

# Grado de avance de la tesis “Deformación plástica severa para el desarrollo de microestructura de grano ultrafino en aleaciones de titanio para uso industrial”

Level of progress of the thesis “Severe plastic deformation for the development of ultrafine grain microstructure in titanium alloys for industrial use”

Presentación: 6 y 7/10/20

Doctorando:

**Mariela Melia**

Grupo Tecnología de Procesos, Departamento Metalurgia, Centro de Desarrollo y Tecnología de Materiales (DEYTEMA), Centro de Investigación y Transferencia (CIT) San Nicolás, Facultad Regional San Nicolás, Universidad Tecnológica Nacional – Argentina

[mmelia@frsn.utn.edu.ar](mailto:mmelia@frsn.utn.edu.ar)

Director/a:

**Martina Avalos**

Co-director/a:

**Elena Brandaleze**

## Resumen

En este trabajo se muestra el grado de avance de la tesis doctoral "Deformación plástica severa para el desarrollo de microestructura de grano ultrafino en aleaciones de Titanio para uso industrial" cuyo objetivo general es determinar y comparar rutas de fabricación, deformación y tratamiento térmico de aleaciones de Ti que faciliten el desarrollo de una estructura de granos ultrafinos con posibilidades de escalamiento industrial. Para tal fin se proponen técnicas como laminación asimétrica, deformación de chapa por corte en canal angular, manufactura aditiva y una adecuada combinación de ellas y/o tratamientos térmicos posteriores. En el marco de esta tesis se utilizan además diferentes técnicas de caracterización para estudiar los diferentes caminos de deformación que hacen posible, en definitiva, el desarrollo de granos de tamaño micro-nanométrico.

**Palabras clave:** Deformación plástica severa, Nanoestructura, Titanio

## Abstract

The main objective of this paper is to present the level of progress of the doctoral thesis which has the general objective of: “Determining and comparing the impact on different deformation process and heat treatment routes of Ti alloys that facilitate the development of an ultrafine grain structure, with potential industrial scaling possibilities. By means of techniques such as asymmetric rolling, sheet deformation by shearing in an angle channel, additive manufacturing and a suitable combination of them and/or subsequent heat treatments. Within the framework of this thesis, different techniques of

characterization, are used to study the different deformation paths which, in short, make possible, the development of micro-nanometric sized grains.

**Keywords:** Severe plastic deformation, Nanostructure, Titanium

## Introducción

En la actualidad el estudio de materiales nanoestructurados ha generado una revolución en ciencia de materiales. Los avances de mayor impacto tecnológico se relacionan con partículas de materiales nanoestructurados en medios dispersos. A diferencia de éstos, en los materiales nanoestructurados también es necesario considerar la interacción entre partículas nanoestructuradas, ya que esta interacción confiere propiedades características del material como un todo. En la actualidad de la ciencia de materiales se pone énfasis en la mesoescala. En esta, el conocimiento acumulado en la etapa nano incorpora los fenómenos de interacción entre partes y por lo tanto los materiales nanoestructurados, su caracterización y propiedades tendrán un papel relevante. En los últimos años se ha desarrollado la producción de materiales con granos ultrafinos a través de la implementación de diversas técnicas de producción. Una alternativa conocida la constituye la técnica de Deformación Plástica Severa (SPD) que minimiza algunos problemas que se generan en la producción convencional como por ejemplo la porosidad residual, y en algunos casos se vislumbra la posibilidad de escalamiento a nivel industrial para obtener piezas de gran tamaño.

Con el fin de crear granos ultrafinos en el volumen del material, o en parte de él, sin cambios dimensionales que pongan en riesgo su aplicaciones estructurales, tal como lo refieren (Valiev, Islamgaliev y Alexandrov, 2000), (Rosochowski, Olejnik y Richert, 2004), (Rosochowski, 2005), (Horita, 2005) y (Tsuji, Saito, Lee y Minamino, 2003), se han desarrollado diversos métodos de SPD como ECAP (equal channel angular pressing), (Segal, 2002), (Valiev et al., 2006), (Valiev y Langdon, 2006), (Azushima, 2000), ARB (accumulative roll-bonding) (Tsuji, 2002; Tsuji, 2004; Tsuji, 2005), HTP (high pressure torsion) (Valiev, Krasilnikov y Tsenev, 1991), (Valiev, 1997), RCS (repetitive corrugation and straightening) (Huang, Zhu, Jiang y Lowe, 2001), CIC [cyclic extrusión compression) (Korbel, Richert y Richert, 1981), STS (severe torsion straining) (Nakamura, Neishi, Kaneko, Nakagaki y Horita, 2004), CCDF (cyclic closed-die forging) (Ghosh y Huang, 2000), SSMR (super short multipass rolling) (Kawano et al., 2005). Se han relevado de todas estas técnicas muchas ventajas y algunas desventajas que limitan su futuro escalamiento a nivel industrial. En este sentido el estudio a partir de procesos básicos como los de laminación asimétrica y la deformación por corte en canal angular es relevante para obtener una adecuada correlación entre propiedades, deformación y microestructura. La generación de bordes de grano de alto ángulo aporta una notable optimización de propiedades como alta resistencia, tenacidad, sin cambiar su composición química, pero en detrimento de otras como la ductilidad. La recuperación de la ductilidad puede efectuarse tras el diseño de tratamientos térmicos adecuados.

La bibliografía especializada muestra que las aleaciones de Ti e incluso el Ti puro despiertan creciente interés en los últimos años debido a la interesante combinación de propiedades mecánicas y físicas, como por ejemplo una adecuada relación alta resistencia vs peso y una excelente resistencia a la corrosión. La versatilidad en las aplicaciones está en relación a sus posibilidades de deformación y a la existencia de al menos dos fases cristalográficas diferentes, Alfa y Beta, que generan distintas alternativas microestructurales y por lo tanto permiten lograr una variedad interesante de propiedades. Otro de los aspectos en fuerte relación con la microestructura es el efecto de la deformación plástica en la evolución microestructural de aleaciones de Ti sujetas a diferentes tratamientos termodinámicos. La competencia entre modos de deformación de maclado o deslizamiento, así como la minimización de la pérdida de resistencia del material no tratado hacen de estos materiales un área de estudio sumamente interesante en los relativo a métodos de refinamiento de grano por deformación plástica severa.

En este trabajo se reporta el grado de avance del trabajo de la tesis doctoral "Deformación plástica severa para el desarrollo de microestructura de grano ultrafino en aleaciones de Titanio para uso industrial" cuyo objetivo general es determinar y comparar rutas de fabricación, deformación y tratamiento térmico de aleaciones de Ti que faciliten el desarrollo de una estructura de granos ultrafinos con posibilidades de escalamiento industrial. Se utilizan técnicas como laminación asimétrica, deformación de chapa por corte en canal angular, manufactura aditiva y una adecuada combinación de ellas y/o tratamientos

térmicos posteriores. En el marco de esta tesis se propone estudiar los diferentes caminos de deformación que hagan posible, en definitiva, el desarrollo de granos de tamaño micro-nanométrico.

## Desarrollo

Luego de la recepción del material Titanio Comercialmente Puro (CP) Grado 2 en forma de chapa laminada en caliente de 4mm de espesor, se realiza una caracterización general que incluye: la determinación de la composición química, Tabla 1, y la caracterización microestructural básica empleando microscopía óptica en un microscopio Olympus GX51 que cuenta con un software analizador de imágenes Materials Plus. Se determina la microdureza utilizando un microdurómetro Leco LMT 300 (Vickers). A través de la vinculación con el Instituto de Física de Rosario, se completa el estudio estructural con microscopía electrónica de barrido y se elaboran las muestras para adquirir mapas de Microscopía de Orientación utilizando un EBSD EDAX en un microscopio electrónico de barrido FEI Quanta 200 en el Instituto de Física de Rosario (IFIR-CONICET), para obtener la información sobre el material es estado as received. Se complementaron los estudios de textura utilizando un Difractómetro de Rayos X Panalytical Expert Pro MPD.

C%	O2%	N2%	H2%	Fe%	Otros % Máximo		Titanio
					Individual	Total	
0.010	0.180	0.007	0.0030	0.05	<0.1	<0.3	Balance

Tabla 1: Composición química del Ti CP G2.

Se evalúa el comportamiento térmico mediante la técnica de análisis térmico diferencial DTA, empleando un instrumento SHIMADZU DTG-60/60H. El ensayo DTA se ha realizado contemplando una velocidad de calentamiento a 10°C/min hasta una temperatura máxima de 1100°C, en atmósfera de Ar. Además, con miras a aplicar en el futuro técnicas de ultrasonido sobre las muestras de Ti para evaluar aspectos estructurales, se realizan ensayos de ultrasonido para determinar el coeficiente de atenuación ultrasónico. A tal fin, se utiliza un equipo de ultrasonido marca General Electric – Phase Array modelo PHASOR XS, empleando el modo de medición convencional. Los equipos y estudios mencionados se hallan disponibles en el Departamento de Metalurgia de Facultad Regional San Nicolás.

Un método utilizado para la generación de microestructuras de grano ultrafino consistió en la introducción de Deformación Plástica Severa aplicando la técnica de ECASDD (Equal Channel Angular Shear Drawing Deformation) como se puede observar en la Figura 1.

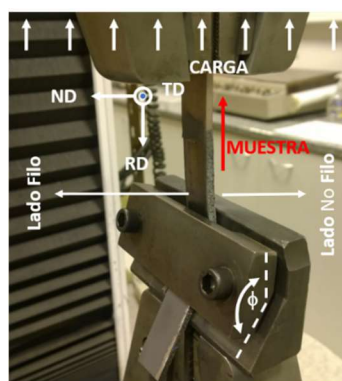


Figura 1:Dispositivo ECASDD para la deformación plástica severa

Dicho proceso consiste en hacer pasar un material dimensionado, ejerciendo un esfuerzo de tracción, a través de un canal-matriz de deformación que tiene un ángulo determinado. De este modo se genera deformación plástica severa sin modificar las dimensiones generales de la pieza. El eje longitudinal se hace coincidir con la dirección de laminación RD (Rolling

Direction) original de la muestra recibida. La dirección de laminación se determina a través de análisis de la textura por EBSD. En el proceso ECASDD la deformación depende tanto de la componente de cizallamiento como la de extrusión de acuerdo con lo expresado por (Munoz, Avalos y Bolmaro, 2018). Para evaluar la deformación se utilizó la técnica de pintado para correlación digital de imágenes con el auxilio del Software libre Ncorr.

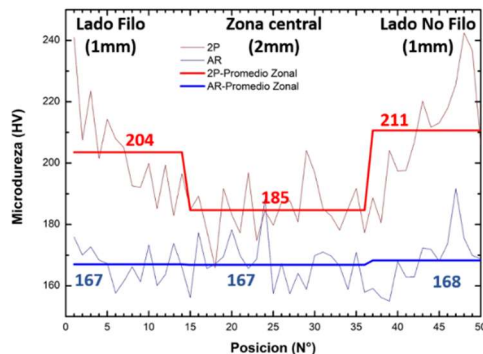


Figura 2: Perfiles de microdureza Vickers en el espesor de la muestra “as received” y luego de dos pases por ECASDD

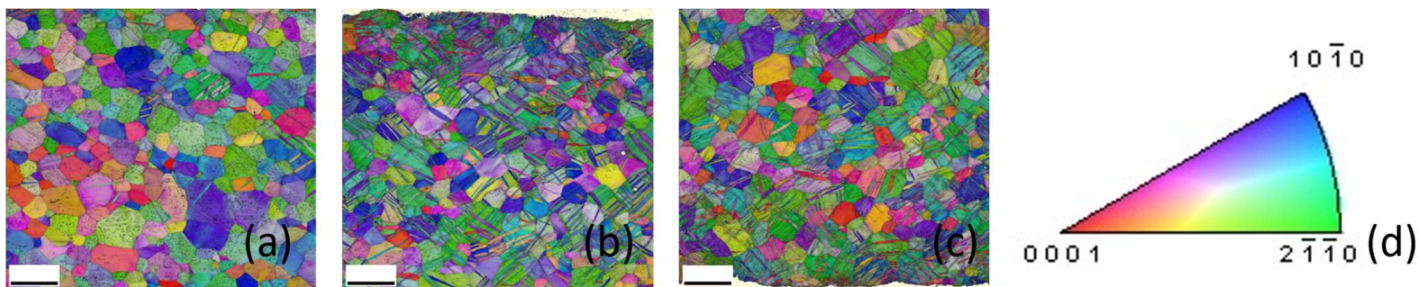


Figura 3: Microscopía electrónica y de orientación: a) Lado Filo, b) Centro, c) Lado No Filo, d) Referencia mapas de orientación

También se efectuaron las primeras pruebas de LAMINACIÓN ASIMÉTRICA de referencia para lograr microestructuras de grano ultrafino. La muestra se procesó en un stand laminador con una pareja de cilindros de distinto diámetro y con un grabado de rugosidad superficial, con el objeto de generar deformación superficial de corte en la pieza, Figura 4. Se analizó la deformación plástica severa mediante la técnica de correlación digital de imágenes y NCORR. En la Figura 5 se muestran resultados parciales de la deformación lograda en el primer pase por la matriz de deformación, en particular en la dirección  $E_{xx}$ .



Figura 4: Laminación asimétrica

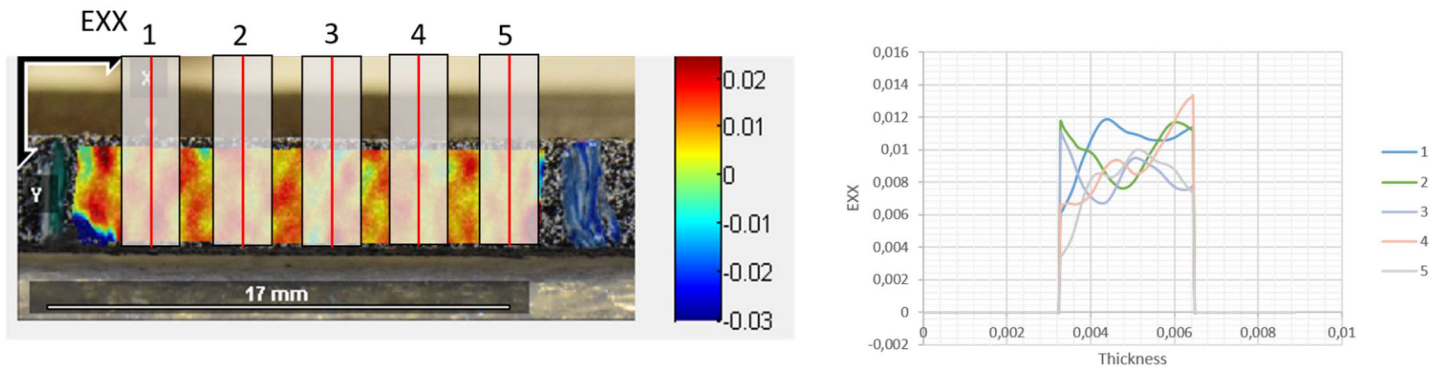


Figura 5: Análisis parcial de deformación plástica severa en Ncorr

Se diseñaron y llevaron a cabo, tratamientos térmicos de recocido a distintas temperaturas (500°C, 800°C, 900°C) para evaluar la evolución de la anisotropía a través de superficies de fluencia. Entre otros resultados aún en análisis se ha observado un endurecimiento del material a 900°C que no está relacionado con un cambio de fase, como fue determinado a través de caracterización por rayos X. Del mismo modo al evaluar las muestras tratadas térmicamente a través de la técnica de ULTRASONIDO se ha corroborado la disminución del coeficiente de atenuación para la muestra de 900°C (este comportamiento está actualmente en estudio).

## Conclusiones

En el plazo de los dos años iniciales de la tesis doctoral se logró:

Caracterizar el material Ti CP en estado de recepción contemplando aspectos de composición química, aspectos microestructurales, comportamientos térmicos y comportamiento mecánico.

Se realizaron prácticas para desarrollar microestructura de grano ultrafino a nivel superficial en placas de Titanio a través de dos técnicas de deformación plástica severa: Laminación Asimétrica y Estirado en Matriz de Canal Angular.

Se corroboró el aumento de propiedades mecánicas en las zonas de contacto de la muestra con las piezas que imprimieron la deformación plástica severa por los dos métodos aplicados.

Se lleva a cabo el estudio, diseño y concreción de tratamientos térmicos bajo diferentes condiciones de interés y se inicia la caracterización de muestras de Ti CP Grado tratadas térmicamente, contemplando diferentes técnicas de estudio de materiales.

## Referencias

- Valiev RZ, Islamgaliev RK y Alexandrov IV (2000). *Bulk Nanostructured Materials from Severe Plastic Deformation*. Progress in Materials Science 45(2):103–189.
- Rosochowski A, Olejnik L y Richert M (2004). *Metal Forming Technology for Producing Bulk Nanostructured Metals*. Steel Grips 2:35–44.
- Rosochowski, A. (2005). *Processing Metals by Severe Plastic Deformation*. Solid State Phenomena, 101–102, 13–22.
- Horita Z. (2005). *Nanomaterials by Severe Plastic Deformation*. Materials Science Forum, 503–504.
- Tsuji N, Saito Y, Lee SH y Minamino (2003). *ARB (accumulative roll-bonding) and Other New Techniques to Produce Bulk Ultrafine Grained Materials*. Advanced Engineering Materials 5(5):338–344.

Segal VM (2002). *Severe Plastic Deformation: Simple Shear Versus Pure Shear*. Materials Science and Engineering A 338(1–2):331–344.

Valiev RZ, Estrin Y, Horita Z, Langdon TG, Zehetbauer MJ y Zhu YT (2006). *Producing Bulk Ultrafine-grained Materials by Severe Plastic Deformation*. JOM 58(4):33–39.

Valiev RZ y Langdon TG (2006). *Principles of Equal-channel Angular Pressing as a Processing Tool for Grain Refinement*. Progress in Materials Science 51(7):881–981.

Azushima A (2000). *Materials Development by Extrusion Process*. Journal of the Japan Society for Technology of Plasticity 47(544):456–459.

Tsuji N (2002). *Ultrafine Grained Steels*. Tetsu to Hagane 88(7):359–369.

Tsuji N (2004). *Research Trend on Ultrafine Grained Light Metals: From A Viewpoint of Physical Metallurgy*. Materia Japan 43(5):405–410.

Tsuji N (2005). *Formation of Ultrafine Grain of Structure Metals by Severe Plastic Deformation*. Journal of the Japan Welding Society 74(2):92–96.

Valiev RZ, Krasilnikov NA y Tsenev NK (1991). *Plastic Deformation of Alloys with Submicron-grained Structure*. Materials Science and Engineering A 197:35–40.

Valiev RZ (1997). *Structure and Mechanical Properties of Ultrafine-grained Metals*. Materials Science and Engineering A 234–236:59–66.

Huang JY, Zhu YT, Jiang H y Lowe TC (2001). *Microstructures and Dislocation Configurations in Nanostructured Cu Processed by Repetitive Corrugation and Straightening*. Acta Materialia 49(9):1497–1505.

Korbel A, Richert M y Richert J (1981). *The Effects of Very High Cumulative Deformation on Structure and Mechanical Properties of Aluminium*. Proceedings of Second RISO International Symposium on Metallurgy and Material Science, Roskilde, September 14–18, 445–450.

Nakamura K, Neishi K, Kaneko K, Nakagaki M y Horita Z (2004). *Development of Severe Torsion Straining Process for Rapid Continuous Grain Refinement*. Materials Transactions 45(12):3338–3342.

Ghosh AK y Huang W (2000). *Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation*. Dordrecht , Springer, 29–36.

Kawano K, Wakita M, Fukushima S, Eto M, Sasaki T y Shibahara T (2005). *Super Short Interval Multi-pass Rolling Technology for Manufacturing Ultrafinegrained Steel*. Materials Science and Technology 55–64.

Munoz JA, Avalos M, Bolmaro R (2018). *Heterogeneity of strain path, texture and microstructure evolution of AA6063-T6 processed by Equal Channel Angular Sheet Extrusion (ECASE)*. Journal of Alloys and Compounds 768, 349-357.