

MÉTODO DE DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA POR ECAP: UNA REVISIÓN

Solange Paredes, Benjamín Hidalgo-Prada*

Universidad de Oriente. Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas, IIBCAUDO “Dra. Susan Tai”, Laboratorio de Caracterización de Materiales, Cumaná-Sucre, Venezuela.

* e-mail: padu99@yahoo.com

**RESUMEN**

El objetivo de este artículo es dar una visión global de los principios fundamentales del proceso de extrusión por presión en canal angular de sección constante, ECAP, como técnica para la producción de metales y aleaciones de granos ultrafinos, UFG. Una estructura de UFG ofrece a los metales características mecánicas especiales, haciéndoles tener un desempeño sobresaliente en aplicaciones de ingeniería. El artículo está compuesto de definiciones de los conceptos más importantes, así como de la descripción y los factores determinantes del proceso. Se aborda la evolución microestructural y se incluyen resultados experimentales de diferentes autores que ilustran la importancia de esta técnica dentro de la familia de los procesos de deformación plástica severa, SPD. También se incluyen ejemplos de aplicaciones actuales de materiales procesado por esta técnica.

Palabras Claves: ECAP, Refinamiento de grano, Deformación Plástica Severa, Microestructura.

SEVERE PLASTIC DEFORMATION METHOD BY ECAP: A REVIEW**ABSTRACT**

The objective of this article is to give an overview of the fundamental principles of equal channel angular pressing extrusion process, ECAP, as a technique for the production of metals and alloys of ultrafine grains, UFG. A UFG structure offers metals special mechanical characteristics, making them have outstanding performance in engineering applications. The article is composed of definitions of the most important concepts, as well as the description and the determining factors of the process. The microstructural evolution is approached and experimental results of different authors are included that illustrate the importance of this technique within the family of severe plastic deformation processes, SPD. Examples of current applications of materials processed by this technique are also included.

Keywords: ECAP, Grain refinement, Severe Plastic Deformation, Microstructure.

1. INTRODUCCIÓN

En las últimas décadas, la técnica de extrusión por presión en canal angular de sección constante, ECAP, ha despertado gran atención como método de deformación plástica severa, SPD, debido a su alta capacidad de desarrollar estructuras de grano ultrafino cuyo tamaño puede alcanzar el orden de los submicrones e incluso la escala nanométrica [1,2]. La técnica también proporciona un compromiso razonable entre alta resistencia y buena ductilidad, de interés para aplicaciones industriales. Además, ofrece la posibilidad de presentar comportamiento superplástico a temperaturas relativamente bajas y altas velocidades de deformación como resultado del refinamiento del grano [3,4]. Una variedad de metales y aleaciones, incluyendo el Al y sus aleaciones, Cu, Ni, Ti y sus aleaciones, y aceros han sido procesados con éxito por la técnica ECAP. El aluminio puro, el aluminio de pureza comercial y las aleaciones Al-Mg y Al-Li, Al-Cu, Al-Zn-Mg, Al-Mg-Si para forja y Al-Mg-Si del tipo A356 y A357 son las que más se han estudiado, debido a su amplio uso en la industria [5-19]. Por lo antes expuesto, este trabajo tiene como objetivo realizar una revisión bibliográfica, sobre el proceso de extrusión ECAP y aspectos relacionados con la microestructura y propiedades mecánicas de aleaciones procesadas por esta técnica.

2. DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA

Durante la última década del siglo XX el término Deformación Plástica Severa, SPD, entró en uso para designar a la tecnología capaz de promover cambios profundos en la microestructura y propiedades de metales y aleaciones. Siendo el efecto más trascendental de la SPD la acentuada reducción del tamaño de grano (menor de $1\mu\text{m}$) que se produce en el material; característica de gran interés tecnológico para el desarrollo de materiales metálicos de alta eficiencia estructural.

Formalmente, la SPD se refiere a los distintos métodos de conformado de metales capaces de convertir metales y aleaciones de grano grueso en materiales de granos ultrafinos, UFG, mediante la imposición de altas tasas de deformación sobre el material sin cambios apreciables en las dimensiones de la pieza, lo cual se consigue con el empleo de herramientas con geometrías especiales que impiden el libre flujo del material durante el proceso de conformado [20]. La retención del área de la sección

transversal de la muestra es lo que distingue a la SPD de los procesos convencionales de conformado como laminación y extrusión.

Los materiales de granos ultrafinos incluyen los materiales de granos submicrométricos con diámetros entre de 1 y $0,1\mu\text{m}$ y los materiales de granos nanométricos con tamaño de grano menor de $0,1\mu\text{m}$ ó 100 nm [21,22].

Tradicionalmente, el tamaño de grano en las aleaciones comerciales se reduce a través de la implementación de adecuados procesos termomecánicos que involucran regímenes seleccionados de calentamiento y deformación. Sin embargo, estos métodos presentan ciertas desventajas, una de ellas es que se debe desarrollar para cada aleación una ruta de procesamiento específica, la cual debe ajustarse cada vez que ocurre un cambio apreciable en la composición de aleación. Otra desventaja es que el tamaño de grano más pequeño que se logra obtener con estos métodos se encuentra en el intervalo entre $1\text{-}10\mu\text{m}$ [23].

Varios métodos dentro de la tecnología de SPD se han desarrollado con el fin de producir una microestructura de granos ultrafinos en aleaciones metálicas. Entre esos métodos se destacan el método de torsión a alta presión, HPT, Forja multidireccional, MDF y el método de extrusión en canal angular de sección constante, ECAE [24].

Sin embargo, la mayor atención se ha dirigido al proceso ECAE por ser un método innovador de conformado de metales desarrollado con el fin de inducir grandes cantidades de deformación plástica en un material a través de una deformación por cizallamiento simple sin reducir el área de la sección transversal de la pieza, desarrollando así una microestructura de grano ultra fino [25]. De manera que el objetivo básico del proceso ECAE es convertir la deformación por cizalladura simple en una usual y efectiva operación de conformado, capaz de producir deformación plástica uniforme en una gran variedad de metales y aleaciones [25].

Los métodos de SPD deben cumplir con ciertos requisitos: Primero, es importante obtener estructuras de UFG con predominio de límites de granos de ángulo alto, ya que sólo en este caso se puede producir cambios apreciables en las propiedades de los materiales. Segundo, es necesaria la formación de nanoestructuras uniforme en todo el

volumen de la muestra de manera de producir propiedades estables en los materiales procesados. Tercero, aunque las muestras están expuestas a grandes deformaciones plásticas, no deben presentar daños mecánicos ni grietas [24,26].

3. PROCESO ECAP

El método ECAE fue ideado y desarrollado por Vladimir Segal en 1972 en la antigua Unión Soviética. Presentado en una patente americana en 1996 [25] y el análisis más completo del proceso aparece en sus artículos publicados en 1995 y 1999 [1,27] siendo estos los más citados en la bibliografía científica internacional. El proceso ECAE también es conocido como extrusión por presión en canal angular de sección constante, ECAP (equal channel angular pressing) y forjado en canal angular de igual sección transversal, ECAF (equal channel angular forging). En 1999 en el "International workshop: Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation" celebrado en Moscú se recomendó el uso del acrónimo ECAP para denotar este procedimiento, y este será utilizado en este trabajo.

El proceso de extrusión ECAP ha sido objeto de numerosas investigaciones debido a que introduce cambios apreciables en las propiedades fundamentales del material, incluidas propiedades que generalmente se consideran insensibles a la estructura, como el módulo de elasticidad y las temperaturas de Debye y Curie [24]. Además, se consigue obtener materiales de UFG 100% densos, libres de contaminación como para ser utilizados en aplicaciones reales, y puede ser aplicado a materiales con diferentes estructuras cristalinas y a una variedad de materiales que va desde aleaciones endurecidas por precipitación a intermetálicos y materiales compuestos de matriz metálica [2].

Como se ilustra en la Figura 1 el método ECAP utiliza una matriz que contiene en su interior dos canales de la misma sección transversal interceptados un ángulo abrupto, 2Φ , típicamente desde tan bajo como 90° hasta tan alto como 150° . El ángulo Ψ es el ángulo del arco de curvatura del punto exterior de la intercepción de los dos canales [1].

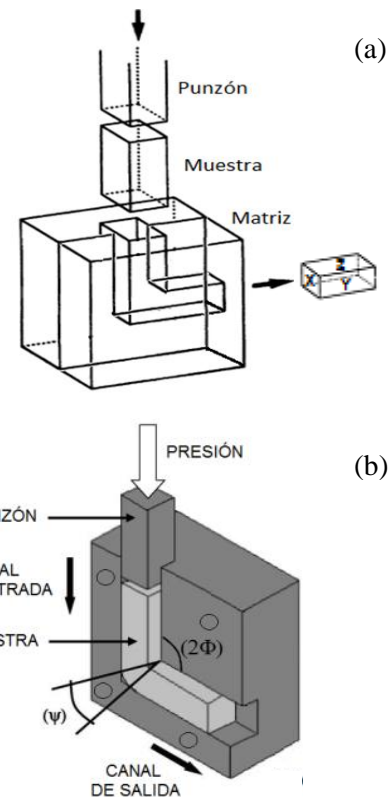


Figura 1. (a) Representación esquemática de la matriz ECAP ensamblada, (b) características geométricas del canal de la matriz [28].

El principio de extrusión es relativamente sencillo y consiste básicamente en mecanizar una muestra a las dimensiones del canal, luego colocarla bien lubricada en el canal superior y presionarla con un punzón hasta el canal de salida mediante la aplicación de una carga que dependerá de las características mecánicas del material [25].

Durante el procesamiento el material experimenta deformación por cizalladura simple cuando cambia de dirección al pasar por el plano de intercepción entre los dos canales en presencia de una elevada presión hidrostática, debida a la restricción que impone la propia matriz, que evita su rotura y permite que el material pueda deformarse hasta valores de deformación muy superiores a los que es posible obtener con procesos termomecánicos convencionales [14].

En la Figura 1 también se indican los tres planos ortogonales dentro de la muestra a la salida del extrusor. Plano X, es el plano transversal perpendicular a la dirección del flujo. El plano Y es el plano del flujo paralelo al lado de la cara en el

punto de salida de la matriz y el plano Z es el plano del flujo paralelo a la cara superior en el punto de salida de la matriz, respectivamente.

4. APLICACIONES DEL MÉTODO ECAP

Algunos ejemplos destacables en la comercialización del proceso ECAP son la fabricación de blancos de hasta 300 nm de diámetro para sputtering. Se han producido blancos de Al y Cu a partir de placas de granos ultrafinos procesadas por ECAP. Los blancos de granos ultrafinos proporcionan mayor uniformidad de la película depositada, baja cantidad de partículas y mayor tiempo de vida útil [29].

Otra aplicación importante de metales de granos ultrafinos procesado por ECAP se encuentra en la industria de implantes médicos. El titanio ha sido el material más utilizado en la fabricación de implantes médicos por tener las mejores características de biocompatibilidad y resistencia al desgaste. Sin embargo el titanio puro y sus aleaciones no satisfacen completamente el mercado, ya que propiedades como resistencia a la tracción y ductilidad no presentan el valor exigido [29,30].

Hoy en día se han logrado fabricar implantes de cadera, rodilla, así como tornillos, placas y mallas utilizadas en aplicaciones ortopédicas, en titanio nanoestructurado procesado por ECAP con todas las características de diseño y propiedades necesarias que requieren los implantes [29,31]. La técnica ECAP también se ha utilizado para la fabricación de pernos de aleaciones de titanio y micropernos de acero al carbono, los cuales se usan ampliamente en las industrias del automóvil y la aviación [32].

La limitada utilización de los materiales nanoestructurados en la industria ha sido debido a la poca conciencia industrial del potencial de estos materiales y a las dificultades de obtener piezas continuas de gran tamaño de microestructura uniforme y libres de defectos. La viabilidad comercial de estos materiales también depende de la demanda del mercado potencial y el costo de producción [30,32].

5. PARAMETROS DEL PROCESO ECAP

5.1 Deformación por cizalladura simple, γ

La magnitud de la deformación por cizalladura simple que se produce en el material durante una pasada en el ECAP puede ser estimada a partir del

diagrama que se presenta en la Figura 2. Si se considera que un pequeño elemento cuadrado dentro del material ubicado en el canal de entrada del extrusor, etiquetado abcd, pasa a través del plano de corte OO', éste se deformará por cizalladura simple en forma de paralelepípedo (a'b'c'd') como se aprecia en el esquema [33].

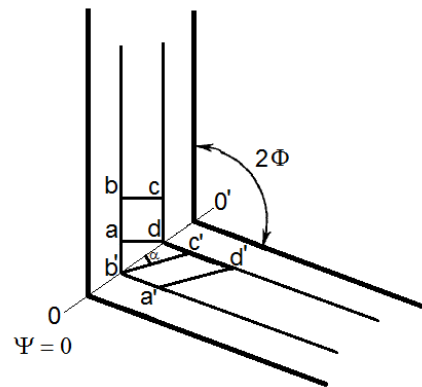


Figura 2. Representación esquemática de la distorsión de un elemento cuadrado por cizalladura simple [33].

En condiciones ideales de superficies sin fricción, material plástico perfectamente rígido y ángulos del canal $2\Phi = 90^\circ$ y $\Psi = 0^\circ$, la deformación de corte o cizalladura simple, γ , queda expresada mediante la relación [1,34]:

$$\gamma = \frac{dc'}{b'd} = \tan \alpha \quad (1)$$

Donde dc' es la deflexión del elemento y $b'd$ es la distancia ortogonal sobre el cual ocurre la deflexión, α es el ángulo de inclinación del elemento distorsionado respecto al elemento sin deformar.

De la configuración:

$$\alpha = \left(\frac{\pi}{2} - \Phi \right) \quad (2)$$

Φ es el semi-ángulo entre los dos canales. Sustituyendo esta expresión en la ecuación (1) tenemos que la deformación por cizalladura depende exclusivamente del ángulo de intersección de los dos canales 2Φ .

$$\gamma = 2 \cotg \Phi \quad (3)$$

Como la deformación por cizalladura se produce capa a capa en el plano de corte, todo el material estará sujeto a una deformación uniforme salvo en pequeñas regiones de los extremos de la probeta [1]. Esto permite evaluar, en cualquier punto de la muestra, los cambios que se produzcan en los elementos estructurales tales como granos, fases y separaciones por efecto de la deformación [1].

5.2 Deformación efectiva, ε

De acuerdo con Von Mises la energía gastada durante el proceso es suministrada por la deformación resultante, ε , y el esfuerzo efectivo, σ . La deformación efectiva, ε , impuesta sobre la muestra en un pase por el extrusor, puede ser calculada a partir del criterio de flujo plástico de Von Mises mediante la relación [35]:

$$\varepsilon = \frac{1}{\sqrt{3}} \gamma \quad (4)$$

Sustituyendo la expresión obtenida para el esfuerzo de corte, γ (ec. 3) en la ecuación anterior tenemos que en el caso óptimo de fricción nula o baja fricción y ángulo de herramienta $2\Phi = 90^\circ$ la deformación resultante o efectiva, ε , queda teóricamente determinada por la geometría del canal, siendo el ángulo de intercepción entre los canales, Φ , el factor determinante [1]:

$$\varepsilon = \frac{2 \cotg \Phi}{\sqrt{3}} \quad (5)$$

Esta expresión muestra que cuanto más agudo es el ángulo de intercepción 2Φ , mayor será la deformación, ya que la función cotangente es decreciente con el ángulo. Esto nos lleva a que la deformación tiene un valor máximo de $\varepsilon = 1,15$ cuando el ángulo de intercepción $2\Phi = 90^\circ$, y un valor mínimo de $\varepsilon = 0,31$ ocurre cuando el ángulo $2\Phi = 150^\circ$ [1].

Como el proceso de extrusión es discontinuo se

pueden alcanzar altas deformaciones y efectos estructurales específicos en una misma muestra repitiendo el proceso varias veces sin cambio en la sección transversal de la muestra. En este caso la deformación total equivalente, se obtiene simplemente multiplicando la ecuación (5) por el número de pases, N, en el extrusor:

$$\varepsilon = N \frac{2 \cotg \Phi}{\sqrt{3}} \quad (6)$$

Una expresión más refinada propuesta por Iwahashi [33] para la deformación total efectiva, ε , incluye el ángulo de curvatura Ψ de la esquina exterior del canal (Figura 2), el cual por razones geométricas debe tener valores comprendidos entre $\psi = 0^\circ$ y $\psi = \pi - \Phi$. Para N pases la expresión viene dada por:

$$\varepsilon = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cotg \left(\frac{2\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left(\frac{2\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad (7)$$

De esta relación se deduce que para un ángulo de herramienta 2Φ específico, a medida que Ψ aumenta, la deformación acumulada por pase disminuye. Por lo que se debe aumentar la cantidad de pases para obtener la misma deformación que se logra con $\Psi = 0^\circ$.

5.3 Esfuerzo efectivo, σ

De acuerdo con el modelo de Segal y bajo condiciones ideales de extrusión uniforme sin fricción, el esfuerzo efectivo, σ , puede ser determinado a partir del criterio de Von Mises para el inicio de fluencia para materiales dúctiles mediante la siguiente expresión [35]:

$$\sigma = \sqrt{3} K \quad (8)$$

Donde, K es el esfuerzo de fluencia del material a procesar.

5.4 Presión, P

Igualmente, según el modelo de Segal el análisis mecánico demuestra que la presión, P, requerida para forzar el material a través del canal y la

deformación (ε) son función del ángulo 2Φ y del esfuerzo de fluencia (K) del material mediante la relación [1]:

$$\frac{P}{K} = \varepsilon = \frac{2 \cot \Phi}{\sqrt{3}} \quad (9)$$

De manera, que se requieren presiones del orden del esfuerzo de fluencia del material cada vez que la muestra pasa por el canal, por lo que no será

necesario aplicar cargas tan altas para realizar varias extrusiones en la misma muestra.

En la Tabla 1 se resumen los valores de la relación p/K y la deformación efectiva, ε , para ocho pases en el extrusor ($N = 8$) y ángulos de herramienta de $2\Phi = 150^\circ$, 120° y 90° y $\psi = 0^\circ$. Como puede verse en la Tabla 1 con ángulos más abiertos de 90° es necesario aumentar el número de pasadas para acumular las mismas deformaciones que se obtienen con $2\Phi = 90^\circ$.

Tabla 1. Parámetros del proceso ECAP en múltiples extrusiones en matrices y ángulos de herramienta $2\Phi = 150^\circ$, 120° y 90° y $\psi = 0^\circ$ [1].

Número de pases	Relación	Deformación	Relación	Deformación	Relación	Deformación
	P/K	efectiva, ε	P/K	efectiva, ε	P/K	efectiva, ε
	$2\Phi = 150^\circ$	$2\Phi = 150^\circ$	$2\Phi = 120^\circ$	$2\Phi = 120^\circ$	$2\Phi = 90^\circ$	$2\Phi = 90^\circ$
1	0,31	0,31	0,66	0,66	1,15	1,15
2	0,31	0,62	0,66	1,33	1,15	2,31
3	0,31	0,92	0,66	2,00	1,15	3,46
4	0,31	1,24	0,66	2,66	1,15	4,62
5	0,31	1,55	0,66	3,33	1,15	5,77
6	0,31	1,86	0,66	4,00	1,15	6,93
7	0,31	2,17	0,66	4,66	1,15	8,08
8	0,31	2,48	0,66	5,33	1,15	9,24

6. PARÁMETROS DE CONTROL DEL PROCESO ECAP

En la práctica la deformación por ECAP es algo más complicado de lo que indica el análisis anterior debido a que hay varios factores que pueden afectar el flujo del material y el mecanismo de deformación durante el proceso y en consecuencia pueden influir en la nanoestructuración del material. Estos parámetros incluyen, entre otros:

6.1 Fricción de contacto

Uno de los principales problemas que confronta la extrusión por ECAP es la fricción que se produce entre el lingote y el canal de deformación, a pesar del uso de buenos lubricantes, debido a que las condiciones de fricción no son las mismas en ambos canales haciéndose difícil impartir poca fricción a lo largo de la pared inferior del segundo canal como consecuencia de la alta presión normal y de la remoción del lubricante durante el pase de la muestra por el primer canal [36]. Al igual que otros

procesos de conformado de metales la fricción influye en el desgaste de la herramienta y en la carga necesaria para la deformación plástica.

Una de las pioneras simulaciones por elementos finitos del proceso ECAE presentada por Prangnell [37] muestra la tendencia del material a separarse de la esquina interna inferior (zona muerta) donde se interceptan los dos canales durante la extrusión. En ausencia de fricción la separación del metal con la esquina interna es bastante significativa y deformaciones no uniformes pueden extenderse hasta en un 15% de la sección transversal de la muestra mientras que baja fricción genera una separación menor y la distribución de la deformación es más uniforme en la sección transversal. Investigaciones más recientes soportan estos resultados [38,39].

Por otra parte, condiciones de alta fricción en uno de los canales puede desarrollar zonas metálicas rígidas en la esquina de intercepción del canal, provocando que el material se pegue a la matriz, se eleve la

presión del punzón, que se obtenga un pobre acabado de la superficie y una redistribución de la deformación de corte entre tres direcciones de deslizamiento. Por lo tanto, el control de la fricción mediante la selección de lubricantes, revestimientos de la matriz y el diseño del canal es crítico para el procesamiento ECAP [27].

6.2 Geometría del canal

La geometría del canal es quizás el factor experimental que afecta en mayor grado el refinamiento del grano debido a que la deformación efectiva impuesta sobre la muestra en cada pase es dependiente del ángulo de apertura del canal 2Φ y del ángulo de curvatura exterior Ψ . Como se mencionó anteriormente mientras más agudo es el ángulo 2Φ mayor es el grado de deformación conseguida. Con ángulos de curvatura exterior Ψ mayores de 0° la deformación por pase disminuye. Además, disminuye la fuerza de la presión de la carga que se ejerce sobre la muestra, pero afecta el nivel y la homogeneidad de la deformación. Canales con ángulos de $\Psi = 20^\circ$ y 32° parecen introducir poca inhomogeneidad en el material procesado. Por lo que se debe encontrar un compromiso entre la geometría del canal y la homogeneidad de la deformación de manera de obtener un arreglo de granos equiaxiales ultrafinos separados por límites de granos de ángulo alto [40-42].

También se ha sugerido [23] utilizar canales rectangulares de esquina redondas debido a que se mejora la lubricación de la pared inferior del segundo canal y se reduce ligeramente la presión del punzón. Sin embargo, el modelado de elementos finitos [43] revela que los canales de esquinas redondas resultan en bajas deformaciones, no uniformidad y redistribución de la deformación por cizalladura en las tres direcciones del proceso, reduciéndose la eficiencia del mismo [36]. Los canales cilíndricos son más fáciles de fabricar que los canales rectangulares pero presentan problemas en la orientación de la muestra entre pases sucesivos por el canal [33].

6.3 Temperatura del proceso

El proceso ECAP puede realizarse a diferentes temperaturas, sin embargo, debido a la dificultad experimental que plantea, pocos estudios se han llevado a cabo para estudiar el efecto de la temperatura a la que se realiza la deformación sobre

la microestructura del material y actualmente sigue siendo un tema de interés. Para experimentos a altas temperaturas la matriz es provista de un sistema de calefacción y termopares para monitorear la temperatura del material durante el ensayo y el requisito para la deformación es mantener la temperatura lejos de la temperatura de revenido del acero para herramienta utilizado en la fabricación de la matriz.

Los resultados obtenidos por Yamashita et al. [44], por ejemplo, mostraron dos efectos importantes. Primero, el tamaño de grano del material procesado tiende a aumentar con el incremento de la temperatura a la cual se realizó la extrusión. Segundo, se lograron arreglos de límites de ángulo alto a todas las temperaturas de prensado en la aleación Al-3% Mg-0,2% Sc, excepto en la aleación Al-3% Mg a la temperatura de prensado de 573 K y a temperaturas inferiores a 473 K en Al puro, lo cual se atribuyó a las altas tasas de recuperación en esos dos materiales a esas temperaturas de prensado.

6.4 Velocidad de extrusión

Generalmente, el proceso de deformación ECAP se realiza utilizando prensas hidráulicas de alta capacidad que operan con relativamente altas rampas de velocidades con poco o ningún control sobre la velocidad de prensado, por lo que no ha habido una evaluación profunda de la influencia de la velocidad de prensado en el proceso ECAP.

Experimentos realizados en muestras de aluminio puro y muestras de una aleación Al-Mg deformadas con máquinas de ensayo universal a velocidades entre $\sim 10^{-2}$ a 10 mm s⁻¹ mostraron que la velocidad de prensado utilizada no influye significativamente en el tamaño de grano de equilibrio obtenido. Sin embargo, tiene efecto en la naturaleza de la microestructura debido a que a bajas velocidades de deformación hay más tiempo disponible para recuperar la estructura, resultando en una microestructura más equilibrada [45].

6.5 Rutas de procesamiento por ECAP

Otro de los parámetros importantes en el control del proceso ECAP es la ruta de procesamiento debido a que se pueden desarrollar microestructuras y texturas complejas simplemente cambiando la orientación de la muestra entre pases sucesivos. Cuatro tipos de rotaciones o rutas de procesamiento se han definido, las cuales se ilustran

esquemáticamente en la Figura 3[1,46]:

Ruta A: la muestra se reintroduce al canal en el mismo sentido con que sale del extrusor, es decir conserva la orientación, rotación 0° .

Ruta B se divide en dos rutas:

Si la muestra se rota 90° en el mismo sentido entre cada pase individual, se denomina Ruta B_C.

Si la muestra se rota 90° alternativamente entre cada pase individual se denomina Ruta B_A.

Ruta C: la muestra se rota 180° entre cada pase individual.

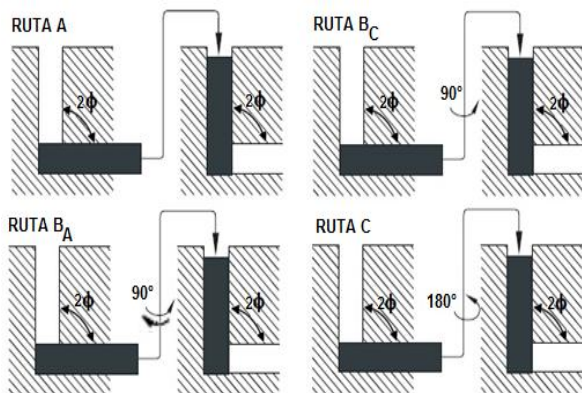


Figura 3. Rutas de procesamiento ECAP [46].

7. MICROESTRUCTURA DE LOS MATERIALES DE GRANOS ULTRAFINOS PROCESADOS POR ECAP

Los materiales de granos ultrafinos (UFG) producidos por técnicas de deformación plástica severa con tamaño de grano en rango submicrométrico (100 a 1000 nm) o nanométrico (menor de 100 nm) se caracterizan por poseer una alta población de límites de grano en comparación con los materiales de grano grueso [47]. Estos límites de grano varían apreciablemente dependiendo de los regímenes y rutas de procesamiento y pueden pertenecer a límites de: ángulo bajo (desorientaciones menores de 15°), límites de ángulo alto (desorientaciones mayores a 15°), en equilibrio y no equilibrio, así como contener segregaciones o precipitados [47]. Las propiedades de los materiales de granos ultrafinos dependen de la estructura, del comportamiento de los límites de granos y de la densidad de las dislocaciones presentes dentro de los granos y en los

límites de los granos.

El estudio de los materiales de UFG producidos por técnicas de deformación plástica severa muestran una microestructura bastante compleja constituida principalmente de límites de grano de ángulo alto en estado de no equilibrio debido a la presencia de numerosos defectos atómicos en su estructura. Estos límites de grano se caracterizan por presentar un exceso de energía y tensiones elásticas de largo alcance causadas por la alta densidad de dislocaciones dentro de los granos y en los límites de los granos [24,47].

La característica principal de la estructura de UFG en estado de no equilibrio es que la mayoría de los límites son diferentes y no están bien definidos. Como regla general aparecen curvos u ondulados en lugar de rectos, asociado con la alta distorsión de la red cristalina. Estos límites de grano pueden ser controlados mediante subsecuentes recocidos y/o tratamientos termomecánicos especiales [24].

Un ejemplo típico de una estructura de UFG se muestra en la Figura 4 donde se presentan micrografías por MET de la aleación Al-4%Cu-0,5%Zr con un tamaño de grano de 200 nm después de siete pases por el ECAP (Fig. 4 (a)) y después de recocida a una temperatura de 160°C por una hora (Fig. 4 (b)) [48]. En ambos casos se observa una estructura de tipo granular con límites de grano de ángulo alto con desorientaciones aleatorias. Los límites de grano en la Fig. 4 (a) se distinguen claramente de los límites de grano de la Fig. 4 (b) por la fuerte difusión del espesor de los contornos de extinción dentro de los granos, lo cual es distintivo de los límites de grano en estado de no equilibrio y que se ha vinculado con tensiones elásticas y distorsiones de la red cristalina cerca de los límites de grano [49].

Esta fuerte difusión del espesor de los contornos de extinción ha sido observada en diferentes materiales de UFG [48]. Luego del recocido, la estructura presenta casi el mismo tamaño de grano, pero sin tensiones internas y con un típico contraste de bandas en los límites de grano (Figura 4 (b)), que a menudo se asocia con cierto crecimiento de grano [49].

En resumen, los límites de grano en materiales nanoestructurados procesados por métodos de deformación plástica severa se caracterizan por distorsiones significativas de la red cristalina cerca

de los límites de grano, dislocaciones y defectos en los límites de grano, así como una configuración ondulada de los mismos que certifican su estado de no equilibrio.

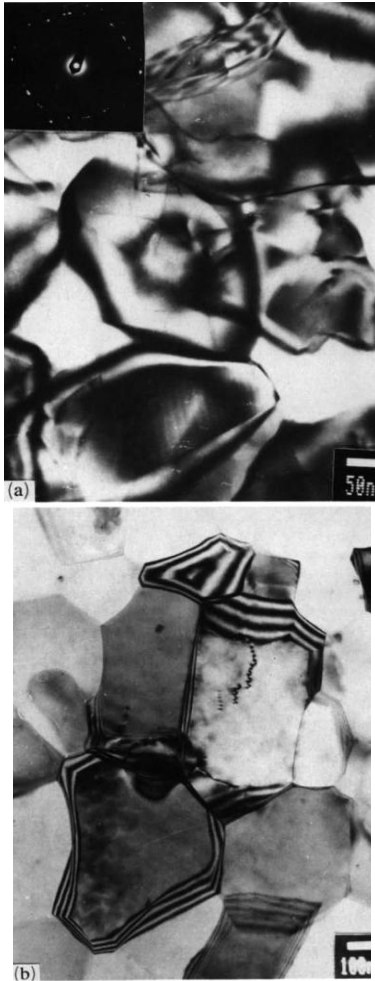


Figura 4. Micrográficas por MET de la aleación Al-4% Cu-0,5% Zr: (a) después de deformada por ECAP ($e = 7$) y (b) después del recocido a 106 °C durante 1 h [49].

8. MECANISMO DE FORMACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA DURANTE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA

Pocas investigaciones se han desarrollado relacionadas con los cambios estructurales que ocurren durante la deformación plástica severa. Como resultado hasta la fecha, el mecanismo de formación de una microestructura con tamaño de grano a nivel nanométrico y submicrométrico aún permanece sin elucidar. En los procesos convencionales como forja, estampado y extrusión la deformación plástica está relacionada con la

disminución de la sección transversal de las muestras a diferencia de la deformación plástica severa por ECAP que no ocurre variación en la sección transversal. Sin embargo, los resultados experimentales de la caracterización microestructural de metales y aleaciones deformados por diferentes procesos termomecánicos han sido utilizados para el análisis del mecanismo de formación de estructuras ultrafinas, aunque no asegure una solución efectiva al problema [50-54].

Comúnmente, la deformación plástica convencional está asociada con el movimiento y el atrapamiento posterior de dislocaciones dentro del metal. Este atrapamiento induce cambios en la resistencia del material y depende del número y movilidad de las dislocaciones. A elevadas deformaciones en los materiales de alta energía de falla de apilamiento, como las aleaciones de aluminio, la mayoría de las dislocaciones son asimiladas por recuperación dinámica en los límites del grano de ángulo bajo, los cuales forman un retículo tridimensional de subgranos dentro de los granos, con relativamente pocas dislocaciones en el interior de los subgranos [54]. Por lo tanto, en una primera aproximación la microestructura de un metal altamente deformado se puede describir en términos de la distribución de subgranos y los límites del subgrano.

Resultados experimentales muestran que la formación de nanoestructuras por deformación plástica severa tiene un carácter multietapa [55-57]. En la etapa temprana de la deformación la alta densidad de dislocaciones que se introducen se organizan en estructuras de dislocaciones de baja energía, ya que durante la deformación plástica ellas minimizan su energía libre por unidad de longitud de la línea de dislocaciones que unen todas las configuraciones posibles que forman las dislocaciones [58]. Estas estructuras tipo mosaico de baja energía que se forman dentro de los granos iniciales consisten de bloques o celdas separados por paredes gruesas de dislocaciones de bajos ángulos de desorientación en respuesta a su propio esfuerzo y al esfuerzo aplicado [59].

En las etapas subsiguientes iniciales, a medida que aumenta la deformación, parte de las dislocaciones que se producen son bloqueadas por obstáculos como otras dislocaciones o partículas de segunda fase mientras que las dislocaciones en exceso forman nuevas paredes celulares dentro de los bloques de celdas preexistentes o se mueven a las

paredes celulares donde se almacenan o aniquilan [56]. Estas paredes celulares probablemente no sean tan regulares como los límites de grano habituales ya que el pequeño volumen de las paredes celulares retiene una alta densidad de las dislocaciones en exceso que se producen durante la deformación causando el crecimiento de tensiones internas [55].

Cuanto más severa es la deformación más estrechos se vuelven los bloques de celda, el espesor de las paredes de las celdas disminuye e incrementa su desorientación transformándose gradualmente en límites de granos de ángulo alto. La creciente desorientación resultante puede conducir al deslizamiento de los granos a lo largo de los límites de grano y es quizás la responsable de la estructura de transición (con signos de estructuras celulares y granos ultrafinos) observada en la etapa intermedia de deformación [55]. Finalmente, esta estructura se transforma en una estructura de granos ultrafinos limitados por bordes de grano de ángulo alto en estado de no equilibrio como resultado de la evolución gradual de la estructura de dislocaciones [24,56,60].

En todo caso, este proceso va acompañado de la relajación continua de las tensiones elásticas internas acumuladas en las etapas iniciales del flujo de plástico, que es quizás la principal razón del fenómeno observado y representa la fuerza motriz para la transformación de la estructura del material durante la deformación plástica severa aplicada [57].

9. INFLUENCIA DE LA RUTA DE PROCESAMIENTO POR ECAP EN EL DESARROLLO DE LA MICROESTRUCTURA

En la mayoría de los procesos de deformación plástica severa, la deformación se aplica con cambios repetitivos en la ruta de deformación. En el caso de la deformación por ECAP se han propuesto y definido cuatro rutas de procesamiento (A, B_A, B_C y C) como se indicó anteriormente. Cuando se realizan pases sucesivos con cualquiera de estas rutas las características de deformación dentro de la muestra cambian durante el procesamiento. Esto debido a que cada ruta tiene un sistema de planos de corte específico y direcciones que proporcionan diferentes efectos en la microestructura, textura y propiedades del material [36].

Una manera de visualizar los cambios microestructurales que ocurren en el volumen del material cuando la muestra es procesada con cada una de estas rutas ha sido mediante la deformación que experimenta un elemento cúbico en el interior del material cuando pasa por el canal de deformación ECAP. En la Figura 5 se esquematizan, para las diferentes trayectorias o rutas de procesamiento, las distorsiones producidas en el elemento cúbico después de 1, 2, 3 y 4 pases en un matriz con ángulos internos del canal de $2\Phi = 90^\circ$ y $\Psi = 0^\circ$ [36,61]. El análisis de esta Figura implica un modelo geométrico de refinamiento de grano con respecto a los tres planos ortogonales de la muestra en el punto de salida del extrusor [36,61].

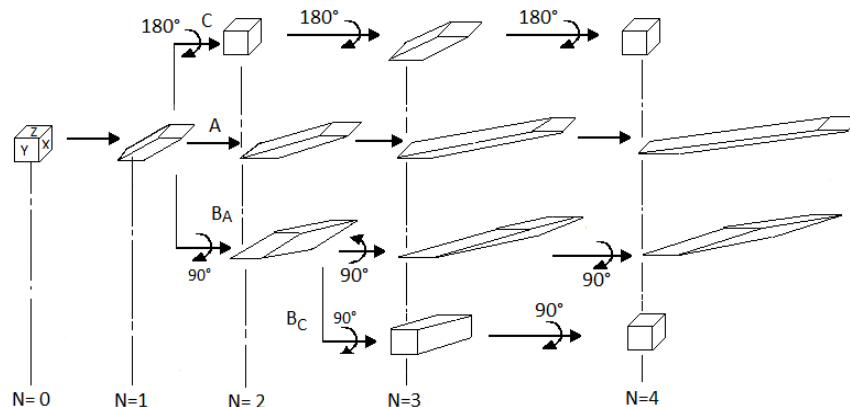


Figura 5. Distorsión que experimenta un elemento cúbico después de cuatro pases en el ECAP mediante las rutas A, B_A, B_C y C [36].

En el primer pase, igual para todas las rutas de procesamiento, cuando el cubo pasa a través del plano de corte teórico se cizalla en una forma romboédrica elongada pronunciada en los planos X, Y, sugiriendo que los granos iniciales se dividirán en un arreglo de subgranos elongados. En el segundo pase la ruta A incrementan la distorsión del romboedro en los planos X, Y con deformación más pronunciada en el plano Y, y poca deformación en el plano Z, en este caso los granos exhibirán elongación adicional en el plano Y a medida que aumenta el número de pases. La ruta B incrementa la distorsión del romboedro en los tres ejes ortogonales conduciendo a granos elongados en cada uno de estos planos. A diferencia de la ruta C que restaura la forma cubo inicial, en este caso la apariencia de los granos será muy similar a la de los granos originales a pesar de la deformación efectiva acumulada [36,61].

En el tercer y cuarto pase las características de deformación de las rutas A y B_A son similares y conducen a incrementar marcadamente las distorsiones del elemento cubico. Por lo que fuertes estructuras de granos elongados se producirán con estas rutas de procesamiento. Las rutas B_C y C también presentan características similares con una restauración del elemento cúbico sugiriendo una configuración de granos equiaxiales después del cuarto pase a través de la matriz [62].

Estas predicciones son consistentes con las observaciones experimentales realizadas por Segal [1], Langdon [46], Iwahashi [62-63] y Ohishi [64] en muestras de aluminio puro procesadas por ECAP después de cuatro pases mediante las rutas A, B_A, B_C y C. En la Figura 6 se presentan micrografías electrónicas de transmisión tomadas en plano X perpendicular al eje longitudinal de las muestras de aluminio puro [46]. Las micrografías revelan que la ruta B_C conduce más rápidamente a una microestructura de granos ultrafinos razonablemente equiaxiales con relativamente pocas dislocaciones en su interior y sin rastros de formación temprana de bandas de subgranos alargados, mientras que granos alargados y alta densidad de dislocaciones aún están presentes después del cuarto pase cuando se deforma utilizando las rutas A, B_A y C. Otros resultados experimentales evidencian un arreglo de granos equiaxiales en cada uno de los tres planos ortogonales cuando se procesa aluminio puro con la ruta B_C [63-64].

En resumen, se crean estructuras de grano fuertemente deformadas pero uniformes, estructuras de granos equiaxiales y texturas especiales en todo el volumen de la muestra con estas cuatro rutas de deformación [36,61].

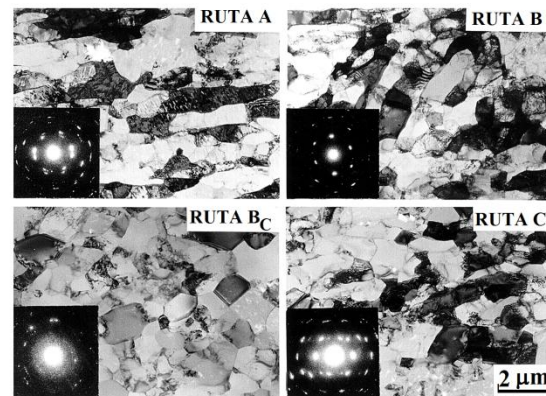


Figura 6. Micrografías por MET de muestras de aluminio puro procesadas mediante las rutas A, B_A, B_C y C después de cuatro pases en la matriz ECAP [46].

Los patrones de difracción de área selecta (SAED) incluidos en cada figura también revelan importantes diferencias entre las cuatro rutas de procesamiento. En las rutas A, B_A y C los haces difractados forman patrones de puntos indicando que la microestructura consiste esencialmente de subgranos separados por límites que tienen bajos ángulos de desorientación. Para la ruta B_C los haces difractados forman anillos concéntricos con puntos de difracción difusos situados aleatoriamente, indicando un incremento de la desorientación de los ángulos. Estos y otros resultados confirman que la ruta B_C representa la mejor trayectoria de procesamiento para producir rápidamente una estructura homogénea de granos ultrafinos. La ruta C es intermedia y las rutas A y B_A son las menos efectivas cuando se utiliza una matriz con ángulos del canal de $2\Phi = 90^\circ$ y $\Psi = 0^\circ$ [46,64,65].

Para diferentes ángulos de intercepción del canal 2Φ (120° y 150°) hay nuevas oportunidades de desarrollar diferentes estructuras y texturas en el mismo material debido a la modificación del plano de corte y a la ruta de deformación escogida para el procesamiento [1,36].

10. PRINCIPIO DE REFINAMIENTO DE GRANO A TRAVÉS DEL PROCESAMIENTO POR ECAP

Los principios generales del refinamiento de grano durante la deformación por ECAP aún no han sido establecidos con certeza, sin embargo, el mecanismo de formación de la microestructura durante la deformación plástica severa descrito anteriormente (sección 8) cuando se aplica al procesamiento por ECAP permite dar una explicación del aumento del ángulo promedio de desorientación de los límites de grano a medida que aumenta el número de pases en la matriz [66-68].

Sin embargo, el refinamiento gradual de la microestructura con el incremento de la deformación que predice el mecanismo es inconsistente con las observaciones experimentales reportadas para el Al puro cuando se deforma por ECAP usando la ruta Bc con una matriz de ángulo interno $2\Phi = 90^\circ$, donde el ancho promedio del arreglo de los subgranos formados en el primer pase en el ECAP es semejante al tamaño promedio final de los granos equiaxiados en equilibrio, manteniéndose este valor prácticamente constante inclusive luego de doce pases en el ECAP [69].

Además, el mecanismo no incorpora ningún tipo de relación entre la formación de subgranos y el deslizamiento de los granos. Estas limitaciones han sido consideradas en un modelo propuesto recientemente basado en las microestructuras observadas para el Al puro procesado con la ruta Bc [69-71]. En la Figura 7 se presenta un esquema del modelo donde cada ilustración representa la apariencia de la microestructura en el plano Y (plano del flujo paralelo al lado de la cara en el punto de salida de la matriz). Las filas corresponden a las condiciones después de 1er, 2do y 4to pase, respectivamente. Las columnas representan la apariencia de la microestructura cuando se deforma usando las rutas A, Bc y C, d representa el promedio del ancho de celdas o subgranos y las líneas segmentadas representan los sistemas de deslizamiento que operan en el 1er, 2do, 3er y 4to pase para cada ruta de procesamiento. También se incluye debajo de cada ilustración el rango angular total, η , de los distintos sistemas de deslizamiento que están operando en el plano Y en cada pase, y que se distribuyen en incrementos angulares como se aprecia en la Tabla 2 [2].

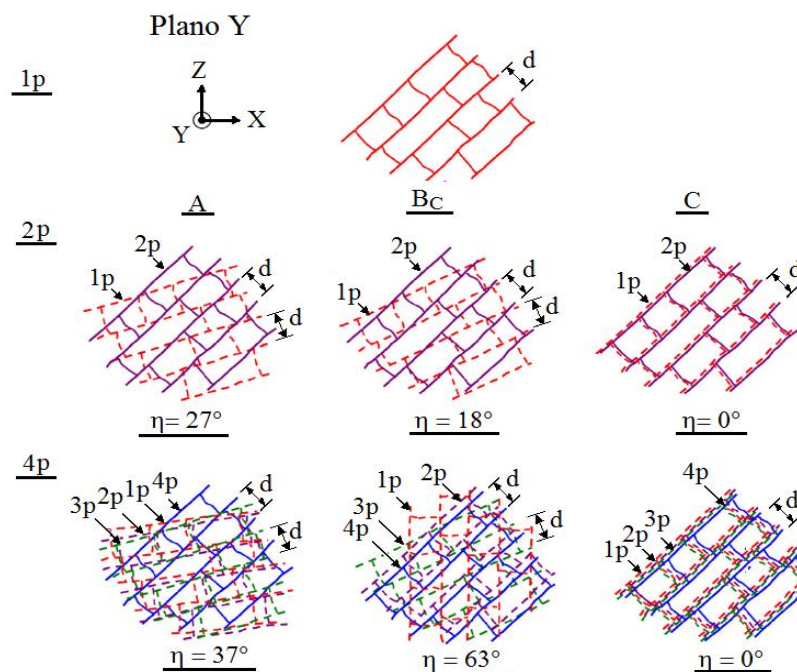


Figura 7. Esquema del modelo de refinamiento de grano en el ECAP donde cada ilustración representa la apariencia de la microestructura en el plano Y (plano del flujo) para el 1er (rojo), 2do (morado) y 4to (verde) pase usando las rutas A, Bc y C [70].

Tabla 2. Rangos angulares de los distintos sistemas de deslizamiento que están operando en los planos X, Y, Z para un conjunto de pases usando diferentes rutas de procesamiento [2].

Ruta de procesamiento	Número de pases	Rango Angular Total, η		
		X	Y	Z
A	2p	0°	27°	0°
	3p	0°	34°	0°
	4p	0°	37°	0°
B _A	2p	27°	18°	45°
	3p	33°	27°	63°
	4p	37°	31°	72°
B _C	2p	27°	18°	45°
	3p	63°	18°	63°
	4p	90°	63°	63°
C	2p	0°	0°	0°
	3p	0°	0°	0°
	4p	0°	0°	0°

Como puede verse en la Figura 7 y en la Tabla 2 la ruta Bc presenta en el cuarto pase el mayor rango angular total atribuido al entrecruzamiento de los sistemas de deslizamiento que operan en los tres planos ortogonales, lo que conduce a un razonable arreglo equilibrado de granos ultrafinos equiaxiales como se aprecia en la Figura 8 para el plano Y. Este equilibrio ocurre debido a que los entrecruzamientos de los sistemas de deslizamientos se reorganizan en una configuración de baja energía y a la aniquilación de una alta densidad de dislocaciones en los límites de los subgranos.

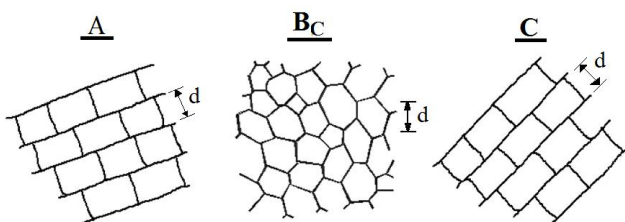


Figura 8. Apariencia de las microestructuras en el plano Y (plano del flujo) después de cuatro pases en el ECAP usando las rutas A, B_C y C, respectivamente [70].

También se aprecia en la Tabla 2 que la ruta Bc presenta en el cuarto pase un rango angular alto en los planos X, Z, sugiriendo un arreglo equiaxial para estos dos planos, lo cual es consistente con las

observaciones experimentales reportadas para el Al puro que presenta en los tres planos ortogonales una microestructura equiaxial después del 4to pase en el ECAP [2].

Con las rutas A y C el desarrollo de un arreglo equiaxial procederá más lentamente debido a los bajos valores del rango angular que presentan esas dos rutas. En este caso, los subgranos permanecerán alargados como se esquematiza en la Figura 8. La apariencia de una microestructura de bandas elongadas concuerda con las microestructuras reportadas para estas rutas de procesamiento [72]. De allí que, la ruta Bc representa la ruta óptima para obtener una microestructura equiaxial en los tres planos ortogonales, al menos para el Al puro.

La semejanza entre las observaciones experimentalmente y los esquemas de las Figuras 7 y 8 proporcionan un fuerte soporte para la validación de este mecanismo de refinamiento de grano sugerido para el procesamiento por ECAP.

11. PROPIEDADES MECÁNICAS

11.1 Resistencia y ductilidad

Es bien conocido que la deformación plástica inducida por métodos de conformado convencionales como laminación, estirado y extrusión puede aumentar significativamente la resistencia de los metales y aleaciones. Sin embargo, este aumento generalmente va acompañado de una pérdida de ductilidad. La resistencia y la ductilidad son las propiedades mecánicas principales de cualquier material, pero generalmente son características opuestas. Los materiales pueden ser fuertes o dúctiles, pero raramente ambos a la vez.

A pesar de esta limitación, resultados experimentales han demostrado que el procesamiento por deformación plástica severa es capaz de producir materiales que combinan alta resistencia y alta ductilidad. Este comportamiento inusual se ha atribuido específicamente al desarrollo de nanoestructuras únicas con alta densidad de límites de granos de ángulo alto en desequilibrio durante el proceso de deformación plástica severa [24,60]. La excepcional combinación de alta resistencia y alta ductilidad se observó primero en muestras de Cu y Ti, ambas de alta pureza procesadas por ECAP y HPT- torsión por alta presión, respectivamente, como se ilustra en la Figura 9 [73].

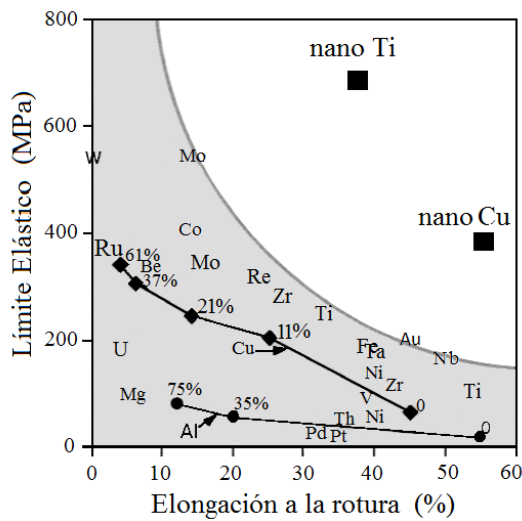


Figura 9. Comparación de la resistencia y ductilidad de metales nanoestructurados y de grano grueso [73].

Las curvas esfuerzo-deformación ingenieril del Cu y Ti nanoestructurados se presentan en la Figura 10. En el caso del Cu una reducción de espesor del 60% por laminación en frío incrementa apreciablemente la resistencia [curva 2 en la Figura 10 (a)] pero disminuye dramáticamente la elongación a la fractura. Esta tendencia también se observa en muestras sujetas a dos pases en el ECAP [curva 3 en la Figura 10 (a)]. Sin embargo, a altas deformaciones (16 pases en el ECAP) aumentan drásticamente la ductilidad y al mismo tiempo aumenta aún más la resistencia [curva 4 en la Figura 10 (a)]. En las muestras de Ti sujetas a HPT luego de 5 revoluciones incrementa notoriamente la ductilidad con incremento leve de la resistencia [curva 3 en la Figura 10 (b)], lo cual es contrario al comportamiento mecánico clásico de los metales que son deformados plásticamente [73].

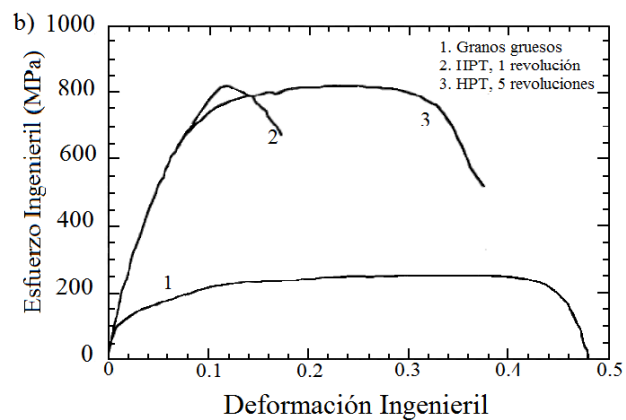
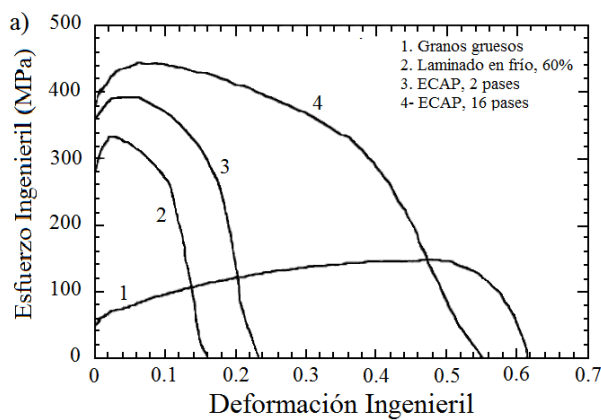


Figura 10. Curvas esfuerzo-deformación ingenieril de: a) Cu nanoestructurado procesado por ECAP y b) Ti nanoestructurado procesado por HPT [73].

De acuerdo con Valiev et al. [73] para que un metal exhiba una combinación de extraordinaria alta resistencia y alta ductilidad tiene que ser severamente deformado más allá de cierto nivel de deformación. Con la deformación el tamaño del grano disminuye hasta un tamaño mínimo que parece depender de la naturaleza del material y de las condiciones de procesamiento de la deformación plástica severa. Al seguir deformando el tamaño de grano se satura, sin embargo, la fracción de los límites de grano de ángulo alto continúa aumentando, y la microestructura se vuelve más homogénea.

Los límites de granos de ángulo alto impiden el movimiento de las dislocaciones, y en consecuencia, aumenta la resistencia. Además, los límites de grano generados por deformación plástica severa generalmente están en un estado de no equilibrio, con una alta densidad de dislocaciones que no contribuyen a la desorientación de los dos granos adyacentes. Estas dislocaciones, así como las dislocaciones acumuladas cerca de los límites de grano, podrían moverse y facilitar el deslizamiento del límite de grano y la rotación del grano y por lo tanto incrementar la ductilidad [73].

No todos los metales procesados por deformación

plástica severa exhiben alta ductilidad, sin embargo, esta se presenta mayor que la obtenida con las técnicas de procesamiento de deformación plástica convencionales, como se evidencia en la Figura 11 donde se compara el límite elástico y la ductilidad para una aleación de aluminio 3004 procesada por laminación en frío y por ECAP [2]. Se observa cómo el límite elástico aumenta con el incremento de la deformación impartida tanto por laminación en frío como por ECAP. Después de un pase en el ECAP, la elongación a la fractura o la ductilidad de la aleación disminuye de 32% a 14%, luego se

mantiene aproximadamente constante con el aumento de la deformación (número de pases en el ECAP).

Por el contrario, el laminado en frío disminuye inicialmente la ductilidad en una magnitud similar a la deformación por ECAP, pero a partir de entonces la ductilidad continúa disminuyendo con el incremento de la laminación, aunque a un ritmo más lento. Es aparente que la deformación por ECAP conduce a una mayor retención de la ductilidad a deformaciones mayores que el laminado en frío convencional [2,74].

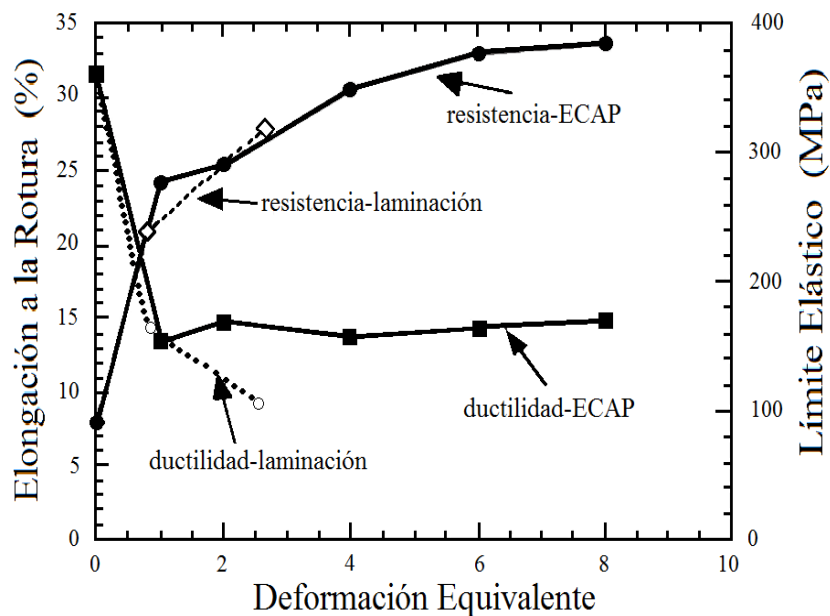


Figura 11. Comparación del límite elástico y la ductilidad para una aleación Al-3004 procesada por laminación en frío y por ECAP [74].

Ensayos de tracción realizados en una serie de aleaciones comerciales de aluminio (1100, 2024, 3004, 5083, 6061, 7075) sometidas a deformación plástica severa por ECAP utilizando la ruta Bc y una matriz con un ángulo de canal de $2\Phi = 90^\circ$ también muestran esta tendencia de alta resistencia y retención de la ductilidad luego del primer pase en

el ECAP como se aprecia en la Figura 12. La deformación equivalente corresponde al número de pases a través de la matriz y los puntos registrados a lo largo del eje Y representan la muestra en la condición de recocido sin procesamiento por ECAP [75].

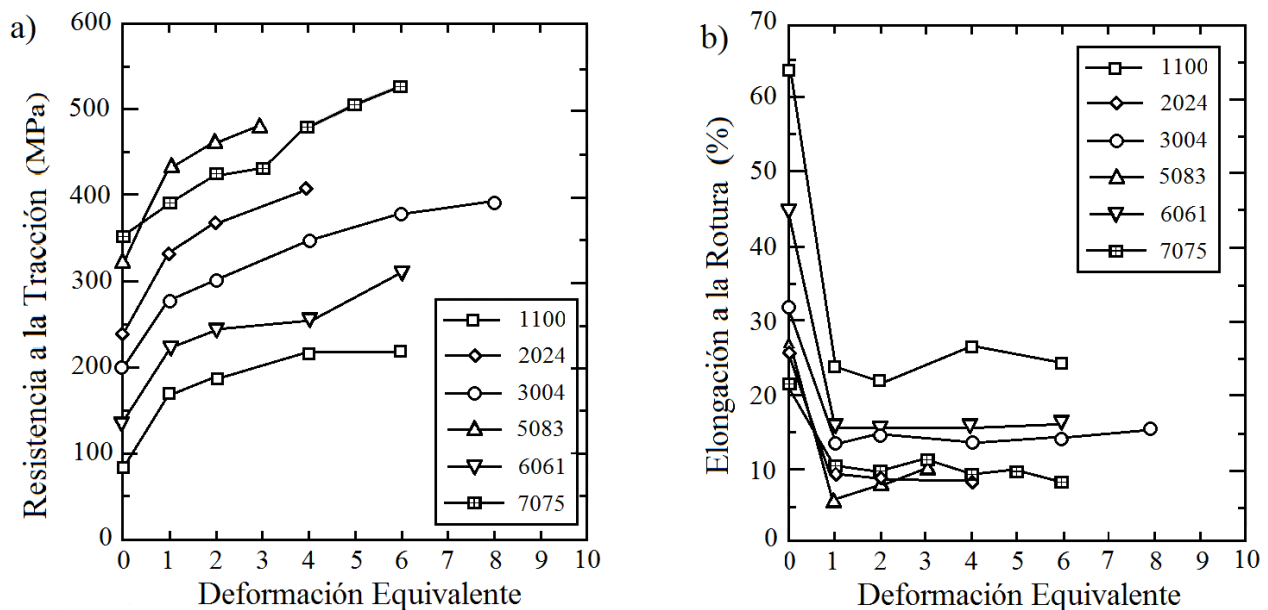


Figura 12. Resistencia a la tracción (a) y elongación a la fractura (b) de aleaciones comerciales de aluminio procesadas por ECAP [75].

12. CONCLUSIONES

La técnica de extrusión ECAP es una técnica de procesamiento basada en el principio de deformación plástica severa, que produce un efecto apreciable en la microestructura y en el refinamiento de grano de metales y aleaciones mediante el control de parámetros tales como la deformación impuesta entre pasadas a través de la matriz, la ruta de procesamiento, la fricción entre la muestra y el canal, la geometría del canal, la velocidad de extrusión, entre otros.

El acentuado refinamiento de grano obtenido ha demostrado que el procesamiento por ECAP es capaz de producir materiales que combinan alta resistencia y retención de la ductilidad, comportamiento inusual de los materiales conformados por métodos tradicionales de laminación y extrusión.

Durante el proceso ECAP la muestra es primeramente comprimida bajo presión hidrostática y luego deformada por cizalladura simple. Como se retiene la sección transversal de la muestra es posible repetir el proceso alcanzándose tasas de deformaciones elevadas.

Se pueden obtener materiales con diferentes

estructuras, texturas y propiedades cambiando la ruta de deformación, esto debido a que cada ruta tiene un sistema de planos de corte específico y direcciones que proporcionan diferentes efectos en el material. Para ángulos de intercepción del canal 2Φ de 120° y 150° también hay oportunidad de desarrollar nuevas estructuras.

Los principios generales del refinamiento de grano durante la deformación por ECAP aún no han sido establecidos con certeza, sin embargo, se han propuesto mecanismos que permiten dar una explicación del aumento del ángulo promedio de desorientación de los límites de grano a medida que aumenta el número de pases en la matriz.

13. REFERENCIAS

- [1]. Segal VM. *Mater. Sci. Eng.A.* 1995; 197 (2): 157-164.
- [2]. Valiev RZ, Langdon TG. *Prog. Mater. Sci.* 2006; 51 (7): 881-981.
- [3]. Xu C, Furukawa M, Horita Z, Langdon TG. *Acta Mater.* 2003; 51 (20): 6139-6149.
- [4]. Xu Ch, Furukawa M, Horita Z, Langdon TG. *Mater. Sci. Forum.* 2004; (447-448): 403-410.
- [5]. Nashith A, Sanjid P, Shamsudheen M, Rasheeque R, Ramis MK, Shebeer AR. *Int. J. Mater. Eng.* 2014; 4(3): 119-122.

- [6]. Tański T, Snopiński P, Prusik K, Sroka M. *Mater. Charact.* 2017; 133:185-195.
- [7]. Fang DR, Zhang ZF, Wu SD, Huang CX, Zhang H, Zhao NQ, Li JJ. *Mater. Sci. Eng. A.* 2006; 426 (1-2): 305-313.
- [8]. Zhao YH, Liao XZ, Jin Z, Valiev RZ, Zhu YT. *Acta Mater.* 2004; 52 (15): 4589-4599.
- [9]. Adamczyk-Cieślak B, Mizera J, Kurzydłowski KJ. *Mater. Charact.* 2011; 62 (3): 327-332.
- [10]. Kim KJ, Yang DY, Yoon JW. *Mater. Sci. Eng. A.* 2010; 527 (20-30): 7927-7930.
- [11]. Valiev RZ, Ivanisenko YV, Rauch EF, Baudelet B. *Acta Mater.* 1996; 44 (12): 4705-4712.
- [12]. Kim WJ, Wang JY. *Mater. Sci. Eng. A.* 2007; 464 (1-2): 23-27.
- [13]. Vaseghi M, Kim HS. *Mater. Des.* 2012; 36: 735-740.
- [14]. Pérez I, Luis-Pérez C, Luri R, León J, Puertas I. *Rev. Metal. Madrid.* 2011; 47 (1): 76-89.
- [15]. Hockauf M, Meyer LW, Zillmann B, Hietschold M, Schulze S, Krüger L. *Mater. Sci. Eng. A.* 2009; 503 (1-2): 167-171.
- [16]. Chang JY, Shan A. *Mater. Sci. Eng. A.* 2003; 347 (1-2): 165-170.
- [17]. Chaudhury PK, Cherukuri B, Srinivasan R. *Mater. Sci. Eng. A.* 2005; (410-411): 316-318.
- [18]. Apps PJ, Bowen JR, Prangnell PB. *Acta Mater.* 2003; 51 (3): 2811-2822.
- [19]. Gutierrez-Urrutia I, Muñoz-Morris MA, Morris DG. *Mater. Sci. Eng. A.* 2005; 394 (1-2): 399-410.
- [20]. Valiev RZ, Estrin Y, Langdon TG, Zehetbauer M J, Zhu YT. *JOM.* 2006; 58 (4): 33-39.
- [21]. Gleiter H. *Prog. Mater. Sci.* 1989; 33 (4): 223-315.
- [22]. Suryanarayana C. *Int. Mater. Rev.* 1995; 40 (2): 41-64.
- [23]. Langdon TG. *J. Mater. Sci.* 2007; 42 (10): 3388-3397.
- [24]. Valiev RZ, Islamgaliev RK, Alexandrov IV. *Prog. Mater. Sci.* 2000; 45 (2): 103-189.
- [25]. Segal VM. Patent United States 5513512 A. 1996.
- [26]. Gleite R H. *Acta Mater.* 2000; 48 (1): 1-29.
- [27]. Segal VM. *Mater. Sci. Eng. A.* 1999; 271 (1-2): 322-333.
- [28]. Gazder AA, Dalla Torre F, Gu CF, Davies CHJ, Pereloma EV. *Mater. Sci. Eng. A.* 2006; 415 (1-2): 126-139.
- [29]. Azushima A, Kopp R, Korhonen A, Yang DY, Micari F, Lahoti GD, Groche P, Yanagimoto J, Tsuji N, Rosochowski A, Yanagida A. *CIRP Annals - Manufacturing Technology.* 2008; 57: 716-735.
- [30]. López-López E, Moreno LE, Rodríguez R. *Scientia et Technica Año XVII.* 2011; 47: 219-223.
- [31]. Zhu YT, Lowe TC, Langdon TG. *Scripta Mater.* 2004; 51 (8): 825-830.
- [32]. Yanagida A, Joko K, Azushima A. *J. Mater. Process. Technol.* 2008; 201 (1-3): 390-394.
- [33]. Iwahashi Y, Wang J, Horita Z, Nemoto M, Langdon TG. *Scripta Mater.* 1996; 35 (2): 143-146.
- [34]. William S., *Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de materiales*, Cuarta Edición México D.F. McGraw-Hill., 2006.
- [35]. Dieter G. *Mechanical Metallurgy*, Second Edition. USA. Mc-Graw-Hill. 1976.
- [36]. Segal VM. *Mater. Sci. Eng. A.* 2004; 386 (1-2): 269-276.
- [37]. Prangnell' PB, Harris'p C, Roberts SM. *Scripta Mater.* 1997; 37 (7): 983-989.
- [38]. Novara I, Severino M, Fernández Bugna J, Turner P, Signorelli J. *Mecánica Computacional.* XXIV. 2005; 3205-3215.
- [39]. Flórez LC, Mesa CA, Higuera OF, González HA. "Efecto de la fricción y la geometría de la matriz sobre la distribución de la deformación durante el proceso de presión en canal angular de sección constante". En: *Proceedings Conference: IX Congreso Internacional de Materiales (CIM) 2017.* Medellín (Colombia). 2017, p. 1-8.
- [40]. Segal VM. *Mater. Sci. Eng. A.* 2003; 345 (1-2): 36-46.
- [41]. Vedani M, Bassani P, Tuissi A, Angella G. *Metallurgical Science and Technology.* 2004; 33 (2): 21-30.
- [42]. Mendes A, Prados E F, Valio GT, Rubert JB, Sordi VL, Ferrante M. *Mater. Res.* 2011; 14 (3): 335-339.
- [43]. Srinivasan R. *Scripta Mater.* 2001; 44 (1): 91-96.
- [44]. Yamashita A, Yamaguchi D, Horita Z, Langdon TG. *Mater. Sci. Eng. A.* 2000; 287 (1): 100-106.
- [45]. Berbon PB, Furukawa M, Horita Z, Nemoto M, Langdon TG. *Metall. Mater. Trans. A.* 1999; 30 (8): 1989-1997.
- [46]. Langdon TG, Furukawa M, Nemoto M, Horita Z. *JOM.* 2000; 52 (4): 30-33.
- [47]. Valiev RZ, Murashkin MY, Semenova IP. *Metall. Mater. Trans. A.* 2010; 41 (4): 816-822.
- [48]. Valiev RZ, Krasiinikov NA, Tsenev NK. *Mater. Sci. Eng. A.* 1991; 137: 35-40.

- [49]. Valiev RZ, Korznikov AV, Mulyukov RR. *Mater. Sci. Eng. A*. 1993; 168 (2): 141-148.
- [50]. Hansen N, Huang X, Ueji R, Tsuji N. *Mater. Sci. Eng. A*. 2004 (387-389): 191-194.
- [51]. Hughes' DA, Hansen N. *Acta Metall.* 1997; 45 (9): 3871-3886.
- [52]. Bay B, Hansen N, Kuhlmann-Wilsdorf D. *Mater. Sci. Eng. A*. 1989; 113: 385-397.
- [53]. Bay B, Hansen N, Hughes DA, Kuhlmann-Wilsdorf D. *Acta Metall. Mater.* 1992; 40 (2): 205-219.
- [54]. Humphreys FJ, Prangnell PB, Bowen JR, Gholinia A, Harris C. *Philos. Trans. R. Soc. London, Ser. A*. 1999; 357: 1663-1681.
- [55]. Valiev RZ, Ivanisenko YV, Rauch' EF, Baudelet B. *Acta Metall.* 1996; 44 (12): 4705-4712.
- [56]. Qiao XG, Gao N, Starink MJ. *Philos. Mag.* 2012; 92 (4): 446-470.
- [57]. Sitdikov OSh, Kaybyshev RO, Safarov IM, Mazurina IA. *Phys. Met. Metall.* 2001; 92 (3): 270-280.
- [58]. Kuhlmann-Wilsdorf D. *Mate. Sci. Eng. A*. 1989; 113: 1-41.
- [59]. Hughes DA, Chrzan DC, Liu Q, Hansen N. *Phys. Rev. Lett.* 1998; 81 (21): 4664-4667.
- [60]. Valiev RZ. *Nature Mater.* 2004; 3: 511-516.
- [61]. Furukawa M, Horita Z, Nemoto M, Langdon TG. *J. Mater. Sci.* 2001; 36 (12): 2835-2843.
- [62]. Iwahashi Y, Furukawa M, Horita Z, Nemoto M, Langdon TG. *Metall. Mater. Trans. A*. 1998; 29 (9): 2245-2252.
- [63]. Iwahashi Y, Horita Z, Nemoto M, Langdon TG. *Acta Metall.* 1998; 46 (9): 3317-3331.
- [64]. Ohishi K, Horita Z, Furukawa M, Nemoto M, Langdon TG. *Metall. Mater. Trans. A*. 1998; 29 (7): 2011-2013.
- [65]. Fu MW, Yong MS, Pei Q X, Hng HH. *Mater. Manuf. Processes*. 2006, 21 (5): 501-506.
- [66]. Chang JY, Yoon JS, Kim GH. *Scripta Mater.* 2001; 45 (3): 347-354.
- [67]. Wang ZC, Prangnell PB. *Mater. Sci. Eng. A*. 2002; 328 (1-2): 87-97.
- [68]. Starink MJ, Gao N, Furukawa M, Horita Z, Xu Ch, Langdon TG. *Rev. Adv. Mater. Sci.* 2004; 7 (1): 1-12.
- [69]. Langdon TG. *J. Mater. Sci.* 2007; 42 (10): 3388-3397.
- [70]. Langdon TG. *Mater. Sci. Eng. A*. 2007; 462(1-2): 3-11.
- [71]. Xu Ch, Furukawa M, Horita Z, Langdon TG. *Mater. Sci. Eng. A*. 2005; 398 (1-2): 66-76.
- [72]. Gholinia A, Prangnell PB, Markushev MV. *Acta Mater.* 2000; 48 (5): 1115-1130.
- [73]. Valiev RZ, Alexandrov IV, Zhu YT, Lowe TC. *J. Mater. Res.* 2002; 7 (1): 5-8.
- [74]. Zhu YT, Langdon TG. *JOM (TMS)*. 2004; 56 (10): 58-63.
- [75]. Horita Z, Fujinami T, Nemoto M, Langdon TG. *Metall. Mater. Trans. A*. 2000; 31(3): 691-701.