

Universidad Nacional de Ingeniería

**PROGRAMA ACADEMICO DE INGENIERIA GEOLOGICA,
MINERA Y METALURGICA**



**ESFUERZOS Y CAMBIOS ESTRUCTURALES
EN LA DEFORMACION DE MATERIALES
A ALTAS TEMPERATURAS**

T E S I S

PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE

I N G E N I E R O D E M I N A S

LUIS GUILLERMO KUON MONTALVO

PROMOCION 1965

LIMA - PERU 1977

A Inés, mi esposa,

y

A Lourdes Marisa y Mariella del Carmen,
nuestras hijas.

R E S U M E N

=====

En el presente estudio se describen dos series de experimentos de extrusión sobre hielo policristalino. La primera serie cubrió velocidades de deformación desde $5.6 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ hasta $2.8 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y temperaturas de -20.4°C a -3°C .

La data de esta investigación no obedece a las leyes empíricas simples y se analizan aquí por el método de análisis de termo-activación.

Se distinguen dos regiones de comportamiento, por encima y debajo de -10.2°C , para las cuales se obtienen valores diferentes de las entalpías de activación.

Los valores para la región de alta temperatura son casi el doble de aquellos debajo de -10.2°C . Estos valores y sus dependencias del esfuerzo conducen a la conclusión de que la velocidad de deformación en el rango de baja temperatura es controlada por el mecanismo Peierls - Nabarro.

Por encima de -10.2°C , un proceso complementario, posiblemente el deslizamiento de los bordes de grano, puede contribuir también a la velocidad de deformación.

La segunda serie de experimentos se llevó a cabo a velocidades de deformación desde 5.6×10^{-4} hasta $4.6 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ y a dos temperaturas -20.5 y -3°C .

Las microestructuras recristalizadas, resultantes se estudiaron por medio de microscopía de luz polarizada, habiéndose determinado los tamaños de grano medios. Se establecen correlaciones entre el tamaño de grano y los parámetros de fluencia: esfuerzo, temperatura y velocidad de deformación.

La presencia de burbujas de aire afectan también el tamaño de grano, produciendo un efecto endurecedor y restringen también el crecimiento de granos. La recristalización en el rango experimental estudiado ocurre dinámicamente, evidenciado por la presencia de una subestructura en algunos de los granos.

AGRADECIMIENTOS

=====

El autor, desea dejar expresa constancia de su agradecimiento a los profesores del Departamento de Metalurgia de la Universidad Nacional de Ingeniería por sus valiosas enseñanzas y por haber estimulado en el autor una seria vocación hacia el fascinante y vasto campo de la Metalurgia.

El agradecimiento del autor también va al Departamento de Ingeniería de Minas y Metalurgia de la Universidad McGill de Montréal, Canadá, en cuyos Laboratorios se realizaron los experimentos que aquí se reportan.

Muy en particular, el autor expresa su profunda y sincera gratitud al Profesor John J. Jonas, supervisor del trabajo, por su constante estímulo y guía. Las gracias se hacen también extensivas a los colegas del grupo de trabajo de deformación a altas temperaturas, Drs. M.J. Luton, T. Surek, R. Djaic, J.P. Immarigeon y B. Heritier, por sus valiosas sugerencias y alentadoras discusiones.

Finalmente, el reconocimiento al Defence Research Board of Canada por el apoyo financiero para el proyecto de investigación y para los estudios de postgrado del autor.

I N D I C E

=====

	Página
RESUMEN.	i
AGRADECIMIENTOS.	iii
INDI CE	iv
CAPITULO 1. EXPOSICION DE MOTIVOS.	1
CAPITULO 2. FUNDAMENTOS DE LA DE FORMACIONA ALTAS TEMPE- RATURAS.	4
2.1. INTRODUCCION.	4
2.2. CONCEPTOS BASICOS: E SFUERZO,DE FORMACION Y VELOCIDAD DE DEFORMACION.	6
2.3. DEFORMACION E NFRIO.	9
2.4. DEFORMACION A ALTAS TEMPERATURAS.	12
2.4.1. Trabajabilidad en Caliente.	12
2.4.2. Ductilidad y Maleabilidad.	13
2.4.3. Curvas de Deformación a Altas Temperaturas.	15
2.4.4. Microestructuras de Trabajado en Caliente.	18
Estructura Inicial.	18
Estructura Final.	19
2.4.5. Propiedades de los Metales Trabajados en Caliente.	21
2.5. ENSAYOS DE DEFORMACION A ALTAS TEMPERATURAS.	22
2.5.1. Ensayos de Creep.	
2.5.2. Ensayos de Velocidad de Deformación Cons- tante.	25
2.5.3. Ensayos de Tracción.	26
2.5.4. E nsayosde Compresión.	27

	Página
2.5.5. Ensayos de Forja.	28
2.5.6. Ensayos de Torsión.	29
2.5.8. Ensayos de Extrusión.	30
2.6. ECUACIONES DE VELOCIDAD DE DEFORMACION.	34
2.6.1. Efecto de la Temperatura.	35
2.6.2. Relaciones Empíricas de la Velocidad de Deformación.	37
2.7. CAMBIOS ESTRUCTURALES EN MATERIALES DEFORMADOS.	40
2.7.1. Recuperación Dinámica.	40
2.7.2. Recristalización.	42
Recristalización Dinámica.	43
Recristalización Estática.	46
2.7.3. Deformación en Pases Múltiples.	48
2.7.4. Deformación Bajo condiciones de variación continua de temperatura y velocidad de deformación.	52
2.8. MODELOS DETALLADOS DE DEFORMACION A ALTA TEMPERATURA.	53
2.8.1. Modelos de Escalamiento.	54
2.8.2. Modelos de Dislocaciones Tornillo.	56
2.8.3. Modelos de Redes.	57
2.9. ANALISIS TERMODINAMICO DE LA DEFORMACION PLASTICA.	59
2.9.1. La Energía Libre de Activación para el Deslizamiento.	61
2.9.2. Los Parámetros de Activación.	65
2.9.3. Determinación de los Parámetros de Activación.	66

2.9.4.	La Ecuación de la Velocidad de Deformación.	67
CAPITULO 3. DEFORMACION DE UN MATERIAL CRISTALINO: EL HIELO.		
3.1.	ESTUDIOS SOBRE LA DEFORMACION DEL HIELO.	
3.2.	CARACTERISTICAS ESTRUCTURALES DEL HIELO ORDINARIO.	70
3.3.	DEFORMACION DEL HIELO HEXAGONAL.	71
3.3.1.	Energías de Activación.	73
3.3.2.	Mecanismos de Deformación.	76
3.3.3.	El Modelo de Glen.	77
3.3.4.	Otros Mecanismos Sugeridos.	78
3.4.	ESTUDIOS DE RECRISTALIZACION DEL HIELO.	80
CAPITULO 4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.		
4.1.	PREPARACION DEL MATERIAL Y TOCHO.	82
4.2.1.	Máquina de Ensayos Instron.	85
4.2.2.	Cámara Fría.	88
	Control de Temperatura.	89
4.2.3.	Ensamble de la Matricería.	90
	Matrices para Velocidad de Deformación Real Constante.	92
4.3.	ESTUDIOS MICROESTRUCTURALES DE LAS MUESTRAS EXTRUIDAS.	93
4.3.1.	Preparación de Muestras.	93
4.3.2.	Fotografía.	94
4.4.	PROCEDIMIENTO DE ENSAYO.	96
CAPITULO 5. RESULTADOS EXPERIMENTALES.		
		100

	Página
5.1. CURVAS DE ESFUERZO Y DESPLAZAMIENTO DEL EMBOLO.	103
5.2. RELACIONES DEL ESFUERZO DE FLUENCIA.	106
5.2.1. Relación Esfuerzo - Velocidad de Deformación.	106
5.2.2. Efecto de la Temperatura sobre el Esfuerzo de Fluencia.	114
5.2.3. Influencia de la Presencia de burbujas en el Esfuerzo de Fluencia.	117
5.3. OBSERVACIONES MICROESTRUCTURALES.	122
5.3.1. Microestructuras del Estado Estable. Formación de Subestructura.	122 125
5.3.2. Mediciones del Tamaño de Grano.	126
5.3.3. Efecto de la Velocidad de Deformación y Esfuerzo sobre el Tamaño de Grano.	143
CAPITULO 6. DISCUSION DE RESULTADOS.	148
6.1. ENTALPIAS DE ACTIVACION APARENTES.	148
6.2. MECANISMO DE CONTROL DE LA VELOCIDAD.	151
6.3. CAMBIOS MICROESTRUCTURALES DURANTE LA DEFORMACION.	155
6.4. LA NATURALEZA DEL PROCESO DE ABLANDAMIENTO DURANTE LA EXTRUSION.	156
6.5. EFECTO DEL ESFUERZO Y TEMPERATURA EN EL TAMAÑO DE GRANO RECRISTALIZADO.	159
6.6. DESCRIPCION DE LOS CAMBIOS ESTRUCTURALES QUE OCURREN DURANTE LA DEFORMACION.	160
CAPITULO 7. CONCLUSIONES.	164
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.	167
ANEXO 1.	180

CAPITULO I

EXPOSICION DE MOTIVOS

=====

Las razones que han llevado al autor a someter el presente trabajo como Tesis de Grado están basadas en las siguientes consideraciones:

1.1. La realización de una investigación del tipo científico por medio de trabajos experimentales de Laboratorio, implica el seguir una metodología de trabajo, que aunque es bastante común en otros países, aún en nuestro medio es de poca aplicación. El trabajo que aquí se reporta ha seguido estos lineamientos y pretende también difundir esta forma de trabajo. Las etapas que cubre esta metodología son:

- Revisión de la literatura sobre el tema materia de investigación.
- Diseño Experimental.
- Equipos Experimentales.
- Procedimiento Experimental.
- Obtención de resultados.
- Análisis y discusión de resultados.
- Conclusiones.

1.2. En la revisión de la literatura sobre el tema de la deformación en caliente se ha querido ser muy exhaustivo, aunque al mismo tiempo por la necesaria limitación de espacio, se presenta una síntesis apretada de los avances logrados en este campo para difundirlos en nuestro medio donde aún son muy vagamente conocidos.

1.3. En la última década se ha visto ampliarse las fronteras de la Metalurgia hacia el estudio de otros materiales no metálicos, dando lugar a lo que hoy se conoce como la "Ciencia de los Materiales" y a la que se asocia muy indistintamente con la Metalurgia Física. Esta nueva ciencia es asimismo ejercida en gran parte por especialistas de esta rama de la Metalurgia.

1.4. Precisamente dentro del marco de la ciencia de los Materiales y la Metalurgia Física se escogió para investigar un material policristalino no metálico teniendo en cuenta que:

El comportamiento físico de los materiales cristalinos metálicos es similar a' de los cristalinos no metálicos de estructuras similares.

- Las temperaturas de trabajado en caliente en un material cristalino son relativas a su punto de fusión, sin importar cual sea éste.

1.5. El material escogido para el estudio de la deformación en caliente por extrusión fue el hielo en consideración a que:

- a. Es un material de fácil disponibilidad y bajo costo.
- b. Su punto de fusión es bajo y permite realizar con facilidad experimentos a temperaturas muy próximas al punto de fusión.
- c. Trabajos anteriores demostraron que el hielo recristaliza dinámicamente durante la deformación, de manera similar a muchos metales.
- d. Por su fragilidad el hielo puede trabajarse muy bien por un proceso netamente aplicado a metales: la extrusión, donde el componente hidrostático es elevado y permite que se alcancen relativamente

grandes esfuerzos.

- e. El comportamiento del hielo durante la deformación es todavía muy poco conocido, así como las relaciones esfuerzo-deformación dentro de un rango de esfuerzo relativamente elevados.
- f. Es preciso tener cada vez un mayor conocimiento del comportamiento del hielo con el objeto de diseñar mejor los equipos que van a trabajar frente a él; caso de los barcos rompehielos, o prevenir catástrofes como el deslizamiento de los glaciares, sobretodo en regiones montañosas como la nuestra.
- g. El conocimiento de los mecanismos actuantes en los procesos de deformación permite que el hombre puede controlar mejor estos mecanismos y utilizarlos en su beneficio; es así como se han diseñado nuevos materiales. Asimismo de ellos se puede inferir el comportamiento de otros materiales de estructura cristalina similar.

CAPITULO 2

FUNDAMENTOS DE LA DEFORMACION A ALTAS TEMPERATURAS.

2.1. INTRODUCCION.

Todos tenemos la imagen del herrero como la figura legendaria que trabajando a temperaturas sofocantes, llamas incandescentes y con su típico fuelle silbando, da forma al hierro al rojo aplicando frecuentes y hábiles golpes de martillo.

La técnica de la forja es conocida desde hace unos 3000 años. En todo este tiempo y en todas las culturas que la dominaron se ha sabido que es más fácil dar forma al metal cuando está caliente. A través de todo este tiempo se han ido mejorando los procesos de trabajado en caliente al punto que hoy en día lingotes de muchas toneladas se les da forma con martillos neumáticos gigantes, prensas hidráulicas o trenes de laminación. También es conocido que ya sea la espada legendaria de la antigüedad o el eje de un enorme generador eléctrico de hoy día poseen una excelente resistencia, tenacidad y duración.

Más del ochenticinco por ciento de los productos metálicos en uso en la actualidad son sometidos a deformación a altas temperaturas durante su procesamiento. Los productos son tan diversos como hojas de turbinas de motores a chorro, tubos sin costura, calandrias para reactores nucleares, ruedas de trenes, cuchillas de acero inoxidable, barras para concreto armado, o planchas para carrocerías de vehículos. No obstante este uso tan generalizado y por tanto tiempo del trabajado en

caliente, es sólo recientemente que los metalurgistas han caracterizado el comportamiento de los cristales y átomos de un metal durante el formado en caliente.

Un fenómeno diferente en el comportamiento de los metales a alta temperatura se hizo evidente hace algo más de un siglo con la aparición de las máquinas a vapor. Se observó que luego de un servicio prolongado, los tubos del caldero se expandían, estiraban y arqueaban, y que los remaches y pernos de ajuste se aflojaban causando fugas.

Otro ejemplo observado mucho mas antes, pero que no se reconoció en ese tiempo, fue el aflojamiento gradual de los marcos de plomo en los vitrales.

Este fenómeno consistente en el alargamiento gradual y finalmente fractura bajo esfuerzos de tensión constantes a una alta temperatura se hizo conocido como "creep" * (termofluencia).

En años recientes ha habido una continua y creciente utilización de materiales a elevadas temperaturas. Se ha despertado también un mayor interés en los fenómenos naturales que ocurren cuando los sólidos son sometidos a esfuerzos bajo tales condiciones. En vista de ello, se han desplegado considerables esfuerzos para entender los procesos que dan lugar a la deformación de materiales a altas temperaturas; entendiéndose como alta temperatura aquella a la cual los procesos de recuperación de la estructura pueden ocurrir rápidamente. Esto es, una temperatura por encima de la mitad de temperatura de fusión expresada en grados absolutos kelvin.

* Aquí utilizaremos el anglicismo "creep", usado por muchos autores, puesto que hasta ahora no hay un término en español que describa apropiadamente este fenómeno.

Los estudios de deformación a altas temperaturas pueden dividirse en dos categorías: Los trabajos más extensivos se han llevado a cabo por medio de ensayos de "creep" ó termofluencia, que se realizan bajo carga o esfuerzo constante.

Estos trabajos están generalmente restringidos a velocidades de deformación menores a 10^{-3} /seg.

Muchos de estos estudios se han completado en los últimos cuarenta años, algunos de los cuales se describen posteriormente.

En los últimos 15 ó 20 años se ha suscitado también una gran necesidad por reunir información fundamental a altas velocidades de deformación, características de los procesos de trabajado de metales, v.g. velocidades de deformación $> 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Para estudiar el comportamiento de los materiales en este rango de velocidades de fluencia, se ha usado un segundo tipo de ensayos, realizados a velocidades de deformación reales constantes por medio de ensayos de compresión, tensión y torsión. Estos ensayos a velocidad constante han sido complementados por experimentos de extrusión y laminación realizados a escala de Laboratorio.

A causa de su tremenda importancia económica la mayoría de trabajos hasta la fecha han estado relacionados a la deformación de metales. No obstante, se han llevado a cabo estudios extensivos en otros sólidos cristalinos, tales como hielo y óxidos refractarios.

2.2. CONCEPTOS BASICOS: ESFUERZO, DEFORMACION Y VELOCIDAD DE DEFORMACION.

Revisando estos conceptos, se define el esfuerzo como la resistencia interna de un cuerpo a la fuerza externa aplicada por unidad de área, ó expresado matemáticamente:

$$\sigma = P/A \quad (2-1)$$

donde σ designa el esfuerzo, P la fuerza externa aplicada sobre un cuerpo y A el área transversal del cuerpo sobre la que actúa la fuerza.

Si se usa el área original A_0 para calcular el esfuerzo, el esfuerzo resultante se llama esfuerzo convencional ó de ingeniería y se designa por S. Si las fuerzas externas son suficientes para deformar el cuerpo y cambiar el área entonces es más satisfactorio definir el esfuerzo en términos del área instantánea sobre la que actúa la fuerza, A_i , teniéndose el esfuerzo real, que se denota por τ .

La aplicación de una fuerza sobre un cuerpo conduce a un cambio en la forma de éste, definiéndose la deformación resultante por unidad de dimensión simplemente como deformación.

Si consideramos una barra en tensión, con longitud inicial entre dos marcas de l_0 y ésta aumenta hasta l_1 con la aplicación de una fuerza externa, entonces la deformación convencional ó de ingeniería, e, es la relación entre el cambio de longitud y la longitud inicial, o sea:

$$e = \frac{l_1 - l_0}{l_0} \times 100 \% \quad (2-2)$$

Como en el caso del esfuerzo, es intuitivamente más satisfactorio definir la deformación en términos del valor instantáneo de la dimensión

considerada. Así Ludwik propuso en 1909 que la deformación real, ξ , sea calculada como la suma de los incrementos infinitesimales de deformaciones convencionales:

$$\xi = \int_{l_0}^{l_f} \frac{dl}{l} = \ln \frac{l_f}{l_0} \quad (2-3)$$

Se puede demostrar que la relación entre el esfuerzo convencional y el esfuerzo real es:

$$\sigma = S (1 + e) \quad (2-4)$$

mientras que la relación entre e y ξ es:

$$\xi = \ln (1 + e) \quad (2-5)$$

Las dos medidas de deformación dan casi idénticos resultados hasta deformaciones de 0.1, pero las deformaciones reales se usan con grandes deformaciones y cuando la deformación no es uniforme.

Para evitar confusiones se acostumbra reportar la deformación de ingeniería en porcentaje y la deformación logarítmica o real sin unidades.

El esfuerzo de fluencia a una deformación dada varía grandemente con la velocidad de deformación y la temperatura en el trabajado en caliente / 2 /. Este comportamiento está en oposición a la débil dependencia que se observa bajo las condiciones de trabajado en frío. La velocidad de deformación estará dada por:

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = \dot{\varepsilon} = \frac{1}{L} \left(\frac{dL}{dt} \right) \quad \left(\begin{array}{l} \text{en } s^{-1} \\ (2-6) \end{array} \right)$$

Igualmente se puede establecer una velocidad de deformación convencional ó de ingeniería:

$$\frac{\Delta e}{\Delta t} = \dot{e} = \left(\frac{100}{L_0} \right) \left(\frac{\Delta L}{\Delta t} \right) \quad \left(\begin{array}{l} \text{en \% / s} \\ (2-7) \end{array} \right)$$

2.3. DEFORMACION EN FRIO.

El estado de trabajado o deformación en frío debe entenderse como cualquier condición de deformación o avería de un material cristalino, sin importar el proceso que produjo esta condición.

Se denomina "deformación en frío" cuando la temperatura a la que se trabajó un material cristalino está por debajo de aquella de recristalización y a la cual los procesos de recristalización ocurren muy lentamente. Generalmente la temperatura se expresa como temperatura homóloga considerándose el rango de deformación en frío aquel que está por debajo de la mitad de la temperatura de fusión en grados kelvin, $T < 0.5 T_m$ ($T =$ Temperatura de trabajado en °K y T_m temperatura de fusión en °K).

Cuando un metal es deformado en frío, por laminación por ejemplo, los granos aproximadamente esféricos son aplastados y estirados en la dirección en la cual la plancha es laminada (Fig. 1). Además mientras sufre esta deformación plástica se mantiene un enlace continuo a través de los bordes de grano. Conforme los granos se distorsionan, el

LAMINACION EN FRIJO, 50 % DE REDUCCION.

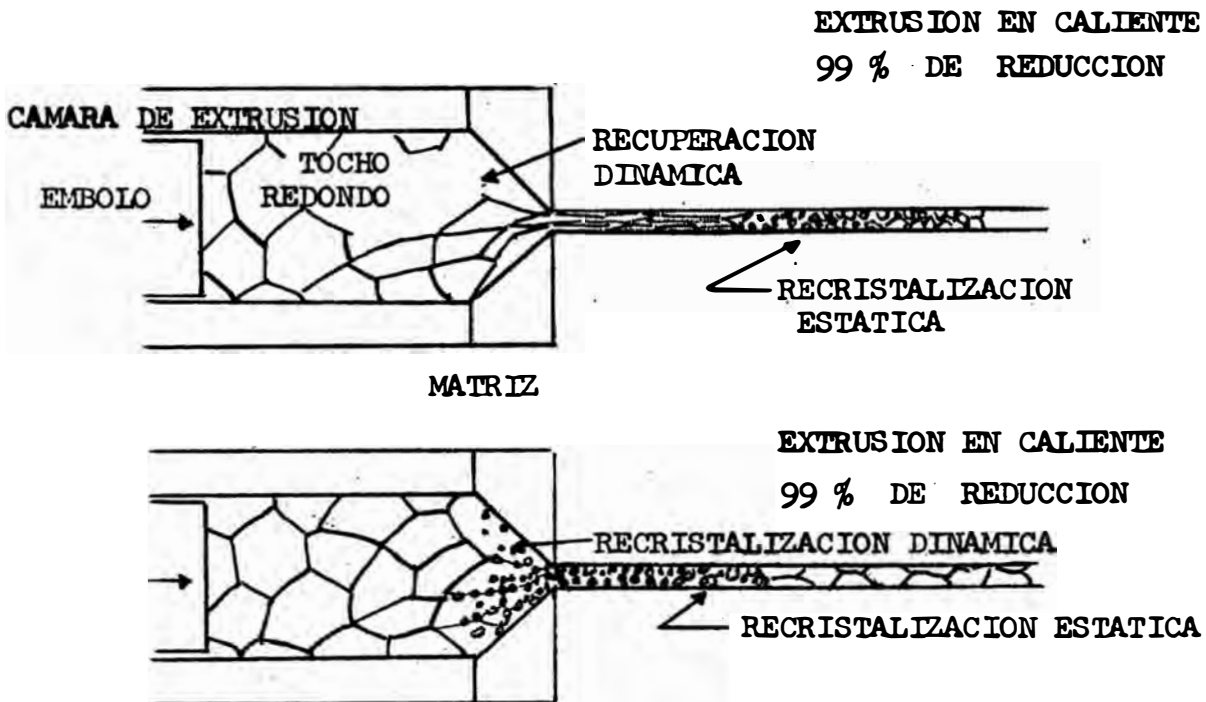
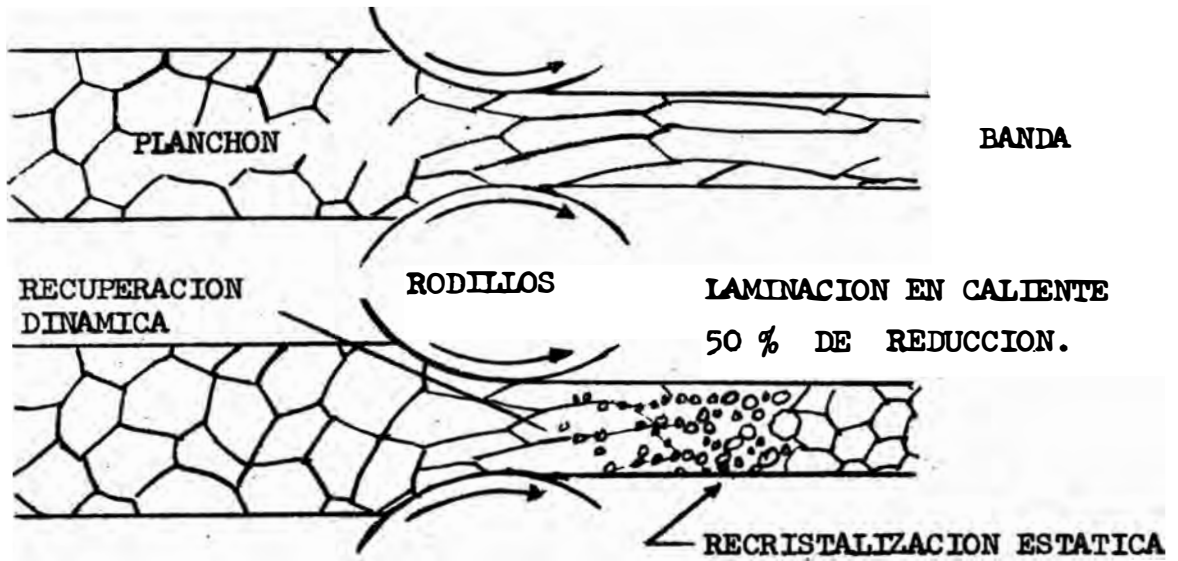


FIG. 1. Representación esquemática de los procesos de deformación en frío y en caliente por laminación y extrusión. Se ilustran los procesos de ablandamiento que acompañan a la deformación en caliente: Recuperación dinámica, recristalización estática y recristalización dinámica.

esfuerzo de fluencia (fuerza por unidad de área) requerido para una de formación adicional (deformación por unidad de longitud) continuamente aumenta. Este proceso se llama "endurecimiento por deformación".

El endurecimiento por deformación se puede medir mediante las curvas esfuerzo-deformación obtenidas ya sea por ensayos de tracción, compresión o torsión. De los intentos hechos para ajustar una expresión matemática a las curvas esfuerzo-deformación, la expresión más simple y conveniente es una exponencial de la forma:

$$\sigma = K \epsilon^n \quad (2-8)$$

donde σ es el esfuerzo real y ϵ la deformación real; el exponente n caracteriza el endurecimiento por deformación y K es el coeficiente de resistencia. Entonces, si esta expresión se cumple, un gráfico log-log del esfuerzo real y la deformación plástica, desde el punto de fluencia hasta la carga máxima dará una línea recta cuya pendiente es n y cuya ordenada a $\epsilon = 1$ es K .

Una propiedad importante de la curva de deformación es aquella que el área bajo la curva da el trabajo por unidad de volumen requerido para deformar un material hasta un punto determinado, considerando solo la deformación homogénea.

En la práctica, se requiere un trabajo adicional por la deformación no homogénea que ocurre y para vencer las fuerzas de fricción que operan entre el material y el herramental.

La mayor parte de la energía suministrada durante la deformación se

convierte en calor, pero un pequeño porcentaje, del 5 al 10 %, es re-te-nida en el material. La cantidad de esta energía almacenada y la natu-raleza de su liberación por calentamiento posterior proporciona una información valiosa para estudios fundamentales de la deformación plás-tica, la recuperación y recristalización / 1 /.

El estudio del estado de deformación en frío puede hacerse con diferentes herramientas. Estudios de la estructura mediante la microscopía óptica, microscopía electrónica ó técnicas de Rayos X, o medición de propiedades mecánicas, eléctricas, magnéticas, calorimétricas, densi-dad o fricción interna.

2.4. DEFORMACION A ALTAS TEMPERATURAS:

2.4.1. Trabajabilidad en Caliente.-

El trabajado en caliente además de cambiar de forma, juega un rol importante en la mejora de la estructura para operaciones adicionales de formado y para el servicio.

En consideración a su rol crítico es esencial que se lleve a cabo tan económica y efectivamente como sea posible. La facilidad de trabajo, llamada trabajabilidad, se mide en términos de la energía consumida y de la proporción y tamaño de las reducciones posibles. Estos a su vez están relacionados a los parámetros de la deformación (temperatura, velocidad de deformación, esfuerzo de deformación y deformación) a la macroestructura inicial y a la microestructura desarrollada (tamaño de grano y forma, distribución de precipitados, subestructura y orienta-

ción preferencial) / 3, 4, /. La trabajabilidad se juzga también por la calidad y propiedades del producto que dependen de la microestructura final.

La trabajabilidad puede determinarse directa y con fiabilidad al deformar el material con equipo de producción standard. Esto no es generalmente económico y por tanto se han desarrollado varios métodos de Laboratorio que permiten la simulación de los procesos industriales y la selección de las condiciones de trabajado adecuadas.

Al considerar los diferentes tipos de ensayo deben apreciarse estos y seleccionarlos en base a su capacidad para, a) medir los parámetros de deformación, b) determinar la ductilidad, c) estudiar los cambios microestructurales que ocurren durante y después de la deformación, y d) ayudar a la determinación de propiedades a la temperatura ambiente / 5, 6, /.

2.4.2. Ductilidad y Maleabilidad.

El trabajar un material en un rango de temperatura de alta ductilidad es económicamente deseable porque permite mayores reducciones por pase y reduce el número de fallas. Uno de los usos importantes de los ensayos de trabajado en caliente es determinar como la ductilidad varía con la composición, estructura de grano, distribución de fases, temperatura, y velocidad de deformación, para determinar así las condiciones óptimas de trabajado. / 5, 6, /. Sin embargo, la ductilidad varía con el método de ensayo puesto que depende de la magnitud de la compresión hidrostática relativa al componente de tensión máximo. En

la selección de un ensayo que relacione con el proceso en cuestión, es por consiguiente importante considerar los estados de esfuerzos impuestos y las condiciones de fricción, deformación no homogénea y enfriamiento no uniforme.

Una causa frecuente de fallas en los procesos de formado en caliente es la estructura de fundición, con su heterogeneidad, distribución de inclusiones, granos columnares y planos de debilidad.

Desafortunadamente, es muy difícil simular tal macroestructura en pequeñas muestras o duplicar precisamente la interacción del campo de esfuerzos y la macroestructura que se encuentra en los procesos de formado. Puesto que todas las etapas de trabajado subsecuentes al desbaste son sobre un material deformado, los ensayos de Laboratorio sobre tales materiales son muy útiles.

Aun en un material deformado es importante conocer la estructura al inicio de la deformación, porque los cambios en el tamaño de grano y en la morfología del precipitado durante el precalentamiento alteran considerablemente la ductilidad /5, 6, 7, /.

Los procesos de pases múltiples deben simularse con ensayos discontinuos, ya que los cambios estructurales durante los intervalos de demora generalmente causan un aumento en la ductilidad / 6, 7, /.

En ciertos ensayos el límite de maleabilidad se define por la aparición de las primeras grietas y en otros por la fractura completa /6/. Los primeros son más rigurosos y es por lo tanto preferible para es-

pecificar los límites de las operaciones de formado industrial en los cuales la meta es conseguir un producto completamente sólido libre de defectos. Las muestras deberían someterse a inspecciones visual no destructiva y microscópica.

El examen metalográfico de las secciones atacadas da también información útil en relación a la causa y mecanismo del agrietamiento 8

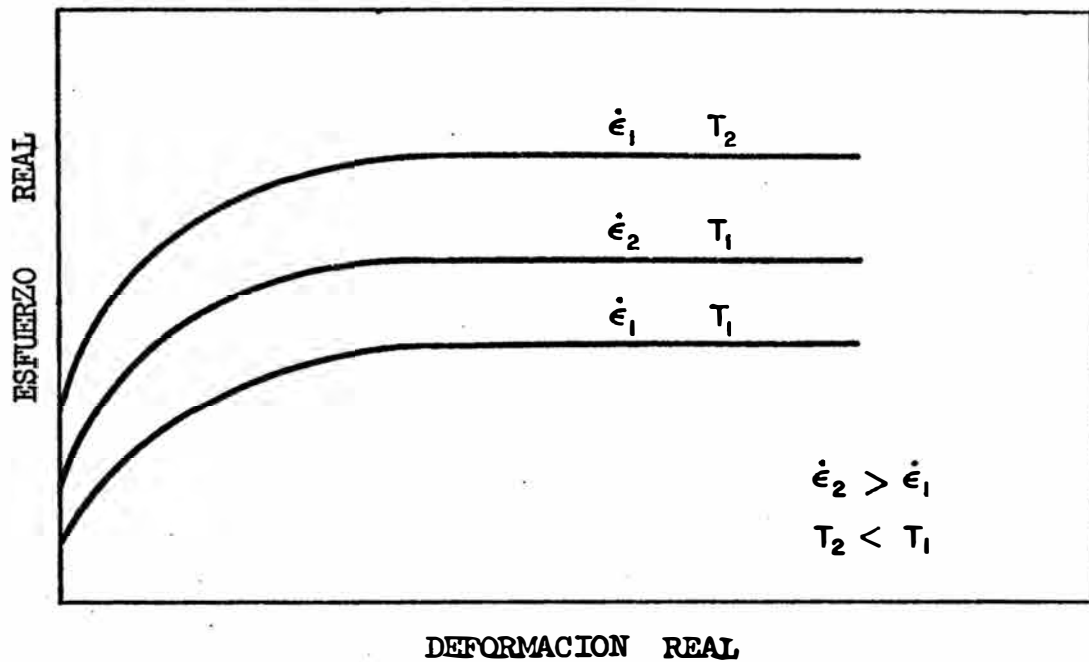
2.4.3. Curvas de Deformación a Altas Temperaturas.-

El diseño de nuevos equipos o la aplicación de los equipos existentes hacia nuevas operaciones requiere el cálculo de las fuerzas generadas y de la energía consumida. Tales cálculos pueden hacerse por medio de técnicas matemáticas de la teoría de plasticidad para lo cual se requiere un estimado de los valores medios de la deformación, velocidad de deformación y temperatura / 9 10 11

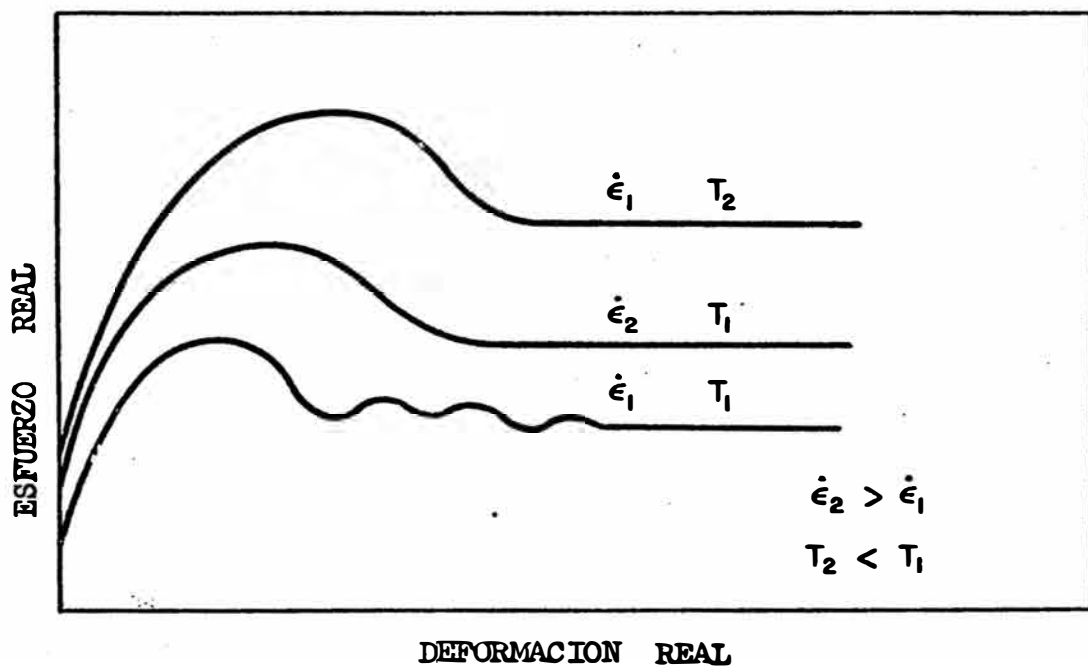
La disponibilidad de información precisa acerca de la dependencia del esfuerzo de fluencia de los parámetros de deformación obtenidos de ensayos de trabajado en caliente simplifica los cálculos.

Deberá notarse que los cálculos de plasticidad generalmente emplean el esfuerzo real, σ / 10 /.

A temperaturas y velocidad de deformación constantes el esfuerzo aumenta con la deformación hasta deformaciones de 0.2 - 1.0 (más altos valores para más bajas temperaturas o más altas velocidades de deformación) entonces permanece aproximadamente constante conforme la deformación aumenta aún más (Fig.2a) / 2 /.



(a)



(b)

FIG. 2. Representación esquemática de curvas velocidad de deformación constante - esfuerzo de fluencia.

- a) Curvas típicas de materiales que se recuperan dinámicamente.
- b) Curvas típicas de metales que recristalizan dinámicamente.

Así en los ensayos de trabajado en caliente se alcanza un régimen de condición estable (steady state) en el cual la velocidad de deformación, temperatura y esfuerzo de deformación son constantes é independientes de la deformación.

En algunos materiales, el estado estable es precedido por un máximo en el esfuerzo de deformación, designado comunmente como el pico en el esfuerzo de deformación (Fig. 2b).

En la mayoría de las operaciones de formado industrial, las deformaciones son menores que las deformaciones del estado estable determinados en ensayos de Laboratorio. Es por consiguiente importante tratar de obtener la curva completa de esfuerzo-deformación.

Una vez que se determina una serie de curvas, puede ajustarse a ellas una ecuación algebraica, hoy más convenientemente por el uso de un computador. Algunos ejemplos de las ecuaciones citadas en la literatura son:

$$\sigma = A \epsilon^n \quad (2-9) \quad / 12 /$$

$$\sigma = \sigma_0 + B \epsilon^n \quad (2-10) \quad / 12 /$$

$$\sigma = \sigma_0 + C [1 - \exp(-D \epsilon)]^n \quad (2-11) \quad / 13 /$$

Donde σ es el esfuerzo de deformación, σ_0 es el esfuerzo de fluencia, ó límite elástico, ϵ la deformación y A, B, C, D y m, son constantes experimentales. En comparación con la E_c (2-9) la E_c (2-10) incluye al esfuerzo de fluencia.

La E_c (2-11) toma en consideración la deformación en el estado esta

ble a grandes deformaciones y se reduce a la ϵ_c (2-10) a bajas deformaciones. Una vez que se han determinado las constantes de las ecuaciones en una serie de temperaturas y velocidades de deformación, es posible estimar los valores para temperaturas y velocidades de deformación intermedias y generar las curvas de deformación deseadas con el computador / 4 /.

Cuando sea posible, la deformación debe llevarse hasta la región de estado estable pues entonces, en los casos en que la deformación industrial no es uniforme en velocidad de deformación, puede usarse el esfuerzo del estado estable o el esfuerzo máximo para una velocidad de deformación media apropiada, como el límite superior del esfuerzo. Para deformaciones mayores de 0.2, se usa la deformación logarítmica o real en los cálculos de plasticidad.

La deformación real tiene el mismo valor para deformaciones equivalentes en tensión o compresión /11, 14/.

Así por ejemplo, una deformación real de 2.3 puede ser bien sea una compresión con reducción de 90 % o una tensión a un alargamiento de 1000 %. En ambos casos, el aumento en el esfuerzo por endurecimiento por deformación y el trabajo realizado en la deformación es el mismo.

2.4.4. Microestructuras de Trabajado en Caliente.-

Estructura Inicial.

La concentración y segregación de las impurezas disueltas y la distribución, tamaño y resistencia de las partículas de segunda fase tienen

un fuerte efecto en el esfuerzo de fluencia, sin tener en cuenta la deformación / 5 /. El tamaño de grano y forma de la deformación previa afectan considerablemente la resistencia a la fluencia a alta temperatura, pero estos factores tienen menor efecto conforme la deformación aumenta hacia el valor del estado estable / 15 /. Para un análisis satisfactorio, deberá determinarse la microestructura realmente existente al inicio de un ensayo. Teniendo en cuenta la diferencia en tamaño, no es generalmente posible simular en las probetas las macroestructuras que se encuentran en las piezas de trabajo en producción, en particular aquellas que se producen por fundición.

En las operaciones de pases múltiples, la estructura al inicio de cada etapa subsiguiente a la primera es el resultado de la deformación previa y de las modificaciones estructurales que han tenido lugar en el intervalo entre deformaciones / 4, 16 /. La temperatura y tiempo transcurrido entre pases determinan el grado de recuperación, recristalización, precipitación o de homogenización que ocurre / 6, 16 /.

Las deformaciones en pases múltiples pueden estudiarse en el Laboratorio por medio de ensayos programados en los cuales, la temperatura, velocidad de deformación é intervalor de espera pueden controlarse y variarse / 16 /.

Estructura Final.

La microestructura resultante del trabajado en caliente depende principalmente de la composición, la temperatura y la velocidad de deformación. En el aluminio la inversa del tamaño de subgrano y en el co-

bre la inversa del tamaño de grano recristalizado aumentan linealmente con $\log Z$, la velocidad de deformación corregida por temperatura / 2, 6, 17 /.

El examen de una serie de diferentes deformaciones muestra que la microestructura gradualmente cambia durante la deformación inicial, pero permanece constante durante el estado estable / 2, 18 /.

Tales observaciones de la evolución microestructural dan una visión interna valiosa del mecanismo de deformación, lo cual ha llevado a la conclusión de que la microestructura desarrollada determina el esfuerzo de fluencia a cada deformación / 2, 3 /.

Puesto que los cambios estructurales como la recuperación o recristalización ocurren rápidamente a altas temperaturas de ensayo, la demora entre el final de la deformación y el templado deberá hacerse tan corta como sea posible si se va a examinar la estructura de trabajado / 2, 3/. Es también interesante estudiar el efecto sobre la estructura de los varios tiempos de demora y velocidades de enfriamiento, especialmente en relación a la práctica industrial / 17, 19 /. Para propósitos de investigación, una estructura inicial de grandes granos recristalizados (1 - 5 mm.) facilita el examen de la estructura deformada (especialmente en microscopía electrónica) y el establecer los mecanismos de deformación como herramientas de estudio, / 17, 20, 21 /.

La microscopía óptica es útil para estudiar el tamaño y forma de granos, la presencia de subestructura, el grado de recristalización, y la distribución, tamaño y forma de segundas fases / 2, 3, 4 /, sirve

también como un chequeo de la uniformidad de la deformación y como una guía para la selección de las probetas para microscopía electrónica, / 17, 21, 23 /.

La microscopía electrónica de transmisión es una herramienta esencial para estudiar la estructura de dislocaciones y el grado de recuperación; para determinar el tamaño de subgrano y espesor de los bordes de subgranos / 17, 20, 21 / y en los granos recristalizados para distinguir entre aquellos formados durante la deformación y aquellos nucleados subsecuentemente a la deformación pero previo al enfriamiento, / 22, 23 /.

La difracción de Rayos X puede usarse para medir el tamaño de cristalito, la distorsión interna y la orientación preferencial / 2 /. Esta última propiedad puede ser un criterio valioso para diferenciar el mecanismo de restauración; o sea la textura de un metal fuertemente trabajado que recristaliza durante el enfriamiento diferirá de aquella de un metal que recristaliza repetidamente en el curso de la deformación.

Puesto que la difracción de Rayos X promedia la estructura en un volumen de cristal, puede no ser satisfactorio para el análisis de probetas microscópicamente heterogéneas y deberá cambiarse con el examen microscópico óptico y electrónico.

2.4.5. Propiedades de los Metales Trabajados en Caliente.

Las propiedades al final de una operación o ensayo de trabajado en caliente están directamente relacionadas a la microestructura presente,

que depende a su vez de las condiciones de deformación y de la velocidad de enfriamiento / 21, 23 /. Las propiedades son de interés en algunos casos con respecto a las aplicaciones de servicio y en otras con miras a operaciones adicionales de formado. Una consideración importante al seleccionar una técnica experimental es su debilidad para producir muestras que tengan dimensiones adecuadas para ensayos adicionales. Los ensayos de dureza son ventajosos puesto que pueden realizarse sobre muestras pequeñas heterogéneas, pero no dan una medida del límite de fluencia o ductilidad. La compresión que puede realizarse sobre probetas muy pequeñas para determinar la fluencia, no indica la ductilidad. Solo el ensayo de tensión da el límite de fluencia, la resistencia a la tracción y ductilidad, pero requiere de relativamente grandes probetas.

Las propiedades después del recocido, envejecimiento u otro tratamiento térmico son fuertemente dependientes de la microestructura al final del trabajado en caliente. La velocidad de recristalización y el tamaño de los granos depende de la temperatura y velocidad de deformación. La resistencia y tenacidad de los aceros revenidos depende parcialmente del tamaño de grano austenítico que se produjo por la última operación de trabajado en caliente previa a la transformación / 15 /. El aumento de resistencia producido por el ausformado depende de la subestructura de dislocaciones generada, la precipitación inducida de carburos y su efecto sobre la transformación de la martensita / 15 /.

2.5. ENSAYOS DE DEFORMACION A ALTAS TEMPERATURAS.

2.5.1. Ensayos de Creep.

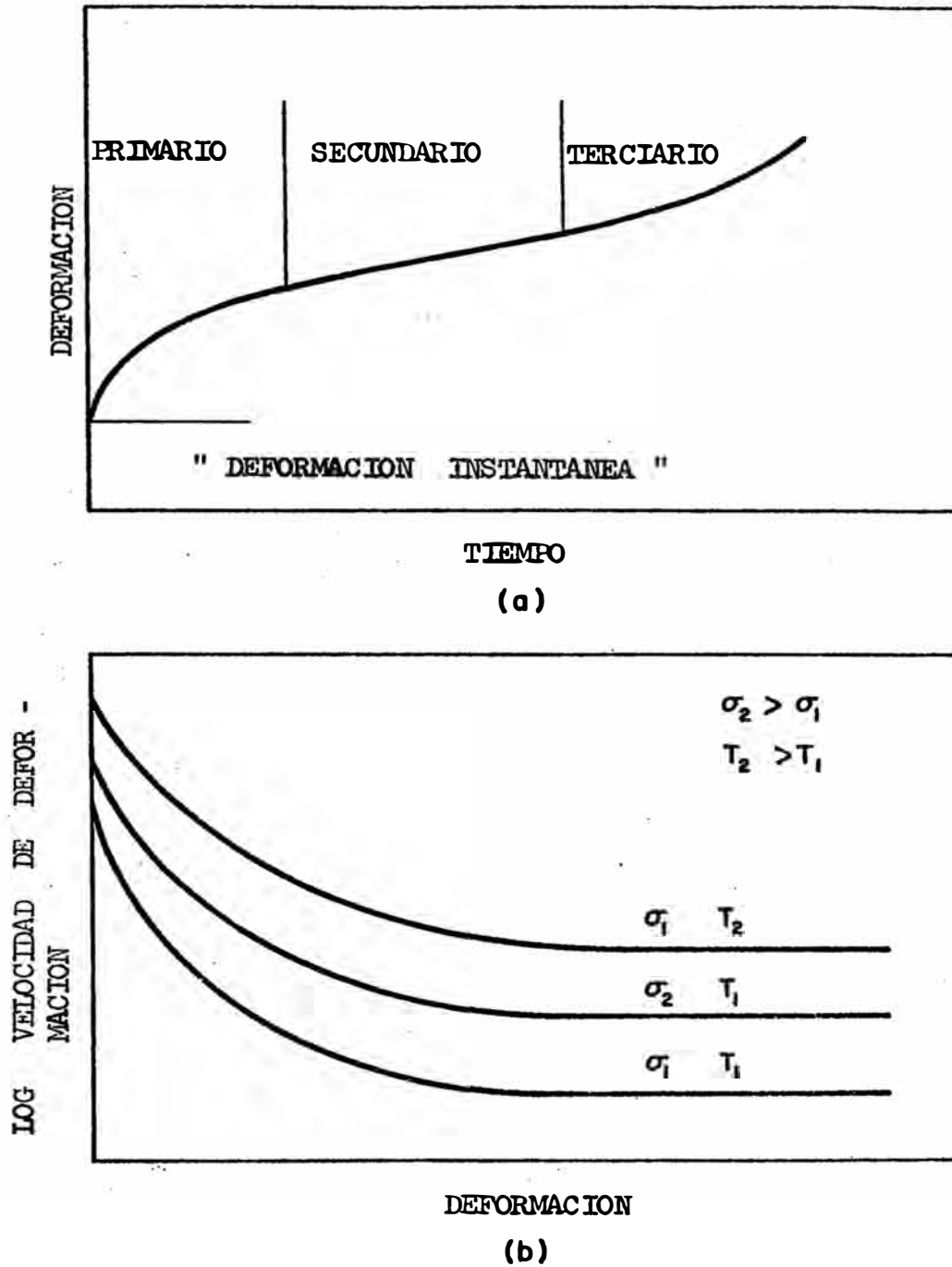


FIG. 3. Representación esquemática de curvas típicas de creep.

a) Diagrama deformación - tiempo.

b) Diagrama velocidad de deformación - deformación.

Bajo condiciones de creep, una muestra de metal se deforma bajo esfuerzo constante o casi constante, siendo la velocidad de deformación la variable dependiente. Los esfuerzos son mucho más bajos que el punto de fluencia en un ensayo de tracción a la temperatura considerada, y las velocidades de deformación están consecuentemente en el rango de 10^{-10} a 10^{-3} s⁻¹.

Una representación esquemática de las curvas de deformación obtenidas bajo condiciones experimentales de creep se dan en la Fig. 3. Se pueden distinguir cuatro regiones. Una deformación "instantánea" se produce a la aplicación del esfuerzo. Esta primera región es seguida por una etapa de deformación transitoria donde la velocidad de deformación decrece con el tiempo y que se conoce como creep primario. La tercera región de creep secundario o "creep de steady state" se caracteriza por una velocidad de deformación constante que resulta del balance entre el endurecimiento por trabajado y la recuperación. Finalmente, después de una cierta deformación, se obtiene una región de creep terciario, donde la velocidad de creep aumenta debido a la estricción localizada y a la cavitación. Esta etapa conduce a la fractura de la muestra finalmente.

La extensión de cada una de las cuatro regiones de deformación depende del esfuerzo y temperatura del ensayo, así como también de la composición y microestructura de la muestra y de la atmósfera en que se realiza el ensayo. Las curvas que se muestran en la Fig. 3 son típicas de la mayoría de los materiales recocidos / 24 /. Los ensayos de creep se realizan generalmente en tensión o compresión y la máxima deforma-

ción que se alcanza en estos ensayos es usualmente menor de 0.5.

2.5.2. Ensayos a Velocidad de Deformación Constante.-

Con el objeto de obtener una mejor comprensión del comportamiento del material se han llevado a cabo un número considerable de estudios de deformación usando experimentos a velocidad de deformación real constante. En éstos la velocidad de deformación se mantiene constante y el esfuerzo desarrollado se mide como función de la deformación /25/.

A temperatura constante, el esfuerzo de fluencia inicialmente aumenta con la deformación y luego permanece constante con un aumento adicional de la deformación, Fig. 2 (a). La extensión de la región de transición depende de la velocidad de deformación, temperatura y del material.

Curvas de deformación de esta clase se han observado en aluminio / 26 y 29 /, aleaciones de aluminio / 39 /, zirconio y aleaciones de zirconio-estaño / 31 /, fierro- α de pureza comercial / 32-34/ y aleaciones ferríticas /32-34/. Estas curvas ocurren cuando la recuperación dinámica es el principal mecanismo de ablandamiento /2, 26,35/.

Algunos materiales, sin embargo, muestran un esfuerzo de fluencia máximo antes de alcanzar la región de condición estable (steady-state) de flujo. En la Fig. 2 / 28 / se muestran esquemáticamente curvas de este tipo, las cuales se observan en cobre / 26, 36 /, aleaciones de cobre / 37 /, níquel / 22, 38 / aleaciones de níquel / 22, 38, 39 /, aceros austeníticos / 19, 40 /, fierro- α refinado por zonas / 41 /, Plomo / 42 / y en el hielo / 43 /.

Estos materiales tienden también a mostrar períodos de velocidad de deformación acelerada durante el creep a altas temperaturas /44-46/. El esfuerzo de fluencia a una deformación dada ó en el estado estable es altamente sensible a la velocidad y temperatura de deformación.

En las siguientes secciones se analiza someramente otros ensayos de Laboratorio comunes que también se utilizan para estudiar el comportamiento de los materiales a altas temperaturas.

2.5.3. Ensayos de Tracción.-

Los ensayos de tracción a temperatura ambiente o más abajo, han dado resultados muy útiles con respecto a aplicaciones a estas temperaturas.

Con el equipo necesario ampliamente disponible y las técnicas bien conocidas, es desafortunado, sin embargo, que los ensayos de tracción no sean completamente satisfactorios para los estudios de trabajado en caliente / 25, 27 /. Esto es por que:

- a) Las velocidades de deformación producidas son generalmente demasiado bajas y disminuyen durante el ensayo y
- b) La estricción y fractura evitan que se obtengan deformaciones lo suficientemente grandes.

La inestabilidad plástica conocida como estricción es peculiar de la deformación por tensión y ocurre cuando el aumento incremental en la resistencia es debido al endurecimiento por deformación localizado que es insuficiente para contrarrestar la disminución sucesiva en

la sección transversal / 14 /. La estricción limita la deformación uniforme a deformaciones de menos de 0.3, la cual es mucho menor de aquella que se alcanza en las operaciones de formado en caliente y es frecuentemente menor que aquella que se requiere para el inicio del régimen del estado estable / 25, 27 /. En el "cuello" la velocidad de deformación aumenta y se hace no uniforme y la temperatura puede también aumentar debido al trabajo de deformación / 14 /. De este modo, el esfuerzo de fluencia y la velocidad de deformación calculados en base a deformación uniforme no siguen siendo válidos / 27 /. En la Tabla 1 se resumen las capacidades del ensayo de tracción para evaluar la trabajabilidad en caliente de los metales.

2.5.4. Ensayos de Compresión.

La compresión en caliente, que puede realizarse con el mismo equipo que los ensayos de tracción, es más adecuada para los estudios de trabajado en caliente puesto que el sistema de esfuerzos se aproxima más a aquellos que se encuentran en los procesos de deformación, y además no se presentan inestabilidades como la estricción / 14, 25, 27 /.

Los ensayos de compresión pueden ser muy simples o altamente refinados.

Por ejemplo puede determinarse la deformación que induce el agrieta - miento en los cantos, o también la curva completa de esfuerzo-defor - mación reales. Puesto que el aumento en área es inversamente propor - cional a la disminución en altura, la fuerza para la deformación au - menta rápidamente requiriendo de una máquina de ensayos resistente

/ 27 /. La fricción entre la probeta y los cabezales, a menos que se controle muy de cerca, tiene efectos nocivos sobre los resultados.

La fricción puede reducirse usando los lubricantes adecuados, tales como teflon y vidrio líquido / 25, 32 /. Las ranuras circulares en las caras extremas retienen el lubricante y mejoran su eficiencia /18, 32 /.

La fricción también se reduce con el uso de platos duros y pulidos los cuales se deben proteger de la oxidación ensayando en una atmósfera controlada / 18 /. Con tales técnicas es posible alcanzar una deformación de 0.7 sin abarilamiento y de alrededor de 1.2 con ligero abarilamiento.

La Tabla 1 muestra otras características del ensayo de compresión en la deformación en caliente.

2.5.5. Ensayos de Forja.

Los simples ensayos de recalque / 25 / se llevan a cabo con martillos de caída, de péndulo o neumáticos que producen una velocidad de compresión que disminuye conforme la probeta se ensancha y se endurece por trabajado. Puede calcularse la velocidad de deformación inicial, pero generalmente no se conoce la variación con la deformación ya que varía de material en material dependiendo de las características de endurecimiento por trabajado / 27 /. Puesto que las condiciones de este tipo de ensayo son muy similares a la operación normal de forjado, da una medida adecuada de la fuerza y energía / 11 /.

2.5.6. Ensayos de Torsión.-

El ensayo de torsión en caliente, / 13, 15, 22, 25 / que consiste en retorcer una probeta con la sección entre marcas caliente, es capaz de producir deformaciones hasta del orden de 20. Ya que las dimensiones permanecen constantes, la velocidad de deformación real y la velocidad de deformación de ingeniería son iguales y constantes. Las dificultades con el ensayo de torsión surgen de la variación en el eje de la deformación de superficie y velocidad de deformación y la influencia sobre la ductilidad del ratio unitario de esfuerzo de corte a esfuerzo normal, el cual es mucho más alto que el normalmente presenta en las operaciones de formado.

A pesar de las diferencias entre los estados de esfuerzos en el ensayo de torsión y aquellos en los procesos de trabajado en caliente, la ductilidad de torsión parece ser una buena medida para propósitos prácticos. Se usa mucho para seleccionar aleaciones y para determinar las condiciones óptimas para extrusión y perforado en caliente.

2.5.7. Ensayos de Laminación en Caliente.-

La laminación en caliente a escala de Laboratorio / 15, 25 / es una técnica que es ampliamente usada para estudiar el trabajado en caliente porque se puede disponer fácilmente de equipo y se obtienen muestras adecuadas para ensayos adicionales. Un factor adicional que favorece su uso es que la laminación en caliente a escala industrial produce mayores tonelajes que todos los otros procesos combinados.

En el material laminado en caliente, la deformación es regularmente uniforme, aunque esta uniformidad disminuye conforme la deformación en un solo pase aumenta. Deformaciones del orden de 2.3 (90 % de reducción) pueden alcanzarse en un solo pase / 10, 23 /. Conforme la sección pasa a través de los cilindros, la velocidad de deformación aumenta gradualmente desde su valor inicial hasta un máximo y luego desciende rápidamente. Así, cuando se estudia los efectos de diferentes reducciones producidas con una velocidad de cilindros constante, el resultado es una velocidad de deformación diferente para cada reducción.

En estos ensayos, el límite de maleabilidad aparece con el agrietamiento lateral y es un criterio suficiente para las operaciones de laminación industrial / 10 /.

2.5.8. Ensayos de Extrusión.-

Los ensayos de extrusión son capaces de producir grandes deformaciones (hasta 5) y se han usado para determinar la relación entre la velocidad de deformación media, el esfuerzo promedio y la temperatura; los resultados se comparan bien con los resultados del estado estable de otras técnicas / 20, 21 /. Los experimentos de extrusión pueden llevarse a cabo en cualquier máquina de compresión usando pequeños tochos de unos pocos centímetros de diámetro y un pequeño recipiente portátil / 9, 20, 21 /.

Los experimentos de extrusión han sido útiles en la deformación de materiales hasta un alto grado. Esto ha sido particularmente cierto en

el caso de materiales frágiles, a los cuales se les puede dar altas elongaciones sin fracturarlos como resultado de los grandes esfuerzos de compresión hidrostáticos establecidos en el material por la matriz, el recipiente y el émbolo.

La fluencia bajo condiciones de extrusión es, no obstante, extremadamente desuniforme a través de la sección transversal y además, la velocidad de deformación para un elemento particular del material varía conforme fluye a través de la matriz. Estos dos efectos contribuyen a la heterogeneidad presente en las extrusiones finales.

Deberá notarse, sin embargo, que el uso de lubricantes o de la extrusión indirecta puede mejorar la homogeneidad de la deformación en un grado considerable. En el caso del hielo, cuya investigación se reporta más adelante, por medio de la extrusión indirecta se logra eliminar la fricción entre tocho y recámara/recipiente. Además, la fusión de una capa delgada de hielo en contacto con la matriz se considera que reduce la fricción/tocho/matriz en una gran proporción haciendo que el flujo sea homogéneo y casi sin fricción.

En las condiciones de extrusión indirecta, las curvas de fuerza de extrusión y desplazamiento del émbolo muestran un pico en la carga conforme comienza el flujo inicial del material a través de la matriz. El pico es seguido por un régimen estable (steady state), cuyo nivel depende de la velocidad de deformación y temperatura.

Los experimentos de extrusión se han usado para estudiar el flujo de aluminio / 47 / y zinc / 48 / a relativamente altas velocidades de

deformación.

La Tabla 1 muestra una comparación de los diferentes métodos de ensayo de trabajado en caliente. Hay aquellos ensayos que son rápidos y lo su ficientemente simples para realizarse en el taller de forja, aquellos que determinan satisfactoriamente el esfuerzo de fluencia como una función de la temperatura y velocidad de deformación, y aquellos que pueden simular la laminación en trenes continuos. Los métodos de ensayo que son recomendables por sus capacidades diversas son la compresión a velocidad de deformación constante y la torsión con probetas tubulares. El primero se relaciona muy aproximadamente al forjado y a la la minación, siendo la deformación, bastante uniforme; sin embargo, el úl timo es capaz de producir extremadamente altas deformaciones para pro pósitos de investigación y se programa fácilmente para la simulación de procesos industriales de pases múltiples.

TABLA 1

=====

RESUMEN DEL RENDIMIENTO DE DIFERENTES ENSAYOS

METODO DE ENSAYO.	VELOCIDAD DE DEFORMACION CONSTANTE	VELOCIDAD DE DEFORMACION MAXIMA.	CONTROL DE TEMPERATURA	MEDICION DEL ESFUERZO DE FLUENCIA.	DEFORMACION UNIFORME MAXIMA.	DEFORMACION MAXIMA EN UN PASE.	INESTABILIDADES MINIMAS	FACILIDAD PARA OBSERVACION MICROSCOPICA.	PROBETAS PARA ENSAYOS MECANICOS SUBSECUENTES.	FACILIDAD DE SIMULACION EN PASES MULTIPLES.	FACILIDAD DE TEMPLADO.
<u>TRACCION.</u>											
Máquina Universal	Si	10 ⁻¹	Buena	Buena	0.3	2	Estricción	Pobre	Pobre	Buena	Regular
<u>COMPRESION.</u>											
Máquina Universal	Si	1	Buena	Buena	1	2	Abarrilamiento.	Buena	Buena	Buena	Regular
Martillo de Forja	No	Alta	Pobre	No	0.2	2	" " "	Regular	Regular	Pobre	Pobre
<u>TORSION.</u>											
Probeta Sólida	Si*	10 ³ *	Buena	Regular	20*	100	Cambio en la longit. Axial.	Regular	Regular	Buena	Buena
Probeta Tubular	Si	10 ³	Buena	Buena	20	100	" " "	Buena	Buena	Buena	Buena
<u>LAMINACION.</u>	No	10 ²	Pobre	Regular	-	2.3	Grietas en bordes.	Buena	Buena	Regular	Buena
<u>EXTRUSION.</u>	No	10 ³	Regular	Regular	-	5	Agrietan.	Buena	Buena	Pobre	Buena

* No varía con el tiempo, pero varía radialmente.

RESUMEN.

Los experimentos de trabajado en caliente pueden proporcionar información que cae dentro de cuatro categorías: Estas son:

- 1) Información concerniente a la relación de esfuerzo de deformación a los parámetros de deformación, que son necesarios para los cálculos de los esfuerzos de trabajo.
- 2) El efecto de la ductilidad sobre las condiciones de formado, lo que permite conocer los límites para la producción exitosa.
- 3) Análisis de los cambios microestructurales que tienen lugar durante el trabajado, lo que revela el mecanismo de deformación y sugiere medidas para el control para mejorar la trabajabilidad, y
- 4) Información concerniente a las propiedades mecánicas del producto, lo cual indica alteraciones posibles del proceso que sobrepasan las especificaciones.

2.6. ECUACIONES DE VELOCIDAD DE DEFORMACION.

La deformación de materiales cristalinos a temperaturas por encima de $0.5 T_m$, y en algunos materiales debajo de esta temperatura / 49 /, ha sido reconocida durante largo tiempo como un proceso activado térmicamente / 50, 51 /. Como resultado, la velocidad de deformación puede ser representada en la siguiente forma general:

$$\dot{\epsilon} = \sum_{n=1}^i f_n (\sigma, T, s) \exp \left(-\frac{\Delta H_n (\sigma, T, s)}{kT} \right) \quad (2-12)$$

donde k es la constante de Boltzmann, f_i es un factor de frecuencia y ΔH es la entalpía de activación, siendo éstos dos últimos factores generalmente dependientes del esfuerzo σ , la temperatura T , y la estructura s del material. El término estructural, s , es difícil de evaluar puesto que involucra dislocaciones, vacancias, solutos, precipitados e impurezas presentes en el material, así como también factores geométricos tales como el tamaño de grano y el tipo y densidad de bordes de sus granos.

A altas temperaturas, muchos mecanismos pueden tener lugar simultáneamente, pero generalmente sólo uno es el que controla la velocidad. Si los procesos dependen uno del otro, el proceso más lento será el que controla. De otro lado, si los procesos son independientes, el más rápido es el que controla la velocidad.

En tal caso, el signo sumatorio puede ser eliminado de la ecuación y las funciones de frecuencia y entalpía de activación pueden obtenerse de mediciones en ensayos mecánicos.

2.6.1. Efecto de la Temperatura.

El efecto de la temperatura en la velocidad de deformación a alta temperatura ha sido examinado extensamente por Dorn y sus colaboradores /29, 52/. En el trabajo inicial usaron ensayos con diferenciales de temperatura, donde asumiendo que la estructura no cambia durante pequeñas variaciones de temperatura, la energía de activación aparente Q está dada por:

$$Q = -k \left(\frac{\Delta \ln \dot{\epsilon}}{\Delta (1/T)} \right) \quad (2-13)$$

Ensayos de este tipo condujeron a Sherby y Dorn /53/ a concluir que Q era independiente de la deformación durante el creep primario y secundario. Otro aspecto de este trabajo mostró que la estructura del material en la región del régimen estable era independiente de la temperatura y de la historia mecánica y era dependiente del esfuerzo aplicado solamente. Estos últimos resultados sugieren que Q puede también ser determinada a partir de ensayos a temperatura constante, esto es, de la pendiente de un gráfico Arrhenius de la velocidad de deformación a un esfuerzo constante. Se ha mostrado /26/ que los valores de Q obtenidos por ambas técnicas son verdaderamente comparables. Se han llevado a cabo un gran número de investigaciones donde la energía de activación para el creep ha sido determinada sobre casi todo el rango de temperatura /54, 55/. Estos estudios muestran que para la mayoría de los metales, el valor de Q alcanza un máximo a una temperatura alrededor de $0.5 T_m$ y a partir de ella permanece esencialmente constante hasta el punto de fusión del metal.

Sherby et al. /54/ afirmaron que Q es independiente del esfuerzo en la deformación a alta temperatura en todos los rangos de temperatura. De otro lado, Conrad /49/ ha señalado que el rango de esfuerzo usado en cualquier región particular de temperatura es generalmente insufi-

ciente para mostrar cualquier variación detectable de Q con el esfuerzo. El trabajo de Gilbert y colaboradores /56/ sobre el creep de zirconio, donde se usó un amplio rango de esfuerzos, muestra que a altas temperaturas la energía de activación puede ser fuertemente dependiente del esfuerzo.

El valor de la energía de activación obtenida a altas temperaturas es generalmente muy próxima a aquella de auto-difusión /24,29/. Este resultado, conjuntamente con la conclusión de que Q es aproximadamente independiente del esfuerzo, ha llevado a la suposición de que los mecanismos que controlan la deformación a altas temperaturas son controlados por difusión. Se han propuesto un buen número de modelos detallados sobre el control por difusión, los cuales serán discutidos brevemente después.

2.6.2. Relaciones Empíricas de la Velocidad de Deformación.-

El estudio de la deformación a altas temperaturas en muchos materiales cristalinos ha mostrado que la velocidad de deformación depende del esfuerzo, y esta dependencia es variable de acuerdo al rango de esfuerzos considerado. Se distinguen tres diferentes regiones de comportamiento, las cuales pueden ser descritas empíricamente por tres diferentes funciones de esfuerzo. El efecto completo del esfuerzo en la velocidad de deformación se muestra esquemáticamente en la Fig. 4.

En el rango de esfuerzos pequeños, la velocidad de deformación es una función lineal del esfuerzo, como sigue:

$$\dot{\epsilon} = C \sigma \exp(-Q/RT) \quad (2-14)$$

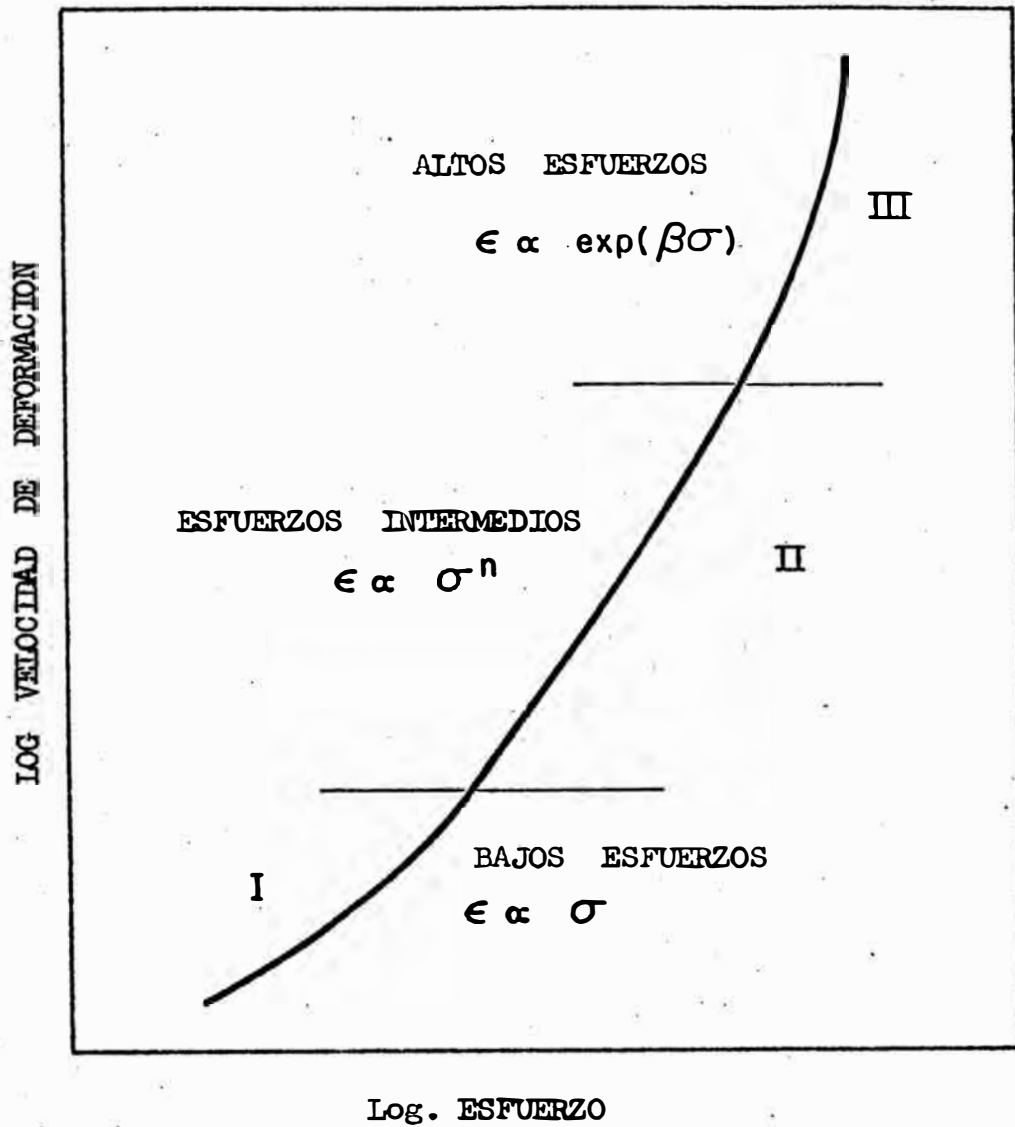


FIG. 4. Representación esquemática del efecto del esfuerzo so bre la velocidad de deformación en un amplio rango de esfuerzos para deformación a alta temperatura.

Aquí Q es la energía de activación para el proceso, T es la temperatura absoluta, k es la constante de Boltzmann y c una constante que depende de la pureza y estructura, etc. Esta región de flujo es generalmente atribuida al creep Herring-Nabarro, /57, 58/ y puesto que sólo ocurre a muy baja $\dot{\epsilon}$, no se le seguirá considerando.

A niveles de esfuerzos un poco mayores, la dependencia aumenta y en un rango intermedio de esfuerzos, la velocidad de deformación se expresa por la conocida expresión potencial:

$$\dot{\epsilon} = c' \sigma^n \exp(-Q/kT) \quad (2-15)$$

Donde c' , Q y n son constantes independientes del esfuerzo y temperatura. Aumentando el esfuerzo aún más se encuentra que la velocidad de deformación depende más fuertemente del esfuerzo, convirtiéndose n en dependiente también del esfuerzo en gran medida. Bajo estas condiciones la relación esfuerzo-velocidad de deformación se describe mejor por una ley exponencial:

$$\dot{\epsilon} = c'' \exp(\beta \sigma) \exp(-Q/RT) \quad (2-16)$$

donde nuevamente c'' , Q y β son constantes independientes del esfuerzo y temperatura.

El cambio de dependencia de potencia a exponencial ha conducido a algunos investigadores /35-56/ a proponer una relación del seno hiperbólico elevado a una potencia para describir la dependencia mencionada.

$$\dot{\epsilon} = c''' (\text{Sen h } (\alpha \sigma))^n \exp(-Q/kT) \quad (2-17)$$

donde c''' , α , Q y n son constantes independientes del esfuerzo y temperatura.

Esta ecuación se reduce a la ley de potencia a bajos esfuerzos ($\dot{\epsilon} < 0.8$) y a la ley exponencial a esfuerzos mayores ($\dot{\epsilon} > 1.2$)

2.7. CAMBIOS ESTRUCTURALES EN MATERIALES DEFORMADOS.

En la sección precedente, se señaló que a altas temperaturas se observan dos tipos de comportamiento. El primer grupo de metales es de relativamente alta energía de defectos de apilamiento e incluye Al, fierro, Zr y sus aleaciones. La microestructura de estos materiales cuando se tiemplan en la región de estado estable de fluencia, consiste de los granos originales considerablemente alargados con una fina subestructura, indicando que ha tenido lugar una recuperación dinámica.

El segundo grupo, de otro lado, está formado de metales con relativamente baja energía de defectos de apilamiento (ej. Cu, Ni, Fe- α).

En este caso, la microestructura del estado estable consiste de una mezcla de granos recristalizados y trabajados. El proceso de ablandamiento por recristalización durante la deformación se conoce como recristalización dinámica.

Las principales características de estos dos mecanismos de ablandamiento, (esto es, recuperación dinámica y recristalización dinámica), serán discutidos a continuación.

2.7.1. Recuperación Dinámica.

La recuperación dinámica empieza a ocurrir inmediatamente después que un material cristalino es sometido a deformación a altas temperaturas.

En primera instancia, las dislocaciones que son generadas por la deformación se arreglan por deslizamiento cruzado y escalamiento, formando redes sueltas. Conforme aumenta el esfuerzo las redes se hacen más densas y se forma una estructura completamente desarrollada de subgranos dentro de los granos originales. Este desarrollo de una estructura de subgranos ocurre paralelamente con la deformación transitoria inicial.

Una vez que se establece el estado estable de fluencia, el tamaño de subgrano permanece constante. Además, la desorientación entre los subgranos adyacentes, que es del orden de 1° a 7° , permanece constante con el aumento de deformación en la región de estado estable /24, 32, 60, 61/. Estas dos observaciones, más la observación de que los granos deformados tienden a ser elongados, condujo a Mc Queen, Wong y Jonas /62/ a distinguir los procesos de formación de granos y subgranos a altas temperaturas.

El proceso de formación de subgranos, llamado repolygonización, fué visualizado como la continua fracturación o desmembramiento y regeneración de los subgranos conforme la deformación procede, siendo el tamaño de subgrano característico de las condiciones de deformación.

Se ha observado que el tamaño de subgrano promedio \bar{d}_s correlaciona con el esfuerzo de fluencia y muestra una relación de la forma /32, 35, 47, 61, 63/.

$$\bar{d}_s = k' F^{-M} \quad (2-18)$$

donde K' y M son constantes que varían con el material, pureza y la

técnica de medida. En los metales, M tiene un valor entre 1 y 2.

En experimentos de creep, el tamaño de subgrano ha sido también relacionado a la densidad de dislocación, ρ , /2/ dentro de los subgranos, basados en que ambos son determinados por un proceso controlado por escalamiento:

$$\rho = K'' (1/d.)^N \quad (2-19)$$

Aquí K'' y N son constantes, habiéndose estimado esta última en un valor entre 2 y 3 /64, 65/.

2.7.2. Recristalización.-

En materiales con baja energía de defectos de apilamiento, se espera que los procesos de recuperación tales como el deslizamiento cruzado y escalamiento sean más difíciles que en materiales de alta energía de defectos de apilamiento.

En tales materiales, la velocidad y grado de endurecimiento por trabajo y por consiguiente puede esperarse que la energía acumulada durante la deformación sea mayor, a menos que ocurra un ablandamiento por recristalización durante la deformación.

La recristalización durante la deformación fué observada por primera vez en el hielo por Steinemann /66, 67/ en 1954. El observó que la recristalización podría tener lugar durante la deformación (recristalización paracinemática) o bien después de la deformación (recristalización postcinemática). Recientemente ambos procesos se han estudiado en metales a altas temperaturas /22, 38, 41/ y a continuación

se describen algunos de estos resultados.

Recristalización Dinámica.

Por cierto tiempo ha habido considerable duda sobre la ocurrencia de la recristalización dinámica durante la deformación de los metales a alta temperatura /36, 68-70/.

Sin embargo, recientemente se ha reunido una apreciable cantidad de evidencia experimental que confirma que efectivamente ocurre la recristalización dinámica /22, 13, 38-41, 71/.

Los materiales que recristalizan dinámicamente muestran una curva esfuerzo deformación con un pico ó esfuerzo máximo característico, el cual está asociado a la iniciación de la recristalización. Antes del pico ocurre la recuperación dinámica, donde las dislocaciones se arreglan en bordes enmarañados de subgranos; conforme procede la deformación, se forman los núcleos de recristalización y la estructura inicial es progresivamente reemplazada por nuevos granos.

Al tiempo que se establece el estado estable de fluencia, la estructura original ha sido completamente reemplazada por nuevos granos recristalizados. Gran parte de la evidencia inicial sobre la recristalización dinámica estaba basada en la observación de postfacto de esta estructura completamente recristalizada. Se arguyó, sin embargo, que la recristalización podría tener lugar en un corto intervalo después del ensayo y antes de que el temple tuvo efecto. Efectivamente, la recristalización después del trabajado en caliente puede ser extremadamente rápida /19, 70-74/. Esta reserva se retiró finalmente por

la observación de subestructuras de trabajado en caliente dentro de los granos recristalizados, indicando que los granos fueron formados durante la deformación /22, 71/ y sufrieron alguna deformación después de la recristalización.

Investigaciones sobre el fierro /41/, níquel /22/ y cobre /28/ han mostrado que el tamaño de grano recristalizado dinámicamente \bar{d} es una función del esfuerzo y es independiente de la temperatura. La relación entre \bar{d} y σ es similar en forma a aquella del tamaño de subgrano para materiales sometidos a recuperación dinámica solamente.

$$\bar{d} = K' \sigma^{-m} \quad (2-20)$$

Aquí K' y m son constantes, y m tiene un valor de 0.75 en el Ni y aleaciones Fe-Ni /22/, 0.71 en fierro refinado por zonas /41/ y 1 para el cobre /6/. K' varía con el material y su pureza. Se deberá notar que una relación similar entre el tamaño de grano y σ se obtiene cuando se recoce muestras que se han recuperado dinámicamente a temperaturas previas al templado /2/.

Luton y Sellars /22/ han sugerido que la relación (2-20) se desprende del hecho que el número de sitios potenciales para la nucleación de nuevos granos será proporcional al tamaño de subgrano desarrollado a un esfuerzo dado.

A altas velocidades de deformación y bajas temperaturas, las curvas de fluencia exhiben un pico inicial antes que se alcance el estado estable. De otro lado, a bajas velocidades de deformación y altas temperaturas se observan oscilaciones en el esfuerzo hasta deformaciones

de ϵ_c 1.

Aunque no se ha desarrollado aun un modelo detallado para recristalización dinámica, Luton y Sellars /22 / propusieron un modelo funcional para explicar las curvas esfuerzo-deformación obtenidas bajo condiciones de trabajado en caliente en ensayos de torsión de níquel. Ellos asumieron que la cinética de la recristalización durante la deformación era similar a aquella después de trabajado en frío. Establecieron que la forma de la curva esfuerzo-deformación dependía críticamente de la magnitud de una deformación, ϵ_x , durante la cual ocurre una determinada fracción apreciable de recristalización, en comparación con la deformación crítica para recristalización, ϵ_c . Cuando $\epsilon_c > \epsilon_x$ un ciclo de recristalización casi se completa antes que el siguiente comienza y consecuentemente se obtiene una curva periódica de fluencia. Este procedimiento ha sido aplicado a curvas de deformación de níquel / 22 /, fierro- α / 41 / y plomo / 42 / con un éxito considerable. Hay todavía una discusión apreciable en relación al mecanismo de recristalización mismo. Para la recristalización bajo condiciones de creep, Gifkins / 75 / argumenta que la nucleación de un grano que recristaliza ocurre por coalescencia y crecimiento de los subgranos. Mc Queen /76/ también favorece este mecanismo particular.

Richardson et al. /77/, sin embargo, muestran que, en el creep de níquel, hay considerable evidencia microestructural para la iniciación de la recristalización por la migración localizada de bordes de grano de gran ángulo entre los puntos en los cuales los sub-bordes están fijados. Este tipo de nucleación se observa comunmente durante la recristaliza -

ción de metales trabajados en frío.

RECRISTALIZACION ESTATICA.

Después que se detiene la deformación, los metales trabajados en caliente recristalizan si se les mantiene a la temperatura de trabajado o si se les enfría lentamente. Si se mantienen a la temperatura de trabajado, la velocidad de recristalización es mas alta cuanto más alta sea la temperatura de trabajado /2, 4, 23, 73, 74/. De otro lado si se emplea una temperatura de tratamiento térmico común subsiguiente a la deformación, la velocidad de recristalización es mayor cuanto más baja es la temperatura del trabajado previo, puesto que la densidad de dislocaciones y por consiguiente la fuerza motriz para la recristalización es más alta. El tamaño de grano es más pequeño y la velocidad de recristalización es más alta conforme la deformación aumenta, pero se vuelve independiente de la deformación cuando se alcanza el estado estable, ya que la densidad de dislocaciones permanece constante en este régimen de esfuerzo constante /41/. Granos finos se producen también por deformación a mas altos valores de Z (o sea mas altos ξ y más bajos T). Como en la recristalización después del trabajado en frío, la velocidad de recristalización se reduce por la presencia de un aleante de solución sólida o precipitados de partículas finas. Las partículas de NbC en el acero pueden aumentar el tiempo para un cincuenta por ciento de recristalización hasta en dos órdenes de magnitud /77, 78/.

Los metales en los cuales la recuperación dinámica es el único mecanismo de restauración durante la deformación en caliente, tiene una subestructura regularmente estable de modo que recristalizan muy lentamente

/16/. Antes de la recristalización y de la formación de núcleos por coalescencia ocurre considerable recuperación estática. Estos metales son así adecuados para procesos en los cuales, para propósitos de robustecimiento, se preserva la subestructura o se vá construyendo por etapas sucesivas de deformación. Pueden requerirse largos tiempos de mantenimiento si van a recristalizar completamente entre pases o antes de enfriarse previamente al trabajado en frío.

En contraste, en los metales de baja energía de fallas de apilamiento, la densa subestructura causa que la recristalización estática ocurra muy rápidamente cuando se detiene la deformación, de modo que es difícil retener la estructura de trabajado. Si el mecanismo de ablandamiento durante el trabajado en caliente se limita a la recuperación dinámica, la recristalización estática se inicia por la formación de núcleos en las regiones fuertemente deformadas, es decir cerca de los bordes de grano, después de un período de incubación /23, 46, 47, 73, 74/. Si la recristalización dinámica acompaña la recuperación dinámica durante la deformación, entonces los núcleos dinámicamente formados justo antes de que termine la deformación pueden continuar creciendo, para dar lugar a una clase especial de recristalización estática, llamada metadinámica, la cual no requiere período de incubación /33, 73, 74, 76/. La recristalización estática clásica, cuya nucleación requiere de un período de incubación después que ha cesado la deformación, se observa también en algunos casos, pero no en otros donde la recristalización metadinámica rápidamente dá lugar a un ablandamiento completo /73, 74/.

Si ocurre la recristalización estática, puede haber poca diferencia en el producto industrial bien sea que el ablandamiento se produjo por recuperación dinámica o también incluyó recristalización dinámica. El metal trabajado en caliente y recristalizado estáticamente contiene granos finos y teniendo excelentes propiedades mecánicas puede producirse por un adecuado control de la velocidad de deformación, temperatura, deformación por pase, intervalo entre pases y velocidad de enfriamiento.

2.7.3. Deformación en Pases Múltiples.-

La deformación en pases múltiples es muy común en procesos tal como el desbaste por forjado, forjado con matrices, y laminación en trenes reversibles, mercantiles o continuos. La estructura al comienzo de cualquier pase, excepto el primero, es un producto de la deformación del pase anterior, el tiempo transcurrido desde que se completó aquel pase y de la temperatura. Si el metal o aleación es del tipo que sufre recristalización dinámica, entonces es más probable que recristalizó estáticamente durante el intervalo entre pases, que si es del tipo de recuperación dinámica. Como resultado, su comportamiento durante los pases subsiguientes difieren poco de aquel del material inicial recocido del primer pase /6, 16, 73, 74/. El tamaño de grano puede ser más pequeño, y puede aumentar el esfuerzo de fluencia pero no altera apreciablemente el esfuerzo de la condición estable o el esfuerzo máximo.

Si se aumenta la deformación o velocidad de deformación para un pase dado, el tamaño de grano recristalizado estáticamente y producido durante el retardo subsiguiente disminuirá. Es la aplicación de estos

principios al desbaste de los lingotes que conduce a refinar la estructura gruesa de colado. Es la aplicación de los mismos principios a las etapas finales de laminación, incluyendo el enfriamiento final a temperatura ambiente, que pueden producir un tamaño de grano muy fino y es lo que se conoce como laminación controlada.

Si la recristalización no tiene lugar durante el intervalo entre pases y si la temperatura se mantiene constante, entonces la estructura al comienzo del siguiente pase es una subestructura dinámicamente recuperada que ha sufrido alguna recuperación estática.

El esfuerzo de fluencia será ligeramente más bajo que el esfuerzo de deformación al final del pase previo, pero después de una pequeña deformación retornará al valor que tendría si la deformación del pase previo hubiese continuado sin interrupción /73, 74/. Aún si el pase es comparativamente ligero, y en tanto no ocurra recristalización, es posible que por medio de una serie de pases se construya la estructura que se parece a la de deformación en estado estable.

Este comportamiento se espera de metales que normalmente solo experimentan recuperación dinámica y de las aleaciones en las que la recristalización es retardada por la presencia de solutos en altas concentraciones (aceros inoxidable, superaleaciones a base de níquel) o de finas partículas de precipitados. Los carburos de niobio, NbC, en los aceros parecen jugar este último rol y pueden prevenir la ocurrencia de recristalización estática hasta mucho después del último pase /78/.

Si la temperatura es más baja en los pases sucesivos, como es común

en el caso de operaciones industriales, y si el metal no recristaliza, entonces, hay algunos efectos metalúrgicos interesantes.

Al inicio de un pase particular, el metal contiene subgranos que son más grandes y más recuperados que aquellos que se producen a la temperatura a la cual se está a punto de deformar. Como resultado el esfuerzo de deformación es más bajo que si el material recristalizado hubiese sido deformado a la misma deformación total a la más baja temperatura (segunda)/61, 80/. En el aluminio por ejemplo una serie controlada de 14 deformaciones cada una de $\epsilon = 0.8$, separadas por 30s de intervalo, con temperaturas decreciendo de 600 á 400°C resultó en un esfuerzo de flujo final que fue 25 % más bajo que aquel perteneciente a un metal deformado continuamente a 400°C.

El aumento en el número de etapas y la reducción en la deformación por pase tuvo poco efecto, mientras que doblando el intervalo de tiempo, que permite más recuperación estática, dió un esfuerzo final sólo 15 % menor que aquel de la deformación isotérmica a 400°C.

La tendencia inversa también se ha observado: Cuando la temperatura se aumenta de pase a pase, el esfuerzo de deformación es mayor en cada pase que aquel de un material recocido deformado a la misma deformación a más alta temperatura /61/. Debería notarse que los efectos de un cambio en la temperatura de deformación son transitorios y que el esfuerzo normal del estado estable se alcanzará después de suficiente deformación que altere la subestructura a su condición normal del estado estable a la nueva temperatura.

Como se espera en procesos termo-activados, el efecto de cambiar la velocidad de deformación de un pase a otro se compara a los cambios en temperatura. Se ha reportado que si la velocidad de deformación se aumenta de un pase a el siguiente por un factor de 100, el esfuerzo de deformación es menor que aquel de un material recocido deformado a la misma deformación total a la más alta velocidad de deformación /33/.

Es interesante que en el Fe- α se requería de una deformación de alrededor de 0.2 a la nueva velocidad de deformación para que el esfuerzo y la subestructura alcancen sus valores normales del estado estable.

Inversamente, una reducción en la velocidad de deformación, deja al material con una resistencia más alta que persiste sobre un incremento de deformación de 0.45 /33/ . . . Similarmente una serie programada de reducciones en la velocidad de deformación llevadas a cabo sobre aceros al carbono austeníticos, conducen a un aumento en el esfuerzo de deformación de 10 % sobre aquel de la deformación del estado estable a la velocidad de deformación final. Tal efecto, aunque transitorio, es sin embargo efectivo a lo largo de todo un pase /4/.

En el laminado continuo de bandas bajo condiciones industriales la temperatura disminuye y la velocidad de deformación aumenta, lo que significa que el esfuerzo real es más bajo en 10 a 20 %, que aquel que se espera de ensayos isotérmicos y a velocidad de deformación constante sobre un metal recocido.

La simulación en el Laboratorio del programa de pases de laminación se

ha llevado a cabo con máquinas de ensayos de torsión en caliente /82, 83/. Sin embargo, estos ensayos se centraron principalmente sobre el control de procesos para propiedades óptimas del producto.

2.7.4. Deformación bajo condiciones de variación continua de temperatura y velocidad de deformación.-

En la mayoría de procesos de formado reales, ni la temperatura ni la velocidad de deformación son constantes en un punto dado del metal durante el curso de un solo pase de trabajado. De lo que se ha dicho acerca de la deformación en pases múltiples es evidente que la integración numérica a lo largo de la trayectoria exacta con data isotérmica y de igualdad de velocidad de deformación no daría los resultados correctos. Se ha mostrado realmente que el continuo enfriamiento durante la deformación requiere de esfuerzos hasta 30 % menores que aquellos que se espera del ensayo isotérmico, a causa de la estructura más blanda y más recuperada que se hereda de la deformación a más altas temperaturas /4/. Por razones similares, una deformación de cincuenta por ciento bajo un cabezal a velocidad constante, lo que involucra duplicar la velocidad de deformación real requirió un esfuerzo promedio menor en 6 % de aquel para la reducción a la media de la velocidad de deformación real.

Para cada proceso de formado, y a menudo para cada sitio en la pieza en trabajo, hay un perfil de la variación de la velocidad de deformación y de la temperatura con la deformación que depende de las características del proceso, de las propiedades elásticas y térmicas de las herramientas y el metal, y de su temperatura inicial /4, 25, 84/.

Puesto que el esfuerzo de deformación instantáneo del metal depende de su historia de deformación, cualquier cálculo de los ensayos isotérmicos y de velocidad de deformación constante daría resultados erróneos /84/.

El sólo medio de conseguir resultados significativos es por medio de ensayos programados que precisamente sigan los perfiles.

Este es un requisito difícil de cumplir puesto que el tiempo para la mayoría de las operaciones de trabajado en caliente es una fracción de segundo. Además, una fiel simulación de los perfiles de velocidad de deformación no daría todavía la solución exacta y a que es poco probable los ensayos de Laboratorio no reproduzcan la no uniformidad espacial de la velocidad de deformación, temperatura y deformación en todo el volumen de la pieza en trabajo. Parecería así que jamás se podrá cuantificar completamente el formado en caliente de los metales y se continuará requiriendo de diseñadores experimentados y de trabajadores calificados.

2.8. MODELOS DETALLADOS DE DEFORMACION A ALTA TEMPERATURA.

En vista de la observación de que la energía de activación para el creep a alta temperatura es muy próxima a aquella de auto-difusión, se han propuesto varios modelos detallados de dislocaciones. Los mecanismos de dislocaciones son todos controlados por difusión. Las diferencias entre varios modelos surgen del modo en que el esfuerzo aplicado interactúa con el mecanismo particular que controla la velocidad. En las páginas que siguen se discutirán las tres principales clases de modelos

de dislocaciones.

2.8.1. Modelos de Escalamiento:- (Climb Models).

Estos modelos se han citado ampliamente puesto que han dado una expli
cación satisfactoria a la dependencia potencial del esfuerzo, observado
a esfuerzos pequeños o intermedios y también explican la similitud
de las energías de activación obtenidas para creep y aquellas de auto-
difusión.

Se considera que las dislocaciones se deslizan rápidamente entre cier
tos obstáculos bien definidos y se acumulan en las barreras tales co-
mo bordes de grano, dislocaciones inmóviles o "sessile" y precipitados.
Pronto se alcanza un balance entre el esfuerzo de reacción (back) del
"apilamiento" y el esfuerzo externo que actúa en las fuentes de dislo-
caciones, de manera que la deformación se detiene y puede sólo proce-
der si una dislocación en el "apilamiento" escala sobre el obstáculo,
permitiendo que una nueva dislocación se forme en la fuente, para des-
lizarse/entrar en el "apilamiento". Consecuentemente, la velocidad de
deformación será proporcional a la velocidad de escalamiento y también
a la velocidad de difusión de vacancias.

La dependencia de la velocidad de creep del esfuerzo en las teorías de
escalamiento involucra una consideración de la geometría micro-estruc-
tural en la vecindad de las dislocaciones que escalan. De estas consi-
deraciones, y teniendo en cuenta el flujo de vacancias alrededor de
las dislocaciones que escalan, Weertman /85, 86/ y Dorn /87/ llegan a
la siguiente expresión para la velocidad de creep.

$$\dot{\epsilon} = C' \text{Senh} (K' b^3 \sigma / kT) \exp. (- \Delta H_d / kT). \quad (2-21)$$

Aquí K' es un factor de concentración de esfuerzo y b^3 tiene el carácter de un volumen de activación, C' es un término pre-exponencial el cual, al igual que K' , depende de la longitud de la dislocación que aguarda para escalar y también de la distancia media entre la fuente de vacancia y el sumidero (Sink). Ambos pueden expresarse en términos del tamaño de subgrano d_s , así:

$K' \propto d_s^2 \sigma^2$, y $C' \propto N d_s^3 \sigma^{-2}$, donde N es la densidad de los grupos de dislocaciones detenidas.

Para bajos esfuerzos, $K' b^3 \sigma < kT$ y la ecuación (2-21) se reduce a la dependencia potencial del esfuerzo.

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^5 \exp. (- \Delta H_d / kT) \quad (2-22)$$

A altos esfuerzos, $K' b^3 \sigma > kT$, la ecuación (2-21) se reduce al producto de una dependencia del esfuerzo potencial y exponencial.

$$\dot{\epsilon} = A' \sigma^2 \exp. (K b^3 d^2 \sigma^3 / kT) \exp. (- \Delta H_d / kT) \quad (2-23)$$

Las teorías de escalamiento han tenido éxito en la correlación de data de creep en el estado estable, pero poco éxito se ha tenido cuando se han aplicado a la deformación transitoria /2/. Otra dificultad es que el volumen de activación para escalamiento, de acuerdo a los modelos sería del orden de b^3 , que es dos ó tres órdenes de magnitud menor que lo que se encuentra experimentalmente /88, 89/. Jonas y co-autores /2/ han señalado también que los modelos no toman en cuenta el efecto de

los aleantes.

2.8.2. Modelos de Dislocaciones Tornillo. (Jogged Screw Dislocation Models).

El modelo inicial propuesto por Mott /90/ y luego modificado por Hirsch y Warrington /91/ se refiere al movimiento de dislocaciones a través de una red cristalina durante la deformación. Las dislocaciones tornillo que se deslizan son detenidas por salientes (jogs) espaciadas una distancia promedio, l_j , a lo largo de la dislocación; ellos se mueven sólo por la difusión de vacancias o intersticiales con la ayuda de termoactivación, de modo que la velocidad de la dislocación tornillo es determinada por la velocidad de la vacancia que forman las salientes y la velocidad de las salientes intersticiales. El esfuerzo aplicado ayuda el proceso de movimiento de la saliente, conduciendo a la siguiente expresión para la velocidad de deformación por corte en el estado estable.

$$\dot{\epsilon} = N l_j b^2 Z \nu \operatorname{Senh} (l_j b^2 \tau / h k T) \exp (- \Delta H_d / k T) \quad (2-24)$$

Aquí N es la densidad de las posiciones (sites) activables, h la altura de la saliente (Jog Height), b el Vector Burgers, Z el número de coordinación, ν una frecuencia de vibración atómica y los otros términos tienen su significado habitual. Se han hecho algunas modificaciones a la anterior expresión y se ha obtenido buena correlación para data a bajas velocidades de deformación. A pesar del éxito de estos modelos en correlacionar creep y data de ensayos de tracción, se ha criticado severamente /92, 94/ las suposiciones en las cuales ellas están ba

sadas. Primeramente, se ha sugerido que la fuerza actuando sobre salientes (jogs) intersticiales y vacanciales no se redistribuirá de modo de igualizar las velocidades de los dos tipos de salientes. Segundo, Nix /92/ y Holmes /93/ argumentan que las dislocaciones tornillo nunca pueden moverse más rápido que la saliente intersticial más lenta. Esto conduce a una relación de velocidad de deformación-esfuerzo de la forma.

$$\dot{\epsilon} \propto \tanh (l_j b^2 \tau / kT).$$

lo cual predice una velocidad de deformación limitante que no se observa en la práctica.

2.8.3. Modelos de Redes.- (Network Models).

En los modelos de redes /65, 95, 96/, como su nombre lo indica, las dislocaciones están presentes en la forma de una red tridimensional. La deformación ocurre por el curvado de los lazos más débiles en la red, esto es, los lazos más largos, cuando se aplica un esfuerzo.

La dislocación se curva desenlazando el nudo de la red en sus extremos y avanza hasta que es detenida por otros elementos. Los lazos en la red son por consiguiente acortados y menos capaces de deslizarse, este es un proceso de endurecimiento. Simultáneamente, tiene lugar la recuperación por la eliminación termo-activa de los nudos, lo cual aumenta la longitud promedio del lazo y permite que la deformación proceda.

Fenomenológicamente, la velocidad de deformación puede expresarse

en términos de la velocidad de endurecimiento h y de la velocidad de recuperación r /96, 99/, donde:

$$h = \left(\frac{\partial \sigma}{\partial \epsilon} \right)_{\text{Tiempo.}} \quad (2-25)$$

y

$$r = \left(\frac{\partial \sigma}{\partial t} \right)_{\epsilon} \quad (2-26)$$

Para el flujo en el estado estable.

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{r}{h} \quad (2-27)$$

y para la deformación transitoria / 99 /.

$$\dot{\epsilon} = \phi_0 \exp \left(- V \frac{U_0 - \sigma}{kt} \right) \quad (2-28)$$

donde ϕ_0 es la velocidad de deformación inicial, V el volumen de activación y t es el tiempo transcurrido. Las ecuaciones (2-27) y (2-28) pueden combinarse en una sola expresión válida para la fluencia transitoria y en el estado estable que expresada en la notación común actual es como sigue /2/:

$$\dot{\epsilon} = \phi_f \exp. \left(\frac{-Q}{kt} \right) \exp. \left(- V \frac{\sigma - \sigma_i}{kt} \right) \quad (2-29)$$

El pre-exponencial ϕ_f es un factor estructural, σ_i es el esfuerzo interno debido a la densidad creciente de la red, y los otros términos tienen su significado usual.

Los modelos de redes tienen el gran atractivo de estar basados en características de la estructura que siempre se observan en materiales deformados a altas temperaturas /65/. Sin embargo, estos modelos son aún de naturaleza cualitativa y en el presente no pueden ser aplicados a la correlación de datos de deformación a altas temperaturas.

2.9. ANALISIS TERMODINAMICO DE LA DEFORMACION PLASTICA.

Tradicionalmente el análisis e interpretación de la deformación a altas temperaturas ha estado basado en modelos mecanísticos detallados, descritos brevemente más arriba, los cuales están basados en mecanismos controlados por difusión tales como escalamiento /85-87/, y el movimiento de dislocaciones tornillo con saliente (Jogged screw) /91/. Todos estos modelos adolecen de ser muy específicos y presentan por consiguiente una figura sobresimplificada del proceso de deformación.

Una explicación alternativa fue iniciada por Seeger /100, 101/ en 1954, cuando introdujo el concepto del movimiento termo-activado de las dislocaciones sobre obstáculos localizados. Este concepto fue desarrollado más tarde en una teoría completa por Conrad y Wiedersich /102/. En esta teoría se consideran dos tipos de obstáculos (Fig. 5): Obstáculos atérmicos, los cuales son muy anchos o muy profundos, esto es mayores que 10 diámetros atómicos y requieren de más energía que la que se puede suministrar por fluctuaciones térmicas. Bajo estas condiciones, la activación térmica no puede ayudar al esfuerzo aplicado en vencer los obstáculos. Ejemplos de obstáculos atérmicos son: otras dislocaciones ubicadas en planos de deslizamiento paralelos y precipitados o partículas de una segunda fase.

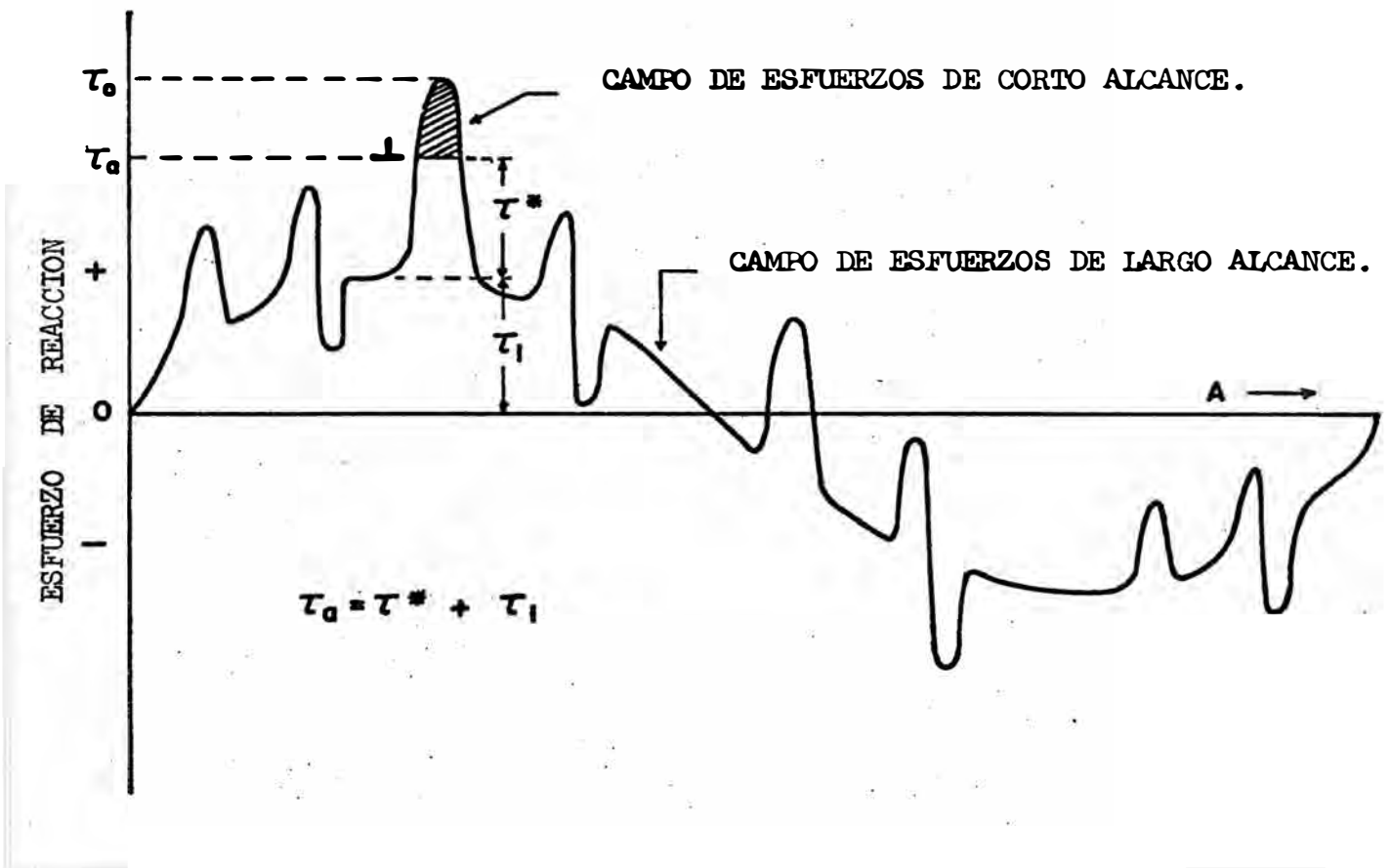


FIG. 5. Representación esquemática de los campos de esfuerzos de corto y largo alcance con los que se encuentra la dislocación deslizante en un material cristalino.

Los obstáculos térmicos constituyen el otro tipo. Estos son pequeños en ancho y profundidad y pueden vencerse con la ayuda de fluctuaciones térmicas. Estos últimos obstáculos son responsables del efecto acelerador de la temperatura y esfuerzo sobre la velocidad de la dislocación. Ejemplos son: los obstáculos Peierls-Nabarro, la intersección de marañas de dislocaciones, el movimiento no conservador de las salientes o "jogs", el deslizamiento cruzado y el escalamiento, y las interacciones de los defectos punto, ya sea individualmente o en racimos. A continuación se revisa algunos aspectos de la termodinámica del deslizamiento controlado por obstáculos.

2.9.1. La Energía Libre de Activación para el Deslizamiento.-

Desde los primeros trabajos de Conrad y Wiedersich /102/ se han publicado numerosos artículos sobre la materia /89, 103, 115/.

La mayor parte de la discusión ha sido en torno del esfuerzo adecuado a usarse en el análisis termodinámico. La base de este desacuerdo es que el esfuerzo aplicado, τ_a , puede ser considerado como formado de dos componentes, un esfuerzo efectivo τ^* y un esfuerzo interno τ_i , esto es:

$$\tau_a = \tau^* + \tau_i \quad (2-30)$$

El esfuerzo efectivo es el esfuerzo requerido para vencer obstáculos de corto rango con la ayuda de la termoactivación, mientras que el esfuerzo interno, τ_i , surge de la interacción de la dislocación deslizante con el campo de esfuerzos asociados con los obstáculos de largo

rango. Esto se bosqueja en la Fig. 5. Conrad y Wiedersich /102/, Christian /107/ y Li /89/ han usado el esfuerzo efectivo como la variable de estado, mientras que Gibbs /103, 106/ y Schoeck /108/ criticaron este enfoque argumentando que el esfuerzo aplicado era la variable apropiada.

Recientemente, Hirth y Nix /111/ y Surek y co-autores /112/ han considerado ambos enfoques y han desarrollado las condiciones de compatibilidad entre ellos, mostrando que se pueden usar ambos enfoques, sin embargo, ellos consideran que el esfuerzo efectivo es la variable natural para la comparación de los resultados experimentales con la teoría. En la discusión siguiente de energía libre de activación para el deslizamiento de dislocaciones sobre obstáculos dispersos, la aproximación que se toma será esencialmente aquella presentada por Surek et al /112/.

La energía de interacción entre una dislocación de longitud de segmento l con un obstáculo local, en un cristal libre de esfuerzo aplicado está dada por la energía libre del sistema dislocación-obstáculo. En la Fig. 6 /24/ se ilustra la variación de la energía libre con el área barrida por la dislocación en la vecindad del obstáculo. Conforme la dislocación se aproxima al obstáculo, experimentará un esfuerzo local de reacción (local back stress) τ_b ejercido por la barrera, el cual está dado por:

$$\tau_b = \frac{1}{b} \left(\frac{\int \sigma_{GA}}{\int A} \right) l \quad (2-31)$$

lo cual se muestra esquemáticamente en la Fig. 6 (b). Surek y co-autores

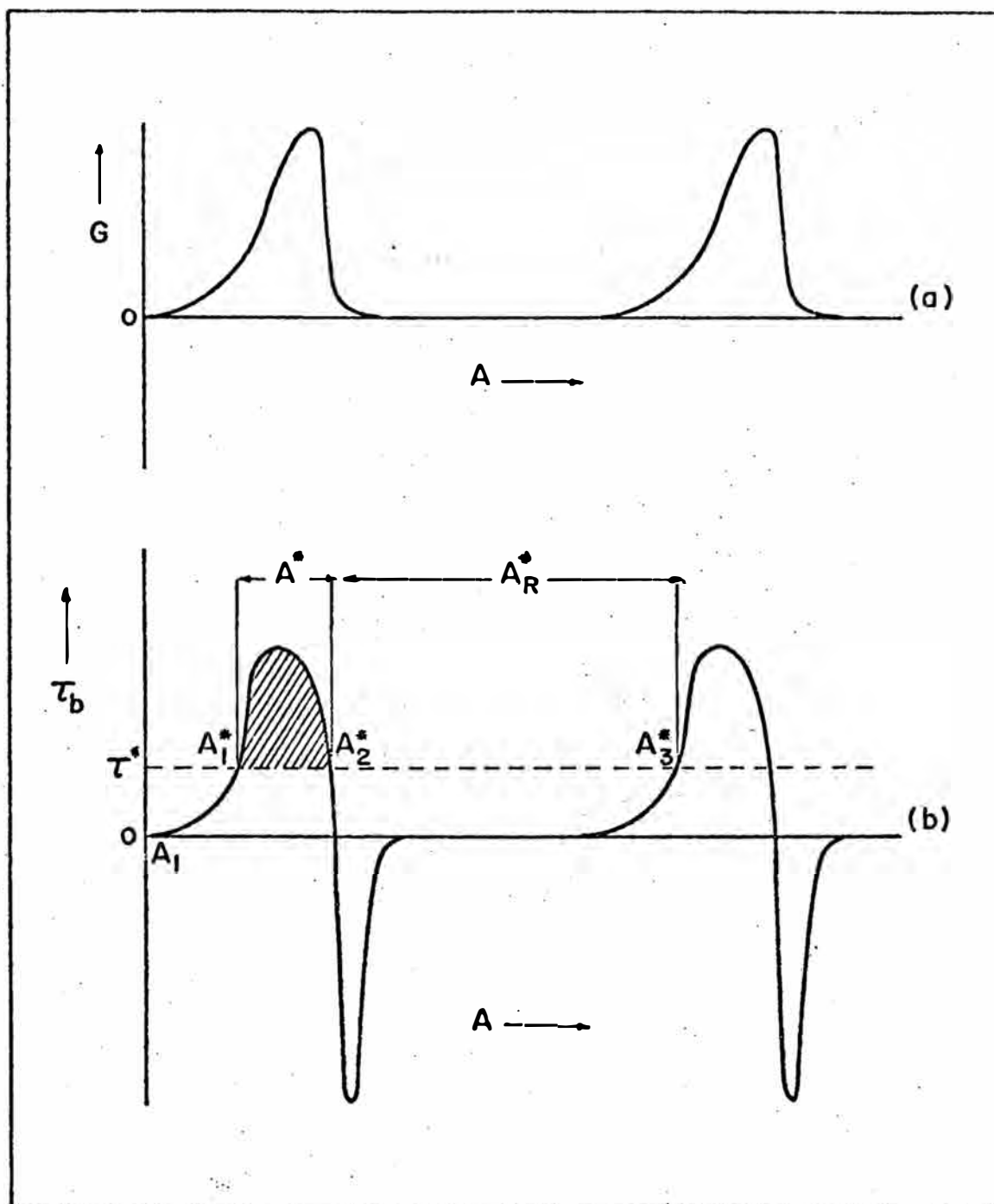


FIG. 6. Representación esquemática de las barreras locales.

a) Diagrama de energía libre.

b) Diagrama del esfuerzo de reacción local.

res /112/ han argumentado que puesto que la interacción entre los obstáculos y las dislocaciones en movimiento son elásticas, τ_b será una función del área barrida A , y tendrá una dependencia de la temperatura similar a aquella del módulo de corte μ , de modo que:

$$\tau_b (A, T) = g(A) \cdot \mu(T) \quad (2-32)$$

donde la función de forma $g(A)$ está determinada por la forma de la barrera de energía libre.

Bajo la acción del esfuerzo efectivo τ^* , una dislocación estará en equilibrio en la posición A_1^* , en la Fig. 6 (b). Para mover la dislocación isotérmica y reversiblemente desde esta posición de equilibrio a su posición activada A_2^* , se requiere la acción cooperativa del es fuerzo efectivo y de la activación térmica.

La energía libre de activación de Gibbs está dada por /112/.

$$\Delta G = b \int_{A_1^*}^{A_2^*} \tau_b (A, T) dA - bA^* \tau^* \quad (2-33)$$

ó

$$\Delta G = \Delta G_1(T, \tau^*) - bA^* \tau^* \quad (2-34)$$

donde $\Delta G_1 (T, \tau^*)$ es el cambio de energía libre de Gibbs asociado con la barrera, el segundo término es el trabajo neto realizado por el esfuerzo efectivo durante la activación, y $A^* (T, \tau^*) = A_2^* - A_1^*$ es el área de activación. La forma de ΔG dada por la ecuación (2-34) no es muy útil puesto que ΔG_1 depende a la vez del esfuerzo y tempe-

ratura. Podemos definir también ΔG como /89/ :

$$\Delta G = \Delta G_0(T) - b \bar{A} \tau^* \quad (2-35)$$

donde :

$$\bar{A}(T, \tau^*) = \frac{1}{\tau^*} \int_0^{\tau^*} A^*(T, \tau^*) d\tau^* \quad (2-36)$$

y

$$\Delta G(T) = b \int_{A_1(T)}^{A_2(T)} \tau b(A, T) dA \quad (2-37)$$

donde $\bar{A}(T, \tau^*)$ es el área de activación promedio y ΔG_0 es el trabajo isotérmico y reversible total requerido para vencer la barrera para un esfuerzo efectivo de cero. Este último término es de gran importancia ya que es una propiedad intrínseca de la interacción particular dislocación-obstáculo que es la que controla la deformación.

Surek et al /112/ han demostrado que en base a la suposición de la ecuación (2-32), se obtiene lo siguiente:

$$\Delta G_0(T) = \text{const.} \mu(T) \quad (2-38)$$

2.9.2. Los Parámetros de Activación.

La entropía y entalpía de activación están dadas por las definiciones termodinámicas usuales, como sigue:

$$\Delta S_{\tau^*} = - \left(\frac{d \Delta G}{d T} \right)_{\tau^*} \quad (2-39)$$

y

$$\Delta H_{T^*} = \left[\frac{\int (\Delta G/T)}{\int (1/T)} \right]_{T^*} \quad (2-40)$$

El área de activación o volumen de activación se definen por :

$$v_{T^*}^* = b A_{T^*}^* = - \left(\frac{\delta \Delta G}{\delta T^*} \right)_T \quad (1-41)$$

Diferenciando las ecuaciones (2-32) y (2-33) con respecto a T, la entropía de activación está dada por /112/.

$$\Delta S_{T^*} = - \frac{1}{\mu} \frac{d\mu}{dT} \Delta G_1 = - \frac{1}{\mu} \frac{d\mu}{dT} [\Delta G + b A_{T^*}^*] \quad (1-42)$$

Ahora, combinando esta ecuación con la ecuación termodinámica

$\Delta G = \Delta H_{T^*} - T \Delta S_{T^*}$, se puede obtener:

$$\Delta G = \frac{\Delta H_{T^*} + b A_{T^*}^* \frac{T}{\mu} \frac{d\mu}{dT}}{1 - \frac{T}{\mu} \frac{d\mu}{dT}} \quad (1-43)$$

En la expresión anterior, la energía libre de activación se define en términos de la entalpía de activación y área de activación las cuales se pueden determinar experimentalmente, y por la pendiente del gráfico módulo-temperatura, que también se puede determinar experimentalmente.

2.9.3. Determinación de los Parámetros de Activación.-

La velocidad de deformación se expresa generalmente como:

$$\dot{\xi} = \dot{\xi}_0 \exp \left(- \Delta G/kT \right) \quad (2-44)$$

donde el término pre-exponencial $\dot{\epsilon}_0$ es proporcional al producto de la velocidad a la cual las dislocaciones intentan vencer los obstáculos y el aumento en deformación producido por el salto exitoso.

De las ecuaciones (2-40) y (2-44) se desprende que la entalpía de activación está dada por:

$$\Delta H_T^* = -k \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial (1/T)} \right)_{T^*} + k \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_0}{\partial (1/T)} \right)_{T^*} \quad (2-45)$$

Se asume a menudo que en los ensayos diferenciales el pre-exponencial permanece constante de modo que ΔH_T^* se determina directamente. Sin embargo, $\dot{\epsilon}_0$ puede responder rápidamente al cambio de temperatura y por consiguiente, en general, el término de corrección se retiene.

Similarmente, de las ecuaciones (1-41) y (1-44) el área de activación está dada por:

$$A^* = \frac{kT}{b} \left[\left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial T^*} \right)_T - \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_0}{\partial T^*} \right)_T \right] \quad (2-46)$$

Aunque se asume que de los ensayos de esfuerzos diferenciales se obtiene A^* directamente, se requiere del conocimiento de $\dot{\epsilon}_0$ y sus componentes antes de hacer tales suposiciones.

2.9.4. La Ecuación de la Velocidad de Deformación.

De lo anterior resulta claro que la naturaleza del término pre-exponencial entra en cualquier análisis de la data experimental. Se han propuesto varios modelos para este término que están basados en general

en la ecuación de la velocidad de deformación propuesta por Taylor y Orowan:

$$\dot{\gamma} = \rho_m b \bar{v} \quad (2-47)$$

Aquí ρ_m es la densidad de las dislocaciones móviles, \bar{v} es su velocidad promedio y b es el vector Burgers. La velocidad de dislocación está dada comunmente por:

$$\bar{v} = x \left(\frac{v b}{\ell} \right) \exp \left(- \Delta G/kT \right) \quad (2-48)$$

Donde x es la distancia avanzada por activación exitosa, $v b/\ell$ es la frecuencia del intento, v es la frecuencia de vibración de la red, y ℓ es la longitud del segmento de dislocación en vibración.

Por consiguiente la velocidad de deformación por cizallamiento está dada por:

$$\dot{\gamma} = \rho_m b^2 x v/\ell \exp \left(- A/kT \right) \quad (2-49)$$

de lo que sigue que:

$$\dot{\epsilon}_0 = \frac{\rho_m b^2 x v}{M \ell} \quad (2-50)$$

donde M es el factor Taylor.

En general, no se conoce la dependencia de los componentes de $\dot{\epsilon}_0$ de la temperatura y esfuerzo, y por lo tanto no se puede estimar los términos de las ecuaciones (2-45) y (2-46). No obstante, está claro que ρ_m puede responder a un cambio instantáneo en el esfuerzo. En el Capítulo 5 se presentarán los métodos para obtener los parámetros de activación de la data experimental.

CAPITULO 3

DEFORMACION DE UN MATERIAL CRISTALINO: EL HIELO

3.1. ESTUDIOS SOBRE LA DEFORMACION DEL HIELO.

Los primeros experimentos de Laboratorio sobre la deformación del hielo fueron realizados hacia fines del siglo XIX en Inglaterra. De estos experimentos, los más importantes fueron aquellos de Mc Connel y Kidd en 1888 /116/, quienes realizaron experimentos de tracción y compresión para estudiar el comportamiento plástico de los diferentes tipos de hielo.

Los primeros experimentos registrados sobre la extrusión de hielo se llevaron a cabo en el invierno de 1911-12 por Tarr y Von Engeln en la Universidad de Cornell /117/. Estos experimentos demostraron muy claramente que este material frágil normalmente puede sufrir grandes deformaciones bajo la aplicación de suficiente presión hidrostática. También revelaron en algún detalle las características macroscópicas de la deformación del hielo pero no usaron la microscopía óptica para estudiar los cambios en la microestructura causados por la deformación.

En los últimos veinte años, desde el trabajo inicial de Glen /46/ sobre el creep del hielo, se han realizado numerosos estudios con el propósito de describir é interpretar el comportamiento mecánico del hielo /126-146/.

Experimentos de creep y velocidad de deformación constante se han realizado en monocristales así como en muestras policristalinas de hielo.

En las siguientes páginas, se presenta una descripción de las características estructurales del hielo seguidos por un resumen de aquellos estudios sobre hielo que son más relevantes al presente trabajo.

3.2. CARACTERISTICAS ESTRUCTURALES DEL HIELO ORDINARIO.

Los cristales de hielo crecen directamente por sublimación, v. g. los cristales de nieve muestran muy claramente la simetría hexagonal del hielo, caracterizado por láminas hexagonales delgadas y más a menudo por cristales prismáticos. Se han hecho estudios de rayos X para determinar la estructura del cristal /118-123/; aunque este método sólo da la posición de los átomos de oxígeno, la posición de los átomos de hidrógeno es más difícil de determinar.

El hielo ordinario, que es estable a bajas presiones, es hexagonal y la celda unitaria es un prisma conteniendo cuatro moléculas de agua y dimensiones de celda de $a = 4.48 \text{ \AA}$ y $c = 7.31 \text{ \AA}$.

La estructura es similar a aquella de la wurtzita (ZnS) y puede considerarse hecha de dos estructuras hexagonales más compactas que están interpenetradas y ligeramente desplazadas verticalmente.

Un átomo de oxígeno está en el centro de un tetraedro regular rodeado por otros cuatro átomos de oxígeno localizados en los vértices de este tetraedro. La distancia que separa los dos átomos de oxígeno es 2.76 \AA . Dos átomos de hidrógeno están ubicados cerca de cada átomo de oxígeno, contribuyendo sus electrones a la estructura de la molécula de agua. Se ha sugerido que un protón, esto es, un ion de hidró-

geno, está ubicado en cada enlace entre los dos átomos de oxígeno próximos, pero sin ningún orden cristalográfico /124, 125/ en sus posiciones.

Las desviaciones de esta estructura básica, en lo que a enlaces se refiere, constituyen defectos en la estructura, los cuales de acuerdo a Glen /126/ juegan un rol importante en el movimiento de las dislocaciones. Los defectos estructurales en el hielo, equivalentes a las vacancias en los metales, ocurren cuando un átomo de oxígeno deja de tener dos átomos de hidrógeno próximos. Estos defectos se llaman Defectos Bjerrum, cuando a lo largo de la línea que une dos átomos de oxígeno adyacentes, hay ya sea dos protones o ningún protón. El primer tipo se llama defecto-D y el segundo es un defecto-L.

Además de la estructura hexagonal del hielo ordinario, se han observado otras morfologías con una estructura más compacta: cúbica, romboédrica, tetragonal, monoclinica y amorfa /123/. Estas otras morfologías existen a temperaturas diferentes (debajo y por encima de 0°C) y a presiones muy elevadas; sin embargo, estas no serán tratadas en el presente estudio.

3.3. DEFORMACION DEL HIELO HEXAGONAL.

Los experimentos del Glen sobre la deformación por creep del hielo /46/ se han hecho clásicos en este campo. El observó que el hielo fluía de una manera similar a los metales cuando están sometidos a esfuerzos compresivos, y que la velocidad de deformación mínima estaba relacionada al esfuerzo aplicado por la Ley de potencias de la forma de ecuación (2-15) con un exponente en el esfuerzo de 3.2 y una energía

de activación de 134 kJ/mol.

El también observó que a esfuerzo relativamente grandes ($\sim 1 \text{ MNm}^{-2}$), a una deformación particular, ocurría una región de creep acelerado, la cual era atribuida a la recristalización.

Se han realizado experimentos adicionales de creep en hielo mono y policristalino por Glen y Perutz /127/, Jones y Glen /128/, Bromer y Kingery /129/ y Nayar et al /130/ en tensión; Steinemann /66, 67/ y Rigsby /131/ en corte; y por Griggs y Coles /132/, Butkoritch y Landauer /133/. Dillon y Andersland /134/, Mellor et al. /135-137/, Barnes et al /138-139/, y Gold /140/ en compresión. Estudios bajo condiciones de velocidad de deformación constante se llevaron a cabo por Readey y Kingery /141/, Higashi et al. /142/ y Jones y Glen /143/.

Estos dos grupos de experimentos en general, se han llevado a cabo a bajas velocidades de deformación (10^{-8} a 10^{-3} s^{-1}) y consecuentemente se han restringido a relativamente bajos esfuerzos ($< 1.5 \text{ MNm}^{-2}$) y bajas deformaciones (< 0.3).

En todos los estudios, excepto uno, /143/, donde las temperaturas fueron tan bajas como -90°C , la temperatura estuvo alrededor de -40°C del punto de fusión. También se han realizado ensayos de dureza /138, 139/ y experimentos de doblado /144/ con hielo, de modo que en estos casos se han aplicado esfuerzos más altos.

* cal = 4.1868 J, bar = 0.1 MNm^{-2}

Los resultados, sin embargo, como en el caso de otros materiales, han conducido a los investigadores a diferentes interpretaciones y actualmente no existe unanimidad en relación a la descripción matemática de los datos y a la interpretación física del proceso de deformación. Las Tablas 2 y 3 resumen los experimentos de deformación del hielo mono y policristalino y los resultados obtenidos.

Algunos de los puntos que merecen notarse en estas Tablas son que a muy bajos esfuerzos, menos de 0.2 MNm^{-2} , el efecto de la velocidad de deformación en el esfuerzo se hace más débil. Esto conduce a un comportamiento viscoso lineal, donde la velocidad de deformación es directamente proporcional al esfuerzo /129, 133/. Conforme aumenta el esfuerzo, la dependencia de la velocidad de deformación del esfuerzo también aumenta. A esfuerzos intermedios (0.2 á 1.5 MNm^{-2}) la data ha sido descrita por la mayoría de los investigadores como obedeciendo a la ley de potencias con un exponente de alrededor de 3. En la región de altos esfuerzos, donde se ha hecho poca investigación, el efecto del esfuerzo en la velocidad de deformación es aún mayor.

Barnes y al. /139/ han descrito la relación esfuerzo-velocidad de deformación por la ley de seno hiperbólico elevado a potencia, con un exponente para el esfuerzo de alrededor de 3, mientras que Hijashi et al. /142, 145/ correlacionan la data para deslizamiento no-basal por una ley de potencia con un exponente de alrededor de 6.5 para el esfuerzo.

3.3.1. Energías de Activación.-

En la mayoría de análisis de esta data, se asumió que la energía de

TABLA 2

Estudios de Deformación de Monocristales de Hielo.

Investigador.	Método Exp'tal	Rango Temp. °C.	Rango Esfuerzo MN m ⁻²	Ecuación de $\dot{\epsilon}$	Exponente del Esfuerzo, n.	Energía de Activac.
Steinemann /67/.	Sh-B	-2,3	0.05 - 0.22	$\dot{\epsilon} = A \tau^n \exp(-Q/kT)$	2.3 - 4	84
	T, C	0 to -22	0.06 - 2.0	$\dot{\epsilon} = A \tau^n \exp(-Q/kT)$	2.8 - 3.6	85 - 168
Butkovitch and Landauer /133/	C-B	-5	0.05 - 0.10	$\dot{\epsilon} = A \tau^n$	2.5	60
	C-NB				2.7	--
Readey and Kingery /140/	T-B	0 to -42	<0.7	$\dot{\epsilon} = A_y \tau^n \exp(-Q/kT)$	2.5 low y 1.5 high y	60
Higashi et al./43/	T-B	-4 to -15	<0.5	$\dot{\epsilon} = A \tau^n \exp(-Q/kT)$	1.53	66
Higashi et al./145/	D-B	-15 to -40	1.2 - 6.0	$\dot{\epsilon} = A \tau^n \exp(-Q/kT)$	1.58	66
Jones and Glen /143/	T-B	-10 to -50	0.3 - 0.6	$\dot{\epsilon} = A \tau^n$	1 - 4.2	65
		-50 to -90	0.3 - 1.4	$\dot{\epsilon} = A \tau^n$	4	40

Sh - Ensayos de Corte. B - Basal.
 C - Ensayos de Compresión. NB - No Basal.
 T - Ensayos de Tracción. D - Ensayos de Doblado.

74

TABLA 3

Estudios de Deformación en Hielo Policristalino.

Investigador	Método Exp'tal	Rango Temp. °C.	Rango Esfuerzo MN m ⁻²	Ecuación de $\dot{\epsilon}$	Exponente del Esfuer- zo, n.	Energía de Acti- vación, Q
Glen /46/	C	0 to -13	0.1 - 1.0	$\dot{\epsilon} = A \sigma^n \exp(-Q/kT)$	3.2	134 KJ/mole
Dillon and Andersland /134/	C	-1.5 to -14	< 0.8	$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_0 \sinh(\tau/\tau_0)$	1	48 "
Butkovich and Landauer /133/	C	-5	10 ⁻³ to 10 ⁻²	$\dot{\epsilon} = A \sinh(\tau/\tau_0)$	1	60 "
Mellor and Smith/135/	C	-0.5 to -34.5	0.05 - 2.0	$\dot{\epsilon} = A_1 \sigma + A_2 \sigma^{3.5}$	3.5	49-74.5 "
Bromer and Kingery /129/	T	-3 to -13	0.02 - 0.2	$\dot{\epsilon} = A \sigma (d)^{-m}$	1	50 "
Mellor and Testa /136/	C	0 to -60	0.6 - 1.2	$\dot{\epsilon} = A \sigma^n \exp(-Q/kT)$	0.3 - 3	69 "
Barnes, Tabor and Walker /139/	C	-8 to -48 > -8°C	0.1 - 10	$\dot{\epsilon} = A \sinh(\alpha \sigma)^n \exp(-\frac{Q}{kT})$	3	78 "
	H	0 to -25	3 - 50	$\dot{\epsilon} = A \sigma^n \exp(-Q/kT)$	3.9-4.4	120 "
Nayar, Lenel and Ansell /130/ +	T	-2 to - 22	0.5 - 1.8	$\dot{\epsilon} = A \exp(\frac{\beta \sigma}{kT}) \exp(-\frac{Q}{kT})$	1	145 - 150 "
Gold /140/	C	-5 to -40	0.1	$\dot{\epsilon} = A \sigma^n \exp(-\frac{Q}{kT})$	2	406 "

C - Ensayos de Compresión.
T - Ensayos de Tracción.

H - Ensayos de Dureza.
+ - Hielo Policristalino y sílica dispersa.

activación era constante, independiente del esfuerzo y la temperatura, encontrándose que tenía un valor ligeramente mayor que la energía de activación para auto-difusión. Diferentes investigadores han encontrado energías de activación entre 50 y 75 KJ/mol para el hielo mono y policristalino.

Jones y Glen /143/ encontraron, sin embargo, dos distintos valores para dos rangos de temperatura. Entre - 10 y - 50 °C se encontró que la energía de activación era de 69 KJ/mol, mientras que en el rango de - 50 á - 90 °C era de 40 KJ/mol.

Dillon y Andersland /134/ y recientemente Barnes et al. /139/ encontraron que la energía de activación variaba con el esfuerzo, obteniéndose los más altos valores a elevados esfuerzos o elevadas velocidades de deformación. Estos autores observaron también un cambio en el comportamiento en la vecindad de - 8° á - 14°C, que se caracterizaban por dos energía de activación diferentes. En la región de - 2 á - 8°C la energía de activación era de 120 KJ/mol, mientras que a más bajas temperaturas, se encontró que la energía de activación era de 78 KJ/mol.

Dillon y Andersland enfocaron el problema de un modo diferente y analizaron su data en función de la teoría de ratios (rate theory) de Kauzmann. De este modo, encontraron una entalpía de activación de 48 KJ/mol, una entropía de activación negativa de - 632 J/mol °K, y un volumen de activación de $1.1 \times 10^5 \text{ b}^3$.

3.3.2. Mecanismos de Deformación.-

La mayoría de los estudios mencionados más arriba estaban limitados a

una descripción fenomenológica del proceso de deformación, mientras que sólo unos pocos aventuraron una interpretación física del comportamiento basados en la dependencia de la velocidad de deformación en el esfuerzo y temperatura encontrada; así como también en algunas observaciones microestructurales. El fenómeno más comunmente observado fue la aparición de líneas de deslizamiento /66, 67, 142, 146, 147/. Estos indicaban que el deslizamiento de las dislocaciones ocurre preferencialmente en el plano basal $\{0001\}$ a bajos esfuerzos, mientras que a altos esfuerzos se ha observado también deslizamiento en los planos prismáticos $\{10\bar{1}0\}$ /142, 146, 148/.

Weertman /149/ propuso el escalamiento de dislocaciones como el posible mecanismo de control de la velocidad de deformación. Aunque esto da velocidades de creep similares a los valores experimentales, la dependencia del esfuerzo a la potencia cúbica que comunmente se encuentra está en desacuerdo con la potencia de 4.5 que predice esta teoría.

Las medidas más recientes de energía de activación para la autodifusión del tritio y O^{18} en cristales de hielo /150, 151/ dieron apoyo a este mecanismo. Este proceso es también favorecido por Gold /140/ quien atribuye la diferencia entre la energía de activación aparente que se observó (67 KJ/mol) y la asociada con auto-difusión (58 KJ/mol) a la dependencia del módulo de Young de la temperatura.

3.3.3. El Modelo de Glen.-

Glen /126/ ha estudiado la naturaleza de los planos de deslizamiento en hielo con más detalle que otros investigadores. De acuerdo a él,

se puede describir la estructura del hielo como un arreglo ordenado de átomos de oxígeno con un arreglo desordenado de átomos de hidrógeno, los cuales obedecen solamente a las reglas de Eernal-Fowler /124/. Glen sugería que para que una dislocación se mueva a través del plano de deslizamiento, se deben producir defectos L y D, lo que daría lugar a esfuerzos de fluencia que son de alrededor de tres órdenes de magnitud mayores de lo que normalmente se observa. Aunque estos defectos punto se anularán entre sí, los esfuerzos anormalmente altos permanecerían aún. Si de otro lado, ocurre un rearreglo de los enlaces de hidrógeno en grado considerable a altas temperaturas, entonces las dislocaciones pueden moverse en tanto se produzcan rearreglos de enlaces adelante de una longitud dada de dislocación.

De este modo el movimiento de dislocaciones puede ocurrir a niveles razonables de esfuerzo sin producir defectos excesivos por el rearreglo termo-activado de enlaces de hidrógeno,

Los experimentos sobre deformación de monocristales de hielo dopados con ácido fluorhídrico y otras impurezas /143/ han dado respaldo a este modelo. Estas impurezas, aun en concentraciones de alrededor de 1 p.p.m, crean puntos defectos que conducen a mayor proporción de rearreglos de enlaces y consecuentemente a velocidades de deformación más altas.

3.3.4. Otros Mecanismos Sugeridos.-

Para temperaturas encima de -10°C en hielo policristalino, Barnes y co-autores /139/ encontraron alguna evidencia de deslizamiento de bordes de grano como un proceso de deformación secundaria, el cual, junto

con la capa de líquido formada en los bordes de grano, juegan roles complementarios como procesos de acomodo. La presencia de la capa de líquido era más marcada a temperaturas por encima de -3°C , donde se espera que ocurra alguna fusión por presión, produciendo por lo tanto una velocidad de deformación acelerada. Estos autores arguyen que la contribución de estos procesos a la deformación da cuenta del ablandamiento del hielo policristalino por encima de -10°C y por consiguiente la energía de activación medida a estas temperaturas corresponde a diferentes mecanismos de deformación, de modo que no pueden compararse con los obtenidos a más bajas temperaturas, donde sólo opera un mecanismo.

A esfuerzos elevados, donde la data está mejor representada por la ley del seno hiperbólico a la potencia, la deformación por deslizamiento en planos no basales se hace importante, especialmente en hielo policristalino, donde cristales no favorablemente orientados son expuestos a esfuerzos mayores que el promedio.

Higashi /142, 145/ atribuía la diferencia en esfuerzo para el deslizamiento basal y no-basal a la resistencia al movimiento de la dislocación causada por la intersección de dislocaciones que ocurren en las uniones de los planos prismáticos.

El endurecimiento por trabajado que se observó en el deslizamiento no-basal y la dependencia en la orientación del cristal es interpretado por Higashi como debido al movimiento de dislocación e intersección en los planos prismáticos.

El comportamiento de las dislocaciones en los cristales de hielo se ha observado microscópicamente con la aplicación de técnicas de ataque /152, 153/ y de topografía con Rayos X /147, 154, 155/. Estos estudios muestran que las dislocaciones tornillo con vectores Burger $\frac{a}{3}$ $\langle 1120 \rangle$ son importantes tanto en el deslizamiento basal como no-basal, siendo más movibles aquellos sobre los planos basales.

3.4. ESTUDIOS DE RECRISTALIZACION DEL HIELO.

Las investigaciones de Steinemann /66, 67/ sobre la recristalización del hielo son hasta ahora los estudios más importantes de este tipo. El fué el primero en presentar clara evidencia que la recristalización puede ocurrir en el hielo mientras está sufriendo deformación, proceso que él llamó recristalización paracinemática. Este proceso fué rebautizado por los metalurgistas como recristalización dinámica. Él también observó que la recristalización dinámica ocurría continuamente a esfuerzos y velocidades de deformación elevados y de manera periódica a esfuerzos y velocidades de deformación bajas. Cuando el proceso es continuo, el primer ciclo de recristalización está todavía incompleto cuando comienza el segundo ciclo; en contraste, en el proceso periódico, cada ciclo se completa antes de comenzar al siguiente.

La recristalización, ya sea dinámica o estática (esto es, cuando la deformación ha cesado) ocurre sólo cuando se sobrepasa una deformación crítica. Esta deformación depende del esfuerzo y temperatura, resultando estos por consiguiente los parámetros importantes que determinan el comportamiento de recristalización.

Steinemann intentó relacionar la velocidad de crecimiento, nucleación y tamaño de grano a los parámetros de deformación. Sus conclusiones fueron, sin embargo, de naturaleza cualitativa solamente. Su primera conclusión en este aspecto fue que el tamaño de grano final, resultado del cociente de la velocidad de crecimiento entre la velocidad de nucleación, podía correlacionarse a la velocidad de deformación.

Steinemann también llevó a cabo experimentos de cizallamiento por torsión bajo presiones hidrostáticas de hasta 90 atm., pero no encontró ninguna influencia de la presión en el tamaño de grano recristalizado.

Jonas y Muller /136/ observaron también la ocurrencia de la recristalización dinámica en experimentos de extrusión. Ellos señalaron que como resultado de la recristalización dinámica, las curvas de velocidad de deformación/esfuerzo de fluencia, a una temperatura dada, son desplazadas a niveles de esfuerzos más bajos, o sea la velocidad de deformación a esfuerzo constante, aumenta en ausencia de recristalización.

CAPITULO 4

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En esta tesis se describen los resultados de dos series de experimentos. La primera serie de experimentos tuvo el propósito de obtener data sobre las relaciones entre velocidad de deformación, esfuerzo y temperatura /148/. La segunda serie de experimentos fue diseñada para estudiar los cambios microestructurales producidos por deformación a diferentes velocidades de deformación y temperaturas, y los resultados allí obtenidos son los que se discuten con más amplitud en el presente trabajo.

4.1. PREPARACION DEL MATERIAL Y TOCHO.

El hielo usado en todos los experimentos se preparó de agua destilada, simple. "Los lingotes" (que más apropiadamente por su forma, llamaremos en adelante tochos) se hicieron crecer directamente en los recipientes de extrusión de aluminio (que se describen con más detalle más abajo) añadiendo agua a 0°C en incrementos de 40 ml a intervalos de 60 minutos. La nucleación de los tochos fue provocada con cristales de escarcha de modo de producir una textura al azar. Para comenzar, no se tomaron precauciones para prevenir la formación de burbujas y la solidificación ocurrió a lo largo de alrededor de 24 horas en un congelador de 21 pies cúbicos bajo una temperatura de - 8°C. Todos los tochos preparados de este modo mostraron una alta concentración de burbujas las cuales estaban distribuídas sin preferencia alguna a través de todo el volumen. La microestructura se caracterizaba por

grandes granos columnares que se extendían desde la periferia hasta un núcleo central, el cual tenía un diámetro de aproximadamente un tercio del diámetro del tocho. El núcleo central estaba formado por pequeños granos equiaxiales. Una micrografía típica del hielo conteniendo burbujas se muestra en la Fig. 7b.

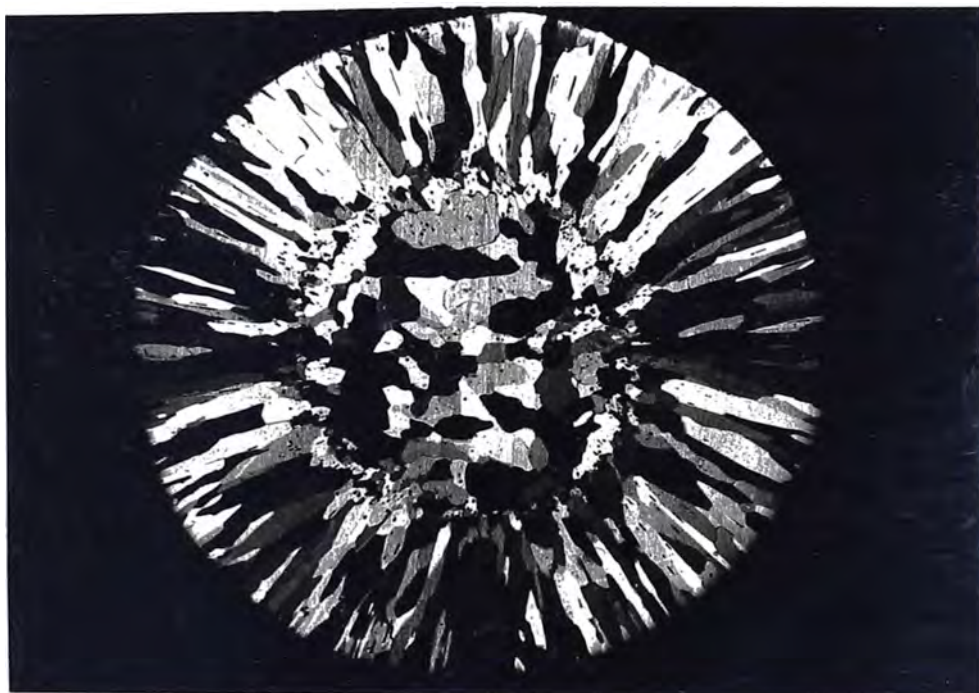
Las burbujas de aire presentes en los tochos de hielo pueden considerarse como impurezas o partículas de una segunda fase, y por consiguiente podría esperarse que tienen una influencia en los cambios microestructurales que ocurren durante la deformación. En vista de esto, se decidió preparar una segunda serie de tochos de hielo libre de burbujas, comparando los resultados obtenidos con los dos materiales. Se encontró que la preparación de hielo libre de burbujas fue bastante difícil; sin embargo, después de ensayarse numerosos métodos, se desarrolló una técnica bastante confiable.

De acuerdo a esta técnica, se ubicó la matriz en el fondo del recipiente de aluminio siendo ambas partes untadas con una delgada capa de grasa con silicona para vacío, antes de ser ensambladas. Se encontró que esta grasa prevenía la nucleación de burbujas de aire en la superficie interior del recipiente. El agua destilada que se usó fue deaerada colocando el recipiente bajo un vacío de alrededor de 5 mm Hg y enfriándola hasta 0°C. La solidificación tuvo lugar a presión atmosférica en una cámara fría mantenida a temperatura de - 12°C, completándose luego de un período de 30 horas.

Para asegurar que la solidificación procediera desde el fondo hacia



(a)



(b)

FIG. 7. (a) Microestructura de un tocho de hielo "sin burbujas" con estructura de fundición, que ilustra el carácter dendrítico del material antes de la deformación.

(b) Microestructura del tocho de hielo conteniendo burbujas con estructura "de fundición".

Luz polarizada, X 2.4.

arriba, se colocó una chaqueta calefactora de 6 watts en la parte superior del recipiente durante la solidificación.

Las probetas preparadas de este modo no fueron completamente libres de burbujas, observándose un rechupe delgado de burbujas de aire a lo largo del eje longitudinal; además, cerca de la superficie superior del tocho se presentaban burbujas de aire en toda la sección. La microestructura fue también típica de una fundición, con granos columnares de gran tamaño que se extienden desde la periferia al centro del tocho, como se muestra en la Fig. 7a. Las dimensiones de los tochos de hielo eran 4.12 cm. en diámetro y 20 cm. en longitud.

4.2. EQUIPO DE EXTRUSION.

El equipo de extrusión consistía de una máquina de ensayos Instron Modelo TT-D de 20,000 lb., en la cual se montó una cámara ambiental Instron con la matricería apropiada. El ensamble total se ilustra en la Fig. 8., y a continuación se describen las características de cada componente.

4.2.1. Máquina de Ensayos Instron.-

El cabezal movible de la estructura de la máquina Instron es operado por un servomecanismo de control de posición que puede mantener una velocidad de desplazamiento del cabezal constante en un amplio rango de fuerzas inducidas.

La velocidad del cabezal se selecciona por medio de una serie de engranajes en la caja de cambios del servomecanismo de comando y una



FIG. 8. Disposición General del Equipo de Extrusión,

palanca sobre la principal caja de cambios. Este arreglo produce un rango de velocidades de 0.02 á 20 pulg/min. Sin embargo, la máxima capacidad de carga (20,000 lb) de la máquina sólo puede obtenerse a velocidades de hasta 2 pulg/ min., debido a la limitada potencia del motor principal. En la primera serie de experimentos, se usó también un modelo Instron TT-D-L que estaba equipada con una caja de engranajes adicional para proporcionar una magnitud extra de velocidades de cabezal, esto es, de 0.002 pulg/min. á 0.02 pulg/min.

La medición de las fuerzas inducidas se hizo con la ayuda de una celda de fuerza de tensión-compresión Instron tipo GR. calibrada a 20,000 lb. La señal de salida de la celda era amplificada y registrada en un graficador X-Y standard de 10 pulg. El amplificador de la celda de fuerza estaba equipado para calibración electrónica e incluía un control de ganancia para dar desplazamiento en toda la escala del graficador con cargas de 200 a 20,000 lb. También se comprobó que era posible producir fuerzas en exceso de la capacidad normal de la máquina sin causar ningún perjuicio a la máquina. Se pudo medir cargas de hasta 30,000 lb. usando el circuito de supresión a cero.

En los experimentos, el graficador era accionado por el motor síncrono, fijándose la velocidad de registro por un juego de engranajes seleccionados. Puesto que en todos los casos se usó una velocidad de cabezal constante, el eje de tiempo en el gráfico podía usarse como una medida del desplazamiento del cabezal.

De acuerdo al Manual de la Instron, la precisión de todo el sistema de carga es $\pm 1/2 \%$ de la carga indicada ó $\pm 1/4 \%$ del desplazamiento en

la escala total, cualquiera que sea mayor.

4.2.2. Cámara Fría.-

El sistema ambiental Instron incluye una cámara de ensayos, una unidad de enfriamiento y una consola de control de mesa. La cámara fría en sí es esencialmente una caja aislada térmicamente con paredes interiores de acero inoxidable aisladas del casco exterior de acero comercial por 3 pulgadas de lana de vidrio. Las dimensiones interiores de la cámara son 15" x 15" x 15". La puerta de acceso está equipada con una ventana de vidrio múltiple que permite la observación del interior de la cámara.

La cámara es enfriada por la evaporación controlada de dióxido de carbono líquido. El líquido refrigerante es admitido a la cámara a través de una de dos boquillas capilares y el caudal del refrigerante es controlado por el uso de las válvulas solenoide de diferente capacidad. El alto caudal de flujo se usa para el enfriamiento rápido, mientras que el caudal más bajo se usa para un control más estrecho de la temperatura deseada. Las boquillas tienen la forma de tubos capilares de modo de prevenir la acumulación de hielo antes que el CO₂ líquido se expanda al salir del orificio.

Puesto que la transferencia de calor por debajo de la temperatura ambiente depende casi completamente de la convección, también cuenta con un ventilador de dos velocidades (3450/1725 rpm). Esto da al gas entrante una alta velocidad de ingreso para permitir el rápido enfriamiento de la cámara y de la matricería.

El líquido refrigerante está contenido con cilindros de 50 lb. tipo si fón a una presión de 1000 psi.

Control de Temperatura.

La temperatura de la cámara estaba controlada por un controlador lineal de tiempo (solid state). El elemento sensor de temperatura era un termómetro de resistencia de platino de 100 Ω que conjuntamente con una termocupla indicadora de ferro-constantan estaban contenidos en una vaina de acero inoxidable.

El termómetro de resistencia tiene una repetibilidad de 0.5°C y la termocupla una precisión de 1°C .

El controlador de temperatura está equipado con un potenciómetro graduable, calibrado directamente en grados Fahrenheit. La temperatura me dida por el termómetro de resistencia de Pt. es comparada con la tempe ratura fijada, dándose lugar a una secuencia de tiempo de encendido y apagado (on-off) determinada por la magnitud de la señal de error. El control de temperatura en la cámara se logra por el accionamiento al ternativo de abertura y cierre de las válvulas solenoide.

La temperatura real de la cámara fue chequeada con un termómetro de mercurio calibrado por NBS (National Bureau of Standards) colocado en la cámara, próximo al recipiente de extrusión. Con este termómetro era posible leer la temperatura con una precisión mayor de 0.1°C .

Se encontró que el controlador tenía un desplazamiento de hasta 3°C entre el sensor y el potenciómetro graduable. La temperatura deseada

se obtendría entonces reajustando el indicador del potenciómetro.

4.2.3. Ensamble de la Matricería.-

La matricería de extrusión se muestra esquemáticamente en la Fig. 9. Fue diseñada específicamente para la máquina de ensayos Instron Modelo TT-D y su cámara ambiental.

La parte inferior del ensamble de extrusión está formada por la celda de fuerza, una mesa de compresión y una mesa de soporte, todo montado sobre el cabezal fijo de la Instron. La mesa de soporte permite manter a la celda de fuerza fuera de la cámara fría. La mesa consiste de una plancha de aluminio con una cavidad en la cara superior de 7.5 cm. de diámetro. La cavidad servía para localizar el recipiente de extrusión y mantener su alineamiento axial.

Un émbolo hueco de 23 cm. de largo (4 cm. de diámetro exterior y 2.2 cm. de diámetro interior) se unió al cabezal móvil por medio de una pieza tubular de extensión de 7.5 cm. de diámetro. Para guiar la barra extruida de hielo hacia arriba a través de la pieza de extensión y al cabezal móvil, se unió un tubo de 3 cm. de diámetro y del mismo diámetro interno del pistón a la parte superior del émbolo.

Todos los componentes del ensamble de extrusión, excepto la mesa, fueron hechos de acero inoxidable.

La técnica de la extrusión indirecta se usó en todos los experimentos. Por esta técnica el material en el recipiente fluye a través de la matriz y el émbolo hueco en dirección opuesta al movimiento del pistón.

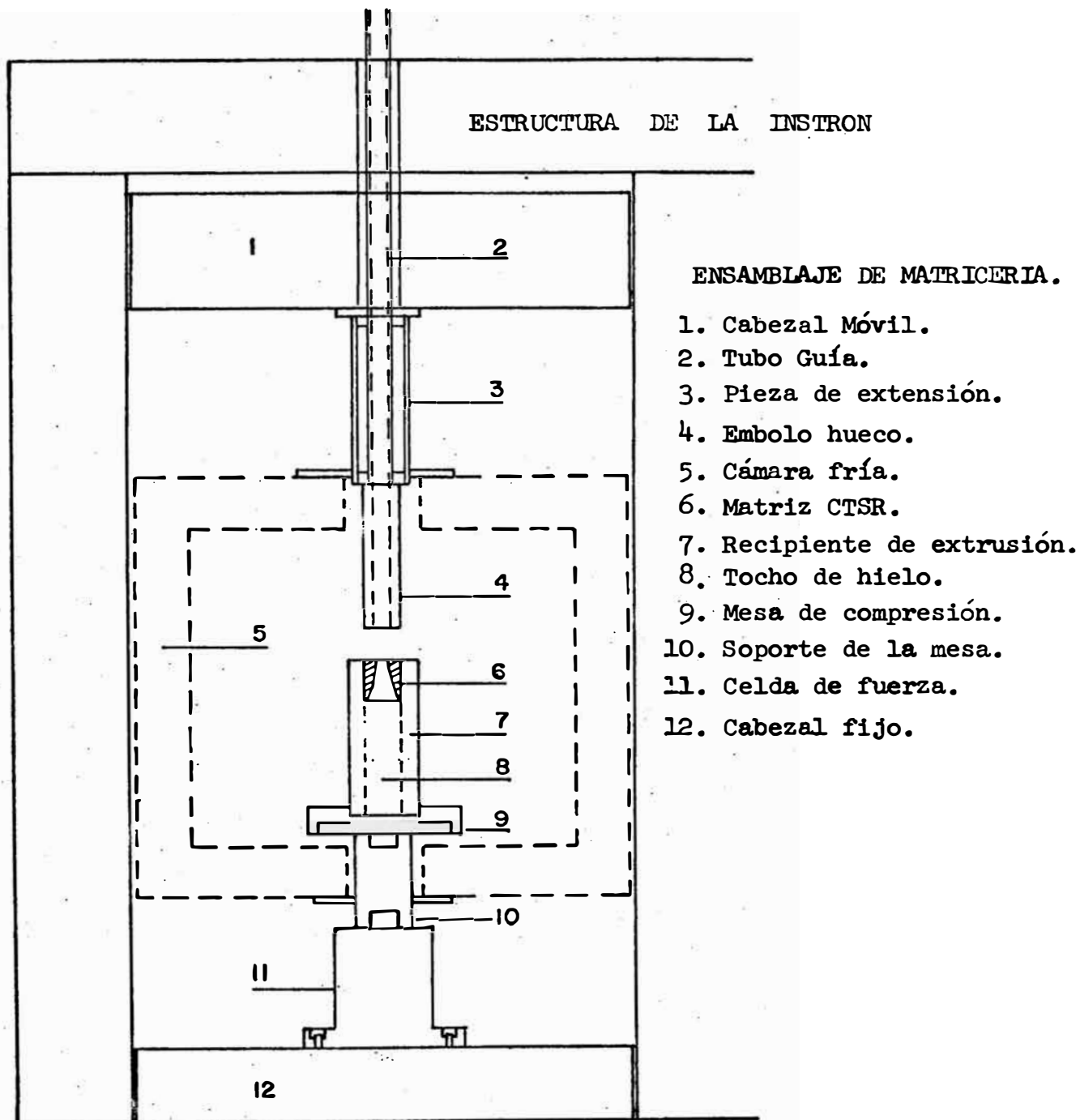


FIG. 9. Sección Transversal del ensamblaje de la matricería de extrusión.

Este método elimina la fricción tocho/recipiente y por consiguiente permite una determinación más precisa del trabajo de deformación y del esfuerzo de deformación del material.

Matrices Para Velocidad de Deformación Real Constante (CTSR).

Con el fin de producir una velocidad de deformación real constante durante la extrusión, se usó una serie de matrices de aluminio para extrusión especialmente construidas. El criterio de diseño para estas matrices fue descrita por Chandra y Jonas /158/. (Ver Anexo 1). El contorno de las matrices obedecen la siguiente relación:

$$R_x = R_o \sqrt{\frac{1}{1 + \epsilon_c X/V_o}} \quad (4-1)$$

TABLA 4
=====

ESPECIFICACIONES DE LAS DOS MATRICES CTSR

	<u>MATRIZ I</u>	<u>MATRIZ II</u>
Diámetro interior del recipiente de extrusión, cm.	4.12	4.12
Diámetro exterior de la matriz, cm.	4.00	4.00
Diámetro de salida de la matriz, cm.	2.00	1.34
Longitud de la zona de formado, cm.	4.54	0.72
Ratio de Extrusión (basado en el diámetro del recipiente).	4.24	9.45
Velocidad de deformación, seg^{-1} (V_o en cm/min).	0.071 V_o	1.176 V_o

Aquí R_0 y R_x son los radios inicial y local respectivamente, $\dot{\epsilon}_c$ es la velocidad de deformación constante deseada y V_0 la velocidad relativa del material entrante, esto es, la velocidad del émbolo. La deducción de esta expresión se da en la referencia /158/. En los presentes experimentos se usaron las dos matrices; en la primera serie se usó solo la matriz 1. Las especificaciones para ambas matrices se dan en la Tabla 4.

4.3. ESTUDIOS MICROESTRUCTURALES DE LAS MUESTRAS EXTRUIDAS.

En la preparación de secciones delgadas para la observación de las microestructuras se usó una técnica comunmente usada en petrografía y metalografía. La preparación de las probetas y la fotografía se llevó a cabo, sin embargo, en una cámara fría, a una temperatura de alrededor de $\sim 12^\circ\text{C}$.

4.3.1. Preparación de Muestras.-

Se tomaron muestras de cada una de las barras extruidas en la segunda serie de experimentos. En promedio, se tomaron cinco secciones transversales y tres secciones paralelas al eje de extrusión.

Las muestras estructurales se separaron de las barras extruidas con una sierra de joyero, en longitudes de alrededor de 2 cm. para las secciones transversales y 4 cm. en las secciones longitudinales.

Un lado de la muestra, ya sea perpendicular o paralela al eje de extrusión, se desbastó y pulió hasta obtener una superficie muy plana procediéndose entonces a montarla en un vidrio para microscopio, ca-

lento ligeramente con la mano. Esto daba lugar a que una delgada capa de la muestra se fundiera y luego solidificara, haciendo que la muestra se adhiera firmemente al vidrio. La mejor adherencia se lograba dejando a la muestra reposar por 10 minutos antes de iniciar la operación de desbaste.

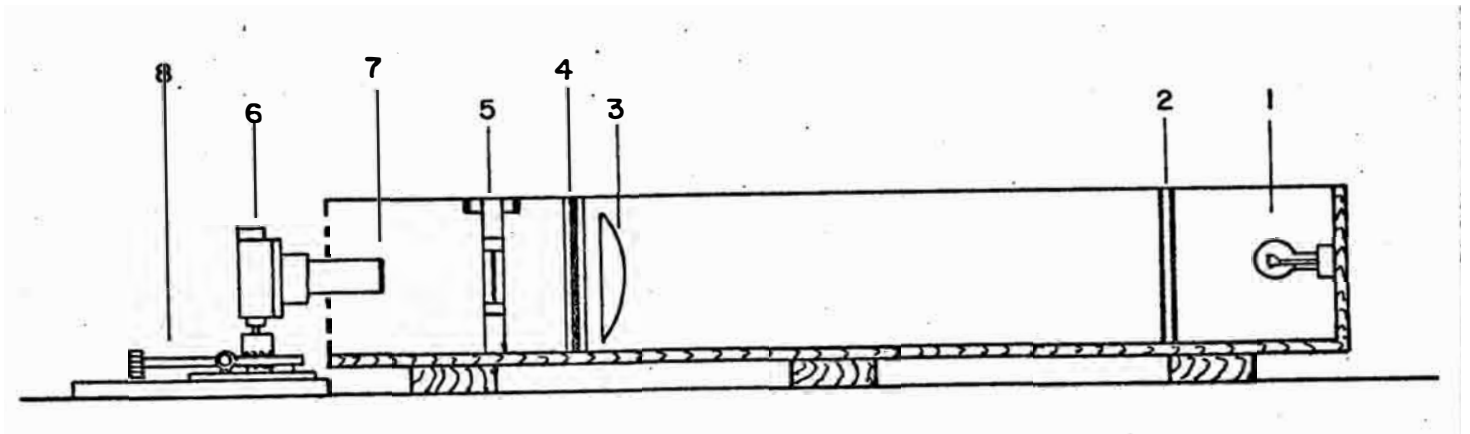
El pulido mecánico de las probetas se hizo con papel abrasivo en tres etapas. Primero, se usó un papel de grado grueso para reducir a la probeta a un espesor de 5 mm., luego se realizó un pulido intermedio y fino en papeles de grado No 3 y No 3/0, respectivamente, hasta obtener el espesor deseado.

Puesto que el hielo es sólo ligeramente birefringente, no fue necesario producir las secciones muy delgadas, comunmente requeridas en petrografía. Se encontró que los bordes de grano se definían claramente cuando las secciones eran reducidas a espesores de sólo 25 á 50 μ m. Bajo estas condiciones los granos aparecían de colores blanco, gris y negro bajo la luz polarizada. Examinando periódicamente la sección pulida bajo luz polarizada podía detectarse cuando se aproximaba al espesor óptimo. Conforme la sección se adelgazaba más, se ohservaba una secuencia de atractivos colores de interferencia, primero aparecían los granos de color verde, luego azul, rojo, marrón y amarillo en secuencia y finalmente negro, gris o blanco.

4.3.2. Fotografía.-

Para la observación y fotografía de las estructuras de hielo, se construyó un banco óptico, el cuál se muestra esquemáticamente en la Fig.10.

BANCO OPTICO



1. Fuente de luz.
2. Vidrio pavonado.
3. Lente de condensación.
4. Lente polarizador.
5. Porta-muestra
6. Cámara con macrolente.
7. Analizador.
8. Soporte de camara.

FIG. 10. Diagrama esquemático del Banco Optico usado en la investigación microestructural.

La fuente luminosa consistió de una lámpara de ampliadora de 150 W y un vidrio esmerilado que servía como difusor de la luz. Se colocó una lente de condensación y una placa de polarización entre la fuente luminosa y el porta-muestra. La fuente luminosa y el porta-muestra estaban separados 60 cm., esta distancia relativamente grande se requería para asegurar que el calor generado por la lámpara podía disiparse sin causar la fusión de la muestra.

Las fotografías se tomaron con una cámara de 35 mm. SLR Edixa equipada con una lente Macrotakumar 50 mm./f.4, lentes auxiliares de acercamiento y un filtro polarizador. Todas las fotos se tomaron usando película Kodak Panatomic-X, en blanco y negro de grano muy fino. La cámara se fijó en un dispositivo especial que permitía su desplazamiento en dos direcciones horizontales perpendiculares para el centrado del campo y para el enfoque.

4.4. PROCEDIMIENTO DE ENSAYO.

En cada ensayo se comenzó por pre-enfriar la cámara de ensayos a una temperatura de 4°C por debajo de la temperatura de ensayo escogida, con ayuda de la boquilla grande y del ventilador de alta velocidad. Este procedimiento tomó alrededor de 30 minutos. El recipiente de extrusión, que incluía el tocho de hielo y la matriz, se traía del congelador y se colocaba sobre la mesa de la celda de carga con la matriz en su parte superior. Entonces, se bajaba el émbolo a una posición justo encima de la matriz. Después de esta operación, el sensor de temperatura se colocaba en contacto con la mitad de la cara anterior del recipiente. El termómetro de mercurio, con una lente de magnifi-

cación fija a la temperatura deseada se colocaba cerca del sensor, disponiéndose de tal forma que las lecturas de temperatura podían tomarse a través de la ventana visora. Los dos dispositivos de medición de temperatura se colocaban en frente del recipiente de modo que ninguno de ellos estaba expuesto directamente a la corriente fría del gas dióxido de carbono.

El orificio alrededor del soporte de la mesa de la celda de carga se rellenó con lana de vidrio para prevenir que la corriente de aire frío enfríe la celda de fuerza.

Después que el recipiente de extrusión estaba en su lugar, el enfriamiento rápido continuaba por unos 10 minutos más; entonces el controlador se ajustaba a la temperatura experimental deseada, seleccionándose el enfriamiento más lento. Conforme la temperatura de la cámara se aproximaba al punto de control, el flujo de dióxido de carbono comenzaba intermitentemente a pasar y no pasar.

La temperatura de la cámara se chequea con el termómetro de mercurio y usando el potenciómetro del controlador se vá eliminando gradualmente la desviación de la temperatura deseada.

Una vez que se establecía la condición estable (steady-state), se observaba que la variación de temperatura dentro de la cámara es de $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$ ocurriendo sobre un ciclo de cerca de 10 segundos. Sin embargo, la fluctuación de temperatura dentro del recipiente de extrusión se considera mucho menor que aquella por la relativamente gran masa del recipiente y de la muestra de hielo. La condición estable se mantenía por

unos 45 minutos antes de iniciar la extrusión. Durante este período, la máquina Instron se ajusta a la velocidad requerida del cabezal y se calibra la celda de fuerza. La longitud calibrada y los diales de retorno de la máquina se establecieron para una velocidad de desplazamiento de 12 cm. para los ensayos de alta velocidad y 7 cm. para las velocidades bajas. De este modo, el émbolo rápidamente invierte la dirección una vez que se completa el desplazamiento fijado, exponiendo por consiguiente la barra extruida.

En la primera serie de experimentos no se hizo ningún esfuerzo por preservar las barras extruidas, pero en la segunda serie estas se recogieron en tubos de plexiglas, llevándolas rápidamente a la cámara fría. Todo el seccionado y fotografía se realizaba dentro de las tres horas siguientes a la extrusión, de modo que los cambios microestructurales que ocurren después de la deformación se mantienen en un mínimo.

Para cada experimento se obtuvo un registro de la fuerza inducida y de la velocidad de desplazamiento del cabezal en función del tiempo.

Estos se convirtieron a esfuerzo y velocidad de deformación usando el siguiente criterio. El esfuerzo inducido se calculó como el cociente de la fuerza inducida y del área del pistón $\sigma = F/A$. La velocidad de deformación se calculó a partir de la velocidad del cabezal, por medio de las expresiones.

$$\text{Matriz I : } \dot{\epsilon} = 0.071 V_0 \quad (4-2)$$

$$\text{Matriz II : } \dot{\epsilon} = 1.176 V_0 \quad (4-3)$$

donde V_0 es la velocidad del cabezal en cm/min y la velocidad de deforor

mación resultante es en s^{-1} .

La deformación final era una constante para cada matriz y estaba dada por la relación conocida.

$$\underline{\epsilon} = \ln \frac{A_0}{A_1} = \ln R \quad (4-4)$$

Aquí A_0 es el área de la sección transversal del tocho y A_1 es el área de la sección de la barra extruida. El cociente de las áreas es el ratio de extrusión R . Por consiguiente una deformación de $\ln 4.24 = 1.44$ se produjo con la matriz I y una deformación de $\ln 9.45 = 2.25$ con la matriz II.

CAPITULO 5

RESULTADOS EXPERIMENTALES

La primera serie de experimentos, se realizaron a temperaturas entre -3°C y -20.4°C , a intervalos de aproximadamente 2°C , y en un rango de velocidades del cabezal que a su vez conducen a velocidades de deformación entre $5.6 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ y $2.8 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

La Tabla 5 enumera estas velocidades del cabezal y las velocidades de deformación correspondientes, calculadas de la ecuación (4-2). El segundo grupo de ensayos se llevó a cabo a las dos temperaturas extremas y a las velocidades de deformación indicadas en la Tabla 6. Las temperaturas experimentales expresadas como temperaturas homólogas correspondían al rango de 0.925 á 0.989 Tm.

El límite inferior de velocidad de deformación fue fijado por la más baja velocidad de cabezal disponible y la velocidad de deformación superior estaba limitada por la capacidad de carga de la Instron a -20.5°C para las matrices empleadas.

TABLA 5

VELOCIDADES DE DEFORMACION EMPLEADAS EN LA PRIMERA SERIE DE EXPERIMENTOS.

Velocidad del Cabezal.		Velocidades de Deforma - ción para la Matriz I,
Pulg/min.	cm/min.	s ⁻¹
0.002	5.08×10^{-3}	5.6×10^{-5}
0.005	1.27×10^{-2}	1.4×10^{-4}
0.02	5.08×10^{-2}	5.6×10^{-4}
0.05	1.27×10^{-1}	1.4×10^{-3}
0.20	5.08×10^{-1}	5.6×10^{-3}
0.50	1.27×10^0	1.4×10^{-2}
1.0	2.54×10^0	2.8×10^{-2}

TABLA 6

VELOCIDADES DE DEFORMACION EMPLEADAS EN LA SEGUNDA SERIE DE EXPERIMEN
TOS.

Número de Matriz	Velocidad del Cabezal		Velocidad de Deformación
	Pulg/min.	cm/min.	s^{-1}
I	0.02	5.08×10^{-2}	5.6×10^{-4}
I	0.2	5.08×10^{-1}	5.6×10^{-3}
I	2.0	5.08×10^0	5.6×10^{-2}
II	0.5	1.27×10^0	2.3×10^{-1}
II	1.0	2.54×10^0	4.6×10^{-1}

5.1. CURVAS DE ESFUERZO Y DESPLAZAMIENTO DEL ÉBOLLO.

Las curvas esfuerzo/desplazamiento del émbolo exhiben tres regiones distintas de comportamiento (ver Fig. 11). La primera puede considerarse como una región de micro creep en la cual el esfuerzo aumenta muy rápidamente, siendo el incremento proporcional al desplazamiento del émbolo. Después de un pequeño desplazamiento se alcanza un pico en el esfuerzo, que indica la iniciación del flujo macroscópico a través de la matriz. Se observó que la altura del pico aumentaba con el aumento en la velocidad de deformación y disminución en la temperatura. De otro lado, el desplazamiento del émbolo requerido para alcanzar el pico disminuía con el incremento en la velocidad de deformación, pero aumentaba conforme la temperatura disminuía. El pico se obtenía dentro de un desplazamiento del émbolo de 0.1 á 0.5 cm.

Debe tenerse presente que en el caso de la extrusión indirecta, la deformación se confina casi completamente a la zona adyacente a la entrada de la matriz, y por consiguiente la fuerza registrada es aquella necesaria para que el material fluya a través de la matriz.

Una pequeña fracción de la fuerza registrada puede ser usada en contrastar las fuerzas friccionales entre la matriz móvil y el recipiente. En contraste, en la extrusión directa hay un movimiento relativo entre el tocho y el recipiente, de modo que la fuerza registrada incluye un componente usado para vencer la fricción tocho/recipiente.

Inmediatamente después que se alcanza el esfuerzo máximo, el esfuerzo inducido descendía rápidamente hasta un nivel mínimo, después del

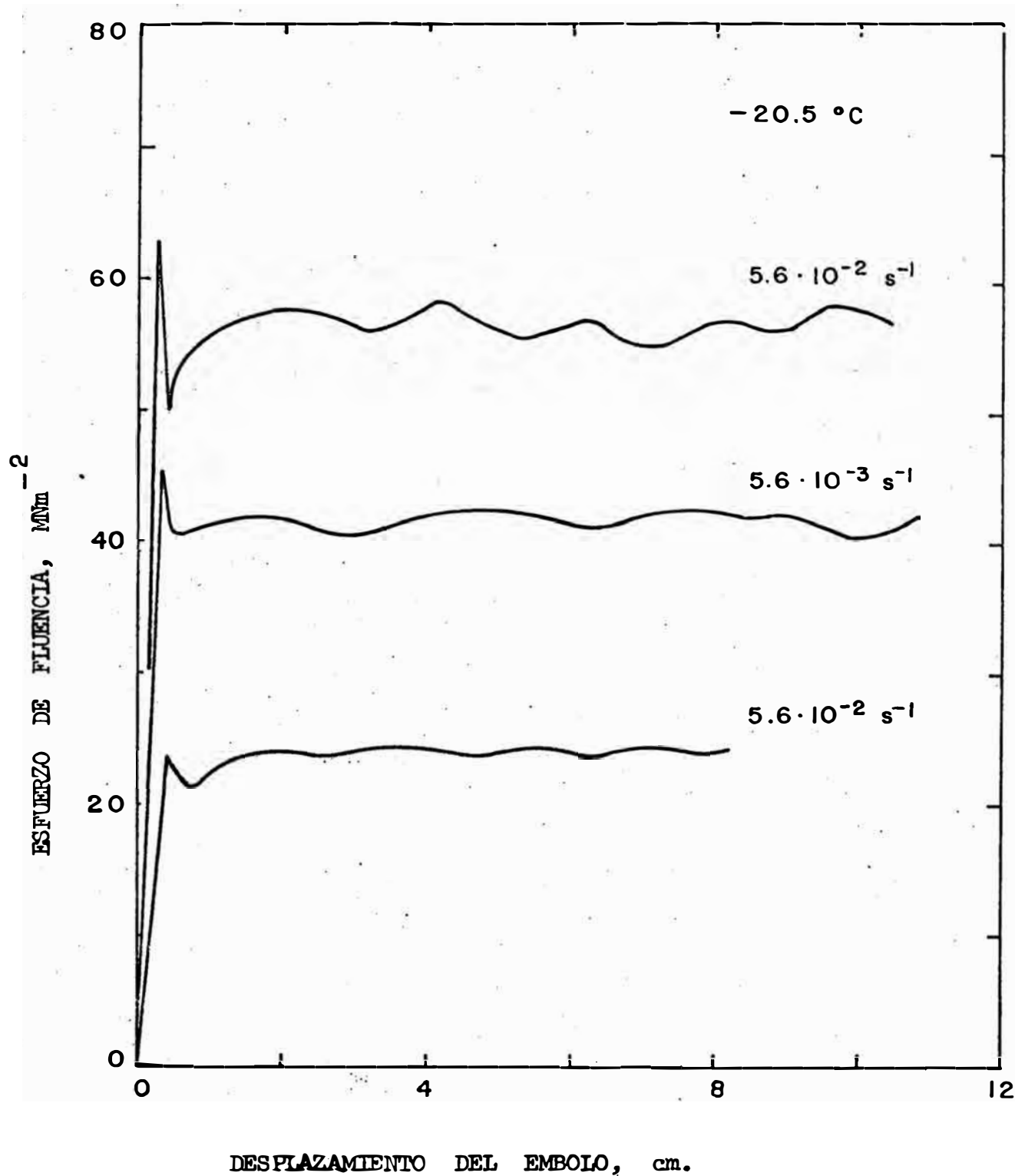


FIG. 11. Serie de curvas típicas de esfuerzo desplazamiento del émbolo obtenidas por extrusión de hielo policristalino a -20.5°C y varias velocidades de deformación.

cual el esfuerzo aumenta gradualmente hasta un nivel aproximadamente estable (steady state). La magnitud del descenso variaba entre 10 y 20 % del esfuerzo máximo, pero no se observaba ninguna tendencia sistemática.

El nivel estable (steady state) representaba la tercera región que era regularmente suave a bajas velocidades de deformación pero mostraban variaciones cíclicas a altas velocidades de deformación.

A la más alta velocidad de deformación y más bajas temperaturas se observó variaciones en el esfuerzo de 3 MNm^{-2} .

Esta variación posiblemente surgía de los ciclos de recristalización dinámica, cuyo efecto se discutirá en más detalle en el capítulo 6. La fuerte dependencia de la velocidad de deformación de los esfuerzos de fluencia inicial y en la condición estable pueden verse en una serie de curvas de deformación típicas para el hielo a -20.5°C mostrados en la Fig. 11.

En la mayoría de los ensayos, hubo un ligero incremento en el esfuerzo de la condición estable conforme se extruía la segunda mitad del tocho. Esta tendencia puede atribuirse al flujo de algún material a través de la luz entre la matriz y el recipiente, inhibiendo por consiguiente el movimiento de la matriz y aumentando la fuerza inducida.

De las tres regiones de deformación, la región estable mostró ser la más reproducible. En vista de esto, así como de la relación directa entre el esfuerzo de deformación de steady state y el mecanismo de de-

formación, los resultados experimentales que siguen y el análisis y discusión posteriores se presentarán en términos de los esfuerzos de la condición estable.

Los resultados se presentan en dos secciones: la primera contiene principalmente los resultados obtenidos en la primera serie de experimentos; la segunda contiene las observaciones microestructurales obtenidas en la segunda serie de experimentos.

Como se mencionó arriba, en la sección 4.2.1., la fuerza de extrusión se determinó con una precisión de ± 100 lb. para fuerzas encima de 10,000 lb. y ± 50 lb. por debajo de esta carga. Estas son a su vez, equivalentes a esfuerzos de ± 0.36 y $\pm 0.18 \text{ MNm}^{-2}$, respectivamente. Cuando ocurrían variaciones periódicas en el esfuerzo inducido, se tomaba un valor promedio; la precisión de estas medidas estaba, por consiguiente, entre $\pm 1.5 \text{ MNm}^{-2}$.

5.2. RELACIONES DEL ESFUERZO DE FLUENCIA.

5.2.1. Relación: Esfuerzo-Velocidad de Deformación.-

La data de la condición estable recogida en la primera serie de experimentos se presenta en la Tabla 7 y se grafica logarítmicamente en la Fig. 12, donde el esfuerzo se toma como una variable independiente, a la manera de la data de creep. Deberá notarse que las coordenadas de esta figura se dan en velocidad del émbolo y velocidad de deformación en la escala vertical, y en términos de la fuerza inducida F y el esfuerzo de deformación promedio $\bar{\sigma}$ en la escala horizontal. La

Fig. 13 muestra la misma data en un gráfico semilogarítmico donde se toma la velocidad de deformación como la variable independiente. En las Fig. 12 y 13, cada curva corresponde a una temperatura experimental particular.

En el gráfico logarítmico se puede observar que a través de los puntos de la data se han pasado líneas curvadas con pendientes que aumentan ligeramente, a pesar de que hubiese sido posible acomodar líneas rectas, representando a la ley de potencia, sobre un rango limitado de esfuerzo. A velocidades de deformación por debajo de 10^{-3} , las curvas tienen una pendiente de aproximadamente 5.7, pero a velocidades de deformación mayores la pendiente aumenta hasta un valor de nueve. Esto sugiere que la data no se puede representar adecuadamente por la ley empírica de potencias, (esto es con coeficientes constantes), sobre todo el rango experimental.

Similarmente, el gráfico semi-logarítmico de la Fig. 13, muestra que los puntos de la data se acomodan mejor a curvas de pendiente ligeramente creciente.

Las pendientes de estas curvas varían entre 0.9 y 12.5 MNm^{-2} . Puesto que se pueden pasar líneas rectas paralelas sólo sobre un rango muy limitado de esfuerzos, se concluye que la data no puede ser representada por una ley empírica exponencial (con coeficientes constantes), aún a los mas grandes esfuerzos.

En el capítulo 2 se vió que la tercera forma alternativa de representar la data de deformación a alta temperatura era por medio de la ley

TABLA 7

DATA DEL ESTADO ESTABLE PARA EL HIELO POLICRISTALINO

(Primera serie de Experimentos).

Temperatura °C	Velocidad de Deformación $\frac{1}{s}$	Esfuerzo inducido del Estado Estable MNm^{-2}
- 3.0	5.6×10^{-5}	7.12
- 3.0	1.4×10^{-4}	8.02
- 3.0	5.6×10^{-4}	10.43
- 3.0	1.4×10^{-3}	12.00
- 3.0	5.6×10^{-3}	12.94
- 3.0	1.4×10^{-2}	14.38
- 3.0	2.8×10^{-2}	15.46
- 4.8	5.6×10^{-5}	8.34
- 4.8	1.4×10^{-4}	9.89
- 4.8	5.6×10^{-4}	12.51
- 4.8	1.4×10^{-3}	14.20
- 4.8	5.6×10^{-3}	16.54
- 4.8	1.4×10^{-2}	18.34
- 4.8	5.6×10^{-2}	19.96
- 7.0	5.6×10^{-5}	10.25
- 7.0	1.4×10^{-4}	12.23
- 7.0	5.6×10^{-4}	15.10
- 7.0	1.4×10^{-3}	17.62

TABLA 7

(Continuación).

- 7.0	5.6×10^{-3}	20.86
- 7.0	1.4×10^{-2}	23.73
- 8.5	5.6×10^{-5}	12.58
- 8.5	1.4×10^{-4}	14.74
- 8.5	5.6×10^{-4}	18.52
- 8.5	1.4×10^{-3}	21.93
- 8.5	5.6×10^{-3}	25.89
- 8.5	1.4×10^{-2}	29.13
- 10.2	5.6×10^{-5}	14.40
- 10.2	1.4×10^{-4}	17.20
- 10.2	5.6×10^{-4}	22.00
- 10.2	1.4×10^{-3}	25.89
- 10.2	5.6×10^{-3}	30.40
- 10.2	1.4×10^{-2}	34.80
- 12.0	5.6×10^{-5}	16.40
- 12.0	1.4×10^{-4}	19.60
- 12.0	5.6×10^{-4}	24.80
- 12.0	1.4×10^{-3}	29.48
- 12.0	5.6×10^{-3}	34.52
- 12.0	1.4×10^{-2}	39.20
- 14.2	5.6×10^{-5}	18.88
- 14.2	1.4×10^{-4}	22.80

TABLA 7

(Continuación).

- 14.2	5.6×10^{-4}	28.05
- 14.2	1.4×10^{-3}	32.36
- 14.2	5.6×10^{-3}	39.55
- 14.2	1.4×10^{-2}	46.40
- 16.2	5.6×10^{-5}	21.20
- 16.2	1.4×10^{-4}	25.17
- 16.2	5.6×10^{-4}	32.00
- 16.2	1.4×10^{-3}	37.75
- 16.2	5.6×10^{-3}	44.23
- 16.2	1.4×10^{-2}	51.06
- 18.2	5.6×10^{-5}	25.60
- 18.2	1.4×10^{-4}	29.20
- 18.2	5.6×10^{-4}	37.60
- 18.2	1.4×10^{-3}	42.80
- 18.2	5.6×10^{-3}	50.80
- 18.2	1.4×10^{-2}	58.00
- 20.4	5.6×10^{-5}	29.48
- 20.4	1.4×10^{-4}	34.16
- 20.4	5.6×10^{-4}	42.07
- 20.4	1.4×10^{-3}	48.40
- 20.4	5.6×10^{-3}	59.20
- 20.4	1.4×10^{-2}	66.40

FUERZA INDUCIDA, kN

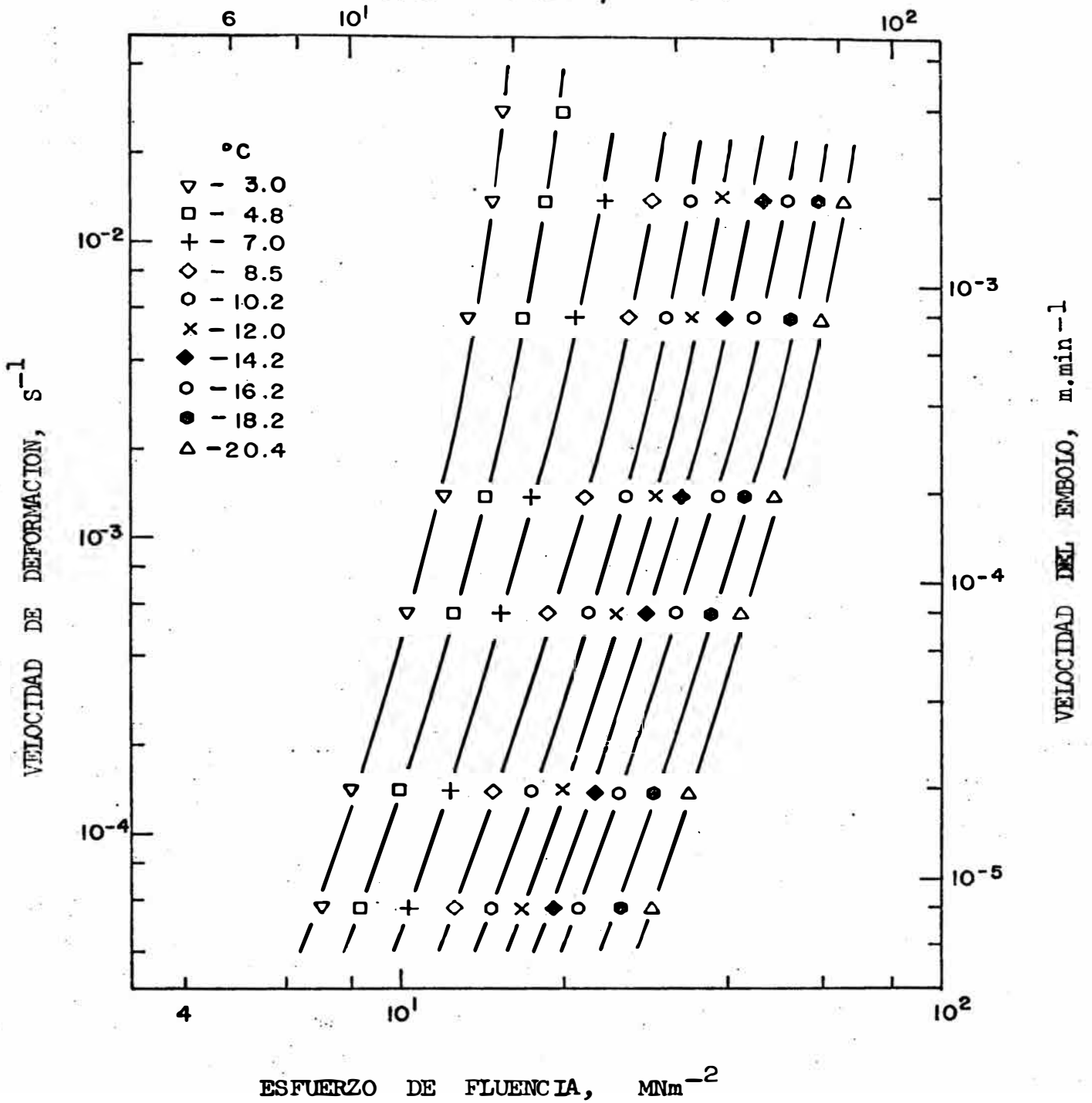


FIG. 12. Efecto del esfuerzo sobre la velocidad de deformación observada en la primera serie de experimentos en hielo policristalino.

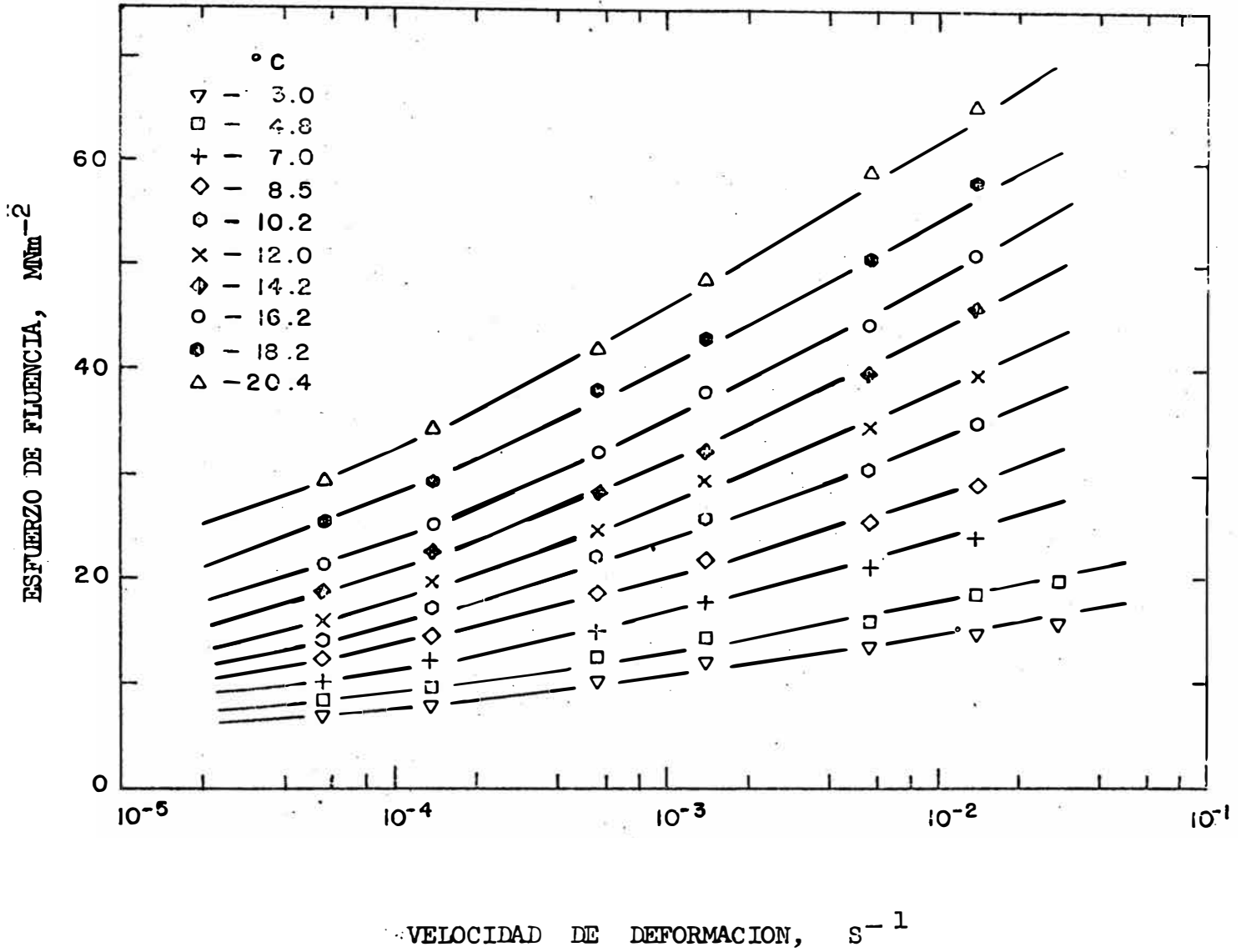


FIG. 13. Efecto de la velocidad de deformación sobre el esfuerzo de fluencia observada en la primera serie de experimentos.

empírica del seno hiperbólico. No se presenta ningún gráfico de acuerdo a esta ley puesto que se puede prever que no podría describir adecuadamente esta data. La ley del seno hiperbólico se reduce a una ley exponencial a altos esfuerzos y a una ley potencial normal a bajos esfuerzos. Como ninguna de estas representaciones es adecuada, queda claro que ninguna de las leyes empíricas pueden usarse para correlacionar la data de extrusión. A pesar de esto, la data puede analizarse completamente en términos de la teoría del desplazamiento termo-activado de las dislocaciones sobre esfuerzos localizados /148/.

5.2.2. Efecto de la Temperatura sobre el Esfuerzo de Fluencia.-

En la Fig. 14 se grafica el esfuerzo de fluencia como una función de la temperatura. Puede verse que el esfuerzo de fluencia depende fuertemente de la temperatura, lo que se hace más acentuado conforme la temperatura decrece; esto es; las pendientes de las curvas que pasan a través de los puntos de la data exhiben una pendiente negativa creciente, conforme la temperatura decrece. Es evidente que, en el rango de temperatura estudiado, pueden distinguirse dos regiones de comportamiento, con una temperatura de transición de alrededor de -10°C entre las dos regiones. En cada una de las dos regiones, se muestran diferentes dependencias de la temperatura.

Este cambio en el efecto de la temperatura se demuestra más claramente por un gráfico semilogarítmico del esfuerzo de deformación versus la temperatura inversa, como en la Fig. 15. Aquí se vé que la temperatura de transición entre las dos regiones es de -10.2°C . En ambas

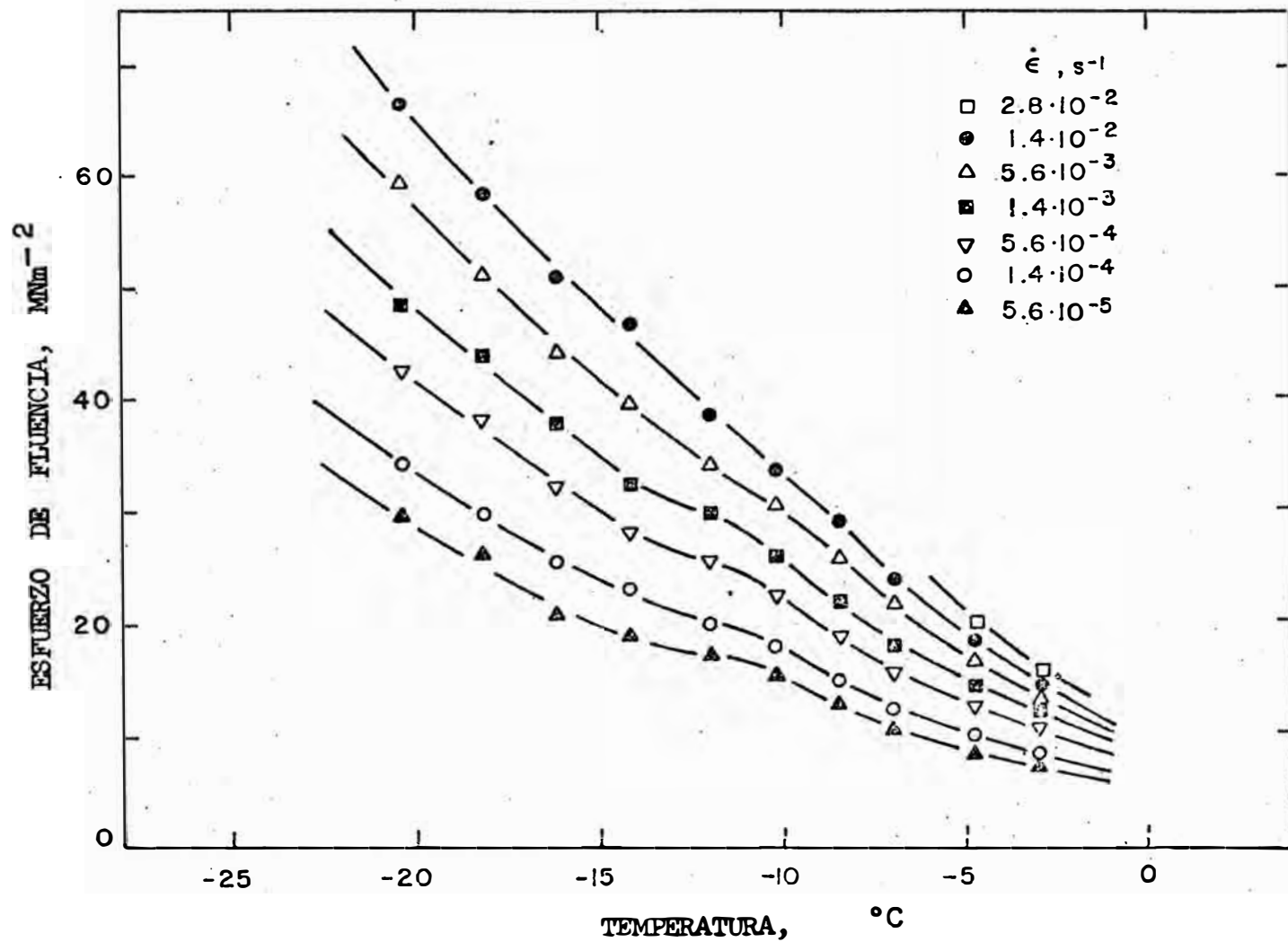


FIG. 14. Efecto de la temperatura sobre el esfuerzo de fluencia para el hielo policristalino a las velocidades de deformación experimentales.

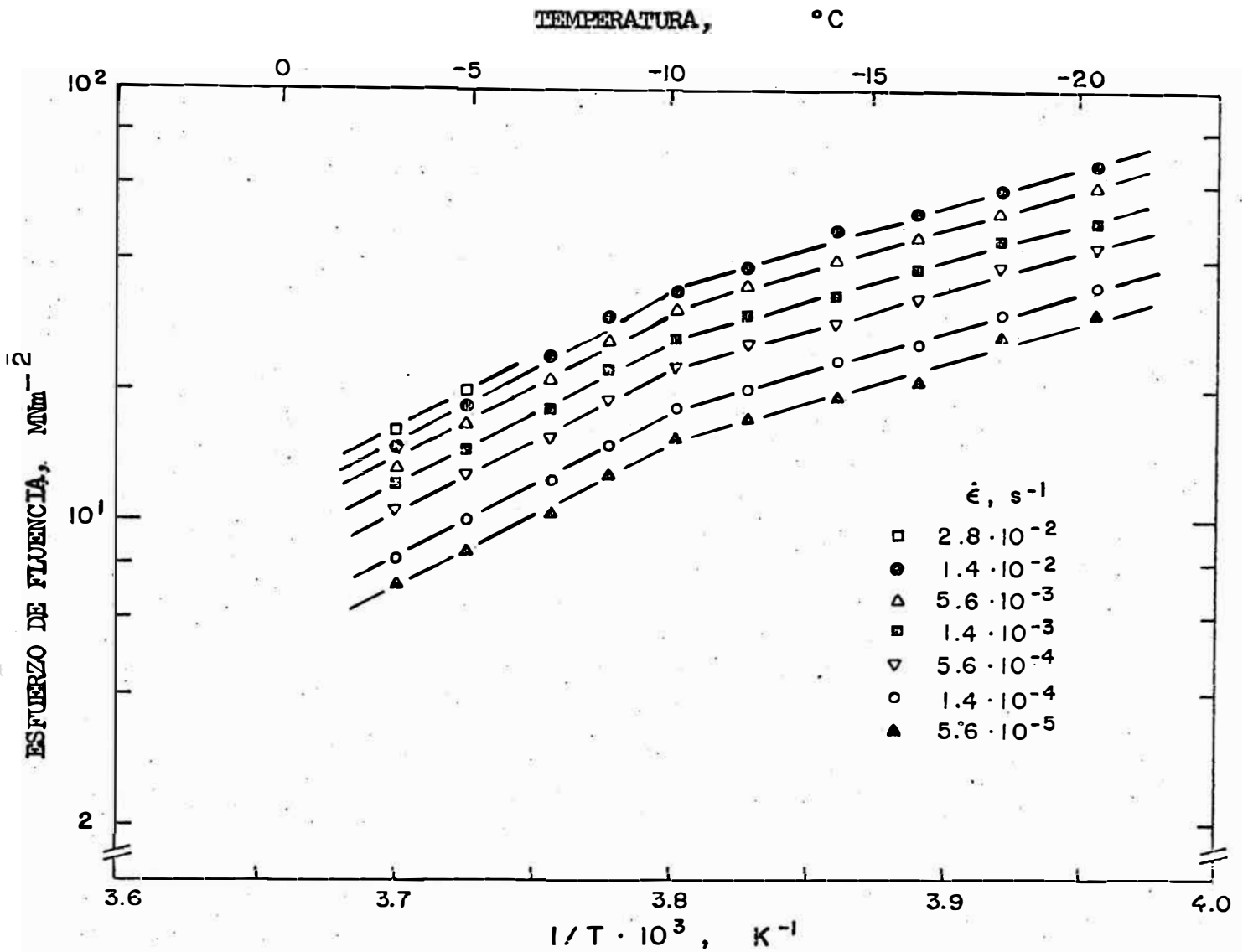


FIG. 15. Relación entre el esfuerzo desarrollado en el estado estable y la inversa de la temperatura a las velocidades de deformación experimentales.

regiones se pueden trazar líneas rectas a través de la data, y es evidente que la pendiente de estas curvas es mayor a más altas temperaturas conduciendo a más altas energías de activación en esta región. La pendiente de las curvas $\left[\ln \sigma / \sigma \right] (1/T)$ es una constante con un valor diferente en cada una de las dos regiones de temperaturas. Este resultado ocurre ser muy importante, como se verá después.

5.2.3. Influencia de la Presencia de Burbujas en el Esfuerzo de Fluencia del Hielo.-

En la segunda serie de experimentos se usaron dos clases de hielo: Un hielo libre de burbujas (Hielo - SB) obtenido de agua deaireada y para propósitos de control, se llevaron a cabo algunos experimentos con hielo conteniendo burbujas (Hielo - CB); esto es, hielo similar al usado en la primera serie de experimentos. Sin embargo, para todos los tochos de la segunda serie de experimentos el recipiente y las superficies de las matrices fueron untadas con grasa de silicona; este procedimiento se omitió en la preparación de los tochos de hielo en la primera serie de experimentos.

Las curvas de deformación de la segunda serie de experimentos fueron similares en forma a aquellas obtenidas anteriormente pero los niveles de esfuerzo fueron más bajos. Esta diferencia en el esfuerzo registrado fué más marcada a la más baja temperatura de -20.5°C . A esta temperatura los esfuerzos fueron alrededor de 20 % más bajos que aquellos que fueron previamente registrados para el mismo tipo de hielo (Hielo - CB).

Esta diferencia significativa entre los resultados previos y los presentes sobre el mismo tipo de hielo puede atribuirse a la lubricación con grasa silicona en la interface matriz/recipiente.

También se observó una diferencia de 5 á 15 % entre los dos tipos de hielo de la segunda serie (Hielo SE y CB, preparados ambos con recipientes untados con grasa) al extruirse bajo las mismas condiciones experimentales. Esta última diferencia puede atribuirse al efecto en endurecedor de las burbujas. Otro posible factor que puede haber tenido un pequeño efecto fue la ligera diferencia en la temperatura entre las dos temperaturas experimentales más bajas de las dos series de experimentos (- 20.4 y - 20.5°C), puesto que hay una dependencia marca da en la temperatura en este rango de temperatura.

Durante la deformación a las más altas velocidades de deformación, se desarrollaron grietas transversales, que rompieron las barras extruidas en pequeños discos, los cuales eran más delgados a - 20.5°C que á - 3°C. En contraste, a bajas velocidades de deformación este fenómeno no ocurrió obteniéndose sólidas barras extruidas.

Esto puede deberse al hecho de que los esfuerzos de compresión establecidos por la matricería no fueron lo suficientemente grandes para prevenir la formación de grietas a las altas velocidades de deformación. Este efecto también se ha observado en la extrusión de metales /160/.

Las fuerzas registradas y los esfuerzos correspondientes, se presentan en la Tabla 8 y en las Figs. 16 y 17 en gráficos logarítmicos y

TABLA 8

DATA DEL ESTADO ESTABLE PARA EL HIELO POLICRISTALINO

(Segunda Serie de Experimentos).

Tipo de Hielo	Temp. °C.	Velocidad de Deformación s^{-1}	Fuerza KN	Esfuerzo MNm^{-2}
Hielo SB *	- 3.0	5.6×10^{-4}	10.7	8.6
Hielo SB	- 3.0	5.6×10^{-4}	11.1	9.0
Hielo SB	- 3.0	5.6×10^{-2}	18.2	14.7
Hielo SB	- 3.0	5.6×10^{-2}	21.4	17.1
Hielo SB	- 3.0	5.6×10^{-2}	21.8	17.6
Hielo SB	- 3.0	2.3×10^{-1}	28.0	22.6
Hielo SB	- 3.0	4.6×10^{-1}	33.4	27.0
Hielo CB **	- 3.0	5.6×10^{-4}	13.3	10.8
Hielo CB	- 3.0	5.6×10^{-3}	16.0	12.9
Hielo CB	- 3.0	5.6×10^{-2}	21.4	17.3
Hielo SB	- 20.5	5.6×10^{-4}	27.7	22.4
Hielo SB	- 20.5	5.6×10^{-3}	42.3	34.2
Hielo SB	- 20.5	5.6×10^{-3}	38.7	31.3
Hielo SB	- 20.5	5.6×10^{-2}	69.0	55.8
Hielo SB	- 20.5	2.3×10^{-1}	98.0	79.2
Hielo CB	- 20.5	5.6×10^{-4}	30.0	24.3
Hielo CB	- 20.5	5.6×10^{-3}	51.2	41.4
Hielo CB	- 20.5	5.6×10^{-2}	69.8	56.4

* Hielo SB - Hielo sin burbujas.

Hielo CB - Hielo con burbujas.

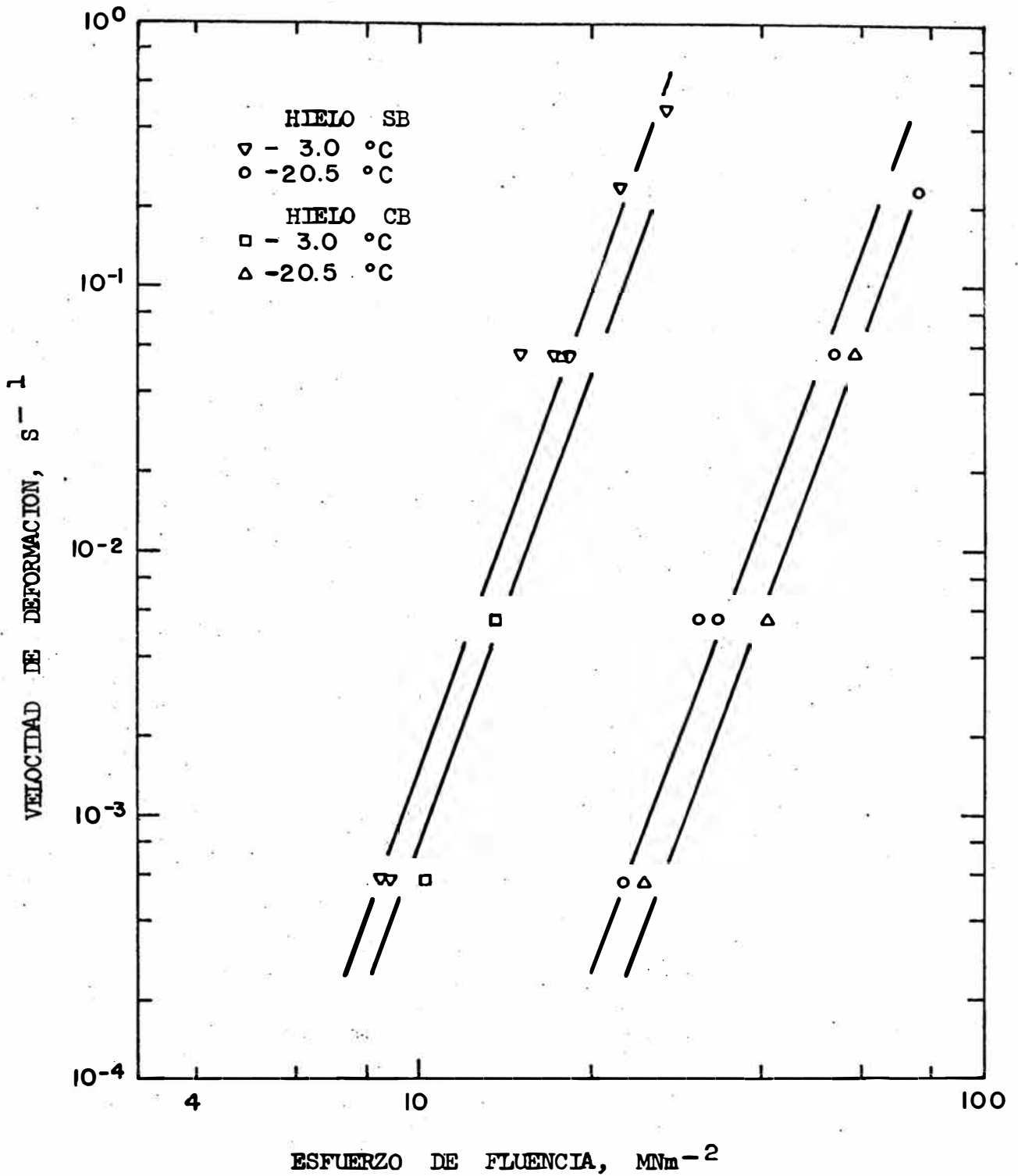


FIG. 16. Efecto del esfuerzo sobre la velocidad de deformación observado en la segunda serie de experimentos sobre el hielo policristalino.

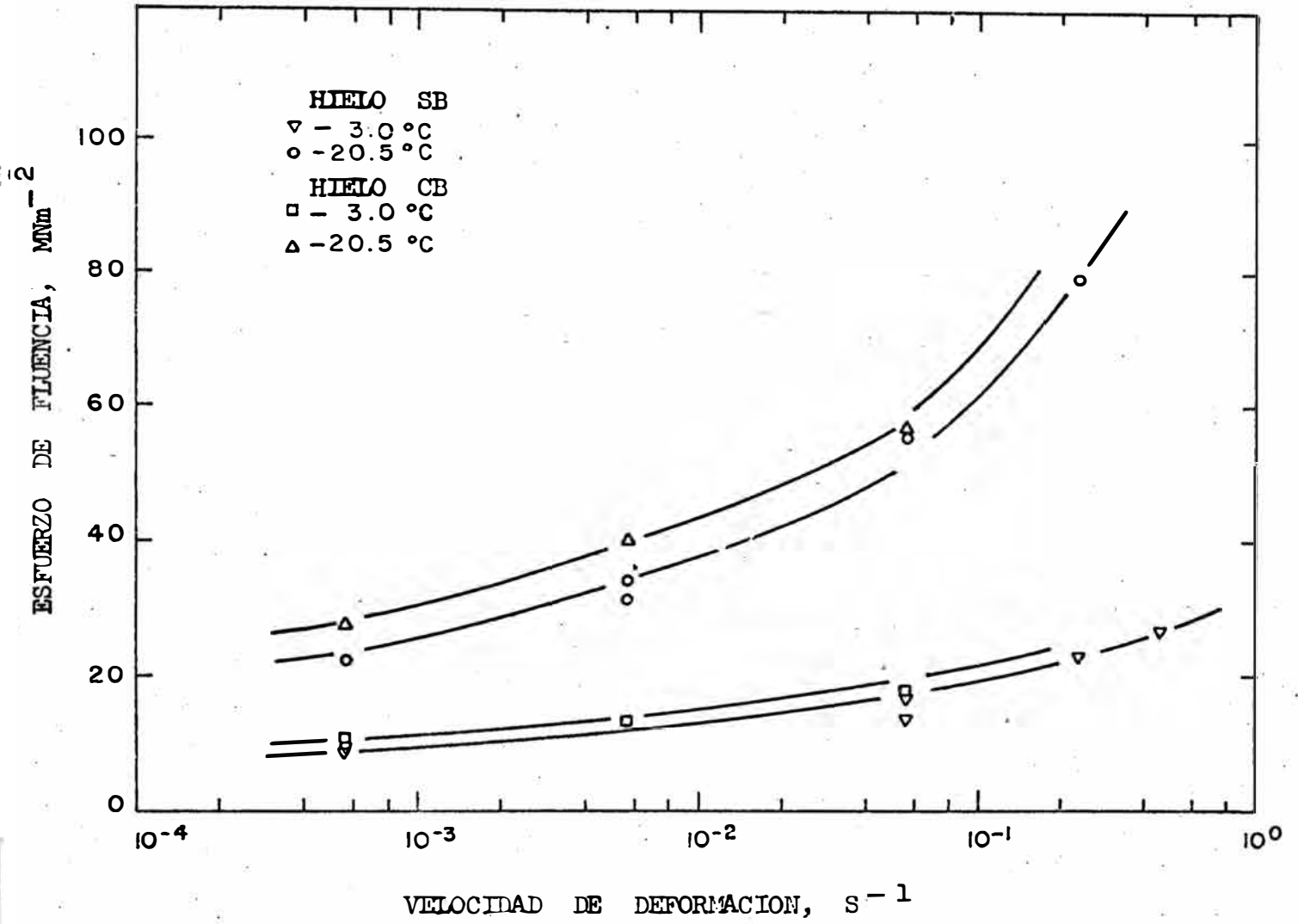


FIG. 17. Efecto de la velocidad de deformación sobre el esfuerzo de fluencia, observado en la segunda serie de experimentos con hielo policristalino.

semi-logarítmicos, respectivamente. Se pueden asimilar líneas rectas a través de los puntos experimentales en la Fig. 16, que pueden aproximarse por la siguiente expresión:

$$\epsilon = A \sigma^{5.7} \quad (5-1)$$

Aquí 5.7 es la pendiente del gráfico log-log, y A es una constante que depende de la temperatura y del tipo de hielo usado.

Parece ser que la ley de potencia es la mejor aproximación para describir la data limitada de esta serie de experimentos, y por simplicidad se adopta aquí para la correlación con las mediciones de tamaño de grano. De la Fig. 17 puede verse que los puntos experimentales no pueden asimilarse a líneas rectas y por consiguiente la ley exponencial no es adecuada para describir esta data.

5.3. OBSERVACIONES MICROESTRUCTURALES.

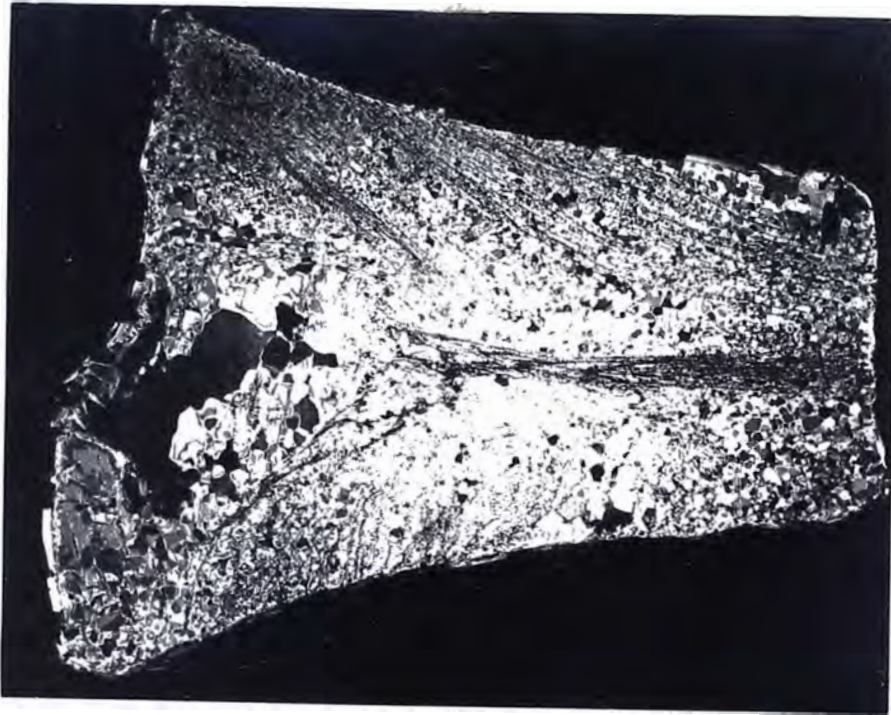
5.3.1. Microestructuras del Estado Estable.-

Las muestras extruídas fueron seccionadas y montadas dentro de una hora de la extrusión y la preparación, examen y fotografía se concluyeron en dos horas más. Se tomaron unas cuantas muestras de algunas de las barras y se prepararon para examinarlas al día siguiente con el objeto de observar cualquier cambio posible en la microestructura debida a la espera prolongada. Debería notarse que la cámara fría se mantenía a una temperatura de -12°C , que corresponde a una temperatura homóloga de $0.95 T_m$ para el hielo; consecuentemente podría esperarse una considerable recristalización estática.

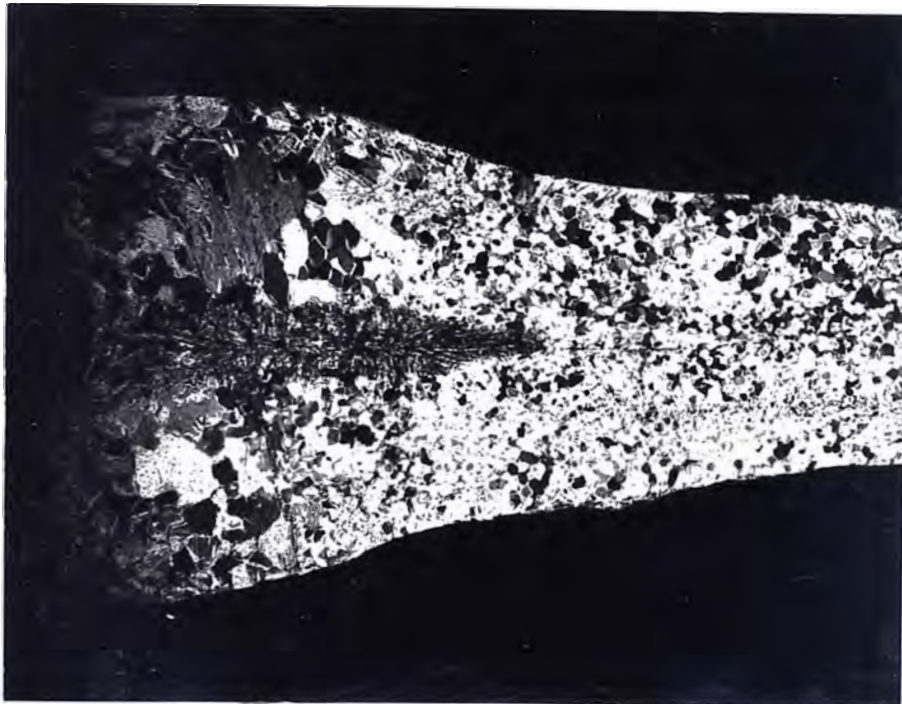
Todas las barras examinadas tenían una estructura completamente recristalizada de granos equiaxiales cuando se observó en las secciones longitudinales y transversales. Hubo poca evidencia de elongación de granos. Aunque no se hizo mediciones de orientación de granos en este estudio, es evidente de las micrografías que el contraste de granos variaba ampliamente sobre toda la sección de todas las muestras. Puesto que el contraste de los granos, bajo la luz polarizada, depende de la orientación del cristal, la distribución aproximadamente al azar del contraste de granos sugiere que no había marcada orientación preferencial en las muestras extruidas.

Al examinar las muestras, se podían distinguir tres regiones de tamaño de grano diferente y distribución de tamaños en las secciones transversal y longitudinal de una barra extruida: una región periférica consistente de granos grandes y pequeños, una región anular intermedia con granos de tamaño bastante uniforme, y un núcleo central de granos muy finos. De estas tres regiones, la intermedia se consideró como la más representativa del material deformado y característica de las condiciones de extrusión. Los granos periféricos pueden haber sido afectados por la fricción entre el tocho y la matriz, mientras que el tamaño de grano central estaba claramente influenciado por la presencia de burbujas de aire.

Las secciones longitudinales del material que pasa a través de la matriz se muestra en las Figs. 18a y 18b, que corresponden a altas y bajas velocidades, respectivamente. El área de diámetro mayor es la parte del tocho que no se ha comenzado a extruir; los granos relati-



(a)



(b)

FIG. 18. Sección longitudinal del tocho de hielo pasando a través de la matriz, que ilustra el cambio de microestructura producido por la deformación.

(a) Extruida a -20.5°C y $1.4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. X 2.2.

(b) Extruida a -20.5°C y $5.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. X 1.8.

vamente grandes del tocho sin deformar se muestran claramente al lado izquierdo de la micrografía. El material extruído se caracteriza por granos relativamente finos. El rechupe con burbujas puede también observarse a lo largo del eje de extrusión, con su diámetro disminuyendo conforme ingresa a la matriz. Es evidente que el material fluye a través de la matriz de una manera convergente y que el anillo central tiende a fluir más fácilmente que el material cerca de la superficie de la matriz. Este fenómeno se demuestra más claramente en las piezas que fueron producidas a las más altas velocidades de deformación, esto es Fig. 18a. Es también notorio en la Fig. 18b que se forman grietas transversales justo antes de que el material ingrese a la matriz. Este efecto se discutirá en más detalle más adelante.

FORMACION DE SUBESTRUCTURA.

Un examen cuidadoso de las microestructuras revela la presencia de una red fina de sublímites dentro de los granos de la barra extruída. En las Figs. 19 y 31 se observa una estructura de subgranos. La presencia de una estructura de subgranos fue más apreciable a velocidades de deformación por encima de $5.6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, aunque las subestructuras estuvieron algunas veces presentes en barras extruídas a velocidades de deformación de $5.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

La presencia de una subestructura de deformación dentro de los granos recristalizados más pequeños de las barras extruídas sugiere que la subestructura fue formada después que los nuevos granos recristalizados se formaron. Consecuentemente, la recristalización debe haber tenido lugar durante la deformación; esto es, son granos recristali-

zados dinámicamente y no se formaron estáticamente durante el intervalo de tiempo entre la extrusión y el examen.

No fue posible estudiar la estructura de subgranos en más detalle, debido a las limitaciones de la técnica del pulido de muestras y a la magnificación del equipo fotográfico.

5.3.2. Mediciones del Tamaño de Grano.-

Las mediciones del tamaño de grano se hicieron sobre fotografías ampliadas de las micrografías. Se usaron dos técnicas de la intercepción lineal media, una para las secciones transversales y la otra para las secciones longitudinales. Para las secciones transversales, se trazaron dos círculos concéntricos con perímetros de 150 y 200 mm. sobre una hoja de acetato transparente. Esta hoja se colocó sobre copias de las micrografías, las cuales tenían una magnificación promedio de 4.2. Se determinó el número de granos que intersectaban los círculos. De este modo se encontró el número total de granos contenidos en una longitud real promedio de 83 mm. La intercepción lineal promedio \bar{l} se determinó entonces de la fórmula:

$$\bar{l} = \frac{350}{M \times N} \quad (5-2)$$

donde M es la magnificación y N el número total de granos contados. Para las secciones longitudinales los círculos se reemplazaron por cuatro líneas rectas con una longitud total de 400 mm., y las intercepciones lineales promedio se determinaron del mismo modo; esto es $\bar{l} = 400/M \times N$.

Todas las mediciones se hicieron en el anillo intermedio descrito arriba, que se juzgó ser el más representativo del proceso de deformación. El diámetro de grano medio, \bar{d} , se calculó de la intercepción lineal media, a través de la fórmula introducida por Hilliard /161/:

$$\bar{d} = 1.776 \ell \quad (5-3)$$

Aquí, la constante se obtiene de asumir que todos los granos son uniformes en tamaño y de forma tetradodecaedro (48 caras). Los diámetros de granos y los errores standard introducidos por la técnica de medición se dan en la Tabla 9.

Las microestructuras típicas de las secciones transversal y longitudinal para cada una de las condiciones experimentales con el hielo libre de burbujas, se muestran en las Figs. 19 á 26. Similarmente las microestructuras para el hielo conteniendo burbujas se muestran, en las Figs. 27 á 32 claramente, se observa que los tamaños de grano fueron mas pequeños en el hielo conteniendo burbujas para idénticas condiciones de deformación.

Puede verse de las micrografías, que el aumento en la velocidad de deformación conduce a una disminución en el tamaño de grano. Así un aumento en la velocidad de deformación de 5.6×10^{-4} hasta $2.3 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ trajo una disminución en el tamaño de grano de alrededor de 32 %, que es equivalente a aproximadamente una disminución de 12% por cada orden de magnitud de aumento en la velocidad de deformación. Se notó un muy ligero aumento en el efecto de la velocidad de deformación cuando la temperatura bajaba a -20.5°C , aunque esta diferencia puede de-

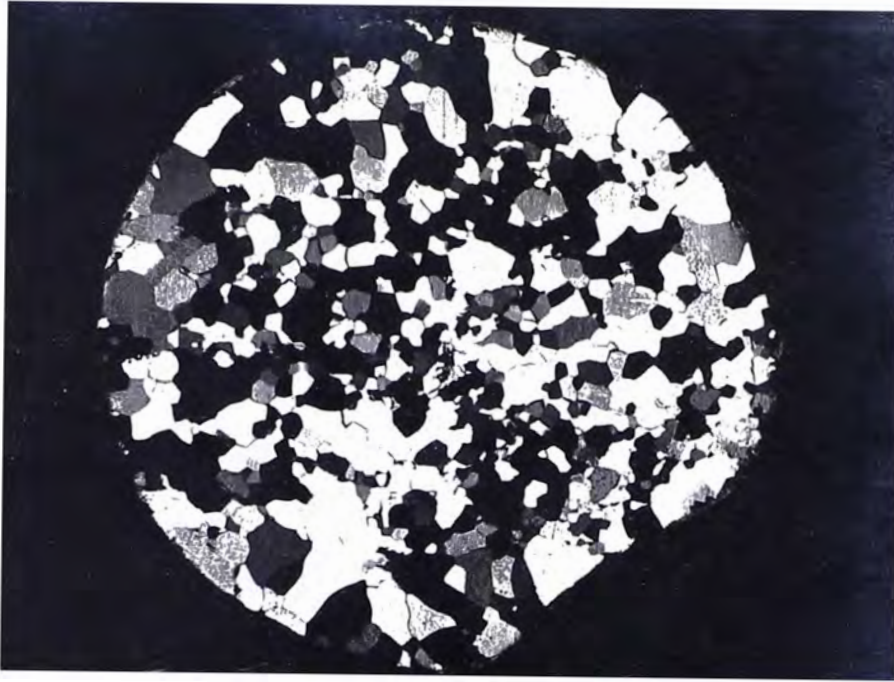
TABLA 9
=====

TAMAÑO DE GRANO DE LAS BARRAS EXTRUIDAS DE HIELO.

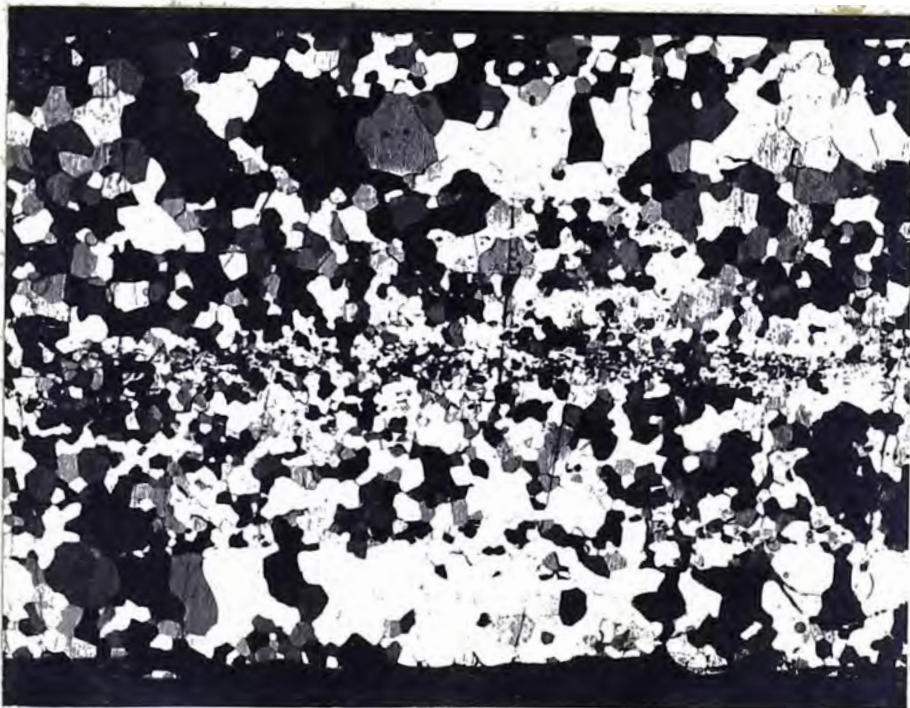
Tipo de Hielo.	Velocidad de Deformación.	- 3.0°C.		- 20.5°C.	
		Diámetro.	Error Standard.	Diámetro.	Error Standard.
Hielo SB *	5.6×10^{-4}	1.58	0.08	0.99	0.07
Hielo SB	5.6×10^{-3}	1.61	0.07	0.79	0.02
Hielo SB	5.6×10^{-2}	1.45	0.01	0.68	0.03
		1.38	0.03		
		1.40	0.01		
Hielo SB	2.3×10^{-1}	1.12	0.06	0.64	0.04
Hielo SB	4.6×10^{-1}	1.23	0.06		
Hielo CB **	5.6×10^{-4}	1.16	0.01	0.77	0.03
Hielo CB	5.6×10^{-3}	1.12	0.01	0.69	0.02
Hielo CB	5.6×10^{-2}	1.06	0.04	0.62	0.03

* Hielo SB - Hielo sin burbujas.

** Hielo CB - Hielo con burbujas.



(a)



(b)

FIG. 19. Microestructura típica de hielo sin burbujas extruido a $5.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ y -3°C . Luz Polarizada:

- (a) Sección transversal. $\times 4.1$. Nótese la subestructura.
 (b) Sección longitudinal. $\times 4.5$.



(a)

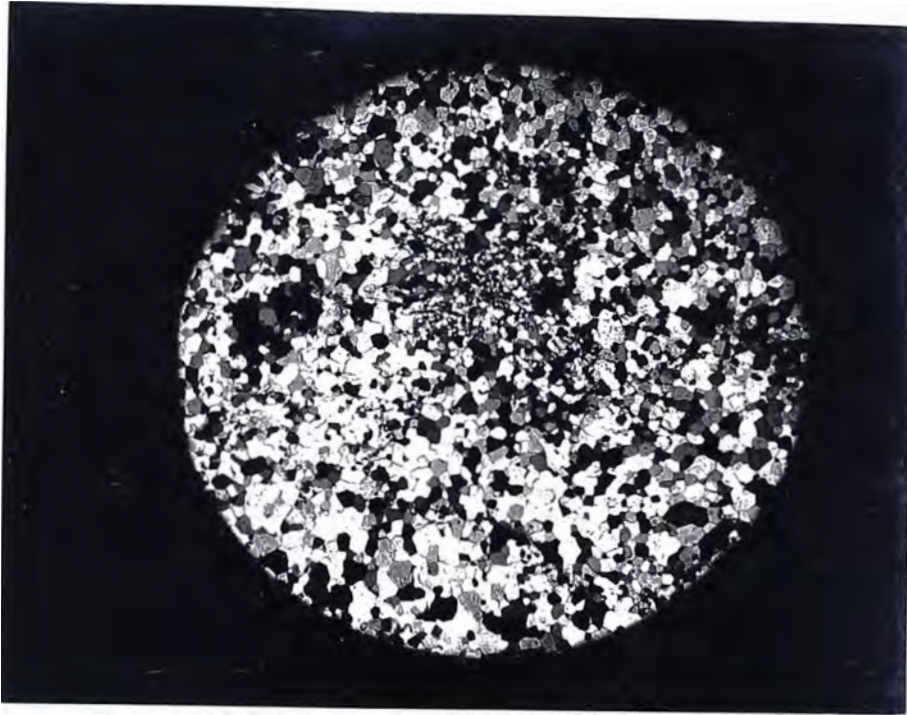


(b)

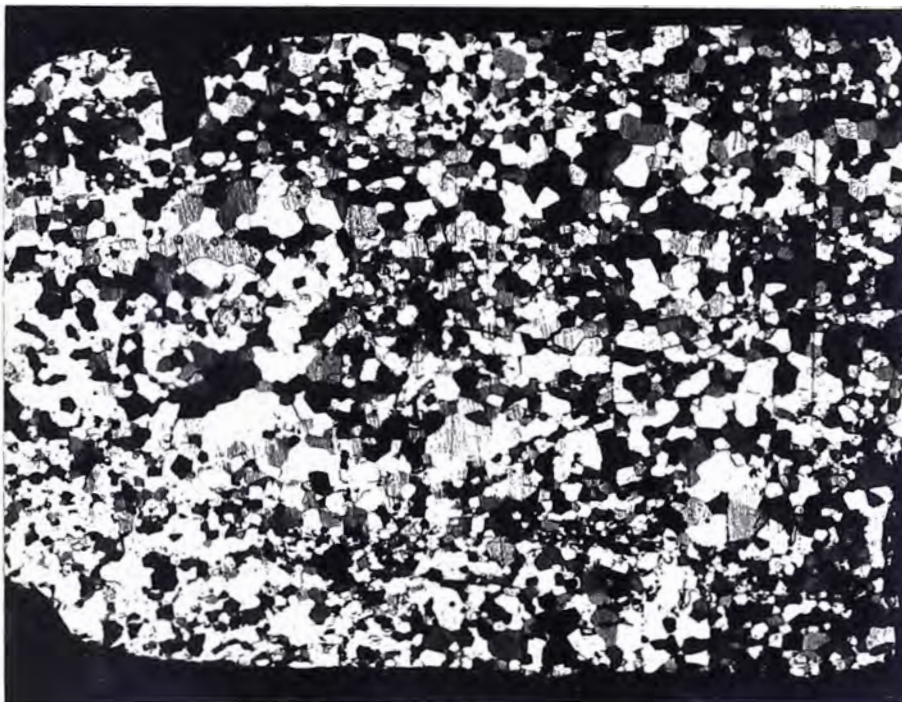
FIG. 20. Hielo sin burbujas extruido a $5.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ y -20.5°C ,
Luz Polarizada, X 4.0.

(a) Sección transversal. Nótese la subestructura en algunos de los granos.

(b) Sección longitudinal.



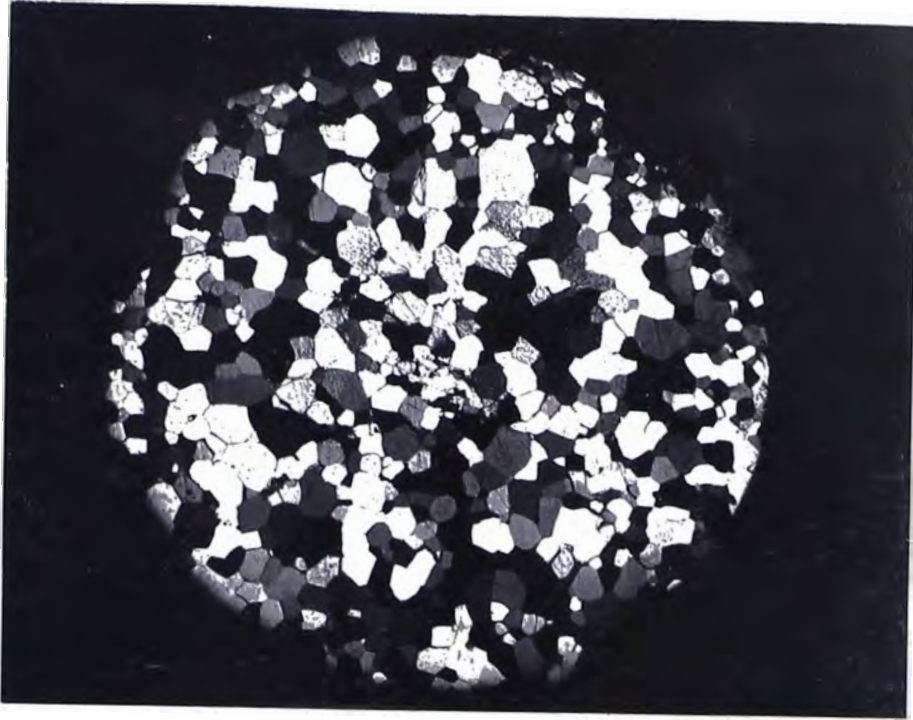
(a)



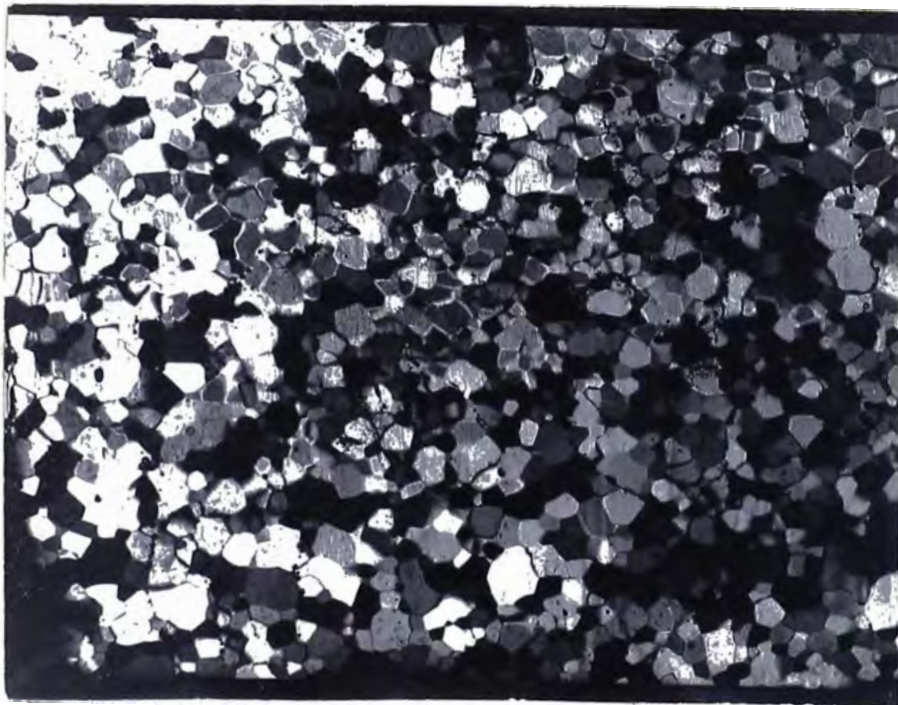
(b)

FIG. 21. Hielo sin burbujas extruido a $5.6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ y -20.5°C .
Luz Polarizada, X 4.0.

- (a) Sección transversal. Nótese la subestructura en algunos granos.
(b) Sección longitudinal.



(a)

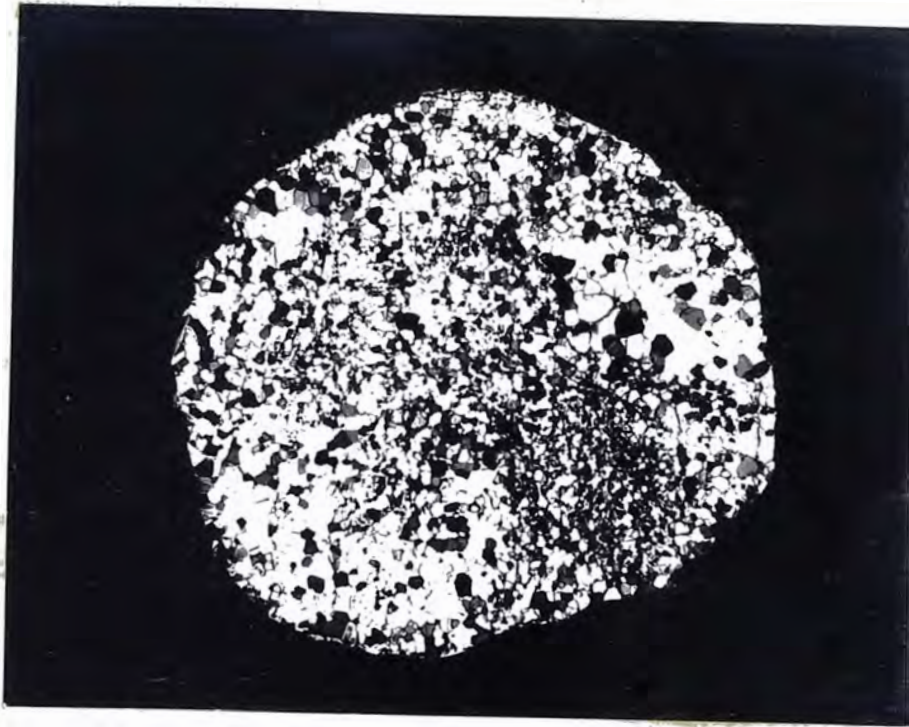


(b)

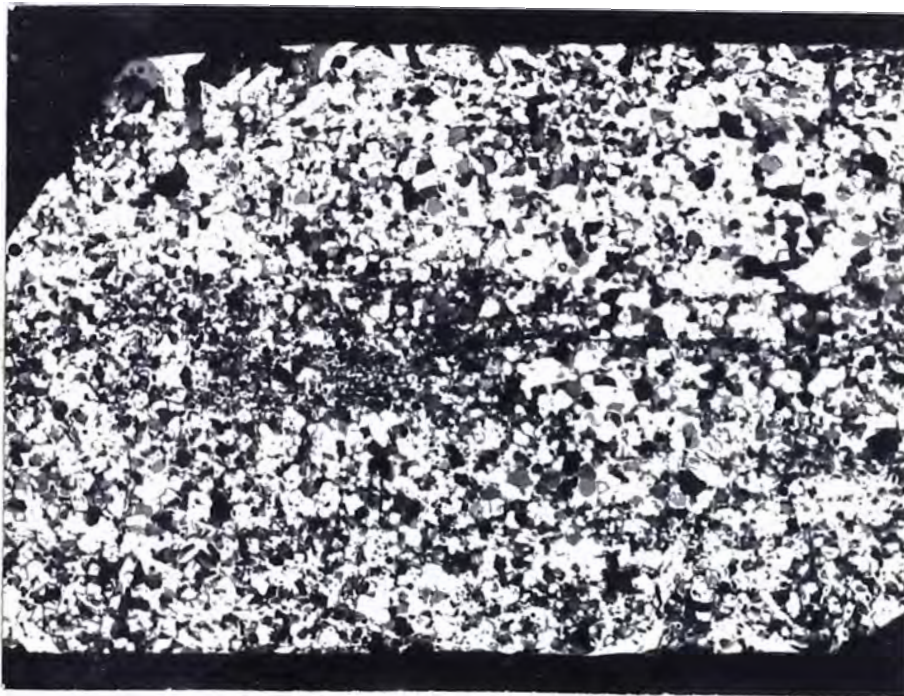
FIG. 22. Hielo sin burbujas destruido a una velocidad de deformación de $5.6 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y -3°C . Luz Polarizada.

(a) Sección transversal, X 4.3.

(b) Sección longitudinal X 4.0.



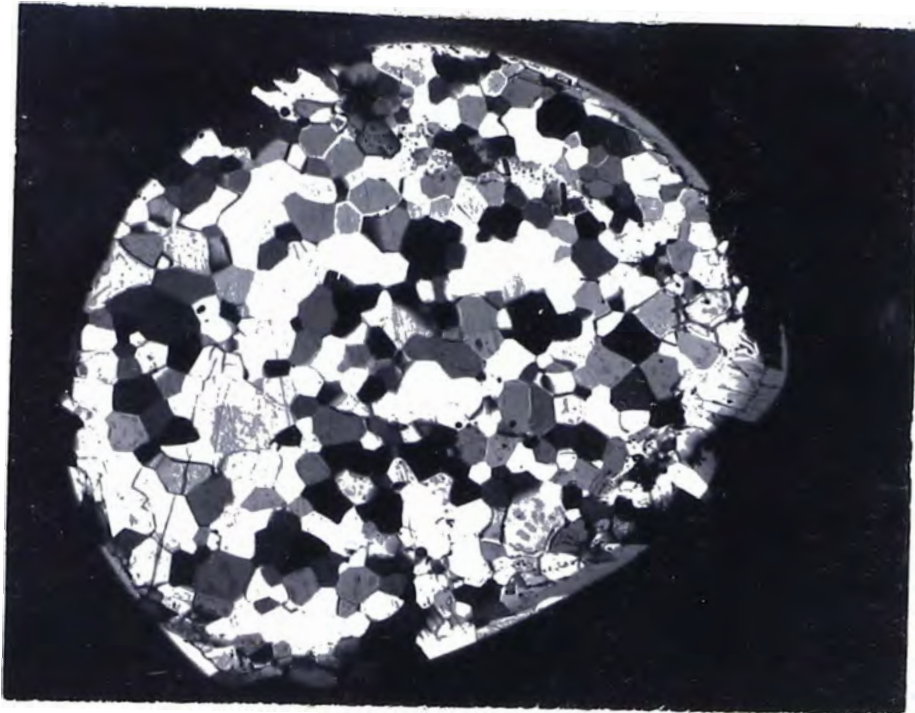
(a)



(b)

FIG. 23. Hielo sin burbujas extruido a $5.6 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y 20.5°C .
Luz Polarizada, X 4.3.

- (a) Sección transversal. Nótese la subestructura en algunos granos.
(b) Sección longitudinal.



(a)

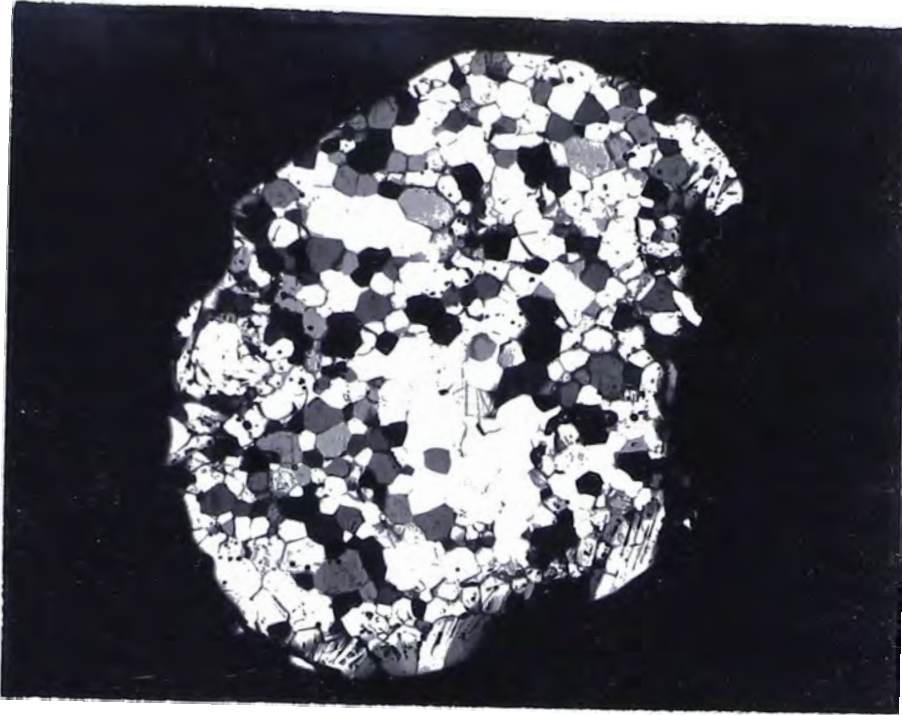


(b)

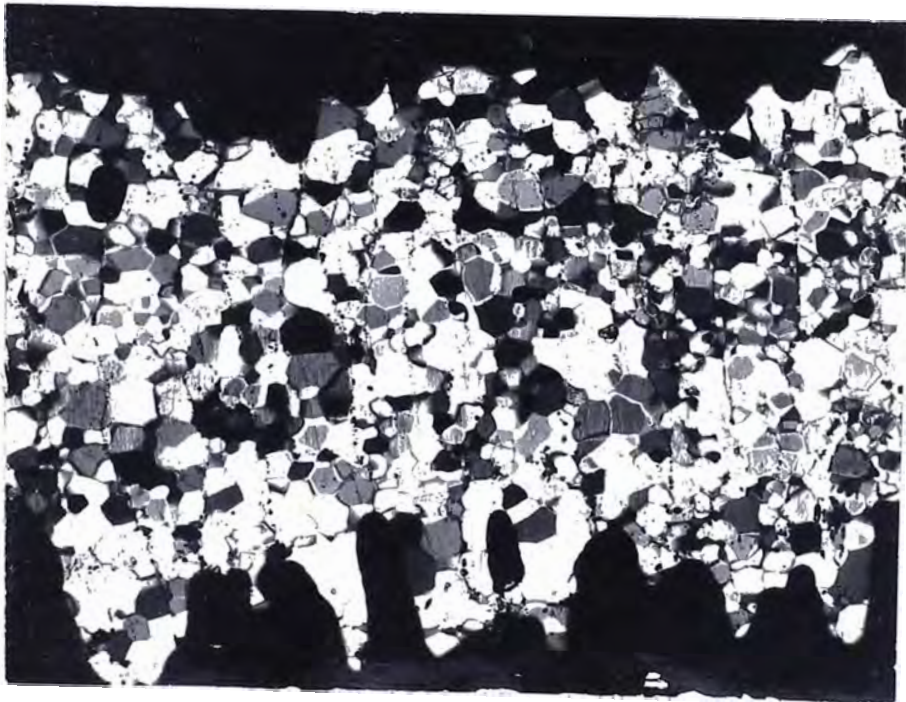
FIG. 24. Hielo sin burbujas extruido a $2.3 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ y -3°C .
Luz Polarizada, X 6.8.

(a) Sección transversal.

(b) Sección longitudinal.



(a)

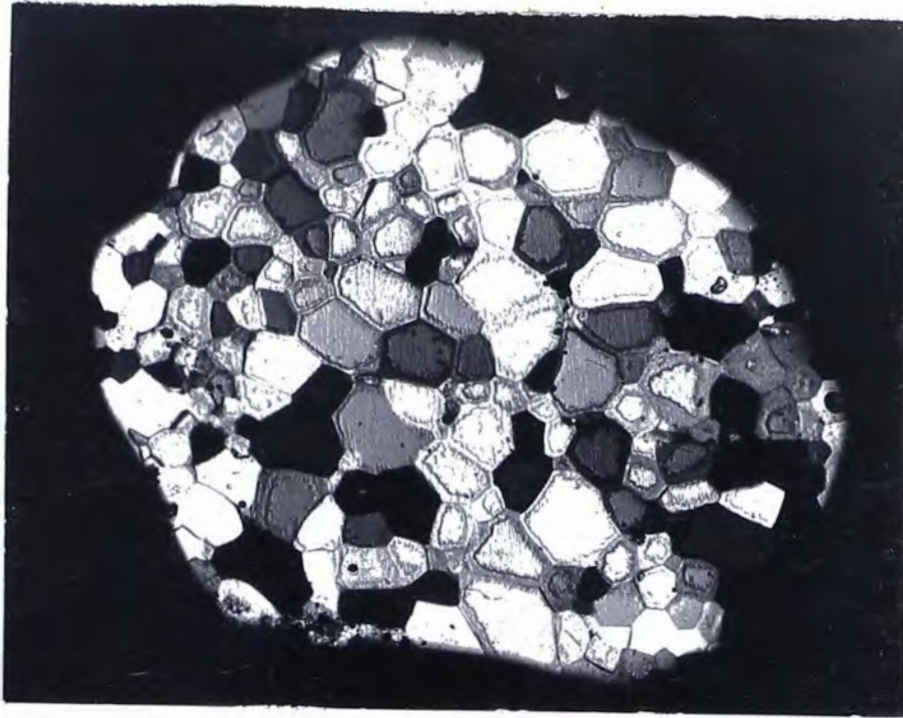


(b)

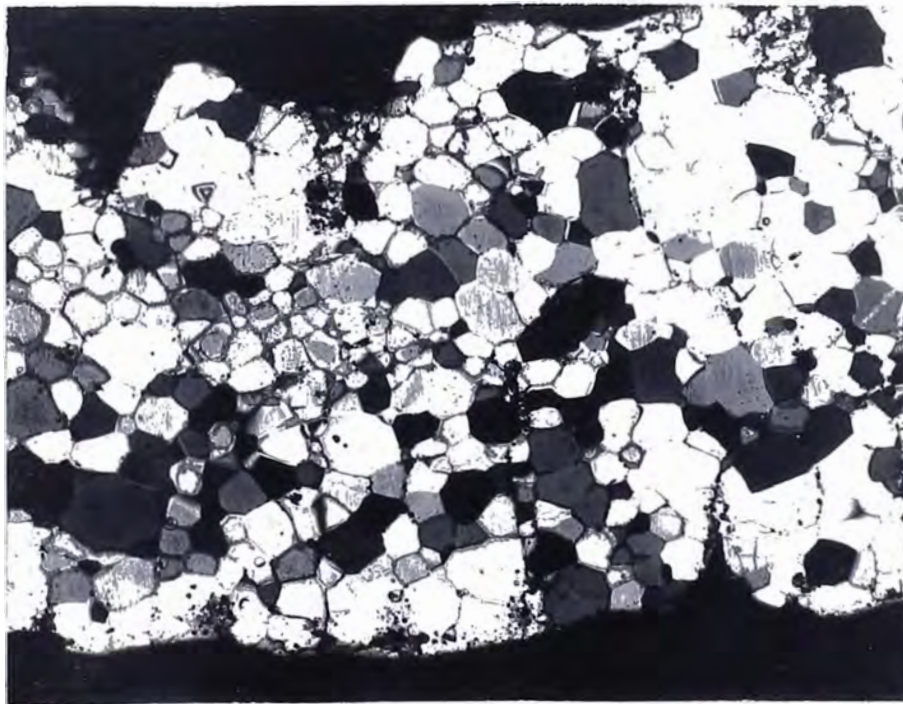
FIG. 25. Hielo sin burbujas extruido a $2.3 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ y 20.5°C .
Luz Polarizada.

(a) Sección transversal X 6.9.

(b) Sección longitudinal X 5.5.



(a)

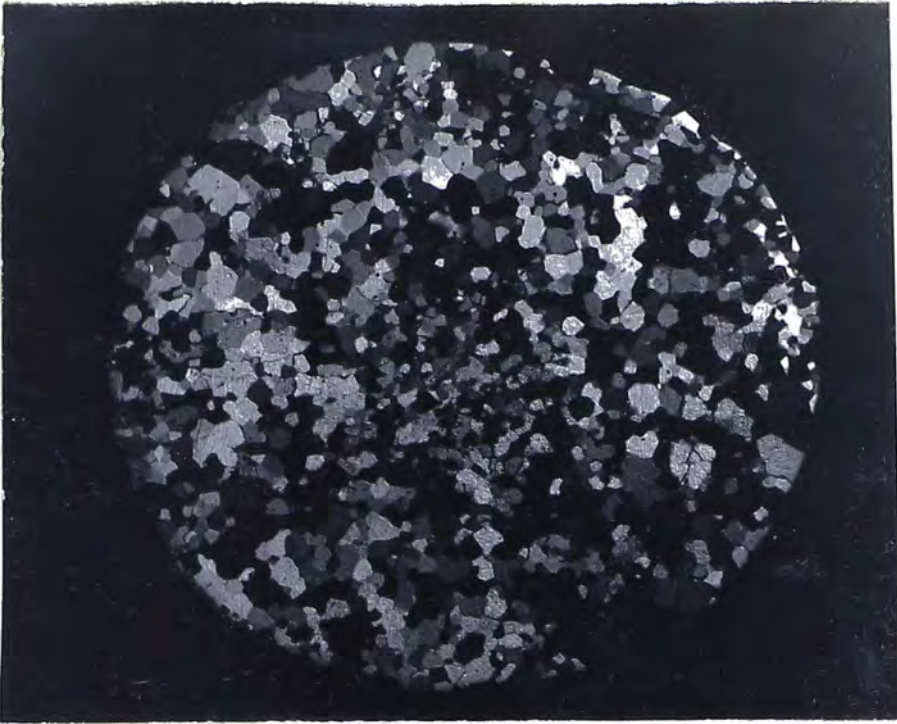


(b)

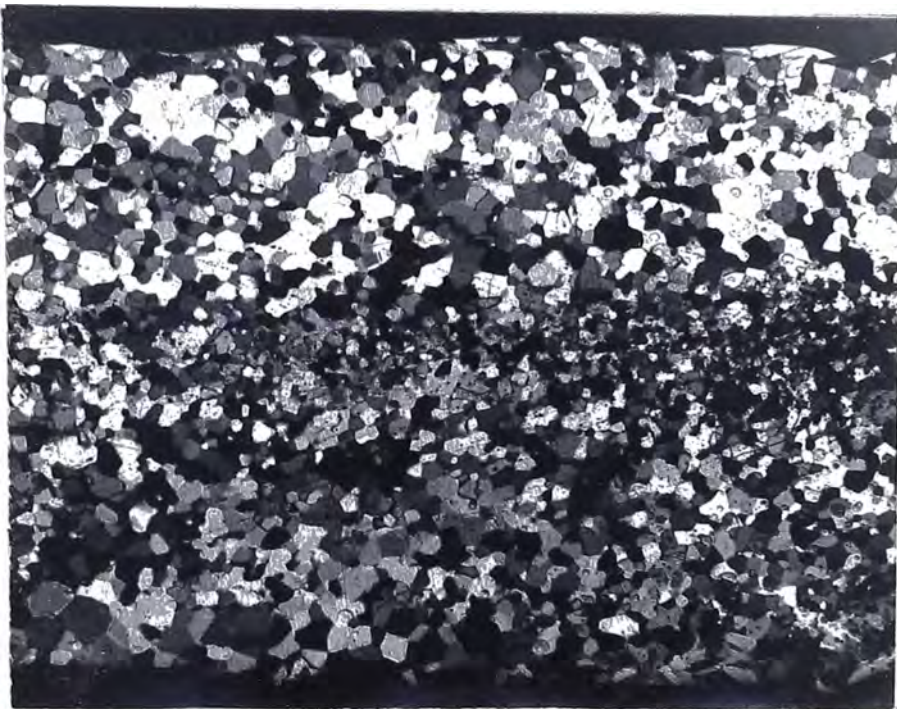
FIG. 26. Hielo sin burbujas extruido a $4.6 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ y -3°C .
Luz Polarizada.

(a) Sección transversal. X 6.8.

(b) Sección longitudinal. X 4.4.



(a)

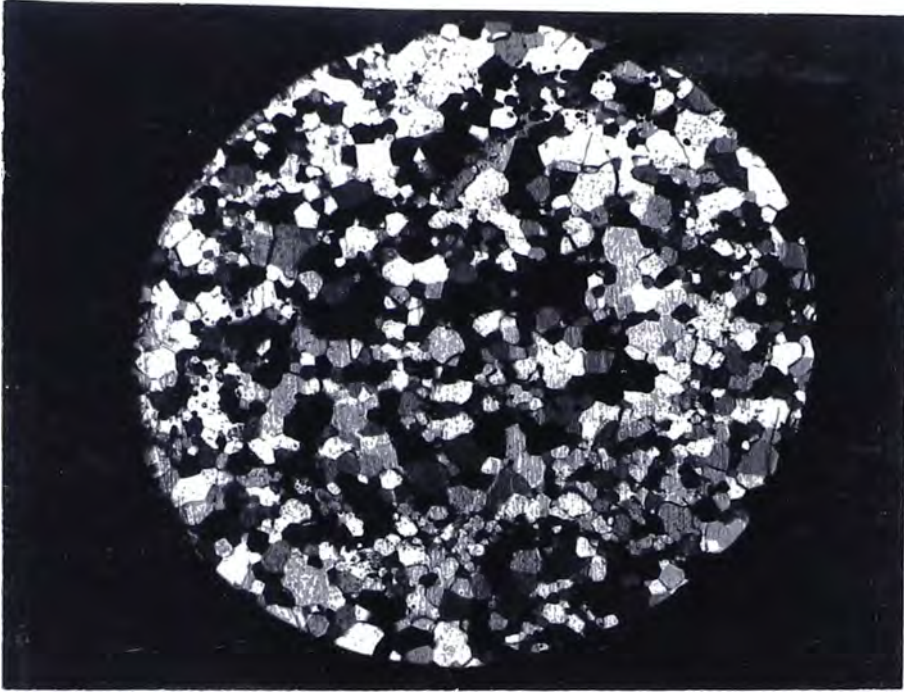


(b)

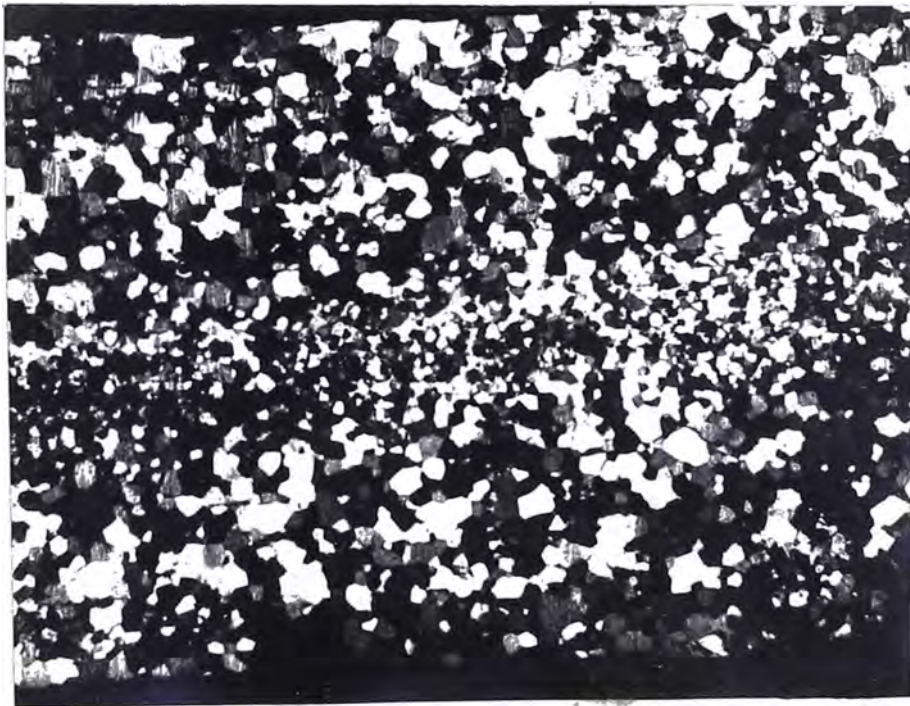
FIG. 27. Hielo con burbujas extruido a $5.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ y 3°C . Luz Polarizada.

(a) Sección transversal X 4.2

(b) Sección longitudinal X 4.1.



(a)

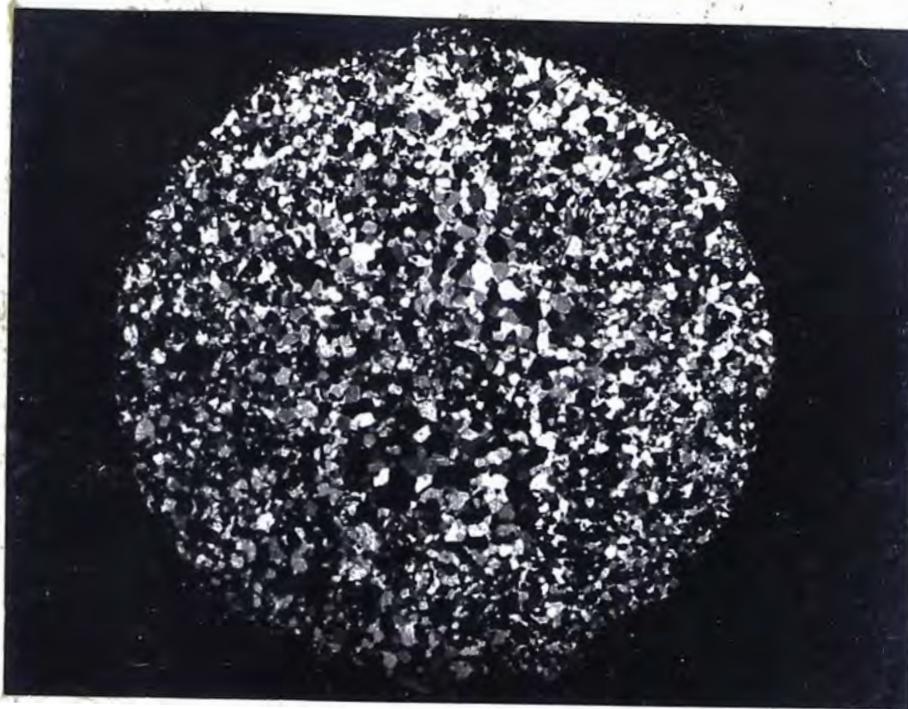


(b)

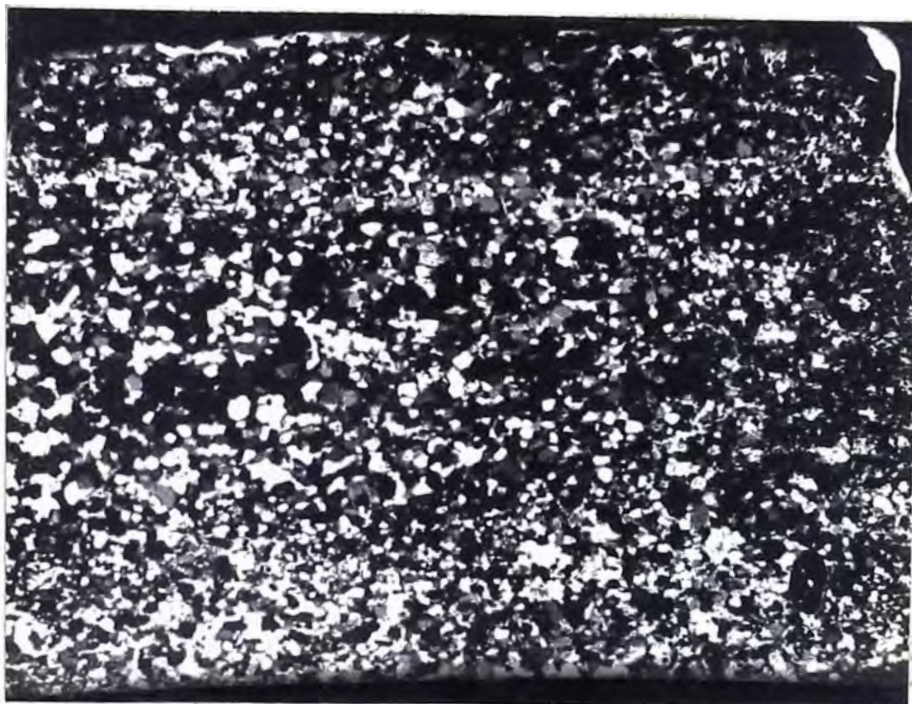
FIG. 29. Hielo con burbujas extruido a $5.6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ y -3°C .
Luz Polarizada. X 4.0.

(a) Sección transversal.

(b) Sección longitudinal.



(a)

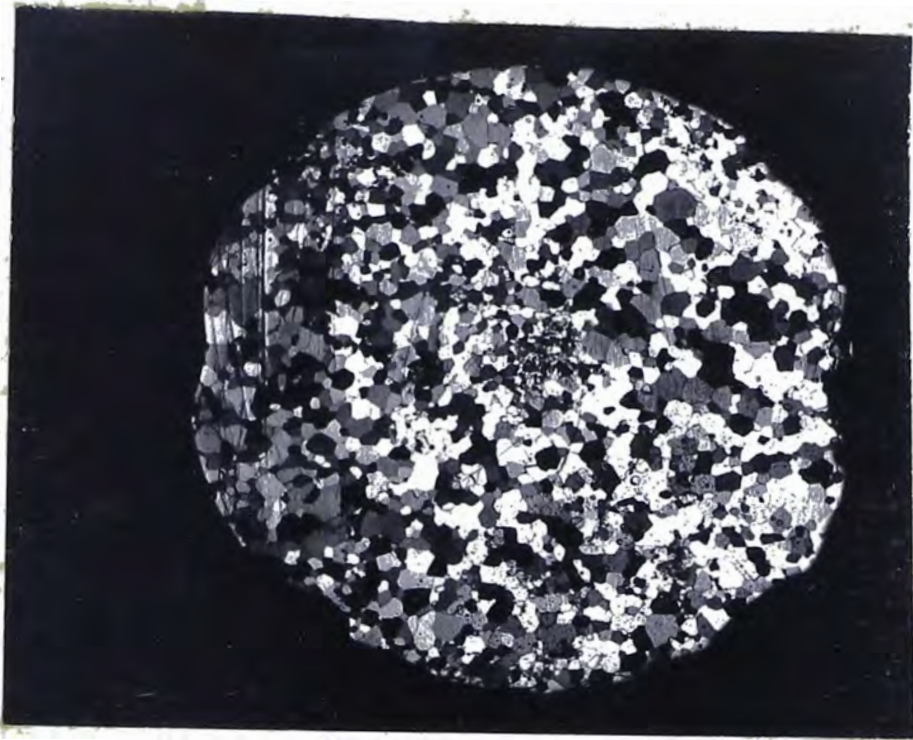


(b)

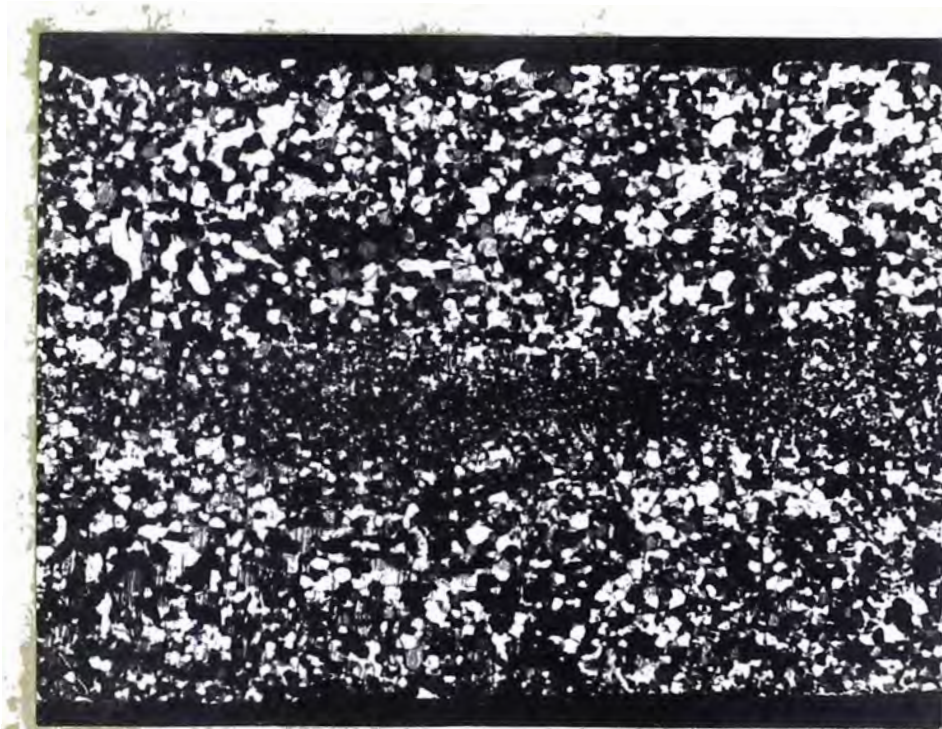
FIG. 28. Hielo con burbujas extruido a $5.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ y -20.5°C .
Luz Polarizada. X 4.2.

(a) Sección transversal.

(b) Sección longitudinal.



(a)

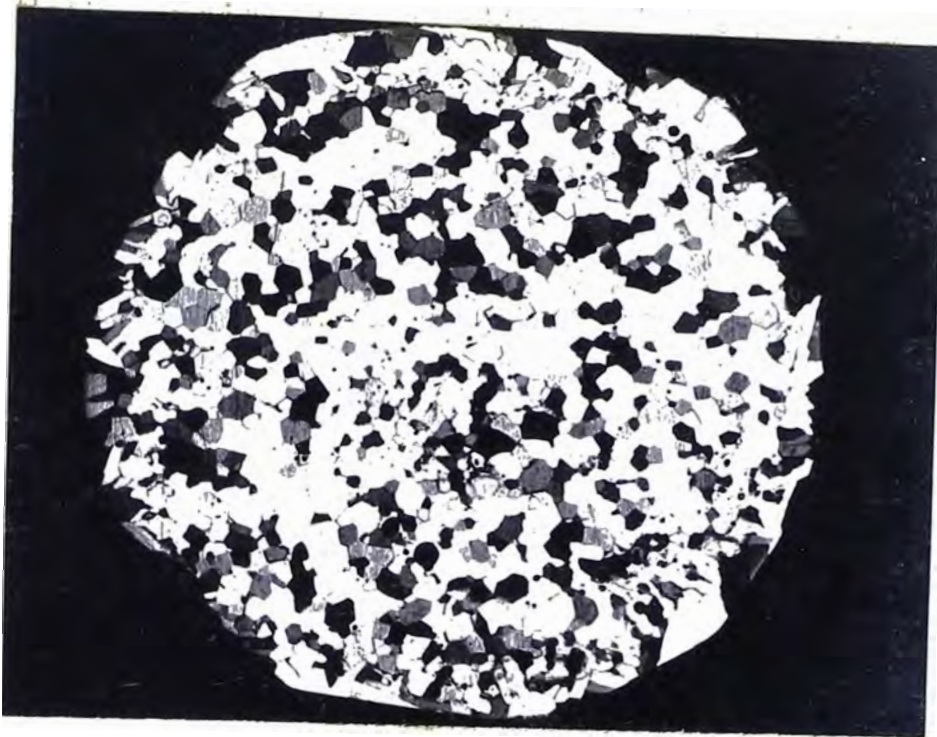


(b)

FIG. 30. Hielo con burbujas extruido a $5,6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ y $20,5^\circ\text{C}$.
Luz Polarizada. X 4.0.

(a) Sección transversal.

(b) Sección longitudinal.



(a)



(b)

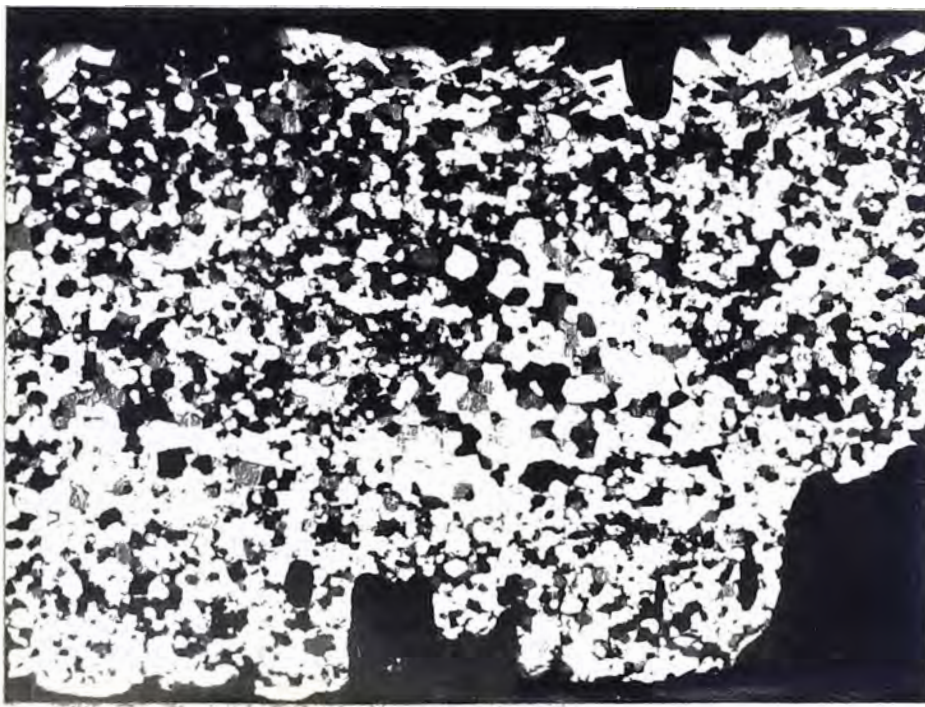
FIG. 31. Hielo con burbujas extruido a $5.6 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y -3°C .
Luz Polarizada. X 4.1.

(a) Sección transversal. Nótese la subestructura.

(b) Sección longitudinal.



(a)



(b)

FIG. 32. Hielo con burbujas extruado a $5.6 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y $-20.5 \text{ }^\circ\text{C}$.
Luz Polarizada, X 4.2.

(a) Sección transversal.

(b) Sección longitudinal.

berse a la dispersión experimental.

La temperatura tuvo un efecto mayor que la velocidad de deformación sobre la estructura recristalizada, una disminución en la temperatura produjo una reducción en el tamaño de grano. Las estructuras que se obtuvieron a -20.5°C , tuvieron granos alrededor de 40 % más pequeños que las muestras extruídas a -3°C , que representaba un aumento en la densidad de granos de cerca de un orden de magnitud. El aumento en la velocidad de deformación no tuvo una influencia apreciable sobre el efecto de la temperatura en el tamaño de grano.

5.3.3. Efecto de la Velocidad de Deformación y Esfuerzo sobre el Tamaño de Grano.-

Los resultados de las mediciones del tamaño de grano dados en la Tabla 9 se grafican como una función de la velocidad de deformación en la Fig. 33. El gráfico log-log de la data puede ajustarse a líneas rectas de pendiente -0.05 , y por consiguiente la data puede describirse por la relación.

$$\bar{d} = K_1 \cdot \dot{\epsilon}^{-0.05} \quad (5-4)$$

Aquí la constante K_1 depende de la temperatura y es afectada también por la presencia de burbujas. El gráfico muestra que el tamaño de grano es sólo débilmente dependiente de la velocidad de deformación y puesto que estos granos se forman en el régimen estable, se deduce que el tamaño de grano es independiente de la deformación.

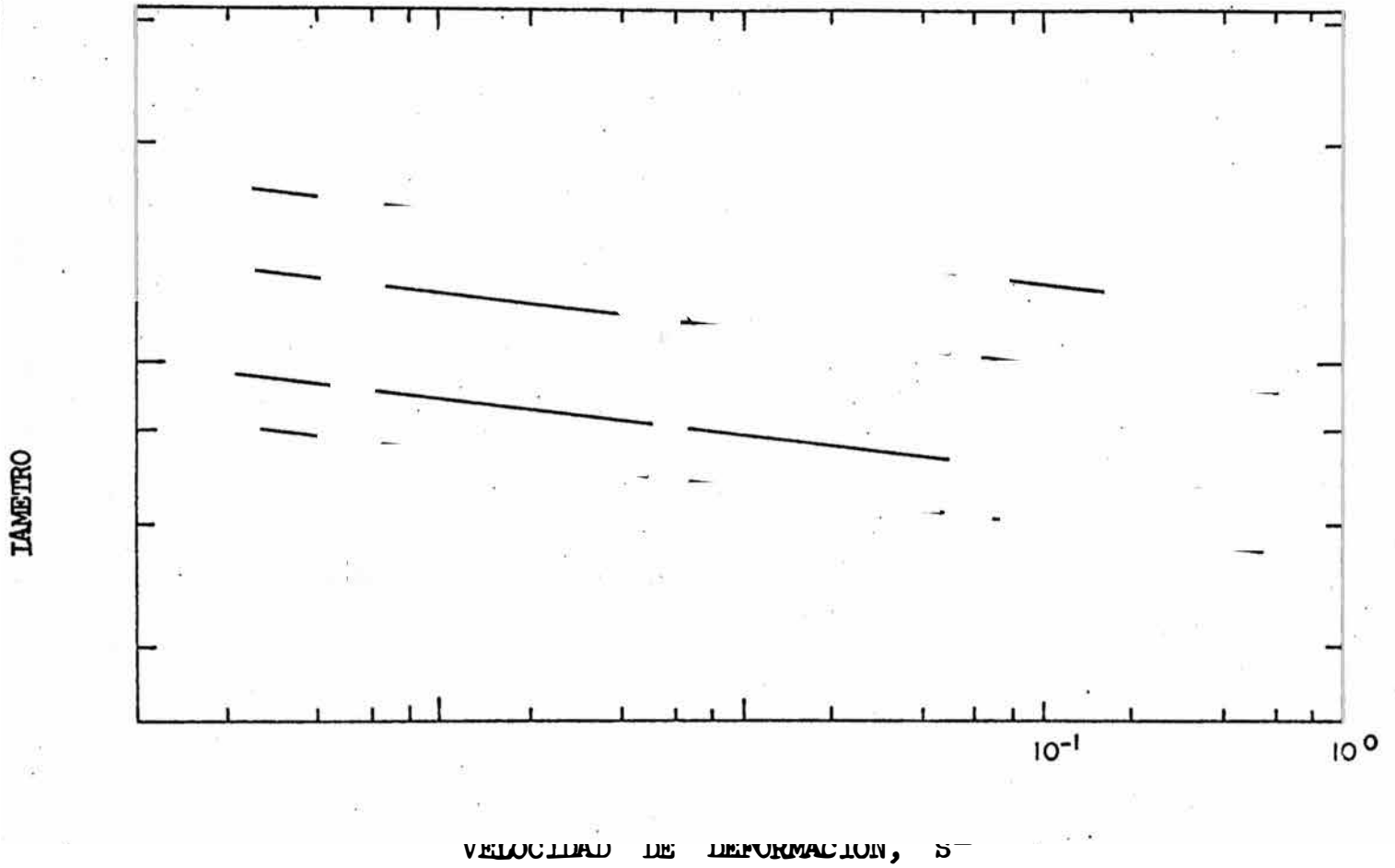


FIG. 33. Efecto de la velocidad de deformación de extrusión sobre el tamaño de grano recristalizado.

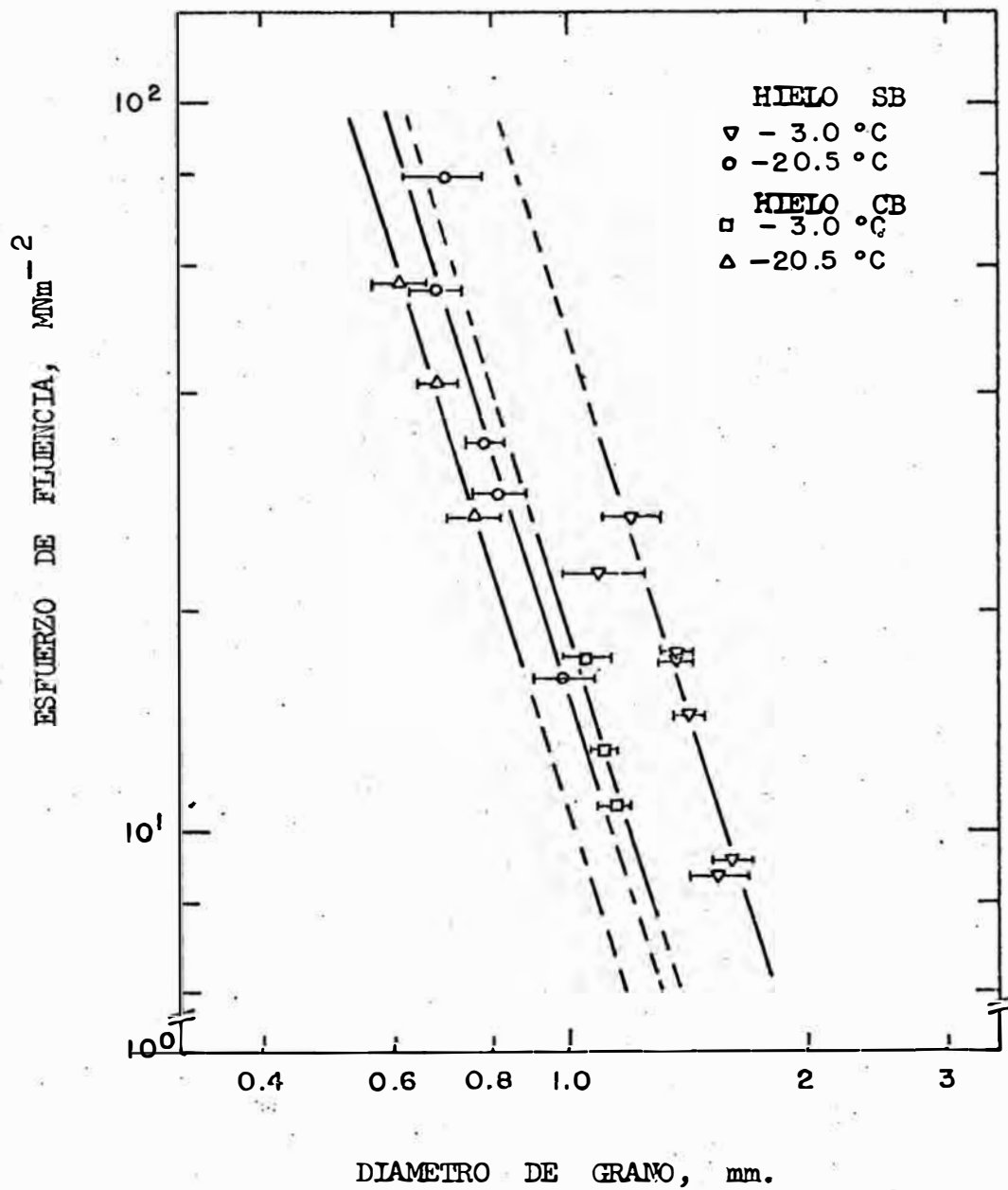


FIG. 34. Correlación entre tamaño de grano y esfuerzo de fluencia, que ilustra el efecto de la temperatura y la presencia de burbujas, sobre la extrusión del hielo policristalino.

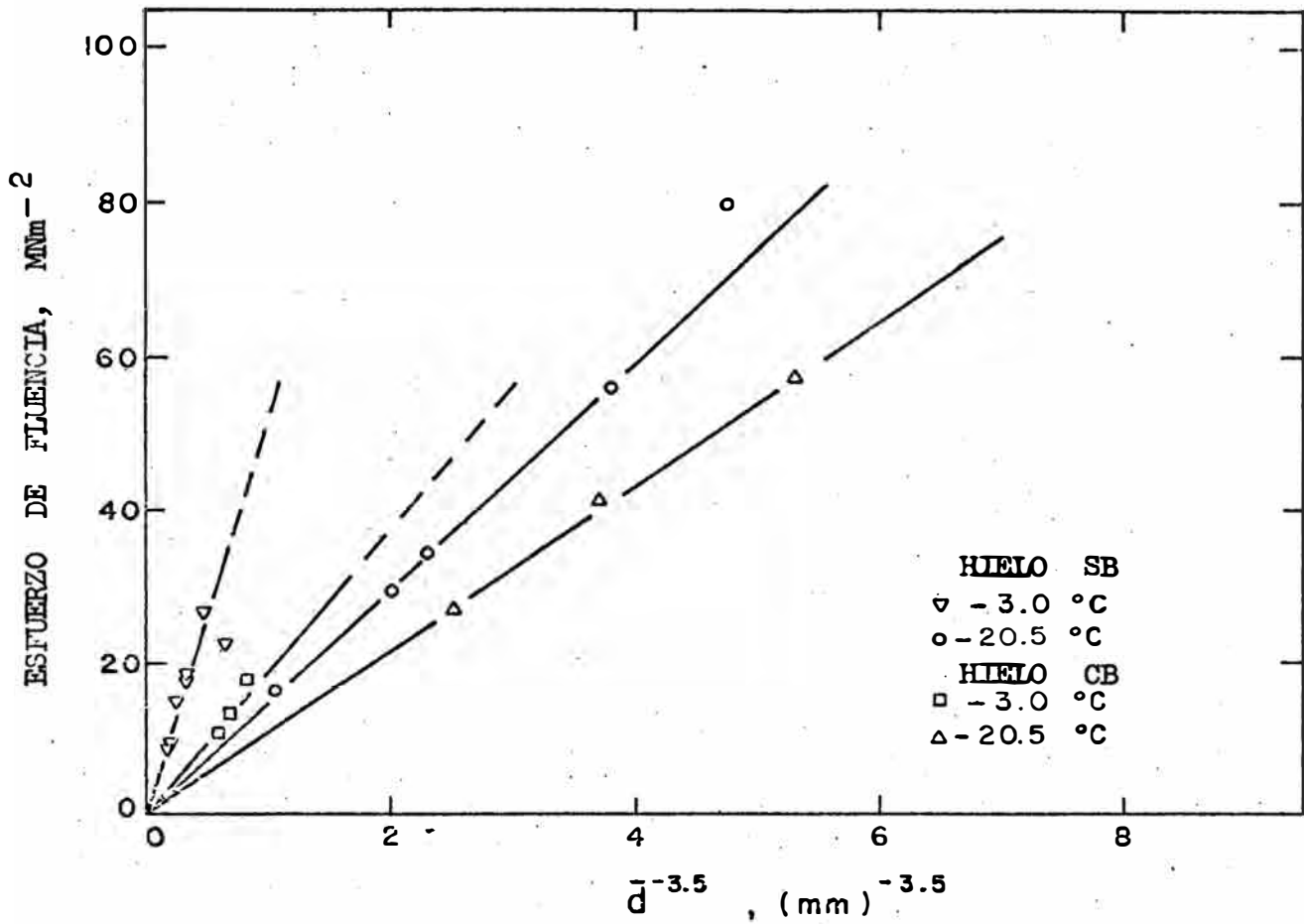


FIG. 35. Correlación entre el esfuerzo de fluencia y la potencia 3.5 de la inversa del tamaño de grano.

Muestra la disminución en el tamaño de grano con el aumento en contenido de burbujas y la disminución de temperatura a velocidad de deformación constante.

Se mostró arriba que para la segunda serie de experimentos, el esfuerzo de deformación puede relacionarse a la velocidad de deformación a través de la ecuación de la ley de potencias de la forma.

$$\dot{\epsilon} = A \cdot \sigma^{5.7} \quad (5-1)$$

Los estudios /22, 41/ sobre tamaño de grano recristalizado después del trabajado en caliente ha mostrado que, para los metales, el tamaño de grano está únicamente relacionado al esfuerzo de fluencia; esto es, para un esfuerzo de fluencia dado, el tamaño de grano es independiente de la temperatura. En el presente caso, las ecuaciones (5-1) y (5-4) pueden combinarse para dar la relación:

$$\sigma = K_2 \bar{d}^{-3.5} \quad (5-5)$$

donde K_2 dependerá en general de la temperatura. Un gráfico logarítmico del esfuerzo versus tamaño de grano (Fig. 34) confirma esta relación y muestra verdaderamente que K_2 para el hielo es una función de la temperatura. El esfuerzo de fluencia se grafica contra $\bar{d}^{-3.5}$ en la Fig. 35. Puede verse del diagrama que para el mismo esfuerzo de fluencia y pureza del hielo, el tamaño de grano es más pequeño a las más bajas temperaturas. Este resultado parece ser razonable puesto que la movilidad de los bordes de grano se espera que sea menor a más bajas temperaturas. El resultado de estas correlaciones se discutirá en más detalle en el Capítulo 6.

CAPITULO 6

DISCUSION DE RESULTADOS

=====

Los resultados que se han mostrado en el capítulo anterior pueden interpretarse basados en los métodos tradicionales de análisis como son las leyes empíricas de esfuerzos y en las energías de activación que caracterizan a los procesos termo-activados. En el presente trabajo se adopta esta aproximación, sin embargo, es posible utilizar la aproximación termodinámica a la deformación plástica para tratar de interpretar los mecanismos involucrados en el proceso de deformación.

Esta otra aproximación se ha empleado en otro estudio del autor /148/.

6.1. ENTALPIAS DE ACTIVACION APARENTES.

En un proceso de ratios (rate process) puede calcularse una entalpía de activación aparente de la siguiente expresión:

$$\Delta H_{app} = -k \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial 1/T} \right)_{\sigma} \quad (6-1)$$

La ecuación (6-11) puede escribirse alternativamente como:

$$\Delta H_{app} = k \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln \sigma} \right)_T \left(\frac{\partial \ln \sigma}{\partial 1/T} \right) \dot{\epsilon} \quad (6-2)$$

En esta expresión, el primer término en paréntesis a la derecha es la pendiente de las curvas en la Fig. 12 que como hemos visto, aumenta con el esfuerzo o velocidad de deformación, pero el segundo

término en paréntesis es una constante, con dos diferentes valores que se obtienen de las pendientes en la Fig. 36 . Consecuentemente, la entalpía de activación aparente también varía con el esfuerzo sobre el rango experimental completo.

La entalpía de activación aparente puede calcularse fácilmente de un gráfico Arrhenius de la velocidad de deformación versus temperatura.

Para obtener este gráfico, las lecturas de velocidad de deformación para un esfuerzo dado se tomaron de las Figs. 12 y 13 para cada una de las temperaturas experimentales. La Fig. 36 muestra este gráfico; las pendientes conducen a las entalpías de activación para los esfuerzos correspondientes de acuerdo a la ecuación (6-1). Puede observarse que en la región de baja temperatura las pendientes de las líneas muestran una ligera dependencia del esfuerzo, que conduce a las entalpías de activación que varían de 215 a 242 KJ/mol para esfuerzos de deformación de 64 a 16 MNm^{-2} , respectivamente. Por encima de -10.2°C , las entalpías de activación son sustancialmente mayores que debajo de esta temperatura y hay también una ligera disminución con el aumento en esfuerzo. Los valores determinados varían de 414 á 438 KJ/mol para esfuerzos de 20 a 8 MNm^{-2} , respectivamente.

Deberá notarse que estas entalpías de activación difieren apreciablemente de los valores encontrados en estudios previos. En vista del efecto del esfuerzo en la entalpía de activación, es apropiado comparar los resultados arriba mostrados con los resultados obtenidos en el mismo rango de esfuerzos. Los experimentos de dureza de Barnes, Tabor y

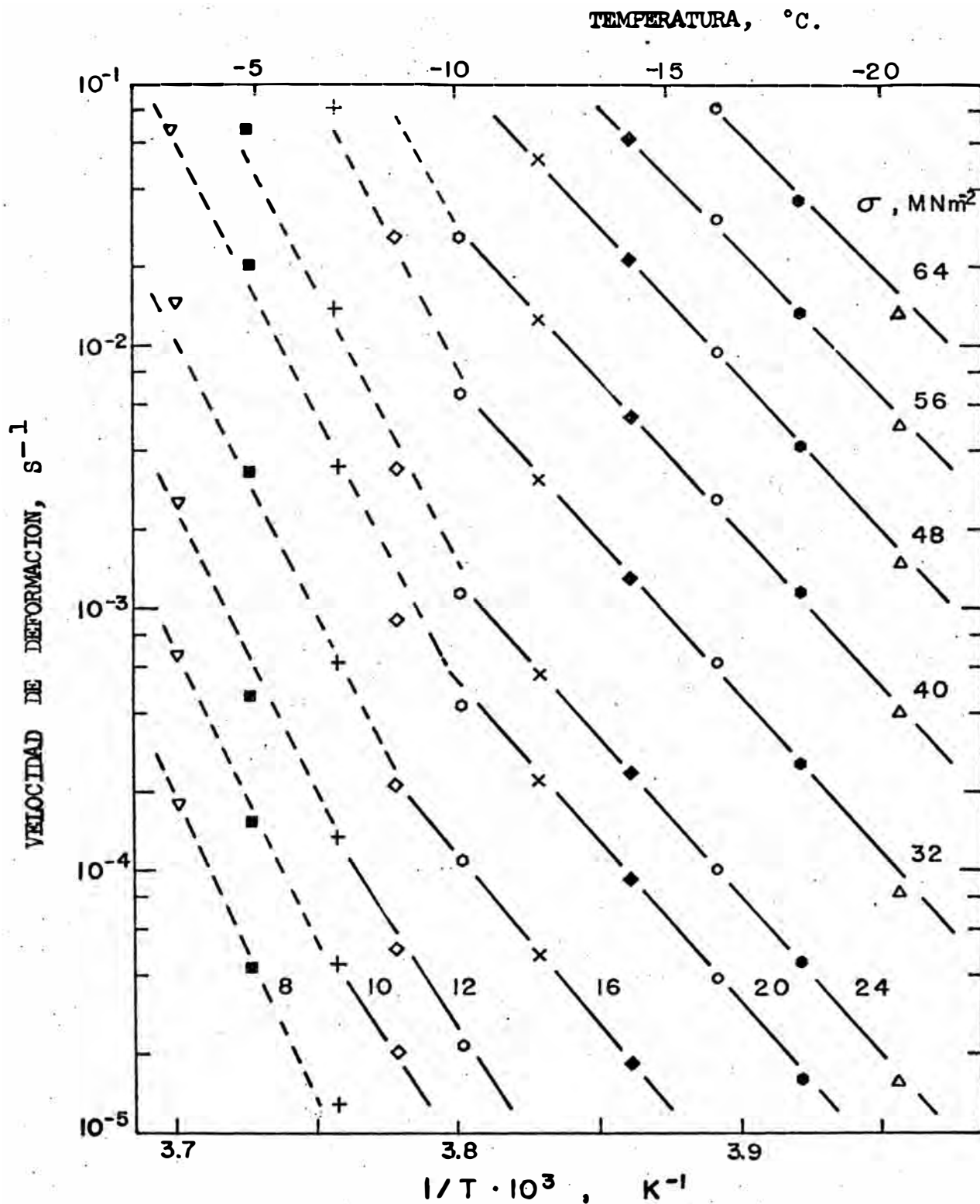


FIG. 36. Gráfico Arrhenius de la data del estado estable para el hielo policristalino, mostrando dos regiones de comportamiento. Las líneas punteadas corresponden a la región de alta temperatura, mientras que las líneas continuas corresponden a la región de baja temperatura.

Walker /139/ y los experimentos de extrusión de Jonas et al /157, 159/ son los únicos dentro del rango de esfuerzo cubierto en este estudio.

Barnes et al. también distinguieron dos regiones de comportamiento con una temperatura de transición alrededor de -10°C . Ellos trabajaron a esfuerzos entre 3 y 50 MNm^{-2} y obtuvieron exponentes del esfuerzo en la ley de potencias de 3.9 y 4.4 y entalpías de activación aparentes de alrededor de 150 y 72 KJ/mol para los rangos de temperatura alto y bajo, respectivamente. Los experimentos de dureza dinámica de Barnes, que involucraban muy altas velocidades de deformación, 10^2 a 10^3 s^{-1} , dieron exponentes del esfuerzo mayores de 10 y entalpías de activación mayores de 400 KJ/mol.

También es de interés que los experimentos de creep de Nayar et al. /130/ sobre hielo conteniendo una dispersión fina y uniforme de partículas de sílice, dieron entalpías de activación dependientes del esfuerzo con un valor promedio de 406 KJ/mol. Estos relativamente altos valores se obtuvieron a pesar del rango de bajos esfuerzos en que trabajaron ($0.5 - 1.8 \text{ MNm}^{-2}$). En contraste a los resultados que se reportan aquí ellos encontraron que la entalpía de activación aumentaba con el esfuerzo.

6.2. MECANISMO DE CONTROL DE LA VELOCIDAD.

El procedimiento usual para definir el mecanismo que opera en un rango dado de temperaturas y velocidad de deformación es asumir que un sólo mecanismo es el que controla la velocidad, y se compara lo encontrado en el análisis de activación térmica con los cálculos teóricos

de las energías asociadas con los diferentes mecanismos.

Esta comparación nunca ha sido directa, puesto que muy pocos cálculos de este tipo se han llevado a cabo, y además, se puede suponer que muchos mecanismos diferentes tienen energías de activación similares. Al igual que en estudios anteriores, nuestros resultados enfrentan esta dificultad.

La probabilidad de un proceso para ser activado esta dada por el término de Arrhenius en la ecuación de velocidad, $\exp(-\Delta G/kT)$. Dorn /87/ considera que los procesos con energías de activación menores de 50 kT tienen apreciables probabilidades de ocurrir y contribuyen efectivamente a la velocidad de deformación.

Los valores que se han encontrado para ΔG /148/ fueron de alrededor de 44 kT para la región de alta temperatura y 25 kT para la región de baja temperatura, las que están por consiguiente en el rango de los valores de los procesos termo-activados.

Desde el punto de vista energético, la deformación del hielo parece ser controlada por dos mecanismos diferentes, desde el momento que las energías de activación son marcadamente diferentes en los dos rangos de temperatura considerados. En la región de alta temperatura, los valores de los parámetros de activación fueron mucho más grandes que a bajas temperaturas. Esto sugiere la posibilidad que dos mecanismos estén operando concurrentemente en el rango de altas temperaturas, como se ha sugerido antes. Esto podría explicarse si, en adición al mecanismo de dislocación que opera en el interior de los granos, ocurre una fusión incipiente en los bordes de grano, de modo que el desliza-

miento de los bordes de grano aumenta apreciablemente la velocidad de deformación.

Si la velocidad de deslizamiento de los bordes de grano fuera fuertemente dependiente de la temperatura y sólo débilmente del esfuerzo, entonces la entalpía de activación aparente sería más grande que para el mecanismo de dislocaciones sólo. Sin embargo, el volumen de activación sería similar en ambos rangos.

De acuerdo a Barnes y Tabor /138/, la fusión por presión del hielo ocurre a esfuerzos de alrededor de 41 MNm^{-2} , a -3°C , el cual es casi tres veces el esfuerzo registrado aquí para la más alta velocidad de deformación. La fusión por presión no puede descartarse completamente, sin embargo, puesto que con concentraciones de esfuerzo en las uniones de los bordes de grano podrían producir elevados esfuerzos locales.

Una fusión incipiente podría también surgir como resultado de un aumento de temperatura causado por el calentamiento adiabático del hielo en la zona de la matriz.

El análisis de los resultados a baja temperatura, de otro lado, presenta las características de un proceso donde sólo un mecanismo es inconfundiblemente el que controla la velocidad; nuestras comparaciones tendrán que hacerse por consiguiente en base a estos resultados.

Se esperaría que los mecanismos controlados por difusión tengan entalpías de activación aproximadamente iguales a aquellos de auto-difusión, que en el caso del hielo se encontró que estaba entre 58 y 68 KJ/mol /151, 152/ y volúmenes de activación entre 10 y 100 b^3 /148/. Con es

ta información, es muy improbable que un mecanismo controlado por difusión determine la velocidad de deformación, más bien por el contrario, que un mecanismo no controlado por difusión es el importante en el rango considerado.

El fuerte efecto del esfuerzo sobre la energía de activación y el volumen de activación, así como los relativamente grandes valores de estos parámetros, parecen indicar que el mecanismo que controla la velocidad es más probablemente el proceso de Peierls-Nabarro de fricción en la red.

El Silicio y el Germanio tienen una estructura de diamante, que es el equivalente cúbico de la estructura hexagonal del hielo. Las energías de activación obtenidas en la deformación plástica de estos materiales a temperatura ambiente, son muy próximas a los valores que se han encontrado en este estudio, 212 KJ/mol para Si y 154 KJ/mol para el Ge. /162, 163/.

El proceso que se considera como el que controla la velocidad en los semiconductores es también el mecanismo Peierls-Nabarro, y consecuentemente se debería considerar este proceso como un posible mecanismo que controla la velocidad en la deformación del hielo.

El mecanismo Peierls no se entiende completamente, todavía, pero se ha sugerido como un proceso controlador de la velocidad para el creep, a bajas temperaturas en los metales /163 - 165/. Se considera que para mover una dislocación a través de la red tiene que inter-actuar con las fuerzas de enlace, de modo que la energía de la dislocación depende de su posición en la red, y es de una naturaleza periódica.

El cambio de energía de una posición a otra es relativamente pequeña, pero el esfuerzo correspondiente o esfuerzo Peierls puede ser muy grande puesto que el cambio tiene lugar sobre una muy pequeña distancia.

El movimiento de las dislocaciones a través de estos valles de energía requiere de una termo-activación.

Han habido unos pocos modelos propuestos para calcular la energía involucrada en este proceso /164 - 166/ pero estos se han basado en estructuras de cristales muy simples y dan el orden de magnitud de estas cantidades sóloamente. Es por lo tanto bastante difícil estimar los valores apropiados para el presente material y hacer comparaciones con los resultados que se obtienen aquí. Es interesante notar, sin embargo, que la operación "escalonada" del mecanismo de Peierls; esto es, la formación de un "doble kink" es similar un concepto al mecanismo de deslizamiento de las dislocaciones en el hielo propuesto por Glen /126/.

6.3. CAMBIOS MICROESTRUCTURALES DURANTE LA DEFORMACION.

En la discusión precedente se introdujo las relaciones entre el esfuerzo, velocidad de deformación y temperatura, y los parámetros involucrados en el proceso de deformación termo-activado. Esto se llevó a cabo sobre la base de las mediciones experimentales pero estas no incluyeron mediciones cuantitativas de otra variable importante en el proceso de deformación: la estructura. Vimos en el 2do, capítulo que el término pre-exponencial y la energía de activación de la ecuación general de la deformación, dependían del esfuerzo, temperatura y estructura. Siguiendo la aproximación termo-dinámica se encuentra una rela-

ción entre la densidad de dislocaciones, la cual está asociada con la estructura, el esfuerzo y la temperatura. Las observaciones microestructurales de la segunda serie de experimentos se llevaron a cabo para dar una visión introspectiva de los cambios estructurales que ocurren durante la extrusión de modo que se pueda ilustrar una imagen más completa del proceso de deformación.

Deberá tenerse en cuenta que las observaciones se hicieron a una escala relativamente grande y sólo se concentraron en la morfología y dimensiones de los granos, tal como se mostraron una hora después de la deformación.

A pesar de las limitaciones naturales que esta clase de estudio implican, fue posible establecer una correlación entre las variables de deformación y el tamaño de grano, tal como se muestra en la Sección 5.3.

6.4. LA NATURALEZA DEL PROCESO DE ABLANDAMIENTO DURANTE LA EXTRUSION.

En el presente trabajo la principal característica de las estructuras examinadas después de la deformación fue la presencia de granos equiaxiales recristalizados. Aunque hay bastante información sobre la recristalización durante la deformación del hielo, /66, 67, 157/, la presencia de granos recristalizados en las muestras extruídas no constituye de por sí una fuerte evidencia de recristalización dinámica durante la extrusión.

En los experimentos sobre deformación de metales a altas temperaturas, es posible templar las muestras hasta temperatura ambiente inmediatamente después de la deformación para preservar la estructura de alta temperatura. Sin embargo, en el presente estudio no fue posible tem-

plar hasta más bajas temperaturas, y además las muestras extruídas se mantuvieron a -12°C (0.96 Tm) hasta por 2.1/2 horas mientras se llevaba a cabo el seccionado, preparación y fotografía. Podría entonces argumentarse que las estructuras recristalizadas que se observaron se produjeron por recristalización estática del material deformado. En la sección 5.3 se mostró que hay una fuerte relación entre el esfuerzo de deformación y el tamaño de grano dado por la intercepción lineal media. Este tipo de relación se ha presentado a menudo como evidencia de la recristalización dinámica en metales /6, 22/; una relación similar también se ha mostrado ser válida cuando estructuras regeneradas dinámicamente se les permite recristalizar estáticamente después del trabajado en caliente /41/.

Por consiguiente, la relación entre el tamaño de grano recristalizado y el esfuerzo de deformación no puede usarse ni para apoyar ni para refutar la ocurrencia de la recristalización dinámica.

Se señaló en la sección 5.3, que a pesar de la relativamente baja magnificación usada para el examen metalográfico del hielo extruído, se observó subgranos dentro de un número de granos. Además se encontró que en la mayoría de las muestras extruídas el tamaño de grano dado por la intercepción lineal media medido en la dirección axial fue de alrededor de 10 % mayor que el medido en la dirección transversal. Es to es, los granos estaban ligeramente alargados en la dirección de extrusión. Estas dos observaciones indican que los granos recristaliza dos observados habían sufrido significante deformación, subsecuente a su formación, se desprende por lo tanto que la recristalización tiene lugar durante la deformación del hielo bajo las presentes condiciones.

Recientemente, varios estudios sobre la recristalización estática de los metales a consecuencia de deformación a altas temperaturas, han mostrado que la recristalización tiene lugar en dos etapas /19, 73, 74/. Para comenzar, la recristalización estática ocurre rápidamente en aquellos granos que han sufrido considerable deformación después de formarse por recristalización dinámica; esto es, los granos estaban a punto de recristalizarse dinámicamente cuando la deformación cesó y entonces recristalizaron estáticamente.

En contraste, la recristalización estática de las regiones que acababan de recristalizarse dinámicamente antes de completarse la deformación, requieren de considerable tiempo de incubación antes de la recristalización estática, o aún más, este proceso podría inhibirse completamente.

Si el hielo se comporta de una manera similar, entonces podría esperarse que las estructuras observadas consisten de granos recristalizados dinámicamente y estáticamente; particularmente cuando la temperatura de mantenimiento fue de -12°C ($0.96 T_m$). Vale la pena notar que las estructuras mixtas estática y dinámica podrían tener un tamaño de grano promedio ligeramente diferente que una estructura recristalizada dinámicamente de frente.

El efecto del crecimiento de grano sobre las mediciones del tamaño de grano se examinó al mantener varias muestras durante un día a -12°C antes que fueran preparadas metalográficamente para examen. El tamaño de grano de estas muestras fue de 5 a 10 % más grande que las muestras que se examinaron 2.1/2 horas después de la deformación. Es posible por consiguiente que el crecimiento de grano podría ocurrir durante la demora normal antes del examen, aunque se espera que este efecto podría

ser pequeño.

6.5. EFECTO DEL ESFUERZO Y TEMPERATURA EN EL TAMAÑO DE GRANO RECRISTALIZADO.

Los experimentos realizados con níquel /22/ y con hierro /41/ han mostrado que después de la deformación a altas temperaturas homólogas, los tamaños de los granos recristalizados dinámicamente están relacionados únicamente al esfuerzo aplicado como en:

$$\bar{d} = K' \cdot (\dot{\epsilon})^{-a} \quad (6-3)$$

Donde K' es independiente de la temperatura, y a se ha informado que toma el valor de $3/4$ en el níquel /22/ y 0.71 en el hierro /41/. Como se ha señalado arriba, tales relaciones empíricas parecen ser válidas para estructuras recristalizadas estática y dinámicamente /41/. Los valores de K' y a pueden depender, sin embargo, del mecanismo detallado responsable de la recristalización. La relación anterior se ha atribuido a los aumentos en la densidad de dislocaciones y a la densidad de subgranos producidos por deformación que traen consigo incrementos en \bar{d} , y por consiguiente a los aumentos asociados en la densidad de los sitios potenciales para la nucleación de nuevos granos /2, 22/. En nuestro caso, el tamaño de grano recristalizado tenía una dependencia del esfuerzo más baja de la normalmente observada en los metales (ésto es, se encontró un valor relativamente alto de a en (6-3). Además, hay un claro efecto de la temperatura que no se observó en metales /166/.

La posibilidad que no puede dejarse de lado es que los granos medidos fueran más grandes que los que realmente resultaron de una serie de

condiciones de deformación dadas. En la sección precedente se han discutido varias razones para esto, y además de aquellas, podría darse un cambio a consecuencia de un aumento en la temperatura de deformación debida a la insuficiente disipación de calor. El calentamiento adiabático puede haber ocurrido a altas velocidades de deformación debido a la insuficiente disipación del calor. El calentamiento adiabático podría ocurrir posiblemente a altas velocidades de deformación, de modo que el tamaño de grano sería más pequeño que el que se midió. Esto conduciría a una dependencia más fuerte del esfuerzo y la velocidad de deformación del tamaño de grano, esto es a una reducción en el valor de \underline{g} en la ecuación (6-3).

La presencia de precipitados en los metales retardan la recristalización y afectan el tamaño de grano resultante /167/; un efecto similar ocurre en el hielo cuando hay burbujas de aire presentes, que pueden actuar como "precipitados".

En la discusión precedente, se han presentado muchos efectos posibles, que podrían dar lugar a cambios en el tamaño de grano durante el intervalo antes del examen. No es posible a esta altura determinar si estos efectos realmente ocurren y explicar la dependencia de la temperatura del tamaño de grano recristalizado. La única posible solución a este problema sería usar equipo de extrusión transparente é intentar medir el tamaño de grano durante la deformación.

6.6. DESCRIPCION DE LOS CAMBIOS ESTRUCTURALES QUE OCURREN DURANTE LA DEFORMACION.

Examinando las curvas de deformación y microestructuras de las seccion

nes extruidas, puede presentarse el siguiente cuadro general de la deformación. A una temperatura dada y a bajas velocidades de deformación se alcanza un balance entre los mecanismos de endurecimiento y ablandamiento poco antes de comenzar la extrusión, y este balance se mantiene durante el ciclo completo de deformación. En los experimentos de creep, a más bajas velocidades de deformación que las aquí usadas, el mecanismo de ablandamiento es la recuperación dinámica, o sea, la formación de sub-límites y la eliminación mutua de las dislocaciones.

A velocidades de deformación comparables con nuestra región más baja de velocidades de deformación, es posible que pudiese ocurrir la recristalización dinámica en creep, pero las deformaciones que se obtienen por este modo de deformación son generalmente demasiado pequeñas para iniciar tal proceso. No obstante, en vista de las observaciones microestructurales descritas arriba, es claro que el mecanismo de ablandamiento primario fue la recristalización dinámica en el presente estudio.

Luton y Sellars desarrollaron un modelo para explicar las curvas con esfuerzos de deformación periódicas y continuas observadas cuando la recristalización dinámica ocurre en los metales /22/.

Las oscilaciones en el esfuerzo de deformación, de acuerdo a este modelo, tienen lugar cuando la deformación crítica para iniciar la recristalización es mayor que la deformación requerida para que una gran fracción del material recristalice. Un ciclo de recristalización, junto con el ablandamiento simultáneo, se completa antes que el primer material en recristalizar se deforma críticamente una vez más. De otro

lado, las curvas continuas se obtienen cuando la deformación crítica es mucho menor que la deformación para que un gran volumen recritalice, de modo que el ablandamiento y endurecimiento por trabajado son concurrentes, dando lugar a una curva de fluencia suave.

La recritalización es un proceso que requiere la formación de núcleos potenciales. Los núcleos se forman cuando se introduce en el material una cantidad crítica de energía de deformación, o sea, hay una deformación crítica para la recritalización.

A altas temperaturas, la deformación crítica dependerá de la temperatura y velocidad de deformación. El endurecimiento por trabajado y la recuperación dinámica ocurren juntos hasta la deformación crítica, pero no al mismo ritmo de modo que haya un incremento neto en el esfuerzo con la deformación.

Una vez que comienza la recritalización, los nuevos granos son más blandos que los anteriores endurecidos por trabajado; la deformación es por consiguiente más fácil, y se requieren más bajos esfuerzos de deformación para el flujo hasta que los granos se endurecen una vez más. Finalmente, los ciclos de recritalización dinámica ocurren continuamente a través de todo el material, y producen un esfuerzo constante durante la deformación subsecuente.

En los metales, las oscilaciones ocurren a altas temperaturas y bajas velocidades de deformación, mientras que durante la extrusión de hielo, las curvas oscilantes se obtuvieron a bajas temperaturas y altas velocidades de deformación. Además en los ensayos biaxiales, la periodicidad de los esfuerzos de deformación se debió a ciclos de recritali

zación y deformación. En los experimentos de extrusión, de otro lado, las oscilaciones corresponden a diferentes porciones de material, o sea, la recristalización en diferentes partes de la zona de la matriz. Aquí, a altos esfuerzos, puede ocurrir que la deformación en el material que acaba de entrar en la matriz es tal que la nucleación y formación de nuevos granos puede sólo ocurrir cuando pasa por la siguiente parte de la matriz. El esfuerzo inducido puede por consiguiente ser bastante alto.

El material que subsecuentemente entra puede a su vez recristalizar tan pronto ingresa en la matriz como resultado de una onda de recristalización que barre hacia atrás desde la porción inicial de material. El último material puede por lo tanto ser mucho más suave y ser seguido a su vez por material que no lo es. La extrusión continuará de este modo, con fluctuaciones en el esfuerzo de deformación en torno a un valor medio.

CONCLUSIONES

=====

En el presente estudio se han tratado las características y cambios microestructurales que tienen lugar durante la extrusión de un material policristalino: el hielo. De este estudio se pueden sacar las siguientes conclusiones.

Los ensayos de extrusión de laboratorio proporcionan un buen método de deformación para investigar las características del hielo policristalino, puesto que se pueden alcanzar grandes deformaciones sin fracturar las probetas. Durante la deformación se produce una velocidad de deformación constante real por el uso de matrices especialmente diseñadas, de modo que el esfuerzo inducido durante la fluencia en el estado estable está directamente relacionado a las particulares condiciones de deformación impuestas.

El régimen del estado estable que se consiguió en estos experimentos es por consiguiente muy probable que sea equivalente a aquel que se produciría por otros métodos para condiciones similares de deformación, velocidad de deformación y temperatura.

El efecto del esfuerzo en la ley de potencias, sobre la velocidad de deformación aumenta con el esfuerzo casi duplicándose en el rango estudiado. Se distinguió dos rangos de dependencia de la temperatura, por encima y debajo de $-10,2^{\circ}\text{C}$, dentro de los cuales las entalpías de activación experimentales fueron marcadamente diferentes. En ambas regio-

nes las entalpías de activación aparentes mostraron una pequeña dependencia del esfuerzo, siendo mayor a muy bajos esfuerzos. Los valores de las entalpías de activación aparentes por encima de -10.2°C varían de 414 á 438 KJ/mol, para esfuerzos de corte de 5 á 2 MNm^{-2} respectivamente; mientras que a temperaturas entre -10.2°C y -20.4°C , los valores varían de 215 á 242 KJ/mol para esfuerzos de corte desarrollados de 16 á 4 MNm^{-2} .

Las entalpías de activación y su dependencia del esfuerzo y temperatura sugieren que sea el mecanismo Peierls-Nabarro el que probablemente controle la velocidad de deformación, al gobernar la velocidad de deslizamiento sobre los planos prismáticos. Esta conclusión es apoyada por la similitud entre las energías de activación aquí encontradas y aquellas que se han obtenido en la deformación de silicio y germanio.

Es muy posible que por encima de -10.2°C , otro mecanismo opere concurrentemente. La fusión de capas delgadas en los bordes de grano pueden inducir algún deslizamiento de bordes de grano, él que a su vez puede contribuir a la velocidad de deformación, aumentando aquella macroscópica más allá de la producida por el mecanismo que opera dentro de los granos. Tal proceso explicaría las velocidades de deformación anormalmente altas y las energías de activación obtenidas a aquellas temperaturas.

Todas las microestructuras que se observaron después de la deformación fueron de naturaleza recrystalizada.

El examen minucioso de las microestructuras reveló la presencia de una

subestructura dentro de algunos de los granos, indicando que estos granos se formaron durante la deformación. Se concluye por consiguiente que la fluencia en el estado estable, en los presentes experimentos, se produce por un balance entre el endurecimiento por trabajado y la recristalización dinámica.

Se establecieron correlaciones entre el tamaño de grano y los parámetros de la deformación. Para una temperatura constante, el tamaño de grano disminuye con el aumento en la velocidad de deformación o en el esfuerzo de fluencia, y para una velocidad de deformación constante, el tamaño de grano aumenta con la temperatura. La presencia de burbujas de aire, en el hielo tenía el efecto físico de la presencia de una segunda fase, produciendo algún robustecimiento y también restringiendo el crecimiento de grano después de la recristalización.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. Titchener, A. L. and Bever M. B., 1958, Prog Met. Phys, 7., London: Pergamon Press, p. 247.
2. J. J. Jonas, C. M. Sellars and W. J. McG. Tegart: Met Rev., 1969, 14, 1-24.
3. H. J. McQueen: J. Metals, 1968, 20, (4), 31-38.
4. C.M. Sellars and W. J. Mc to Tegart: Int. Met. Rev., 1972, 17, 1-24.
5. H. J. Henning and F. W. Boulger: "Mechanical Working of Steel I", Gordon and Breach, N.Y. 1964, 107-125.
6. W. J. McG. Tegart, "Ductility", ASM, Metals Park, Ohio, 1968,133-77.
7. A. Nicholson: Iron & Steel, 1964, 37, 290 94, 363-67.
8. F. E. White and C. Rossard: "Deformation under Hot Working Condi - tions", Iron & Steel Inst., London, 1968, 14-20.
9. C. E. Pearson and R. N. Parkins: "The Extrusion of Metals", John Wiley & Sons, N. Y., 1960, 142-222.
10. J. M. Alexander and R. C. Brewer: "Manufacturing Properties of Ma- terials", Van Nostraud, Princeton, N. J., 1963.
11. A. M. Sabroff, F. W. Boulger and H. J. Henning; "Forging Materials and Practice", Reinhold, N. Y., 1968.

12. J. E. Hockett: Trans TMS-AIME, 1967, 239, 969-76.
13. J. P. Sah, G. J. Richardson and C.M. Sellars: J. Aust Inst. Metals, 1969, 14, 292-97.
14. W. J. McG Tegart: "Elements of Mechanical Metallurgy", McMillan, N.Y., 1966.
15. C. Rossard: Rev., Met., 1968, 65, 181-95.
16. G. R. Dunstan and R. W. Evans: Metalurgia, 1969, 79, 96-99.
17. J. L. Uvira, Ph.D. Thesis, McGill University, 1968.
18. J. P. Immarigeon: Master's Thesis, McGill University, 1970.
19. R. Djaic: Master's Thesis, McGill University, 1971.
20. J. J. Jonas, H. J. McQueen and W. A. Wong: "Deformation under Hot Working Conditions", Iron and Steel Inst., London, 1968, 49-59.
21. W. A. Wong, H. J. McQueen and J. J. Jonas: J. Inst. Metals, 1967, 95, 129-35.
22. M. J. Luton and C. M. Sellars: Acta Met., 1969, 17, 1033-43.
23. H. J. McQueen, Trans, Japan Inst. Metals, 1968, 2 sup., 170-77.
24. J. E. Bird, A. K. Mukherjee and J. E. Dorn: "Quantitative relation between Properties and Microstructure", Eds. D. G. Braudon and A. Rosen, p. 255, Israel Univ. Press, Jerusalem, 1969.

25. H. J. McQueen and J. J. Jonas: Metal Forming: "Inter relation between Theory and Practice", Ed. A. L, Hoffmanner, p. 393, Plenum Press, New York, 1971.
26. D. Hardwick and W. J. McG. Tegart: J. Inst. Metals, 1961-62, 90, 17.
27. P. Moore: "Deformation under Hot Working Conditions", Iron and Steel Institute, London, 1968, 103-06.
28. H. P. Stüwe: Z. Metallkunde, 1965, 56, 633.
29. J. E. Dorn: Creep and Recovery, p. 255, ASM, Cleveland, 1957.
30. H. Laks, C. D. Wiseman, O. D. Sherby and J. E. Dorn: J. Appl. Mech., 1957, 24, 207.
31. M. J. Luton and J. J. Jonas: Can. Met. Quart. 1972, 11, 79.
32. J. L. Uvira and J. J. Jonas: Trans. TMS-AIME, 1968, 242, 1619.
33. J. P. Immarigeon and J. J. Jonas: Acta Met., 1971, 19, 1053.
34. J. P. Immarigeon: Ph. D. Thesis, McGill University, 1973.
35. C. M. Sellars and W. J. McG. Tegart: Mém. Sci. Rev. Mét., 1966, 63, 731.
36. H. P. Stüwe: Deformation Under Hot Working Conditions, p. 1, Iron Steel Inst., London, 1968.
37. R. Leguet, D. Whitwham and J. Hérenghuel: Mém. Sci. Rev. Mét., 1962, 59, 649.

38. E. Shapiro and G. E. Dieter: *Met. Trans.*, 1971, 2, 1386.
39. E. Shapiro and G. E. Dieter: *Met. Trans.*, 1970, 1, 1711.
40. C. Rossard and P. Blain: *Rev. Mét.*, 1958, 55, 573.
41. G. Glover and C. M. Sellars: *Met. Trans.*, 1972, 3, 2271.
42. J. H. Nicholls and P. G. McCormick: *Met. Trans.*, 1970, 1, 3469.
43. A. Higashi, S. Koinuma, and S. Mae: *Jap. J. Appl. Phys.*, 1964, 3, 610.
44. F. Garofalo, W. Domis, and F. Von Gemmingen: *Trans. AIME*, 1964, 230, 1460.
45. E. N. DaC. Andrade: *Ref. 7*, p. 176.
46. J. W. Glen: *Proc. Roy. Soc. A*, 1955, 288, 519.
47. W. A. Wong and J. J. Jonas, *Trans. Met. Soc. AIME*, 1968, 242, 2271.
48. G. Gagnon and J. J. Jonas, *Trans. Met. Soc. AIME*, 1969, 245, 2581.
49. H. Conrad: *Mechanical Behavior of Materials at Elevated Temperatures*, Ed. J. E. Dorn, p. 149, McGraw-Hill, New York.
50. R. Becker: *Phys. Zeit*, 1925, 26, 919.
51. J. J. Kanter: *Trans. AIME*, 1938, 143, 57.
52. J. E. Dorn: *Creep and Fracture of Metals at High Temperatures*, N.P. L. Symposium, p. 89, H. M. S. O., London, 1956.

53. O. D. Sherby and J. E. Dorn: Proc. Soc. Exptl. Stress Anal., 1953, 12, 139.
54. O. D. Sherby, J. L. Lytton and J. E. Dorn: Acta Met., 1957, 5, 219.
55. P. R. Landon, J. L. Lytton and J. E. Dorn: Trans. ASM, 1959, 51, 900.
56. E. R. Gilbert, S. A. Duran and A. L. Bement: Applications Related Phenomena in Zirconium and its Alloys, Spec. Tech. Publ. N°458, p. 210, ASTM, Philadelphia, PA, 1970.
57. C. J. Herring: J. Appl. Phys., 1950, 21, 437.
58. F. R. N. Nabarro: Proceedings of the Conference on Strength of Solids, p. 75, Physical Society of London, 1948.
59. F. Garofalo: Trans. TMS-AIME, 1963, 227, 351.
60. J. J. Jonas, D. R. Axelrad and J. L. Uvira, Trans. Jap. Inst. Metals, 1968, 9 (Suppl.) 257.
61. J. Cotner and W. J. McG. Tegart: J. Inst. Metals, 1969, 97, 73.
62. H. J. McQueen, W. A. Wong and J. J. Jonas: Can. J. Physics, 1967, 45, 1225.
63. F. Garofalo: Fundamentals of Creep and Creep-Rupture in Metals, p. 119, Macmillan, New York, 1965.
64. C. R. Barrett and W. D. Nix: Acta Met., 1965, 13, 1247.

65. D. McLean and K. F. Hale: Structural Processes in Creep, p. 19, Iron Steel Inst., London, 1961.
66. S. Steinemann: J. Glaciol., 1954, 2, 404.
67. S. Steinemann: Beitrage Geol. Schweiz (hydrologie), 1958, 10, 1.
68. H. J. McQueen: Ref. 45, p. 170.
69. H. J. McQueen: J. Metals, 1968, 20, 31.
70. H. P. Stüwe: Acta Met., 1965, 13, 1337.
71. R. Bromley: Ph. D. Thesis, Univ. of Sheffield, 1968.
72. A. T. English and W. A. Backofen: Trans. TMS-AIME, 1964, 230, 396.
73. R.A.P. Djaic and J. J. Jonas: J. Iron Steel Inst., 1972, 210, 256.
74. R.A.P. Djaic and J. J. Jonas: Met. Trans., 1973, 4, 621.
75. R. C. Gifkins: J. Inst. Metals, 1958-1959, 87, 255.
76. H. J. McQueen and S. Bergerson: Metal Sci. J., 1972, 6, 25.
77. G. J. Richardson, C.M. Sellars, and W.J. McG. Tegart: Acta Met., 1967, 1, 97.
78. K. J. Irvine, J. Gladman, J. Orr, and F. B. Pickering: J. Iron Steel Inst., 1970, 208, p. 717.
79. J. D. Baird and R.R. Preston "Hot Workability of Steel Symposium"; London, Iron Steel Inst., 1969.

80. M. M. Farag, C.M. Sellars, and W. J. McG. Tegart; "Deformation under Hot Working Conditions", p. 60, Iron and Steel Inst., London, 1968.
81. T.B. Vaughan, ref. 80, p. 68.
82. C. Rossard et P. Blain, Rev. Mét. 1964, 61, p. 949.
83. C. Rossard et P. Blain, Rev. Mét. 1962, 59, p. 223.
84. C. Rossard et P. Blain: Rev. Mét., 1958, 55, p. 595.
85. J. Weertman: J. Appl. Physics, 1955, 26, 1213.
86. J. Weertman: J. Appl. Physics, 1957, 28, 362.
87. J. E. Dorn: Energetics in Metallurgical Phenomena, Ed. W. M. Mueller, Vol. 1, p. 241, Gordon and Breach, New York, 1965.
88. H. Conrad: J. Metals, 1964, 16, 582.
89. J.C.M. Li: Dislocation Dynamics, Eds. A. R. Rosenfield et al., p. 87, McGraw-Hill, New York, 1968.
90. N. F. Mott: Ref. 37, p. 2.
91. P.B. Hirsch and D. H. Warrington: Phil. Mag., 1961, 6, 735.
92. W.D. Nix: Acta Met., 1967, 15, 1079.
93. J. J. Holmes: Acta Met., 1967, 15, 570.
94. W. J. Duffin and F.A. Nichols: Acta Met., 1970, 18, 1121.

95. D. McLean: *Canad. J. Physics*, 1967, 45, 973.
96. D. McLean: *Trans. Met. Soc. AIME*, 1968, 242, 1193.
97. S. K. Mitra and D. McLean: *Proc. Roy. Soc., A*, 1966, 295, 288.
98. S. K. Mitra and D. McLean: *Metal. Sci. J.*, 1967, 1, 192.
99. D. McLean: *Rep. Progr. Physics*, 1966, 29, 1.
100. A. Seeger: *Z. Naturforsch.*, 1954, 9a, 759, 819, 856.
101. A. Seeger: *Defects in Crystalline Solids*, p. 328, The Phys. Soc., London, 1955.
102. H. Conrad and H. Wiedersich: *Acta Met.*, 1960, 8, 128.
103. G. B. Gibbs: *Phys. Stat. Sol.*, 1964, 5, 693.
104. G. B. Gibbs: *Phys. Stat. Sol.*, 1964, 5, K125.
105. G. B. Gibbs: *Phys. Stat. Sol.*, 1965, 10, 507.
106. G. B. Gibbs: *Mater. Sci. Engrg.*, 1969, 4, 313.
107. J. W. Christian and B. C. Masters: *Proc. Roy. Soc. (London)*, 1964, 281, 240.
108. G. Schneck: *Phys. Stat. Sol.*, 1965, 8, 499.
109. J.C.M. Li: *Trans. TMS-AIME*, 1965, 233, 219.
110. J.C.M. Li: *Canad. J. Phys.* 1967, 45, 493.

111. J.P. Hirth and W. D. Nix: Phys. Stat. Sol., 1969, 35, 177.
112. T. Surek, M. J. Luton and J.J. Jonas: Phil. Mag. 1973, 27, 425.
113. J.J. Jonas and M.J. Luton: Met. Trans., 1971, 2, 3492.
114. J.J. Jonas, M.J. Luton and T. Surek: Met. Trans. 1972, 3, 2295.
115. P. Rodriguez and P. Dasgupta: Recent Developments in Metallurgical Science and Technology, Indian Inst. of Metals Silver Jubilee Symp., p. 47, New Delhi, IIMS, 1972.
116. J.C. McConnell and D.A. Kidd: Proc. Roy. Soc., 1888, 44, 331.
117. R.C. Tarr and O. D. von Engeln: Zeitschrift fur Gletscherkunde, 1915, 2, 82.
118. W.J. Barnes: Proc. Roy Soc. Lond. A, 1929, 125, 670.
119. K. Lonsdale: Proc. Roy. Soc. Lond. A, 1958, 247, 424.
120. P.G. Owston: Adv. Phys., 1958, 7, 171.
121. S. La Placa and B. Post: Acta Cryst. 1960, 13, 503.
122. International Union of Crystallography, International Tables for X-ray Crystallography, Vol. 1, p.24, Birmingham: Kynoch Press, 1952.
123. N.H. Fletcher: The Chemical Physics of Ice, p.25, Cambridge University Press, 1970.

124. J.D. Bernal and R.H. Fowler: J. Chem. Phys., 1933, 1, 515.
125. L. Pauling: The Nature of the Chemical Bonds, 3rd. Ed., p. 464, Cornell University Press, Ithaca, New York, 1960.
126. J.W. Glen: Phys. Kondens Materie, 1968, 7, 43.
127. J.W. Glen and M.F. Perutz: J. Glaciol., 1954, 2, 397.
128. S.J. Jones and J.W. Glen: J. Glaciol., 1969, 8, 463.
129. D.J. Bromer and W.D. Kingery: J. Appl. Phys., 1968, 39, 1688.
130. H.S. Nayar, F.V. Lenel, and G.S. Ansell: J. Appl. Phys., 1971, 42, 3786.
131. G.P. Rigsby: J. Glaciol., 1958, 3, 271.
132. D.T. Griggs and N.E. Coles: U.S. Army Snow, Ice and Permafrost Res. Est., Report 11, 1954.
133. T.R. Butkovitch and J.K. Landauer: U.S. Army Snow, Ice and Permafrost Res. Est., Report 72, 1960.
134. H.B. Dillon and O.B. Andersland, "Physics of Snow and Ice", Inst. of Low Temp. Sci., Hokkaido Univ., Sapporo, Japan, 1967, 1, Part 1, 313.
135. M. Mellor and J.H. Smit, Ref. 114, Part 11, p. 843.
136. M. Mellor and R. Testa: J. Glaciol. 1969, 8, 131.

137. M. Mellor and R. Testa: *J. Glaciol.* 1969, 8, 147.
138. P. Barnes and D. Tabor, Intern. Union of Geodesy and Geophysics, Intern. Assoc. of Sci. Hydrology, General Publication No. 79, 303, 1968.
139. P. Barnes, D. Tabor, and J.C.F. Walker: *Proc. Roy. Soc. Lond. A*, 1971, 324, 127.
140. L.W. Gold: *Proc. Intern. Symposium on the Physics and Chemistry of Ice*, Ottawa, August 1972, Royal Society of Canada, Toronto, Ontario, in press.
141. D.W. Readey and W.D. Kingery, *Acta Met.*, 1964, 12, 171.
142. A. Higashi, S. Mae, A. Fukuda: *Proc. Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys*, Sept. 1967; Tokyo, 784, 1968.
143. S.J. Jones and J.W. Glen: *Ref. 118*, p. 326.
144. A. Higashi, S. Koinuma, S. Mae: *Jap. J. Appl. Phys.* 1965, 4, 575.
145. A. Higashi: *Physics of Ice*, *Proc. Intern. Symposium on Physics of Ice*, Munich, Sept. 1968, Plenum Press, NY, 1969.
146. L.W. Gold: *Ice and Snow*, Ed. W.D. Kingery, p. 8, Cambridge, Mass., MIT Press, 1963.
147. W.W. Webb, C.E. Hayes: *Phil. Mag.* 1967, 16, 909.
148. L.G. Kuon: *Master's Thesis*, McGill University, 1973.

149. W.J. McG. Tegart: J. of Glaciol., 1964, 5, 251.
150. J. Weertman: Ref. 126, p. 28.
151. R.O. Ramsier: J. of Appl. Phys., 1967, 38, 2553.
152. P. Delibaltas, O. Dengel, D. Helmreich, N. Riehl and H. Simon: Phys. kondens, Materie., 1966, 5, 166.
153. K. Higuchi: Acta. Met., 1958, 6, 636.
154. D. Kuroiwa and W.L. Hamilton, Ref. 126, p. 34.
155. A. Fukuda and A. Higashi: Ref. 125, p. 239.
156. S.J. Jones and N.K. Gilra: Ref. 120, in press.
157. J.J. Jonas and F. Muller: Can. J. Earth Sci., 1969, 6, 963.
158. T. Chandra and J.J. Jonas: Met. Trans. 1970, 1, 2079.
159. T. Chendra and J.J. Jonas: Met. Trans. 1971, 2, 877.
160. C.E. Pearson and R.N. Parkins: The extrusion of Metals, p. 249, Chapman and Hall Ltd., London, 1960.
161. J.E. Hilliard: quoted in "Optical Microscopy of Metals" by R.C. Gifkins; American Elsevier Publishing Co. Inc., New York, 1970, p. 184.
162. T. Ninomiya, R. Thomson and F. Garcia-Moliner: J. Appl. Phys., 1964, 35, 3607.

163. C. Altstetter: Energetics in Metallurgical Phenomena, Ed. W.M. Mueller, Vol. IV, p.1, Gordon and Breach, New York, 1968.
164. J.E. Dorn and S. Rajnak: Trans. AIME, 1964, 230, 1052.
165. P. Guyot and J.E. Dorn: Can. J. Phys., 1967, 45, 983.
166. L.G. Kuon and J.J. Jonas: Proc. Intern. Symposium on the Physics and Chemistry of Ice, Ottawa, August 1972, Royal Society of Canada, Toronto, Ontario, 1973.
167. J.M. Gray, D. Webster and J.H. Woodhead: J. Iron Steel Inst., 1965, 203, 816.

ANEXO 1

DISEÑO DE UNA MATRIZ PARA UNA VELOCIDAD DE DEFORMACION REAL CONSTANTE (CTSR)

Hay una matriz de forma particular, llamada de velocidad de deformación real constante (CTSR) que puede ser de considerable utilidad en experimentos que se lleven a cabo bajo condiciones de extrusión indirecta y con lubricación, o en extrusión hidrostática. Se le describe brevemente a continuación. Primero debe recordarse que la velocidad de deformación local está dada por / 158 /.

$$\dot{\epsilon}_x = \frac{4V_0 D_0 \tan \Theta}{D^3} = \frac{2V_0 R_0^2 \tan \Theta}{R_x^3} \quad (1)$$

donde R_0 y R_x son iguales a $D_0/2$ y $D/2$, respectivamente. La condición para una matriz CTSR es por consiguiente que:

$$\frac{\tan \Theta}{R_x^3} = \text{constante} = \frac{\dot{\epsilon}_c}{2V_0 R_0^2} \quad (2)$$

Reemplazando $\tan \Theta = - (dR_x/dx)$, en la ecuación (1), se tiene

$$\dot{\epsilon}_c = \frac{2V_0 R_0^2}{R_x^3} \frac{dR_x}{dx} \quad (3)$$

de modo que:

$$\dot{\epsilon}_c \int_0^x dx = - 2V_0 R_0^2 \int_{R_0}^{R_x} \frac{dR_x}{R_x^3} \quad (4)$$

y

$$R_x^2 \xi_c x = V_0 \left[R_0^2 - R_x^2 \right] \quad (5)$$

Por lo tanto, el contorno de la matriz está dado por:

$$R_x = R_0 \sqrt{\frac{1}{1 + \xi_c x/V_0}} \quad (6)$$