2}}$) para los materiales de partida y los procesados por FSP (Tablas 4.6 y 4.9-4.10, respectivamente) en ambos estados térmicos y soportes. En los materiales de partida, los valores $Q_{ap}^{10^{-2}}$ para los estados T6 y TT muestran tendencias similares (líneas negras): valores relativamente altos a las menores temperaturas y tendencia al valor de Q_R a 400 y 450 °C.

Para los materiales procesados por FSP, en general, los valores de Q_{ap} son siempre inferiores a los de partida. A 300 °C los valores son más próximos a Q_R . Sin embargo, al

aumentar la temperatura, entre 350 y 400 °C, las energías de activación aparentes descienden hacia valores entre Q_R y Q_{FG} . Esta tendencia es la misma tanto para el estado T6 como para el TT. Entre 350 y 400 °C, los materiales se encuentran dentro de la ventana superplástica. Esta ventana fue ya detectada en el análisis de los alargamientos a fractura, las tensiones a fluencia y los valores de n_{ap} , analizados en los anteriores apartados. La disminución de $Q_{ap}^{10^{-2}}$ continúa, de manera muy rápida, entre 400 y 450 °C como se puede observar en la Figura 4.42. En muchos casos, la disminución es tal que se alcanzan valores negativos. Tal y como se explicó para el Al 2024 (apartado 3.2.2.2.4) valores del Q_{ap} negativos carecen de sentido físico, y se obtienen porque los cálculos se realizan como diferencia de la tensión entre dos temperaturas distintas para una misma velocidad de deformación. Cuando la tensión a la temperatura superior es mayor que la de la temperatura inferior, debido al cambio de mecanismo hacia uno más endurecedor, las curvas de los pares $\dot{\epsilon}$ - σ a temperaturas altas cruzan a las inferiores (Figuras 4.29-4.30), obteniéndose valores negativos de Q_{ap} , tal y como se explicó en el apartado 4.2.3.2. Este proceso es otra evidencia de los cambios microestructurales y de cambio de mecanismo de deformación que se producen a las temperaturas más elevadas.

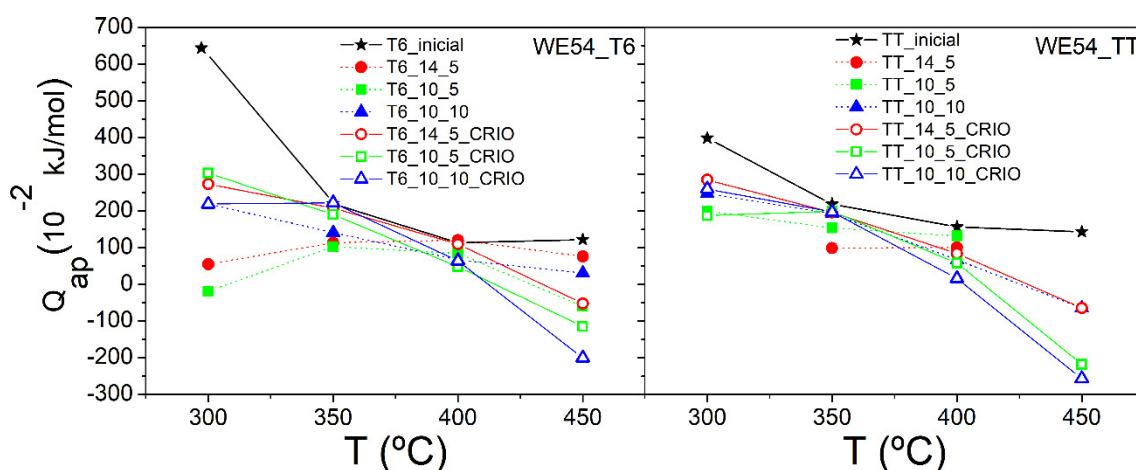


Figura 4.42. Valores de la energía de activación a 10^{-2} s^{-1} de 300 a 450 °C del Mg WE54 de partida y procesado por FSP en estado T6 y TT para ambos soportes, de acero y criogenizado.

El mecanismo de deformación por deslizamiento de fronteras de grano opera a altas velocidades de deformación y, en general, en el rango de temperaturas entre 300 y 400 °C en el Mg WE54 procesado. El tamaño de grano juega un papel crucial en la activación y comportamiento de este mecanismo. Los datos analizados en las curvas $\dot{\epsilon}/D_R - \sigma/E$,

los elevados alargamientos a fractura, las bajas tensiones a fluencia, y los valores de los parámetros n_{ap} y Q_{ap} son todos coherentes con la operación de dicho mecanismo.

Además, una evidencia experimental adicional que corrobora la activación de DFG es la superficie de las probetas tras el ensayo observadas en MEB (Figuras 4.16-4.21), donde se observan granos finos y equiaxiales que no reflejan las enormes deformaciones macroscópicas que sufrirían fuera de la ventana superplástica.

4.2.3.2.5. Predicción del comportamiento mecánico

Teniendo en cuenta los datos de las deformaciones a diferentes temperaturas y velocidades de deformación, es posible predecir el comportamiento mecánico en condiciones superplásticas del Mg WE54 procesado por FSP. De igual manera que en el caso del Al 2024, se realiza mediante la incorporación de una ecuación constitutiva adecuada para el rango en el que opere el mecanismo de DFG. Estos trabajos ya se realizaron para la aleación ZK30 extruida como trabajo paralelo a esta tesis y del que resultó una publicación científica de la autora de la esta tesis [38]. Para definir la ecuación, se han tomado los datos más representativos de la ventana superplástica. Se ha seleccionado la condición WT6_10_10_CRIO a 400 °C y una $\dot{\epsilon}$ de 10^{-2} s^{-1} con el mínimo valor de n_{ap} . El valor de p , exponente del tamaño de grano usado fue 2, debido a que se obtiene un Q_{ap} cercano a Q_R en casi todo el conjunto de los datos. Así se deduce la siguiente ecuación constitutiva para el Mg WE54 procesado severamente por FSP (Ecuación 4.1):

$$\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{10} \left(\frac{D_R}{L^2} \right) \left(\frac{\sigma}{E} \right)^2 \quad (4.1)$$

En la Figura 4.43 se muestran los datos de $\dot{\epsilon} \cdot L^2 / D_R$ frente a $(\sigma/E)^2$ predichos mediante las ecuaciones constitutivas para situar en contexto este material con respecto a otras aleaciones. La línea negra corresponde a la ecuación para DFG cuando controla la difusión a través de la red, según los cálculos realizados por Ruano y Sherby [39] teniendo en cuenta una gran variedad de materiales metálicos. Por otra parte, la línea roja número 1 corresponde al ajuste obtenido mediante la Ecuación 4.1 del Mg WE54 procesado por FSP en el presente estudio. La línea roja número 2 corresponde al ajuste obtenido para el Al 2024 descrito en el capítulo anterior (apartado 3.2.2.2.5). Se observa que el Mg WE54 es menos resistente que otras aleaciones y mucho más blando que el Al 2024 procesado por FSP de la misma manera en la presente tesis.

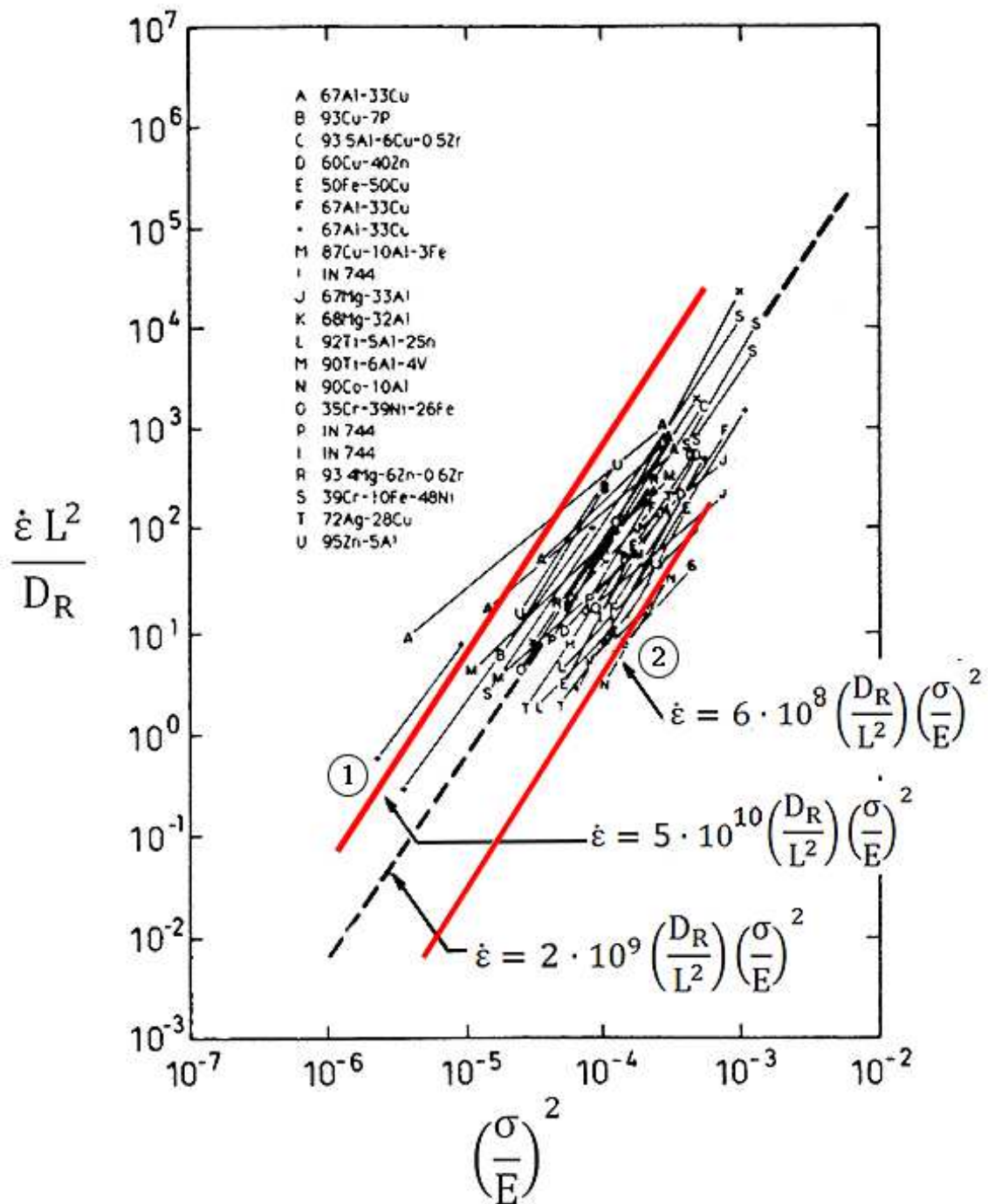


Figura 4.43. Velocidad de deformación compensada por el tamaño de grano y la autodifusión en la red con respecto a la tensión compensada por módulo elástico. Se representan distintos materiales que deforman por DFG controlada por autodifusividad en la red. La línea negra discontinua corresponde a cálculos de Ruano y Sherby [39]. La línea roja número 1 corresponde al cálculo con la ecuación para el Mg WE54 procesado por FSP ($A = 5 \cdot 10^{10}$, Ecuación 4.1). La línea roja número 2 corresponde al cálculo con la ecuación para el Al 2024 procesado por FSP (Ecuación 3.1).

Cabe aclarar brevemente, que al igual que se explicó para el Al 2024, los parámetros n_{ap} y Q_{ap} en muchos de los casos no coinciden con un valor exacto de $n = 2$ y $Q = Q_R$ o Q_{FG} dentro de las condiciones superplásticas. Por una parte, durante los ensayos mecánicos con variación en la velocidad de deformación, varía la microestructura con el tiempo y temperatura, aumentando el valor de n_{ap} . La diferencia de tamaño entre los granos antes y después del ensayo puede apreciarse en las Figuras 4.9-4.10 (MET) y Figuras 3.16-3.21 (MEB), respectivamente. Este leve crecimiento de grano sostenido durante la deformación altera ligeramente los valores de n_{ap} y Q_{ap} . Por otro lado, este crecimiento de grano endurece el material durante la deformación aportando cierta estabilidad adicional a la formación de cuellos (necking). Esto puede permitir mayores alargamientos a fractura siempre y cuando el grano no crezca en exceso.

Para concluir la discusión se van a exponer los principales logros obtenidos para la aleación de Mg WE54 procesada por FSP bajo condiciones muy severas. Al igual que el Al 2024, se procesó el material en dos estados iniciales de tratamiento térmico, T6 y TT. En todos los casos se ha conseguido un gran afino de grano y elevada desorientación, sin existir grandes diferencias entre un tratamiento térmico y otro. La velocidad de extracción de calor del procesado se varió para frenar lo máximo posible el crecimiento microestructural. De los dos soportes utilizados para este fin, convencional de acero y cobre criogenizado, ha sido en el segundo en el que se ha conseguido un record de ~ 810 nm de tamaño de (sub)grano medio para la condición más severa (WT6_10_10_CRIO). Este valor no se ha reportado en la bibliografía anteriormente para este material mediante esta técnica. Para aleaciones de magnesio con tierras raras procesadas por FSP se han reportado tamaños de grano entre $4,5\text{-}6,8\ \mu\text{m}$ [40–43] y los más finos entre $1,3\text{-}2\ \mu\text{m}$ [44–46]. El afino microestructural conseguido en esta investigación ha permitido que opere el mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano a altas velocidades de deformación ($\dot{\epsilon} \geq 10^{-2}\ \text{s}^{-1}$) y a temperaturas inferiores a las convencionales. Así, a $300\ \text{°C}$ se han alcanzado alargamientos de 420% y hasta un 511% a $350\ \text{°C}$ ambos en la condición WT6_10_5_CRIO. El máximo de ductilidad se alcanzó a $400\ \text{°C}$ con un máximo de alargamiento de 756% en la condición WTT_10_10. Para otros procesados de la literatura, como FSP sumergido en agua con rápida extracción de calor en aleaciones del sistema Mg-Y-Nd, el alargamiento ha sido manifiestamente menor, reportándose un tamaño de grano de $1,6\ \mu\text{m}$ y un 404% de alargamiento a $2 \cdot 10^{-2}\ \text{s}^{-1}$ (velocidad de deformación muy semejante a la del presente trabajo [46]. Las condiciones empleadas en

la presente tesis, con muy bajo IC y el uso del soporte criogenizado, resultan elementos de alto interés para la industria. En general, permiten obtener alargamientos superplásticos únicos y tensiones muy bajas para altas velocidades de deformación. En cualquier caso, con las condiciones de procesado propuestas, se ha mejorado notablemente las propiedades mecánicas. Cabe mencionar que, debido a la fuerte inestabilidad de la aleación de magnesio, junto con el complejo sistema de fases en aleaciones con tierras raras y sistemas de deformación menos homogéneos que los del aluminio, la ventana superplástica es en general más estrecha en temperatura para la aleación WE54 que la del Al 2024. Ahora bien, particularmente en la condición WT6_10_5_CRIO se consiguió gran estabilidad a diferencia de otras condiciones de FSP. En esa condición se obtuvo una sorprendente ductilidad a 300 °C con alargamientos de 420% siendo un 50% más que el 284% obtenido en el Al 2024 en la condición más severa (ALT3_7_14_CRIO).

Por último, no se ha reportado en la bibliografía hasta la fecha velocidades de avance de la herramienta superiores a la utilizada en el procesado por FSP para el Mg WE54 del presente estudio, 1000 mm/min. La mayoría de velocidades de avance utilizadas en este mismo material están en el rango de 40-100 mm/min [40–46]. La velocidad de avance utilizada en esta tesis es 10 veces más rápida que la mayoría de trabajos para procesado por FSP en magnesios con tierras raras. Esta elevada velocidad es beneficiosa para la rápida producción de chapas en cadena con el consecuente ahorro energético y económico.

4.3. CONCLUSIONES DE LA ALEACIÓN WE54

La aleación Mg WE54 fue procesada mediante fricción-agitación (FSP), técnica de deformación plástica severa, en dos estados de precipitación, uno de máxima dureza (T6) y otro de mínima dureza (TT). En el procesado por FSP, las condiciones de velocidad de rotación y avance de la herramienta se seleccionaron con el objetivo de disminuir al máximo el índice calorífico (IC), aumentando la severidad del procesado hasta el límite de aparición de defectos. También se combinaron soportes con distintas velocidades de extracción de calor, el primero de acero, con una extracción de calor lenta y el segundo de cobre a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ (criogenizado) con una mayor velocidad de enfriamiento.

La posterior caracterización microestructural y mecánica de los materiales tanto de partida como procesados ha dado lugar a las siguientes conclusiones:

1. La aleación de Mg WE54 en estado de precipitación T6 presenta una elevada concentración de tierras raras en solución sólida, principalmente Y y Nd. Según la bibliografía y los datos observados en esta tesis, esta solución sólida endurece mucho esta aleación. Para el estado T6 se obtuvo un valor de dureza de 0,89 GPa. Por su parte, el estado TT (de mínima dureza) fue obtenido a partir del estado T6 y tras un tratamiento térmico controlado. Este valor mínimo se obtuvo por la disminución de la solución sólida y junto al engrosamiento de los precipitados, presentando valores de la dureza de 0,62 GPa. El tamaño de grano en ambos estados de precipitación es de 100-200 μm con una morfología equiaxial.
2. El estado de precipitación inicial de la aleación no influye especialmente en las durezas obtenidas a temperatura ambiente tras el procesado por FSP. Sin embargo, los mínimos tamaños de grano alcanzados tras el procesado, han permitido alcanzar valores de dureza máximos. Los valores son casi un 30% superiores a los de partida T6, pasando de 0,89 GPa, hasta valores superiores a 1,15 GPa. Para el estado TT, también se aumentó la dureza de partida por afinado del grano, tanto como un 85% más, pasando de 0,62 GPa a valores por encima de 1,14 GPa.
3. Tras el procesado severo por FSP las microestructuras obtenidas son ultrafinas, en el rango 800-1500 nm, con una alta desorientación cristalográfica, por encima de 40° . Los menores tamaños de grano se registraron en la condición WT6_10_5_CRIO y WT6_10_10_CRIO con un valor entre 810-880 nm,

coincidiendo con la mayor severidad de procesado. Las desorientaciones medias presentaron valores entre 39,9 y 54,3°, medidas por EBSD. Estas desorientaciones medias son elevadas y cercanas a 67,2°, que es el valor teórico para un material hexagonal con una distribución totalmente al azar.

4. En las condiciones con mayor IC se produce una bimodalidad en los tamaños de grano, especialmente en el soporte de acero, señal de que el procesado ha tenido suficiente aporte calorífico para hacer crecer algunos granos sobre otros. Esto da lugar a poblaciones más gruesas de 2500-3600 nm y otras muy finas de unos 250-400 nm. Las poblaciones más gruesas se centran en torno a 1500 nm en las condiciones criogenizadas.
5. Para un mismo IC de procesado, el menor tamaño de grano (medio) no siempre se encuentra en el soporte criogenizado. Sin embargo, los histogramas de tamaño de grano tienen poblaciones más estrechas y homogéneas (menor diferencia entre granos finos y gruesos) para las condiciones criogenizadas a -60 °C. Con la disminución del IC en un mismo soporte (disminución de la velocidad de rotación y aumento de la velocidad de avance de la herramienta), se obtuvieron menores valores de tamaño de grano.
6. El parámetro de mayor influencia sobre la homogeneidad y tamaño de grano fue el uso del soporte criogenizado. La disminución del IC del procesado, también influyó, pero de manera menos eficaz. La combinación de mínimo IC y soporte criogenizado fue óptima. El límite de disminución del IC lo marcó la aparición de defectos en el material por excesiva severidad.
7. Las propiedades mecánicas de los materiales de partida en los dos estados de precipitación T3 y TT, muestran que estos deforman por un mecanismo de movimiento de dislocaciones por arrastre de solutos. Este mecanismo presenta un exponente de la tensión $n = 3$ y es independiente de la distancia entre precipitados (λ_p) y del tamaño de grano (L).
8. En los materiales procesados por FSP se observaron grandes alargamientos a fractura (e_F) y bajos valores de tensión de fluencia durante los ensayos mecánicos realizados a temperaturas intermedias y altas y a alta velocidad de deformación. En estas condiciones el valor de n_{ap} es ~ 2 . Este comportamiento se corresponde con un mecanismo de deformación de deslizamiento de fronteras de grano (DFG) causante de superplasticidad en los materiales procesados. Fuera de estas

condiciones, la deformación está controlada por un mecanismo de movimiento de dislocaciones por arrastre de solutos.

9. La elevada severidad de las condiciones de procesado por FSP es responsable del importante afino de grano obtenido y posibilita la activación del mecanismo de DFG. Esto ocurre a temperaturas inferiores y velocidades de deformación superiores a lo comúnmente observado en aleaciones de magnesio. Así, se han llegado a obtener valores de $e_F = 420\%$ a 300 °C y hasta un 511% a 350 °C en los ensayos a alta velocidad de deformación (10^{-2} s^{-1}).
10. El máximo superplástico está muy marcado a 400 °C , temperatura a la que se alcanzan alargamientos de 756% a 10^{-2} s^{-1} . Las razones de que esto se produzca a 400 °C y difícilmente a menores temperaturas son dos. La primera, es que las tensiones críticas de cizalla resueltas (CRSS) para cada sistema de deslizamiento son mínimas e iguales a 400 °C . Esto es clave para permitir la acomodación de material que deforma por movimiento de dislocaciones entre los granos que deslizan y rotan por DFG. La segunda, es que a 400 °C se produce una disolución masiva de precipitados situados en fronteras de grano, típicos de este tipo de aleaciones y que dificultan el DFG.
11. Se recomienda el uso de soporte con alta velocidad de extracción de calor y un bajo índice calorífico para obtener comportamiento superplástico a temperaturas bajas y elevadas velocidades de deformación (valores de e_F por encima del 400% desde 300 °C a 10^{-2} s^{-1} junto a bajas tensiones). Esto implica que las temperaturas de conformado se reducirían en la industria al menos unos 150 °C con el consecuente ahorro energético y económico. Además, el comportamiento superplástico va acompañado de una drástica disminución de la tensión necesaria para deformar el material lo cual también supone un ahorro en el conformado industrial.
12. El material en el estado térmico TT produjo resultados similares a los del estado T6 en cuanto a las mejoras de las propiedades mecánicas y microestructurales. El tratamiento térmico TT proporciona una microestructura similar a la del material tras la colada. Esto significa que la aplicación del procesado por FSP puede ser aplicada a un material recién colado, con el consecuente ahorro económico y energético al no ser necesario ningún tipo de tratamiento térmico adicional.

4.4. BIBLIOGRAFÍA Mg WE54

- [1] C. Antion, P. Donnadieu, F. Perrard, A. Deschamps, C. Tassin, A. Pisch, Hardening precipitation in a Mg – 4Y – 3RE alloy, *Acta Mater.* 51 (2003) 5335–5348.
- [2] H. Beladi, M.R. Barnett, Influence of aging pre-treatment on the compressive deformation of WE54 alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 452–453 (2007) 306–312. doi:10.1016/j.msea.2006.10.125.
- [3] A. Kiełbus, The influence of ageing on structure and mechanical properties of WE54 alloy, *J. Achiev. Mater. Manuf. Eng.* 23 (2007) 27–30.
- [4] Z. Xu, M. Weyland, J.F. Nie, On the strain accommodation of β_1 precipitates in magnesium alloy WE54, *Acta Mater.* 75 (2014) 122–133.
- [5] M. Lentz, M. Klaus, M. Wagner, C. Fahrenson, I.J. Beyerlein, M. Zecevic, W. Reimers, M. Knezevic, Effect of age hardening on the deformation behavior of an Mg–Y–Nd alloy: In-situ X-ray diffraction and crystal plasticity modeling, *Mater. Sci. Eng. A.* 628 (2015) 396–409.
- [6] JIS H 7007 Glossary of Terms Used in Metallic Superplastic Materials, Japanese Standards Association, Tokyo, 1995.
- [7] F.J. Humphreys, M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Elsevier, Oxford, 1995.
- [8] J.F. Nie, B.C. Muddle, Characterisation of strengthening precipitate phases in a Mg–Y–Nd alloy, *Acta Mater.* 48 (2000) 1691–1703. doi:10.1016/S1359-6454(00)00013-6.
- [9] B.L. Mordike, H.E. Friedrich, *Magnesium Casting Alloys*, in: *Magnes. Technol.*, Springer, Berlin, Heidelberg, 2006: pp. 145–218.
- [10] M. Lentz, S. Gall, F. Schmack, H.M. Mayer, W. Reimers, Hot working behavior of a WE54 magnesium alloy, *J. Mater. Sci.* 49 (2014) 1121–1129. doi:10.1007/s10853-013-7790-y.
- [11] S.K. Das, Y.B. Kang, T. Ha, I.H. Jung, Thermodynamic modeling and diffusion kinetic experiments of binary Mg-Gd and Mg-Y systems, *Acta Mater.* 71 (2014) 164–175.
- [12] G. Barucca, R. Ferragut, F. Fiori, D. Lussana, P. Mengucci, F. Moia, G. Riontino, Formation and evolution of the hardening precipitates in a Mg-Y-Nd alloy, *Acta Mater.* 59 (2011) 4151–4158.
- [13] Y.S. Sato, S.H.C. Park, A. Matsunaga, A. Honda, H. Kokawa, Novel production for highly formable Mg alloy plate, *J. Mater. Sci.* 40 (2005) 637–642.
- [14] A. Orozco-Caballero, P. Hidalgo-Manrique, C.M. Cepeda-Jiménez, P. Rey, D. Verdera, O.A. Ruano, F. Carreño, Strategy for severe friction stir processing to obtain acute grain refinement of an Al-Zn-Mg-Cu alloy in three initial precipitation states, *Mater. Charact.* 112 (2016) 197–205.
- [15] H.J. McQueen, E. Evangelista, M.E. Kassner, The classification and determination of restoration mechanisms in the hot working of Al alloys, *Zeitschrift Für Met.* 82

- (1991) 336–345.
- [16] A. Orozco-Caballero, O.A. Ruano, E.F. Rauch, F. Carreño, Severe friction stir processing of an Al-Zn-Mg-Cu alloy: Misorientation and its influence on superplasticity, *Mater. Des.* 137 (2018) 128–139.
- [17] M. Muzyk, Z. Pakiela, K.J. Kurzydowski, Generalized stacking fault energy in magnesium alloys: Density functional theory calculations, *Scr. Mater.* 66 (2012) 219–222.
- [18] C.I. Chang, C.J. Lee, J.C. Huang, Relationship between grain size and Zener-Holloman parameter during friction stir processing in AZ31 Mg alloys, *Scr. Mater.* 51 (2004) 509–514. doi:10.1016/j.scriptamat.2004.05.043.
- [19] C.I. Chang, X.H. Du, J.C. Huang, Achieving ultrafine grain size in Mg-Al-Zn alloy by friction stir processing, *Scr. Mater.* 57 (2007) 209–212.
- [20] I.H. Jung, M. Sanjari, J. Kim, S. Yue, Role of RE in the deformation and recrystallization of Mg alloy and a new alloy design concept for Mg-RE alloys, *Scr. Mater.* 102 (2015) 1–6. doi:10.1016/j.scriptamat.2014.12.010.
- [21] R.C. Picu, A mechanism for the negative strain-rate sensitivity of dilute solid solutions, *Acta Mater.* 52 (2004) 3447–3458.
- [22] H. Aboulfadl, J. Deges, P. Choi, D. Raabe, Dynamic strain aging studied at the atomic scale, *Acta Mater.* 86 (2015) 34–42. doi:10.1016/j.actamat.2014.12.028.
- [23] A.K. Miller, The MATMOD Equations, Unified Const. Equations Creep Plast. (1987) 139–219.
- [24] R.B. Sills, W. Cai, Solute drag on perfect and extended dislocations, *Philos. Mag.* 96 (2016) 895–921.
- [25] S.M. Zhu, J.F. Nie, Serrated flow and tensile properties of a Mg-Y-Nd alloy, *Scr. Mater.* 50 (2004) 51–55.
- [26] E.M. Taleff, G.A. Henshall, T.G. Nieh, D.R. Lesuer, J. Wadsworth, Warm-temperature tensile ductility in Al-Mg alloys, *Metall. Mater. Trans. A.* 29A (1998) 1081–1091.
- [27] M.A. Kulas, W.P. Green, E.M. Taleff, P.E. Krajewski, T.R. McNelley, Deformation mechanisms in superplastic AA5083 materials, *Metall. Mater. Trans. A.* 36A (2005) 1249–1261.
- [28] W. Köster, Die temperaturabhängigkeit des elastizitätsmoduls reiner metalle, *Z. Met.* 39 (1948) 1–9.
- [29] S.S. Vagarali, T.G. Langdon, Deformation mechanisms in H.C.P. metals at elevated temperatures-I Creep behavior of magnesium, *Acta Metall.* 29 (1981) 1969–1982.
- [30] S.S. Vagarali, T.G. Langdon, Deformation mechanisms in H.C.P. metals at elevated temperatures - II creep behavior of A Mg-0.8% Al solid solution alloy, *Acta Metall.* 30 (1982) 1157–1170.
- [31] H. Watanabe, K. Ishikawa, Effect of texture on high temperature deformation behavior at high strain rates in a Mg-3Al-1Zn alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 523 (2009) 304–311.

-
- [32] M.R. Barnett, A Taylor model based description of the proof stress of magnesium AZ31 during hot working, *Metall. Mater. Trans. A*. 34 A (2003) 1799–1806.
- [33] J.D. Robson, S.J. Haigh, B. Davis, D. Griffiths, Grain boundary segregation of rare-earth elements in magnesium alloys, *Metall. Mater. Trans. A*. 47 (2015) 522–530.
- [34] S.A. Farzadfar, E. Martin, M. Sanjari, E. Essadiqi, S. Yue, Texture weakening and static recrystallization in rolled Mg-2.9Y and Mg-2.9Zn solid solution alloys, *J. Mater. Sci.* 47 (2012) 5488–5500.
- [35] W.J. Kim, S.W. Chung, C.S. Chung, D. Kum, Superplasticity in thin magnesium alloy sheets and deformation mechanism maps for magnesium alloys at elevated temperatures, *Acta Mater.* 49 (2001) 3337–3345.
- [36] O.A. Ruano, F. Carreño, M. Carsí, Ductility and stability in metallic materials, in: *Proc. Thermec, Materials Science Forum, Paris, 2018*.
- [37] H.J. Frost, M.F. Ashby, *Deformation-mechanism Maps: the Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*, Pergamon Press, 1982.
- [38] M. Álvarez-Leal, A. Orozco-Caballero, F. Carreño, O.A. Ruano, Superplasticity in a commercially extruded ZK30 magnesium alloy, *Mater. Sci. Eng. A*. 710 (2017) 240–244.
- [39] O.A. Ruano, O.D. Sherby, On constitutive equations for various diffusion-controlled creep mechanisms, *Rev. Phys. Appliquée*. 23 (1988) 625–637.
- [40] G.M. Xie, Z.Y. Ma, L. Geng, R.S. Chen, Microstructural evolution and mechanical properties of friction stir welded Mg-Zn-Y-Zr alloy, *Mater. Sci. Eng. A*. 471 (2007) 63–68.
- [41] Q. Yang, B.L. Xiao, Z.Y. Ma, R.S. Chen, Achieving high strain rate superplasticity in Mg-Zn-Y-Zr alloy produced by friction stir processing, *Scr. Mater.* 65 (2011) 335–338.
- [42] B.L. Xiao, Q. Yang, J. Yang, W.G. Wang, G.M. Xie, Z.Y. Ma, Enhanced mechanical properties of Mg-Gd-Y-Zr casting via friction stir processing, *J. Alloys Compd.* 509 (2011) 2879–2884.
- [43] Q. Yang, B.L. Xiao, Z.Y. Ma, Enhanced superplasticity in friction stir processed Mg-Gd-Y-Zr alloy, *J. Alloys Compd.* 551 (2013) 61–66.
- [44] J. Li, D.T. Zhang, F. Chai, W. Zhang, Microstructures and mechanical properties of WE43 magnesium alloy prepared by friction stir processing, *Rare Met.* (2014) 1–6.
- [45] G.H. Cao, D.T. Zhang, W. Zhang, C. Qiu, Microstructure evolution and mechanical properties of Mg-Nd-Y alloy in different friction stir processing conditions, *J. Alloys Compd.* 636 (2015) 12–19.
- [46] G. Cao, D. Zhang, F. Chai, W. Zhang, C. Qiu, Superplastic behavior and microstructure evolution of a fine-grained Mg-Y-Nd alloy processed by submerged friction stir processing, *Mater. Sci. Eng. A*. 642 (2015) 157–166.

5. CONCLUSIONES GENERALES

5. CONCLUSIONES GENERALES

Con el objetivo de obtener las mejores propiedades mecánicas, y en especial, superplasticidad, se han procesado las aleaciones ligeras de aluminio (Al 2024) y de magnesio (Mg WE54) mediante fricción-agitación severa (FSP). La estrategia seguida fue la de aumentar la severidad del procesado hasta el límite de procesabilidad de cada material, y, además, incrementar la velocidad de enfriamiento mediante una base criogénica a -60 °C. La caracterización microestructural y de las propiedades mecánicas ha permitido obtener las siguientes conclusiones generales:

1. La gran severidad impuesta llevó a los límites de procesabilidad con un mínimo IC y máxima velocidad de avance no descritas antes en la bibliografía para ambos materiales. El Al 2024 se llegó a procesar con una velocidad de avance tan rápida como 1400 mm/min y un IC tan bajo como $\sim 350 \text{ rpm}^2/(\text{mm}/\text{min})$. Por otro lado, el procesado del Mg WE54 permitió como máximo una velocidad de avance tan elevada como 1000 mm/min y un IC de $\sim 1000 \text{ rpm}^2/(\text{mm}/\text{min})$.
2. Gracias a esta estrategia y a la alta velocidad de enfriamiento del soporte criogenizado, que evitó el rápido crecimiento de grano, se obtuvo una microestructura nanométrica-ultrafina, equiaxial y altamente desorientada. Los tamaños de grano obtenidos, de valores récord, no descritos antes en la bibliografía para esta técnica y materiales, son tan finos como $\sim 100 \text{ nm}$ para el Al 2024 (TEM) y $\sim 810 \text{ nm}$ para el Mg WE54 (EBSD) en las condiciones más severas y en soporte criogenizado, contrastando con el tamaño de grano de los materiales de partida de $\sim 150 \mu\text{m}$. Por su parte, las desorientaciones medias son muy elevadas, $35,5\text{-}39^\circ$ en el Al 2024 (correspondiendo la máxima aleatoriedad teórica a 41° en materiales cúbicos) y $40\text{-}54^\circ$ en el Mg WE54 (siendo 67° la teórica en materiales hexagonales).
3. Gracias a la microestructura fina y desorientada se obtuvieron unas excelentes propiedades mecánicas tanto a temperaturas bajas como a altas, con la obtención de superplasticidad. La ventana superplástica, debido a la activación de DFG, fue muy amplia e incluyó velocidades de deformación superiores y temperaturas inferiores a las habituales para ambos materiales. En los ensayos de tracción a alta velocidad (10^{-2} s^{-1}) se alcanzaron a 300 y 400 °C alargamientos superplásticos de casi un 300 y 500% en el Al 2024 y de más de un 400 y 750% en el Mg WE54, respectivamente. En

general, para las diferentes condiciones de FSP, la ventana superplástica del Al 2024 es más amplia y comienza a menores temperaturas que la del Mg WE54.

4. La superplasticidad se pierde a ~ 450 °C debido a la inestabilidad que produce el crecimiento de grano. Por ello, los mecanismos de deformación que operaban antes de activarse DFG, movimiento de dislocaciones a subestructura constante ($n = 8$) para el Al 2024 y arrastre de solutos ($n = 3$) para el Mg WE54, vuelven a controlar la deformación. Estos son los mismos mecanismos que operan en los materiales de partida con microestructuras gruesas.
5. El estado térmico de partida de los materiales (máxima y mínima dureza) no influye significativamente en los resultados del procesado por lo que no son necesarios tratamientos termomecánicos anteriores al procesado por FSP para aplicaciones industriales. Este procesado, en las condiciones propuestas en esta tesis, facilita el conformado superplástico y la fabricación de piezas complejas en condiciones muy competitivas para la industria y que implican un importante ahorro económico y energético.

6. TRABAJOS FUTUROS

6. TRABAJOS FUTUROS

1. Estudio de los métodos de refrigeración: Una vez que ya se han encontrado las condiciones óptimas con un IC bajo, podrían investigarse otros métodos de refrigeración para determinar el de mayor efectividad contra el crecimiento de grano. La utilización de una conducción incorporada en la parte trasera de la herramienta que libera un flujo de agua con el procesado o realizando el procesado sumergido en agua u otros refrigerantes, son dos de las opciones más interesantes. Se debería comprobar si la procesabilidad es la misma a la de este trabajo en las condiciones de FSP seleccionadas.
2. Variación en la fuerza de forja: En el presente trabajo se ha procesado mediante FSP en control de posición. Por tanto, se propone trabajar en control de fuerza y comparar distintas fuerzas de forja para iguales valores de velocidad de avance (V) y de rotación (ω), y comprobar si existen variaciones en el tamaño de grano y el grado de desorientación cristalográfica obtenido, así como la formación de posibles defectos.
3. Control de la temperatura: Relacionado con el punto anterior, y por interés científico y tecnológico, sería interesante estudiar la temperatura alcanzada con diferentes métodos de refrigeración con exactitud, así como la variación de temperatura con diferentes valores de V o de ω . Para ello se deben soldar termopares a las chapas de procesado en la zona más cercana al paso de la herramienta o se podría instalar termopares internos dentro de la herramienta que tomen medidas en la punta del punzón.
4. Estudio en otras aleaciones: Para poder comparar todos los resultados y conclusiones obtenidos en este trabajo con otros materiales. Por ejemplo, aleaciones de magnesio poco estudiadas y usadas industrialmente como es la Mg ZK30.
5. Escala industrial: Para una mayor adaptación a los requerimientos de la industria se propone la utilización de herramientas de mayor diámetro y profundidad para procesar un mayor volumen de material. Para ello se seguiría la misma estrategia de disminución del IC con la consecuente obtención de microestructuras muy finas. Este punto es combinable con el punto 1 de los métodos de refrigeración.

-
6. Uniones disimilares Al 2024 – Mg WE54: Con el conocimiento microestructural y mecánico que se ha obtenido en esta tesis sobre ambos materiales, una de las propuestas más interesantes es la de realizar soldaduras disimilares para piezas industriales que necesiten una reducción drástica del peso junto a una óptima resistencia específica.
 7. Modelización del FSP: Para una correcta predicción de la microestructura a partir de determinados parámetros de FSP, se investigaría la utilización de programas como Comsol Multiphysics o Abaqus. Mediante este tipo de modelizaciones se ahorraría material y tiempo para acercarse a las condiciones óptimas, calculando parámetros como temperatura alcanzada, deformaciones locales, tensiones residuales, así como la velocidad de extracción de calor.

7. ABSTRACT

7. ABSTRACT

It is well known that the material consumption is increasing in the global manufacturing industry and therefore, it is necessary to get faster metal working procedures. Besides, all the industries are improving their technological processes in order to save energy, preserve the environment and make the business model economically sustainable. In this regard, the industry of superplastic forming is more advantageous than conventional forming processes mainly because of its faster production speed and possibility for providing more complex geometries. Metallic materials with fine grain sizes and high angle misorientation may present a potential superplastic behavior due to the activation of the grain boundary sliding (GBS) deformation mechanism. The operation of GBS undergoes at extraordinary low stresses and provides very high ductility values at intermediate and high temperatures. Additionally, the reduction of the grain size improves room temperature mechanical properties following the Hall-Petch relation, which reflects that the finer the grain size the higher the strength. In that regard, friction stir processing (FSP) has been proven as an effective grain refinement technique. FSP can process complex shapes using a non-consumable tool, making it a green technology, not dangerous nor toxic, and easy to adapt to any manufacturing industry. Light alloys, mainly aluminum and magnesium, are of special interest for being processed by FSP since they are widely used for structural applications and the increasing demand on performance requires improving their mechanical properties.

The aim of this thesis is reaching the maximum refinement as possible through severe friction stir processing in two light alloys used mainly in the aeronautical and automotive industry (Al 2024 and Mg WE54). The strategy is to decrease the heat input (HI) to the minimum and therefore increase the severity to the extreme conditions in order to obtain the finest microstructure. The processing limit was the failure of the materials or the processing tool. The conditions were selected combining tool rotation speed, ω (rpm), and transverse speed, V (mm/min). The fastest transverse speeds reached were 1000 mm/min for the Mg WE54 and 1400 mm/min for the Al 2024. That means, in both cases, a record of processing speed using this technique in these materials, which was not reported before. In order minimize the grain growth after the pass of the tool due to the residual heat, two backing anvils with different heat extraction rates were selected: a

conventional steel one and copper one refrigerated with liquid nitrogen (-60 °C). Additionally, the influence of the initial temper of the processed materials was studied. For such purpose, both materials were heat treated to the minimum and the maximum hardness states.

The microstructure was studied mainly by SEM, TEM and EBSD while the mechanical properties were analyzed by tensile testing and ultramicroindentation. Nanometric grain size was achieved at the most severe conditions and with the faster heat extraction. Following this severe FSP strategy, another record was obtained, presenting extraordinary grain refinement (~810 nm in WE54 and ~100 nm in Al 2024). Due to such important refinement a clear improvement of the mechanical properties was reached. The materials presented superplasticity in a wide temperature window at higher strain rates and lower temperatures than usual. At strain rates of 10^{-2} s^{-1} and at temperatures of 300 and 400 °C the ductility reached values of almost a 300 and 500% in the Al 2024 and more than 400 and 750% in the Mg WE54, respectively.

The optimum processing conditions combined minimum IC with high heat extraction, reaching nanometric microstructures. Processing by FSP under the conditions proposed in this thesis facilitates a further superplastic forming providing highly competitive conditions for the industry in terms of speed and versatility. Thus, it is possible to manufacture complex parts at lower stresses and temperatures and at higher deformation speeds, implying significant economic and energy savings for the industry.

8. GENERAL CONCLUSIONS

8. GENERAL CONCLUSIONS

In order to obtain the best mechanical properties, especially superplasticity, the light alloys of aluminum (Al 2024) and magnesium (Mg WE54) light alloys have been processed by severe friction stir processing (FSP). The strategy followed was to increase the severity of the processing up to extreme conditions, reaching for each material its limit of processability. In addition, to increase further the cooling speed a cryogenic backing anvil at -60°C was used. The microstructural characterization and the mechanical properties allowed obtaining the following general conclusions:

1. The great severity imposed led to the limits of processability with a minimum heat input (HI) and maximum transverse speed not previously described in the literature for both materials. Aluminum 2024 was processed with a transverse speed as fast as 1400 mm/min and a HI as low as $\sim 350 \text{ rpm}^2/(\text{mm}/\text{min})$. On the other hand, the processing of Magnesium WE54 allowed a maximum transverse speed as high as 1000 mm/min and a HI of $\sim 1000 \text{ rpm}^2/(\text{mm}/\text{min})$.
2. Due to this strategy and the high heat extraction rate of the cryogenic backing anvil (which prevented rapid grain growth) nanometric-ultra-fine, equiaxial and highly misoriented microstructures were obtained. A record value of minimum grain size was reached, not described before in the bibliography for this technique and materials. The values are as fine as $\sim 100 \text{ nm}$ for the Al 2024 (TEM) and $\sim 810 \text{ nm}$ for the Mg WE54 (EBSD) under the most severe conditions and using cryogenic backing anvil, contrasting with the grain size of the starting materials of $\sim 150 \mu\text{m}$. Moreover, the misorientation averages are very high, $35.5\text{-}39^{\circ}$ for the Al 2024 (corresponding the maximum theoretical randomness to 41° in cubic materials) and $40\text{-}54^{\circ}$ for the Mg WE54 (being 67° the theoretical value in hexagonal materials).
3. Due to the fine and misoriented microstructure, excellent mechanical properties were obtained both at low and high temperatures, reaching superplasticity under many conditions by the activation of the grain boundary sliding (GBS) mechanism. The superplastic window is very wide including higher strain rates and lower temperatures than usual for both materials. At high-strain rate- tensile tests (10^{-2} s^{-1}) at 300 and 400 $^{\circ}\text{C}$ superplastic elongations were attained of almost 300 and 500% in Al 2024 and more than 400 and 750% in Mg WE54, respectively. In general, the Al 2024 superplastic window is wider and begins at lower temperatures than that of the WE54 Mg.

4. Superplasticity is lost at ~ 450 °C due to the microstructural instability caused by grain growth. Therefore, the deformation mechanisms that operated before the activation of GBS return to control the deformation behavior. These mechanisms are dislocation slip creep at constant substructure ($n=8$) for Al 2024 and solute drag ($n = 3$) for Mg WE54. These are the same mechanisms that operate in initial materials with coarse microstructures.
5. The heat treatment conditions of the initial materials (maximum and minimum hardness) do not significantly influence the results of the processed results. As a consequence, additional thermomechanical treatments prior to processing by FSP are not necessary for industrial applications. The FSP processing performed under the conditions proposed in this thesis, facilitates superplastic forming and, therefore, the manufacture of complex parts under highly competitive conditions for the industry that bring significant economic and energy savings.

