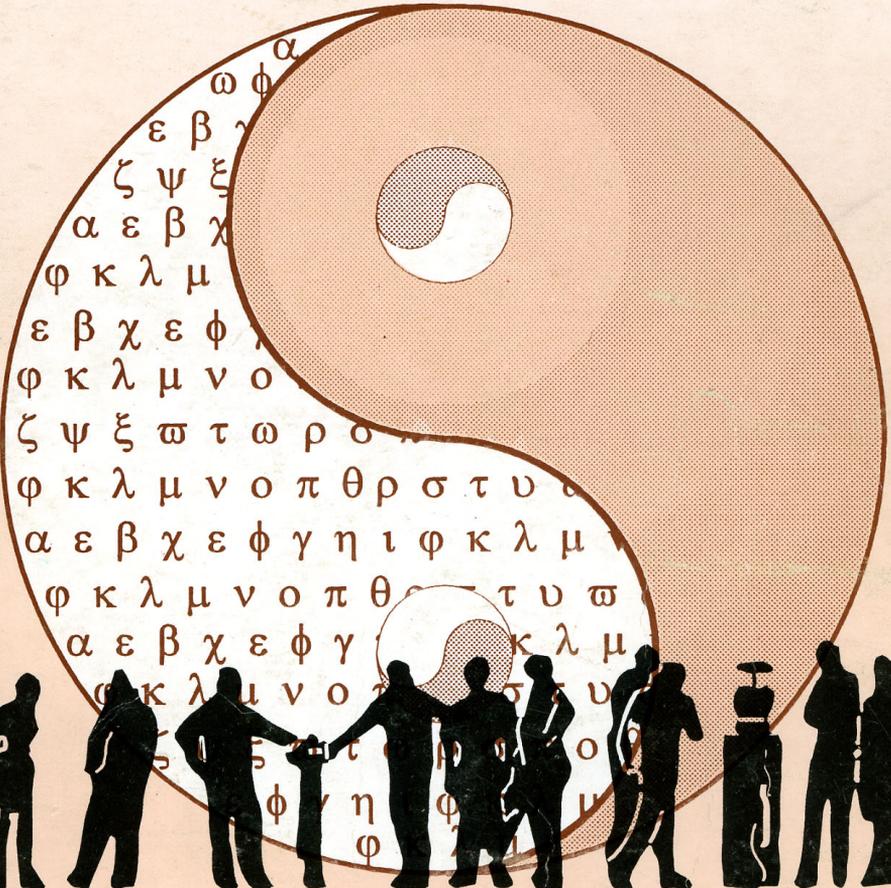


620  
IN

# Ingeniería

Revista de la Universidad de Costa Rica  
JULIO/DICIEMBRE 1992 VOLUMEN 2 Nº 2



# INGENIERIA

Revista Semestral de la Universidad de Costa Rica

Volumen 2 Julio-Diciembre 1992 Número 2

## DIRECTOR

Rodolfo Herrera J.

## EDITOR

Victor Herrera C.

## CONSEJO EDITORIAL

Víctor Hugo Chacón P.

Ismael Mazón G.

Domingo Riggioni C.

## CORRESPONDENCIA Y SUSCRIPCIONES

Editorial de la Universidad de Costa Rica

Apartado Postal 75

2060 Ciudad Universitaria Rodrigo Facio

San José, Costa Rica

## CANJES

Universidad de Costa Rica

Sistemas de Bibliotecas, Documentación e información

Unidad de Selección y Adquisiciones-CANJE

Ciudad Universitaria Rodrigo Facio

San José, Costa Rica

### Suscripción anual:

Costa Rica: ₡750,00

Otros países: US \$20.00

### Número suelto:

Costa Rica: ₡500,00

Otros países: US \$10.00



# EFECTO DE LA TEMPERATURA DE RECOCIDO SOBRE LA CINÉTICA DE RESTAURACION DE LA ALEACION Al - 1% Mn DEFORMADA BAJO CONDICIONES DE TRABAJO EN CALIENTE

G. A. Rojas\*  
E.S. Puchi\*\*

## RESUMEN

Se ha llevado a cabo una investigación sobre el efecto de la temperatura de recocido en la cinética de restauración de dureza de una aleación comercial Aluminio 1% Manganese, deformada bajo condiciones de trabajo en caliente. La laminación experimental fue conducida a una deformación equivalente de  $\epsilon = 0.59$  en una sola pasada, velocidad y temperatura de deformación respectivamente de  $4.18S^{-1}$  y  $450^\circ C$ . Las temperaturas de recocido que se utilizaron fueron de: 490, 520, 550 y  $580^\circ C$ . El comportamiento de restauración fue analizado mediante técnicas de metalografía óptica, microscopía electrónica de transmisión y medidas cuantitativas de la variación de dureza para diversos periodos de recocido, resultando que el tiempo requerido para obtener un 70% de restauración es de la forma:  $t_{70\%} \propto EXP(20,233/T)$  y un valor para la energía de activación de recristalización de  $Q_{REX} = 168KJ/mol$ .

## SUMMARY

EFFECT OF THE ANNEALING TEMPERATURE ON THE RESTORING KINETICS OF AN Al-1%Mn ALLOY DEFORMED UNDER HOT ROLL CONDITIONS.

An investigation was made on the annealing temperature on the restoring kinetics of an Al-1% Mn Alloy, deformed under hot roll conditions. The rolling experiments were conducted at an equivalent deformation of  $\epsilon = 0.50$  in one pass. The velocity and temperature deformation were respectively  $4.18S^{-1}$  y  $450^\circ C$ . The annealing temperature used were: 490, 520, 550 and  $580^\circ C$ . The restoration behaviour was analyzed using optical metallography, transmission electron microscopy and quantitative measurements on the hardness variation when the annealing time was varied, resulting that the time to achieve a 70% restoration has been found to be:  $t_{70\%} \propto EXP(20,233/T)$ , and a value for activation energy of recrystallization of  $Q_{REX} = 168 KJ/mol$ .

## 1-INTRODUCCION

La Cinética de restauración puede ser descrita generalmente por el tiempo requerido para alcanzar un setenta por ciento de restauración ( $t_{70\%}$ ), lo cual es equivalente a un cincuenta por ciento de recristalización (50%).

La velocidad de recristalización depende de la energía almacenada y de la densidad de los sitios de nucleación, lo cual es una función de las variables de deformación previa (deformación y del parámetro de Zener-Hollomon, "Z") y del tamaño de grano original, así como de la temperatura de recocido. Simples relaciones de potencia han sido propuestas (1, 2) para ( $t_{70\%}$ ):

$$t_{70\%} = B\epsilon^{-m}d_0^pZ^q \exp(Q_{REX}/RT), \quad (S) \quad (1)$$

en donde: ( $\epsilon$ ) es la deformación equivalente aplicada, ( $d_0$ ) el tamaño de grano original, ( $Z$ ) un parámetro de velocidad de deformación

compensada por temperatura, ( $Q_{REX}$ ) la energía de activación experimental para recristalización, ( $T$ ) la temperatura de recocido en grados absolutos y ( $R$ ) la constante universal de los gases ideales. El método adoptado para estudiar la influencia de una de las variables, consiste en mantener constante las variables restantes que afectan el tiempo, y para la presente investigación se tendría una expresión que establece una relación de ( $t_{70\%}$ ) proporcional a la exponencial del inverso de la temperatura absoluta de recocido.

En dicha ecuación no se presenta de manera explícita el efecto de las partículas intermetálicas de fase secundaria sobre la cinética de recristalización (3), aspecto que será tratado en una próxima publicación.

La determinación de la energía de activación para la recristalización, puede obtenerse únicamente si se llevan a cabo experimentos en los cuales la

\*Escuela de Ingeniería Química, Universidad de Costa Rica

\*\*Escuela de Metalurgia y Ciencia de los Materiales, Universidad Central de Venezuela

energía introducida y almacenada en el material es constante (3), para los diferentes especímenes, que posteriormente serán recocidos a diferentes temperaturas. Esta condición es alcanzada cuando los especímenes laminados en caliente presentan una condición inicial equivalente para el parámetro (Z), aspecto que es logrado en el presente caso, ya que dichos especímenes fueron laminados a las mismas condiciones, esto es, igual grado de deformación y la misma temperatura y velocidad de deformación.

## 2. TECNICAS EXPERIMENTALES

En la Figura 1 se muestra el diagrama de flujo de las diferentes etapas experimentales utilizadas para el estudio del efecto de la temperatura de recocido, sobre las cinéticas de restauración y recristalización. Así, se aplicaron cuatro temperaturas de recocido diferentes a especímenes de la aleación comercial aluminio 1% manganeso, cuya composición química es: (1.13%Mn, 0.20%Si, 0.12%Cu, 0.18% Fe,

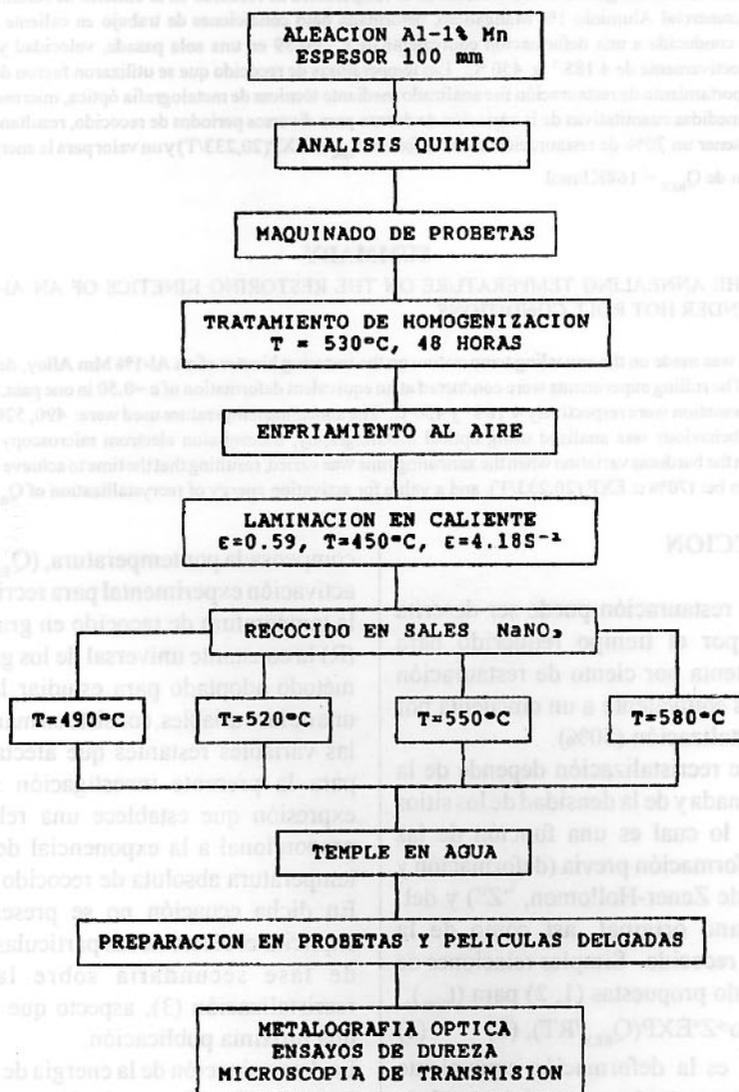
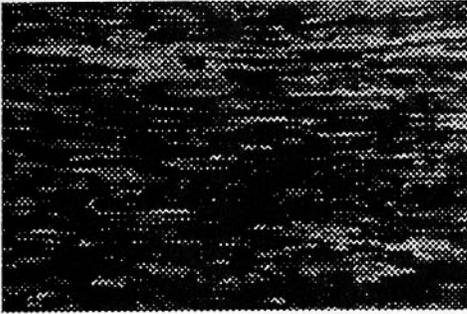


FIGURA 1. DIAGRAMA DE LAS DIFERENTES ETAPAS EXPERIMENTALES

0.01%Zn, trazas de Cr y Mg y Al por balance). Después de los ensayos de laminación en caliente, los diferentes materiales fueron templados en agua, y la microestructura de deformación resultante se muestra en la Figura 2.



**FIGURA 2:** Fotomicrografía del material laminado en caliente seguido de temple en agua. Magnificación 50X. Luz polarizada

Pequeñas muestras de los materiales deformados fueron recocidas en un baño de sales de nitrato de sodio a diferentes temperaturas: 490, 520, 550 y 580°C y a diferentes períodos de tiempo y seguidamente templadas en agua fría, con el fin de retener la microestructura al tiempo de recocido correspondiente.

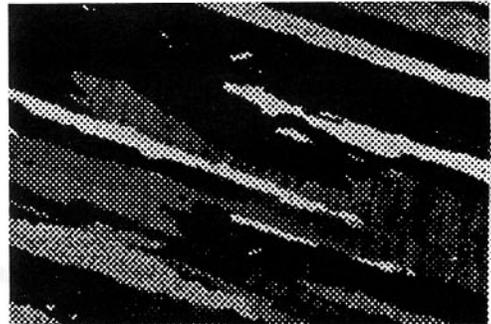
La muestras tratadas térmicamente se montaron en baquelita para facilitar su manejo, exponiéndose la cara lateral en la dirección de laminación de la probeta, la cual se debastó y lijó obteniéndose una superficie pulida para medir la dureza en Vickers mediante un durómetro. Dichas muestras, que se pulieron de nuevo, fueron anodizadas siguiendo el método electrolítico, mediante el cual se forma una capa de óxido sobre la superficie expuesta de la probeta, que permite revelar la microestructura presente en el material. La observación y fotografía de la microestructura de las probetas se realizó en un microscopio óptico con polarizadores cruzados, que permiten diferenciar la orientación de los granos del sustrato. La microscopía electrónica de transmisión fue utilizada para observar la microestructura de la aleación en estudio,

principalmente en la etapa final de recristalización, de acuerdo al tratamiento dado en particular. Los especímenes se obtuvieron a partir de las probetas utilizadas para la microscopía óptica, las cuales fueron seccionadas en láminas paralelas a la cara anodizada con espesores de aproximadamente 1mm. Mediante un proceso de desbaste se obtuvieron muestras con un grosor final cercano a 200µm y por medio del troquelado mecánico se obtiene una película delgada de 3mm de diámetro (3), el cual es necesario para iniciar el proceso del electropulido. Dichos "foils" fueron examinados en un microscopio electrónico de transmisión de 125 KV.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSION

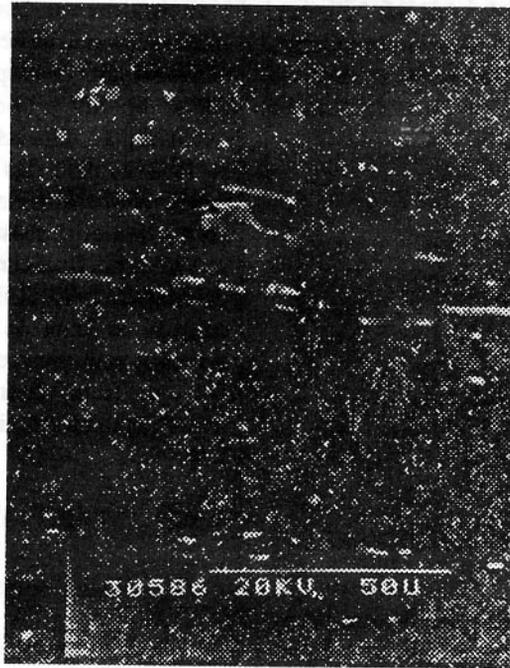
#### 3.1 Caracterización inicial del material

La Figura 3 ilustra una fotomicrografía de la estructura del material inicial, presentando granos alargados y orientados con un tamaño tridimensional promedio de 62µm.



**FIGURA 3:** Fotomicrografía del material original magnificación 50X. Luz Polarizada

Por otro lado, la fotomicrografía de barrido que ilustra la forma y distribución de las partículas intermetálicas en el material original se muestra en la Figura 4. Las partículas presentan formas irregulares, aunque predominan las formas cilíndricas alargadas en un amplio ámbito de tamaños y a la vez, parecen seguir una determinada orientación.



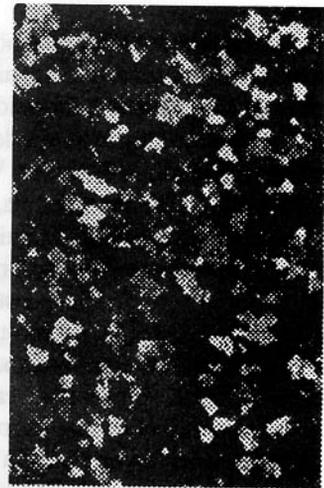
**FIGURA 4:** Fotomicrografía de microscopia de barrido del material original. Magnificación 1000X.

En las Figuras 5 y 6 se ilustran las microestructuras resultantes de las probetas homogenizadas, mostrando la sección transversal corta

y longitudinal respectivamente, con un tamaño de grano recrystalizado promedio de 64.2µm.



**FIGURA 5**



**FIGURA 6**

**FIGURAS 5 y 6:** Fotomicrografías mostrando la microestructura de los especímenes una vez homogenizados, seguidos de enfriamiento al aire, correspondientes a la sección transversal corta y longitudinal respectivamente. Magnificación 50X. Luz Polarizada.

### 3.2 Restauración de Dureza

Las muestras deformadas en un 40% de reducción de espesor, con una velocidad y temperatura de deformación respectivamente de  $4.18S^{-1}$  y  $450^{\circ}C$ , fueron recocidas a las diferentes temperaturas de acuerdo al programa establecido, y las cuales a la vez, presentaron un cambio apreciable de la dureza en función del tiempo de recocido, lo cual presumiblemente se debe a la ocurrencia del proceso de recristalización. Por lo tanto, para hacer un análisis del cambio de dureza durante el recocido y evaluar el efecto de la temperatura de recocido en la cinética de este proceso, dada la contribución de este parámetro al almacenamiento de energía interna

en el material, fue necesario definir un índice de restauración de la siguiente forma:

$$I_R = (H_o - H_i) \times 100 / (H_o - H_r) \quad (2)$$

donde "H<sub>o</sub>" representa el valor de la dureza del material deformado y sin tratamiento de recocido, "H<sub>r</sub>" la dureza del material totalmente restaurado y por ende completamente recristalizado y "H<sub>i</sub>" la dureza instantánea para cualquier tiempo intermedio de recocido, antes de que el material recristalice en su totalidad.

La Figura 7 ilustra la variación del índice de restauración definido de esta manera, en términos del tiempo y temperatura de recocido.

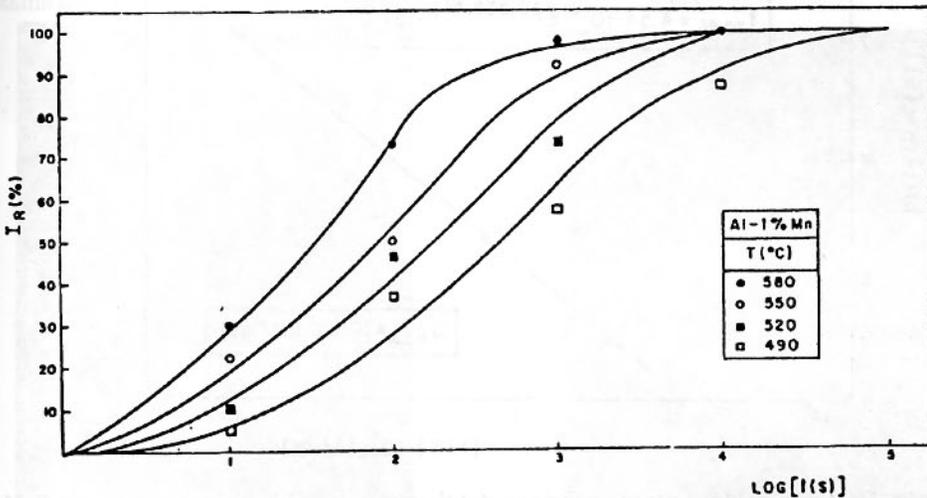


FIGURA 7: Índice de restauración porcentual en función del tiempo de recocido.

De manera similar a las curvas de índice de restauración, para el estudio del efecto de la velocidad de deformación (4) y para el aluminio de pureza comercial (5), se observa una forma sigmoide para la aleación en estudio, la cual está asociada al proceso de recristalización, aunque evidentemente, la restauración de dureza del material también está afectada en menor grado por el proceso de recuperación. Dichas curvas muestran tres etapas fácilmente identificables.

La etapa inicial presenta un aumento lento de la restauración, siendo mayor el período conforme la temperatura de recocido es menor. En esta sección

el fenómeno dominante es el de recuperación, el cual involucra la aniquilación de dislocaciones en eventos individuales, durante un período de incubación, el cual disminuye al aumentarse la temperatura de recocido, con el consecuente aumento de la velocidad de recuperación. Luego viene una etapa en la que la velocidad de restauración es más rápida, característica del proceso de recristalización, en el cual las dislocaciones son simultáneamente eliminadas en grandes números, como un resultado del movimiento de límites de alto ángulo. Dicha recristalización ocurre por nucleación y

crecimiento de nuevos granos. Finalmente se observa una tercera etapa, en la que el índice de restauración alcanza un valor constante, correspondiente al 100% de restauración. Tal y como puede esperarse la figura anterior indica que para un determinado tiempo de recocido el material que presenta un mayor índice de restauración de dureza, es decir, el que alcanza un mayor grado de ablandamiento, corresponde al proceso de recocido de mayor temperatura.

Así mismo, dicha figura facilita la evaluación cuantitativa del efecto de la temperatura de recocido en la cinética de restauración, mediante el uso de una ecuación paramétrica simple.

De esta forma en la Figura 8 se ilustra la variación del tiempo requerido para alcanzar un 70% de restauración de dureza (~50% de recristalización) en función del inverso de la temperatura absoluta de recocido, en una escala semilogarítmica.

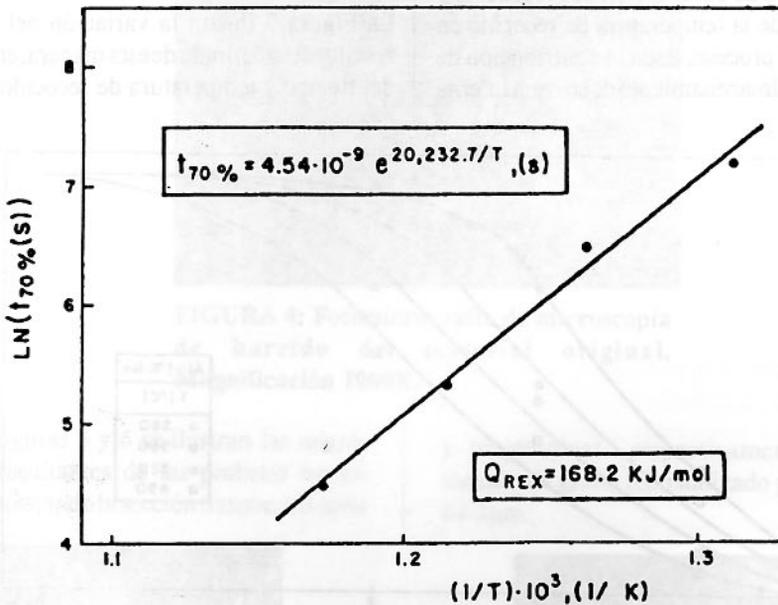


FIGURA 8: Relación del logaritmo neperiano del tiempo requerido para alcanzar un 70% de restauración con el inverso de la temperatura absoluta de recocido aplicada.

De esta figura se obtiene que al menos bajo las condiciones de deformación y recocido empleadas en el presente trabajo:

$$t_{70\%} = 4.54 \times 10^{-9} \text{ EXP } (20,237.2/T), \text{ (s)} \quad (3)$$

De la expresión anterior, se establece que la temperatura absoluta de recocido es inversamente proporcional al logaritmo natural del tiempo requerido para alcanzar un 70% de restauración. Lo anterior concuerda con el hecho de que a mayor temperatura de recocido, para materiales con la misma cantidad de energía acumulada, los procesos térmicamente activados que se dan en la

recristalización son favorecidos, mediante la disipación más rápida de dicha energía. Por lo tanto, la variación de la fracción volumétrica recristalizada podría expresarse de la siguiente forma (6):

$$X_v = 1 - \text{EXP} \{-0.693 [22 \times 10^7 T \text{ EXP } (20,237.2/T)]^n\} \quad (4)$$

El valor del exponente "n" depende del tipo de variación que presenten con el tiempo, las tasas de nucleación y crecimiento de los nuevos granos recristalizados, y también de la dimensionalidad de los frentes de nucleación (6, 7).

Del análisis de la Ecuación (3), se obtiene un valor para la energía de activación de recristalización

de  $Q_{\text{REX}} = 168.2$  KJ/mol, el cual es prácticamente igual al obtenido para la energía de activación para la deformación en caliente (5) siendo este también un proceso térmicamente activado.

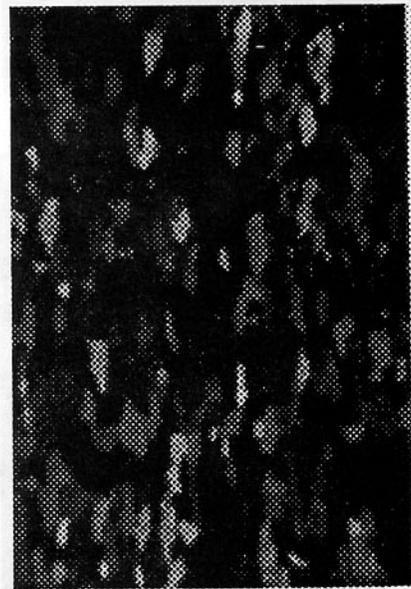
### 3.3 Evolución Microestructural

Del análisis de las fotografías que muestran la evolución microestructural que tiene lugar en las probetas laminadas en caliente y recocidas a diferentes tiempo, para cada una de las temperaturas de recocido, se observa que una vez iniciado el proceso de recocido, las diferentes fotomicrografías muestran como la matriz deformada (Figura 1), va siendo sustituida por una estructura de granos bien definidos hasta alcanzar una estructura totalmente recristalizada, en la cual los granos

correspondientes no son completamente equiaxiados, debido a la acción de las partículas intermetálicas de segunda fase, que impiden el crecimiento normal de los granos y además se observa que los mismos presentan una orientación definida (3). Lo anterior puede visualizarse en la Figura 9, en la cual se ilustra una etapa avanzada de recristalización para la mayor y menor temperatura de recocido utilizada en este estudio. Es importante resaltar el hecho de que los granos recristalizados, correspondientes a la menor temperatura de recocido, son mucho más grandes que los resultantes del proceso de recocido de mayor temperatura, a pesar de que éstos cuentan con un período de recocido menor.



(a)

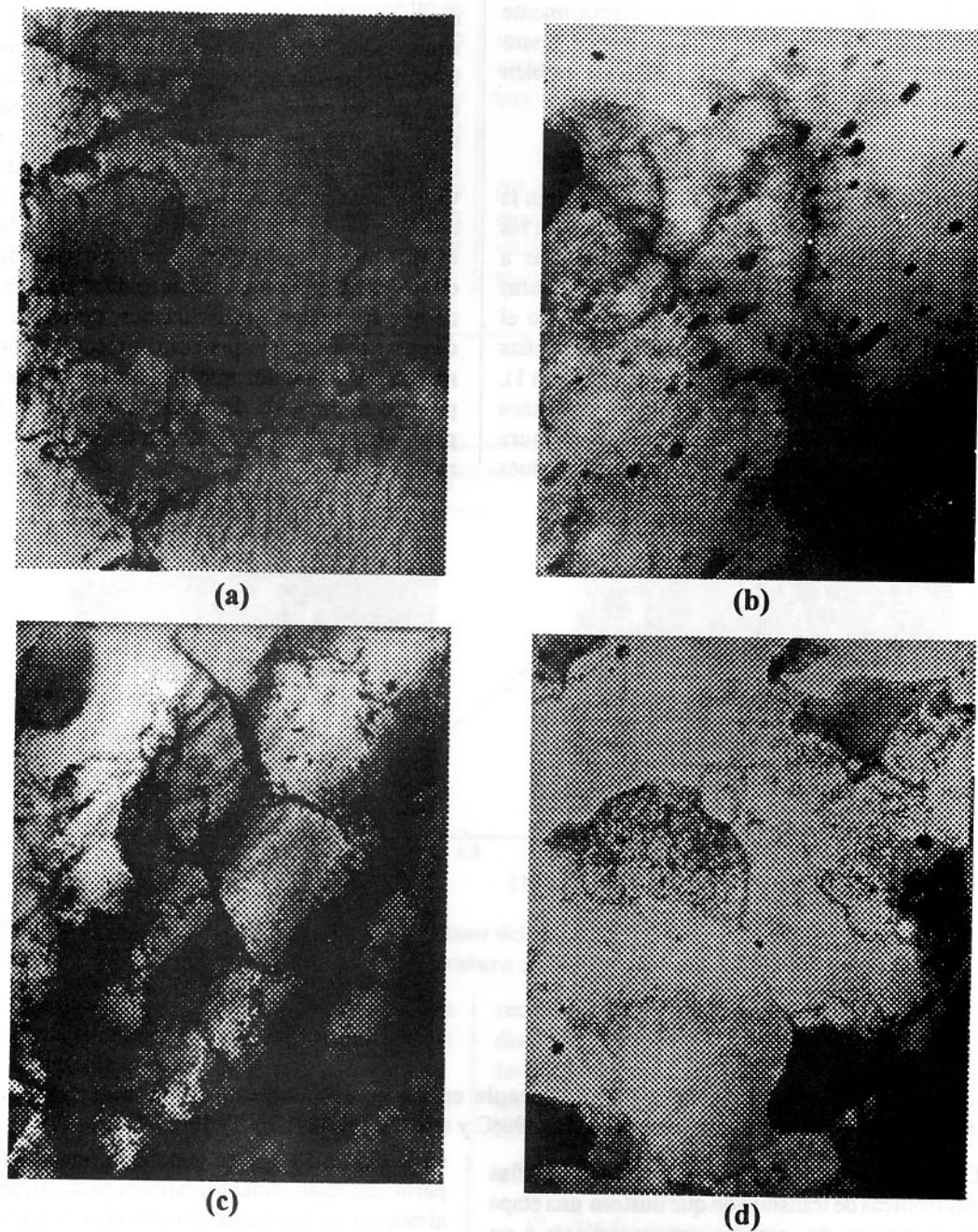


(b)

**FIGURA 9: Fotomicrografías de microscopia optica correspondiente a los materiales con temperaturas de homogenización de: (a) 490°C y  $t=10^5$ S, (b) 580°C y  $T=10^3$ S**

En la figura 10 se presentan fotomicrografías electrónicas de transmisión que ilustran una etapa en el proceso de recocido correspondiente a un tiempo de  $10^3$  (S). Dichas fotomicrografías muestran en general la presencia de partículas intermetálicas de segunda fase distribuidas aleatoriamente, que proyectan formas preferencialmente circulares y elipsoidales en una gran variedad de tamaños. Es de especial mención la partícula de grandes dimensiones que se observa

en la Figura 10-b, y en general la presencia de partículas relativamente grandes en estas figuras, alrededor de las cuales se establecen límites de diferentes zonas. Siguiendo el orden de las fotomicrografías de la Figura 10, de acuerdo al aumento en la temperatura de recocido, se nota como las zonas van incrementando tanto su definición como su refinamiento, lo cual es consecuencia de un mayor grado de recristalización.



**FIGURA 10: Fotomicrografías electrónicas de transmisión del material recocido a diferentes temperaturas con  $10^3$  (S) de recocido. (a) 490°C, (b) 520°C (c) 550°C y (d) 580°C.**

#### 4. CONCLUSIONES

1. Los estudios de restauración llevados a cabo en muestras de la aleación comercial aluminio 1% manganeso por medio del grado de restauración de dureza, han permitido determinar la dependencia funcional entre " $t_{70\%}$ " con la temperatura de recocido, en términos de ecuaciones paramétricas simples.

2. Se logró obtener el valor de la energía de activación para el proceso de recristalización, la cual podría utilizarse para determinar la fracción volumétrica recristalizada presente y el tamaño de grano recristalizado bajo condiciones no isotérmicas de deformación y recocido.

#### 5. REFERENCIAS

1. C.M. Sellars, *The Physical Metallurgy of Hot Working*, In: *Hot Working and Forming Processes*. Edited by Sellars and Davies, Metal Soc. London, 3-15, 1980.
2. C.M. Sellars and J.A. Whiteman, *Recrystallization and Grain Growth in Hot Rolling*, *Metal Sci.*, 13, 187-194, 1979.

3. G.A. Rojas, Tesis Ph.D., Universidad Central de Venezuela, 1989.
4. G. A. Rojas, y E.S. Puchi, *Laminación en Caliente de la Aleación Comercial Al-1%Mn*. Mem 1er. Congreso de Alament, Río de Janeiro, 755-763, 1988.
5. G.A. Rojas, Tesis M.Sc., Universidad Central de Venezuela 1987.
6. G.A. Rojas and Puchi, E.S., *Microstructural Evolution of Commercial Aluminium 1% Manganese Alloy Deformed under Hot Working Conditions*, In Proc. 10th Risø International Symposium, Eds. N. Hansen et al. ,Materials Architecture (Roskilde, Denmark), 541-549, 1989.
7. J.W. Cahn, *The Kinetics of grain boundary nucleated reactions*, *Acta Metall.*, 4, 449-459, 1956.
8. J.W. Christian, *The Theory of Transformations in metals and alloys*, Pergamon Press, 15-20 and 525-548, 1975.

---

#### AGRADECIMIENTO

Los autores agradecen al Consejo de Desarrollo Científico y Humanístico de la Universidad Central de Venezuela, a la Organización de los Estados Americanos (OEA), y a la Universidad de Costa Rica por el apoyo económico prestado.