

Implementación preliminar de la técnica presión calibrada restringida en el procesamiento de la aleación de aluminio Prodax

Preliminary implementation of the constrained groove pressing in Prodax aluminum alloy processing

Oscar Fabián Higuera-Cobos¹, Hugo Alexander González-Romero², Gustavo Adolfo Sosa-Oñate³

¹ Ph.D en Ciencia e Ingeniería de Materiales, Facultad de Ingeniería, Programa de Ingeniería Mecánica, Universidad del Atlántico, Grupo de investigación CONFORMAT, Barranquilla, Colombia

² Ingeniero Metalúrgico, SENNOVA, Centro Nacional Colombo Alemán SENA, CNCA, Barranquilla, Colombia

³ Ingeniero Mecánico, Facultad de Ingeniería, Programa de Ingeniería Mecánica, Universidad del Atlántico, Grupo de investigación CONFORMAT, Barranquilla, Colombia
oscarhiguera@mail.uniatlantico.edu.co

Recibido: 21/11/2018

Aceptado: 30/02/2019

Cite this article as: O. F. Higuera-Cobos, H.A. Gonzalez-Romero, G.A. Sosa-Oñate, "Preliminary implementation of the constrained groove pressing in Prodax aluminium alloy processing", *Prospectiva*, Vol 17, N° 1, 75-79, 2019.

RESUMEN

En este trabajo se evaluó la viabilidad de implementar la técnica presión calibrada restringida (CGP) en el procesamiento de la aleación de aluminio PRODAX. Para esto, se realizaron pruebas de caracterización química mediante Fluorescencia de Rayos X (XRF), caracterización microestructural mediante microscopía electrónica de barrido y caracterización mecánica mediante ensayos de tracción y microdureza. El material fue sometido a un tratamiento térmico de solubilizado a 525 °C durante 60 minutos para eliminar el efecto endurecedor de los compuestos de segunda fase; sin embargo, se evidenció agrietamiento al aplicar el primer pase de CGP a una velocidad de deformación de 5 mm/min. Por tanto, se realizó un tratamiento térmico de solubilizado a 540 °C durante 480 minutos con el fin de recrystalizar la fase alfa de aluminio y mejorar significativamente la respuesta del material ante un CGP con una velocidad de deformación a 0.1 mm/min. Los resultados muestran una mejora significativa en la respuesta del material al incrementar la temperatura y el tiempo de sostenimiento, junto con la reducción en la velocidad de deformación al ser sometido a CGP.

Palabras clave: Deformación plástica severa, Presión calibrada restringida, Grano ultrafino, PRODAX.

ABSTRACT

In this work, the implementation viability of the constrained groove pressing technique (CGP) in the processing of PRODAX aluminum alloy was evaluated. Alloy chemical characterization tests were performed by X-ray fluorescence (XRF), microstructural characterization by scanning electron microscopy and mechanical characterization by tensile and microhardness tests. Solubilization heat treatment at 525 °C for 60 minutes to eliminate the hardening effect of second phase compounds was applied; however, cracking was evident when the first CGP pass was applied at a deformation rate of 5 mm/min. Therefore, solubilization heat treatment at 540 °C for 480 minutes was carried out in order to recrystalize the aluminum alpha phase and significantly improve the response of the material to a CGP deformation at speed of 0.1 mm/min. The results show a significant improvement in the response of the material by increase the temperature and holding time, along with a reduction in the rate of deformation when subjected to CGP.

Key words: Severe Plastic Deformation, Constrained Groove Pressing, Ultrafine Grain, PRODAX.

1. INTRODUCCIÓN

En los últimos años los científicos e ingenieros han sido atraídos por los materiales de Grano Ultrafino (UFG); debido a sus propiedades de superplasticidad a temperaturas moderadas, mayor tenacidad a la fractura y altas velocidades de deformación [1]. Sin embargo, los procesos de conformado de metales convencionales como la laminación, forja y extrusión generalmente conducen a una deformación plástica que puede ocasionar daños mecánicos o grietas inadecuados para piezas estructurales [2][3]. Un gran número de técnicas para la obtención de materiales UFG han sido desarrolladas; en donde la deformación plástica severa (SPD) resulta ser la más prometedora a la hora de obtener grandes cantidades de material UFG [4]. Un proceso denominado presión calibrada restringida (CGP) que fue propuesto originalmente por Shin et al. [5], demostró ser el más adecuado para la producción de láminas de metal UFG. En cada pasada CGP, se realiza un prensado de ranura y un aplanamiento; después se gira la lámina 180° y se repite el proceso para deformar la región que no presenta deformación, debido a la asimetría de la matriz ranurada [5, 6, 7]. Con la utilización de la técnica CGP, se presenta una evolución en las propiedades de tracción de distintos materiales, dependiendo del número de pasadas; por ejemplo, el aluminio puro comercial, la aleación de aluminio AA3003 y el titanio puro comercial [8]. En este trabajo se evaluó la influencia de la temperatura de solubilizado, tiempo de sostenimiento y la velocidad de deformación para el procesamiento por CGP de la aleación de aluminio PRODAX.

2. METODOLOGÍA

En esta investigación se utilizó como material de trabajo una aleación de aluminio PRODAX para ser sometida a deformación plástica severa mediante la técnica presión calibrada restringida (CGP). La composición de la aleación suministrada por el fabricante se resume en la Tabla 1. Sin embargo, la composición química de la aleación fue comprobada mediante la técnica de Fluorescencia de Rayos X (XRF) utilizando un analizador químico XRF NITON XL3T.

Tabla 1. Composición química de la aleación de aluminio PRODAX.
Table 1. PRODAX aluminum alloy chemical composition.

Elemento	Zn	Cu	Fe	Mn	Cr	Ti	Si	Mg	Al
% peso	--	1.7	--	0.05	0.2	0.03	0.09	--	Balance

El material fue sometido a ciclos térmicos con el fin de ablandar el material. El primer tratamiento térmico se realizó a una temperatura de 525°C durante 1 h con enfriamiento en agua con el fin de eliminar el efecto endurecedor de los compuestos de segunda fase (Ver Figura 1a) para posteriormente ser deformado en una matriz CGP a temperatura ambiente; esta deformación se llevó a cabo a una velocidad de deformación de 5 mm/min. El segundo tratamiento se realizó a 540°C durante 8 h con el fin de recrystalizar la fase alfa del aluminio (Ver Figura 1b), para posteriormente ser deformado en la matriz CGP a una velocidad de deformación de 0.1 mm/min. Cada pasada de CGP involucra 4 ciclos que generan una

deformación efectiva de 1.16. Dicho proceso se realizó a láminas de 10 x 10 x 2 mm, con una velocidad de deformación de 0.1 mm/min utilizando MoS₂ como lubricante. En la Figura 2a se muestra un esquema del proceso de deformación por CGP y las matrices utilizadas en este estudio (Figura 2 (b-c)). El material fue caracterizado microestructuralmente mediante microscopía electrónica de barrido (SEM/ EDS) utilizando un microscopio electrónico de Barrido HITACHI SU3500 equipado con una sonda EDS OXFORD INSTRUMENTS XMAX con el fin de analizar las características del grano y la composición química de los precipitados en la aleación. Las muestras fueron preparadas metalográficamente de acuerdo con los lineamientos de la norma ASTM E3-01.

Figura 1. Tratamientos térmicos aplicados.
Figure 1. Applied Heat Treatments.

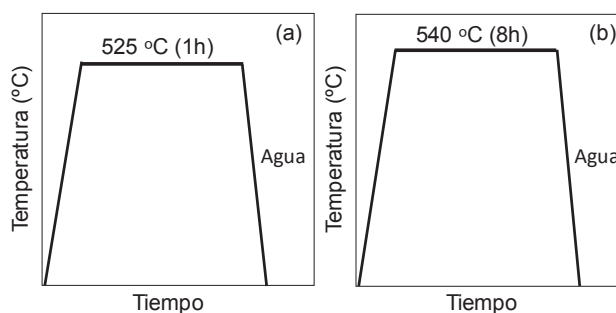


Figura 2. Secuencia CGP [9] y matrices.
Figure 2. CGP Sequence [9] and matrices.

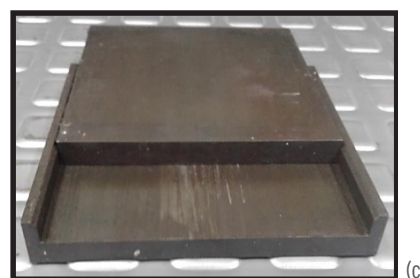
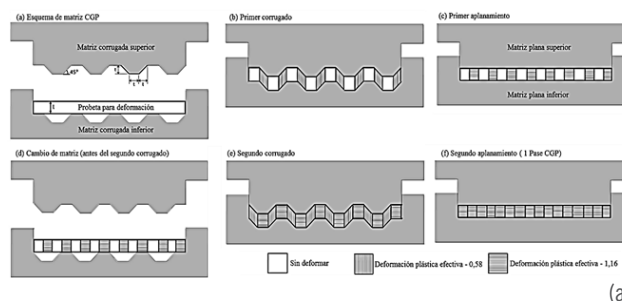


Tabla 2. Composición química de la aleación de aluminio PRODAX por fluorescencia de rayos X
Table 2. Chemical composition of PRODAX aluminum alloy by X ray fluorescence

Elemento	Zn	Mg	Cu	Cr	Si	Fe	Mn	Ti	Zr	Pb	Al
% en peso	7.595	4.842	2.736	0.605	0.507	0.339	0.084	0.081	0.036	0.005	Balance
Error (+/-)	0.403	2.065	0.148	0.043	0.199	0.028	0.025	0.019	0.003	0.002	1.502

En cuanto al comportamiento mecánico, se evaluó la resistencia a la tracción y dureza del material de suministro de acuerdo a los lineamientos de las normas ASTM E8-04 y ASTM E384-00, respectivamente. Las probetas de tracción con dimensiones calibradas de $30,72 \times 5,76 \times 2$ mm fueron mecanizadas mediante la técnica de corte por hilo. Para los ensayos de tracción se utilizó una máquina universal de ensayo marca Shimadzu Autograph tipo SFL-25AG, la cual cuenta con una capacidad de 250 kN a una velocidad de cabezal constante de $3,33 \times 10^{-5}$ m/s. En cuanto a la dureza, se evaluó en escala Vickers por medio de un microdurómetro Struers DuraSacn 70 usando una fuerza de 300 g (2.94 N) con un tiempo de carga de 15 s. Cada valor de dureza reportado fue el promedio de 5 indentaciones.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Caracterización Química. En la Tabla 2 se resumen los datos de composición química elemental obtenidas mediante fluorescencia de rayos X (XRF) de la aleación de aluminio PRODAX. Se determinaron elementos importantes en la aleación tales como Zn, Fe y Mg los cuales no son especificados por el proveedor. Adicional a esto, se determinaron impurezas como es el caso del zirconio y el plomo que al final, debido a sus bajos porcentajes resultaron irrelevantes en el estudio.

3.2 Caracterización microestructural. La Figura 3 muestra el comportamiento microestructural del material de suministro en donde se observa una textura de laminado muy definida con presencia de granos alargados producto del proceso de laminado en caliente aplicado durante su fabricación. Adicional a esto, se puede destacar la presencia de las fases η' (metaestable) y η (estable) de $MgZn_2$ enriquecidas con cobre. Estas fases presentan estructura cristalina HCP. La forma de las fases η' y η en la zona Guinier-Preston (ZGP) pueden ser, forma de placa (fase (η')) y forma de placa o barra (fase (η)). Este comportamiento es coherente con lo planteado por Thomas Healey [10] quien ha demostrado que la fase (η') y (η) es la única fase que ocurre durante el envejecimiento de la aleación 7075 a temperaturas inferiores a 200 °C.

Puesto que la aleación PRODAX es suministrada en condición T651 y al no conocer el ciclo térmico y de pre-deformación aplicado a la aleación, el material fue sometido a dos ciclos térmicos de solubilizado con el fin de disolver los compuestos de segunda fase ($MgZn_2$, Al_2Cu y $Al_{12}Mg_2Cr$) [11] y eliminar la textura de laminación y así, obtener un comportamiento monofásico, fase alfa de aluminio sobresaturada. En el primero, el material fue solubilizado a 525 °C por 1h y en el segundo la temperatura de solubilizado fue de 540°C

con una duración de 8h, los dos con enfriamiento en agua. El comportamiento microestructural después de tratamiento térmico se resume en la Figura 4. Se nota un ligero cambio del tamaño de grano del material después de ser sometido por 8h a 540 °C (Figura 4b), sin embargo, no se eliminó la textura de laminado, sin importar la temperatura o el tiempo de sostenimiento aplicado durante el tratamiento térmico.

Figura 3. Comportamiento microestructural de la aleación PRODAX en estado T651
Figure 3. Microstructural behavior of the PRODAX alloy in T651 state

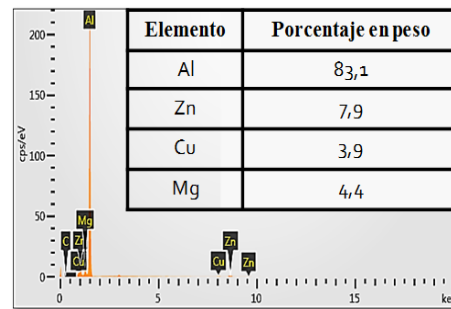
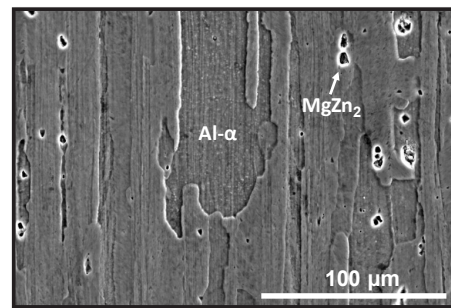
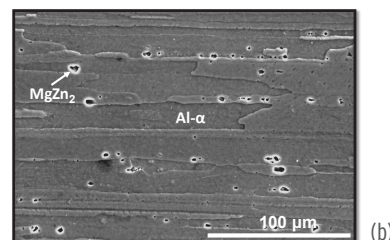
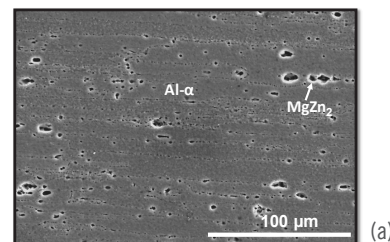


Figura 4. Comportamiento microestructural de la aleación PRODAX tratada térmicamente (a) 525 °C por 1h y (b) 540 °C por 8 h.

Figure 4. Microstructural behavior of the PRODAX alloy subjected to heat treatment (a) 525 °C for 1h y (b) 540 °C for 8 h.



Esto se debe posiblemente a la presencia de cromo en la aleación, en donde los precipitados ricos en este elemento ($Al_{12}Mg_2Cr$) [12, 13, 14], se presentan durante la homogeneización o el laminado en caliente, como consecuencia de una sobresaturación de cromo producida durante la colada, esta precipitación no causa un endurecimiento apreciable, pues su propósito es producir partículas finamente divididas y dispersas que hacen las veces de anclaje al límite de grano, evitando su movimiento y por ende retrasando o inhibiendo la recrystalización.

3.3 Caracterización mecánica. La Figura 5 muestra las curvas de esfuerzo - deformación verdadera de la aleación PRODAX en estado de suministro. Se nota una diferencia entre las secciones longitudinal y transversal, lo que indica una leve anisotropía propia de un material laminado en caliente. La Tabla 3 resumen las propiedades mecánicas del material en estudio. A continuación, se analizaron las superficies de fractura mediante microscopía electrónica de barrido como se ilustran en la Figura 6. El análisis se realizó tanto en la sección longitudinal como transversal del material en estado de suministro (tratamiento térmico T651). En ambas secciones se pueden observar cavidades de distintas dimensiones, lo que podría indicar la presencia de un mecanismo de rotura dúctil. Sin embargo, se puede notar en ambas secciones la presencia marcada de clivaje y de una fractura con un ángulo muy cercano a 45° , lo que indicaría la presencia de un número limitados de sistemas de deslizamiento, posiblemente controlados por sistema de deslizamiento $\{111\} \langle 110 \rangle$. Lo que explicaría el comportamiento frágil de la aleación (% de alargamiento $\sim 19\%$).

Figura 5. Curva esfuerzo vs Deformación verdadera de la aleación PRODAX en estado T651

Figure 5. True stress- true strain of the PRODAX alloy in T651 state.

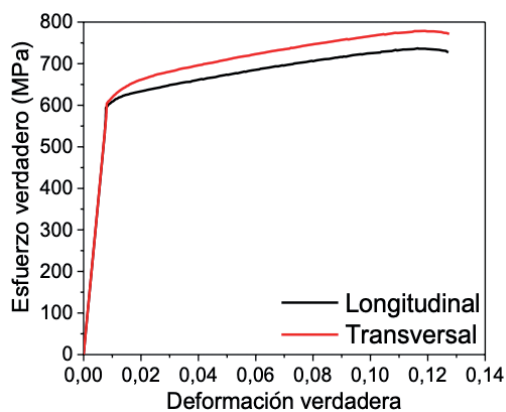
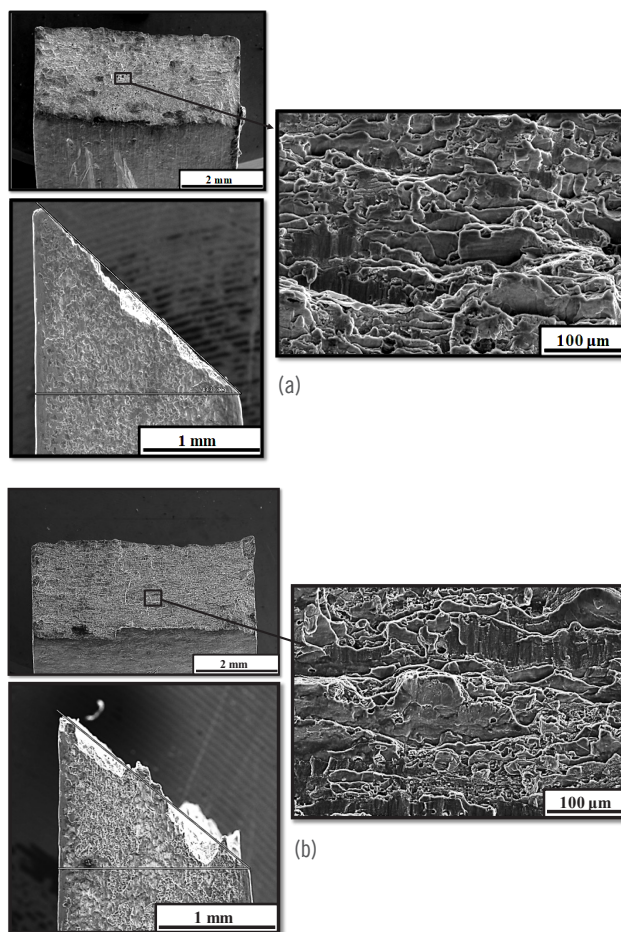


Tabla 3. Evaluación de la resistencia mecánica de la aleación PRODAX
Table 3. Evaluation of the mechanical strength of the PRODAX alloy.

	Sección Longitudinal	Sección transversal
Esfuerzo de fluencia (MPa)	590,9	600,65
Esfuerzo ultimo (MPa)	735,9	778,5
% de Alargamiento	19	19,6
Dureza (HV0.3)	168	170

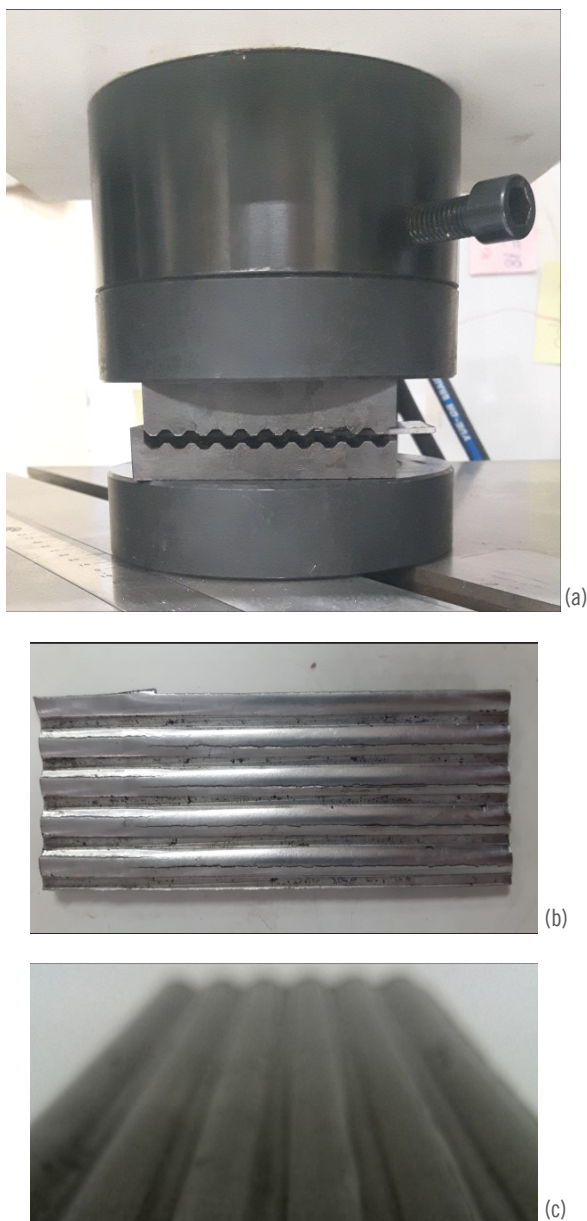
Figura 6. Análisis de falla de la aleación PRODAX.
Sección a) Longitudinal y b) Transversal
Figure 6. Failure analysis of the PRODAX alloy.
Section a) Longitudinal, b) Transversal



3.4 Proceso de deformación SPD-CGP. La Figura 7a muestra el montaje CGP utilizado en este estudio. Inicialmente, se deformó el material sometido a un solubilizado a $525^\circ C$ por 1h (Figura 4a). Este material se deformó por CGP a una velocidad de cabezal de 5 mm/min. El resultado fue una probeta ondulada, pero con grietas en toda su estructura (ver Figura 7b). Debido a este resultado y con el fin obtener un material deformado y sin defectos, se modificó el ciclo térmico aplicado al material a condiciones que favorecen aún más los procesos de recrystalización estática (ver Figura 4b) y adicional a esto, se redujo la velocidad de deformación durante CGP, con el fin de buscar favorecer la movilidad de las dislocaciones y la generación y aniquilación de vacancias, se procedió a someter el material a un tratamiento térmico de recrystalización a $540^\circ C$ durante 8h. La velocidad del cabezal utilizada fue de 0.1 mm/min. Los resultados mostraron una leve mejora en el comportamiento del material deformado a bajas velocidades de deformación (Figura 7c). Sin embargo, aún se presentaron grietas en todo el cortante del material. Este resultado es coherente con el comportamiento microestructural observado en la Figura 4, en donde no se logró eliminar la textura de laminado y la disolución total de los precipitados, lo cual induce fragilidad en el material.

Figura 7. (a) Montaje CGP utilizado en este estudio, (b) probeta tratada térmicamente a 525 °C durante 1h y deformada por CGP a una velocidad de deformación de 5 mm/min y (c) probeta tratada térmicamente a 540 °C durante 8h y deformada por CGP a una velocidad de deformación de 1 mm/min

Figure 7. (a) CGP assembly used in this study, (b) heat treated specimen at 525 °C for 1 h and deformed by CGP at a deformation rate of 5 mm / min and (c) heat treated specimen at 540 °C for 8h and deformed by CGP at a deformation speed of 1 mm / min



Los tratamientos térmicos aplicados no lograron eliminar la textura de laminación del material evitando la obtención de una pieza sana después de la deformación por CGP. Sin embargo, al analizar de manera combinada el incremento de la temperatura y del tiempo de sostenimiento, junto con la reducción en la velocidad de deformación se notó una mejora significativa en la respuesta del material al ser sometido a CGP.

REFERENCIAS

- [1] B. Verlinden. "Severe plastic deformation of metals," *Metalurgija- Journal of metallurgy*, Vol.11, pp. 165-182, 2004.
- [2] A. Azushima et al., "Severe plastic deformation processes for metals," *Manuf. Tech.*, Vol 57, pp. 716-735, 2008.
- [3] R. Z. Valiev, R.K Islamgaliev, and I.V Alexandrov, "Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation," *Proge. Mater. Sci.*, Vol 45, pp. 103-189, Aug. 1999.
- [4] R. Rodríguez and J. Cabrera, "Obtención de materiales metálicos de tamaño de grano ultrafino," *Scien. Tech.*, no. 38, Jun. 2008.
- [5] D. H. Shin, J. J. Park, and Y. S. King, "Constrained groove pressing and its application to grain refinement of aluminum," *Mater. Sci. Eng.*, Vol 328, pp. 98-103, 2002.
- [6] A. Krishnaiah, Uday Chakkingal, and P. Venugopal, "Production of ultrafine grain sizes in aluminium sheets by severe plastic deformation using the technique of groove pressing," *Scrip. Mater.*, Vol 52, pp. 1229-1233, Mar. 2005.
- [7] Z. S. Wang, Y. J. Guan, and P. Liang, "Deformation efficiency, homogeneity, and electrical resistivity of pure copper processed by constrained groove pressing," *Rare. Met.*, Vol 33, no. 3, pp. 287-292, Dec. 2013.
- [8] F. Khodabakhshi et al., "Hardness-strength relationships in fine and ultrafine grained metals processed through constrained groove pressing," *Mater. Sci. Eng.*, Vol 636, pp. 331-339, Apr. 2015.
- [9] W. yang et al., "Initial precipitation and hardening mechanism during non-isothermal aging in an Al-Mg-Si-Cu 6005A alloy," *Mater. Cha.*, Vol 94, pp.170-177, May. 2014.
- [10] J. Thomas Healey, "Guinier-preston zone evolution in 7075 aluminum", doctoral thesis in engineering, UF, Florida, U.S.A., 1976.
- [11] X. Zou et al. Evolution of second phases and mechanical properties of 7075 Al alloy processed by solution heat treatment. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 27(2017) 2146-2155
- [12] A. Ghosh et al., "On the role of precipitates in controlling microstructure and mechanical properties of Ag and Sn added 7075 alloys during artificial ageing" *Materials Science & Engineering A* 738 (2018) 399-411
- [13] L. Leng et al., "Improving the fatigue strength of 7075 alloy through aging", *Materials Science and Engineering: A* Volume 738, 19 December 2018, Pages 24-30
- [14] J.K. Zheng et al., Degradation of precipitation hardening in 7075 alloy subject to thermal exposure: A Cs-corrected STEM study. *Journal of Alloys and Compounds* 741 (2018) 656-660.

4. CONCLUSIONES

Las micrografías del material muestran una textura de laminación muy definida lo que ocasiona una reducción en la ductilidad del material, dándole un comportamiento frágil (% alargamiento ~19%); esto fue demostrado analizando las curvas de esfuerzo vs deformación de la Figura 5 y las propiedades mecánicas de la Tabla 3, adicional a esto el comportamiento de la falla del material de suministro es de carácter frágil.