

# OBTENCIÓN DE MATERIALES METÁLICOS DE TAMAÑO DE GRANO ULTRAFINO

## Developing Metallic Materials with Ultrafine Grain

### RESUMEN

Con este trabajo se busca proporcionar una visión general de los procesos de Severa Deformación Plástica (SPD del acrónimo en inglés). Este proceso es considerado uno de los más importantes para obtener cantidades industriales de materiales metálicos con tamaño de grano inferior a  $1 \mu\text{m}$ , al cual se le denomina grano ultrafino. En el texto se realiza una descripción de las más importantes técnicas pertenecientes a SPD; refiriéndose a los principios fundamentales, ventajas y limitaciones de cada una de ellas. Adicionalmente, se incluyen algunas de las aplicaciones potenciales que los materiales metálicos UFG (Ultra - Fine Grain) presentan gracias al significativo incremento de las propiedades mecánicas y físicas con respecto a los materiales metálicos convencionales.

**PALABRAS CLAVES:** Severa Deformación Plástica, Grano Ultrafino, Grano Nanocristalino, ECAP, HPT, MM.

### ABSTRACT

*The goal of this article is to provide a general overview about Severe Plastic Deformation processes SPD, one of the most important techniques available to obtain industrial amounts of materials with grain size lower than  $1\mu\text{m}$ , called ultrafine UFG. A description of the more important SPD techniques is made, based on fundamental principles, advantages and limitations of each one of them. These techniques are presented considering the remarkable increase of physics and mechanicals properties in comparison with conventional metallic materials. Some potential applications of UFG metallic materials are included.*

**KEYWORDS:** *Keywords: Severe Plastic Deformation, Ultra-fine grain, Nanocrystalline grain, ECAP, HPT, MM.*

### 1. INTRODUCCIÓN

El histórico artículo de Gleiter “ Nanocrystalline Materials” publicado en 1989 [1] direccionó una significativa proporción de la investigación existente en Ciencia e Ingeniería de Materiales. La importancia de este artículo puede ser evaluada por las citas recibidas (más de 1300) y los cientos de artículos que lo continúan referenciando año tras año. Gleiter y otros vanguardistas en el área, han denominado a los materiales policristalinos con tamaño de grano inferior a  $1 \mu\text{m}$ , como materiales con Grano Ultrafino UFG (Ultra-fine grain), y a su vez, ésta denominación se subdivide en materiales submicrométricos (100 a 1000 nm) y materiales nanométricos (inferiores a 100 nm) [1,2].

Estos materiales UFG se caracterizan por tener una gran fracción de volumen de límites de grano, lo que puede alterar significativamente las propiedades físicas, mecánicas y químicas, en comparación con los materiales policristalinos convencionales, los cuales tienen tamaños de grano usualmente en el rango de 10 - 300  $\mu\text{m}$ . La

### JOSE MARIA CABRERA

Dr, Ingeniero Industrial  
Profesor Titular,  
Departamento de Ciencia de  
Materiales e Ingeniería Metalúrgica,  
Universidad Politécnica de  
Catalunya  
Jose.maria.cabrera@upc.edu

### R. RODRIGUEZ BARACALDO

Ingeniero Mecánico M. Sc.  
Departamento de Ingeniería  
Industrial ,  
Universidad Nacional de Colombia  
Sede Manizales  
rodriguezba@unal.edu.co

figura 1 muestra una descripción esquemática de un material nanocristalino, donde los átomos en el límite de grano son blancos y no se asocian claramente con una simetría cristalina [3]. El significativo incremento de propiedades como resistencia mecánica, dureza, tenacidad, ductilidad a temperaturas altas (superplasticidad), coeficiente de expansión térmica, calor específico, resistividad eléctrica, difusividad, límites de solubilidad, reactividad química, permeabilidad magnética, etc; en comparación con los materiales policristalinos convencionales, han sido la motivación e incentivo para que muchos grupos de investigación alrededor del mundo centren sus esfuerzos en el desarrollo y caracterización de estos materiales. Últimamente, el desarrollo de mejores herramientas para el procesamiento y la caracterización de materiales no convencionales han impulsado aún más el avance de materiales UFG.

Un gran número de técnicas de procesamiento para la obtención de materiales UFG han sido y continúan siendo desarrolladas. Dentro de las técnicas “Vapor – Sólido”,

se pueden mencionar: Condensación en gas inerte (IGC), Pulverización catódica (sputtering), Ablación por láser, y técnicas PVD & CVD. En cuanto a las técnicas “Líquido – Sólido” se cuenta con: Solidificación rápida, Electrodeposición, Conversión de aerosoles, Coprecipitación, Métodos sol-gel, Spark erosion, y Solidificación bajo alta presión. Finalmente, dentro de las técnicas “Sólido-Sólido” se tiene: Procesos de severa-deformación, Transformaciones en fase sólida, Cristalización de fases vítreas, Aleación mecánica, Desgaste por deslizamiento, etc [4-5]. Cada una de estas técnicas tiene sus ventajas y limitaciones; aunque, dentro de las técnicas en estado sólido, la severa deformación plástica surge como una de las más prometedoras, pensando en procesos escalables a niveles industriales, a la hora de obtener grandes cantidades de material.

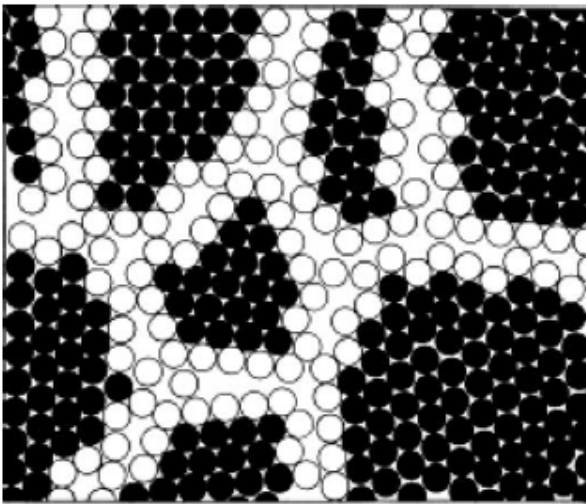


Figura 1, Representación esquemática de un material UFG. Tomada de: Gleiter H. Acta Mater 2000; 48:1-29.

Estos materiales además de proporcionar una excelente oportunidad para el estudio de la interacción cristalina y la relación entre estructura y propiedades en materiales sólidos, también muestran un atractivo potencial para aplicaciones tecnológicas, debido a sus notables propiedades. Manteniendo este incentivo presente, el objetivo de este artículo es proporcionar una visión general de los procesos de severa deformación plástica para obtener materiales con tamaños de grano ultrafinos.

## 2. TÉCNICAS DE DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA

La producción de materiales UFG por medio de la severa deformación plástica tiene gran potencial para aplicaciones a escala industrial, pues emplea equipos y herramientas con gran similitud a aquellos empleados en procesos de manufactura convencional. Por lo tanto, al implementarlos no es necesario incurrir en altas

inversiones iniciales de capital. Otra ventaja importante es la capacidad de producir material con las dimensiones necesarias para aplicaciones estructurales. A continuación se explican las principales técnicas SPD:

### 2.1) PRESIÓN EN CANAL ANGULAR CONSTANTE:

El proceso de extrusión en canal angular (Equal Channel Angular Extrusion, ECAE) fue inventado en 1972 por Segal en la Unión Soviética. En la literatura se encuentran variaciones en la nomenclatura; entre ellas ECAP, para referirse a Equal Channel Angular Pressing. Tal vez sea la expresión más correcta ya que en el proceso no tiene lugar una extrusión clásica, debido a que no varía la sección transversal del material durante el transcurso del proceso.

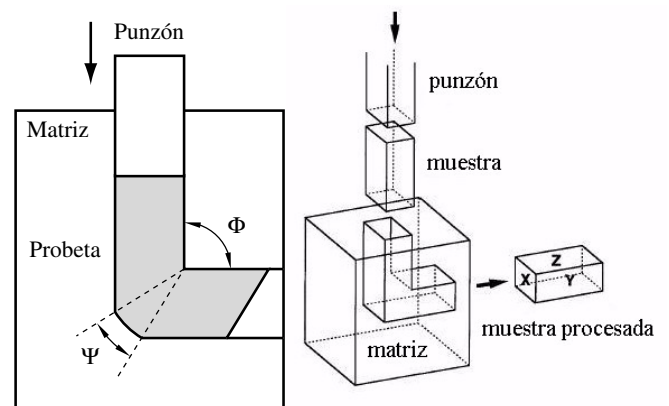


Figura 2, Extrusión por Canal Angular ECAP

Los principios del ECAP se muestran en la figura 2. En esencia, consiste en presionar una muestra de material policristalino a través de una matriz especial que contiene dos canales de idéntica sección transversal, los cuales se intersectan en un ángulo. La muestra de material, de una geometría de sección determinada, se introduce dentro del canal lubricado y se presiona con un émbolo que lo extruye al canal de salida, mediante una carga que dependerá de las características mecánicas del material. Bajo estas condiciones la muestra se moverá a través del primer canal como un todo rígido, hasta que el material alcance el plano de intersección de los dos canales, donde el material se deforma plásticamente por cizalladura simple [6,7].

Como la forma de la barra no sufre cambios dimensionales considerables el proceso puede ser repetido varias veces hasta obtener una deformación excepcional. La deformación equivalente  $\epsilon$  producida por ECAP es determinada por el ángulo entre las dos partes del canal  $\Phi$ , el ángulo que abarca la curvatura del vértice exterior a las dos partes del canal de intersección  $\Psi$  y el número de pases a través del dado  $N$  [6]; según la Ecuación 1:

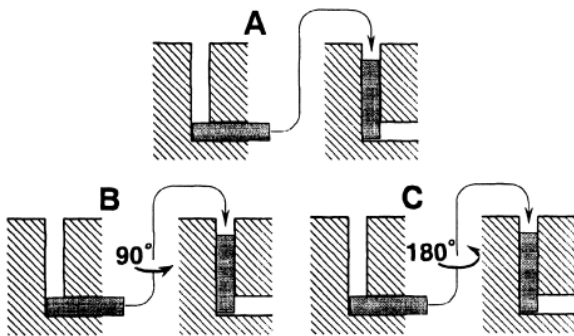


Figura 3, Rutas de procesamiento ECAP

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

Es posible definir varias rutas de procesamiento por medio de la rotación de la barra respecto a su eje longitudinal. Ruta A: Sin rotación de la barra, Ruta B: con rotación de 90° y ruta C: rotación de 180°. Figura 3. [6,7]

### 2.2) TORSIÓN EN ALTA PRESIÓN

La Torsión de Alta Presión (High Pressure Torsion, HPT) es una técnica SPD que genera en comparación con ECAP una deformación de corte continuo del material metálico. En la figura 4, se puede apreciar un diagrama esquemático de la disposición de la herramienta de HPT. En el montaje se observa inicialmente el disco ubicado en una cavidad ajustada. Al rotar uno de los bastidores se consigue la deformación rotacional plástica y la cavidad ajustada permite la aplicación de la presión hidrostática. En principio, el material se encuentra sometido a un esfuerzo compresivo, el cual lo deforma plásticamente y luego en combinación con este esfuerzo se tiene el efecto generado por las componentes de torsión aplicadas. De esta forma se generan elevadas densidades de dislocaciones, lo que produce el corte de los granos iniciales, generando una subestructura de menor tamaño. Cabe notar que en este proceso la deformación aplicada por el par de torsión no es homogénea, por lo que existirá un gradiente de deformación, desde el centro hacia la periferia de la muestra.

Si no existe flujo de material debido al ajuste de la cavidad, el espesor del disco se mantiene constante. La deformación real torsional  $\gamma$ , es dada por  $\gamma = (r/h)\phi$  donde; r es la distancia hacia el centro del disco,  $\phi$  es el ángulo torsional en radianes y h el espesor de la muestra. Los pequeños discos obtenidos en el proceso son usados en aplicaciones nanomagnéticas y en aplicaciones micro-electro-mecánicas. Actualmente se

trabaja con el ánimo de extender el proceso a probetas con dimensiones mayores [8,9].

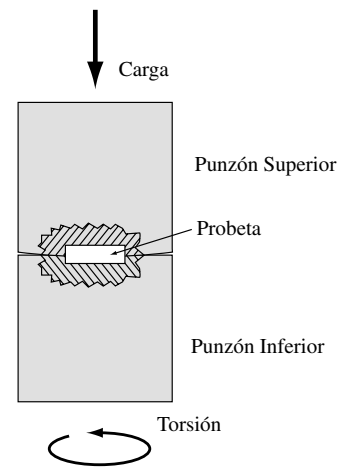


Figura 4, Deformación por torsión en alta presión HPT

### 2.3) MOLIENTA / ALEADO MECANICO.

El proceso fue desarrollado en los años 60 buscando producir una dispersión de óxidos en superaleaciones base hierro y níquel, con el fin de aumentar su resistencia mecánica a elevadas temperaturas. La molienda / aleado mecánico (Mechanical Milling, MM) figura 5, consiste en introducir el material que se desea moler en un recipiente que contiene bolas en su interior. El movimiento de rotación-traslación de estos recipientes que contienen el polvo metálico, hacen que las bolas ejerzan elevados esfuerzos que deforman severamente las partículas de polvo y que por tanto producen una serie de deformaciones que involucran de manera repetida, deformación, soldadura, fractura y re-soldadura de las partículas de polvo, hasta que el tamaño de grano deseado sea finalmente alcanzado. En el caso de introducir un solo tipo de material se obtiene el refinamiento de grano del mismo, pero si se introducen dos o más materiales ocurre una combinación atómica hasta obtener una aleación verdadera de los compuestos. En ambos casos, se obtiene materiales UFG mediante el refinamiento del tamaño de grano como resultado de una severa deformación plástica.

Una vez se tenga el polvo con las características metalúrgicas necesarias se debe realizar su consolidación. La temperatura, la presión y el tiempo son cruciales para obtener un tamaño de grano y una compacidad alta en el sólido. Sin embargo varios autores coinciden en lo difícil de obtener el tamaño de grano deseado y al mismo tiempo una buena compacidad del consolidado [10-12]. Dentro de las técnicas más empleadas para la consolidación de polvos con estructura de grano UFG se encuentran: Sinterización por chispa asistida por plasma, Sinterización por microondas, compactación isostática y uniaxial en tibio.

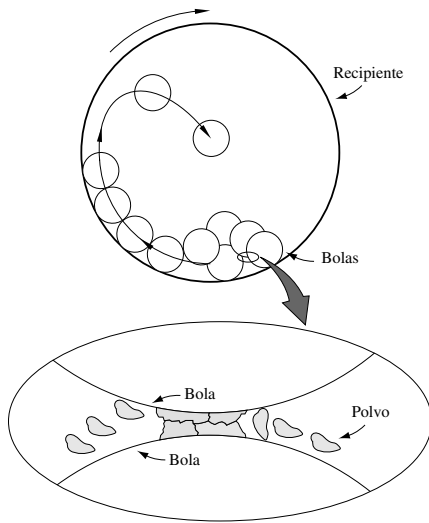


Figura 5. Movimiento de las bolas en la Molienda Mecánica, Deformación del polvo por impacto entre bolas.

2.4) UNIÓN POR LAMINACIÓN ACUMULADA:

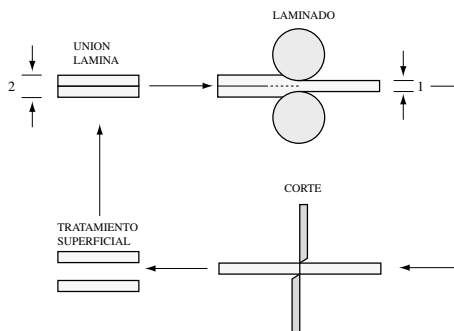


Figura 6, Unión Por Laminación Acumulada

El proceso esquematizado en la figura 6, consiste en la reducción sistemática del espesor de una chapa por laminación. El material al pasar por un tren de laminación convencional es a continuación dividido en dos, ubicándose una parte sobre la otra para someterla nuevamente a laminación. Las caras enfrentadas son previamente desengrasadas y cepilladas para conseguir una buena unión. De esta manera, un conjunto de procesos de laminación, corte, cepillado, desengrasado y apilado se repiten varias veces hasta obtener una gran deformación acumulada en la lámina. Dentro de las variaciones del proceso está el calentamiento de la lámina siempre por debajo de su temperatura de recristalización. Una limitación importante en este proceso es la obtención de granos no equiaxiales, dependiendo de la dirección de laminación. [13,14]

2.5) FORJA MULTIDIRECCIONAL.

La forja multidireccional (Multi-directional Forging, MDF) introducida a principios de los 90's consiste en múltiples y repetidas operaciones de forja con cambios en

la dirección del eje de aplicación de la carga (ver figura 7). La homogeneidad de la deformación producida por MDF es menor al ECAP y HPT. Sin embargo el método puede ser usado para obtener nanoestructuras en materiales relativamente frágiles, debido a que el proceso empieza a elevada temperatura y las cargas específicas sobre la herramienta son relativamente bajas. Es importante seleccionar la temperatura y la deformación, en función del refinamiento de grano deseado. La operación es habitualmente realizada a intervalos de temperaturas entre 0.1 a 0.5  $T_m$ , donde  $T_m$  es la temperatura absoluta de fusión [15].

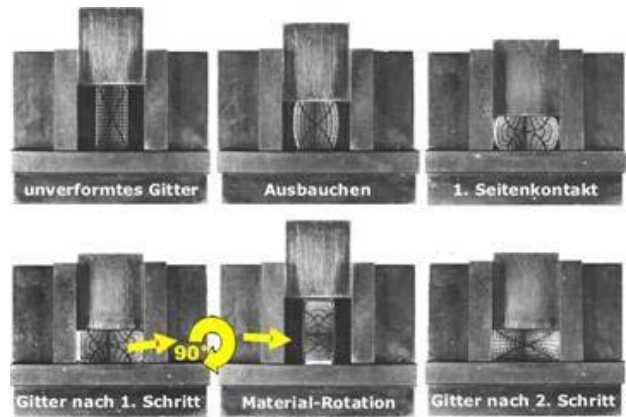


Figura 7, Esquema de forjado multidireccional. Tomado de: <http://www.oeaw.ac.at>

3. APLICACIONES

Las aplicaciones de materiales UFG están siendo gobernadas por dos factores principalmente: (1) Sus superiores propiedades y (2) la facilidad de manufactura que ofrecen respecto a materiales de tamaño de grano convencional [16].

3.1. APLICACIONES DERIVADAS DE PROPIEDADES SUPERIORES.

La producción y aplicación actual de metales no ferrosos estructurales como el Al y el Cu es muy alta. Este tipo de materiales ha sido procesado por SPD con éxito, obteniendo propiedades mecánicas antes inimaginables. Considerando aplicaciones muy sensibles al factor peso como aviones, automóviles, barcos y bicicletas; es totalmente razonable pensar en lo atractivo que sería poder producir considerables volúmenes de aluminio y cobre de grano ultrafino. Un ejemplo sencillo son los componentes de una bicicleta de alta competición, tanto de montaña como de pista, donde fabricar componentes estructurales significaría una disminución importante en el peso de la bicicleta, además de un ahorro económico al sustituir los costosos materiales de fibra de carbono.

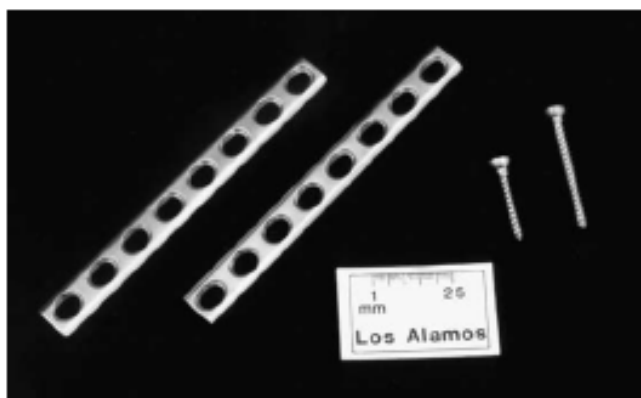


Figura 8, Implantes para óseo-integración de huesos hecho de Ti nanocristalino

Tomado: Zhu Y.T, et al., Scripta Mater., 51 (2004),

Otra aplicación importante de metales UFG procesados por SPD se encuentra en la industria de aparatos médicos. Esta industria soportada por el creciente interés social de elementos que extiendan y mejoren la calidad de vida, posee un alto nivel de innovación en materiales avanzados. Un buen ejemplo, son los implantes para soportar la óseo-integración de huesos fabricados en Ti nanocristalino NC. La demostrada mejora en la resistencia a la fatiga del Ti NC es particularmente atractiva en el uso de implantes médicos hechos de aleaciones de titanio (Figura 8). Otro ejemplo de mayor interés es el uso de Ti NC para implantes dentales. Los implantes típicos tienen como mínimo 3 mm de diámetro debido a los severos ciclos de carga asociados a la acción de masticar. La introducción de Ti NC significa una alta resistencia a la fatiga, siendo posible reducir a 2 mm el diámetro del implante. Considerando el tamaño del diente, esta reducción significa un alto porcentaje del diente que no será necesario eliminar.

### 3.2. APLICACIONES DERIVADAS DE SU FÁCIL MANUFACTURA

Los procesos de forja son comúnmente empleados para la fabricación de piezas en la industria aérea y automotriz. Debido a la superplasticidad de los materiales UFG, las temperaturas de forja pueden ser reducidas significativamente; además de permitir la obtención de piezas cercanas a su geometría final, reduciendo los costosos procesos de mecanizado.

En la industria automotriz, el conformado de láminas requiere asimilar formas complejas con múltiples caras curvas. Por tal motivo son necesarios temperaturas por encima del 50% del punto de fusión de la lámina y velocidades de deformación inferiores a  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . La introducción de aleaciones UFG podría facilitar la optimización de este proceso gracias a las propiedades de superplasticidad a bajas temperaturas y altas velocidades de deformación. Se ha establecido que la velocidad de

flujo en el régimen superplástico varía con el tamaño de grano en una relación de 2 [17]. Es decir que la reducción de tamaño de grano en un orden de magnitud lleva a un incremento en la velocidad óptima de deformación en dos órdenes de magnitud. Por tanto, el tiempo total de formado se puede reducir considerablemente. Por ejemplo, Langdon 2001, reportó alargamientos en ensayos de tracción hasta un 2000% a una velocidad de deformación  $1 \text{ s}^{-1}$ , en una aleación Zn – Al procesada por ECAP [18].

### 4. AGRADECIMIENTOS

Los autores quieren agradecer a la CICYT por la financiación a través del proyecto DPI 2005-09324.

### 5. BIBLIOGRAFÍA

- [1] Gleiter H. Nanocrystalline materials. Prog Mater Sci 1989;33:223–315.
- [2] Suryanarayana C. Nanocrystalline materials. Intl Mat Reports 1995;40:41–64.
- [3] Gleiter H. Acta Materialia 2000;48:1–29.
- [4] Edelstain A.S, Cammarata R.C, Nanomaterials: Síntesis, Properties and Applications.
- [5] Koch C.C Nanostructured Materials, Processing; Properties and Potencial Applications., Institute of Physics, Noyes Publications, USA; 2002
- [6] V.M Segal, Materials Science Engineering. A 197 (1995) p157
- [7] Valiev, R. Z., Y. Estrin, Z. Horita et al, JOM, 58, (2006) 33-39.
- [8] A.P. Zhilyaev et al., Acta Materialia, 51 (2003), p. 753.
- [9] A. Vorhauer and R. Pippan, Scripta Materialia., 51 (2004), p. 921.
- [10] J.Rawers, R.Krabbe, Journal Materials Synthesis and Process. Vol. 6, (1998), 133.
- [11] T.R.Mallow, C.C.Koch, Acta Materialia, Vol. 46, (1998), 6459-6473.
- [12] D.Jia, K.T.Ramesh, E.Ma. Acta Materialia, Vol. 51, (2003), 3495-3509.
- [13] Y. Saito et al., Acta Materialia, 47 (1999), p. 579.
- [14] S.H. Lee et al., Materials Transaction. JIM, 40 (1999), p. 1422.
- [15] S.V. Zherebtsov et al., Scripta Mater., 51 (2004), p. 1147
- [16] Zhu Y.T, T.C Lowe, T.G. Lagdon., Scripta Mater., 51 (2004), p. 825-830
- [17] Langdon TG. Acta Metall Mater 1994;42:2437.
- [18] Lee S-M, Langdon TG. Mater Sci Forum 2001;357–359: 321.

