



Ciencia e Ingeniería
de Materiales

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA
DE MÉXICO**

POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

**Caracterización Microestructural y
Mecánica de Aleaciones Aluminio-Estaño**

T E S I S
QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRO EN CIENCIA
E INGENIERÍA DE MATERIALES

P R E S E N T A

Omar Hernández Rivera

Tutor: Dr. Gonzalo González Reyes



México, D.F

2006



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Quiero dedicar este trabajo a:

Familiares: Mis papás Maru y Francisco por todo su apoyo y comprensión, a todos mis abuelos y a mis primos.

Amigos: a José Luis Ferro carísimo de París por todas las experiencias que hemos acumulado a lo largo de nuestra amistad (si yo pude tu también!!), a Mayté, José Luis e Hilda Hernández, a María Moldenjowa por toda la confianza y soportarme a lo largo de estos 15 años, a Anaid López Vergara por tantas risas y alivianarme en momentos de pánico, a Alejandra González por toda esa buena vibra y lo que hemos construido a pesar de la distancia, a Olga Karina Sánchez por esa relación tan peculiar y por los ratines tan amenos, Alejandro Sordo, Cecilia Sariñana, Gaby Morales, Quique González, Marquiño, Roberto Peña, Carlos Palacios, Nelly Medina y Jorge Vargas.

A todos los reventones con R mayúscula donde conocí gente maravillosa y viví tantas cosas, aunque por su culpa me haya tardado tanto! ja. Igualmente no puedo dejar de lado a gente que ha llegado y que por el momento se ha ido pero que siempre están y estarán en mis recuerdos: Vero Hernández, Ernesto Calderón, Ale Reyes, Geraldine Hernández, Arturo Atrián el lechuguín y a mis primas Fernanda, Alejandra y Gaby Cervantes.

Gracias a todos por haber estado desinteresada e incondicionalmente conmigo en las buenas y en las malas desde que comenzó este proyecto de vida.

A todos mis compañeros del IIM que fueron mi segunda familia en estos últimos años.

Y por último, pero no por ello menos importante, gracias a mi porque sin mi nada de esto hubiera sido posible.

ESTA TESIS FUE HECHA EN 



AGRADECIMIENTOS

Esta tesis estuvo dirigida por el Dr. Gonzalo González Reyes a quien agradezco el empeño y la paciencia dedicada a este trabajo. Asimismo quiero agradecer al Dr. Alejandro García Hinojosa por la disposición y el apoyo brindado a lo largo de mis estudios y por despertar mi interés en los temas relacionados con la metalurgia.

Este trabajo fue posible gracias al empeño y la asistencia de las siguientes personas, a quienes agradezco el haber estado siempre dispuestos a ayudarme:

Leticia Baños, Carlos Flores, José Guzmán, Gabriel Lara, Alfredo Maciel y Miguel Pineda.

Finalmente quiero agradecer a los miembros de mi comité tutorial y del jurado por sus comentarios y observaciones tan valiosas para este trabajo:

Comité tutorial

Dr. Alejandro García Hinojosa

Dr. Arturo Barba Pingarrón

Jurado

Dr. José Reyes Gasga

Dr. Lauro Bucio Galindo

Dr. Carlos González Rivera

Dr. Alfonso Huanosta Tera

Índice general

Introducción	1
1. Antecedentes	5
1.1. Endurecimiento por deformación	8
1.2. Interacción de dislocaciones con fronteras	10
2. Antecedentes teóricos	11
2.1. Fluencia en medios continuos	11
2.1.1. Criterio de Von Mises	12
2.2. Conceptos de plasticidad	14
2.3. Endurecimiento por trabajo en frío asociado al ensayo de tracción	18
2.4. Conformado de materiales mediante laminación	20
2.4.1. Deformación en el proceso de laminación	21
2.5. Método de Rietveld	22

2.6. Análisis microestructural por difracción de rayos X	27
2.6.1. Ensanchamiento de picos de difracción de rayos X	28
2.6.2. Método para calcular microdeformaciones con Fullprof	32
3. Metodología experimental	34
3.1. Difracción por rayos X	35
3.2. Microscopía electrónica de barrido	36
3.3. Desbaste por haz focalizado de iones	38
3.4. Microscopía de Fuerza Atómica	38
3.5. Preparación del material	39
3.6. Secuencia de caracterización seguida en este estudio	41
3.6.1. Caracterización microestructural	41
3.6.2. Caracterización mecánica	41
3.6.3. Análisis de microdeformaciones	42
4. Resultados	43
4.1. Análisis del material antes del proceso de deformación	43
4.1.1. Difracción por rayos X	43
4.1.2. Microscopía electrónica de barrido	44
4.2. Efectos del endurecimiento por deformación sobre el aluminio	48

4.3. Endurecimiento por deformación en las aleaciones Al-Sn	51
4.4. Caracterización microestructural	55
4.4.1. Resultados de microscopía electrónica de barrido y microscopía por haz de iones focalizados	55
4.4.2. Refinamiento de estructuras cristalinas	65
5. Discusión y análisis de resultados	86
5.1. Material de fundición	86
5.2. Material deformado	87
5.2.1. Caracterización mecánica	87
5.2.2. Análisis de microdeformaciones	94
5.2.3. Mecanismo de endurecimiento	97
Conclusiones	99
Comentarios y recomendaciones para la continuación de este estudio	101
A. Ecuación de la deformación equivalente	103
B. El módulo elástico en ensayos de tracción	106
Bibliografía	116

Índice de figuras

1.1. Diagrama de fases binario del sistema Al-Sn.	8
2.1. Descomposición de un estado general de esfuerzos (a) en su parte hidrostática (b) y su parte desviadora (c).	13
2.2. Elemento sometido a un esfuerzo uniaxial.	16
2.3. Comparación entre la curva real e ingenieril de un ensayo de tracción.	19
2.4. Esquema del proceso de laminación.	20
4.1. Difractogramas de las muestras Al-Sn a diferentes composiciones.	44
4.2. Micrografía y EDS para la composición 10 %Sn. Estructura del material antes de ser deformado.	46
4.3. Mapeo de rayos X de la aleación Al-10 %Sn. La fotografías a, b y c muestran la imágenes de referencia, la zona de aluminio y la zona de estaño respectivamente.	47
4.4. Curvas esfuerzo-deformación ingenieril y real para el aluminio.	49
4.5. Endurecimiento del aluminio puro en función de la deformación.	50

4.6. Curvas de resistencia última σ_{uts} vs. deformación plástica η para distintas composiciones de estaño y aluminio puro empleado en este estudio.	52
4.7. Comportamiento del aluminio a diferente rapidez de deformación.	54
4.8. Al-10 %Sn con $\eta = 2.5$ y ejes asociados al proceso de laminación.	56
4.9. Al-10 %Sn con $\eta = 4$	56
4.10. Al-10 %Sn con $\eta = 5$	56
4.11. Al-34 %Sn con $\eta = 2.5$ y ejes asociados al proceso de laminación.	57
4.12. Al-34 %Sn con $\eta = 4$	57
4.13. Al-34 %Sn con $\eta = 5$. <i>Nota: La fotografía no se presenta a la misma amplificación que las demás debido al cambio drástico entre espesores de lámina producto de la deformación.</i>	57
4.14. Imagen por FIB de la composición 34 % Sn a una deformación $\eta = 2.5$. Se observa la morfología de estaño tipo plaqueta.	58
4.15. Al-10 %Sn con $\eta = 6$	59
4.16. Al-10 %Sn con $\eta = 6.25$	59
4.17. Al-10 %Sn con $\eta = 6.5$	59
4.18. Análisis de perfilometría por microscopía de fuerza atómica para la muestra Al-10 % Sn con $\eta = 5$ (I).	61
4.19. Análisis de perfilometría por microscopía de fuerza atómica para la muestra Al-10 % Sn con $\eta = 5$ (II).	62
4.20. Imagen por TEM de la composición 34 % Sn a una deformación $\eta = 6$	62
4.21. Análisis por MEB y FIB de la composición 34 %Sn y $\eta = 6$	64

4.22. Imagen por MEB de la composición 40.32 % Sn con $\eta = 7$	65
4.23. Valores FWHM de los picos de difracción del LaB6 para la obtención del ancho instrumental.	66
4.24. Archivo de resolución instrumental.	67
4.25. Ejemplo de archivo <i>.hkl</i> que presenta las fracciones de corrección para ajustar las intensidades de picos de difracción de la fase de aluminio	71
4.26. Archivo de salida <i>.mic</i> generado por fullprof. La información más importante se señala con los recuadros.	74
4.27. Resultados de refinamientos para la composición 34 % Sn (I).	75
4.28. Resultados de refinamientos para la composición 34 % Sn (II).	76
4.29. Acercamientos de picos relativos a $\eta = 4$ y composición 34 % Sn (III). . . .	77
4.30. Resultado de refinamientos para la composición 34 % Sn (IV).	78
4.31. Resultados de refinamientos para la composición 34 % Sn (V).	79
4.32. Resultados de refinamientos para aluminio puro (I).	81
4.33. Resultados de refinamientos para aluminio puro comercial (II).	82
4.34. Resultados de refinamientos para aluminio (III).	83
4.35. Acercamientos de picos relativos a $\eta = 5$ para aluminio (IV).	84
4.36. Resultados de refinamientos para aluminio (V).	85
5.1. Comparación de resistencias estimadas y experimentales en función de η . .	88
5.2. Curva construida a partir de datos tomados de la referencia [3].	89

5.3.	Resistencia mecánica en función de la separación entre placas de Sn.	91
5.4.	Resistencia del material en función del espesor de plaqueta.	92
5.5.	Espesores y separación promedio entre plaquetas en función de η para la composición 10%Sn.	93
5.6.	Evolución de la microdeformación para Al-34% Sn y aluminio puro comercial en función de η	95
5.7.	Fotografías por AFM de aluminio a $\eta = 3$ y $\eta = 5.5$ mostrando la presencia de subgranos en ambos casos.	96
5.8.	Micrografía de la sección transversal del sistema Al-20% vol. Sn al ser extruido.	98
B.1.	Esquema experimental de un ensayo de tracción modelado por dos resortes en serie.	108
B.2.	Elemento de sección transversal constante sometido a tensión uniaxial. . .	109
B.3.	Curva carga-desplazamiento proporcionada por la computadora del equipo.	110
B.4.	Curva experimental para obtener el factor de rigidez de la máquina.	113
B.5.	Corrección a la zona elástica para la curva carga-desplazamiento y esfuerzo- deformación.	114

Índice de cuadros

3.1. Componentes químicos del aluminio empleado en este trabajo.	40
4.1. Criterios de ajuste para la composición 34% Sn.	73
4.2. Criterios de ajuste para aluminio puro comercial.	80
B.1. Datos necesarios para obtener la curva experimental L/A vs. $1/K_{eq}$. . .	111
B.2. Resultados obtenidos al ensayar las probetas de aluminio.	112

Introducción

Los materiales compuestos se producen cuando dos materiales distintos se unen para lograr una combinación de propiedades que no pueden ser obtenidas por los materiales originales actuando por si solos [1]. En particular, un material compuesto de matriz metálica (MMC's) se define como un material cuyo componente que está en mayor proporción, conocido como matriz, es un metal o una aleación y la fracción volumétrica del otro componente, generalmente conocido como refuerzo, es mayor al 10 % [1].

Desde sus inicios los materiales compuestos han cumplido un papel sustancial en las distintas áreas de las ciencias y la ingeniería, en las que existen un gran número de casos donde la diversidad de propiedades que se requieren sólo pueden lograrse a través de la manufactura de un material compuesto.

Los MMC's han sido tema de frecuente estudio de la ciencia aplicada en las últimas tres décadas. En sus comienzos fueron usados principalmente en aplicaciones ligadas con la industria militar pero con el tiempo las aplicaciones fueron permeándose hacia fines civiles [1].

Dentro de los MMC's existe un grupo de materiales que son obtenidos por un proceso de deformación plástica conocidos como DMMC's por sus siglas en inglés: *Deformation Processed Metal-Metal Composites*. Estos materiales han sido el objeto de estudio de investigadores durante los últimos años debido a las propiedades mecánicas que exhiben. Especialmente presentan la notoriedad de contar con una resistencia mecánica mucho

mayor a la esperada a partir de la regla de las mezclas. Esta regla¹, en su forma más simple, indica que la resistencia de un material compuesto reforzado con filamentos continuos, depende de la combinación lineal de las resistencias de sus constituyentes.

Como objeto de estudio se seleccionó el sistema aluminio – estaño, teniendo como matriz al aluminio y como “refuerzo” al estaño. Este conjunto posee ciertas características que lo hacen de especial interés; como se verá en el capítulo 1, su diagrama de fases muestra que el sistema se compone por dos metales inmiscibles además de que ambos presentan una gran ductilidad. Aunque esta razón motiva en cierta parte el estudio de este material, su peculiaridad más interesante es la siguiente:

En general, cuando se fabrica un material compuesto de matriz metálica, se busca que la matriz sea un material dúctil y que el refuerzo posea un módulo elástico alto que le aporte resistencia mecánica al material. En este sistema, el refuerzo tiene una resistencia a la tensión cinco veces menor que la matriz, de aquí que en el párrafo anterior se haya entrecomillado al estaño cuando se alude su papel de refuerzo. A pesar de ello, el material muestra aumentar su resistencia mecánica en un 100 %, desde $\eta = 3$ hasta $\eta = 7.41$ de acuerdo a un estudio hecho por Russell *et al.* [3]. El parámetro η representa la deformación plástica del material y se definirá en el capítulo 1. Russell y colaboradores realizaron estudios con la aleación Al-Sn deformándola por extrusión e investigando el papel que juega el estaño en el proceso de endurecimiento del material. Este estudio se puede considerar incompleto pues no explica el mecanismo de endurecimiento a partir de parámetros medibles.

El objetivo de esta tesis consiste en caracterizar microestructural y mecánicamente al sistema Al-X % wt. Sn, donde X=10, 34, 40.38, explicando el comportamiento mecánico de este “anticompuesto”. La razón de trabajar a estas composiciones se detalla en el capítulo 3.

¹Para un desarrollo detallado sobre la regla puede consultarse cualquier texto relativo a materiales compuestos.

La originalidad de este estudio radica en que se conformará al material bajo un proceso de laminación, el resultado inmediato de deformar al material por procesos de conformado distintos es la morfología y orientación que desarrolla la segunda fase(Sn), que a su vez es un parámetro que influye en la resistencia mecánica del material como se verá en los resultados de este trabajo. Los resultados de los experimentos se cotejarán con los obtenidos por Russell *et al.* [3], comparando el efecto en resistencia mecánica producido por la microestructura obtenida por extrusión, con el efecto mecánico obtenido por la microestructura generada por laminación. Para cumplir con el objetivo global de este trabajo se definieron objetivos particulares, que representan los estudios que no han sido reportados sobre el material. Éstos, con sus respectivas hipótesis se puntualizan a continuación:

- Estudiar el efecto de la deformación plástica, inducida por laminación, sobre la resistencia mecánica del material. Con resistencia mecánica se refiere al valor del esfuerzo último σ_{uts} medido en un ensayo de tracción.

A este respecto se espera un incremento en la resistencia mecánica del material debido a que se ha reportado un crecimiento exponencial de la misma como función de la deformación plástica para muestras extruidas [3], se ignora el efecto y el tipo de crecimiento bajo un esquema de laminación.

- Caracterizar microestructuralmente la aleación Al-X % wt. Sn, donde X=10, 34, 40.38

A este respecto se espera una microestructura en donde la fase rica en Sn forme estructuras diferenciadas (filamentos, placas, etc.) en el sentido de la laminación. Esto último se ha reportado para muestras que han sido extruidas [3], no se conoce el resultado para muestras laminadas.

- Estudiar el efecto de las microdeformaciones presentes en el material por medio de la difracción de rayos X y correlacionarlas con el incremento macroscópico en la resistencia mecánica.

No se ha reportado ningún estudio sobre el análisis de microdeformaciones a partir

del estudio del ancho de los picos de difracción para este material. Se sabe que existe un efecto de la deformación plástica sobre la forma de dichos picos y que puede ser interpretable en términos de las microdeformaciones para casos favorables.

- Comprobar si el material sigue alguna relación de Hall-Petch² para la distancia característica en la fase de estaño.

Mediante este estudio se comprobará si el material sigue un endurecimiento por un fenómeno de fronteras similar al presentado en los refinamientos de grano.

Además de los puntos anteriores, se realizó una caracterización básica del material por difracción de rayos X con la finalidad de conocer las fases presentes en una zona amplia del mismo. Mediante microscopía electrónica de barrido y microscopía de fuerza atómica se obtuvo información sobre la microestructura del material. El estudio mecánico consistió en realizar ensayos de tracción a diferentes niveles de deformación en frío con la finalidad de evaluar la evolución de la resistencia última del material.

Para realizar este estudio y analizar los temas mencionados, primero fue necesario fabricar el material por dos procesos consecutivos: fundición y posteriormente un conformado por laminación.

Los estudios por difracción de rayos X también se emplearon para obtener información microestructural del material, donde específicamente se enfocaron al estudio de las microdeformaciones.

El contenido de este trabajo es el siguiente: el primer capítulo contiene los antecedentes relacionados con el material, el segundo capítulo incluye las bases teóricas para abordar el trabajo, el tercer capítulo contiene la metodología experimental empleada en este estudio, el capítulo cuatro se presentan los resultados obtenidos, el capítulo cinco presenta una discusión y análisis sobre los resultados, posteriormente se presentan las conclusiones de manera puntual y finalmente se muestra una sección de comentarios y recomendaciones para la continuación de este trabajo.

²En el capítulo 1 se define dicha relación y su aplicación para los DMMC's.

Capítulo 1

Antecedentes

Los DMMC's han sido el objeto de estudio de investigadores durante los últimos treinta años debido a las propiedades mecánicas que éstos exhiben, en particular la resistencia que desarrollan cuando son trabajados en frío.

En general, su proceso de fabricación es el siguiente: Por fundición o metalurgia de polvos se obtienen lingotes iniciales a partir de dos metales inmiscibles. Posteriormente son deformados plásticamente por procesos axisimétricos como: extrusión, trefilado o laminación, obteniendo así el material final. Durante la deformación plástica, la fase que está en menor proporción (refuerzo) disminuye de tamaño, obteniéndose al final del proceso una escala microestructural inferior al micrómetro. Debido a que la microestructura del refuerzo se obtiene dentro de la muestra conforme es deformada, a estos materiales también se les conoce como compuestos *in situ*.

Los primeros reportes de estos materiales datan de la década de los setentas. Bevk *et al.* [2] en 1978, reportó un crecimiento inesperado de resistencia mecánica en el cobre reforzado con filamentos de niobio formados por un proceso *in situ*. Los resultados de este trabajo fueron de especial interés debido a que mecánicamente el niobio no es un metal que posea una gran resistencia respecto a la del cobre, siendo de este modo un mal

candidato para ser considerado como refuerzo en un compuesto, tomando como base la regla de las mezclas. Dicho trabajo reportó un incremento de resistencia de 600 MPa a 2200 MPa desde una deformación $\eta = 5$ hasta $\eta = 11.5$, donde $\eta = \ln(A_0/A)$, A_0 y A representan el área transversal inicial y final del espécimen. Para ese momento, al lograr una resistencia de 2200 MPa se estaba igualando la resistencia del mejor *whisker*¹ de cobre reportado en ese tiempo.

Conforme fue avanzando la investigación de los DMMC's, los investigadores pensaron que la resistencia desarrollada en estos materiales podía estar influida por el tipo de celda cristalina de la matriz y del refuerzo o segunda fase, como es comunmente referido en la literatura. Los primeros experimentos se llevaron a cabo con matrices con red cristalina tipo fcc y con un refuerzo de red tipo bcc. Ejemplos de estas combinaciones son Cu-X, donde X puede ser Nb [2], Ta [13], Cr [5], W y Fe [5]. Durante estos estudios, se encontró que durante la deformación en frío, la segunda fase desarrollaba una textura $\{110\}$ lo que hacía que su deformación se llevara a cabo en forma biaxial [2]. En consecuencia de este resultado, la segunda fase desarrollaba una morfología de tipo listón enrollado, la cual se observaba en un corte transversal del material [3].

Posteriormente a estos estudios se continuó experimentando con combinaciones de matriz tipo fcc y segunda fase fcc, ejemplos de éstas son Ag-Ni [5] y Ag-Cu [9]. Este tipo de combinación no presentó incrementos importantes en su resistencia mecánica y eran menores que la combinación fcc-bcc, en consecuencia no se siguió profundizando en su estudio.

En la década de los noventas se comenzó a experimentar con DMMC's cuya segunda fase era del tipo hcp, ejemplos de éstos son Ti-Y, Mg-Ti, Al-Ti, Al-Mg. Para estos casos se observó que la segunda fase presentaba una textura $\{10\bar{1}0\}$ que en consecuencia limita la deformación de dicha fase a un modo biaxial, tal como se presenta en la combinación fcc-bcc. Igualmente en todos los casos la segunda fase presenta una morfología de tipo

¹Los *whiskers* son materiales monocristalinos que están prácticamente libres de dislocaciones en consecuencia, su resistencia es similar a la resistencia teórica.

listón en un corte de sección transversal del material.

Recientemente en el año dos mil, Russell *et al.* [3] realizó un estudio con la aleación Al-Sn, donde la matriz de aluminio tiene una red cristalina tipo fcc y el estaño una red tetragonal centrada en el cuerpo (bct). Como se mencionó en la introducción, dicho trabajo motivó este estudio ya que carece de análisis a partir de parámetros medibles que puedan explicar el endurecimiento del material. El trabajo mencionado sólo presenta una curva de la evolución de la resistencia del material en función de la deformación en frío. En este trabajo se contemplará el punto anterior e investigará la influencia en la resistencia mecánica del material cuando la morfología de la segunda fase no es de tipo listón, además intentará dar una explicación al funcionamiento del material con base en la información obtenida por los estudios mencionados en la introducción.

Como aplicación tecnológica, cabe mencionar que el material Al-Sn se emplea comercialmente en cojinetes, específicamente en las partes que están sometidas a desgaste debido a sus propiedades tribológicas. Las composiciones usuales para estas aplicaciones son 6, 20 y 40 % en peso de estaño.

Desde otro punto de vista, el sistema Al-Sn tiene un especial interés científico ya que como se mencionó anteriormente, está formado por dos materiales inmiscibles de acuerdo a su diagrama de fases mostrado en la Fig. 1.1. Como se puede observar prácticamente no existe solubilidad de estaño en aluminio, mientras que la solubilidad del aluminio en el estaño es de aproximadamente 0.6 %. Debido a esta característica el sistema es un candidato perfecto para ser un DMMC ya que en estado sólido posee dos fases separadas y cuenta con componentes de gran ductilidad para ser deformados a altos niveles.

Como reportan las referencias [3, 4, 13], los DMMC's presentan incrementos inusuales en su resistencia mecánica cuando son deformados a grandes escalas ($\eta > 6$). Escencialmente se reporta que existen dos fenómenos que contribuyen a este endurecimiento: el endurecimiento por deformación en frío y la presencia de una segunda fase que actúa como barrera para impedir el movimiento de dislocaciones. Cabe destacar que la forma,

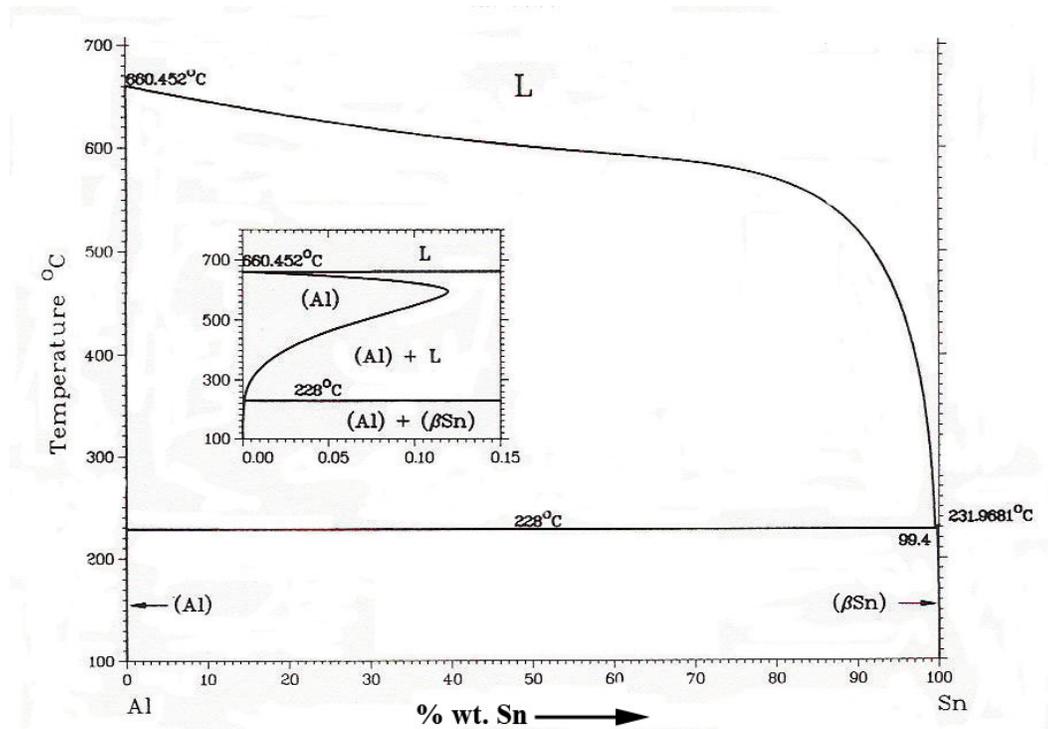


Figura 1.1: Diagrama de fases binario del sistema Al-Sn.

orientación, espaciamiento y tamaño de la segunda fase, es de vital importancia en la resistencia del material [12]. Con base en este antecedente se presentará una revisión de los fenómenos previamente mencionados involucrando los aspectos relacionados con los DMCC's.

1.1. Endurecimiento por deformación

El endurecimiento por deformación es uno de los métodos más importantes para endurecer metales. Algunos metales (por ej. el cobre) no cuentan con muchos sistemas para ser endurecidos por precipitación pero son tan dúctiles que pueden ser llevados a grandes deformaciones y en consecuencia endurecerse por trabajo en frío [36].

De manera general, en un material cristalino, el endurecimiento por deformación ocurre porque las dislocaciones que se mueven a través del material pueden interactuar

directamente entre ellas, con imperfecciones presentes o directamente con campos de esfuerzo que generan los obstáculos o las imperfecciones. Estas interacciones reducen la movilidad de las dislocaciones y en consecuencia se requieren mayores esfuerzos para continuar su movimiento. Uno de los temas más importantes, y a su vez más complicados, para predecir el comportamiento de un material trabajado en frío, es el determinar como varía la densidad y distribución de dislocaciones conforme el material es deformado plásticamente. Como se detallará en el capítulo 2, la deformación plástica es un fenómeno que depende de la trayectoria seguida para alcanzar dicho nivel de deformación. En otras palabras es un fenómeno que depende de la historia termomecánica. De este modo, la presencia o ausencia de dislocaciones y sus distribuciones, no dicen nada acerca de como se logró un cierto monto de deformación, debido a que no conocemos la ruta que siguieron para alcanzar dicho monto. Tanto la distribución, como la densidad de dislocaciones, son funciones que dependen de varios factores como la temperatura, la estructura cristalina y la rapidez de deformación. De este modo se puede concluir que se trata de un fenómeno complejo de estudiar y no es de sorprenderse que no exista una teoría que contemple todos los aspectos del fenómeno.

El endurecimiento de metales deformados a grandes niveles ($\eta > 6$) ha sido ampliamente estudiado, observándose que en general los metales con estructura fcc muestran una razón decreciente de endurecimiento respecto a la deformación, mientras que los metales tipo bcc tienden a presentar un crecimiento de tipo lineal [13]. Cabe mencionar que existe un límite de endurecimiento, es decir, después de cierta deformación la resistencia de un metal puro tiende a saturarse aunque se siga deformando. Este es el resultado de la recuperación dinámica del material; a cierto nivel, la creación y aniquilación de dislocaciones se equilibran. Como se verá en los resultados de este trabajo, la resistencia a la tensión del aluminio puro (metal tipo fcc) presenta una saturación para deformaciones $\eta > 5$. En los DMMC's, no se presenta esta situación, ya que de acuerdo con la literatura [3, 4, 16] y como se verá posteriormente, la resistencia a la tensión en los DMMC's se incrementa en forma exponencial a grandes deformaciones, razón por la cual es ventajoso trabajar con estos materiales sobre materiales sin combinar.

1.2. Interacción de dislocaciones con fronteras

Como es conocido, la deformación plástica es el resultado del movimiento entre los planos de deslizamiento favorecidos por la presencia de dislocaciones. En consecuencia, los obstáculos que se encuentren durante su trayectoria incrementarán el esfuerzo requerido para continuar el deslizamiento entre planos. Estos obstáculos pueden ser precipitados, fronteras de grano u otras dislocaciones.

Dentro de los análisis que estudian la influencia del tamaño de grano sobre las propiedades mecánicas de los metales, existe una expresión que ha mostrado ajustarse satisfactoriamente para correlacionar estos datos, dicha expresión se conoce como la ecuación de Hall-Petch [14, 15]

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{K}{\sqrt{d}} \quad (1.1)$$

donde σ_0 es el esfuerzo de fluencia del material, σ_0 es el esfuerzo necesario para vencer la fricción intrínseca de la red y mover una dislocación, K es una constante y d es el tamaño promedio de grano. Los estudios sobre DMMC's se enfocan al estudio de fronteras que funcionan como obstáculos al movimiento de dislocaciones, donde una segunda fase hace las veces de una frontera de grano. Para los DMMC's se ha observado que cuando éstos son deformados por arriba de $\eta > 5$, su resistencia mecánica puede relacionarse con la distancia que separa la segunda fase mediante una relación tipo Hall-Petch independientemente si el tipo de combinación es fcc-bcc o fcc-fcc [10]. Hasta el momento no se ha reportado algún trabajo que relacione el espaciamiento entre una segunda fase con estructura tetragonal y la resistencia mecánica del material.

A lo largo del estudio de los DMMC's se han hecho varias observaciones: durante el proceso de deformación plástica, el tamaño y separación de la segunda fase disminuyen progresivamente presentándose un umbral que da como resultado el aumento de las propiedades mecánicas del material, es decir, se logra una condición donde dichas barreras son más efectivas para frenar el movimiento de dislocaciones [13].

Capítulo 2

Antecedentes teóricos

Las siguientes secciones tienen por objetivo presentar los fundamentos teóricos para abordar este trabajo. Debido a que en el proceso de preparación del material se involucra una deformación plástica severa, se comenzará con una revisión de la fluencia en medios continuos; aquí se mostrará uno de los criterios de fluencia más empleados en el campo de la plasticidad, asimismo se presentarán los conceptos de esfuerzo y deformación eficaz, que serán utilizados en el análisis de resultados. Posteriormente se explicará el proceso de conformado por laminación. Después de este tema se explicará en que consiste un refinamiento de estructura por el método Rietveld que se empleará como herramienta para realizar el análisis de microdeformaciones por difracción de rayos X, finalmente se presenta la base teórica de este estudio.

2.1. Fluencia en medios continuos

El estudio de la fluencia en policristales es un tema hasta el momento complejo de explicar debido a que en el proceso de deformación existen interferencias mutuas entre cristales vecinos, aunado al problema de compatibilidad entre deformaciones de cristales adyacentes. En un material policristalino, cada grano tiene diferente orientación al eje de

carga y un problema fundamental en el estudio mecánico de los materiales lo presenta la descripción del límite del comportamiento elástico. De tal forma, que a fin de predecir el principio de la fluencia en medios continuos desde un punto de vista macroscópico se han desarrollado varios criterios.

Dos de éstos son:

1. **Criterio de Tresca**¹. Que predice la fluencia con base en el esfuerzo cortante máximo.
2. **Criterio de Von Mises**². Que predice la fluencia basándose en la máxima energía de distorsión.

En este trabajo se utiliza el criterio de Von Mises, ya que éste es el fundamento para desarrollar los conceptos de esfuerzo y deformación eficaz, mismos que fueron utilizados en este estudio con la finalidad de comparar deformaciones llevadas a cabo a partir de distintos procesos de conformado. A continuación se resume el desarrollo de dicho criterio. Para desarrollos más específicos puede consultarse cualquier referencia relativa al tema de mecánica de medios continuos.

2.1.1. Criterio de Von Mises

Este criterio dicta que la fluencia ocurrirá cuando el segundo invariante del desviador de esfuerzos alcance un valor crítico. Esta idea la podemos expresar como sigue

$$J_2 = k^2 \tag{2.1}$$

Donde J_2 representa al segundo invariante y k el valor crítico.

¹Una explicación más detallada de este criterio puede encontrarse en la referencia[31]

²En este trabajo se presenta sólo un resumen del desarrollo de dicho criterio, para una explicación más detallada puede consultarse la referencia [31].

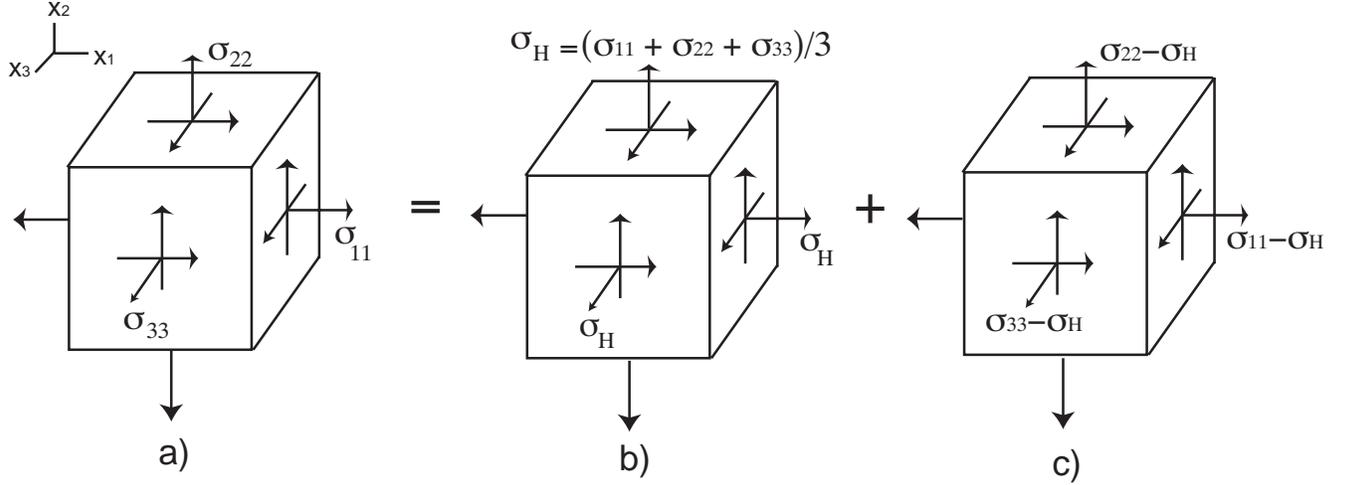


Figura 2.1: Descomposición de un estado general de esfuerzos (a) en su parte hidrostática (b) y su parte desviadora (c).

Recordando conceptos básicos de mecánica de medios continuos, un estado general de esfuerzos puede expresarse como la superposición de una componente hidrostática más una componente desviadora (Fig. 2.1),

$$\sigma_{ij} = \frac{\sigma_{kk}}{3} \delta_{ij} + S_{ij} \quad (2.2)$$

Donde $\sigma_{kk}/3$ representa el esfuerzo hidrostático, δ_{ij} la delta de Kronecker y S_{ij} al desviador de esfuerzos.

Para obtener una expresión matemática del criterio de Von Mises despejemos S_{ij} de la ecuación (2.2)

$$S_{ij} = \sigma_{ij} - \frac{\sigma_{kk}}{3} \delta_{ij} \quad (2.3)$$

El segundo invariante del desviador de esfuerzos se calcula por:

$$\begin{aligned} J_2 &= \frac{1}{2}(S_{ii}S_{jj} - S_{ij}S_{ji}) \\ &= \frac{1}{6}[(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + (\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + (\sigma_{33} - \sigma_{11})^2 + 6(\sigma_{12}^2 + \sigma_{23}^2 + \sigma_{31}^2)] \end{aligned}$$

De este modo, de acuerdo al criterio de Von Mises, la fluencia ocurrirá cuando

$$J_2 = \frac{1}{6}[(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + (\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + (\sigma_{33} - \sigma_{11})^2 + 6(\sigma_{12}^2 + \sigma_{23}^2 + \sigma_{31}^2)] = k^2 \quad (2.4)$$

Para conocer el valor de k , analicemos el caso para un estado de tensión uniaxial, donde la fluencia ocurre cuando $\sigma_{11} = \sigma_y$

$$\begin{aligned} J_2 &= \frac{1}{6}[(\sigma_y - 0)^2 + (0 - 0)^2 + (0 - \sigma_y)^2] = k^2 \\ &= \frac{2}{6}\sigma_y^2 = k^2 \\ &= \frac{1}{3}\sigma_y^2 = k^2 \end{aligned}$$

Conocido el valor de k , el criterio de Von Mises lo podemos expresar mediante

$$\sigma_y = \bar{\sigma}_{VM} = \frac{1}{\sqrt{2}}[(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + (\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + (\sigma_{33} - \sigma_{11})^2 + 6(\sigma_{12}^2 + \sigma_{23}^2 + \sigma_{31}^2)]^{1/2} \quad (2.5)$$

De lo anterior se deduce que de acuerdo al criterio de Von Mises, para un estado general de esfuerzos que sufre un medio continuo, la fluencia ocurrirá cuando el esfuerzo eficaz ($\bar{\sigma}_{VM}$) alcance un valor igual al esfuerzo de fluencia en una condición de tensión uniaxial.

2.2. Conceptos de plasticidad

En deformaciones elásticas, el nivel de esfuerzos depende sólo del nivel alcanzado por la deformación (ej. $\sigma = E\epsilon$) más no de la trayectoria seguida para alcanzar dicha deformación. En deformación plástica el nivel de esfuerzos depende de la historia de deformación del material, desde que este se encontraba en un estado de deformación nula hasta que alcanza una deformación ϵ . Por esta razón, en plasticidad se trabaja con incrementos de deformación. De este modo la deformación plástica se calcula sumando estos incrementos

$$\epsilon = \int_{historia} d\epsilon \quad (2.6)$$

Al igual que en un régimen de deformaciones elásticas, para el campo de la plasticidad también se puede desarrollar una expresión que defina al trabajo aplicado al material para que sea deformado, ésta tiene que definirse en términos de incrementos de deformación y de un esfuerzo eficaz cumpliendo con las ideas planteadas con anterioridad. En el siguiente párrafo se explica esta idea.

Una vez que se ha definido un esfuerzo eficaz (en este caso $\bar{\sigma}_{VM}$), el paso siguiente sería definir una deformación equivalente o eficaz $d\bar{\epsilon}$. Para definirla sigamos con esta idea: Recordando que $\bar{\sigma}_{VM}$ se definió con base en ciertos criterios, en este caso la máxima energía de distorsión, por lo tanto esto conlleva a no poder definir $d\bar{\epsilon}$ de forma arbitraria. Una forma de definirlo, es tal que conjugado con el esfuerzo eficaz cumpla con la ecuación que modela el trabajo aplicado al material, esto es

$$dw = w_T = \frac{1}{2}(\sigma_{11}\epsilon_{11} + \sigma_{22}\epsilon_{22} + \sigma_{33}\epsilon_{33} + \sigma_{12}\gamma_{12} + \sigma_{23}\gamma_{23} + \sigma_{31}\gamma_{31}) = \bar{\sigma}_{VM}d\bar{\epsilon} \quad (2.7)$$

Si el sistema de referencia se encuentra orientado en direcciones principales los esfuerzos cortantes son nulos y la expresión se reduce de la siguiente manera

$$dw = \bar{\sigma}_{VM}d\bar{\epsilon} = \sigma_1d\epsilon_1 + \sigma_2d\epsilon_2 + \sigma_3d\epsilon_3 \quad (2.8)$$

En el caso de un régimen de deformaciones elásticas, los esfuerzos y las deformaciones se pueden relacionar mediante la ley de Hooke. Relaciones similares, conocidas como reglas de flujo, se han desarrollado para estados de deformación plástica. Para motivar las relaciones esfuerzo-deformación en un régimen plástico, consideremos un elemento sometido a una carga axial como lo muestra la Fig. 2.2. La barra es sometida a una carga en la dirección 1, y en consecuencia experimentará contracciones en las direcciones perpendiculares 2 y 3.

Para deformaciones isotrópicas se cumple

$$\epsilon_2 = \epsilon_3 \quad (2.9)$$

Evidencia experimental apunta hacia el hecho de que las deformaciones plásticas en

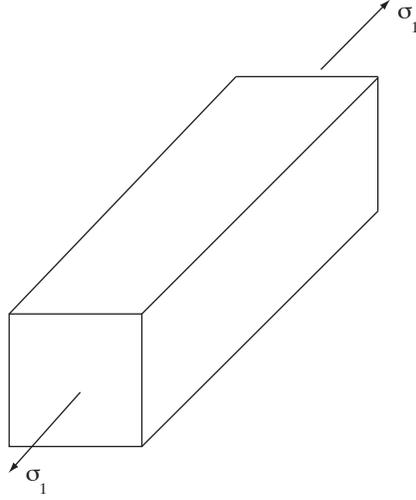


Figura 2.2: Elemento sometido a un esfuerzo uniaxial.

metales son incompresibles, esto es

$$\frac{\Delta V}{V} = \epsilon_1 + \epsilon_2 + \epsilon_3 = 0 \quad (2.10)$$

Combinando las ecuaciones anteriores se concluye que para el elemento sometido a tensión uniaxial

$$\epsilon_2 = \epsilon_3 = -\frac{\epsilon_1}{2} \quad (2.11)$$

Calculando las componentes del desviador de esfuerzos, recordando que éstas se obtienen restando el esfuerzo hidrostático ($\sigma_H = \sigma_{kk}/3$) de los esfuerzos normales del tensor de esfuerzos (ec. (2.2)), se obtiene

$$\begin{aligned} s_1 &= \sigma_1 - \sigma_H = \sigma_1 - \frac{\sigma_1 + 0 + 0}{3} = \frac{2\sigma_1}{3} \\ s_2 &= \sigma_2 - \sigma_H = 0 - \frac{\sigma_1 + 0 + 0}{3} = -\frac{\sigma_1}{3} \\ s_3 &= \sigma_3 - \sigma_H = 0 - \frac{\sigma_1 + 0 + 0}{3} = -\frac{\sigma_1}{3} \end{aligned} \quad (2.12)$$

Debido a que $\epsilon_1 = \epsilon_2$ por la ec. (2.11), y $s_2 = s_3$ podemos escribir los siguientes cocientes

$$\frac{\epsilon_2}{s_2} = \frac{\epsilon_3}{s_3} = \frac{-\frac{\epsilon_1}{2}}{-\frac{\sigma_1}{3}} = \frac{\epsilon_1}{\frac{2\sigma_1}{3}} = \frac{\epsilon_1}{s_1} \quad (2.13)$$

$$\frac{\epsilon_2}{s_2} = \frac{\epsilon_3}{s_3} = \frac{\epsilon_1}{s_1} = \text{constante} = \lambda \quad (2.14)$$

Utilizando el concepto de incremento de deformación, la manera adecuada de escribir la regla de flujo es de la siguiente forma

$$\frac{d\epsilon_2}{s_2} = \frac{d\epsilon_3}{s_3} = \frac{d\epsilon_1}{s_1} = d\lambda \quad (2.15)$$

Igualmente, utilizando este mismo concepto, la forma adecuada de escribir la condición de incompresibilidad es

$$d\epsilon_1 + d\epsilon_2 + d\epsilon_3 = 0 \quad (2.16)$$

Cabe destacar que tanto la regla de flujo como la condición de compresibilidad son válidas para deformaciones multidimensionales, aunque la discusión anterior haya sido restringida al caso unidimensional.

Combinando las reglas de flujo, la ecuación (2.8) y la condición de incompresibilidad se obtiene que la deformación equivalente queda definida por

$$d\bar{\epsilon} = \left[\frac{2}{3} (d\epsilon_1^2 + d\epsilon_2^2 + d\epsilon_3^2) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (2.17)$$

Un desarrollo más detallado de esta ecuación se encuentra en el apéndice A. Esta expresión es de suma importancia en este trabajo ya que como se mencionó anteriormente, investigaciones previas [3] han conformado el material Al-Sn mediante extrusión mientras que en esta investigación se procesará al material mediante laminación. Debido a que en la producción de barras y láminas se llevan a cabo distintos modos de deformación, se debe calcular una deformación eficaz para el caso de laminación que pueda ser comparada con una deformación η por extrusión. Con base en su deducción, la expresión (2.17) es válida para un material isotrópico. Aunque nuestro material no pueda considerarse isotrópico debido a que será deformado por laminación y en consecuencia habrá orientación de su estructura, dicha expresión puede aplicarse como una aproximación para comparar deformaciones debido a que se basa en el trabajo requerido para deformar al medio continuo.

2.3. Endurecimiento por trabajo en frío asociado al ensayo de tracción

Cuando se deforma plásticamente un metal a una temperatura inferior a la de recristalización, se dice que ha sido trabajado en frío. Más allá del cambio de forma que pueda experimentar el metal, su dureza y resistencia mecánica se incrementan. De este modo, el término endurecimiento por deformación se refiere al endurecimiento que adquiere el metal cuando es trabajado en frío.

El método más común para cuantificar el comportamiento de un material al ser endurecido por deformación es mediante un ensayo de tracción. Como se sabe, la información adquirida en dicho ensayo es la fuerza F requerida para producir un desplazamiento Δl en la muestra. A partir de estos datos, se calcula el esfuerzo y la deformación ingenieriles presentes en el material. Estos parámetros están definidos por

$$S = \frac{F}{A_0} \quad \text{Esfuerzo nominal o ingenieril} \quad (2.18)$$

$$e = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l - l_0}{l_0} \quad \text{Deformación nominal o ingenieril.} \quad (2.19)$$

Donde A_0 y l_0 son el área de la sección y la longitud de la zona de trabajo antes de que la muestra haya sido deformada.

La curva esfuerzo-deformación ingenieril (Fig. 2.3) no refleja adecuadamente la deformación de un material, debido a que estos parámetros se definen bajo las dimensiones originales del espécimen, siendo que éstas cambian continuamente durante el ensayo de tracción. De este modo, para describir un comportamiento más apegado a la realidad, es necesario conocer el esfuerzo y la deformación basados en las dimensiones instantáneas del material durante el ensayo. Para transformar los datos ingenieriles en datos reales se emplean las siguientes expresiones

$$\sigma = S(1 + e) \quad (2.20)$$

$$\epsilon = \ln(1 + e) \quad (2.21)$$

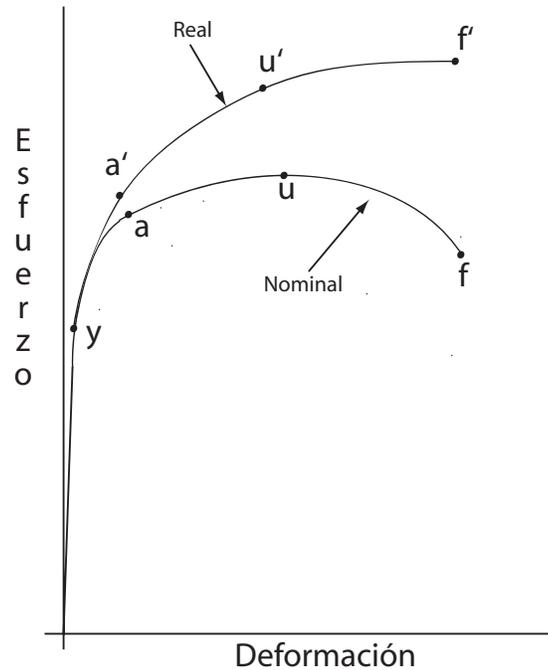


Figura 2.3: Comparación entre la curva real e ingenieril de un ensayo de tracción.

Dichas expresiones transforman la curva ingenieril en una curva real (Fig. 2.3). La porción ya'u'f' de la curva caracteriza el endurecimiento por deformación del material. Para materiales dúctiles, que no han sido previamente endurecidos por trabajo mecánico, su comportamiento desde el inicio de la fluencia hasta la máxima carga puede ser modelado adecuadamente por la expresión de Hollomon [35]

$$\sigma = K\epsilon^n \quad (2.22)$$

Donde K y n se conocen como el coeficiente y exponente endurecimiento respectivamente, n varía generalmente entre 0.2 y 0.5, mientras que K varía entre $G/100$ y $G/1000$, siendo G el módulo elástico de corte. Ahora bien, si se grafican los datos de la curva esfuerzo-deformación reales bajo una escala logarítmica se obtiene una línea recta, donde la pendiente representa el valor de n y la ordenada al origen representa el valor de K . De esta forma se puede construir la ecuación (2.22).

Para cuantificar el grado de endurecimiento que sufre el material se puede calcular la razón de cambio del esfuerzo con respecto a la deformación plástica $d\sigma/d\epsilon$, de esta manera

derivando la ecuación (2.22) respecto a la deformación se obtiene la siguiente expresión

$$\frac{d\sigma}{d\epsilon} = Kn\epsilon^{n-1} = n\frac{K\epsilon^n}{\epsilon} = n\frac{\sigma}{\epsilon} \quad (2.23)$$

Dicha expresión permite cuantificar el grado de endurecimiento por deformación que sufre el material en un ensayo de tracción. Esta ecuación se aplicará en el capítulo 4 cuando se realice un análisis sobre el grado de endurecimiento que sufre el aluminio cuando es deformado plásticamente.

2.4. Conformado de materiales mediante laminación

Descripción.- El proceso de laminación consiste en reducir el espesor de un material mediante fuerzas de compresión aplicadas a través rodillos.

Un esquema del proceso se muestra en la Fig. 2.4.

Donde

- h_0 representa el espesor inicial de la pieza de trabajo.
- h_f representa el espesor final de la pieza de trabajo.

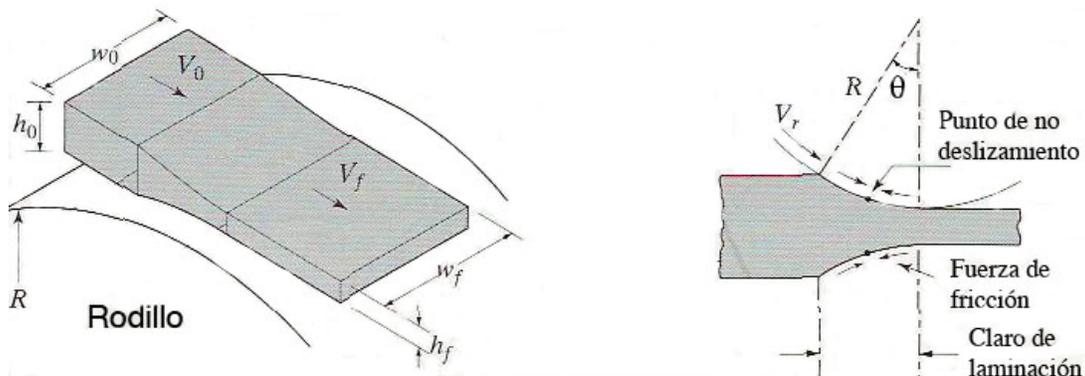


Figura 2.4: Esquema del proceso de laminación.

- w_0 representa el ancho inicial de la pieza.
- w_f representa el ancho final de la muestra.
- V_0 representa la velocidad de entrada de la pieza.
- V_f representa la velocidad de salida de la pieza.
- R representa el radio del rodillo.
- θ representa el ángulo de mordedura.
- V_r representa la velocidad tangencial del rodillo.

2.4.1. Deformación en el proceso de laminación

Si el volumen del material se mantiene constante conforme es deformado, se puede recurrir a la condición de incompresibilidad para el siguiente análisis

$$\begin{aligned}
 Vol &= Al = \text{cte} && \text{diferenciando} \\
 dVol &= Adl + ldA = 0 \\
 -\frac{A}{dA} &= \frac{l}{dl} = d\epsilon && (2.24)
 \end{aligned}$$

Integrando la ecuación (2.24) se obtiene

$$\int d\epsilon = \epsilon = \int_{A_0}^A -\frac{A}{dA} = \ln\left(\frac{A_0}{A}\right) \quad (2.25)$$

El área transversal del espécimen se calcula por : $A=w t$, donde w representa el ancho y t el espesor. Sustituyendo en la ecuación (2.25) se obtiene

$$\begin{aligned}
 \epsilon &= \ln\left(\frac{w_0 t_0}{w t}\right) && \text{Si el ancho permanece constante durante la deformación} \\
 \eta &= \ln\left(\frac{t_0}{t}\right) && (2.26)
 \end{aligned}$$

Como en el proceso de laminación el ancho del material se mantiene esencialmente constante, la ecuación (2.26) representa la deformación asociada al proceso de laminación y es un parámetro ampliamente usado en este trabajo.

2.5. Método de Rietveld

Debido a que el refinamiento tipo Rietveld se usó en este trabajo como herramienta para el análisis de las microdeformaciones, a continuación se describirá en qué consiste dicho método para dar paso a los fundamentos del análisis de microdeformaciones por difracción de rayos X.

Un refinamiento de estructura tipo Rietveld consiste en estimar las intensidades de Bragg en un difractograma de polvos con base en un modelo de estructura y cumpliendo con las restricciones impuestas por el grupo espacial del material. La técnica consiste en calcular los perfiles del difractograma con base en dicho modelo y compararlos con los datos observados punto a punto. El modelo a ajustar se compone de tres partes

El modelo cristalográfico.- Que contiene información relativa al tamaño y simetría de la red, posiciones atómicas, parámetros térmicos y la ocupación de los átomos en la celda unidad.

El modelo instrumental.- Que modela la parte óptica y el arreglo experimental del difractómetro

El modelo de perfiles- Modelo que describe la forma de los picos de difracción.

Los datos del modelo son minimizados o refinados iterativamente hasta que se encuentra un ajuste adecuado entre los datos estimados y los observados. El método de optimización es mediante mínimos cuadrados.

Matemáticamente se plantea que se requiere minimizar la función S_y definida por

$$S_y = \sum_i w_i (y_i - y_{ci})^2 \quad (2.27)$$

donde

$w_i = 1/y_i$ se conoce como el factor de peso

y_i es la intensidad observada en el paso i

y_{ci} es la intensidad calculada en el paso i .

Idealmente S_y debe ser igual con cero.

Por otro lado y_{ci} es la combinación de varios factores

$$y_{ci} = s \sum_k L_K |F_K|^2 \phi(2\theta_i - 2\theta_k) P_K A + y_{bi} \quad (2.28)$$

donde

s = factor de escala

K = índices de miller para una reflexión dada

L_K = factor de polarización de Lorentz

ϕ = función que modela la forma del pico de difracción

P_K = función que modela la orientación preferencial de los cristales en la muestra

A = factor de absorción

F_K = factor de estructura asociado a la reflexión de Bragg

y_{bi} = intensidad del ruido de fondo en el punto i

En resumen se puede decir que para refinar una estructura cristalina se procede de la siguiente manera: se obtiene el difractograma de rayos X de la muestra que se

está analizando; enseguida, se identifican todas las fases presentes y se recaba información sobre la cristalografía de cada una de ellas. Con esta información cristalográfica, que contiene parámetros constantes y variables (como los parámetros de red y las posiciones de algunos átomos), y un modelo para el arreglo experimental, se calcula un patrón de difracción y se compara con el experimental. Empleando la técnica por mínimos cuadrados, los parámetros involucrados con el modelo se modifican hasta que la diferencia entre el difractograma teórico y el experimental es mínima.

Criterios de ajuste

Como la función que se minimiza es S_y con ella se genera el residuo:

$$R_{wp} = \left(\frac{S_y}{\sum w_i y_i} \right) \quad (2.29)$$

cuyo valor se emplea como criterio para determinar que tan bueno es el ajuste entre los difractogramas experimental y teórico.

Existen varios criterios de ajuste para evaluar el progreso del refinamiento, los más empleados son:

$$R_F = 100 \frac{\sum |I_K(obs)^{1/2} - I_K(cal)^{1/2}|}{\sum I_K(obs)^{1/2}} \quad (2.30)$$

$$R_e = 100 \left(\frac{N - P + C}{\sum w_i y_i^2(obs)} \right)^{1/2} \quad (2.31)$$

$$\chi^2 = 100 \left(\frac{R_{wp}}{R_e} \right)^2 \quad (2.32)$$

$$S = \frac{R_{wp}}{R_e} \quad (2.33)$$

donde I_K es la intensidad asignada al pico de difracción K después del refinamiento, N es el número de puntos observados, P el número de parámetros ajustados y C el número de restricciones aplicadas.

Los criterios más significativos para examinar el progreso del refinamiento son R_{wp} , S y χ^2 ya que contienen directamente en el numerador la función S_y que se está minimizando.

De acuerdo con la literatura [37] puede considerarse que un refinamiento es adecuado cuando el valor de S se encuentre entre 1 y 1.7 mientras que χ^2 debe encontrarse entre 1 y 2.25. Aunque estos parámetros son de utilidad para juzgar la calidad del refinamiento, el juicio más importante es la apreciación visual.

Modelado de los efectos instrumentales

La contribución al patrón de difracción producida por el equipo como arreglo experimental está íntimamente relacionada con su geometría. Esta contribución incluye la polarización de Lorentz que depende del monocromador empleado y de su ubicación en el difractor (esta ubicación que puede ser en el haz primario o en el haz secundario); la coincidencia del plano de la muestra con el plano de difracción, si estos planos no coinciden se puede refinar este parámetro conocido como el cero instrumental.

Modelado del fondo

La contribución del fondo al difractograma puede tener varios orígenes: la presencia de una fase amorfa en la muestra, la contribución del soporte de la muestra (en general el soporte es de vidrio o de polímero, ambos amorfos). Hay varias alternativas para tomar en cuenta este fondo. En una de ellas, se hace un muestreo de los puntos del fondo y se modela el fondo con un polinomio; los factores del polinomio son variables y se refinan hasta tener el mejor ajuste, un método empleado por los programas de refinamiento como *Fullprof* es realizar un ajuste con polinomios de tercer orden conocidos como *splines*. Dicho método es el que se utilizó en este trabajo.

Factor de escala

La intensidad de un difractograma depende de la potencia del tubo que genera los rayos X, del ancho del haz, es decir, de las aperturas tanto en el haz incidente como en el haz difractado, de la absorción de los rayos X por la muestra, del número atómico de los átomos que componen las diferentes fases, de la textura en la muestra, del tiempo de medición del difractograma, del número y características de los monocromadores empleados, así como

de la eficiencia del detector de los rayos X y de la electrónica asociada al conteo. Por lo anterior, la escala del difractograma experimental es arbitraria y complicada de modelar. Sin embargo, para poder comparar el difractograma calculado con el experimental es necesario que ambos estén en la misma escala. En una muestra puede haber diferentes fases cristalinas con composición atómica y concentraciones muy distintas, lo que define su propia escala. Por ello, al modelar el difractograma total es necesario multiplicar la intensidad calculada de cada fase cristalina por su factor de escala, que es refinable y que permitirá tener los difractogramas experimentales y calculados en la misma escala.

Parámetros de la red

Los parámetros de red son parámetros refinables que nos permiten desplazar los picos calculados de difracción y lograr un correcto centrado de los mismos. Para el caso del sistema cúbico solamente se refina el valor absoluto del parámetro de red, mientras que para el sistema tetragonal se refinan los valores de a y c .

Función para describir los picos de difracción

Si todas las celdas unitarias que constituyen un cristal fueran iguales y los tamaños de cristales que difractan a los rayos X o neutrones fueran suficientemente grandes, el ensanchamiento de los picos de difracción sería descrito correctamente con una función gaussiana³, en el caso de la difracción de rayos X, las colas de los picos de difracción no son descritos correctamente con este perfil, ni siquiera con un perfil lorentziano; el mejor resultado se obtiene empleando una función Voigt que se define como la convolución de una función lorentziana y una gaussiana. Como se verá en la sección 2.6.1, las funciones lorentzianas y gaussianas están definidas por sus anchos a media altura que a su vez son funciones que varían en función del ángulo de difracción y de parámetros refinables asociados a las microdeformaciones⁴ y al tamaño de cristalito⁵.

³Las funciones gaussianas y lorentzianas se definen en la siguiente sección.

⁴Las microdeformaciones se definen como distorsiones de corto alcance presentes en la red cristalina debidos a defectos planares o sitios vacantes.

⁵Los cristalitos se definen como unidades cristalinas, libres de defectos, que difractan en fase. Se puede

2.6. Análisis microestructural por difracción de rayos X

En la difracción de rayos X la identificación de fases reside principalmente en el análisis de la posición de los picos de difracción. Sin embargo, su forma contiene información adicional sobre la microestructura del material. Por ejemplo, el ancho de las reflexiones incrementa conforme disminuye el tamaño de los dominios cristalinos (cristalitos). Por otro lado, las microdeformaciones, que como se mencionó son distorsiones de corto alcance presentes en la red cristalina, y que son el tema de estudio de este trabajo, también contribuyen al ensanchamiento de los picos. Las distorsiones de la red se deben a defectos puntuales como sitios vacantes o defectos planares como dislocaciones y en nuestro caso también se hace presente una distorsión a nivel de frontera entre las redes cristalinas del aluminio y del estaño.

La teoría sobre el ensanchamiento de picos de difracción que producen metales y aleaciones deformadas plásticamente fue desarrollada aproximadamente hace 50 años (Warren y Averbach, 1950; Warren, 1959). El desarrollo de esta teoría comenzó cuando Scherrer [20] en 1918 descubrió que los cristalitos menores a cierto tamaño generaban un ensanchamiento de los picos de difracción. Sin embargo, pasó más de un cuarto de siglo para antes de que Stokes y Wilson [21] en 1944 formularan una teoría más compleja y exacta sobre la teoría del ensanchamiento de picos, en la cual incluían a las microdeformaciones como otra fuente de ensanchamiento. Poco tiempo después, se le dio un impulso más a esta teoría: Stokes en 1948 adaptó el método de deconvolución empleando transformadas de Fourier para obtener el ensanchamiento relativo al material separándolo del ensanchamiento observado. No fue hasta la mediados del siglo pasado cuando Bertaut [23] (1949) y Warren y Averbach [24] (1950) desarrollaron métodos más detallados para analizar el fenómeno de ensanchamiento de picos mediante el ajuste de funciones por series de Fourier a los picos de difracción. Dichos métodos tienen sus

pensar este concepto como un dominio que posee la misma estructura que un monocristal

inconvenientes, por ejemplo el método deconvolutivo de Stokes no puede ser aplicado a picos de diferentes fases traslapados en la misma posición angular ya que se producen errores considerables, además que implica un tratamiento matemático complejo. No fue hasta 1967 cuando se pudieron salvaguardar estas dificultades mediante el desarrollo del método Rietveld y entonces fue de nuevo atractivo realizar estos análisis. En 1978 Langford [22] introdujo la función Voigt en el campo de los rayos X y fue rápidamente adoptada en el análisis por Rietveld.

2.6.1. Ensanchamiento de picos de difracción de rayos X

En el esquema experimental por difracción de rayos X existen dos causas que provocan el ensanchamiento de los picos, de aquí que el perfil observado en un difractograma sea el efecto de las siguientes causas

$$h(x) = g(x) \otimes f(x) + \text{fondo} \quad (2.34)$$

donde $g(x)$ representa el perfil debido al instrumento, $f(x)$ representa el perfil debido a la muestra y el símbolo \otimes representa al operador convolución. Con ello se puede deducir que para obtener la información microestructural relacionada con la muestra se debe determinar el efecto producido por el instrumento. Para encontrar dicho ensanchamiento es necesario escoger un material patrón que presente un ensanchamiento mínimo, y con ello el ensanchamiento observado será atribuido a la parte instrumental. El material más recurrido para este fin es el hexaboruro de lantano (LaB6). Dicho material presenta las líneas de difracción más delgadas que cualquier otro y por ende puede considerarse que el ensanchamiento observado en su difractograma es debido puramente a efectos instrumentales. Debido a que las reflexiones del LaB6 y el de la muestra no coinciden en la misma posición angular, es necesario ajustar una función a los datos que permita encontrar el ancho instrumental en los puntos de interés y con ello poder restar dicho efecto. Una expresión comunmente utilizada para este fin es la de Caglioti definida por

$$FWHM_G = \sqrt{U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W} \quad (2.35)$$

donde FWHM representa el ancho a media altura del pico, U, V y W son constantes. Dicha expresión ha mostrado ajustarse adecuadamente a perfiles de tipo gaussiano, mientras que para perfiles de tipo lorentziano se emplea la siguiente expresión

$$FWHM_L = X \tan \theta + Z \quad (2.36)$$

Otro método recurrido y que fue el empleado en este trabajo, consiste en realizar una interpolación lineal entre los valores de los anchos de difracción del LaB6 en la posición angular de interés.

El método de elección para separar la contribución al ensanchamiento del pico observado debida a la muestra es de gran importancia para el subsecuente análisis microestructural. Básicamente se pueden encontrar dos grupos:

1. El enfoque deconvolutivo de Stokes, donde la contribución al ensanchamiento debido a la muestra es obtenido a partir del perfil observado, siempre y cuando se conozca el efecto instrumental con antelación. Este método utiliza el teorema de la convolución para encontrar el perfil concerniente a la muestra. A partir de esta información se calcula la transformada de Fourier de los datos observados e instrumentales y de ahí se procede a despejar la función relacionada a la muestra.
2. El enfoque convolutivo, donde el perfil observado es construido con base en la ecuación (2.34) y posteriormente ajustado al patrón observado mediante un procedimiento por mínimos cuadrados. La desventaja de emplear este método es que al utilizar una minimización por mínimos cuadrados, en el proceso iterativo es posible caer en mínimos locales lo que se conoce como falsos mínimos. Este enfoque es utilizado por los programas de refinamiento de estructuras como *Fullprof*.

Existen dos opciones para medir el ancho de los picos de difracción

1. El ancho a media altura del pico (FWHM).

2. El ancho integral β que se calcula de la siguiente forma: A partir del pico de difracción se puede construir un rectángulo cuya altura y área sean iguales a las del pico en cuestión. El ancho de este rectángulo equivale al ancho integral. Una forma equivalente de calcularlo es dividiendo el área bajo la curva del pico entre su intensidad.

El ancho integral es el más empleado en el análisis microestructural.

Como se mencionó en la sección 2.6 la función que mejor ha mostrado adaptarse a las líneas de reflexión es la tipo Voigt, que se define como la convolución de una función lorentziana y una gaussiana, esto es

$$G(x, H_G) \otimes L(x, H_L) = \int_{-\infty}^{\infty} L(u)G(x - u)du = V(x, H_G, H_L) = V(x, \beta_G, \beta_L) \quad (2.37)$$

Donde H_G y H_L representan los anchos a media altura de la función gaussiana y lorentziana respectivamente o en su defecto puede expresarse mediante los anchos integrales β . La forma de la función Voigt está determinada por la contribución relativa de cada ancho (H_G, H_L).

Las funciones gaussiana y lorentziana normalizadas se definen por

$$G(x) = a_G e^{-b_G(x-x_0)^2} \quad (2.38)$$

$$L(x) = \frac{a_L}{1 + b_L(x - x_0)^2} \quad (2.39)$$

donde $a_G = \frac{2}{H} \sqrt{\frac{\ln 2}{\pi}}$, $b_G = \frac{4 \ln 2}{H^2}$, $a_L = \frac{2}{\pi H}$, $b_L = \frac{4}{H^2}$, H representa los anchos a media altura de cada función.

Debido a que matemáticamente es difícil trabajar con funciones tipo Voigt, la mayoría de los programas de refinamiento aproximan a esta función mediante la función Pseudo-Voigt ya que numericamente es más fácil y rápida de calcular. Dicha función combina linealmente una función gaussiana y una lorentziana que poseen el mismo ancho a altura

media. Su definición matemática es la siguiente

$$PV(x) = \eta L(x) + (1 - \eta)G(x) \quad 0 < \eta < 1 \quad (2.40)$$

$$PV(x) = PV(x, \eta, H) \quad (2.41)$$

Como se puede ver son dos los parámetros que caracterizan la función (η, H) . El ancho integral de unan función Pseudo-Voigt se calcula mediante

$$\beta_{PV} = \frac{\pi H/2}{\eta + (1 - \eta)\sqrt{\pi \ln 2}} \quad (2.42)$$

Ya que se conoce la función Pseudo-Voigt, se pueden encontrar los parámetros que forman la función Voigt (H_G, H_L) empleando los mapeos de Thompson Cox Hastings [18]

$$\begin{aligned} H^5 &= H_G^5 + 2.69269H_G^4H_L + 2.42843H_G^3H_L^2 + 4.47163H_G^2H_L^3 + 0.07842H_GH_L^4 + H_L^5 \\ \eta &= 1.366603\left(\frac{H_L}{H}\right) - 0.47719\left(\frac{H_L}{H}\right)^2 + 0.11116\left(\frac{H_L}{H}\right)^3 \end{aligned} \quad (2.43)$$

Así como existe una variación de los anchos instrumentales en función del ángulo de difracción, también existe una variación de los anchos concernientes a la muestra respecto al ángulo, para el ensanchamiento gaussiano se tiene la siguiente expresión

$$H_G^2 = (U_{st} + (1 - \xi^2)D_{st}^2(a_{st})) \tan^2 \theta + \frac{I_G}{\cos^2 \theta} \quad (2.44)$$

Donde

- $U_{st} + (1 - \xi^2)D_{st}^2(a_{st})$ es un término producido por el efecto de microdeformaciones
- I_G es un término producido por el efecto del tamaño de cristalitos

Los términos U_{st} e I_G son parámetros a refinar, $D_{st}^2(a_{st})$ es una función que modela el ensanchamiento debido a microdeformaciones anisotrópicas y ξ es un parámetro de mezclado que se emplea para incluir el término contribuyente a las microdeformaciones proveniente del ensanchamiento lorenziano.

La variación del ensanchamiento lorentziano en función de la posición angular se define por

$$H_L = (X_{st} + \xi D_{st}(a_{st})) \tan \theta + \frac{Y_{sz} + (1 - \gamma)F_{sz}(a_{sz})}{\cos \theta} \quad (2.45)$$

Donde

- $X_{st} + \xi D_{st}(a_{st})$ es producto del efecto de microdeformaciones
- $Y_{sz} + (1 - \gamma)F_{sz}(a_{sz})$ es producto del efecto del tamaño de cristalitos

El término X_{st} es un parámetro a refinar, γ es un parámetro de mezclado que se usa para incluir el tamaño de cristalito debido al ensachamiento gaussiano y $F_{sz}(a_{sz})$ representa una una función que modela el ensanchamiento anisotrópico debido al tamaño de partícula.

El ensanchamiento integral de un perfil debido a las microdeformaciones puede ser modelado con la ecuación de stokes [21]

$$\beta = \eta \tan \theta \quad (2.46)$$

donde η se conoce como la microdeformación aparente. En la mayoría de los estudios microestructurales por difracción de rayos X, se suele emplear un término conocido como la máxima deformación ϵ , obtenido a partir de la deformación aparente

$$\epsilon = \frac{\eta}{4} = \frac{\beta}{4 \tan \theta} = \frac{\beta \cos \theta / \lambda}{2 \times 2 \sin \theta / \lambda} = \frac{\beta^*}{2s} = \frac{\beta^*}{2} d_{hkl} \quad (2.47)$$

donde $\beta^* = \beta \cos \theta / \lambda$ y $S = 2 \sin \theta / \lambda$, a S también se le conoce como el vector de dispersión.

2.6.2. Método para calcular microdeformaciones con Fullprof

Después de determinar el ensanchamiento instrumental, si se conoce la variación de los anchos a media altura de la muestra en función del ángulo de difracción, es decir, las

expresiones (2.44) y (2.45), entonces es posible obtener los anchos, producto de las microdeformaciones, que contribuyen a formar el perfil de la reflexión. De este modo, si conocemos $(H_{G_{strain}}^2, H_{L_{strain}})$ debido al producto de la microdeformaciones, es posible encontrar los parámetros de la función Pseudo-Voigt $(H_{strain}, \eta_{strain})$ con las aproximaciones de Thompson Cox Hastings correspondientes a cada par $(H_{G_{strain}}^2, H_{L_{strain}})$, y a partir de ahí conocer el ancho integral de la reflexión con la ecuación (2.42). Cabe hacer énfasis que en los refinamientos, sólo se optimizarán los factores que contribuyen a la microdeformación (U, X) para con ello obtener exclusivamente los anchos $(H_{G_{strain}}^2, H_{L_{strain}})$, mientras que los parámetros relacionados con el tamaño de cristalito se fijan a cero (I_G, Y) . Por el contrario, si se quisiera obtener los anchos en función del tamaño de cristalito se refinarían los parámetros (I_G, Y) , mientras que los parámetros concernientes a las microdeformaciones (U, X) se fijan a cero.

Finalmete la microdeformación se calcula sustituyendo el valor de β en la expresión de Stokes y Wilson (ec. (2.47)).

Existen varias ventajas de emplear este estudio, algunas de ellas son que se puede analizar una zona volumétrica considerable, es un ensayo no destructivo y para el caso de metales no se requiere una preparación exhaustiva de la muestra.

Capítulo 3

Metodología experimental

Este capítulo tiene por objetivo presentar la metodología experimental para la elaboración y caracterización del sistema Al-Sn. En primera instancia se describen las técnicas experimentales empleadas, explicando la razón de su elección, posteriormente se detalla la etapa de fabricación del material y su respectiva caracterización.

Las técnicas experimentales empleadas en este estudio son:

Difracción de rayos X (DRX).- Mediante esta técnica se identificarán las fases cristalinas presentes en el material en una zona amplia y se verificará la no existencia de impurezas generadas durante la fabricación, asimismo se examinarán los anchos asociados a las reflexiones para realizar un análisis de microdeformaciones desarrolladas en el material durante el laminado.

Microscopía electrónica de barrido (MEB).- Esta técnica se utiliza para analizar la microestructura del material, así como realizar análisis elementales en zonas de interés. Las imágenes obtenidas también servirán para realizar mediciones sobre tamaño y espaciamiento entre fases. Si se requiere también se pueden realizar mapeos elementales de rayos X para hacer un análisis en una zona particular de interés con un código de color para cada fase.

Microscopía de fuerza atómica (AFM).- La gran ventaja de esta técnica respecto a la microscopía electrónica de barrido es la posibilidad de medir con precisión de nanómetros la topografía de las muestras y de esta forma identificar claramente cavidades, relieves en las interfases, etc., además posee una resolución del orden de 10 veces más que un MEB.

Haz focalizado de iones (FIB).- Esta técnica permite extraer muestras para microscopía electrónica de transmisión de manera precisa gracias al poder de desbastación del haz de iones, sin embargo para este estudio se utilizó esta técnica para crear una fosa en la muestra que permitiera ver claramente la microestructura en sección transversal e identificar la forma exacta de la fase de estaño en diferentes etapas de deformación.

A continuación se presenta una breve descripción de dichas técnicas, haciendo énfasis en la información que proporcionan y sus ventajas.

3.1. Difracción por rayos X

La difracción es un fenómeno que ocurre cuando las ondas de algún fenómeno de carácter ondulatorio interactúan con una estructura cuya geometría se repite con una distancia similar a la de la longitud de onda.

Los rayos X son radiaciones electromagnéticas cuya longitud de onda está en un rango de 0.5 a 2.5 angstroms [32], siendo esta magnitud del orden del espaciamiento interatómico en gran parte de los materiales cristalinos. En un experimento de difracción, cuando ciertas condiciones geométricas son cumplidas entre el cristal y los rayos X, éstos difractan generando entre si una interferencia constructiva. Esta condición geométrica se expresa

mediante la ley de Bragg:

$$n\lambda = 2d\sin(\theta) \quad (3.1)$$

Donde

d representa la distancia interplanar

θ el ángulo de difracción

λ la longitud de onda de los rayos X

n el orden de la difracción

Para llevar a cabo este experimento se utiliza un difractómetro de rayos X, el cual presenta como resultado picos de difracción a ciertos ángulos. Este gráfico se conoce como difractograma.

Utilidad de esta técnica:

- Identificación de fases cristalinas presentes en el material.
- Análisis de zonas amplias del material.
- Es un análisis no destructivo.
- Análisis del estado de las microdeformaciones dentro del material.
- Análisis del tamaño de dominios cristalinos.

El difractómetro utilizado en este trabajo fue un Bruker AXS D8 Advance.

3.2. Microscopía electrónica de barrido

El MEB es un microscopio que utiliza electrones en vez de luz para formar la imagen. Existen varias ventajas de usar un MEB en vez de un microscopio óptico, por ejemplo,

el MEB posee una gran profundidad de campo permitiendo que varios planos a diferentes profundidades sean nítidamente enfocados. El MEB también produce imágenes con mayor resolución que un microscopio óptico, lo que significa que entes espaciados a una distancia pequeña pueden ser vistos como entidades independientes a altos aumentos. Por otro lado la preparación de muestras es relativamente fácil. De este modo, la combinación de altas amplificaciones, gran campo de enfoque y suficiente resolución hacen que el MEB sea un instrumento tan utilizado en el área de investigación de materiales.

El MEB es un instrumento fundamental para el estudio de la morfología superficial y microestructural de los materiales. También puede ser complementado con algunas técnicas de análisis químico elemental mediante la técnica de análisis de Dispersión de Energía de Rayos X (EDS).

Un microscopio electrónico usa un emisor similar a un bulbo para producir electrones, llamado filamento, el cual es una pieza de alambre fabricada generalmente de tungsteno o hexaboruro de lantano, siendo más común el primero.

El cañón de electrones produce un haz con una energía de hasta 40 keV, el cual es condensado por distintas lentes electromagnéticas llegando a obtener un haz de aproximadamente 2 nm de diámetro sobre la muestra. Posteriormente el haz es barrido por medio de unas bobinas, mientras que un detector capta la radiación emitida por la interacción entre el haz y la muestra.

Utilidad de esta técnica:

- Se logran aumentos hasta 100,000X.
- Se obtienen imágenes que muestran la topografía de la zona enfocada.
- Se obtienen imágenes que muestran el contraste entre zonas que poseen elementos químicos distintos.
- Análisis elementales en puntos de interés.

El microscopio empleado en esta investigación fue un Cambridge Leica Stereoscan 440.

3.3. Desbaste por haz focalizado de iones

Esta técnica opera en forma similar a un microscopio electrónico de barrido, sólo que en vez de un haz de electrones, emplea un haz concentrado de iones de galio, que puede ser operado a bajas corrientes para generar imágenes, o a altas corrientes para realizar desbastes localizados con escalas inferiores a la micra.

El haz de iones de galio impacta en la muestra y remueve una pequeña cantidad de la misma. Como resultado iones o átomos neutros abandonan el material produciendo un pequeño desbaste. En la interacción haz-muestra también se producen electrones secundarios que se emplean para formar la imagen. A bajas corrientes, se remueve muy poca cantidad de material, equipos modernos logran resolver hasta 5 nm. A altas corrientes, se pueden remover mayores cantidades de material con una precisión inferior a la micra.

La ventaja de usar esta técnica es que se pueden obtener imágenes de calidad para observar zonas características en forma tridimensional.

El FIB empleado en este trabajo es un Philips Fei 200 TEM.

3.4. Microscopía de Fuerza Atómica

El microscopio de fuerza atómica utiliza una sonda que se mueve sobre la superficie de la muestra haciendo un barrido. En el caso del AFM, la sonda consiste en una punta cerámica de forma aguda colocada al final de una viga en cantilever. En la medida en la cual la punta es repelida o atraída por la muestra, la viga se flexionará. La magnitud de esta flexión es detectada por un sistema óptico de láser que generalmente cuenta con

resolución picométrica.

En la medida en la que el cantiliver es flexionado, el láser es reflejado a distintos ángulos y captado por un fotodetector de posición que consiste en dos fotodiodos que están junto uno del otro. La diferencia entre las señales de un fotodiodo y otro conlleva al conocimiento de la flexión del cantiliver. Debido a que el cantiliver obedece la ley de Hooke para pequeñas deformaciones, la fuerza de interacción entre la punta y la muestra puede ser determinada.

Utilidad de la técnica

- Se obtienen imágenes con perfiles tridimensionales de la muestra.
- A diferencia del MEB no requiere un sistema de vacío para operar.
- Se puede medir con precisión nanométrica la topografía de la muestra.

El equipo empleado para este estudio fue un JEOL modelo JSPM 4210.

3.5. Preparación del material

Para este estudio se trabajará con tres composiciones diferentes de estaño:

Al-10%Sn Se escogió esta composición con efecto de tener las fases de estaño lo suficientemente separadas, después de ser laminado el material, y con ello medir su espaciamiento para un posterior análisis.

Al-34%Sn Composición intermedia entre 10 y 40.32% Sn.

Al-40.32%Sn Esta composición se tiene con efectos comparativos con el trabajo de Russell *et al.* [3]

El proceso de elaboración se compone de dos partes:

1. Fundición.
2. Laminación en frío.

Se empleó aluminio puro comercial con una pureza del 99.6 %, y estaño electrolítico de pureza comercial. Los constituyentes del aluminio se muestran en el cuadro 3.1 de acuerdo con un análisis hecho con un espectrómetro de emisión de chispa.

Elemento	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Cr
% Peso	0.0569	0.2914	0.0212	0.0068	< 0.0050	< 0,0050	0.0042	< 0.0010
Elemento	Pb	Ti	V	Co	Sr	Al		
% Peso	< 0.0020	0.0132	0.0118	< 0.0020	0.0002	99.6		

Cuadro 3.1: Componentes químicos del aluminio empleado en este trabajo.

El proceso de fundición consistió en los siguientes pasos: primero se funde al aluminio contenido en un crisol de grafito empleando un horno de inducción, ya que el aluminio está completamente en fase líquida se agrega el estaño que fue cortado en pequeños trozos e inmediatamente se procede a desgasificar la fundición empleando argón de alta pureza, esto con la finalidad de eliminar el gas atrapado en la fundición. El tiempo de desgasificación es de un minuto. Posteriormente se retira el crisol del horno y se procede a desgasificar nuevamente por un minuto. Al terminar se procede a vaciar la fundición en un molde de acero inoxidable cuya cavidad cuenta con las siguientes dimensiones: largo 12 cm, ancho 6 cm y altura 9 cm.

Después de realizada la fundición, se rectifican las caras del lingote para una posterior laminación maquinando el lingote a una altura final de 6.2 cm. La razón de maquinarlo a esta altura, es lograr el máximo monto de deformación plástica en el material, ya que la mayor apertura entre los rodillos de la laminadora empleada corresponde a 6.2 cm.

Las condiciones de laminación fueron: temperatura ambiente, reducción de 1 mm por paso y 10 (m/min) de velocidad tangencial en los rodillos. La razón de emplear dichos parámetros fueron el producto de repetidos intentos para evitar la aparición de grietas superficiales.

3.6. Secuencia de caracterización seguida en este estudio

3.6.1. Caracterización microestructural

Después de realizar la fundición se llevó a cabo un análisis mediante DRX por las razones expuestas al principio del capítulo. Posteriormente se procedió a caracterizar microestructuralmente el material mediante MEB, FIB y AFM. Esta caracterización se realizó en muestras seleccionadas. En el capítulo 4 se exponen los argumentos de selección.

La preparación metalográfica para MEB consistió en un desbaste de superficie empleando papel de carburo de silicio de grado 180, 240, 360, 400, 600, 1000 y 1200. Posteriormente se realizó un pulido en paño empleando alumina de 1 μm y finalmente otro pulido con alumina de 0.3 μm . No fue necesario atacar químicamente la superficie debido a que el contraste entre fases empleando el detector de electrones retrodispersados es lo suficientemente claro como para caracterizar al material.

3.6.2. Caracterización mecánica

Antes de evaluar la resistencia mecánica del material, se realizó una caracterización mecánica del aluminio usado en este estudio con el objetivo de cuantificar el grado de endurecimiento que puede alcanzar cuando es deformado en frío, asimismo se hicieron ensayos mecánicos para determinar la influencia de la rapidez de deformación en su

resistencia.

Para evaluar la resistencia mecánica del sistema Al-Sn se realizaron pruebas de tracción con los siguientes valores de deformación $\eta = 2.5, 3, 4, 5, 6, 6.5$ y con las tres composiciones de estaño.

Todas las pruebas fueron realizadas a temperatura ambiente, con probetas maquinadas bajo la norma ASTM E8M y una velocidad de cruceta de 1 (mm/min). El equipo empleado para este estudio fue una máquina Instron modelo 5500 R.

3.6.3. Análisis de microdeformaciones

Utilizando los datos obtenidos por la difracción de rayos X, se llevó a cabo un análisis de microdeformaciones mediante el estudio de los anchos asociados a los picos de difracción empleando como herramienta el programa *Fullprof*. Para cumplir con este objetivo se realizó un refinamiento de estructura para la composición Al-34% Sn así como para el aluminio puro empleado en este estudio a los mismos valores de deformación η con los cuales se realizaron las pruebas mecánicas. Independientemente de la cantidad de estaño, al no existir ninguna fase binaria, el refinamiento sólo puede verse alterado por los anchos de los picos y por el nivel de textura producido por la deformación. Cuando se realiza un refinamiento de estructura con el software *Fullprof* y previamente se proporciona la función de resolución instrumental, éste genera un archivo de salida con extensión *.mic* que contiene información microestructural como son: anchos integrales asociados a cada reflexión, el promedio de máximas deformaciones y anchos integrales relativos tanto al perfil observado como a la muestra, un ejemplo de este archivo, así como del archivo de entrada *.pcr* se muestran en el capítulo 4. Del archivo *.mic* se extraen las distancias interplanares y los anchos integrales asociados a cada reflexión para calcular las microdeformaciones presentes en el material con la ecuación (2.47).

Capítulo 4

Resultados

En el presente capítulo se presentan los resultados obtenidos en este estudio. En primer lugar se muestran los concernientes a la caracterización del Al-Sn antes del proceso de deformación. Posteriormente se realiza un análisis sobre el endurecimiento por deformación que sufre el aluminio puro empleado en este trabajo y finalmente se analiza el mismo fenómeno pero con la presencia de estaño. Seguido de este resultado se presenta la caracterización microestructural del Al-Sn después del proceso de deformación y se finaliza presentando los resultados de refinamiento de estructuras por el método Rietveld.

4.1. Análisis del material antes del proceso de deformación

4.1.1. Difracción por rayos X

Los resultados obtenidos se muestran en la Fig. 4.1. Las líneas de difracción fueron indexadas de acuerdo a las fichas JCPDS 04-0787 para el aluminio y 04-0673 para el estaño. Con base en estas fichas y analizando los difractogramas se observa que las

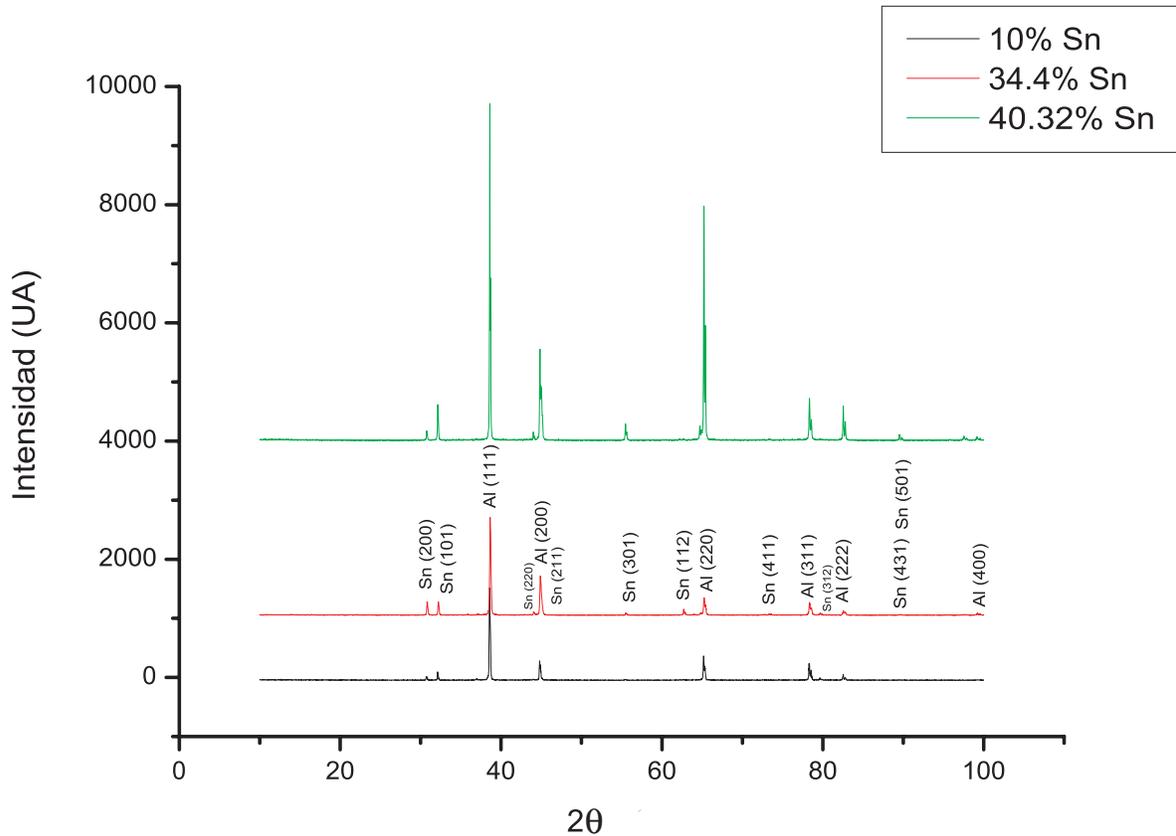


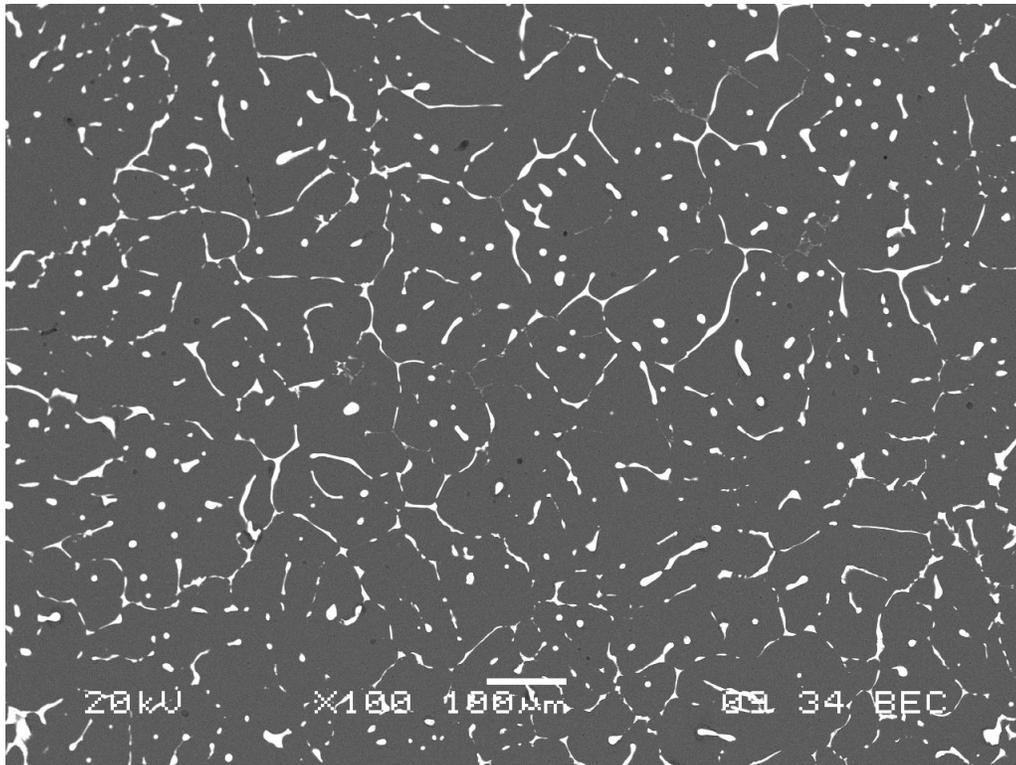
Figura 4.1: Difractogramas de las muestras Al-Sn a diferentes composiciones.

reflexiones presentes sólo corresponden a los materiales base, es decir, no se presentan otros compuestos o fases cristalinas o están en una proporción lo suficientemente baja como para no ser detectados por el equipo. Las condiciones experimentales fueron: intervalo en 2θ de 10 a 100° con un paso de 0.02° , tiempo de lectura de nueve segundos y una velocidad de rotación del portamuestras de 60 rpm. La razón de establecer dichas condiciones fue con el objetivo de contar con difractogramas adecuados para realizar un refinamiento de estructura tipo Rietveld.

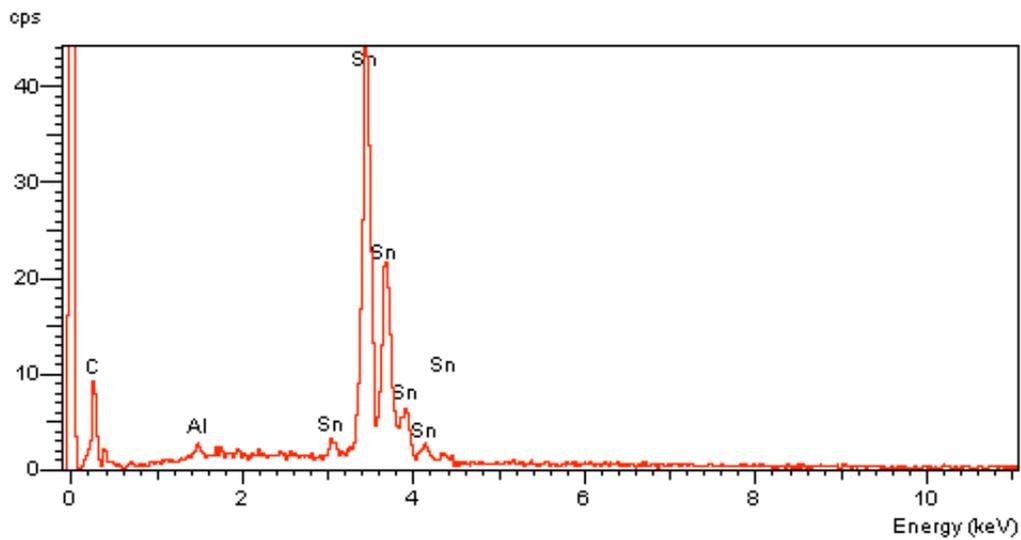
4.1.2. Microscopía electrónica de barrido

La Fig. 4.2(a) muestra una fotografía del material por MEB, utilizando el detector de electrones retrodispersados. En esta foto se observa claramente el contraste entre dos

fases. La fase oscura representa al aluminio mientras que la clara representa una fase rica en estaño. Esto se puede constatar mediante un análisis por EDS realizado en la fase clara (Fig. 4.2(b)). Para asegurar que la zona clara es una zona rica en estaño, se realizó un mapeo de rayos X y el resultado se muestra en la Fig. 4.3. Cabe mencionar que no se presentan las fotografías para las composiciones 34 y 40.32% Sn debido que no proporcionan información adicional sobre el material siendo la única diferencia la cantidad de estaño presente.



(a) Aspecto general de la aleación al-10%Sn. Micrografía obtenida por MEB.



(b) EDS realizado a la fase rica en estaño.

Figura 4.2: Micrografía y EDS para la composición 10%Sn. Estructura del material antes de ser deformado.

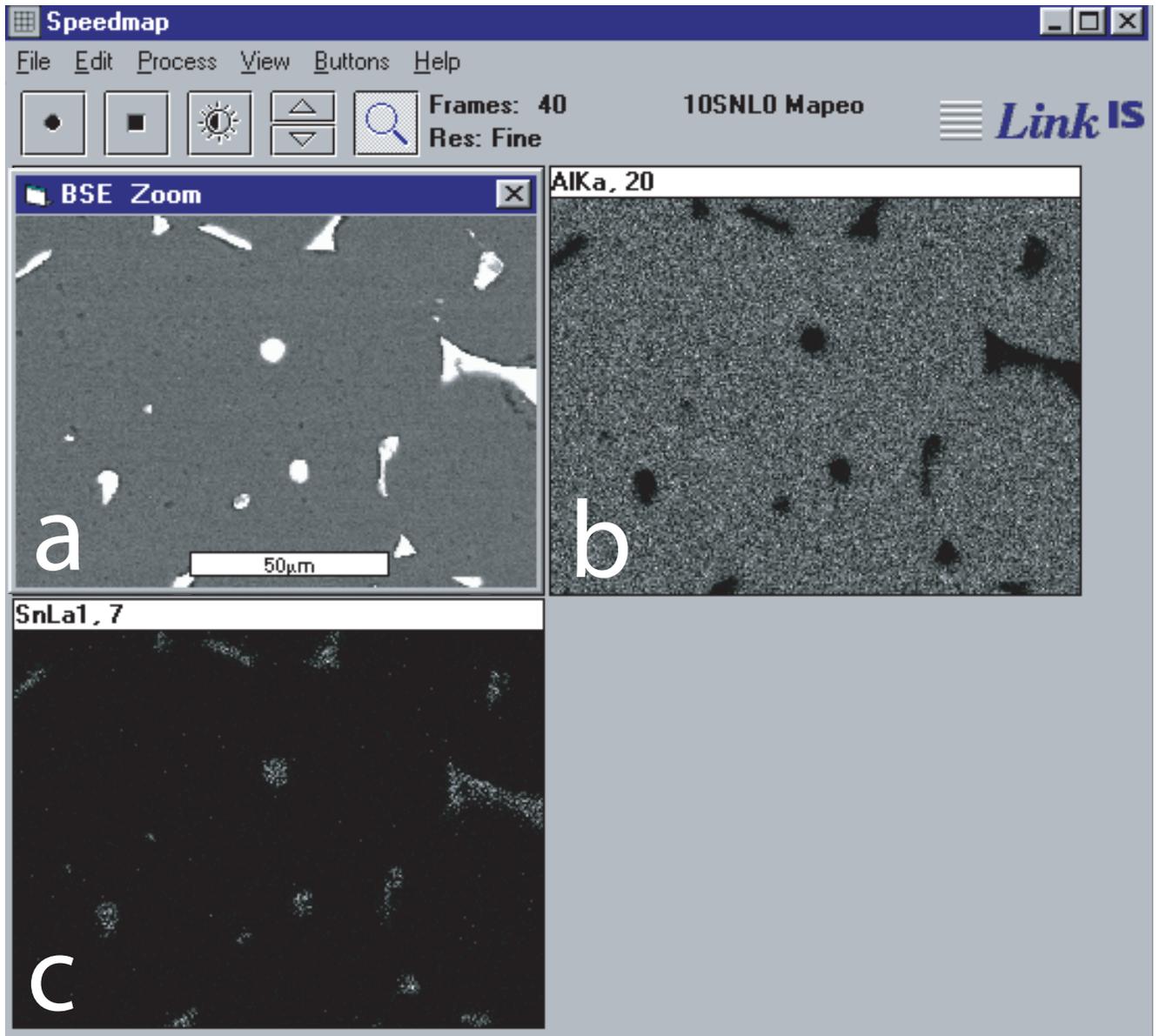


Figura 4.3: Mapeo de rayos X de la aleación Al-10%Sn. La fotografías a, b y c muestran la imágenes de referencia, la zona de aluminio y la zona de estaño respectivamente.

4.2. Efectos del endurecimiento por deformación sobre el aluminio

Para encontrar el posible efecto del estaño en el sistema Al-Sn, en primera instancia se cuantificó el grado de endurecimiento por deformación que puede alcanzar el aluminio puro empleado en este estudio

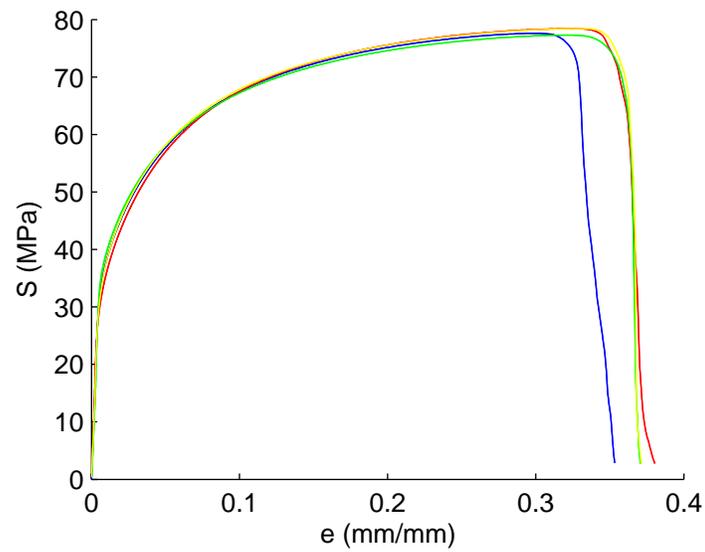
El procedimiento para el análisis fue el siguiente:

1. Se realizaron ensayos de tracción a cinco probetas de aluminio.
2. Como se mencionó en el capítulo 3, los ensayos se realizaron a temperatura ambiente y con una velocidad de cruceta $v= 1$ (mm/min), lo que equivale a una rapidez de deformación $\dot{\epsilon} = \frac{v}{l_0} = 2.4$ (1/h), l_0 representa la longitud inicial de la probeta y es igual a 25 mm de acuerdo con la norma ASTM E8M.
3. Para caracterizar mecánicamente al aluminio, los datos esfuerzo deformación reales se grafican en escala logarítmica y posteriormente se ajusta una línea recta a los datos, obteniendo así los valores de K y n .

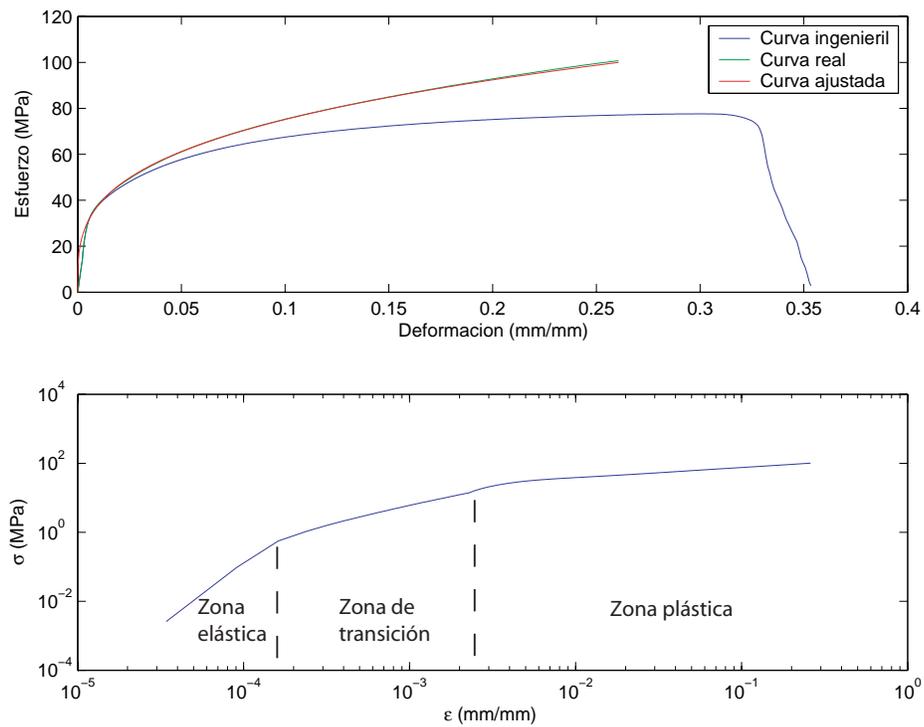
Las curvas esfuerzo-deformación ingenieriles para las cinco probetas se muestran en la Fig. 4.4(a) .

Como se puede observar ver la zona de endurecimiento por deformación para todas las probetas es prácticamente igual, por ello se escogerá una probeta para caracterizar al aluminio empleado en este trabajo. A partir de la curva ingenieril se calculó la curva real con la ecuación (2.21), con este resultado se procedió a ajustar los datos de K y n para construir la ecuación $\sigma = K\epsilon^n$.

La Fig. 4.4(b) muestra las curvas esfuerzo-deformación ingenieril, real y calculada (generada con los valores de K y n obtenidos) para la probeta de aluminio. De acuerdo con la literatura [34], se puede observar que al graficar los datos esfuerzo-deformación



(a) Curvas esfuerzo-deformación ingenieriles para las cinco probetas de aluminio.



(b) Curvas esfuerzo-deformación para la probeta representativa de aluminio.

Figura 4.4: Curvas esfuerzo-deformación ingenieril y real para el aluminio.

reales en una escala logarítmica se presenta el comportamiento típico de un metal. La primer recta representa un régimen de deformación elástica, la segunda recta presenta un estado de transición entre la región elástica y la región plástica, finalmente la tercer recta presenta un flujo plástico.

De esta forma, la región plástica del aluminio puro empleado en este trabajo queda definida por los valores de K y n siguientes

$$\sigma = 149.1916\epsilon^{0.2978} \quad \text{MPa} \quad (4.1)$$

Para cuantificar el grado de endurecimiento por deformación del aluminio se consideró la base teórica mostrada en la sección 2.3. La tasa de variación del esfuerzo respecto a la deformación se puede conocer empleando la ecuación (2.23), obteniendo así la Fig. 4.5. Esta gráfica cuantifica el grado de endurecimiento del aluminio cuando es deformado en

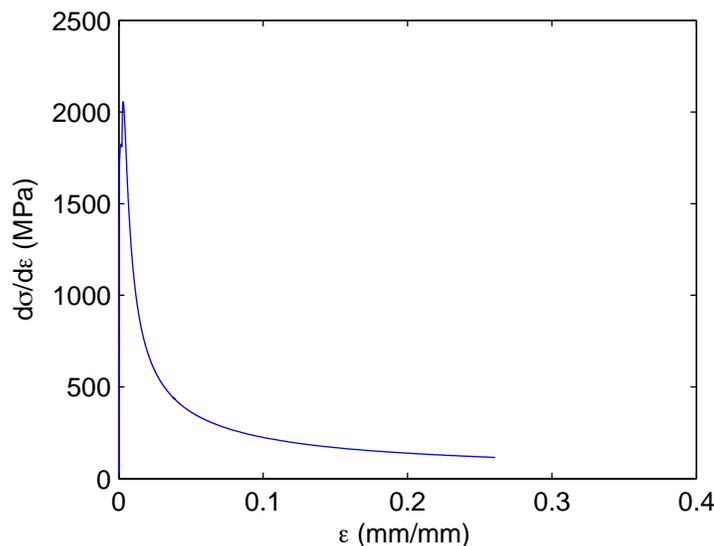


Figura 4.5: Endurecimiento del aluminio puro en función de la deformación.

frío. Estos resultados hacen referencia al incremento del esfuerzo de fluencia del material conforme es deformado. Aunque el esfuerzo de fluencia puede medirse en un ensayo de tracción y evaluar su desarrollo en diferentes etapas de deformación, cabe mencionar que el endurecimiento se cuantificó de esta forma debido a la dificultad técnica de medir el

esfuerzo de fluencia cuando no se cuenta con un equipo de extensometría. Como una forma alternativa para resolver esta dificultad, se utilizó un método para conocer el esfuerzo de fluencia mediante la corrección de la zona elástica de la curva esfuerzo-deformación a través del conocimiento de la rigidez de la máquina Instron. Aunque este método muestra corregir la zona lineal de la curva esfuerzo deformación, el módulo elástico queda subestimado en un 42% respecto a los valores reportados en la literatura. El método se muestra en el apéndice B. Debido a las razones citadas no fue posible medir propiedades elásticas en la aleación Al-Sn.

Como se puede observar en la Fig. 4.5, se presenta un salto inicial de 0 a 2000 MPa para una deformación entre 0 y 0.01 mm/mm, cabe mencionar que esta zona no es válida ya que como se mencionó anteriormente la ecuación (4.1) sólo modela la zona de deformación plástica del material. Por otro lado, la tasa de variación del esfuerzo respecto a la deformación es una función decreciente lo cual indica que cada etapa de endurecimiento será menor que la anterior. Esto nos lleva a pensar que el material puede presentar una estabilización de su resistencia cuando sea trabajado en frío a grandes niveles. Esto se podrá verificar o refutar construyendo una la curva σ_{uts} vs. η .

4.3. Endurecimiento por deformación en las aleaciones Al-Sn

La primer evidencia experimental sobre el funcionamiento de este material compuesto se obtuvo elaborando las curvas de resistencia última en función del parámetro η . Asimismo también se elaboró esta curva para el aluminio puro y así contar con una referencia de comparación. Estos resultados se muestran en la Fig. 4.6.

Como se puede observar, para el aluminio puro su resistencia se estabiliza a partir de $\eta = 4$, lo cual verifica nuestra hipótesis respecto a la estabilización de la misma. Sin embargo, para la composición Al-10% Sn, con $\eta > 5.5$, se presenta un cambio significativo en su

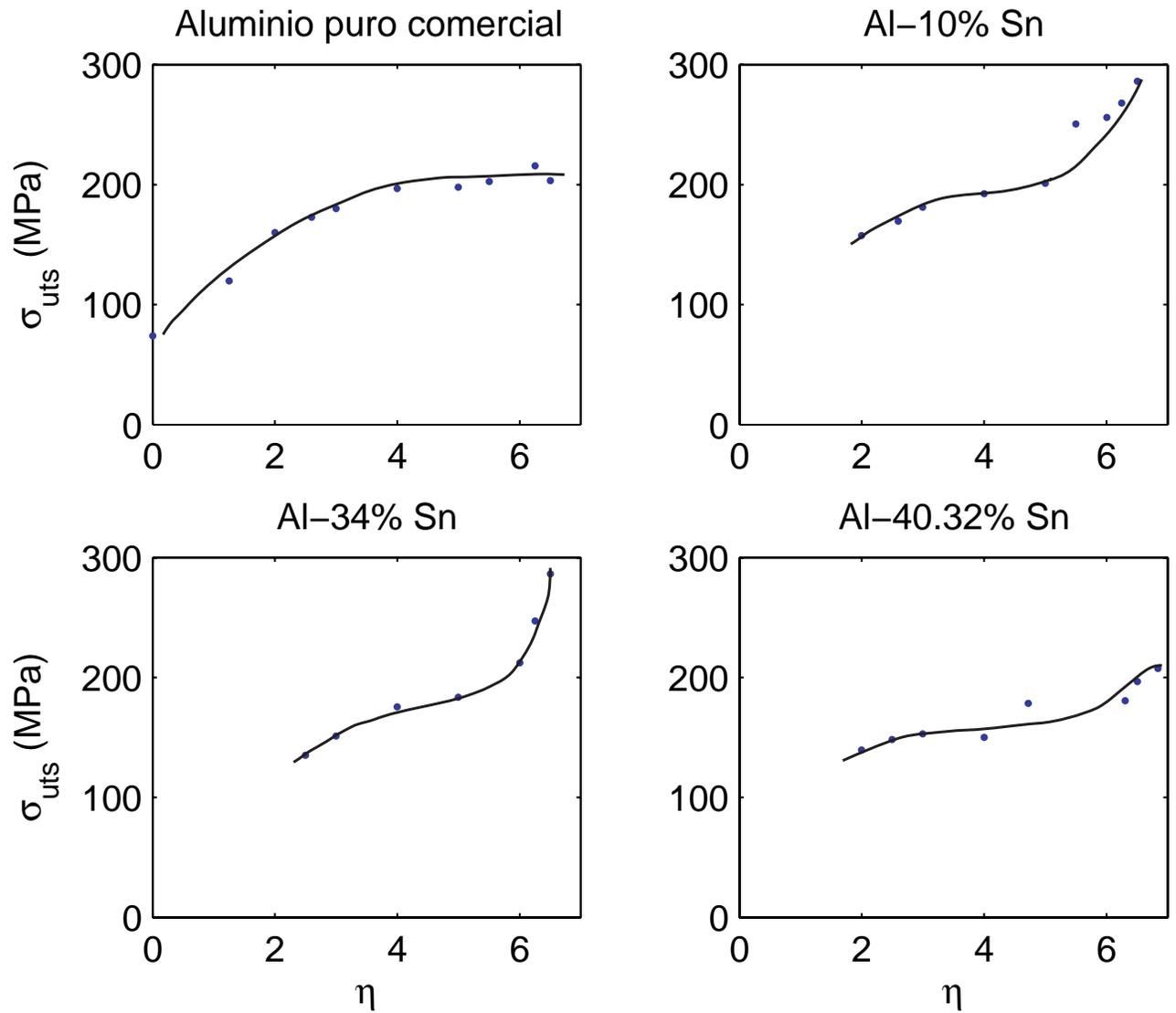


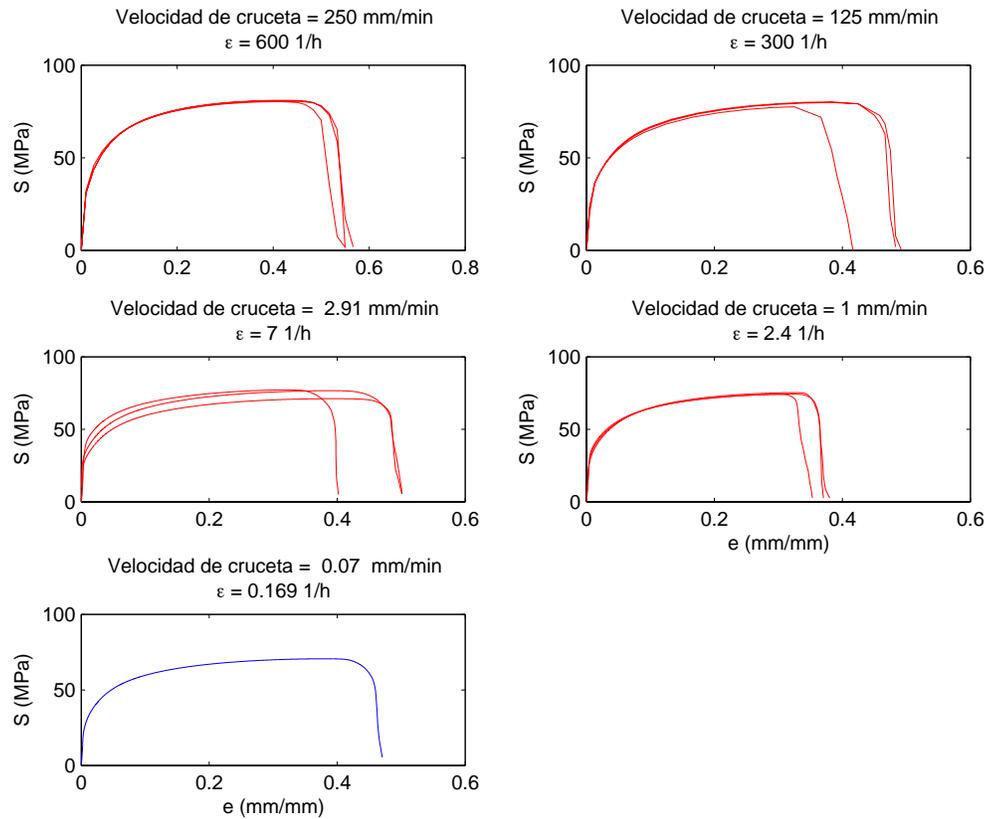
Figura 4.6: Curvas de resistencia última σ_{uts} vs. deformación plástica η para distintas composiciones de estaño y aluminio puro empleado en este estudio.

resistencia mecánica, este cambio abrupto también se presenta para la composición Al-34% Sn logrando ambas el mismo valor de resistencia final. La composición Al-40.32% Sn muestra un efecto de estabilización similar al mostrado en el aluminio puro y con resistencias similares a este último. Como primera observación, se puede señalar que el aumento en resistencia del material no puede atribuirse por completo al endurecimiento por deformación del aluminio o a la simple presencia del estaño. Esto queda demostrado por las curvas para el aluminio puro comercial y la composición 40.32% Sn.

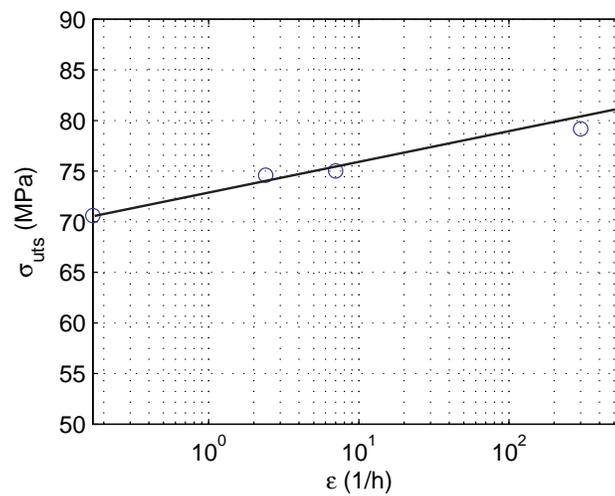
Para las composiciones 10% y 34% Sn las curvas siempre son crecientes lo que parece indicar que el material seguirá incrementando su resistencia mientras se continúe deformando. Para este estudio, la mayor deformación lograda fue de $\eta = 6.5$, no se logró una deformación mayor debido a condiciones intrínsecas del esquema experimental: una de ellas es la máxima y mínima apertura que permiten los rodillos de la laminadora, otra es la dificultad de llevar a cabo ensayos de tracción en muestras sumamente delgadas, para $\eta = 6.5$ el espesor de la lámina es de 0.09 mm.

Para determinar si la rapidez de deformación por laminación influye en el endurecimiento por trabajo en frío del aluminio, se realizaron ensayos de tracción con probetas de aluminio a diferente rapidez de deformación. El rango de trabajo fue entre 0.169 y 600 (1/h). Los resultados se muestran en la Fig. 4.7.

Como se puede observar en la Fig. 4.7(b), la rapidez de deformación no es un factor a considerar en el aumento de resistencia del aluminio, ya que sólo aumenta un 10% desde una rapidez $\dot{\epsilon} = 0.169$ (1/h) hasta $\dot{\epsilon} = 600$ (1/h).



(a) Curva esfuerzo deformación del aluminio a diferente rapidez de deformación.



(b) Resistencia del aluminio en función de la rapidez de deformación.

Figura 4.7: Comportamiento del aluminio a diferente rapidez de deformación.

4.4. Caracterización microestructural

4.4.1. Resultados de microscopía electrónica de barrido y microscopía por haz de iones focalizados

Las imágenes microestructurales muestran que a valores crecientes de deformación se produce un alineamiento y adelgazamiento de la fase de estaño, asociada a una morfología de tipo plaqueta. En valores bajos de deformaciones ($\eta = 2.5$) se observa una curvatura en los extremos de las plaquetas, especialmente en aquellas cuya orientación inicial es desfavorable al sentido de laminación. Dicho comportamiento es conocido para aluminio que ha sido deformado por compresión [17].

A continuación se presentan las imágenes escogidas de la microestructura para diferentes valores de deformación y composición. Primeramente se presentan las micrografías con bajos niveles de deformación, debido a que desde el punto de vista mecánico corresponden a etapas donde el material no presenta un comportamiento notoriamente diferente al del aluminio puro.

Las figuras 4.8, 4.9 y 4.10 muestran las microestructuras de cortes en el plano normal (NL) y transversal al sentido de laminación (TL), el esquema de ejes se muestra en la Fig. 4.8. Se presentan muestras con valores de $\eta = 2.5, 4, 5$ y composiciones de 10% Sn. En dicha figura se puede observar un alineamiento gradual del estaño en el plano NL-TL. Asimismo se reduce el espaciamiento entre placas vecinas.

La morfología obtenida para la composición 34% Sn a las mismas deformaciones se muestra en las figuras 4.11, 4.12, 4.13.

Estas imágenes presentan un comportamiento análogo a las de la composición 10% Sn, es decir, el espaciamiento y tamaño de plaquetas también disminuye conforme aumenta la deformación. Para esta composición, resulta particularmente complicado evaluar en forma global el espaciamiento entre plaquetas, debido al encimamiento entre las mismas.

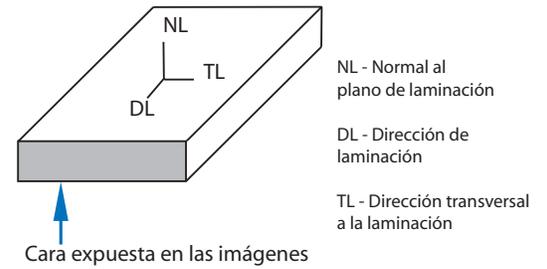
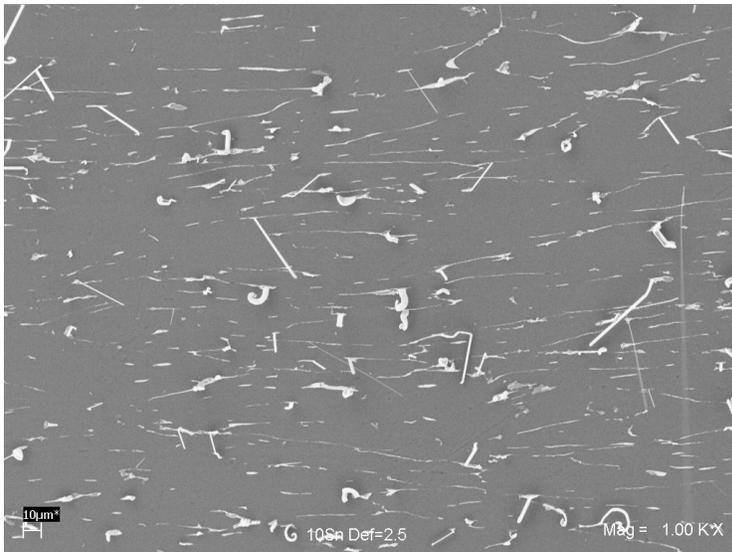


Figura 4.8: Al-10 %Sn con $\eta = 2.5$ y ejes asociados al proceso de laminación.

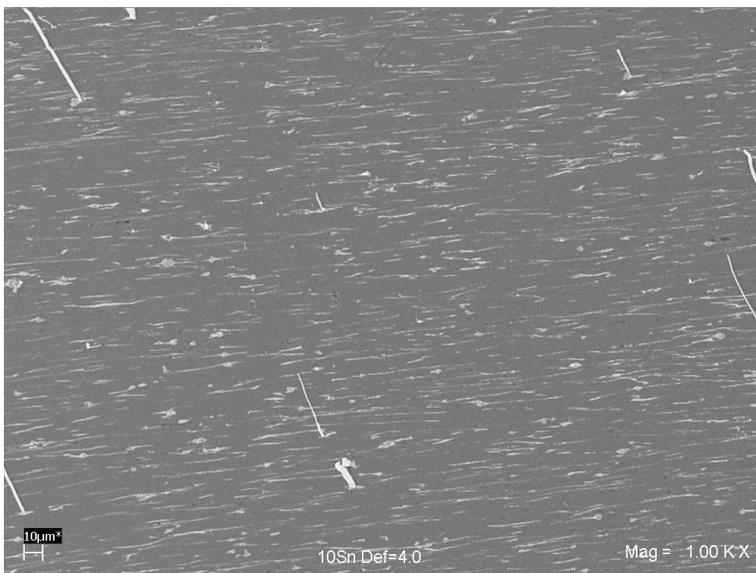


Figura 4.9: Al-10 %Sn con $\eta = 4$.

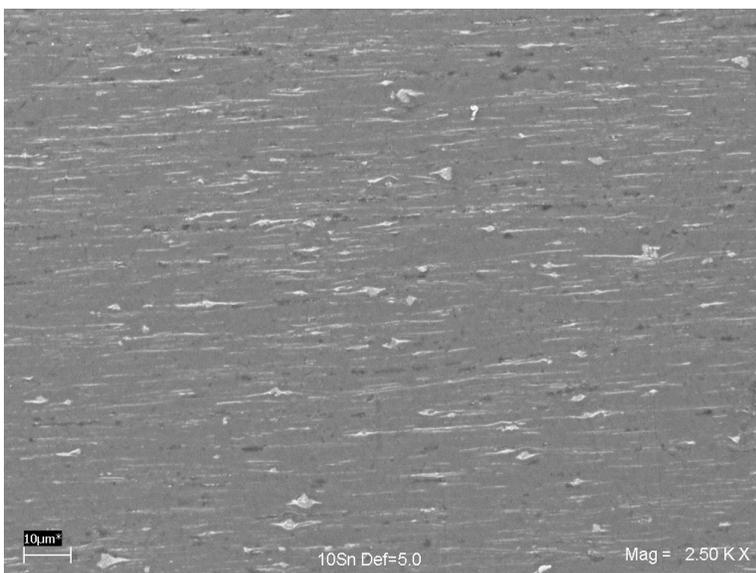


Figura 4.10: Al-10 %Sn con $\eta = 5$.

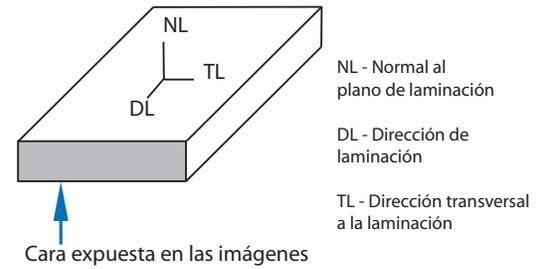
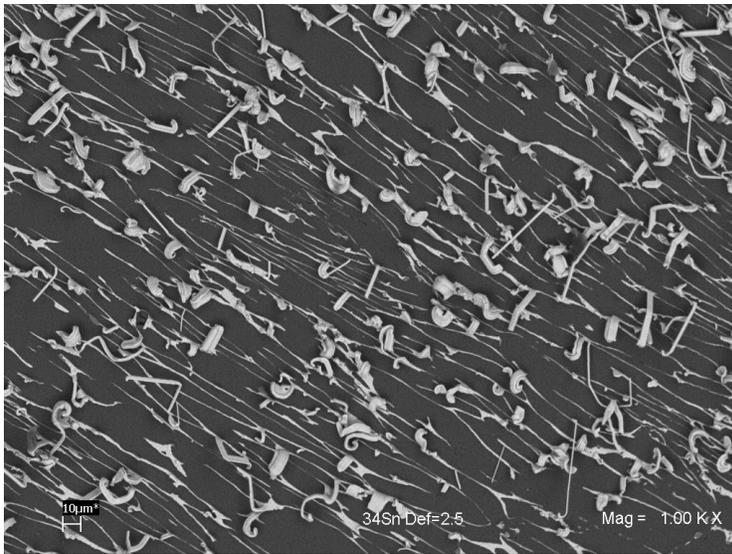


Figura 4.11: Al-34 %Sn con $\eta = 2.5$ y ejes asociados al proceso de laminación.

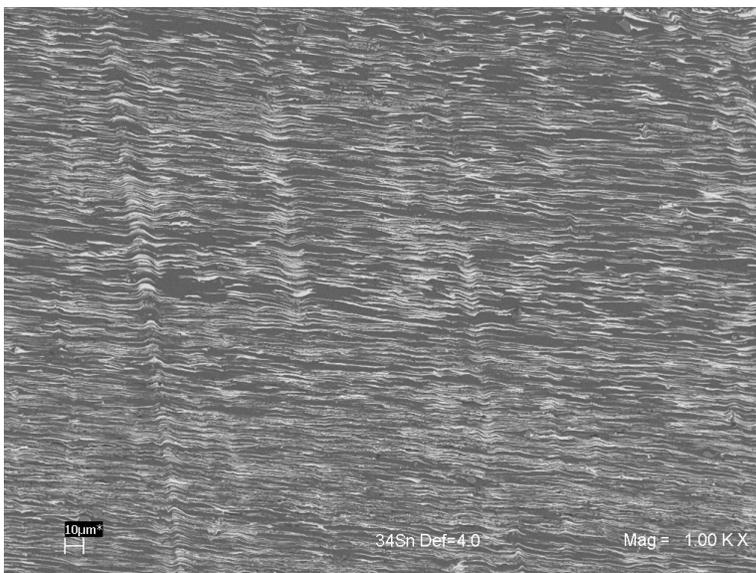


Figura 4.12: Al-34 %Sn con $\eta = 4$.

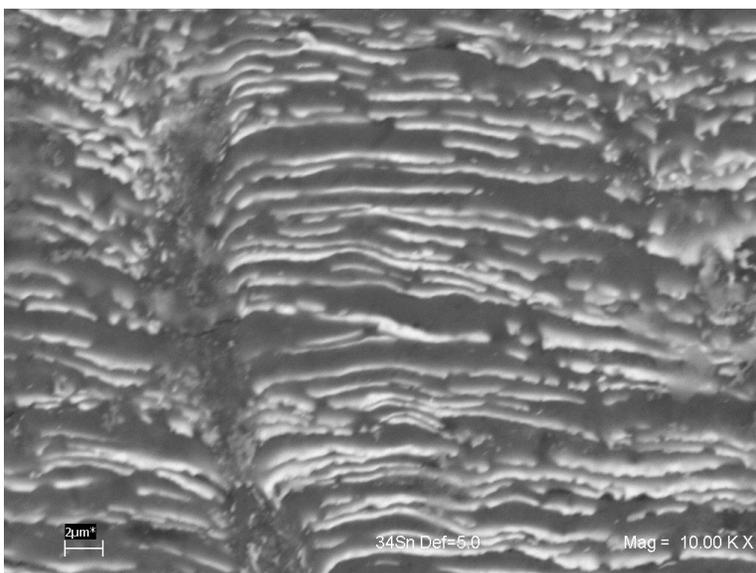


Figura 4.13: Al-34 %Sn con $\eta = 5$. Nota: La fotografía no se presenta a la misma amplificación que las demás debido al cambio drástico entre espesores de lámina producto de la deformación.

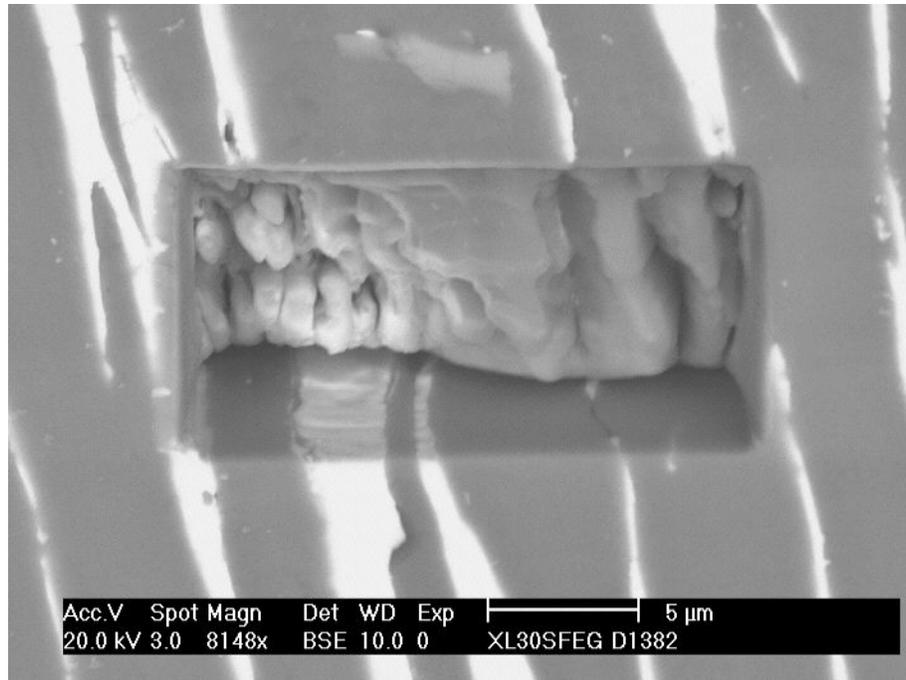


Figura 4.14: Imagen por FIB de la composición 34% Sn a una deformación $\eta = 2.5$. Se observa la morfología de estaño tipo plaqueta.

No se recurrió al análisis por microscopía electrónica de transmisión por no ser una técnica de tipo global. Por otro lado, el comportamiento mecánico de interés se presenta a deformaciones $\eta > 5.5$, por lo que el material es estudiado a mayor detalle a dichas deformaciones.

Para observar claramente la morfología de la fase de estaño se realizó un análisis por FIB en el plano NL-TL de las láminas. Los resultados se muestran en la Fig. 4.14 donde se observa claramente la morfología de tipo plaqueta.

A continuación se presentan las imágenes a altos niveles de deformación. Estas son particularmente importantes porque es a partir de estas deformaciones donde se presenta un comportamiento mecánico interesante. Las figuras. 4.15, 4.16 y 4.17 muestran las microestructuras características para deformaciones $\eta=6$, 6.25 y 6.5 y composición Al-10%Sn.

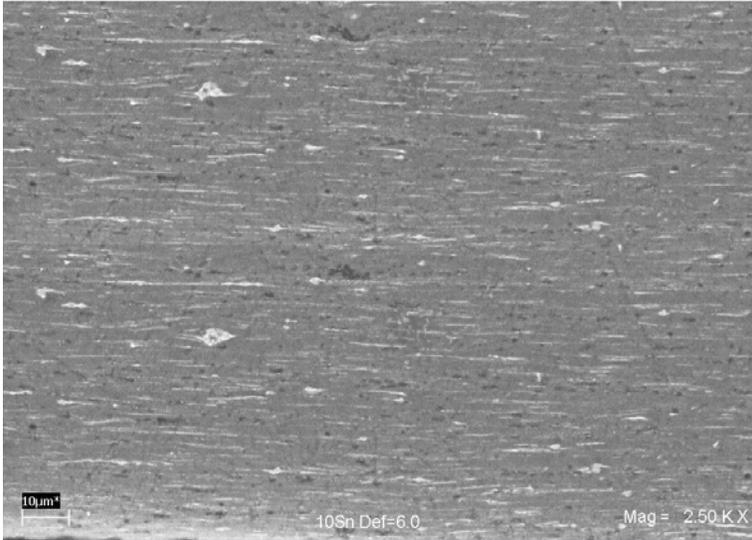


Figura 4.15: Al-10 %Sn con $\eta = 6$.

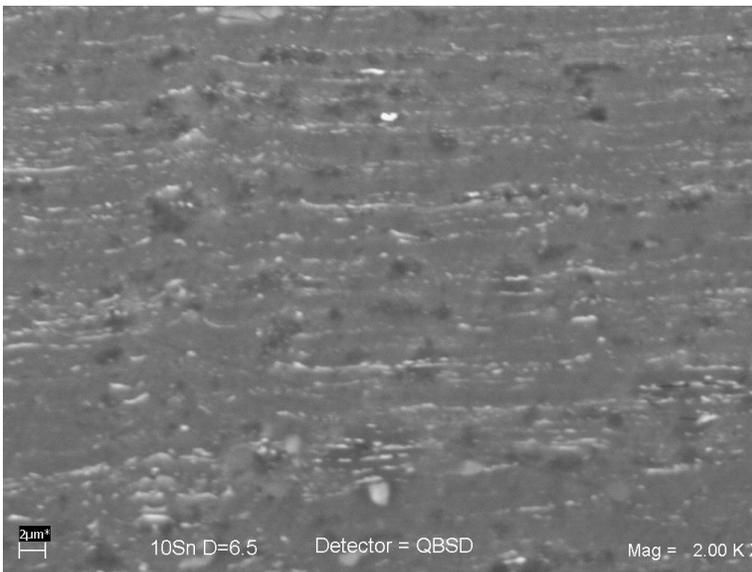


Figura 4.16: Al-10 %Sn con $\eta = 6.25$.

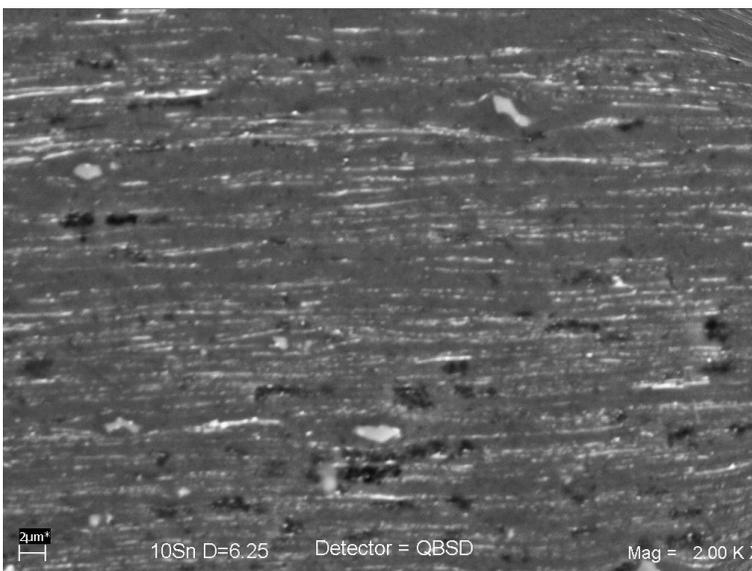


Figura 4.17: Al-10 %Sn con $\eta = 6.5$.

En las tres micrografías se observa una disminución en el tamaño de la fase de estaño, su cuantificación se presentará en el capítulo 5 de análisis de resultados. También se observa la presencia de huecos representados por las zonas oscuras. Estos huecos surgen como consecuencia de la incompatibilidad en el cambio de forma, producto de la deformación, entre granos de aluminio y estaño. Este hecho se ha reportado para muestras policristalinas que sufren grandes deformaciones [17]. Por otro lado, dichos huecos se pudieron cuantificar por un análisis perfilométrico mediante microscopía de fuerza atómica. Las figuras 4.18 y 4.19 muestran estos resultados. Se realizaron dos análisis en zonas diferentes de la muestra. Las gráficas que se encuentran debajo de las fotografías muestran el resultado de los relieves. Para la Fig. 4.18 se observa un hueco con una profundidad de 110 nm y para la Fig. 4.19 un hueco con una profundidad de 90 nm. Asimismo dichos huecos fueron observados mediante microscopía de transmisión y se muestran en la Fig. 4.20.

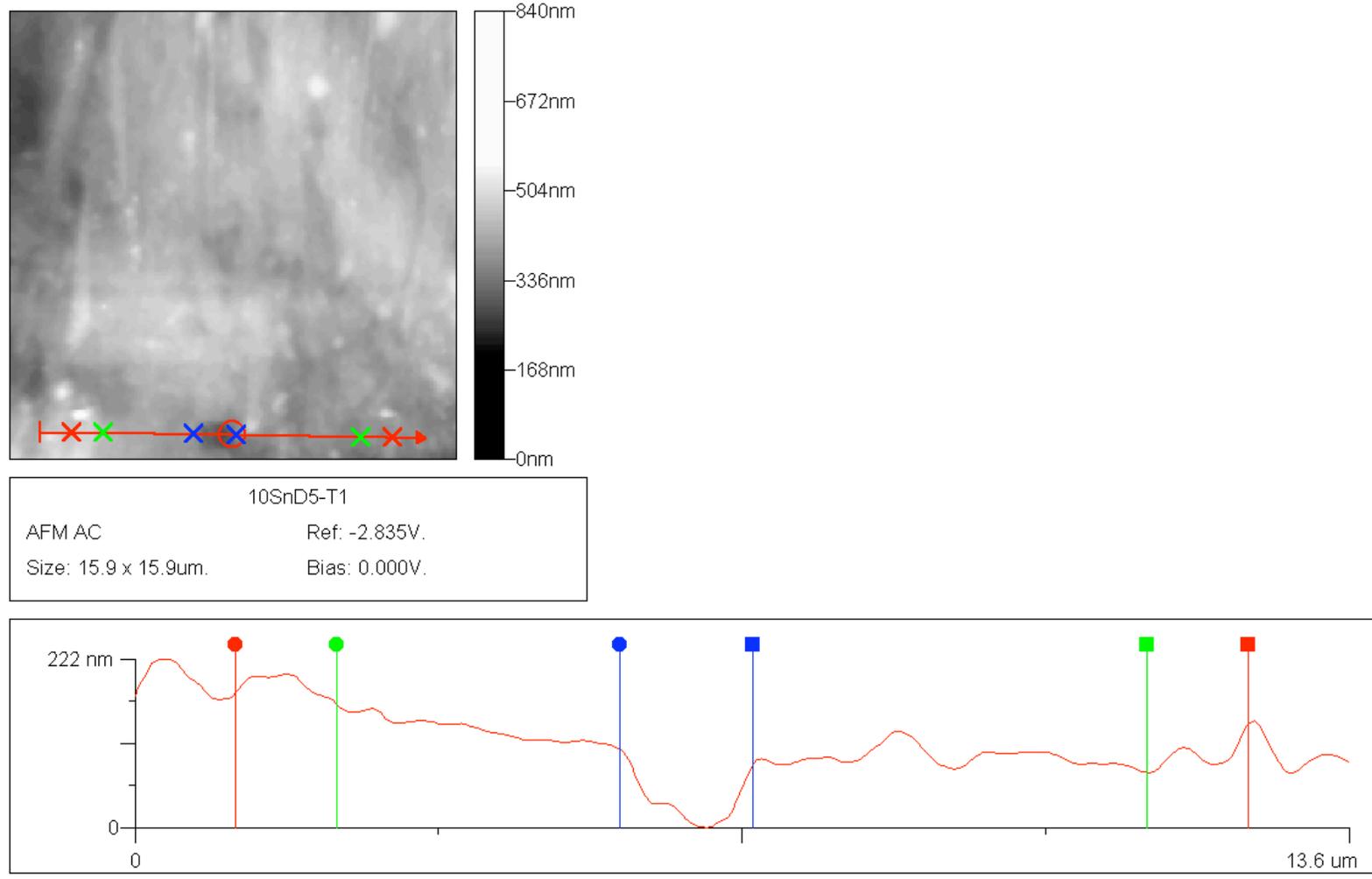


Figura 4.18: Análisis de perfilometría por microscopía de fuerza atómica para la muestra Al-10 % Sn con $\eta=5$ (I).

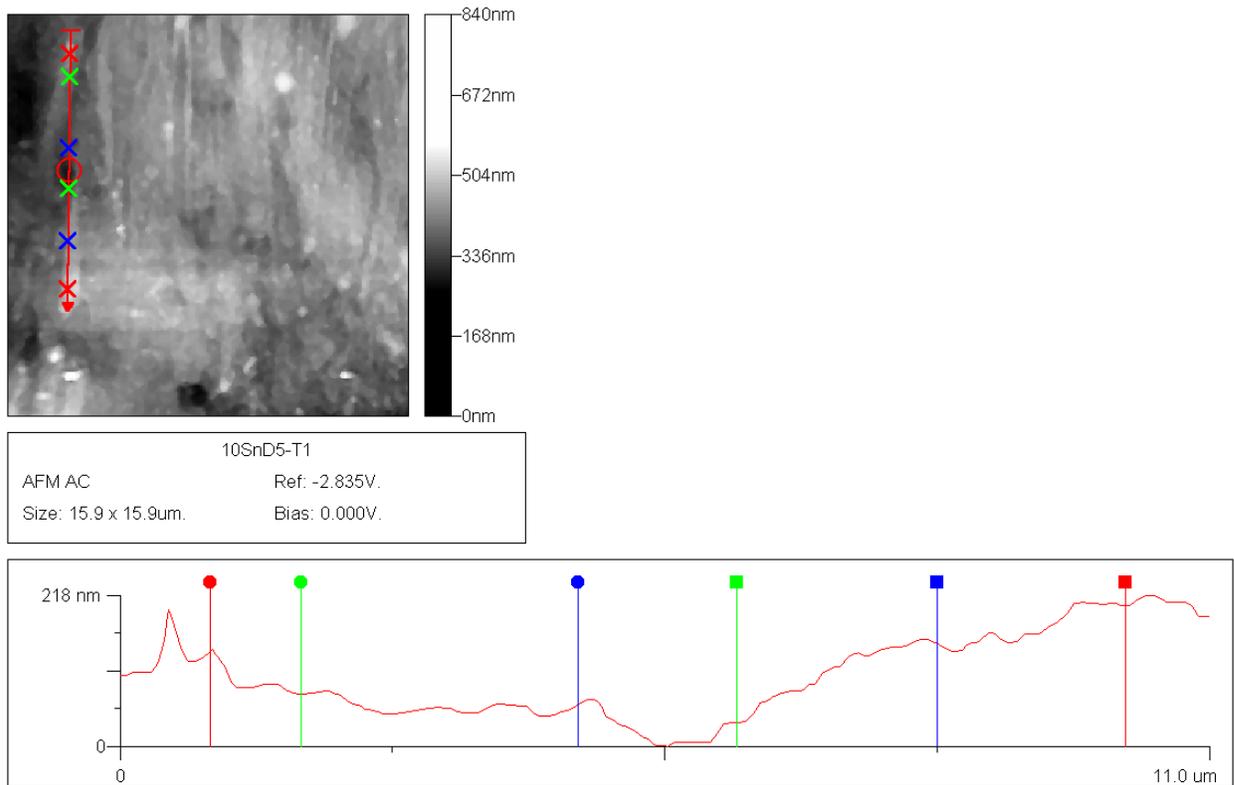


Figura 4.19: Análisis de perfilometría por microscopía de fuerza atómica para la muestra Al-10 % Sn con $\eta=5$ (II).

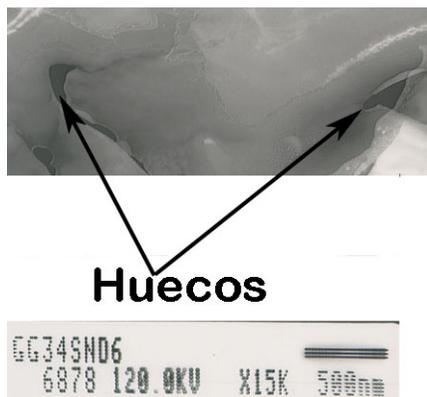
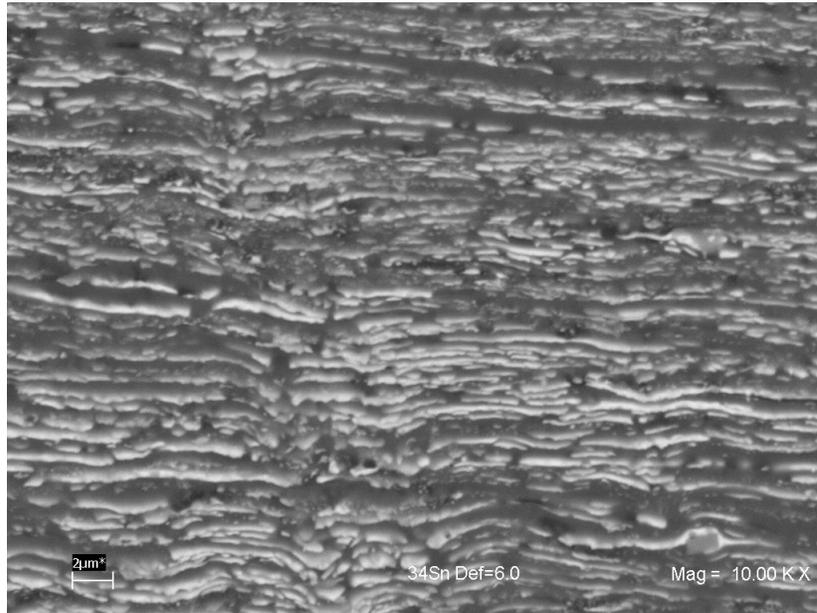


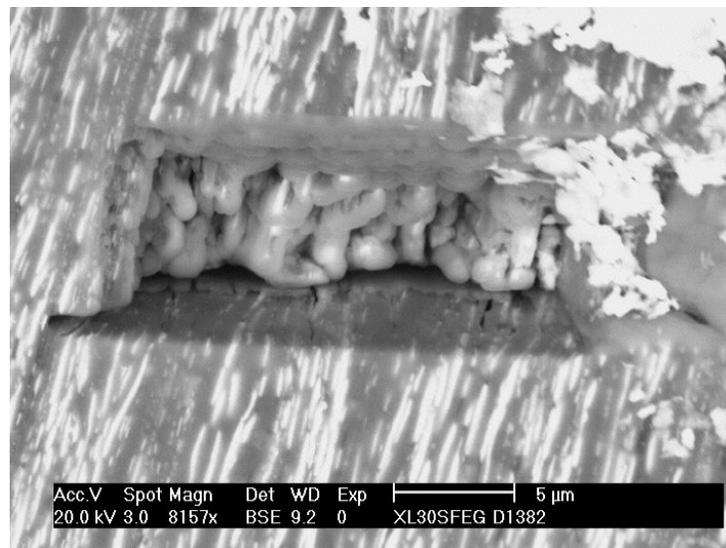
Figura 4.20: Imagen por TEM de la composición 34% Sn a una deformación $\eta =6$

Para la composición 34% Sn, el comportamiento general es análogo a la composición 10%Sn salvo que la separación entre plaquetas es menor debido a la mayor cantidad de estaño presente en esta composición. El encimamiento de estaño (ver Fig. 4.21(a)) hace que esta composición no sea una candidata adecuada para futuros análisis cuantitativos como medición de separación entre fases, evaluación de espesores, etc. La Fig. 4.21(b) muestra la morfología de tipo plaqueta de la fase de estaño para $\eta = 6$. Si se compara con la Fig. 4.14, se observa que disminuye el espaciamiento entre placas de estaño y también su espesor. Cabe mencionar que la medición entre separaciones y espesores se llevará a cabo exclusivamente con la composición 10% Sn para evitar el problema del encimamiento y obtener así resultados más confiables.

Para la composición 40.32%Sn un hecho relevante es que su resistencia mecánica se mantiene constante para valores de $\eta > 5$. Parece razonable pensar que en este caso no se producirá el aumento en resistencia encontrado en las otras composiciones aun para $\eta > 7$. Desde un punto de vista microestructural, se presentan distancias y espesores difíciles de determinar, con una cierta tendencia de las plaquetas a coalescer (Fig. 4.22).



(a) Imagen por MEB de la composición 34% Sn con $\eta=6$



(b) Imagen por FIB de la composición 34% Sn con $\eta=6$

Figura 4.21: Análisis por MEB y FIB de la composición 34%Sn y $\eta=6$

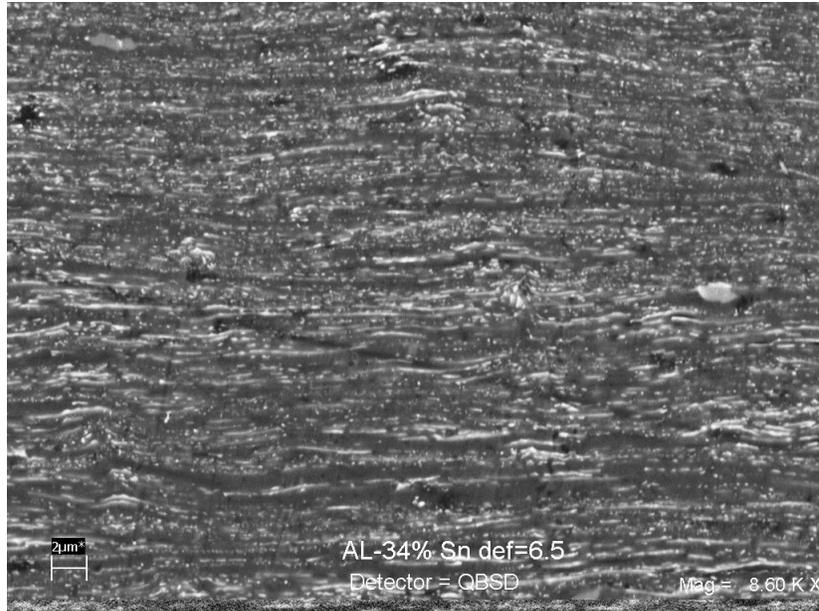


Figura 4.22: Imagen por MEB de la composición 40.32 % Sn con $\eta = 7$.

4.4.2. Refinamiento de estructuras cristalinas

Como se mencionó en el capítulo 3, se realizaron refinamientos de estructura para la composición Al-34 % Sn, así como para aluminio a los mismos valores η con las cuales se realizaron las pruebas mecánicas. Asimismo se refinaron muestras a $\eta = 0$ para contar con una referencia de partida. Las condiciones experimentales para obtener los difractogramas fueron: intervalo en 2θ de 10 a 100° con un paso de 0.02° , resultando un total de 4500 puntos, tiempo de lectura de nueve segundos y una velocidad de rotación del portamuestras de 60 rpm, esto último para disminuir los efectos de orientación preferencial.

Antes de comenzar los refinamientos fue necesario construir el archivo de resolución instrumental, éste se elaboró de la siguiente forma: se obtuvo el difractograma del hexaboruro de lantano (LaB6) ajustando a cada pico una función Pseudo-Voigt y mediante las aproximaciones de Thompson Cox Hastings, se obtuvieron los anchos a media altura de la función lorenziana y gaussiana que forman la correspondiente función Voigt. Los resultados obtenidos se muestran en las gráficas de la Fig. 4.23. Como se puede observar,

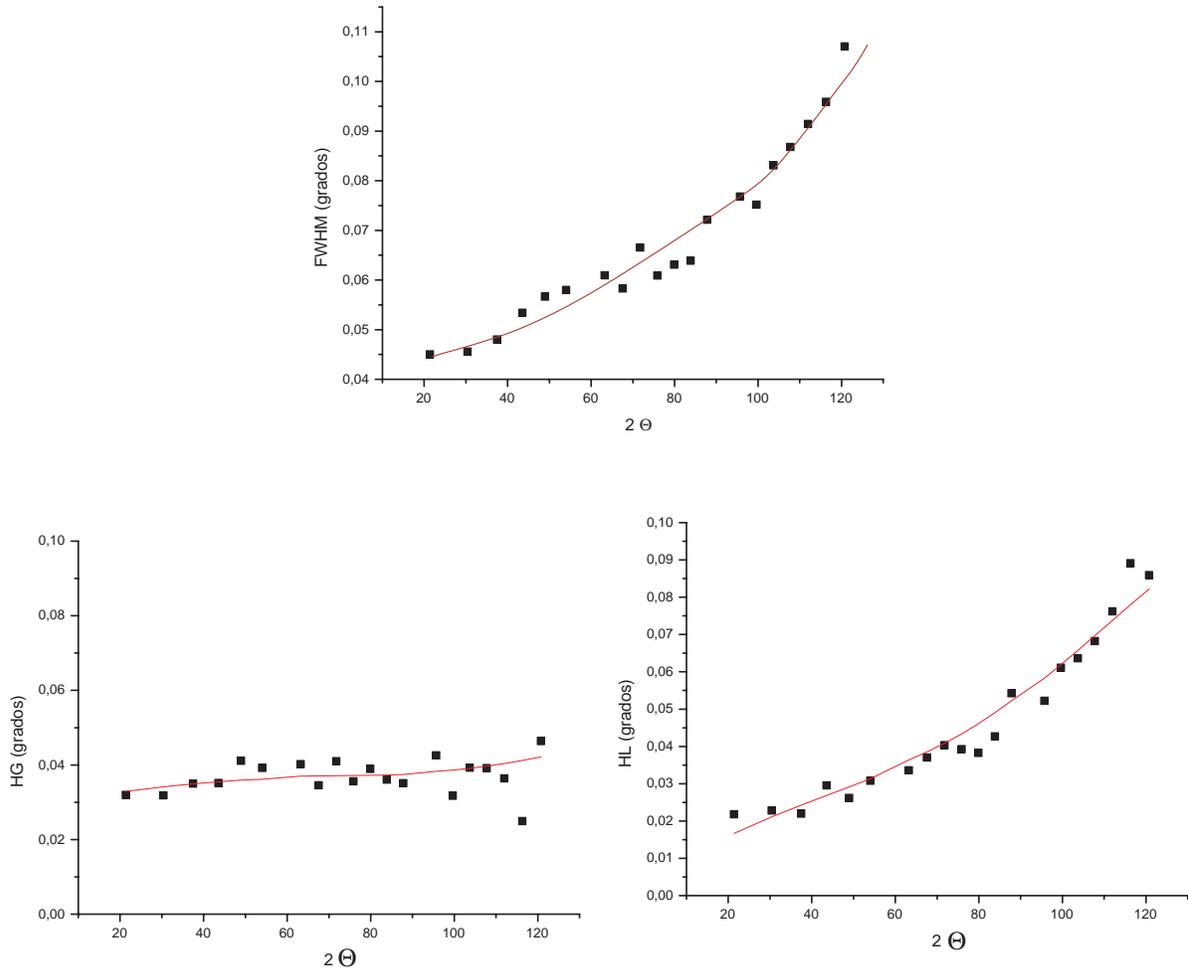


Figura 4.23: Valores FWHM de los picos de difracción del LaB6 para la obtención del ancho instrumental.

el ancho a media altura de la función Voigt depende en forma creciente del ángulo de difracción, asimismo se puede señalar que dicho ancho está principalmente afectado por el ensanchamiento lorentziano, ya que como muestran las gráficas el ancho gaussiano (HG) no varía significativamente en función del ángulo, mientras que el lorentziano (HL) presenta un crecimiento significativo de 4.5 veces.

Después de obtener estos valores, se generó lo que se conoce como el archivo de resolución instrumental en el formato requerido por *Fullprof*, éste se muestra en la Fig. 4.24. Como se puede observar, la primer columna muestra los ángulos de difracción, la segunda y tercera

```

! My resolution function: 2theta(deg.) HG(deg.) HL(deg.)
  20      ! <=<= include number of points in the following list
21.366804  0.031968  0.021771
30.392790  0.031825  0.022782
37.455841  0.034983  0.021950
43.522789  0.035163  0.029522
48.977806  0.041088  0.026165
54.009331  0.039164  0.030785
63.242626  0.040208  0.033562
67.570938  0.034541  0.036983
71.774368  0.040997  0.040340
75.873230  0.035587  0.039226
83.876434  0.036055  0.042650
79.899559  0.038900  0.038217
87.827698  0.035107  0.054218
95.709946  0.042549  0.052217
99.683014  0.031735  0.061097
103.707962 0.039261  0.063610
107.791557 0.039119  0.068238
111.984276 0.036411  0.076193
116.298447 0.024921  0.089085
120.778297 0.046384  0.085925

```

Figura 4.24: Archivo de resolución instrumental.

los anchos a media altura de las funciones gaussiana y lorenziana respectivamente.

Posteriormente a estos resultados se procedió a refinar la estructura cristalina de nuestro material. Para explicar la estrategia del refinamiento nos valdremos de un archivo ejemplo tipo *.pcr*, que es un fichero de lectura que emplea *Fullprof* donde se reúne la información necesaria para que el programa lleve a cabo el refinamiento como: información cristalográfica, características generales del experimento como el tipo de radiación empleada, longitudes de onda de la misma, etc., tipo de perfil para ajustar los picos y parámetros que se desean refinar. A continuación se presenta el archivo para la composición 34% Sn con $\eta = 2.5$, al término de su presentación se explican los aspectos más relevantes del mismo.

```

1  COMM Al-Sn34 def=2.5
2  ! Files => DAT-file: a34sd2_5.dat, PCR-file: test1-c.pcr
3  !Job Npr Nph Nba Nex Nsc Nor Dum Iwg Ilo Ias Res Ste Nre Cry Uni Cor Opt Aut
4  0  7  2  67  0  0  0  0  0  0  0  0  4  0  0  0  0  0  0  0  1
5!
6  ! Resolution file for Pattern# 1
7  J-LaB6-2_PF.IRF
8  !Ipr Ppl Ioc Mat Pcr Ls1 Ls2 Ls3 NLI Prf Ins Rpa Sym Hkl Fou Sho Ana
9  2  0  1  0  1  0  0  0  0  -3  0  0  0  5  0  0  0
10 !
11 ! lambda1 Lambda2 Ratio Bkpos Wdt Cthm muR AsyLim Rpolaz ->Patt# 1
12 1.540530 1.544310 0.4514 0.000 8.0000 0.7388 0.0000 40.00 0.0000
13 !
14 !NCY Eps R_at R_an R_pr R_gl Thmin Step Thmax PSD Sent0
15 20 0.30 1.00 1.00 1.00 1.00 10.0000 0.020000 100.0000 0.000 0.000
16 !
17 !2Theta/TOF/E(Kev) Background for Pattern# 1
18 10.020 25.796 31.000
19 12.680 26.862 41.000
20 13.460 23.606 51.000
21 14.480 23.959 61.000
22 15.720 19.210 71.000
23 16.720 20.235 81.000
24 . . .
25 . . .
26 . . .
27 94.820 13.718 711.000
28 96.560 18.442 721.000
29 98.640 17.396 731.000
30 99.860 18.776 451.000
31 !
32 !
33 77 !Number of refined parameters
34 !
35 ! Zero Code SyCos Code SySin Code Lambda Code MORE ->Patt# 1
36 0.09196 431.00 0.00000 0.00 0.00000 0.00 0.000000 0.00 0
37 !-----
38 ! Data for PHASE number: 1 ==> Current R_Bragg for Pattern# 1: 4.25
39 !-----
40 Aluminio cubica
41 !
42 !Nat Dis Ang Pr1 Pr2 Pr3 Jbt Irf Isy Str Furth ATZ Nvk Npr More
43 1 0 0 1.0 1.0 1.0 0 2 0 0 0 111.660 0 7 0
44 !
45 F m -3 m <--Space group symbol
46 !Atom Typ X Y Z BisO Occ In Fin N_t Spc /Codes
47 All Al 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 1.00000 0 0 0 0
48 0.00 0.00 0.00 0.00 0.00
49 !-----> Profile Parameters for Pattern # 1
50 ! Scale Shapel Bov Str1 Str2 Str3 Strain-Model
51 0.16359E-05 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0
52 11.00000 0.000 0.000 0.000 0.000 0.000
53 ! U V W X Y GauSiz LorSiz Size-Model
54 0.015526 0.000000 0.000000 0.111642 0.000000 0.000000 0.000000 0
55 761.000 0.000 0.000 741.000 0.000 0.000 0.000
56 ! a b c alpha beta gamma #Cell Info
57 4.049147 4.049147 4.049147 90.000000 90.000000 90.000000
58 421.00000 421.00000 421.00000 0.00000 0.00000 0.00000
59 ! Pref1 Pref2 Asy1 Asy2 Asy3 Asy4 S_L D_L
60 0.00000 1.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000

```

```

61      0.00      0.00      0.00      0.00      0.00      0.00      0.00      0.00
62 !-----
63 ! Data for PHASE number:  2 ==> Current R_Bragg for Pattern#  1:    5.43
64 !-----
65 Estano
66 !
67 !Nat Dis Ang Pr1 Pr2 Pr3 Jbt Irf Isy Str Furth      ATZ   Nvk Npr More
68  1  0  0 1.0 1.0 1.0  0  2  0  0  0      30384.641  0  7  0
69 !
70 I 41/A M D          <--Space group symbol
71 !Atom Typ          X          Y          Z      Biso      Occ      In Fin N_t Spc /Codes
72 Sn1  Sn      0.00000  0.75000  0.12500  0.00000  1.00000  0  0  0  0
73          0.00      0.00      0.00      0.00      0.00
74 !-----> Profile Parameters for Pattern #  1
75 ! Scale      Shape1      Bov      Str1      Str2      Str3      Strain-Model
76 0.25504E-05  0.00000  0.00000  0.00000  0.00000  0.00000      0
77 21.00000     0.000     0.000     0.000     0.000     0.000
78 !      U      V      W      X      Y      GauSiz  LorSiz Size-Model
79 0.003957  0.000000  0.000000  0.051332  0.000000  0.000000  0.000000  0
80 771.000   0.000     0.000     751.000   0.000     0.000     0.000
81 !      a      b      c      alpha  beta      gamma      #Cell Info
82 5.831120  5.831120  3.181623  90.000000  90.000000  90.000000
83 401.00000 401.00000 411.00000 0.000000  0.000000  0.000000
84 ! Pref1  Pref2      Asy1  Asy2  Asy3  Asy4  S_L  D_L
85 0.00000 1.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000 0.00000
86 0.00     0.00     0.00     0.00     0.00     0.00     0.00     0.00

```

La explicación de este código es la siguiente:

La primera línea refiere al título que se desplegará en el resultado gráfico del refinamiento, en la segunda línea se le indica al programa el nombre del archivo que contiene los datos del difractograma de la muestra, en este caso a34sd25.dat. En la cuarta línea se muestran características a considerar para realizar el refinamiento, los números que están debajo de los encabezados (conocidos como banderas) refieren la opción elegida, por ejemplo Job hace referencia al tipo de radiación empleada en el experimento, en este caso Job=0 refiere a que la radiación empleada en el experimento fueron rayos X. Npr tiene que ver con el tipo de perfil que se empleará para ajustar los picos de difracción, en este caso Npr=7 quiere decir que se usará una función Pseudo-Voigt, Nph=2 quiere decir que hay dos fases presentes en el material, en este caso el aluminio y el estaño. Posteriormente se encuentra Nba=67 que significa que se le proporcionaron 67 puntos de ruido de fondo al programa, dichos puntos se presentan por su posición e intensidad a partir de la línea 18¹, finalmente se encuentra Res=4 que indica el formato que tiene el archivo de resolución

¹Por efecto de espacio sólo se incluyeron algunos puntos.

instrumental, la opción cuatro significa que el archivo está formado por una lista de valores 2θ , HG y HL en grados. En la línea ocho se le indica al programa el nombre del archivo de resolución instrumental (J-LaB6-2-PF.IRF). La línea once presenta las longitudes de onda asociadas al cobre. En la línea catorce se presenta la opción Ncy=20, lo que significa que se harán 20 ciclos de refinamiento, es decir, el proceso de ajuste se llevará a cabo iterativamente por 20 veces. En esa misma línea se encuentra el ángulo inicial y final de los datos experimentales, así como el intervalo entre los mismos, para este caso el ángulo inicial y final fue de 10° y 100° respectivamente con un paso de 0.02° . En la línea 36 se observa el encabezado Zero con un valor debajo del mismo, esto indica que se está refinando el cero del goniómetro. Posteriormente en la línea 45 se presenta la información cristalográfica del aluminio, en primer lugar su grupo espacial $F m\bar{3}m$ y en la línea 47 las posiciones atómicas en la celda unidad, como se puede observar en la línea 48 las banderas tienen el valor de cero, lo que indica que estas posiciones no se están refinando. En la línea 56 se encuentran los parámetros de red y en la línea 57 sus valores. En la línea 53 se muestran los parámetros que contribuyen al ancho a altura media tanto de la parte gaussiana (ec. (2.44)) y lorentziana (ec. (2.45)) mencionados en la sección 2.6.1, en este caso se refinó U y X por las razones explicadas en la sección 2.6.2 del mismo capítulo. La información concerniente al estaño se encuentra en las líneas 70 a 82. Su grupo espacial es I 41/A M D. En la línea 51 se observa el factor de escala representado por Scale y abajo del encabezado se indica el valor refinado. Para el estaño se refinaron los mismos parámetros y se observan en la línea 79. Finalmente en la línea 33 se encuentra el total de parámetros refinados, siendo para este caso 77.

Debido a que el material fue severamente deformado y en consecuencia texturado, se presentó una anomalía en la relación entre intensidades observadas respecto a las teóricas, siendo generalmente menores las calculadas, para resolver esa dificultad Harris [19] presenta un método para calcular la fracción de cristales con una cierta orientación y con ello conseguir factores de escala que ayudarán a ajustar las intensidades calculadas

```

>Phase no.: 1 Aluminio cubica
  h  k  l  Mult  Corr
  1  1  1    8  0.100416034
  2  0  0    6  0.258792537
  2  2  0   12  4.054443811
  3  1  1   24  1.33419967
  2  2  2    8  0.104958571
  4  0  0    6  0.147189377

```

Figura 4.25: Ejemplo de archivo *.hkl* que presenta las fracciones de corrección para ajustar las intensidades de picos de difracción de la fase de aluminio

hacia los valores observados. La expresión que permite calcular estas fracciones es

$$p_{hkl} = \frac{\frac{I_{hkl,obs}}{I_{hkl,cal}}}{\frac{1}{n} \sum \frac{I_{hkl,obs}}{I_{hkl,cal}}} \quad (4.2)$$

donde n representa el número de reflexiones, de la fase cristalina, en el difractograma. Con estas fracciones se forma un archivo de entrada *.hkl*, el formato del mismo se muestra en la Fig. 4.25, observese que la suma de la columna denominada *Corr* es igual al seis, que es el número de reflexiones presentes en el difractograma. Esta corrección se realiza consecutivamente hasta lograr el mejor refinamiento posible.

Los resultados gráficos de los refinamientos para la composición 34% Sn se muestran en las figuras 4.27, 4.28, 4.29, 4.30 y 4.31. La descripción de éstos es la siguiente: si se observa la Fig. 4.27(a) vemos que la línea punteada representa los datos experimentales, mientras que la línea sólida a los datos calculados, la diferencia entre los mismos se muestra en la parte inferior del gráfico. Las líneas verticales representan las posiciones de Bragg de los picos de difracción de cada fase, las líneas superiores son las concernientes al aluminio, mientras que las inferiores al estaño.

Los coeficientes de ajuste para la composición 34% Sn se muestran en el cuadro 4.1. El coeficiente R_F es el concerniente a la fase del aluminio, que es la empleada para un análisis subsecuente de microdeformaciones a presentarse en el capítulo 5. Se puede observar que para las deformaciones $\eta = 0, 2.5, 4, 6.5$, los valores χ^2 se encuentran dentro del rango sugerido $1 < \chi^2 < 2.25$ (ver sección 2.5), mientras que para las deformaciones $\eta = 3, 4, 5, 6$ el valor de χ^2 sobrepasa al criterio, sin embargo si se recurre al criterio de ajuste ($1 < S < 1.7$) se observa que los refinamientos para todas deformaciones se encuentran dentro del rango sugerido, además de comprobarlo mediante el juicio visual como se observa en la figura 4.29.

Comentario.- Para el análisis de microdeformaciones, cabe mencionar que las reflexiones de los difractogramas se modelaron mediante funciones tipo Pseudo Voigt. Estas funciones son simétricas, mientras que los perfiles experimentales son de tipo asimétrico, y con ello desde un inicio hay una componente de error por el tipo de modelado lo cual conlleva a obtener resultados aproximados.

η	R_F	R_{wp}	R_e	χ^2	S
0	1.807	14.1	9.07	2.41	1.55
2.5	4.151	22.6	16.87	1.8	1.33
3	1.693	28.9	17.21	2.82	1.67
4	2.491	23.1	16.76	1.9	1.37
5	2.77	25.2	15.8	2.55	1.59
6	1.919	22.5	13.58	2.7	1.6
6.5	1.329	23.1	18.96	1.48	1.21

Cuadro 4.1: Criterios de ajuste para la composición 34 % Sn.

Como se mencionó en la sección 3.6.3, cuando a *Fullprof* se le proporciona el archivo de resolución instrumental, al terminar el refinamiento se genera un archivo de salida tipo *.mic* que contiene información sobre los anchos integrales de los picos de difracción de cada fase. Un ejemplo del mismo se presenta en la Fig. 4.26. Los anchos a altura media quedan representados por H mientras que los anchos integrales se representan por Beta. Los subíndices i, o hacen referencia a la parte instrumental y observada respectivamente. Finalmente los subíndices L y G hacen referencia a la componente lorenziana y gaussiana que forman la funciones Voigt.

De este archivo se toman los siguientes datos: s y beta para calcular la microdeformación en cada pico y finalmente se calcula un promedio de todos los picos.

```

! MICRO-STRUCTURAL ANALYSIS FROM FULLPROF (still under development!)
! =====
! Pattern No: 1 Phase No: 1 Aluminio cubica
! Code of PCR-file: testl-c
! Date and Time : Date: 06/02/2006 Time: 22:18:37.859
! Micro-structural analysis based in the parameters used in the input control file PCR
! The values are given for each individual reflection in order to take into account eventual anisotropic broadening
! In some cases the comment "<- Resolution limited" appears, this means that the reflection is not broadened
! In such a case the items are: s, HGo, HGi, HLo, HLi, HG^2, HL, h, k, l, ivk
! If negative values for HG^2 or HL are calculated, the resolution may be wrong
!
! A summary of Micro-structural model is given at the end of the file.
! FWHM (HG, HL, ...) are given in the same unit as that of the scattering variable
! Integral breadths (Beta) are given in reciprocal lattice units (1/angstroms) x 1000
! Apparent sizes are given in the same units as lambda (angstroms) (Scherrer Formula)
! Strains are given in %% (x 10000) (Strain= e = 1/2 * beta * d)
! The strain here correspond to 1/4 of the apparent strain defined by Stokes and Wilson
! It is the so-called Maximum (upper limit) strain, related by a constant factor to the
! root-mean-square-strain (RMSS). In case of Gaussian distribution; e(RMS)=SQRT(2/pi) e
!
! An apparent size equal to 99999 means no size broadening
! The following items are output:
! s=1/d : reciprocal distance, HGo, HGi: observed and instrumental Gaussian FWHM
! HLo, HLi: observed and instrumental Lorentzian FWHM
! betaG, betaL, beta: Gaussian, Lorentzian and total Sample Integral Breadth
!
! "beta" is calculated using the De Keijser formula (J.Appl.Cryst. 1982, 15, 308-31)
! For internal calculations we use beta_TCH (see below)
!
! betaVo, HpVo, eta: Integral Breadth, FWHM and eta values of the total observed pseudo-Voigt profile
!
! The apparent sizes/strains are calculated for each reflection using the formula:
!
! App-size (Angstroms) = 1/(Beta-size)
! Max-strain (%%) = 1/2 (Beta-strain) * d(hkl) = 1/4 eta(app-strain Stokes-Wilson)
!
! (Beta-size) is obtained from the size parameters contributing to the FWHM:
! FWHM^2 (G-size) = Hgz^2 = IG/cos^2(theta)
! FWHM (L-size) = HLz = ( Y + F(Sz))/cos(theta)
! (Beta-strain) is obtained from the strain parameters contributing to the FWHM:
! FWHM^2 (G-strain) = Hgs^2 = (U+[(1-z)DST]^2) tan^2(theta)
! FWHM (L-strain) = HLs = (X+ z DST) tan(theta)
!
! In both cases (H,eta) are calculated from TCH formula and then Beta-pV is calculated
! beta-pV= 0.5*H/( eta/pi+(1.0-eta)/sqrt(pi/Ln2))
!
! The standard deviations appearing in the global average apparent size and strain is
! calculated using the different reciprocal lattice directions.
! It is a measure of the degree of anisotropy, not of the estimated error!
!
!
! s=1/d HGo HGi HLo HLi betaG betaL beta betaVo App-size Max-strain h k l twtet HpVo eta Icalc Iobs Beta_TCH
! 0.4278 0.0558 0.0350 0.0622 0.0232 0.4952 0.6547 0.9840 1.4203 99999.00 11.4074 1 1 1 38.4752 0.0960 0.7149 196.90 187.68 0.9760
! 0.4939 0.0629 0.0365 0.0747 0.0288 0.5718 0.7560 1.1362 1.6314 99999.00 11.4074 2 0 0 44.7241 0.1117 0.7335 119.03 120.12 1.1270
! 0.6985 0.0881 0.0378 0.1063 0.0350 0.8087 1.0691 1.6068 2.1029 99999.00 11.4074 2 2 0 65.1018 0.1576 0.7382 160.87 170.07 1.5938
! 0.8191 0.1075 0.0357 0.1310 0.0402 0.9483 1.2536 1.8842 2.3772 99999.00 11.4074 3 1 1 78.2358 0.1934 0.7411 212.92 218.59 1.8689
! 0.8555 0.1150 0.0360 0.1399 0.0420 0.9904 1.3094 1.9679 2.4619 99999.00 11.4074 2 2 2 82.4431 0.2066 0.7405 9.95 11.01 1.9520
! 0.9879 0.1499 0.0333 0.1907 0.0598 1.1436 1.5119 2.2724 2.8505 99999.00 11.4074 4 0 0 99.0900 0.2759 0.7530 7.33 9.46 2.2539
!
! Average apparent size cannot be calculated (no size broadening)!
! Possible reasons: (1) The broadening of reflections is resolution limited
! (2) No size parameter has been refined
! (3) The resolution function is not properly given
! Average maximum strain and standard deviation (anisotropy): 11.4074 ( 0.0024)

```

Figura 4.26: Archivo de salida *.mic* generado por fullprof. La información más importante se señala con los recuadros.

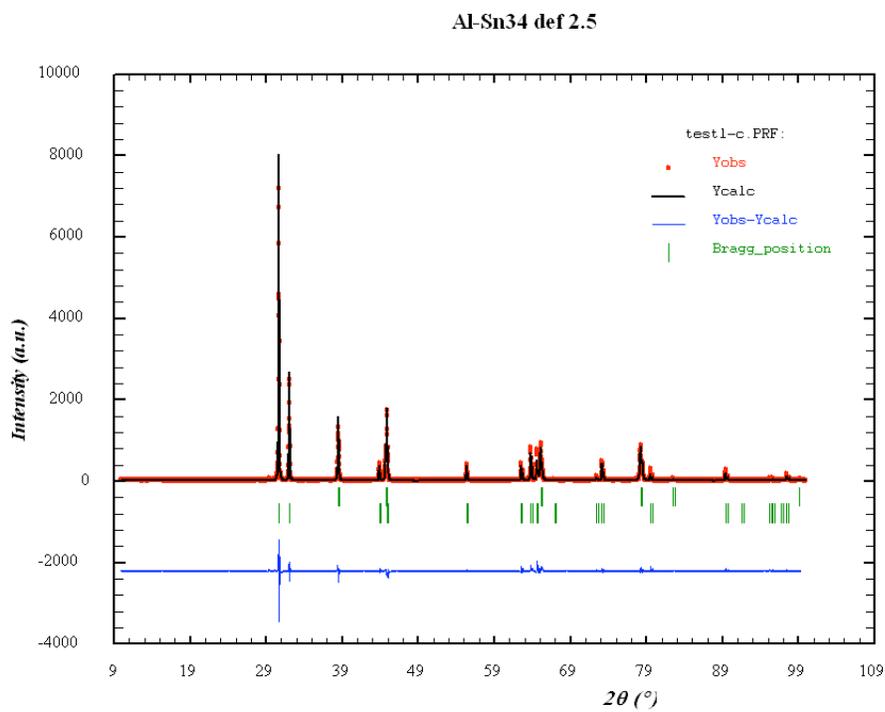
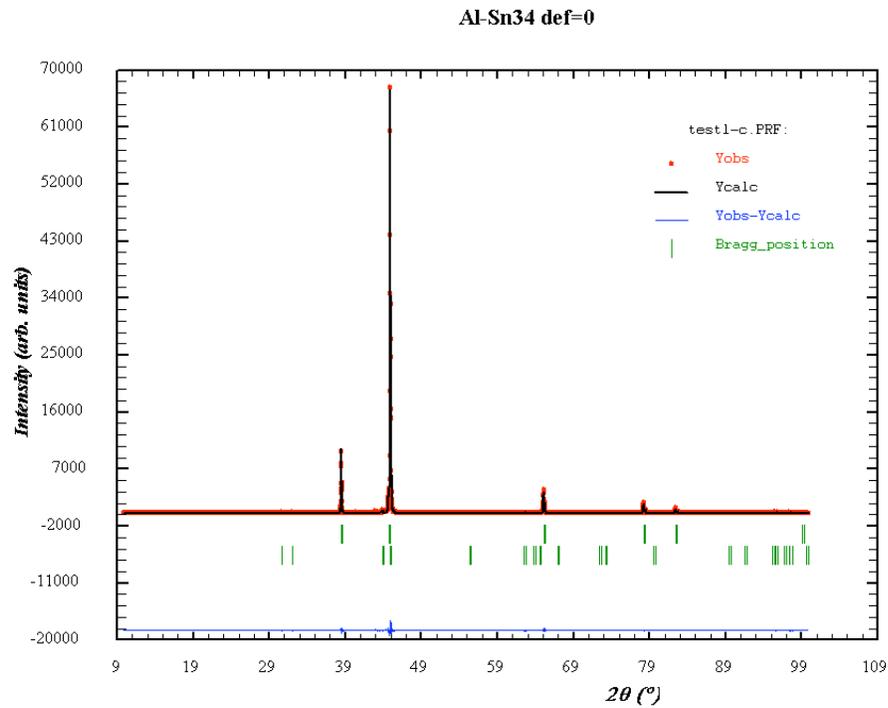


Figura 4.27: Resultados de refinamientos para la composición 34% Sn (I).

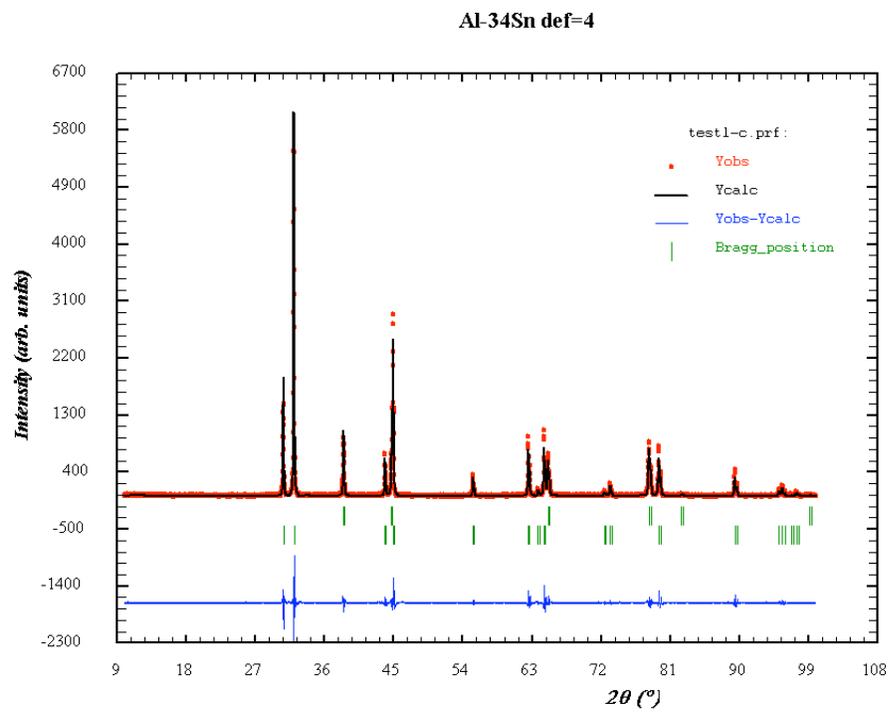
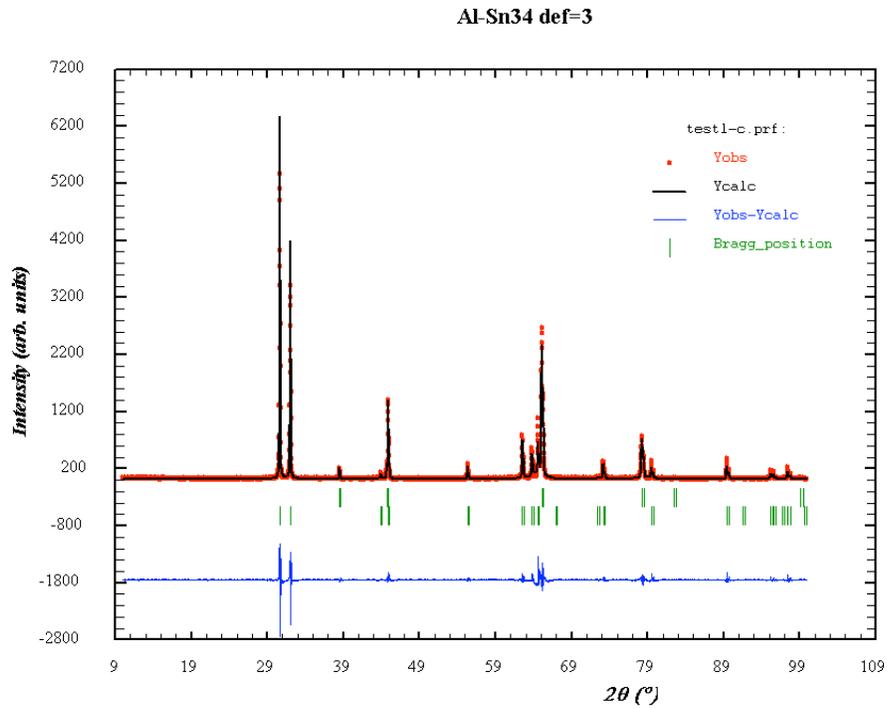
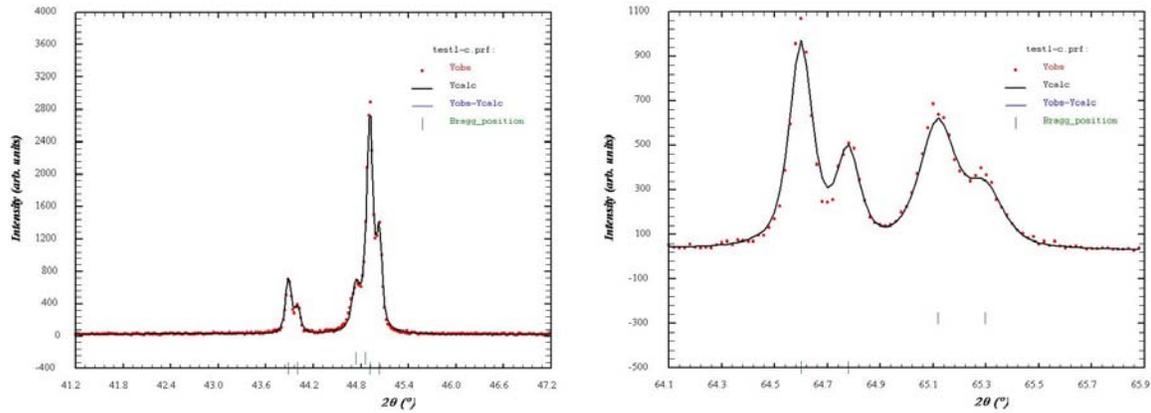
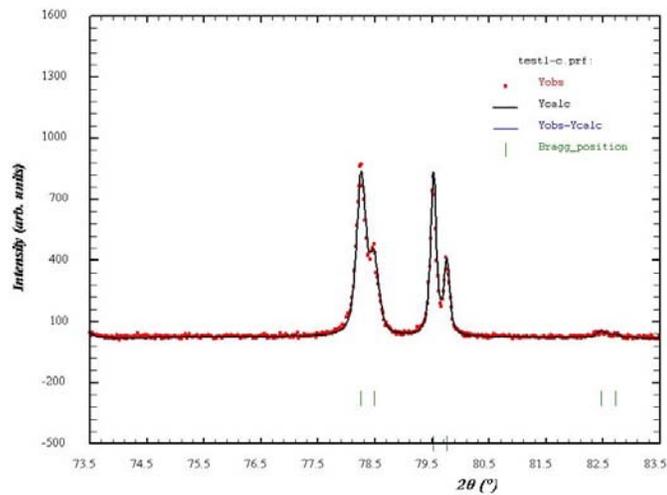


Figura 4.28: Resultados de refinamientos para la composición 34 % Sn (II).



(a) Ampliación del pico correspondiente al plano (200).

(b) Acercamiento del pico correspondiente al plano (220).



(c) Acercamiento del pico correspondiente al plano (311).

Figura 4.29: Acercamientos de picos relativos a $\eta = 4$ y composición 34% Sn (III).

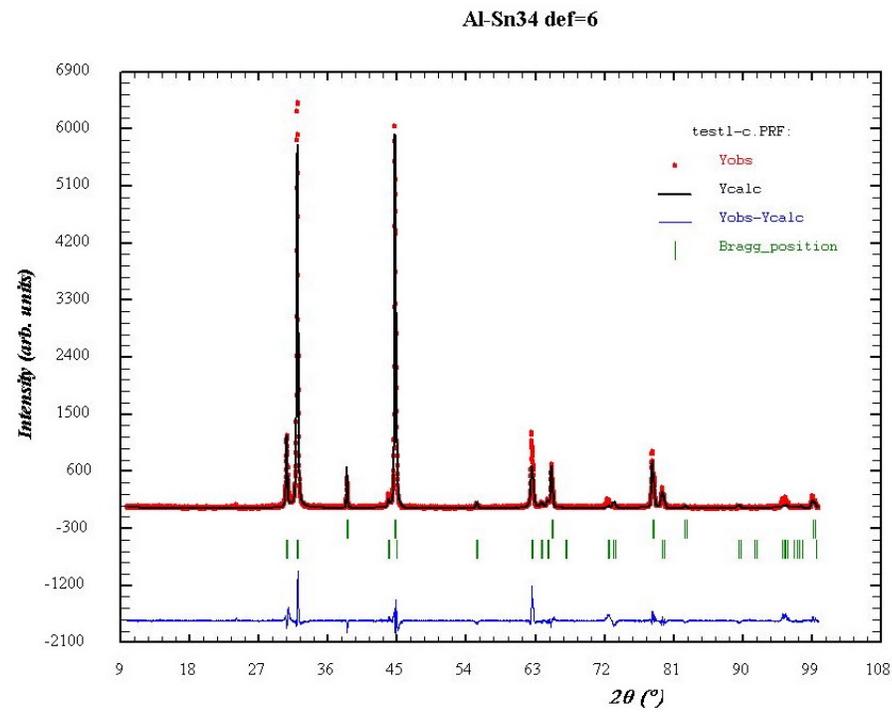
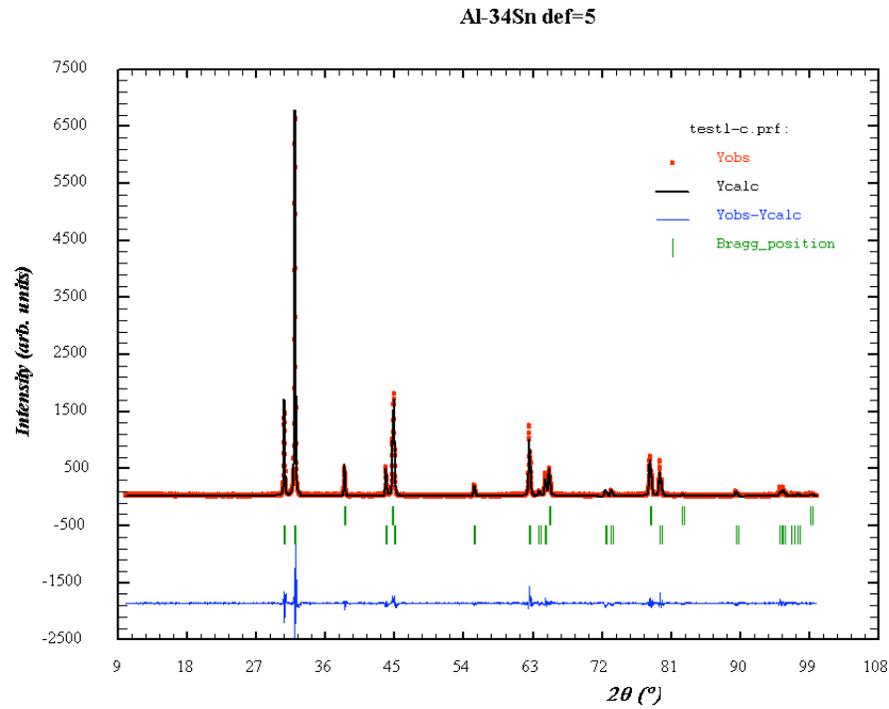


Figura 4.30: Resultado de refinamientos para la composición 34% Sn (IV).

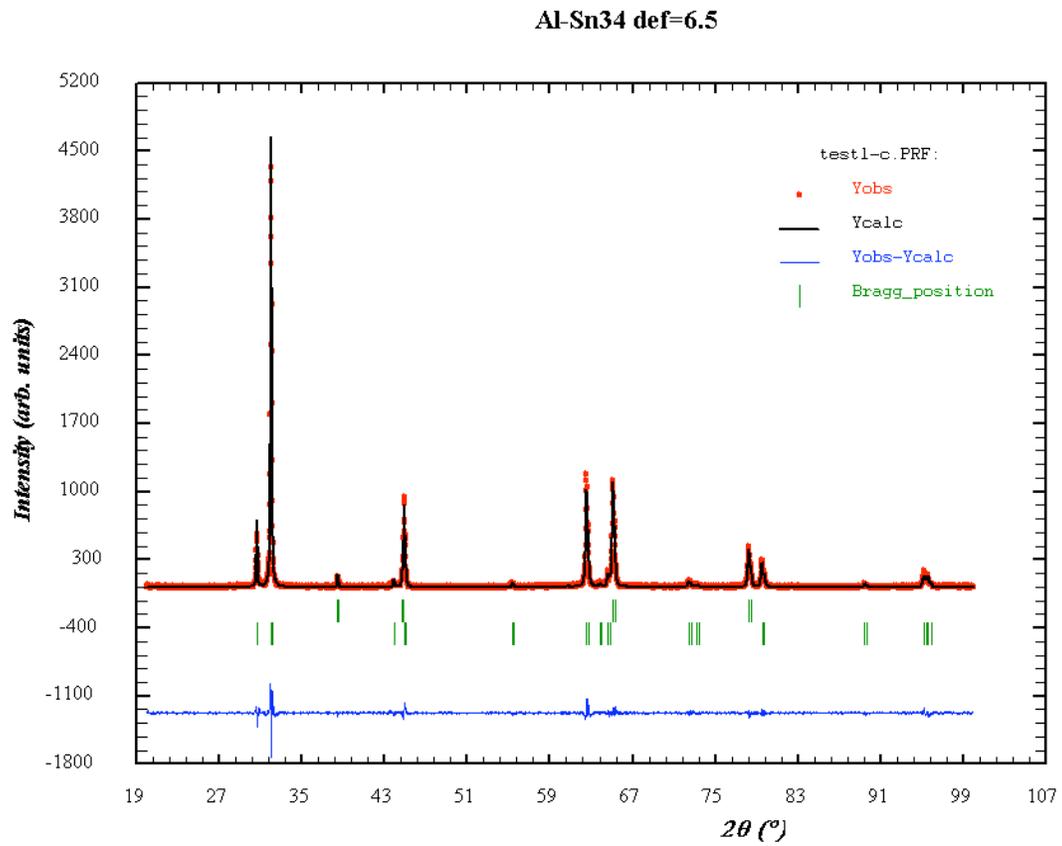


Figura 4.31: Resultados de refinamientos para la composición 34% Sn (V).

Los coeficientes de los refinamientos para el aluminio solo se muestran en el cuadro 4.2 y los resultados gráficos muestran en las figuras 4.32, 4.33, 4.34, 4.35 y 4.36. Tomando como base el criterio de los coeficientes χ^2 y S , se puede observar que todos los refinamientos cumplen satisfactoriamente con dichos criterios. Para evaluar la calidad visual de un refinamiento, la Fig. 4.35 muestra con mayor detalle el resultado del refinamiento para los picos de difracción correspondientes a los planos (200), (220) y (311) para la deformación $\eta = 5$.

η	R_F	R_{wp}	R_e	χ^2	S
0	3.13	23.2	17.4	1.67	1.33
2.5	1.862	24.4	16.05	2.28	1.500
3	4.320	22.3	19.43	1.32	1.147
4	2.601	19.6	16.59	1.39	1.181
5	1.986	28.6	20.42	1.96	1.400
6.25	1.803	29	20.9	1.92	1.387
6.5	1.938	32	21.65	2.18	1.478

Cuadro 4.2: Criterios de ajuste para aluminio puro comercial.

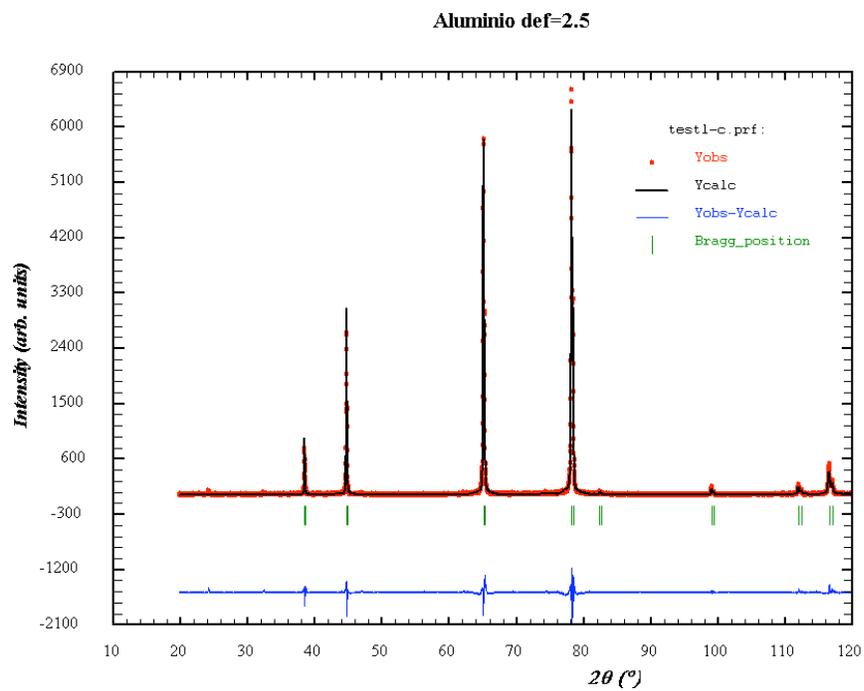
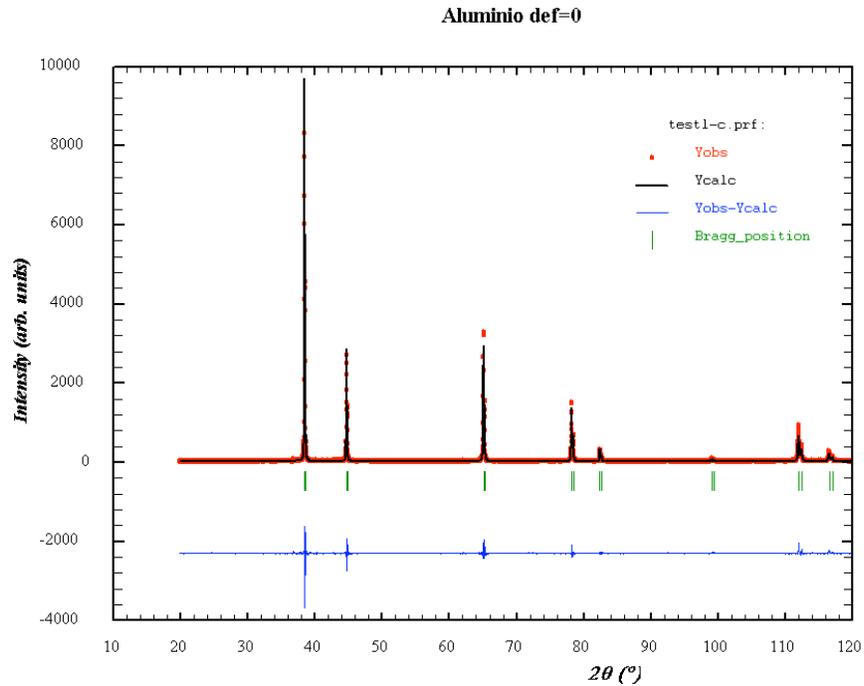


Figura 4.32: Resultados de refinamientos para aluminio puro (I).

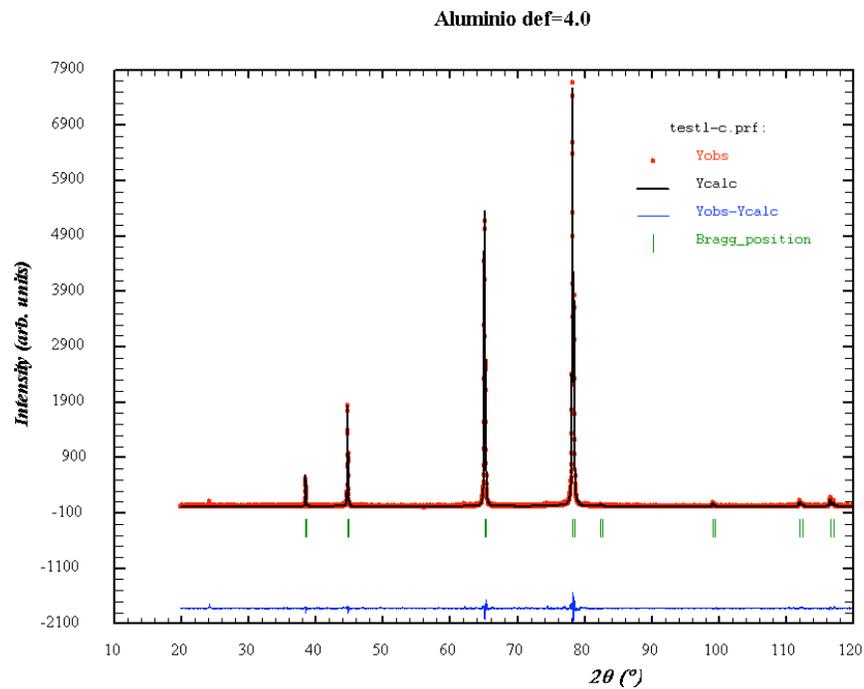
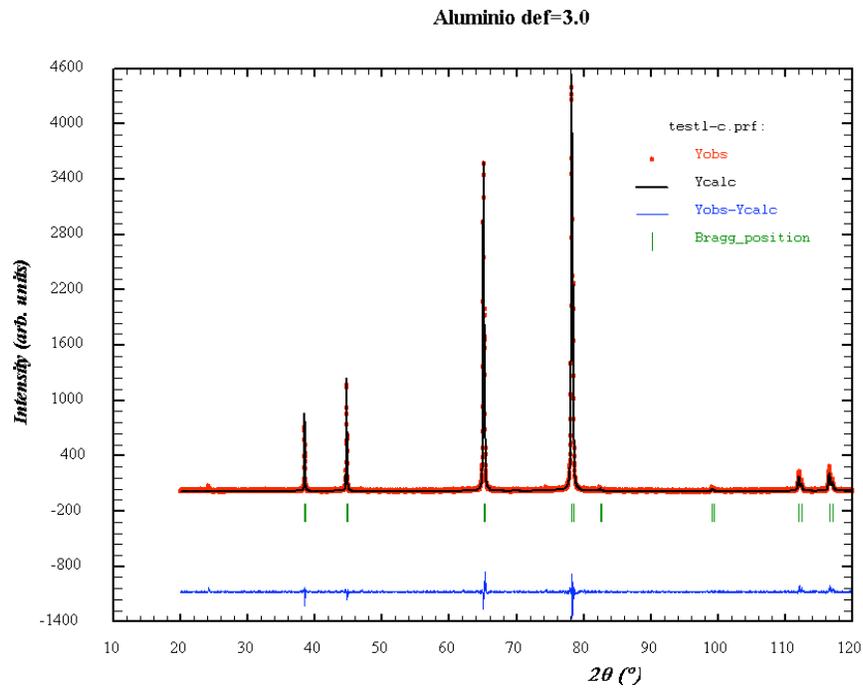


Figura 4.33: Resultados de refinamientos para aluminio puro comercial (II).

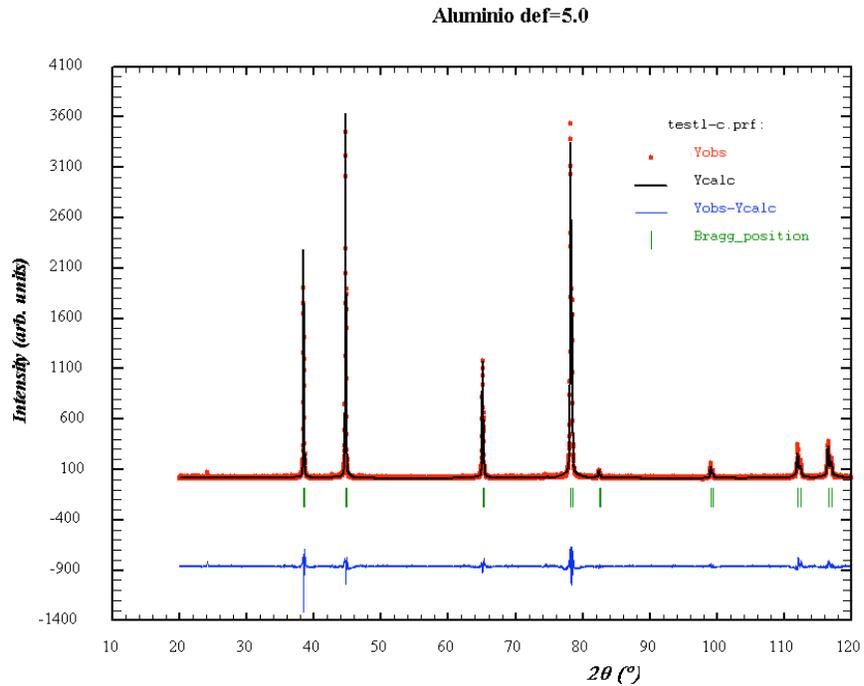
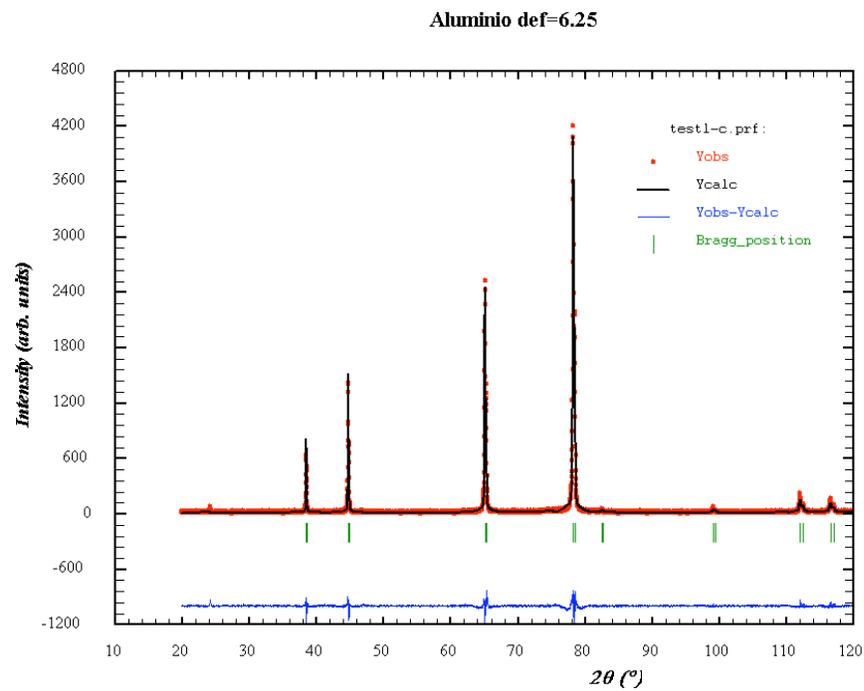
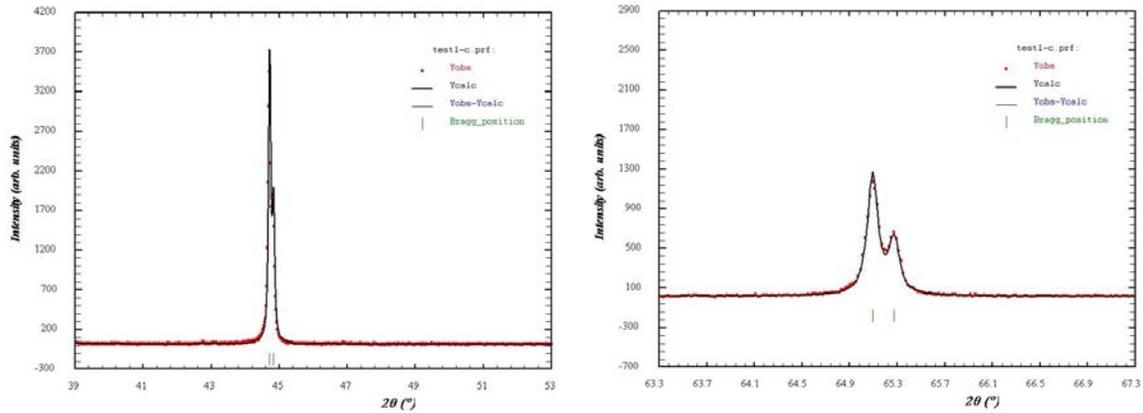
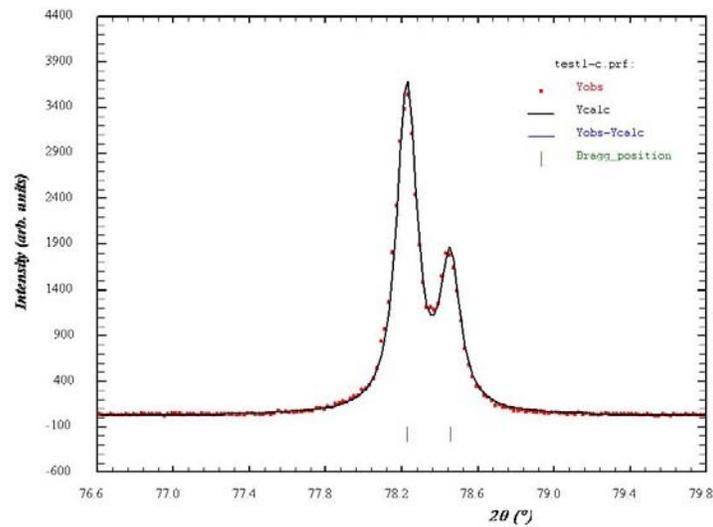
(a) Aluminio puro $\eta=5.0$ (b) Aluminio puro $\eta=6.25$

Figura 4.34: Resultados de refinamientos para aluminio (III).



(a) Ampliación del pico correspondiente al plano (200).

(b) Acercamiento del pico correspondiente al plano (220).



(c) Acercamiento del pico correspondiente al plano (311).

Figura 4.35: Acercamientos de picos relativos a $\eta = 5$ para aluminio (IV).

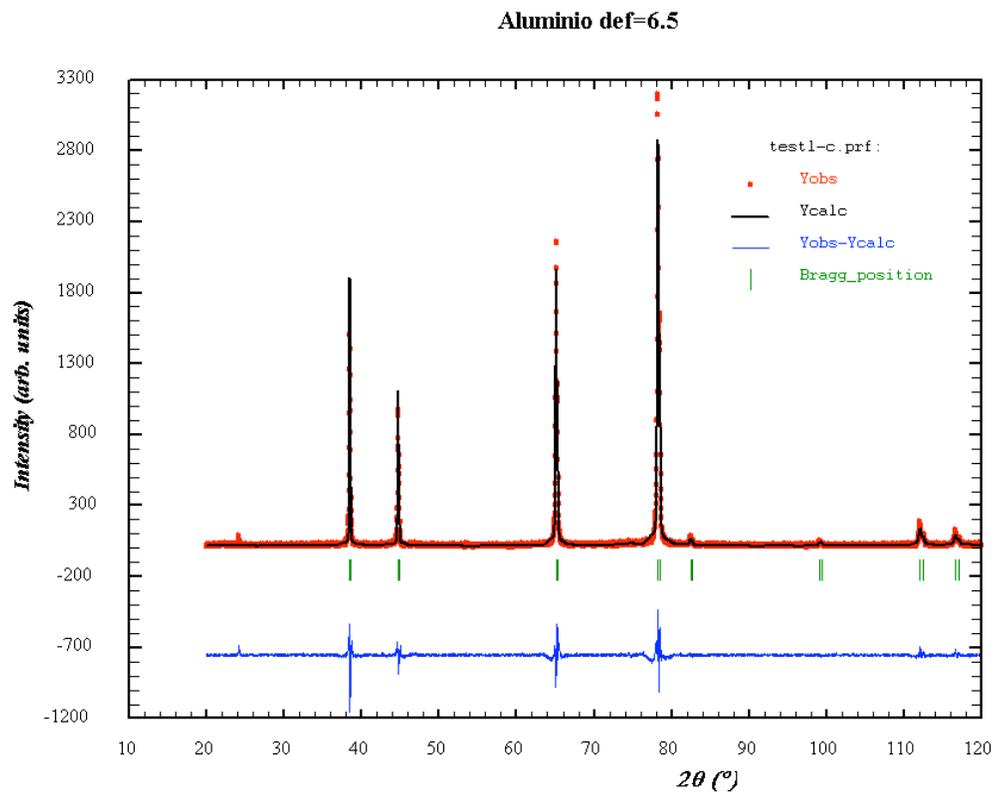


Figura 4.36: Resultados de refinamientos para aluminio (V).

Capítulo 5

Discusión y análisis de resultados

En el presente capítulo se presenta el análisis de los resultados obtenidos el capítulo 4. En primera instancia se hace una discusión sobre los resultados obtenidos antes del proceso de deformación para pasar a discutir el comportamiento mecánico del material cuando es deformado y finalizar dando una explicación del mecanismo de endurecimiento que sigue el material.

5.1. Material de fundición

Respecto a este punto se puede concluir que los resultados son coherentes con la información proporcionada por el diagrama de fases. Al término de la solidificación se obtienen dos fases completamente separadas, una compuesta por aluminio y la otra por una fase rica en estaño. Esto se constata por el contraste de fases en la micrografía por MEB (Fig. 4.2), y por el análisis por EDS presentado en la Fig. 4.2(b) del capítulo 4, aunque el EDS también presenta picos de aluminio, estos son producto del volumen de interacción formado entre el haz y la muestra, es decir, se está captando la señal emitida por zonas de aluminio que se encuentran por debajo de la zona rica en estaño. También se puede constatar mediante difracción por rayos X que no hay otras fases cristalinas

presentes al nivel de detección de la técnica.

5.2. Material deformado

5.2.1. Caracterización mecánica

Como se mencionó en la sección 3.6.2, antes de realizar un estudio mecánico sobre el sistema Al-Sn, se analizó el grado de endurecimiento que desarrolla el aluminio puro empleado en este estudio cuando es trabajado en frío. Para ello se obtuvo la gráfica de la Fig. 4.5 que presenta la razón de endurecimiento $d\sigma/d\epsilon$ en función de ϵ . Como se puede observar el comportamiento de la curva es decreciente y el mayor endurecimiento se presenta en el intervalo de deformaciones $0.025 < \epsilon < 0.05$. Debido a que cada etapa de endurecimiento es menor que su antecesora, esta idea llevó a pensar que el aluminio presentaría una saturación de resistencia mecánica. Esta hipótesis se verificó con la curva σ_{uts} vs. η presentada en la Fig. 4.6, como se puede observar a deformaciones $\eta > 5$ la resistencia del aluminio se estabiliza en 200 MPa y se incrementa en un 173% desde $\eta = 0$ hasta $\eta = 6.5$. Si se observa la misma figura, cuando se agrega estaño al aluminio, en especial para las composiciones 10% y 34% Sn a deformaciones $\eta > 5$ se presenta un crecimiento de tipo exponencial. Para la composición 40.32% Sn, el comportamiento es similar al del aluminio puro comercial.

Desde el punto de vista mecánico, el estaño no debería ser un buen candidato para reforzar a un material compuesto ya que su resistencia es de 14 MPa [38]; sin embargo, se puede ver que para las composiciones 10% y 34%Sn se produce un efecto notable a altas deformaciones. Si se emplea la regla de las mezclas para estimar la resistencia de la composición 10%Sn se obtiene la curva mostrada en la gráfica 5.1. La expresión que se utilizó para estimar la resistencia fue la siguiente

$$\sigma_{uts} = \sigma_f V_f + \sigma_m V_m \quad (5.1)$$

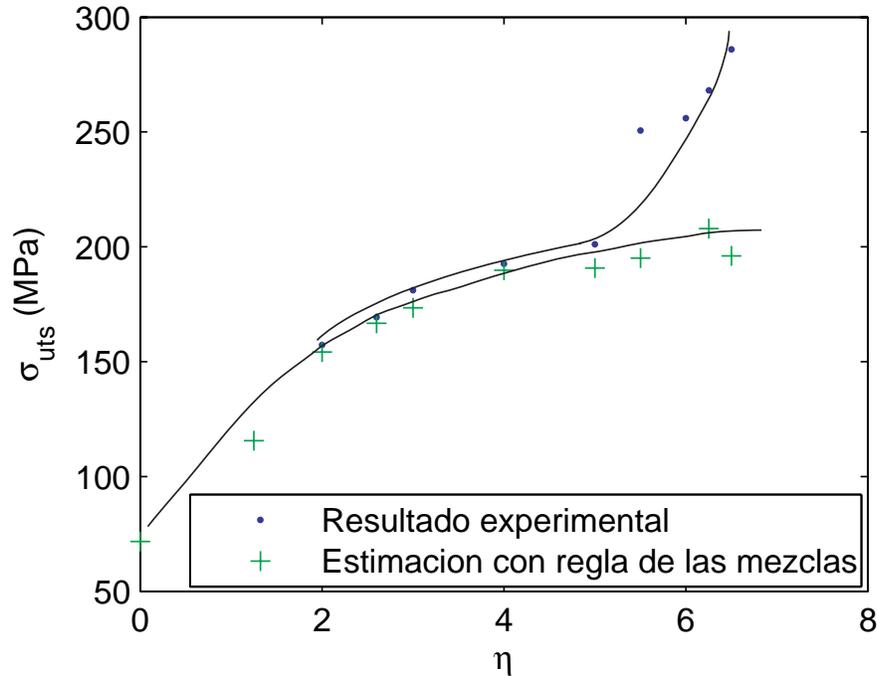


Figura 5.1: Comparación de resistencias estimadas y experimentales en función de η .

donde σ_f representa la resistencia del estaño, que es constante e independiente de η ya que recristaliza a temperatura ambiente, σ_m representa la resistencia de la matriz que de acuerdo a nuestros resultados varía en función de η de acuerdo a la Fig. 4.6, V_m y V_f representan la fracciones volúmetricas de la matriz y de la segunda fase respectivamente, para este caso $V_m = 0.9604$ y $V_f = 0.0396$. Como se puede observar, para $\eta \leq 5$ la regla de las mezclas estima adecuadamente la resistencia del material, este hecho concuerda con las observaciones generales sobre el estudio de los DMMC's que señalan la desviación de dicha regla a partir de $\eta = 5$ [10]. Este cálculo también proporciona información adicional sobre la resistencia del material a $\eta = 0$ (71 MPa). Con base en esta información el incremento en σ_{uts} desde $\eta = 0$ hasta $\eta = 6.5$ resulta en una relación de 1:4

Como se mencionó en el capítulo 1, Russell *et al.* [3] realizó un estudio sobre el comportamiento mecánico del sistema Al-20% vol. Sn deformado por extrusión. Dicha composición equivale a Al-40.32% en peso de Sn. El comportamiento mecánico que obtuvo dicho trabajo se muestra en la Fig. 5.2.

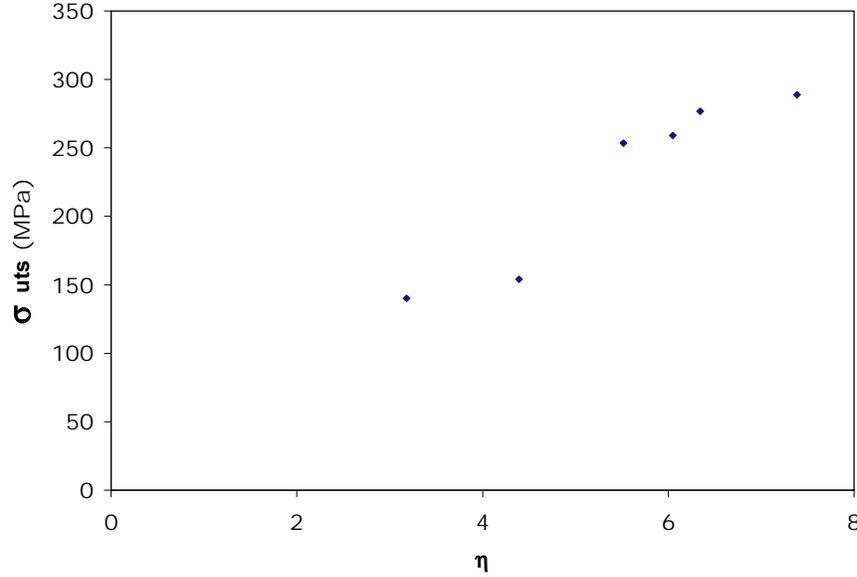


Figura 5.2: Curva construida a partir de datos tomados de la referencia [3].

Como se puede observar existen diferencias en cuanto los resultados de este trabajo para la misma composición (ver Fig. 4.6). Para tener un punto común y poder comparar ambas curvas elijamos el máximo esfuerzo alcanzado que fue de 207.65 MPa con $\eta = 6.5$, para encontrar la deformación equivalente que sea comparativa con una deformación por extrusión utilicemos la expresión (2.17) presentada en la sección 2.2. Considerando que la deformación en el proceso de laminación es biaxial ($d\epsilon_3 = 0$) y por la condición de incompresibilidad $d\epsilon_1 = -d\epsilon_2$, la deformación equivalente se calcula por

$$d\epsilon = \frac{2}{\sqrt{3}}d\epsilon_1 = \frac{2}{\sqrt{3}}\eta = \frac{2}{\sqrt{3}} \times 6.5 = 7.5$$

Como se observa en la Fig. 5.2 para una deformación $\eta = 7.5$ la resistencia es de 288 MPa lo que equivale a una diferencia del 38.7% respecto a nuestros resultados por laminación. Esta discrepancia puede deberse a la diferencia de morfologías que desarrolla la fase de estaño en ambos procesos. Para el caso de extrusión se genera una morfología de tipo listón enrollado en la sección transversal, mientras que para el caso de laminación se genera una morfología de tipo laminar de acuerdo con nuestro resultado por FIB presentado en la Fig. 4.14 del capítulo 4. Existen estudios [4, 12] que suponen que la resistencia de los DMMC's se debe a la presencia de filamentos con la morfología de tipo listón enrollado, producto

de la textura $\{110\}$ desarrollada en la segunda fase durante la deformación y se cree que dicha morfología es ideal para detener el movimiento de dislocaciones. Esta idea se pudo ratificar ya que como se mencionó en el capítulo de resultados el material al ser laminado presenta una morfología tipo laminar y en consecuencia se obtuvieron resistencias menores que las presentadas por Russell *et al.* Por otro lado, para las composiciones 10 y 34 % Sn se lograron resistencias de 286 MPa con $\eta = 6.5$, lo cual equipara a la máxima resistencia lograda por el trabajo de Russell *et al.*, esto llevó a suponer que se puede obtener un punto óptimo de resistencia extruyendo al material con composiciones menores a 20 % vol. Sn. Para probar esta idea se sugiere extruir al material con la composición 10 %Sn y analizar los resultados σ_{uts} vs. η .

Sptizig *et al.* [10] comenta que la resistencia de los DMMC's puede relacionarse con la distancia que separa la segunda fase mediante una relación tipo Hall-Petch independientemente si el tipo de combinación es fcc-bcc o fcc-fcc. En este caso, la segunda fase consiste de una estructura tetragonal centrada en el cuerpo y se verificó si también se cumplía la relación para dicho sistema cristalino. Para realizar este análisis, se escogió la composición 10 %Sn, ya que como se mencionó anteriormente, con dicha composición se evita el encimamiento entre las placas de estaño a altas deformaciones lo que facilita su medición y genera resultados más confiables. El método de cuantificación fue el promedio de intersecciones lineales, que consiste en trazar una línea a lo largo de la imagen y contar las intersecciones con la fase, finalmente se divide la longitud de la línea entre el total de intersecciones, para cada imagen se trazaron 10 líneas y se obtuvo el promedio total de intersecciones. Se cuantificó esta separación para las deformaciones $\eta = 4, 5, 6, 6.25, 6.5$ y se graficó la resistencia mecánica en función del inverso de la raíz cuadrada de la separación. La razón de cuantificar la separación con muestras deformadas a niveles $\eta \geq 4$ se debe a que a partir de dicha deformación se obtiene el alineamiento y la morfología de tipo plaqueta de la fase de estaño. El resultado obtenido se muestra en la Fig. 5.3.

Como se puede observar se obtiene una correlación de tipo lineal definida por

$$\sigma_{uts} = 145.8 + \frac{121.25}{\sqrt{d}} \quad (5.2)$$

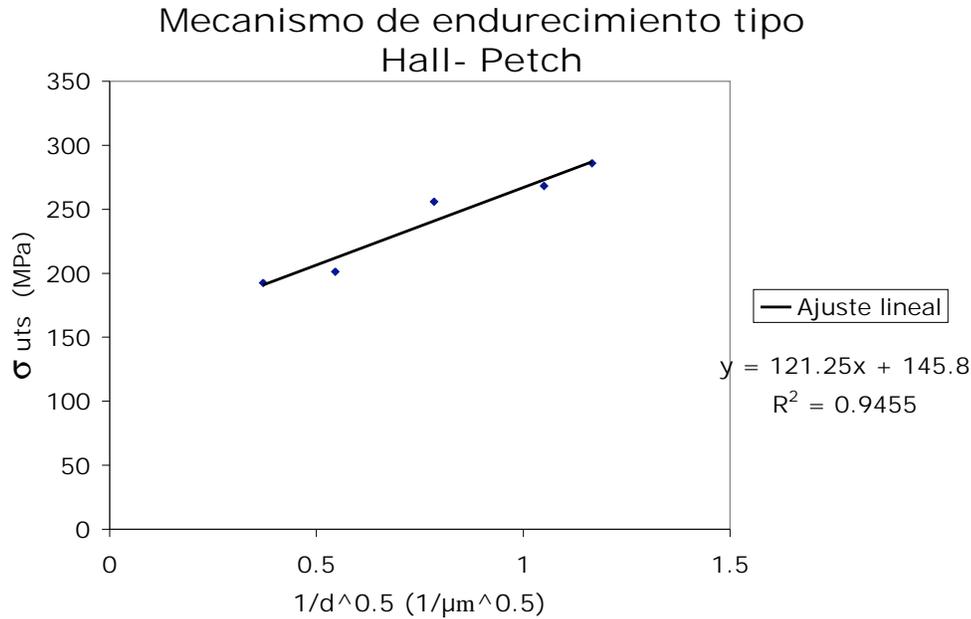


Figura 5.3: Resistencia mecánica en función de la separación entre placas de Sn.

donde d es la separación promedio entre la fase de estaño. Este resultado, además de corroborar que dicha relación también se cumple para una estructura tetragonal-I, nos indica que el material sigue un fenómeno de endurecimiento por fronteras, así como sucede en un endurecimiento por refinamiento de grano.

Si se mide la variación de espesor de las plaquetas en función de la resistencia se encuentra la curva de la Fig. 5.4. En ella se aprecia un aumento de resistencia del 50 % cuando el espesor disminuye en una razón de 1:3, con lo cual se observa que el espesor también es un factor importante en la resistencia del material.

Debido a la gran deformación a la que son sometidos los DMMC's se hacen presentes dos efectos importantes, el aumento en la densidad de dislocaciones y la disminución del tamaño de la segunda fase, donde se generan filamentos o plaquetas con altas relaciones de aspecto espesor/longitud. A partir de cierta deformación η , se presentan las condiciones óptimas entre densidad de dislocaciones, tamaño y separación de plaquetas provocando el aumento de resistencia del material. Es en este momento donde las plaquetas se convierten en barreras efectivas al movimiento de dislocaciones. Para este caso, en las curvas σ_{uts} vs.

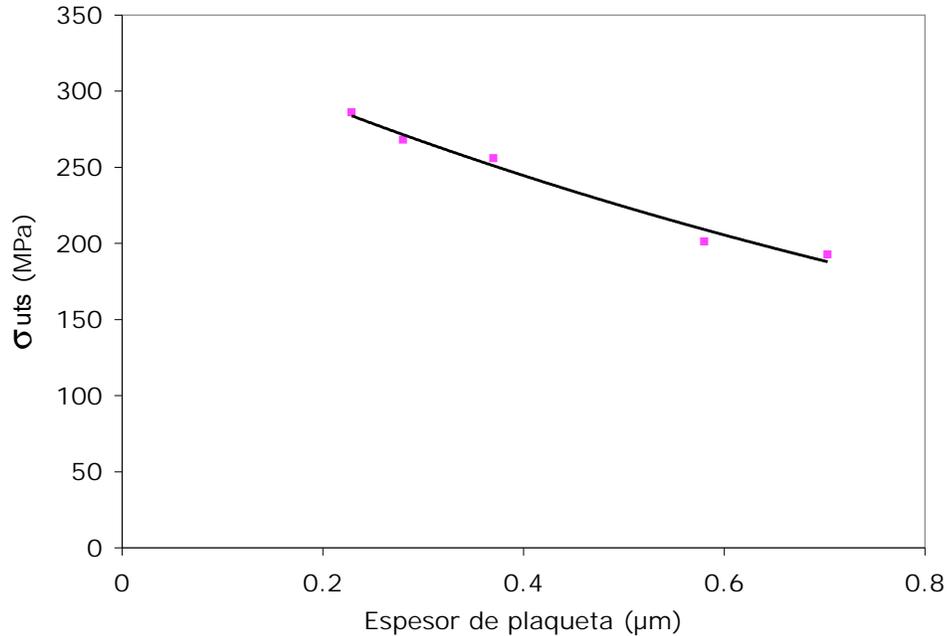


Figura 5.4: Resistencia del material en función del espesor de plaqueta.

η de la composición 10 y 34% Sn se puede observar que este punto crítico es alrededor de $\eta = 5$, microestructuralmente se tiene un espesor de plaqueta de $0.37 \mu m$ y una separación promedio de $3.36 \mu m$ como se muestra en la Fig. 5.5. La medición del espesor y la separación se realizan a partir de $\eta = 4$ por las mismas razones por las cuales se realizó para medir su espaciamiento.

Como se mencionó en la sección 2.6, las microdeformaciones son producto de defectos como sitios vacantes y dislocaciones presentes en la red cristalina. Debido a que el material de estudio fue deformado en frío a altos niveles, la presencia de microdeformaciones se adjudicó principalmente al aumento en la densidad de dislocaciones. Para evaluar de forma cualitativa dicha densidad, se llevó a cabo el análisis microestructural por difracción de rayos X analizando la información que contiene el ancho de las líneas de difracción. En la siguiente sección se presenta la discusión de estos resultados.

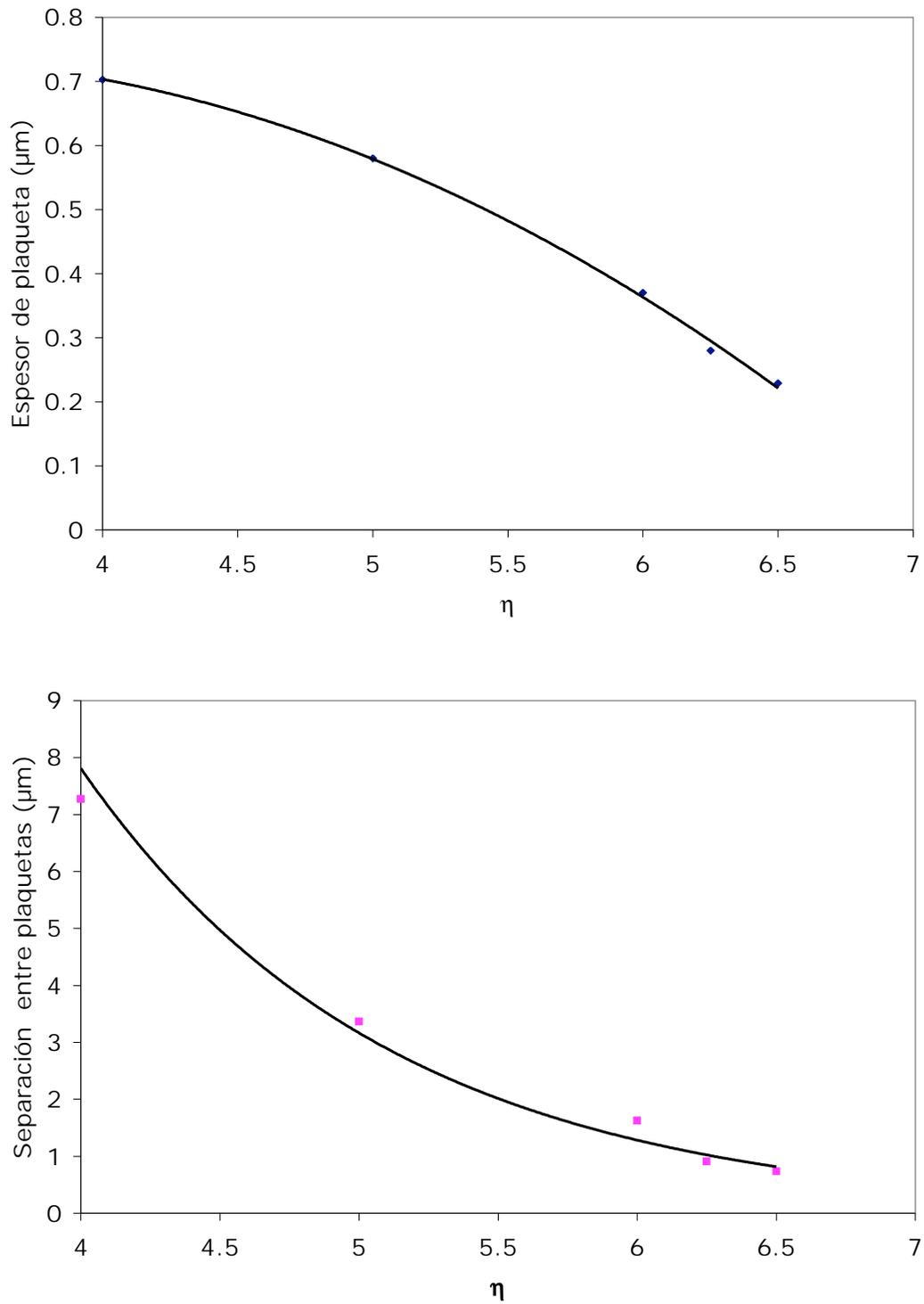


Figura 5.5: Espesores y separación promedio entre plaquetas en función de η para la composición 10 %Sn.

5.2.2. Análisis de microdeformaciones

Este análisis se basó en los refinamientos de estructura tipo Rietveld aprovechando las capacidades del programa *Fullprof* en cuanto al tratamiento matemático de ajuste de perfiles. Como se mencionó en la sección 3.6.3, cuando se proporciona el archivo de función instrumental, *Fullprof* genera un archivo microestructural que contiene los anchos integrales de cada reflexión ya restado el ensanchamiento instrumental. Después de obtenidos estos anchos, se calculó la microdeformación con la ecuación (2.47) presentada en la sección 2.6 para los picos de aluminio que se ajustaron satisfactoriamente. No se realizó este estudio sobre la fase de estaño debido a que recristaliza a temperatura ambiente y por ende el endurecimiento por deformación se le adjudicó únicamente al aluminio. Finalmente con los datos obtenidos se obtiene un promedio de las microdeformaciones con los picos seleccionados para cada etapa de deformación η . Se realizó este estudio con aluminio puro comercial y con la composición Al-34%Sn. El resultado se muestra en la gráfica de la Fig. 5.6.

Como se puede observar en dicha figura se presenta un salto para $\eta = 5$, tanto para el aluminio puro comercial como para la composición 34% Sn, lo cual coincide con el salto de resistencia en las pruebas mecánicas. También se observa que a $\eta = 0$ ambos materiales parten del mismo punto, lo cual indica que la presencia del estaño en aluminio no crea una distorsión significativa en la red cristalina del mismo. Como se puede observar, la gráfica carece de información para $0 < \eta < 2.5$, esto se debe a que el comportamiento interesante de los DMMC's se presenta a altas deformaciones y como se mencionó anteriormente, el punto $\eta = 0$ se analizó sólo para contar con una referencia de partida. Se pensó que el salto en $\eta = 5$ se podía deber a la aparición de subgranos producto de la deformación plástica, por lo que se hicieron análisis por microscopía de fuerza atómica a muestras con deformaciones $\eta = 3.0$ y $\eta = 5.5$, pensando que para $\eta < 5.5$ no habría subgranos y para deformaciones mayores aparecerían. Los resultados se muestran en la Fig. 5.7.

Como lo señalan las imágenes, en ambas deformaciones se observa la presencia de

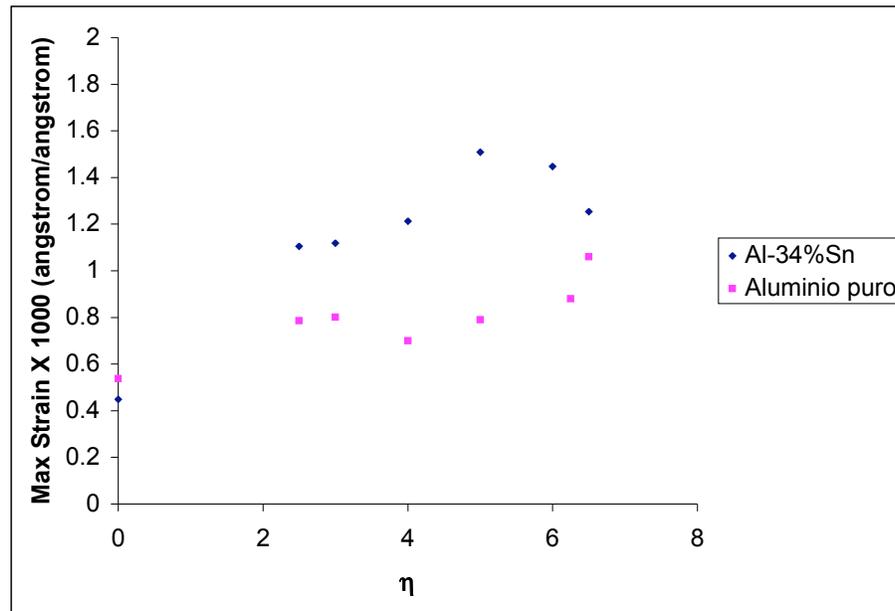


Figura 5.6: Evolución de la microdeformación para Al-34 % Sn y aluminio puro comercial en función de η .

subgranos, lo cual indica que dicho salto en la gráfica de microdeformaciones no se debe a este efecto, por lo cual se concluyó que el salto sólo se debe a la densidad y configuración de dislocaciones.

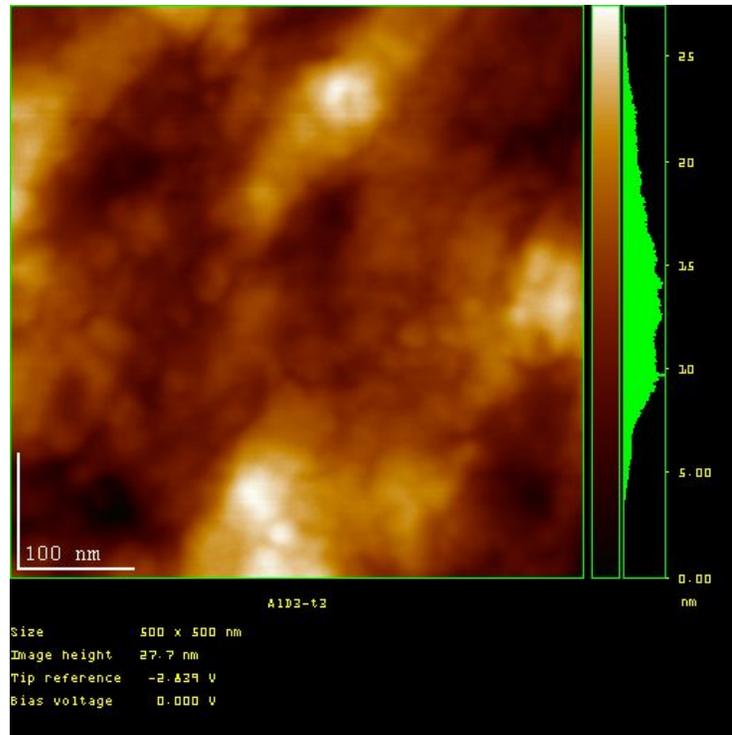
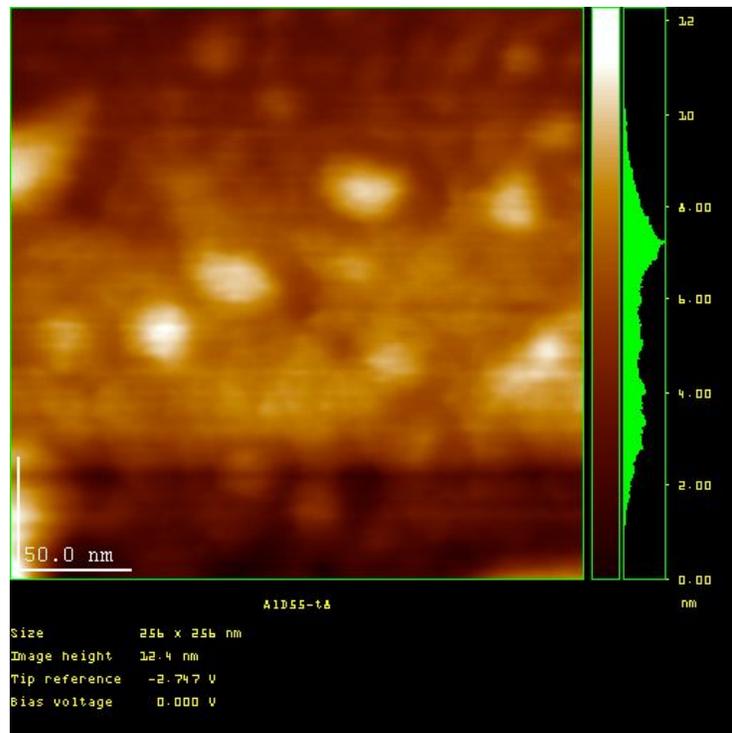
(a) $\eta = 3$.(b) $\eta = 5.5$.

Figura 5.7: Fotografías por AFM de aluminio a $\eta = 3$ y $\eta = 5.5$ mostrando la presencia de subgranos en ambos casos.

5.2.3. Mecanismo de endurecimiento

Como se vio en la Fig. 5.5, la distancia y el espesor de la fase de estaño se reducen conforme el material es deformado, aumentando la rapidez de disminución para $\eta > 5$. Se creyó que al llegar a cierta separación ($2\mu\text{m}$), las plaquetas se convierten en barreras efectivas al movimiento de dislocaciones de la matriz. En este punto, el conjunto formado por el espesor, la separación y la densidad de dislocaciones se conjugan para aumentar la resistencia del material en forma inesperada. La barrera se puede deber a la diferencia de los sistemas de deslizamiento entre las dos fases o al cambio de propiedades elásticas a través de la interfase. Con los estudios realizados en este trabajo se puede concluir que el endurecimiento del material se debe a un fenómeno de barreras por la correlación de tipo Hall-Petch obtenida. Como se mencionó anteriormente, a lo largo del estudio de los DMMC's que cuentan con una segunda fase tipo bcc, ha persistido la idea de que su resistencia se debe a la morfología tipo listón que desarrolla la segunda fase durante la deformación, un ejemplo de esta morfología se muestra en la Fig. 5.8 obtenida por Rusell *et al.* Como se puede observar cuando se extruye la aleación Al-Sn también se obtiene dicha morfología. En este estudio se obtuvo una microestructura tipo plaqueta y se lograron resistencias del mismo orden en las etapas finales de η , lo cual hace pensar que la morfología no es la única causa que eleva la resistencia del material y que existen morfologías distintas que también logran resultados satisfactorios.

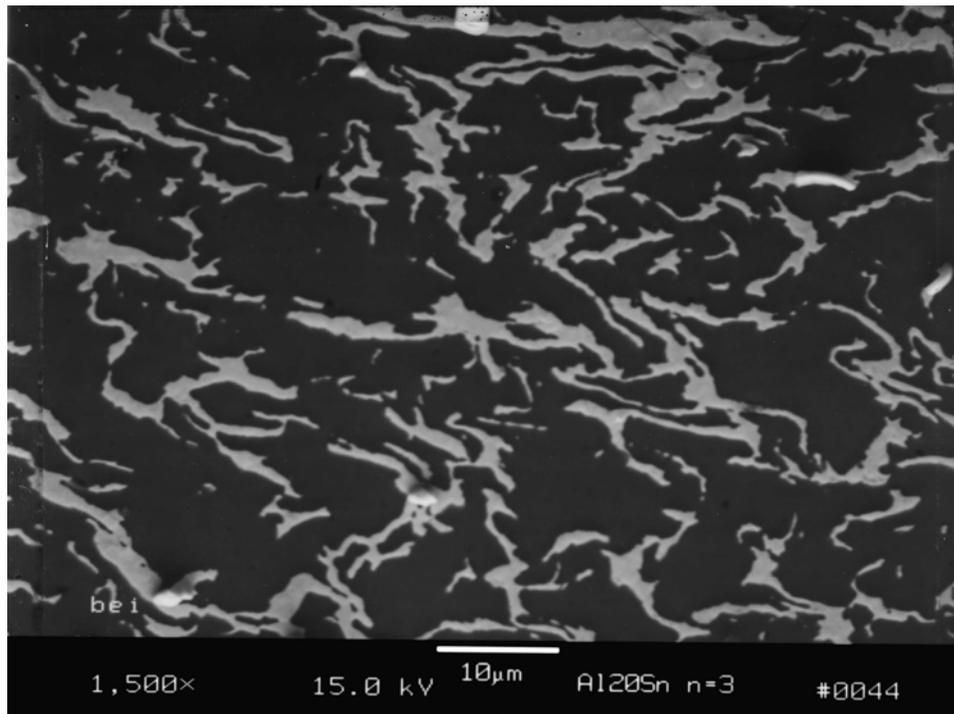


Figura 5.8: Micrografía de la sección transversal del sistema Al-20% vol. Sn al ser extruido.

Conclusiones

1. Tomando en cuenta la curva σ_{uts} vs. η del aluminio y comparando con los valores encontrados en las aleaciones Al-Sn, se concluye que existe un incremento del 41 % en σ_{uts} , dicho incremento no es debido al aluminio por si solo sino que está relacionado con la presencia del estaño.
2. Existe un umbral de deformación plástica $\eta \geq 5$ donde el conjunto formado por el espesor, separación entre la segunda fase y densidad de dislocaciones se conjugan para aumentar σ_{uts} en forma importante. El comportamiento σ_{uts} vs. η para valores anteriores al umbral sigue una relación típica de regla de las mezclas.
3. Cuando se lamina la aleación Al-Sn la segunda fase adopta una morfología tipo plaqueta paralela al plano de laminación. Al igual que la morfología de tipo listón, reportada en experimentos de extrusión, la de tipo plaqueta también funciona como una barrera efectiva al movimiento de dislocaciones, siempre y cuando se cumplan las condiciones citadas en el punto dos.
4. Conforme se deforma la aleación Al-Sn, la separación y el espesor de la segunda fase disminuyen en forma no lineal con un perfil distinto en ambos casos. La configuración de barreras es particularmente importante en las propiedades mecánicas del material.
5. Existe una correlación cuasilineal entre el espesor de la fase de estaño y el valor σ_{uts} del material obteniéndose el valor mayor con espesores tan pequeños como $0.2 \mu m$.

6. El endurecimiento del material sigue un fenómeno de barreras corroborado por la correlación Hall-Petch, esto demuestra que dicha correlación se adapta satisfactoriamente en un DMMC que involucre celdas cúbica F - tetragonal I.
7. El análisis de microdeformaciones a partir de los anchos integrales de los picos de difracción muestra ser prometedor y en todo caso el único método capaz de realizar el análisis a esta escala.

Comentarios y recomendaciones para la continuación de este estudio

Aunque pareciera que la morfología de tipo listón lograda por extrusión es más eficiente para conseguir resistencias mecánicas altas, este estudio demuestra que se pueden obtener estas resistencias con otras composiciones. Sería interesante comprobar si en cualquier composición la extrusión es superior a la laminación.

Como se vió en el capítulo de antecedentes existen sistemas similares al Al-Sn, es decir, sistemas binarios que no presentan compuestos intermedios y que no son solubles entre ellos, por ejemplo Cu-Nb, Cu-Ta, Mg-Ti, etc. A este respecto se ha reportado que dichos materiales presentan resistencias notables cuando son deformados altamente por extrusión. Como se pudo constatar en este trabajo, se puede lograr un equivalente en resistencia mecánica aun cuando el material haya sido deformado por procesos distintos. Siguiendo con esta lógica podría pensarse que si se laminaran dichos sistemas empleando las composiciones adecuadas también estaría presente el efecto notable sobre su resistencia mecánica y se contaría con el beneficio extra de obtener placas o láminas.

Por otro lado, para disminuir el endurecimiento por trabajo en frío del aluminio se recomienda trabajar con aluminio de mayor pureza al empleado en este estudio, lo que permitirá separar más fácilmente los efectos debidos al estaño.

Con un equipo de extensometría se podrían determinar con suficiente precisión algunas

propiedades elásticas del material como el módulo elástico y el esfuerzo de fluencia que hasta el momento no han sido reportados en la literatura.

Respecto a la caracterización podrían realizarse estudios más exhaustivos con microscopía electrónica de transmisión analizando muestras con deformaciones antes y después del umbral $\eta \leq 5.5$ y observar diferencias microestructurales para contar con mayor información que ayude a explicar la razón del salto en propiedades mecánicas y microdeformaciones presentado en dicho umbral. También podrían realizarse ensayos *in situ* simulando un ensayo de tensión dentro del TEM y observar la acción de las barreras para detener el movimiento de dislocaciones.

Apéndice A

Ecuación de la deformación equivalente

Esta sección tiene por objetivo demostrar la ecuación (2.17). Para ello, será necesario definir el concepto de relaciones de flujo y de ahí se continuará con la demostración.

En el caso de un régimen de deformaciones elásticas, los esfuerzos y las deformaciones se pueden relacionar mediante la ley de Hooke. Relaciones similares, conocidas como reglas de flujo, se han desarrollado para estados de deformación plástica.

En general una regla de flujo se establece como sigue:

$$d\epsilon_{ij} = d\lambda \frac{\partial f}{\partial \sigma_{ij}} \quad (\text{A.1})$$

donde f es una función de σ_{ij} que describe la fluencia del material. Si el criterio de Von Mises es empleado para describir a f , y el sistema se encuentra orientado en direcciones principales, las relaciones entre incrementos de deformación son las siguientes

$$\frac{d\epsilon_1}{d\epsilon_2} = \frac{\sigma_1 - \frac{1}{2}(\sigma_2 + \sigma_3)}{\sigma_2 - \frac{1}{2}(\sigma_3 + \sigma_1)} \quad (\text{A.2})$$

$$\frac{d\epsilon_2}{d\epsilon_3} = \frac{\sigma_2 - \frac{1}{2}(\sigma_3 + \sigma_1)}{\sigma_3 - \frac{1}{2}(\sigma_1 + \sigma_2)} \quad (\text{A.3})$$

Como se mencionó en la sección 2.2, la deformación eficaz debe cumplir con la ecuación que modela al trabajo aplicado al material,

$$dw = \bar{\sigma}_{VM} d\bar{\epsilon} = \sigma_1 d\epsilon_1 + \sigma_2 d\epsilon_2 + \sigma_3 d\epsilon_3 \quad (\text{A.4})$$

Por simplicidad, consideremos un estado de esfuerzos planos donde $\sigma_3 = 0$

$$dw = \bar{\sigma}_{VM} d\bar{\epsilon} = \sigma_1 d\epsilon_1 + \sigma_2 d\epsilon_2 = \sigma_1 d\epsilon_1 \left(1 + \frac{\sigma_2 d\epsilon_2}{\sigma_1 d\epsilon_1} \right) \quad (\text{A.5})$$

Definamos $\alpha = \frac{\sigma_2}{\sigma_1}$ y $\rho = \frac{d\epsilon_2}{d\epsilon_1}$, de este modo la ecuación anterior se puede escribir como

$$\bar{\sigma} d\bar{\epsilon} = \sigma_1 d\epsilon_1 (1 + \alpha \rho) \quad (\text{A.6})$$

$$d\bar{\epsilon} = \left(\frac{\sigma_1}{\bar{\sigma}} \right) d\epsilon_1 (1 + \alpha \rho) \quad (\text{A.7})$$

De las reglas de flujo ec. (A.3) tenemos

$$d\epsilon_1 : d\epsilon_2 : d\epsilon_3 = \left[\sigma_1 - \frac{1}{2}(\sigma_2 + \sigma_3) \right] : \left[\sigma_1 - \frac{1}{2}(\sigma_3 + \sigma_1) \right] : \left[\sigma_3 - \frac{1}{2}(\sigma_1 + \sigma_2) \right] \quad (\text{A.8})$$

De este modo

$$\begin{aligned} \rho &= \frac{d\epsilon_2}{d\epsilon_1} = \frac{\sigma_2 - \frac{1}{2}\sigma_1}{\sigma_1 - \frac{1}{2}\sigma_2} = \frac{2\sigma_2 - \frac{1}{2}\sigma_1}{2\sigma_1 - \frac{1}{2}\sigma_2} = \frac{2\sigma_2 - \sigma_1}{2\sigma_1 - \sigma_2} = \frac{2\frac{\sigma_2}{\sigma_1} - 1}{2 - \frac{\sigma_2}{\sigma_1}} = \frac{2\alpha - 1}{2 - \alpha} \quad \text{y despejando } \alpha \text{ obtenemos} \\ \alpha &= \frac{2\rho + 1}{2 + \rho} \end{aligned} \quad (\text{A.9})$$

Con este resultado reescribamos la ecuación (A.7)

$$\begin{aligned} d\bar{\epsilon} &= \left(\frac{\sigma_1}{\bar{\sigma}} \right) d\epsilon_1 \left[1 + \frac{2\rho + 1}{2 + \rho} \rho \right] \quad \text{realizando el álgebra pertinente obtenemos} \\ &= 2 \left(\frac{\sigma_1}{\bar{\sigma}} \right) d\epsilon_1 \left[\frac{\rho + \rho^2 + 1}{2 + \rho} \right] \end{aligned}$$

Por otro lado, el criterio de Von Mises para $\sigma_3 = 0$ es

$$\bar{\sigma} = \frac{1}{\sqrt{2}} [(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - 0)^2 + (0 - \sigma_1)^2]^{1/2} \quad \text{rescribiendo la expresión obtenemos que}$$

$$\begin{aligned}
 &= \frac{1}{\sqrt{2}}[2(\sigma_1^2 + \sigma_2^2 - \sigma_1\sigma_2)]^{1/2} \\
 &= [\sigma_1^2(1 + \frac{\sigma_2^2}{\sigma_1^2} - \frac{\sigma_2}{\sigma_1})]^{1/2} \\
 &= \sigma_1[1 + \alpha^2 - \alpha]^{1/2} \quad \text{sustituyendo } \alpha \text{ en términos de } \rho \text{ obtenemos la siguiente expresión} \\
 &= \frac{\sigma_1\sqrt{3}}{2 + \rho}[\rho^2 + \rho + 1]^{1/2} \tag{A.10}
 \end{aligned}$$

Para continuar, encontremos el cociente $\frac{\sigma_1}{\bar{\sigma}}$ de (A.10)

$$\frac{\sigma_1}{\bar{\sigma}} = \frac{2 + \rho}{\sqrt{3}} \left[\frac{1}{\rho^2 + \rho + 1} \right]^{1/2} \tag{A.11}$$

Sustituyamos este resultado en la ecuación (A.7)

$$d\bar{\epsilon} = \frac{2(2 + \rho)}{\sqrt{3}} \left[\frac{1}{\rho^2 + \rho + 1} \right]^{1/2} d\epsilon_1 \left[\frac{2(1 + \rho + \rho^2)}{2 + \rho} \right] \tag{A.12}$$

$$= \frac{2}{\sqrt{3}} d\epsilon_1 (1 + \rho + \rho^2)^{1/2} \tag{A.13}$$

Recordando que $\rho = \frac{d\epsilon_2}{d\epsilon_1}$

$$d\bar{\epsilon} = \frac{2}{\sqrt{3}} d\epsilon_1 \left(1 + \frac{d\epsilon_2}{d\epsilon_1} + \left(\frac{d\epsilon_2}{d\epsilon_1} \right)^2 \right)^{1/2} \tag{A.14}$$

$$d\bar{\epsilon} = \frac{2}{\sqrt{3}} (d\epsilon_1^2 + d\epsilon_1 d\epsilon_2 + d\epsilon_2^2)^{1/2} \tag{A.15}$$

Ahora consideremos el siguiente término $d\epsilon_1^2 + d\epsilon_2^2 + d\epsilon_3^2$ y usemos la condición de incompresibilidad

$$d\epsilon_1^2 + d\epsilon_2^2 + d\epsilon_3^2 = d\epsilon_1^2 + d\epsilon_2^2 + \overbrace{(-d\epsilon_1 - d\epsilon_2)}^{\text{incompresibilidad}})^2 \tag{A.16}$$

$$= 2(d\epsilon_1^2 + d\epsilon_1 d\epsilon_2 + d\epsilon_2^2) \tag{A.17}$$

Sustituyendo este resultado en la ec. (A.15) obtenemos

$$d\bar{\epsilon} = \frac{2}{\sqrt{3}} \left[\frac{1}{2} (d\epsilon_1^2 + d\epsilon_2^2 + d\epsilon_3^2) \right]^{1/2} \tag{A.18}$$

$$d\bar{\epsilon} = \left[\frac{2}{3} (d\epsilon_1^2 + d\epsilon_2^2 + d\epsilon_3^2) \right]^{1/2} \tag{A.19}$$

Expresión idéntica a la ec. (2.17).

Apéndice B

El módulo elástico en ensayos de tracción

El ensayo de tracción es el experimento más común para determinar propiedades mecánicas del material como: resistencia, ductilidad, tenacidad, módulo de elasticidad y endurecimiento por deformación.

Un ensayo de tracción consiste en montar un espécimen en una máquina que le aplicará una carga externa, de tal forma que el material experimente macroscópicamente un estado uniaxial de esfuerzos. Existen varias razones para llevar a cabo un ensayo de tracción; por ejemplo, los resultados de éste se emplean en la selección de materiales para alguna aplicación ingenieril o se suelen incluir en las especificaciones del material como parámetro de control calidad.

Por experiencias anteriores, se conoce que existe un cierto grado de interacción entre la máquina y el espécimen, de tal forma que no se puede emplear directamente el desplazamiento sentido por la máquina en el cálculo de la deformación del material ($\epsilon = \frac{\Delta l}{l_0}$), especialmente en la región elástica donde las deformaciones son muy pequeñas, sin antes hacer las correcciones pertinentes. Por ello, es común que las propiedades

elásticas del material, obtenidas experimentalmente, no coincidan con los datos teóricos reportados. La razón por la cual existe esta incompatibilidad se debe a que los elementos mecánicos de la máquina como son: mordazas, tornillos, marco, etc. experimentan una deformación elástica mientras se lleva a cabo el ensayo. De este modo, los desplazamientos sensados por el equipo equivalen a la suma del desplazamiento del material más los desplazamientos de los elementos mecánicos del mismo. Esta idea puede expresarse matemáticamente como sigue

$$\epsilon_T = \frac{\Delta l}{L_0} = \frac{(\Delta l)_{mat} + (\Delta l)_{maq}}{L_0} > \frac{(\Delta l)_{mat}}{L_0} \quad (\text{B.1})$$

Donde $(\Delta l)_{mat}$ representa el desplazamiento del material, $(\Delta l)_{maq}$ representa el desplazamiento de los elementos de la máquina y finalmente ϵ_T representa el efecto total de ambas deformaciones.

De acuerdo con la idea anterior, para encontrar la deformación real de la muestra se requiere conocer el desplazamiento que experimenta la máquina cuando se lleva a cabo el ensayo de tracción y posteriormente restar este efecto al desplazamiento total.

Una manera de obtener la deformación del material en forma directa es colocando extensómetros o galgas extensométricas en el mismo, de este modo, se excluye el problema inherente a la deformación de la máquina previamente explicado. Otra manera de conocer dicha deformación es en forma analítica. Este procedimiento consiste en calcular la rigidez de la máquina, y con éste parámetro calcular el desplazamiento que experimentan los elementos mecánicos de la máquina por unidad de carga. Este análisis se describe a continuación:

En el intervalo de tiempo en el que el material y la máquina experimentan una relación carga-desplazamiento de tipo lineal (región elástica), el arreglo experimental de un ensayo de tracción podemos pensarlo como dos resortes en serie y un peso ver Fig. B.1. El resorte número uno representa al material, el resorte número dos representa los componentes de la máquina y finalmente el peso hace las veces de la carga aplicada por la máquina.

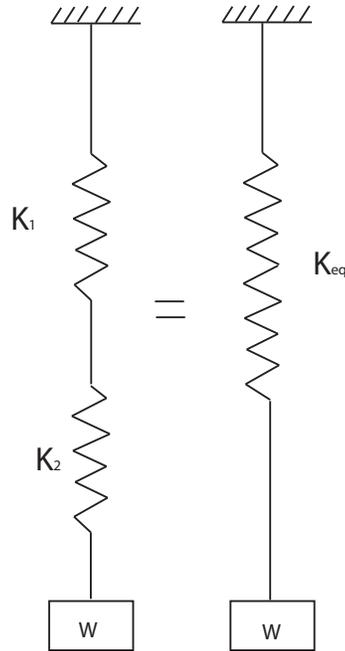


Figura B.1: Esquema experimental de un ensayo de tracción modelado por dos resortes en serie.

La ecuación que modela el comportamiento de un resorte es

$$F = kx \quad (\text{B.2})$$

Donde F es la carga aplicada al resorte, k la constante del resorte y x el desplazamiento que experimenta el mismo cuando se somete a una carga.

El arreglo de dos resortes en serie podemos reducirlo a un solo sistema equivalente.

La relación que existe entre las constantes elásticas de dos resortes en serie y un solo resorte equivalente es la siguiente

$$\frac{1}{k_1} + \frac{1}{k_2} = \frac{1}{k_{eq}} \quad (\text{B.3})$$

Regresando a las variables involucradas en el ensayo de tracción

$$\frac{1}{k_{muestra}} + \frac{1}{k_{maq}} = \frac{1}{k_{eq}} \quad (\text{B.4})$$

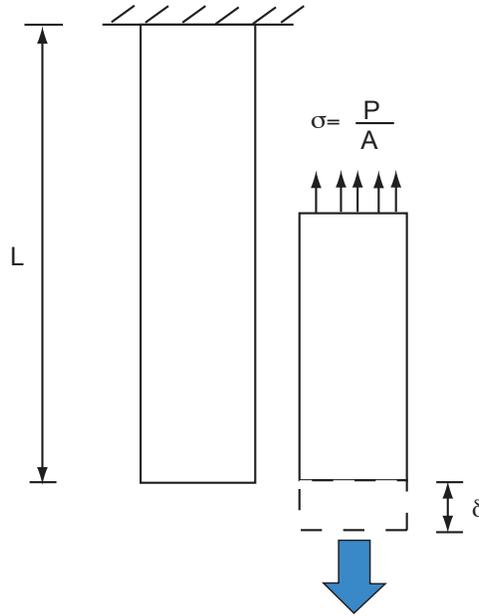


Figura B.2: Elemento de sección transversal constante sometido a tensión uniaxial.

De la ecuación (B.2)

$$\frac{1}{k} = \frac{\Delta x}{\Delta F} \quad (\text{B.5})$$

Con esta ecuación, se deduce que el inverso de la constante del resorte representa la relación que existe entre el desplazamiento y la fuerza aplicada al resorte. El paso siguiente es encontrar esta relación para un material que se encuentra sometido a un estado uniaxial de esfuerzos. Para este análisis consideremos la Fig. B.2. Si la muestra presenta sección transversal constante el esfuerzo en cualquier sección del material se calcula por $\sigma = \frac{P}{A}$

Usando la ley de Hooke y la definición deformación unitaria se tiene

$$\sigma = E\epsilon \quad (\text{B.6})$$

$$\epsilon = \frac{\delta}{L} \quad (\text{B.7})$$

Sustituyendo la deformación unitaria en la ley de Hooke

$$\sigma = E \frac{\delta}{L} = \frac{P}{A} \quad (\text{B.8})$$

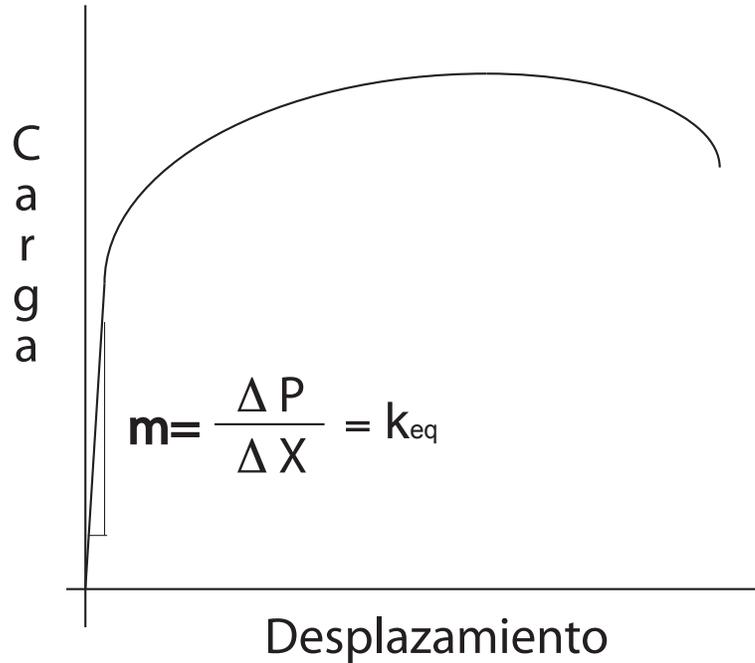


Figura B.3: Curva carga-desplazamiento proporcionada por la computadora del equipo.

De este modo la relación desplazamiento-carga para la muestra es

$$\frac{\delta}{P} = \frac{L}{AE} \quad (\text{B.9})$$

Regresando a la ecuación (B.3) se tiene que

$$\left(\frac{L}{AE} \right)_{muestra} + \frac{1}{k_{maq}} = \frac{1}{k_{eq}} \quad (\text{B.10})$$

El término $\frac{1}{k_{eq}}$ se obtiene de la gráfica carga - desplazamiento que proporciona la computadora del equipo como lo muestra la Fig. B.3 .

Finalmente faltaría conocer el término $\frac{1}{k_{maq}}$. Si se observa la ecuación (B.10), ésta puede representarse en forma lineal, donde la variable independiente es $x = \frac{L}{A}$, la variable dependiente es $y = \frac{1}{k_{eq}}$ y la ordenada al origen es $\frac{1}{k_{maq}}$, éste término representa la rigidez de la máquina, es decir, el desplazamiento que experimentan sus componentes por unidad de fuerza. De aquí que el experimento propuesto sea construir el cuadro B.1.

Evento	L/A	K_{eq}
1	L_1/A	m_1
2	L_2/A	m_2
3	L_3/A	m_3
\vdots	\vdots	\vdots

Cuadro B.1: Datos necesarios para obtener la curva experimental L/A vs. $1/K_{eq}$.

Donde $L_1, L_2, L_3 \dots L_n$ representan las longitudes de trabajo de la probeta y $m_1, m_2, m_3 \dots m_n$ representan las pendientes de la curva carga- desplazamiento que proporciona el equipo.

A partir de éstos se construye la curva experimental que relaciona L/A vs $1/K_{eq}$. Si ésta resultase lineal se procede a ajustar una recta y encontrar su ordenada al origen ya que este parámetro representa al término $\left(\frac{\Delta X}{\Delta P}\right)_{maq}$

De este modo, para encontrar el desplazamiento de los elementos mecánicos de la máquina se procede a multiplicar el factor “rigidez de la máquina” por la carga aplicada, posteriormente se resta este desplazamiento al desplazamiento sentido por la máquina para encontrar el desplazamiento real que experimenta el material.

Probeta	L (mm)	A(mm ²)	$L/A(mm/mm^2)$	$\frac{\Delta P}{\Delta x} (\frac{\Delta kgf}{\Delta mm})$	$1/K_{eq} (\frac{\Delta mm}{\Delta kgf})$
1	4.4	17.73	0.248	651.792	0.0015
2	4.4	18.51	0.237	635.038	0.0016
3	4.4	18.57	0.236	636.913	0.0016
4	13.72	18.3	0.749	649.507	0.0015
5	13.72	18.75	0.7315	601.905	0.0017
6	13.72	17.82	0.769	678.695	0.0015
7	18.66	18.66	1	627.402	0.0016
8	18.66	18.15	1.028	640.090	0.0016
9	18.66	18.38	1.015	565.895	0.0018
10	33.34	18.75	1.778	575.148	0.0017
11	33.34	18.39	1.812	447.115	0.0022
12	33.34	17.59	1.895	638.829	0.0016

Cuadro B.2: Resultados obtenidos al ensayar las probetas de aluminio.

Experimento

Los datos con los cuales se llevaron a cabo el experimento y los resultados obtenidos se muestran en el cuadro B.2. Estos resultados se ven reflejados en la gráfica de la curva B.4, donde después de hacer un ajuste lineal la ordenada al origen resultó ser 0.0015 mm/kgf, es decir, los componentes de la máquina se desplazan 0.0015 mm por cada kilogramo fuerza aplicado. Cabe mencionar que este resultado sólo será válido para el material con el cual se llevó a cabo el experimento, en este caso aluminio puro comercial.

Las gráficas de la Fig. B.5 muestran las correcciones a las curvas carga-desplazamiento y esfuerzo-deformación.

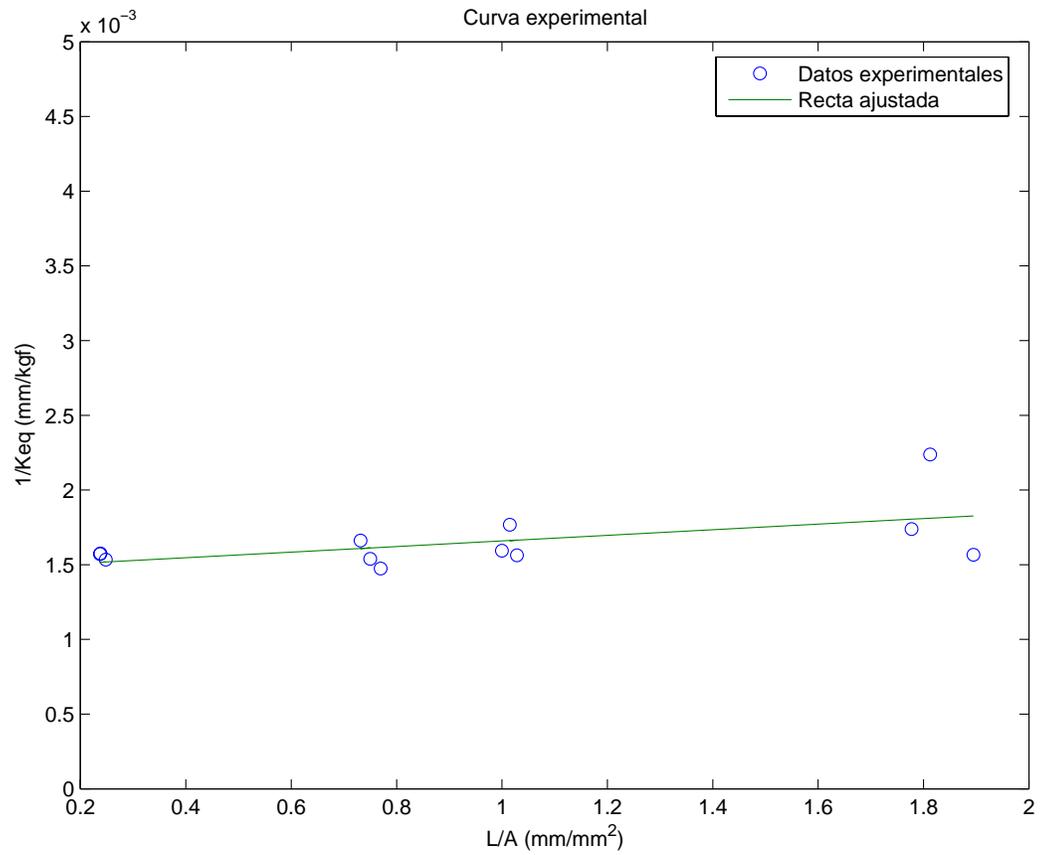
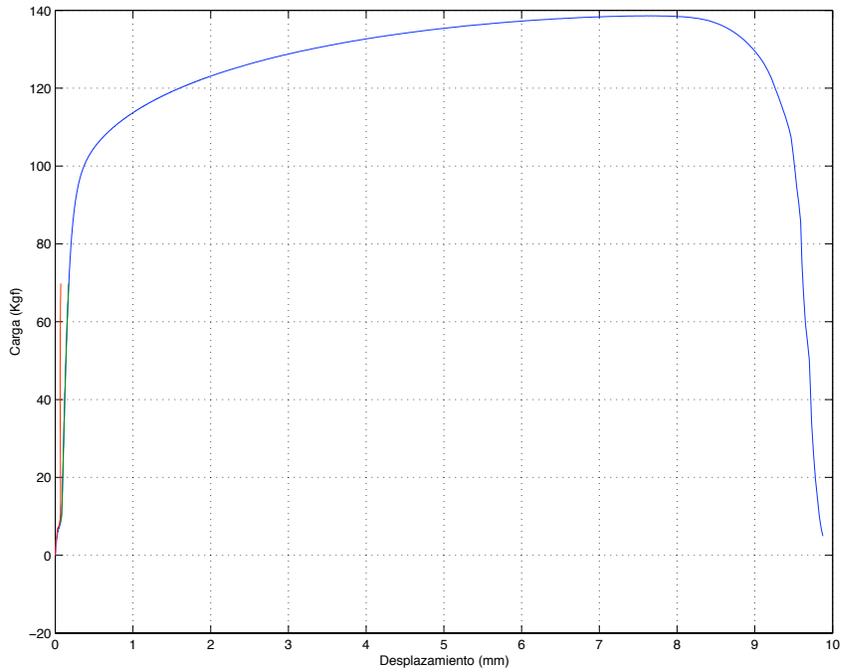
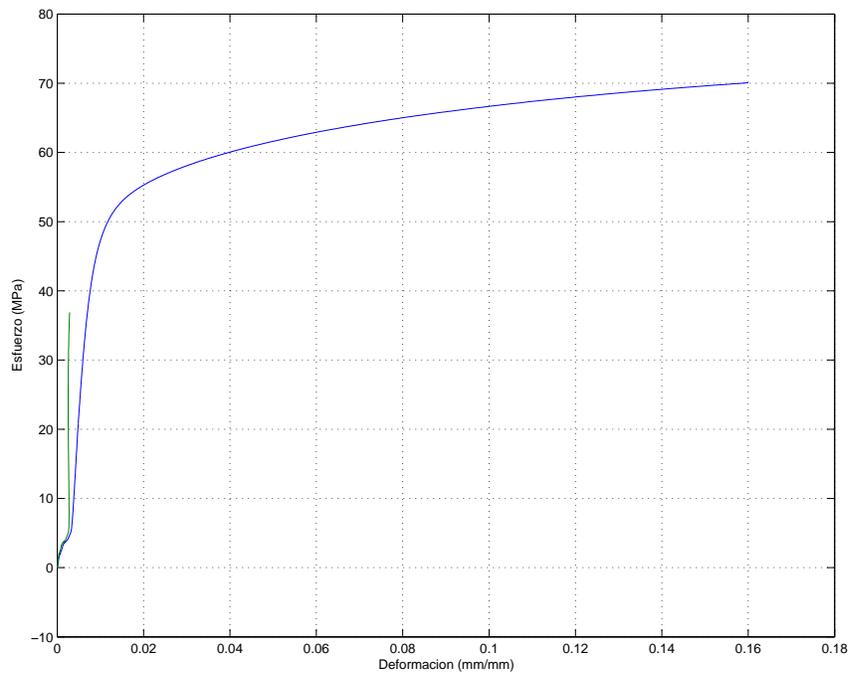


Figura B.4: Curva experimental para obtener el factor de rigidez de la máquina.



(a) Curva Carga-desplazamiento original y corregida.



(b) Curva esfuerzo-deformación original y corregida.

Figura B.5: Corrección a la zona elástica para la curva carga-desplazamiento y esfuerzo-deformación.

Finalmente se realizó un ajuste lineal a a zona lineal de la curva esfuerzo-deformación, obteniendo una pendiente igual a $40.03 \times 10^3 \text{ MPa} = 40.03 \text{ GPa}$. De acuerdo con la referencia [38], el módulo de elasticidad del aluminio es de alrededor de 70 GPa. Si bien el módulo de elasticidad sin la corrección es de 8.22 GPa se logra un aumento significativo del 400 % pero sin lograr un resultado satisfactorio.

Conclusión.- No es completamente válido modelar el experimento conjunto como un sistema de resortes en serie. Seguir este análisis ayuda a elevar la magnitud del módulo de elasticidad sin embargo dista de lograrse una magnitud como la reportada en la literatura.

Bibliografía

- [1] Brian Terry, Glyn Jones METAL MATRIX COMPOSITES
Elsevier Science Publishers
Primera edición
Inglaterra 1990

- [2] G. Y Fu, Y. Niu, F. Gesmundo
J. Appl. Phys. 49, 6031 (1978)

- [3] K. Xu, A.M Russell, L.S Chumbley, F.C Laabs
A DEFORMATION PROCESSED AL-20 % SN IN-SITU COMPOSITE
Scripta mater. 44 (2001) 935-940

- [4] J.P Harbison, J. Bevk
ANOMALOUS INCREASE IN STRENGTH OF IN SITU FORMED CU-Nb MULTIFILA-
MENTARY COMPOSITES
J. Appl. Phys. 48, 5180 (1977)

- [5] P.D Funkenbusch, T.H Courtney
Acta Metall. 33, 913 (1985)

- [6] W.A Spitzig, P.D Krotz
Acta Metall. 36, No. 7 pp. 1709-1715 (1988)

- [7] C. Biselli, D.G Morris
Acta mater. Vol. 44, No. 2 pp. 493-504 (1996)

-
- [8] J.A. Jensen, L.S Chumbley
Metallurgical and Materials transactions A
Vol. 29, Marzo 1998-863
- [9] G. Frommeyer, G. Wassermann
Acta Metall. 23, 1353 (1975)
- [10] W.A Spitzig, R. Pelton, F.C Laabs
Acta Metall. Vol. 35 No. 10 pp 2427-2442 (1987)
- [11] W.F Hosford Jr.
Trans. Am. Inst. Min. Engrs. 230, 12 (1964)
- [12] J.A. Jensen, L.S Chumbley
Metallurgical and Materials Transactions A
Vol. 29A, 863 (1998)
- [13] W.A Spitzig, C.L Trybus, F.C Laabs
Materials Science and Engineering, A145 (1991) 179-187
- [14] E. O. Hall
Proc. R. Soc. Lond. B64, 747 (1951)
- [15] N. J Petch
J. Iron Steel Inst. 174, 25 (1953)
- [16] S. Pourrahipi, H. Nayeb-Hashemi, S. Foner
Metall. Transactions A. Vol. 23A (1992) 573
- [17] W.F Hosford, Jr.
MICROSTRUCTURAL CHANGES DURING DEFORMATION OF [011] FIBER TEXTURED METALS
Transactions of the Metallurgical Society of Aime, Vol. 12 (1964) 230

-
- [18] Thompson, Cox and Hastings, *J. Appl. Cryst.* 20, 79 (1987)
- [19] G.B. Harris, *Phil. Mag.*, vol. 43, p.113 (1952)
- [20] Scherrer P. *Nachr. Gott.* 2, 98-100
- [21] A. R. Stokes and A. J. C. Wilson, *Proc. Phys. Soc. London* 56, 174 (1944).
- [22] Langford J.I
J. Appl. Cryst. 11, 10-14
- [23] Bertraut, E.F.C
R. Acad. Sci. 228 pp. 492-494
- [24] Warren, B.E
X-ray Diffraction pp. 251-314
Addison-Wesley
New York 1969
- [25] K. Xu, A.M Russell, L.S Chumbley, F.C Laabs, V.B. Gantovnik, and Y. Tian
J. Mater. Sci. 34, 24 (1999).
- [26] J.D Verhoeven, W.A Spitzig, F.A Schmidt, and C.L. Trybus
Mater. Manufact. Processes, 1989, vol. 4 (2), pp. 197-209
- [27] A.M Russell, L.S Chumbley, and Y. Tian
Advanced Engineering Materials Vol. 2 pp. 11-22, 2000
- [28] W.A Spitzig, J.D Verhoeven, C.L Trybus, L.S Chumbley
Scripta Materialia, Vol. 24, pp. 1171-1174 (1990)
- [29] J.D Verhoeven, L.S Chumbley, F.C Laabs, W.A Spitzig
Acta Metall. Mater. Vol. 39, No. 11, pp. 2825-2834 (1991)
- [30] Ashby Michael
ENGINEERING MATERIALS

Primera edición
Edit. Pergamon Press
UK 1993

[31] Mase George

CONTINUUM MECHANICS

Primera edición
Edit. McGraw-Hill
USA 1970

[32] Guinier

X-RAY DIFFRACTION IN CRYSTALS, IMPERFECT CRYSTALS, AND AMORPHOUS
BODIES

Dover Publications
USA 1994

[33] Han Patricia

TENSILE TESTING

ASM International
USA 1996

[34] Hosford F. William

METAL FORMING

Segunda edición
Edit. Prentice Hall
USA 1993

[35] Dieter George

MECHANICAL METALLURGY

Tercera edición
Edit. McGraw-Hill
USA 1986

- [36] Krishan Kumar Chauwla
MECHANICAL METALLURGY
Primera edición
Edit. Prentice Hall
USA 1984
- [37] R.A Young
THE RIETVELD METHOD
International Union of Crystallography Book Series
Oxford University Press 1995
- [38] METALS HANDBOOK
Properties and Selection of Metals Vol.1
American Society for Metals
Octava edición
- [39] E.E Underwood
QUANTITATIVE STEREOLOGY
Addison-Wesley (1970)