

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

CARACTERIZACIÓN DE UNA ALEACIÓN  
Al-Sn PRODUCIDA POR  
COLAMINADO ACUMULADO

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:

AGUSTÍN EDUARDO BRAVO BÉNARD



DIRECTOR DE TESIS: DR. RAFAEL SCHOUWENAARS FRANSSENS

CIUDAD UNIVERSITARIA

FEBRERO 2008



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**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.

*Dedicada a Tere y Susana*

---

# Agradecimientos

---

Este trabajo fue realizado en la Unidad de Investigación y Asistencia Técnica en Materiales. La parte experimental se llevo a cabo tanto en los laboratorios de Ingeniería Mecánica como en el Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM. Primero quiero agradecer a la Universidad por permitirme seguir perteneciendo a ella, a CONACYT por el apoyo brindado durante estos dos años, a Clevite de México S.A. de C.V. por la materia prima, al Posgrado en Ciencia e Ingeniería de Materiales, a la Facultad de Ingeniería y al Instituto de Investigaciones en Materiales.

Al Dr. Rafael Schouwenaars por su amistad y por transmitir todo lo que sabe, sin reserva alguna. Al Dr. Armando Ortiz y al Dr. Victor Hugo Jacobo por su apoyo dentro de la UDIATEM. A los doctores José Gonzalo González, Gabriel Torres, Arturo Barba, José Alejandro García y José Bernardo Hernández por la revisión de este trabajo. A Germán Álvarez, Jorge Romero, Efraín Ramos, Ignacio Cueva, Roberto Cisneros, Edgar Ramírez y los demás miembros de la UDIATEM. A Gabriel Lara, Omar Novelo y Berenice Torruco en la parte experimental realizada en el IIM. A todo el personal de los laboratorios de Ingeniería Mecánica, del IIM y del PCeIM, en especial a Gris y Lilia. A David Martínez por todo su apoyo y amistad incondicional. A José Manuel y Adrián por su amistad. A Hugo y Roberto por animarme a escribir este trabajo en  $\LaTeX$ .

En especial a mi mamá, Tere y a mi hermana, Susana por soportarme y quererme durante todo este tiempo, sin importar todas las tonterías que he cometido y para que sepan que las quiero mucho. A mi papá y a mis hermanos, aunque estén tan lejos. Y a todas esas personas que, a pesar de no mencionarlas, me han ayudado de una u otra manera.

*Agustín Bravo,*

19 de febrero de 2008

---

# Contenido

---

<b>Contenido</b>	<b>I</b>
<b>Resumen</b>	<b>III</b>
<b>Abstract</b>	<b>IV</b>
<b>Objetivos</b>	<b>V</b>
<b>Introducción</b>	<b>VI</b>
<b>1 Antecedentes</b>	<b>1</b>
1.1. Conceptos Básicos . . . . .	1
1.2. Materiales Nanoestructurados . . . . .	7
1.2.1. Proceso de colaminado acumulado (ARB) . . . . .	10
1.2.2. Propiedades de los materiales nanoestructurados . . . . .	14
1.2.3. Aleaciones de aluminio nanoestructuradas . . . . .	16
1.2.4. Síntesis de los materiales nanoestructurados . . . . .	18
1.2.5. Aplicaciones . . . . .	19
1.3. Materiales Amorfos . . . . .	21
1.3.1. Habilidad para formar vidrios metálicos . . . . .	22
1.3.2. Aleaciones amorfas producidas por DP . . . . .	23
<b>2 Procedimiento Experimental</b>	<b>26</b>
2.1. Proceso de Deformación . . . . .	26
2.1.1. Laminado convencional . . . . .	26
2.1.2. Colaminado acumulado . . . . .	27
2.2. Tratamientos Térmicos . . . . .	30
2.2.1. Colaminado acumulado de láminas recocidas . . . . .	30
2.2.2. Recocido de láminas con 5 pasos de ARB . . . . .	31

2.3.	Preparación de Probetas y Muestras . . . . .	32
2.3.1.	Probetas de tracción . . . . .	32
2.3.2.	Muestras metalográficas para SEM . . . . .	32
2.3.3.	Muestras para difracción de rayos-X . . . . .	33
<b>3</b>	<b>Resultados</b>	<b>34</b>
3.1.	Microscopía Electrónica de Barrido . . . . .	35
3.1.1.	Colaminado acumulado . . . . .	35
3.1.2.	Colaminado acumulado de láminas recocidas . . . . .	41
3.1.3.	Recocido de láminas con 5 pasos de ARB . . . . .	42
3.2.	Ensayos de Tracción . . . . .	45
3.2.1.	Colaminado acumulado . . . . .	45
3.2.2.	Colaminado acumulado de láminas recocidas . . . . .	52
3.2.3.	Recocido de láminas con 5 pasos de ARB . . . . .	53
3.3.	Microdureza . . . . .	55
3.4.	Difracción de Rayos-X . . . . .	58
<b>4</b>	<b>Discusión</b>	<b>60</b>
4.1.	Proceso de Deformación . . . . .	60
4.2.	Unión Durante el Proceso de Colaminado Acumulado . . . . .	61
4.3.	Tratamientos Térmicos . . . . .	63
4.4.	Caracterización . . . . .	65
4.5.	Comentarios y Recomendaciones . . . . .	69
<b>5</b>	<b>Conclusiones</b>	<b>70</b>
	<b>Bibliografía</b>	<b>72</b>
	<b>Lista de Abreviaciones y Acrónimos</b>	<b>79</b>
	<b>Índice de figuras</b>	<b>80</b>
	<b>Índice de tablas</b>	<b>82</b>

---

# Resumen

---

Las pérdidas energéticas (y consecuentemente económicas) de los motores de combustión interna dependen grandemente de la fricción que se da entre las piezas en movimiento. Debido a esto, la investigación y desarrollo de la tribología ha tenido un especial interés durante los últimos 60 años. Este trabajo se enfoca en el análisis de una aleación (Al-20% Sn-1% Cu-0.6% Fe, % peso) utilizada actualmente en la industria automotriz como el material funcional de cojinetes de deslizamiento.

Utilizando el colaminado acumulado (ARB) como un proceso de deformación plástica severa, la aleación fue sometida a deformaciones equivalentes de von Mises de 5.06 a 11.57. Esto produce tamaños de grano submicrométricos y un aumento en la resistencia del material. También se analiza el efecto que tiene la microestructura inicial. Se comparan las microestructuras y las propiedades obtenidas, tanto partiendo del material sometido a laminado convencional, como del material recocido a 300 °C durante 30 minutos. Además se analiza el aumento en ductilidad después de un tratamiento térmico para el material con 5 pasos de ARB ( $\varepsilon = 8.11$ ).

Las técnicas de caracterización empleadas fueron: microscopía electrónica de barrido, ensayos de tracción en probetas normalizadas, ensayos de microdureza Vickers y difracción de rayos-X. Los resultados demuestran un aumento en la resistencia y en la microdureza conforme aumenta la deformación, así como una mejor distribución de la segunda fase e incluso un aumento en la solubilidad sólida del estaño en el aluminio. A pesar de que el proceso de ARB no es el más adecuado para la producción industrial de esta aleación, este trabajo es de gran importancia para el desarrollo de aleaciones tribológicas producidas por deformación plástica severa, así como el mejor entendimiento de los materiales compuestos metal-metálicos producidos por deformación plástica.

---

# Abstract

---

The friction caused by moving parts in internal combustion engines is one of the main causes of energy (and therefore economical) losses. Consequently, research and development in the field of tribology has attracted a lot of attention during the last 60 years. Within this framework, the present work analyzes a soft tribo-alloy (Al-20% Sn-1% Cu-0.6% Fe, wt. %) which has been used as the functional material in journal bearings since the 1930's.

Using the accumulative roll-bonding technique as a severe plastic deformation process, equivalent von Mises strains were obtained in the range of 5.06 to 11.57. As a result, submicrometric grain sizes, as well as a significant raise in strength, have been achieved. The effect of the initial microstructure is analyzed comparing the ones obtained from conventional rolling and from annealing at 300 °C for 30 minutes. After 5 steps of the accumulative roll-bonding process ( $\epsilon = 8.11$ ), the restoration of ductility by heat treatments is analyzed as well.

The characterization techniques used in this study were: scanning electron microscopy, tensile tests on normalized specimens, Vickers microhardness tests and X-ray diffractometry. Results show an increase in the tensile strength and microhardness of the material, as well as a very fine distribution of the second-phase, leading to an increase of the solid solubility of tin in aluminum. In spite of the fact that the accumulative roll-bonding process is not fit for the industrial production of this alloy, this work sheds light on the development of soft tribo-alloys produced by severe plastic deformation, and on the understanding of the mechanical behavior of deformation-processed metal-metal composites in general.

---

# Objetivos

---

- Aplicar el colaminado acumulado como proceso de deformación plástica severa a una aleación Al-Sn para alcanzar altas deformaciones en el material.
- Conocer las propiedades mecánicas de la aleación mediante ensayos de tracción y pruebas de microdureza.
- Analizar la microestructura obtenida y relacionarla con las propiedades mecánicas de la aleación.
- Analizar cualitativamente los defectos en las estructuras cristalinas inducidas por la deformación plástica severa mediante técnicas de difracción de rayos-X.

---

# Introducción

---

El colaminado acumulado es un proceso de deformación plástica severa. Con él se obtienen deformaciones elevadas, por lo que se utiliza como un medio para obtener materiales con estructura de grano muy fino, hasta el rango de nanómetros. Este proceso se utiliza actualmente en la industria metal-mecánica en el conformado de piezas automotrices como cojinetes de deslizamiento. A pesar de esto, hasta la fecha no ha sido implementado como un proceso para obtener materiales de grano fino, sino que simplemente se ha visto limitado a la unión entre dos o más láminas (material funcional y respaldo). Sin embargo, debido a que recientemente se ha tenido un especial interés en producir materiales nanoestructurados en grandes cantidades, este tipo de procesos se están estudiando cada vez más profundamente.

Se cree que las aplicaciones de los materiales nanoestructurados rebasarán ampliamente aquellas que se tienen con materiales de grano grueso, por lo que su uso en el futuro parece ser muy prometedor. Esto justifica el énfasis que se le ha dado a la investigación y desarrollo de las propiedades y los procesos de obtención de este tipo de materiales. Por otra parte, el colaminado acumulado presenta una muy buena opción para implementarse como un proceso de deformación con el cual se obtengan materiales con mejores propiedades a nivel industrial.

Un importante factor en el desarrollo industrial de estos materiales es la relación que existe entre las propiedades mecánicas y la microestructura. El presente trabajo ha sido realizado con el fin de analizar los efectos de aplicar deformaciones elevadas a una aleación que se utiliza como material tribológico funcional. Las propiedades mecánicas son analizadas desde el punto de vista de la deformación acumulada y de la microestructura inicial.

También se analizan los efectos que tiene un tratamiento térmico después de la deformación.

Con los resultados obtenidos se podrá analizar la factibilidad de implementar este proceso en la industria. Además de esto, un estudio como el que se presenta aquí es necesario para entender mejor el comportamiento de las tribocapas que se forman durante el desgaste en los cojinetes de deslizamiento, tomando en cuenta que las microestructuras formadas por el proceso de desgaste y las producidas por el colaminado acumulado muestran similitudes importantes.

En el capítulo 1 se presentan algunos de los antecedentes relacionados con el tema. Primero se realiza un estudio de los materiales nanoestructurados y los procesos de deformación por los cuales se obtienen. Se describe el proceso de colaminado acumulado y sus características, como es el hecho de que se puede alcanzar la amorfización del material. Por esto se presenta después una breve descripción de los materiales amorfos, con un especial enfoque en las aleaciones amorfas obtenidas por deformación plástica severa.

En el capítulo 2 se describe el procedimiento experimental que se llevó a cabo durante este trabajo. Se plantean dos posibles rutas para iniciar el colaminado acumulado y los parámetros empleados para los tratamientos térmicos. También se describen los métodos para preparar probetas de tracción, muestras metalográficas y muestras para difracción de rayos-X.

En el capítulo 3 se presentan los resultados obtenidos. Estos incluyen micrografías de microscopía electrónica de barrido para las dos opciones de microestructura inicial, de las zonas de fractura de las probetas de tracción y de las microestructuras obtenidas después de los tratamientos térmicos. De la misma manera se presentan los resultados de los ensayos de tracción, de las pruebas de microdureza y los patrones de difracción de rayos-X.

Para el capítulo 4 se tiene una discusión de los resultados, primero sobre el proceso de deformación y tratamientos térmicos y luego de la caracterización. Por último, una breve discusión acerca del futuro del trabajo y recomendaciones para seguir en esta línea de investigación. Las conclusiones del trabajo se presentan en el capítulo 5.

# Capítulo 1

---

## Antecedentes

---

### 1.1. Conceptos Básicos

La investigación y el desarrollo de las aleaciones tribológicas, así como los procesos de manufactura para su obtención, han tenido un retraso considerable comparado con otros materiales y aplicaciones. Esto se debe principalmente a que estas aleaciones han cumplido su función durante mucho tiempo. Además, el campo de la tribología es interdisciplinario, involucrando áreas como la ingeniería mecánica, química y física (ciencia e ingeniería de materiales), lo cual complica su estudio. Conociendo las propiedades y los procesos de obtención de estos materiales y, tomando en cuenta las técnicas de fabricación utilizadas actualmente en procesos de manufactura, se tendría un importante avance si se pudieran mejorar estas aleaciones utilizando los procesos industriales que se utilizan hoy en día con algunas pequeñas modificaciones.

La tribología se define como la ciencia y tecnología de la interacción de superficies en movimiento relativo y el estudio de fricción, desgaste y lubricación [1]. Sin embargo, esta definición no se estableció sino hasta los años sesenta del siglo veinte. La esencia de la tribología se da en entender los fenómenos asociados a ella, para poder así resolver los problemas relacionados con las superficies en contacto.

Leonardo da Vinci fue uno de los primeros en estudiar sistemáticamente los fenómenos de fricción, al darse cuenta de la importancia que representaba

durante el trabajo de las máquinas. Él se enfocó en todos los tipos de fricción y además distinguió entre la fricción en deslizamiento y en rodamiento, lo cual se ve hasta la fecha en el uso y las diferencias entre cojinetes y rodamientos [2]. También declaró los dos conceptos básicos de fricción 200 años antes de que Isaac Newton definiera el concepto de fuerza: “Las áreas en contacto no tienen ningún efecto en la fricción” y “Si la carga de un objeto se duplica, la fricción de este también se duplicará”. Leonardo nunca publicó sus teorías; su gran colección de diarios son la única prueba de sus estudios.

Para 1950 Philip Bowden y David Tabor dieron una explicación científica de las leyes de fricción, diciendo que toda la dinámica de la fricción se da por las asperezas en el material. Con la invención del microscopio de fuerza atómica en 1986, la posibilidad de estudiar los mecanismos de fricción a nivel atómico se convirtió en una realidad. Actualmente se busca relacionar el comportamiento a nivel atómico con el área de contacto real a nivel macroscópico para poder tener un mejor entendimiento, tomando en cuenta deformación y adhesión.

La importancia de fenómenos como fricción y desgaste es muy grande, especialmente si se consideran las repercusiones económicas asociadas a estas. Según menciona [2], hasta un tercio de la energía generada en procesos termodinámicos se pierde por fricción, aunque un aspecto más importante es el de las pérdidas económicas por mantenimiento, falla y sustitución de equipos debido a los procesos de desgaste. Cuando se consideran las pérdidas de una sola máquina debido a deficiencias tribológicas, éstas pueden resultar pequeñas. Sin embargo, cuando estas pérdidas se multiplican por millones de máquinas con las mismas deficiencias, los costos pueden ser muy elevados.

Hace aproximadamente 200 años, Jacobs Rowe sugirió que habría una reducción del 50 % en los caballos requeridos para mover todas las carrozas del Reino Unido con el uso de cojinetes [3]. Un estudio de ASME realizado en 1981 afirmaba que el ahorro energético, a partir de la investigación y desarrollo tecnológico de la tribología en áreas como transporte vial, generación eléctrica, turbomaquinaria y máquinas y procesos industriales, podría fácilmente exceder los 21,000 millones de dólares al año en los Estados Unidos [4]. Hoy en día se cree que una atención adecuada a la tribología (investigación, desarrollo y aplicación) se vería traducida en ahorros del 1.3

al 1.6 % del producto interno bruto de un país [5]. Esto es una muy buena explicación de la razón de ser de esta tesis.

Los cojinetes de deslizamiento son piezas utilizadas para reducir la fricción y el desgaste en máquinas. Por lo general, consisten de un material base, el cual le da resistencia y rigidez y una capa de un material funcional en la que se apoya el eje. A diferencia de los rodamientos, los cuales basan su funcionamiento en elementos rodantes sin deslizamiento, los cojinetes utilizan las propiedades tribológicas de los materiales en contacto para su funcionamiento. Las aleaciones utilizadas para estos elementos son principalmente de dos tipos: cobre-plomo con un recubrimiento de babbit para cojinetes trimetálicos y aluminio-estaño para cojinetes bimetálicos [2].

Las aleaciones tribológicas se utilizan en capas delgadas sobre sustratos con mayor resistencia, como es el caso de los cojinetes de deslizamiento. Estos componentes son comunes en motores de combustión interna. Su principio de funcionamiento se explica a partir de generar una película hidrodinámica entre las partes en movimiento (eje y cojinete), la cual reduce la fricción y el desgaste [2]. En condiciones de lubricación hidrodinámica, los metales blandos como el babbit basado en plomo y estaño, así como aleaciones de aluminio, pueden reducir el efecto de desgaste debido al contacto metal-metal que se da ocasionalmente generado por partículas abrasivas, desalineamiento, altos valores de carga o velocidades reducidas entre las superficies de contacto [6].

Recientemente, debido a la toxicidad del plomo [2, 7], se han impuesto algunas leyes que impiden su uso en varias aplicaciones. Esto limita el uso de aleaciones basadas en plomo para cojinetes de deslizamiento. Por otra parte, el estudio de estas aleaciones se ha quedado atrás a comparación de otros componentes. Esto se debe a que durante mucho tiempo han cumplido su función. Debido a lo anterior, en la actualidad se buscan nuevas formas de producir materiales tribológicos, los cuales desarrollen su función de una manera óptima y sin consecuencias ambientales graves.

Se ha visto que con un refinamiento de grano, las propiedades tribológicas de las aleaciones blandas pueden mejorarse considerablemente [2,8,9]. Si los granos se vuelven muy pequeños ( $<1 \mu\text{m}$ ), se dice que el material presenta granos extremadamente finos. Estos materiales presentan propiedades muy superiores a aquellos con granos más gruesos. En los últimos 30 años se

han buscado muchas formas de producir grandes volúmenes de aleaciones con granos extremadamente finos. Una forma de obtener granos extremadamente finos es utilizando procesos que introducen grandes deformaciones en el material. Esto puede ocasionar que existan transformaciones de fase, debido a que se alcanza un desequilibrio termodinámico [10–12]. Si el tamaño de grano llega a ser menor a 100 nm se considera que el material es nanocristalino.

Los principales procesos para producir tamaños de grano nanométricos hasta ahora han sido hilado de líquido, polvos atomizados, polvos condensados de vapor y polvos obtenidos por aleaciones mecánicas. Estas técnicas producen estructuras metaestables que pueden tener fases amorfas, cuasicristalinas o nanocristalinas [13]. Posteriormente, estos materiales se conforman (por lo general a altas temperaturas), lo que trae cambios en la microestructura del material, formándose varias estructuras nanogranulares. Actualmente, lo que se busca es producir materiales con fases tanto amorfas como nanocristalinas, ya que se ha visto que las mejores propiedades mecánicas se obtienen en dichos materiales. Esto, mediante métodos que permitan obtener estos materiales a gran escala, con el objeto de realmente darles una aplicación y que no únicamente sean objeto de estudio dentro de los laboratorios. Con esto se puede pensar en encontrarle un lugar a estos materiales en aplicaciones tribológicas industriales.

Para poder hablar de las propiedades tribológicas de los materiales es necesario definir las. Para fines de esta tesis, se definirán únicamente aquellas propiedades relacionadas con los temas aquí tratados. Estas propiedades son:

**Coefficiente de endurecimiento por deformación:** También se conoce como coeficiente de endurecimiento por trabajo en frío. Es el aumento en el esfuerzo requerido para deformar plásticamente un metal, debido a deformaciones previas por debajo de la temperatura de recristalización. El comportamiento de muchos metales está dado por la relación de Ludwik [14, 15]:

$$\sigma = \sigma_y + K\varepsilon^n \quad (1.1)$$

Donde  $\sigma_y$  es el esfuerzo de cedencia,  $K$  es el módulo de resistencia,  $n$  es el exponente de endurecimiento por trabajo en frío,  $\sigma$  el esfuerzo

y  $\varepsilon$  la deformación. Los valores de  $n$  van desde cero para un sólido perfectamente plástico hasta 1 para un sólido elástico. Para la mayoría de los metales,  $n$  toma valores entre 0.1 y 0.5 [16].

**Resistencia:** La resistencia como propiedad mecánica se puede referir a varios conceptos y parámetros. En general se considera a la resistencia mecánica como la resistencia a la tracción, es decir, el valor máximo de la carga aplicada dividido entre el área original de la pieza. Este valor se obtiene a partir de una gráfica ingenieril de esfuerzo-deformación y también se conoce como esfuerzo último bajo tensión [16, 17].

**Compatibilidad:** La compatibilidad tribológica tiene que ver con el concepto de adhesión, el cual se debe a los enlaces físicos y químicos que se forman entre las superficies en contacto. La compatibilidad se puede definir entonces mediante el rango de solubilidad líquida y sólida en el diagrama de fase de los elementos en contacto [2, 18]. Una incompatibilidad termodinámica entre dos metales implica que existe una compatibilidad tribológica entre los mismos.

El desarrollo de esta tesis se basa en lo que se propone en [2] como un diseño de aleaciones tribológicas en el sentido de la ingeniería de materiales. Esto es, primero conociendo los fenómenos metalúrgicos por los cuales se produce la aleación para después poder predecir el proceso y comprobarlo experimentalmente. Los conceptos de endurecimiento por trabajo en frío y resistencia están ligados a la parte correspondiente al capítulo 2, ya que para poder tener un proceso de deformación plástica es necesario tomar en cuenta estos dos conceptos. El concepto de compatibilidad también es importante, así como el de resistencia, debido a que el material seleccionado debe ser compatible con la contraparte del par tribológico.

En la sección 1.2 se estudian las aleaciones nanoestructuradas, los métodos de producción y las propiedades de este tipo de materiales. Debido a que se pueden obtener materiales con granos extremadamente finos utilizando métodos de deformación convencional, se realiza también una comparación entre el material obtenido por laminado convencional y el obtenido por colaminado acumulado. Hasta ahora, en la Unidad de Investigación y Asistencia Técnica en Materiales (UDIATEM), se han obtenido aleaciones de aluminio-estaño con granos extremadamente finos mediante laminado y recocido [19, 20]. Sin embargo, no se han alcanzado deformaciones superiores

a 5.5 (logarítmica, von Mises\*). Por lo tanto, es necesario estudiar primeramente como se pueden alcanzar deformaciones mayores y después utilizar el proceso para obtenerlas, tomando en cuenta el equipo del que se dispone.

Para este trabajo se seleccionó una composición de una aleación que se utiliza para fabricar cojinetes de deslizamiento actualmente - como es el caso de la aleación Al-Sn SAE783: Al-20 % Sn-1 % Cu-0.6 % Fe, % peso - y modificar su microestructura mediante un proceso de deformación plástica severa. Utilizando técnicas de colaminado acumulado se pretende que los listones de estaño que están dispersos en la matriz de aluminio [2, 18, 19, 21–24] se vuelvan mucho más delgados, para así poder tener granos extremadamente finos o inclusive llegar a un desequilibrio termodinámico, tal que parte del estaño quede disuelto en la matriz de aluminio.

El aluminio y el estaño no forman intermetálicos estables. Existe una fase metaestable en el Al-Sn (generalmente llamada  $\Gamma$ ) la cual se forma a un porcentaje de Sn en peso mayor que 81.5 % [25]. En la figura 1.1 se muestra el diagrama de fases binario en equilibrio Al-Sn. A temperatura ambiente la solubilidad sólida del estaño en el aluminio es prácticamente nula. Bajo ciertas condiciones (en este caso deformación plástica severa), se puede forzar al sistema a entrar en un desequilibrio, aumentando la solubilidad sólida de los elementos constituyentes de la aleación. Esto se ha visto en varias aleaciones con entalpía de mezcla positiva [26]. Sin embargo, obtener un resultado cuantitativo es difícil y existen muy pocas referencias al respecto [27].

Este desequilibrio es un factor importante en la formación de estados estructurales metaestables y, por tanto, de la formación de fases amorfas. En la sección 1.3 se presenta un breve estudio de las aleaciones amorfas. La aleación Al-Sn aquí tratada es suficientemente estable como para ser utilizada en procesos y aplicaciones industriales. Sin embargo, los resultados indican que a temperaturas altas y en periodos de tiempo breves, se forman intermetálicos que no estaban presentes en el material. Esto quiere decir que sí se tiene un desequilibrio debido a la deformación, donde el hierro se encuentra en solución sólida.

---

\*ver ecuación 3.1, capítulo 3

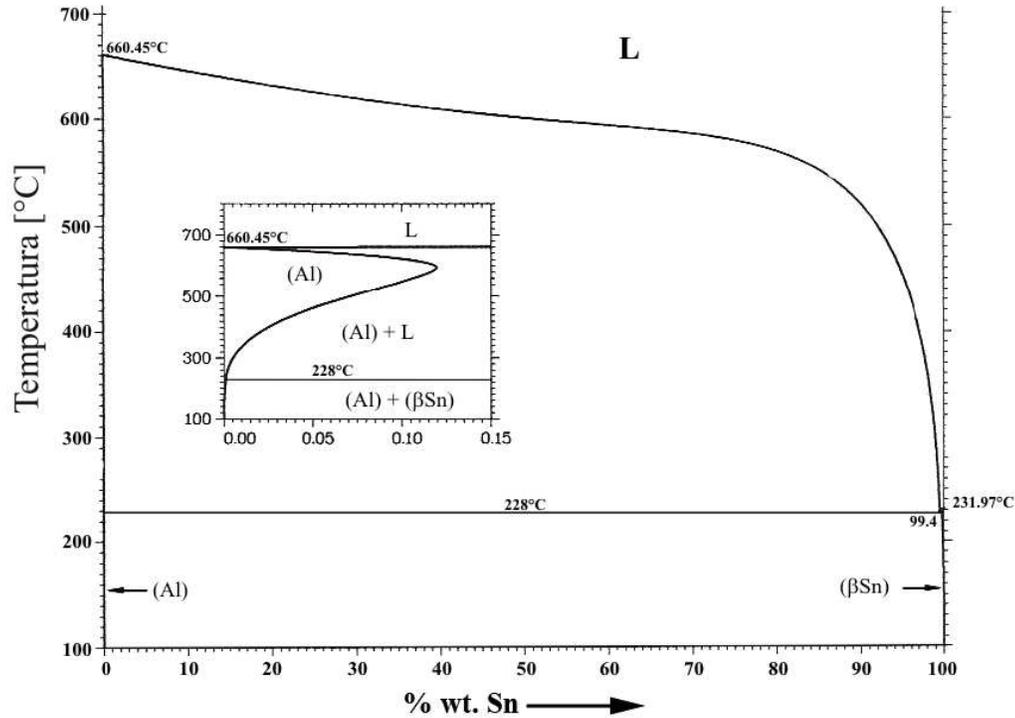


Figura 1.1: Diagrama de fases en equilibrio del sistema Al-Sn [25].

En el capítulo 3 se presentan algunos resultados experimentales obtenidos en este trabajo. Se analiza la microestructura obtenida después de 10 pasos de colaminado acumulado mediante microscopía electrónica de barrido. También se presentan los resultados de ensayos de tracción y se relacionan con la microdureza del material. Después de estos experimentos se determinará la factibilidad de aplicar estos métodos para utilizarlos industrialmente.

## 1.2. Materiales Nanoestructurados

Los materiales nanoestructurados se definen como sólidos que tienen características microestructurales del orden de  $\sim 1-100$  nm en por lo menos una dimensión [28]. Estos materiales se caracterizan por tener un grano muy fino y por consecuencia una gran cantidad de área de los límites de grano [11]. Hasta la fecha se han tomado dos rutas para obtener este tipo de materiales.

La primera es aquella en la que se construyen a partir de átomos individuales o de bloques de tamaño nanométrico como nanopartículas. Las

técnicas para formar materiales con este enfoque incluyen condensación de gas inerte, electrodeposición y depósito químico y físico [28]. La segunda es aquella en que, partiendo de un material de grano grueso, se procesa para producir un refinamiento de grano suficiente para obtener una nanoestructura. El método más utilizado para esto es el uso de deformación plástica severa (DPS). Este método consiste en deformar el material a muy altos valores de deformación, sin obtener un cambio en la sección transversal de éste. Los materiales producidos bajo DPS por lo general tienen tamaños de grano de 100-1000 nm, sin embargo tienen estructuras de subgrano, como subgranos y celdas de dislocación, entre otras, las cuales por lo general son menores de 100 nm [11, 28], por lo tanto caen dentro de los materiales nanoestructurados.

Existen muchos métodos de deformación plástica severa, por ejemplo, extrusión de canal angular constante (Equal Channel Angular Pressing, ECAP) [29], torsión a alta presión (High-Pressure Torsion, HPT) [30], colaminado acumulado (Accumulative Roll-Bonding, ARB) [31–34] mezclado por fricción (Friction Stir Processing, FSP) [35, 36] y corrugado y enderezado repetitivo (Repetitive Corrugation and Straightening, RCS) [37].

En la figura 1.2 se muestra una representación esquemática de algunos de estos procesos. Combinando las técnicas anteriores se pueden obtener valores de deformación mayores [10]. También se han desarrollado algunas técnicas nuevas como el procesamiento mecanoquímico y procesamiento de fluido supercrítico [38], al igual que el método KOBOL [8], el cual se basa en el cambio de ruta de deformación, como se ilustra en la figura 1.3, y hace posible obtener granos muy finos mediante procesos a temperatura ambiente. Estos procesos no son viables para la industria, ya que producen una cantidad de material relativamente baja, son costosos y son difíciles de reproducir a gran escala. Los únicos procesos que podrían producir materiales industrialmente son aquellos que están basados en tecnologías convencionales, como es el laminado.

Una de las ventajas más significativas del proceso de ARB es que se puede implementar en la industria con pequeñas modificaciones a los procesos utilizados actualmente. Esto implica que comercialmente puede ser una muy buena alternativa para producir grandes volúmenes de material con nuevas aleaciones, mejores propiedades y a un costo relativamente bajo. Asimismo, varios grupos de investigación ya han incorporado el ECAP a plantas de

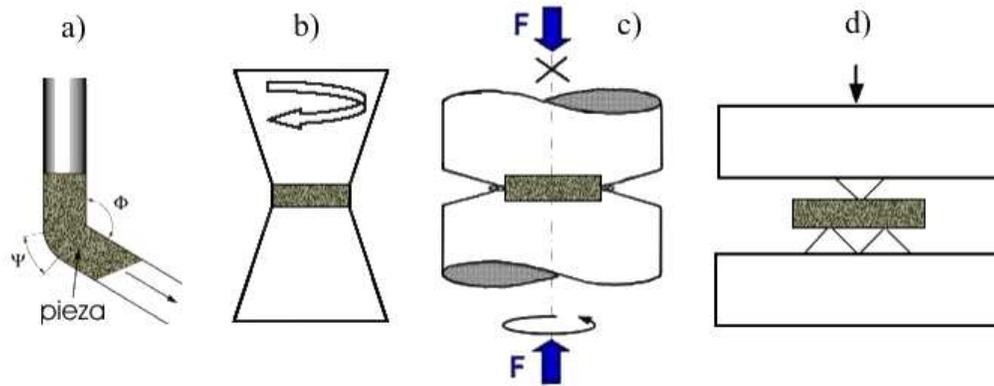


Figura 1.2: Representación esquemática de algunos procesos de deformación plástica severa. a) ECAP, b) FSP, c) HPT, d) RCS.

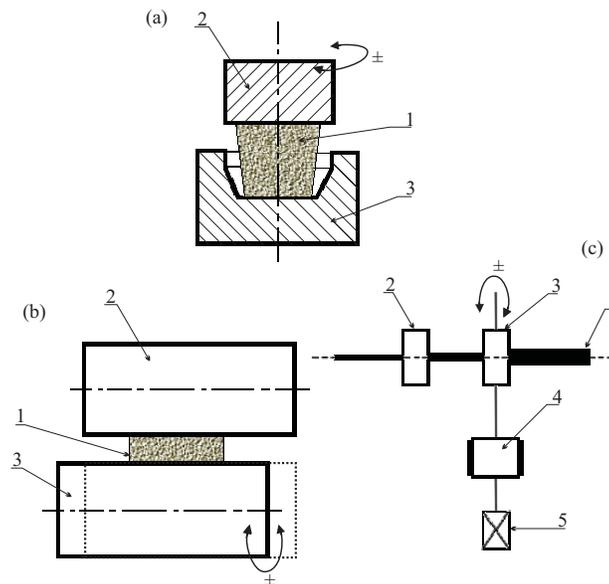


Figura 1.3: Algunas representaciones gráficas del método KOBO: a) forja (1-pieza, 2-machuelo giratorio reversible, 3-dado), b) laminado (1-lámina, 2-rodillo, 3-rodillo reversible), c) estirado (1-alambre, 2-dado, 3-dado giratorio reversible, 4-caja de engranes, 5-motor). Adaptado de [8].

laminado convencional para procesamiento continuo [28]. Incluso para la producción de aleaciones tribológicas convencionales, ya se aplican los procesos de colaminado y de deformación plástica severa de manera rutinaria. En la industria, aún cuando no han valorado todo el potencial que éstos procesos tienen para la obtención de materiales con propiedades superio-

res, se realizan procesos de colaminado, por ejemplo, para la unión entre el respaldo del cojinete y la aleación tribológica [18, 19, 39–41].

En el 2004, el costo de producir una barra de titanio nanoestructurado y titanio aleado por ECAP no continuo variaba entre 50 y 150 dólares americanos por kilogramo [28]. A pesar de que estos costos han disminuido desde entonces, tanto que se pueden comparar con los de otros métodos, aún no son competitivos en el mercado para aplicaciones que requieren grandes volúmenes de material. Un buen balance entre las propiedades de los materiales nanoestructurados y su costo puede determinar que estos materiales lleguen a salir de los laboratorios y encuentren su lugar en el mercado.

La rapidez de fabricación es probablemente el factor más importante en el costo de estos materiales. Se pueden realizar procesos los cuales producen desde menos de un átomo por segundo (utilizando técnicas de microscopía como en [42]) hasta grandes volúmenes de material (más de  $4 \times 10^{-6}$  m<sup>3</sup>/s) utilizando procesos de deformación plástica severa como el ECAP y el ARB. Por lo anterior, los procesos de DPS tienen un potencial suficientemente grande como para invertir en su estudio y desarrollo, ya que pueden producir material en grandes cantidades con un costo similar al de procesos de producción convencionales.

### 1.2.1. Proceso de colaminado acumulado (ARB)

Hasta ahora se ha visto que los materiales con granos extremadamente finos presentan una alta resistencia a temperatura ambiente, además de que algunas aleaciones presentan superplasticidad (a velocidades de deformación de  $1 \text{ s}^{-1}$  y 873 K para aleaciones de Al-Ni [13]). Como se ha mencionado, de los procesos de DPS considerados para la aplicación industrial, éste es uno de los más apropiados. El proceso de colaminado acumulado permite obtener una productividad alta de materiales con granos ultra-finos.

En este proceso se repite el apilamiento y laminado del material para alearlo mecánicamente. Primero se coloca una cinta del material encima de la otra, procurando que queden perfectamente alineadas. Las superficies de ambas cintas deben ser tratadas, para ayudar a la unión de las mismas, mediante lijado y limpiado con algún desengrasante. Las dos cintas quedan unidas mediante el proceso de laminado, y si la reducción se fija a un valor

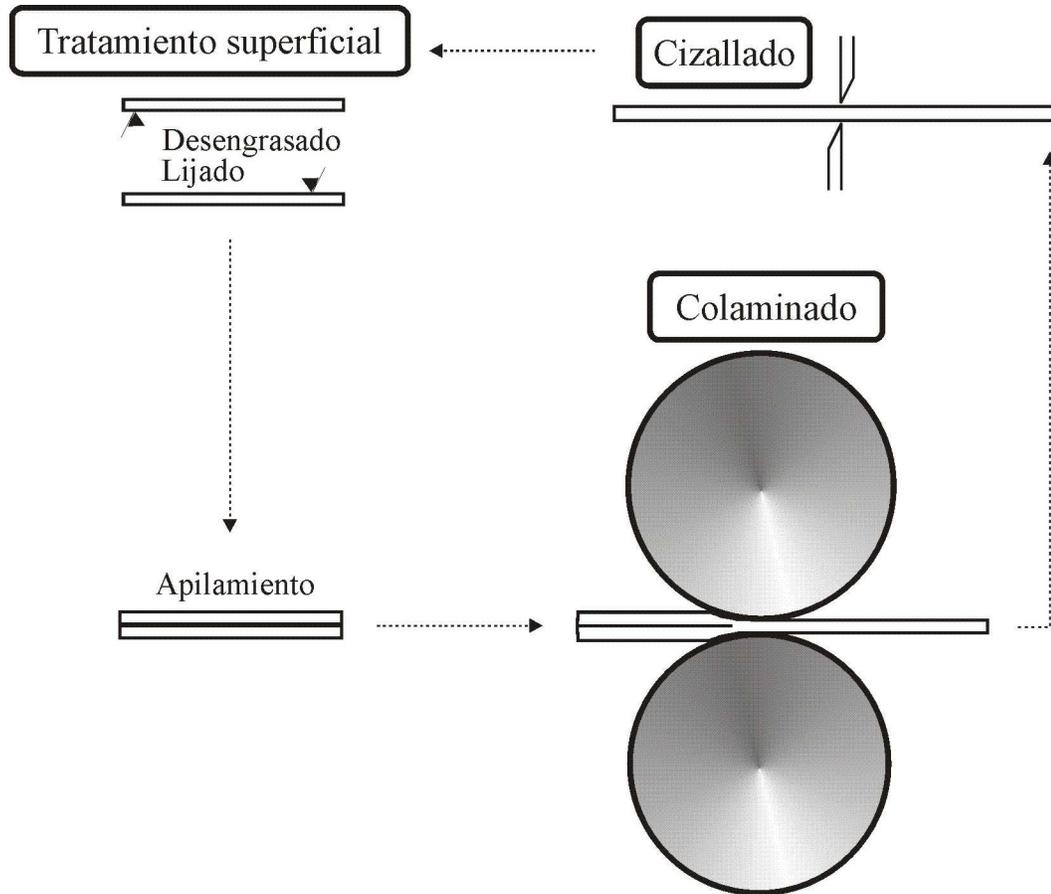


Figura 1.4: Diagrama del proceso de colaminado acumulado.

de 50 %, no existe cambio en la geometría final de la lámina en cada paso. Después, la cinta obtenida se corta a la mitad. Se vuelve a dar el tratamiento a las superficies, a encimar y a laminar. Este proceso se repite varias veces. En la figura 1.4 se muestra un esquema del proceso.

Este proceso debe realizarse en caliente, según Saito et al. [31], siempre y cuando no sea por arriba de la temperatura de recristalización del material, ya que si ésta se excede, la recristalización cancela los efectos de deformación acumulada. Saito et al. también mencionan que si el proceso se lleva a cabo a temperatura ambiente, ni la ductilidad del material ni la unión de las cintas es suficiente. Sin embargo, los experimentos realizados durante este trabajo se realizaron a temperatura ambiente. En el capítulo 3 se verá que con dos pasos adicionales de laminado convencional, la unión puede llegar a ser suficientemente buena.

El colaminado acumulado introduce una deformación plástica extremadamente alta, ya que con cada paso se duplica la reducción. Además, si la reducción es mantenida en un 50% en cada paso (correspondiente a una deformación de von Mises de  $\sim 0.8$ ), no se adquiere ningún cambio geométrico. La deformación alcanzable es, por tanto, ilimitada, ya que en teoría las repeticiones del proceso se pueden seguir realizando infinitamente.

La fricción entre la lámina y el rodillo trae como consecuencia deformación cortante severa justo abajo de la superficie de la pieza. Esta deformación cortante promueve el refinamiento de grano y aumenta el valor de la deformación si éste fuese calculado mediante el criterio de cedencia de von Mises y comparándola con una deformación plana pura [31], según la ecuación siguiente [16]:

$$\varepsilon_0 = \frac{1}{\sqrt{2}} [(\varepsilon_x - \varepsilon_y)^2 + (\varepsilon_y - \varepsilon_z)^2 + (\varepsilon_z - \varepsilon_x)^2 + 6(\gamma_{xy}^2 + \gamma_{yz}^2 + \gamma_{zx}^2)]^{1/2} \quad (1.2)$$

Un estudio realizado por Lee et al. [32] demuestra que el tamaño de grano depende de la deformación cortante en el material. La figura 1.5 muestra los resultados que obtuvieron para cuatro pasos de colaminado acumulado en una aleación de aluminio. Además, en esta figura se ve que mediante el proceso de ARB, la deformación bajo la superficie se va introduciendo a la lámina conforme se repite el proceso [31].

Asimismo, el ARB introduce nuevas interfases debido a las repeticiones. Estas interfases tienen estructura de fibra bien desarrollada. Los óxidos superficiales e inclusiones se dispersan uniformemente lo cual, junto con lo anterior, aumentan la resistencia y actúan como obstáculos para el crecimiento de grano. A pesar de esto, el mecanismo general de refinamiento de grano del proceso de colaminado aun no es claro y requiere de un estudio más profundo. De acuerdo a Wu et al. [11], los límites de grano de ángulo pequeño (LAGB) pueden evolucionar a límites de grano de ángulo grande (HAGB) conforme aumenta la deformación, por tanto el proceso de refinamiento de grano consiste básicamente de la subdivisión de granos y del incremento en el desalineamiento de sus límites. Recientemente se han publicado artículos que explican más a detalle este fenómeno [43, 44].

Utilizando técnicas de colaminado acumulado se pueden también obtener aleaciones amorfas. Los ejemplos más claros de reducción de grano e incluso

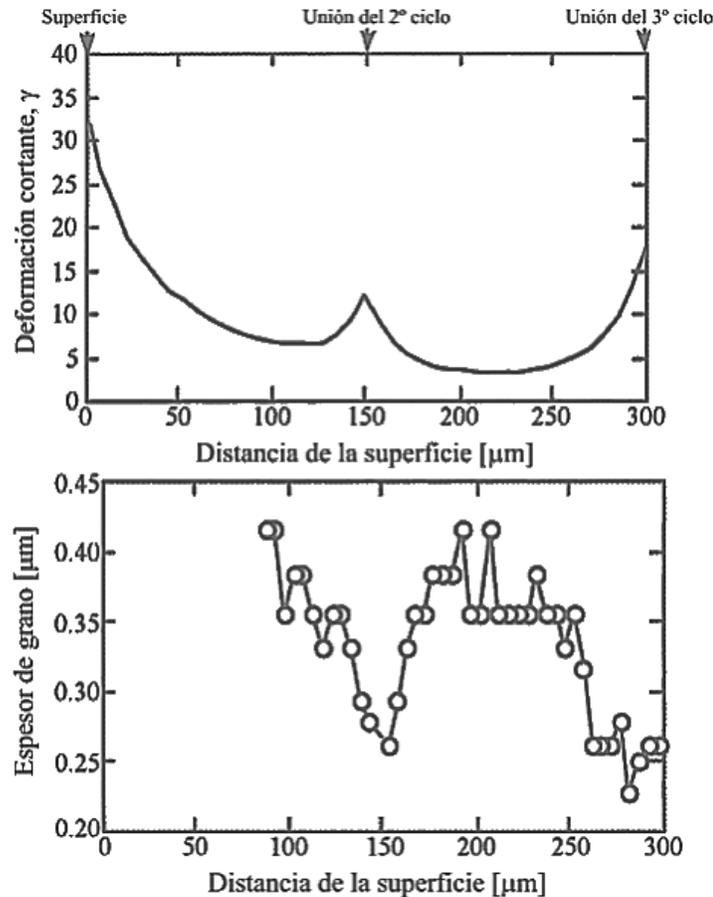


Figura 1.5: Distribución de deformación cortante y de tamaño de grano para una lámina de aluminio 1100 después de cuatro ciclos de ARB, según [32].

amorfización por deformación se tienen en los sistemas binarios Zr-X, donde X puede ser Ti, Ni, Cu, Al. El tamaño de grano se ha reducido desde más de  $100\ \mu\text{m}$  hasta  $20\ \text{nm}$  usando el proceso de ARB [45]. En estos materiales la dureza aumenta mediante el refinamiento de grano, hasta que se llega a un tamaño de grano  $<20\ \text{nm}$ , después de lo cual se ve que la dureza empieza a disminuir, probablemente por la formación de bandas amorfas o por la activación de deslizamiento mutuo de límites de grano, ya que se tienen granos demasiado finos. Esto va de acuerdo con lo mencionado en [46] y en la sección 1.2.2 de esta tesis. Otra ventaja del proceso de ARB es que debido a que no se utilizan bolas de acero ni lubricantes, como en otros procesos de aleaciones mecánicas, se promueve la estabilidad de las aleaciones amorfas obtenidas, ya que no existe una contaminación significativa [10, 45].

### 1.2.2. Propiedades de los materiales nanoestructurados

Los materiales nanoestructurados tienen propiedades físicas y mecánicas muy particulares debido a sus microestructuras. Estas propiedades los hacen muy atractivos para una gran cantidad de aplicaciones comerciales, como por ejemplo, implantes médicos y equipo deportivo, así como para la industria aeroespacial y automotriz.

La resistencia de un material de grano grueso por lo general sigue la relación Hall-Petch:

$$\sigma = \sigma_0 + Kd^{-1/2} \quad (1.3)$$

donde  $\sigma$  es la resistencia,  $d$  el tamaño de grano, y  $\sigma_0$  y  $K$  son constantes. Sin embargo, los materiales nanoestructurados siguen esta tendencia hasta un tamaño de grano crítico (20 nm), por debajo del cual se tiene un comportamiento inverso de Hall-Petch [47] y la relación Hall-Petch debe ser modificada, según se menciona en [46]. Para tamaños de grano menores a 20 nm se tiene menor  $K$ . Por lo tanto, para tener un balance adecuado entre resistencia y ductilidad no siempre es mejor tener granos más pequeños. En materiales nanoestructurados la ductilidad disminuye con el tamaño de grano.

El método de procesamiento también influye en la resistencia y la ductilidad. Los materiales nanoestructurados conformados por nanopolvos son por lo general muy frágiles debido a defectos como poros, gas atrapado y óxidos. También las capas depositadas electrolíticamente pueden tener impurezas, volviendo al material frágil. En cambio los materiales nanoestructurados producidos por deformación plástica severa están libres de contaminantes y poros, por lo que tienen una mejor ductilidad y alta resistencia. La ductilidad que adquieren después de los procesos de DPS algunos materiales se debe al buen endurecimiento por trabajo en frío que presentan [43].

Además de la resistencia y la ductilidad, otras propiedades mecánicas también son importantes, como la resistencia al desgaste y a la fractura. Sin embargo, la resistencia a la fractura no ha podido ser estudiada para muchos de los materiales nanoestructurados, debido a que el enfoque actual en la investigación es mejorar los métodos de producción de este tipo de materiales para poder obtener más material. Una vez que se tenga el material de mayores dimensiones se podrán realizar otro tipo de pruebas. En

este sentido, este trabajo resulta ser de gran importancia ya que presenta resultados de pruebas de tracción de un material producido por ARB.

Zhu et al. [28] mencionan que existen experimentos que demuestran que los procesos de deformación plástica severa causan una disminución en la ductilidad menor que en el caso de deformación convencional como laminado, estirado y extrusión. Mencionan también que el cobre procesado por 16 pasos de ECAP tiene una ductilidad cerca de la que tiene el cobre de grano grueso, mientras que el esfuerzo de cedencia que presenta es varias veces más alto. De cualquier forma, realizando algunas pequeñas modificaciones, como la adición de fases blandas [48], o aplicando tratamientos térmicos [19, 20, 49] se puede aumentar la ductilidad.

Una manera de mejorar la ductilidad y preservar la resistencia de estos materiales es el recocido después del proceso de deformación plástica severa. Los materiales nanoestructurados también presentan una mayor dureza que aquellos con granos más gruesos. Esto se puede traducir en una mejor resistencia al desgaste. Zhu et al. también mencionan que existen experimentos con acero al bajo carbono nanoestructurado, en donde se encontró que la resistencia al desgaste era mayor, así como los coeficientes de fricción de los materiales nanoestructurados, los cuales se ven reducidos.

La mayoría de los materiales nanoestructurados fabricados por DPS presentan una estabilidad termodinámica buena. Sin embargo, J.H. Perepezko [50–52] menciona que para escalas nanométricas las características de estabilidad de fases se pueden ver afectadas. También existen características cinéticas que pueden ser muy importantes para materiales a escala nanométrica y que no lo son para grandes volúmenes. Los materiales fabricados por DPS se pueden ver beneficiados por un recocido a bajas temperaturas, ya que mejora la ductilidad sin afectar la resistencia. Con esto se puede combinar la deformación y el recocido para fabricar aleaciones lo suficientemente estables y con buenas propiedades [19, 20, 28].

Con respecto a la corrosión, no se sabe todavía si existe una diferencia importante entre materiales nanoestructurados y materiales de grano grueso. Algunos estudios afirman que el titanio nanoestructurado presenta una mejor resistencia a la corrosión que el titanio convencional. Esto puede ser porque la corrosión es simplemente más uniforme. Los sólidos amorfos

y nanoestructurados también presentan propiedades ópticas y magnéticas diferentes a los sólidos cristalinos.

### 1.2.3. Aleaciones de aluminio nanoestructuradas

La resistencia al desgaste, además de la alta resistencia a temperatura ambiente y altas temperaturas y baja expansión térmica, es una propiedad muy importante para la implementación de aleaciones nanocristalinas de aluminio [13]. Se han desarrollado aleaciones nanocristalinas de aluminio con silicio por técnicas de solidificación rápida y por metalurgia de polvos, como materiales de alta resistencia al desgaste. Sin embargo, uno de los principales problemas de las estructuras nanocristalinas es su inestabilidad a temperaturas altas.

Las aleaciones aluminio-hierro son atractivas para aplicaciones en las cuales se requieren temperaturas mayores a las de otras aleaciones de aluminio [38]. Debido a una dispersión de partículas de una segunda fase, las aleaciones de aluminio-hierro incrementan su resistencia a altas temperaturas. Este efecto puede ser obtenido incrementando la solubilidad sólida del hierro en la matriz de aluminio mediante técnicas que producen un desequilibrio (solidificación rápida, aleaciones mecánicas, deformación plástica severa), ya que la solubilidad del hierro en la red de aluminio es muy baja, como se puede ver en el diagrama de fase Al-Fe (figura 1.6).

Como se ha mencionado, los procesos de deformación plástica severa pueden refinar la microestructura de los metales hasta el orden de nanómetros, así como generar fases metaestables. En una fundición de Al-Fe, Froes et. al [38] encontraron que la microestructura era típica, con dendritas alrededor de una matriz de aluminio, con tamaño de grano de aproximadamente  $15 \mu\text{m}$ . Después del proceso de DPS se produjo una microestructura fina con dos fases: la matriz de aluminio y la fase monoclinica  $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ . La fase rica en aluminio tuvo un tamaño de grano de unos  $100 \text{ nm}$ . El patrón de difracción indicó que los granos estaban orientados aleatoriamente y que tenían límites de grano de ángulo grande. La fase  $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$  estaba distribuida homogéneamente en forma de partículas de menos de  $1 \mu\text{m}$  y en varias ocasiones presentaban límites difusos con la matriz de aluminio. También observaron un aumento en la microdureza; antes del proceso de deformación plástica severa, esta era de  $75 \text{ H}_v$  y después de  $175 \text{ H}_v$ . En este estudio no se encontró ningún efecto por envejecimiento del material después de 3

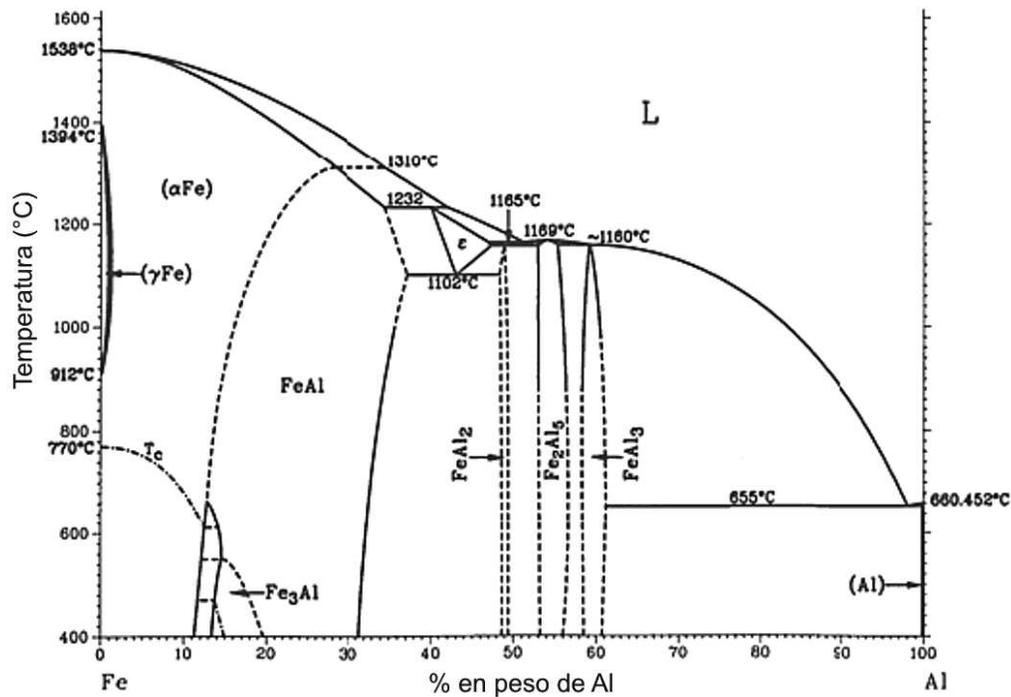


Figura 1.6: Diagrama de fases en equilibrio del sistema binario Al-Fe.

meses. Sin embargo, se menciona que las aleaciones de Al-Fe pueden recibir tratamientos térmicos después de un proceso de DPS para aumentar la microdureza hasta en un factor de 4 [38].

Para entender los mecanismos de deformación plástica severa se requiere de una investigación más profunda. A pesar de esto, en los últimos años se ha encontrado que la emisión de dislocaciones parciales a partir de los límites de grano y el apilamiento de fallas y maclas de deformación, producen diferencias significativas en las propiedades del aluminio nanoestructurado, a diferencia del aluminio de grano grueso donde no se tienen maclas [28].

A bajas temperaturas las aleaciones de aluminio con granos ultra-finos muestran una elongación y un esfuerzo de cedencia más alto que aleaciones con granos más gruesos, mientras que la relación Hall-Petch sigue siendo válida para ambos casos [46,52]. En algunas aleaciones de aluminio el rango de procesamiento para generar granos ultra-finos se ve limitado por dos factores básicamente: la baja movilidad de límites de grano y el crecimiento

de grano.

#### 1.2.4. Síntesis de los materiales nanoestructurados

Procesar grandes volúmenes de aleaciones de aluminio a tamaños de grano de  $\sim 1 \mu\text{m}$  es difícil. Normalmente los granos obtenidos mediante procesos termomecánicos convencionales son de 15-20  $\mu\text{m}$  [53]. Utilizando procesos controlados se pueden obtener granos más finos. Se han obtenido tamaños de grano por abajo de micrómetros para aleaciones de aluminio mediante deformaciones muy altas ( $\sim 10$ ) y recristalización continua. Para alcanzar deformaciones tan altas se deben utilizar métodos de deformación plástica severa. Si se trata de obtener lámina de grano ultra-fino para aplicaciones industriales, en cantidades comerciales, la única opción económicamente factible es la de laminado. El proceso de formado de microestructuras de grano fino mediante laminado se basa en deformar la aleación a deformaciones suficientemente grandes, tanto que una gran parte de los límites de grano en el material resultan ser límites de grano de ángulo grande (High Angle Grain Boundaries, HAGB) [11, 43, 53–56]. Los parámetros importantes para poder procesar materiales mediante esta técnica son:

- Un tamaño de grano inicial pequeño: Preferentemente en la colada, aunque también se puede obtener por procesos termomecánicos de dos pasos [53].
- Altas deformaciones: Necesario para incrementar la relación de HAGB a límites de grano de ángulo pequeño (Low Angle Grain Boundaries, LAGB) [11, 43, 53].
- Una temperatura suficientemente alta como para tener movilidad de límites de grano adecuada: Por ejemplo, en aleaciones de Al-Fe, si los dos puntos anteriores se cumplen, se pueden formar granos de tamaños por debajo de 1  $\mu\text{m}$  con deformaciones a temperatura ambiente; Sin embargo, en aleaciones de Al-3% Mg, la temperatura de deformación debe ser suficiente para permitir el movimiento de límites de grano necesario para una recristalización continua. (i.e.  $\sim 300 \text{ }^\circ\text{C}$ ) [53].
- Una temperatura suficientemente baja como para producir granos pequeños en la escala de micrómetros y prevenir el crecimiento de grano: El tamaño de grano resultante es menor a menores temperaturas de deformación, pero consecuentemente se requieren mayores deformaciones.

Estos parámetros traen como consecuencia una posibilidad muy limitada de procesar los materiales, lo cual implica tener procesos muy controlados. Una buena forma de obtener materiales nanoestructurados es a partir de la recrystalización de fases amorfas. Las aleaciones amorfas tienen un alto nivel de sobresaturación de soluto y están en condiciones de subenfriamiento. Esto produce una alta energía libre que promueve una alta velocidad de nucleación, lo cual es esencial para la formación de nanoestructuras [51]. En la sección 1.3 se trata este tema.

### 1.2.5. Aplicaciones

Las posibles aplicaciones de los materiales nanoestructurados se ven afectadas por dos factores principalmente: mejores propiedades y su facilidad de conformado. Los materiales nanoestructurados producidos por ARB tienen un gran potencial en la industria, debido a que el equipo necesario para este tipo de procesos es muy parecido al que se utiliza actualmente para procesamiento por deformación convencional, por lo que se requiere de una inversión mínima para poderlos producir. Existe un riesgo muy bajo en la implementación de estos materiales y el beneficio a largo plazo parece prometedor. Otra de las ventajas es que se puede producir material en grandes cantidades, por lo que su uso en aplicaciones reales - donde por lo general se necesitan grandes volúmenes de material - es factible.

Por lo general es más fácil producir materiales cuya resistencia es baja, como el aluminio y el cobre [9]. Esto, junto con la gran cantidad de información disponible para este tipo de metales, puede hacer que en unos años la producción de aleaciones nanoestructuradas por DPS sea grande. Se espera que las primeras aplicaciones reales se vean en productos en los que el peso es muy importante, como lo es en la industria aérea, automovilística, deportiva, espacial, etc. Otras aplicaciones importantes que justificarán la producción de materiales nanoestructurados por DPS son aquellas que tienen una gran influencia en el mercado, como las aplicaciones médicas, implantes de hueso y dentales, entre otras. La buena resistencia a la fatiga de estos materiales es una propiedad atractiva para este tipo de aplicaciones. También las aplicaciones en microcomponentes son interesantes; utilizando un proceso de electrodeposición de Ni-Mn, se han producido piezas de maquinaria, microengranes y microresortes nanoestructurados [28, 57] (figura 1.7).

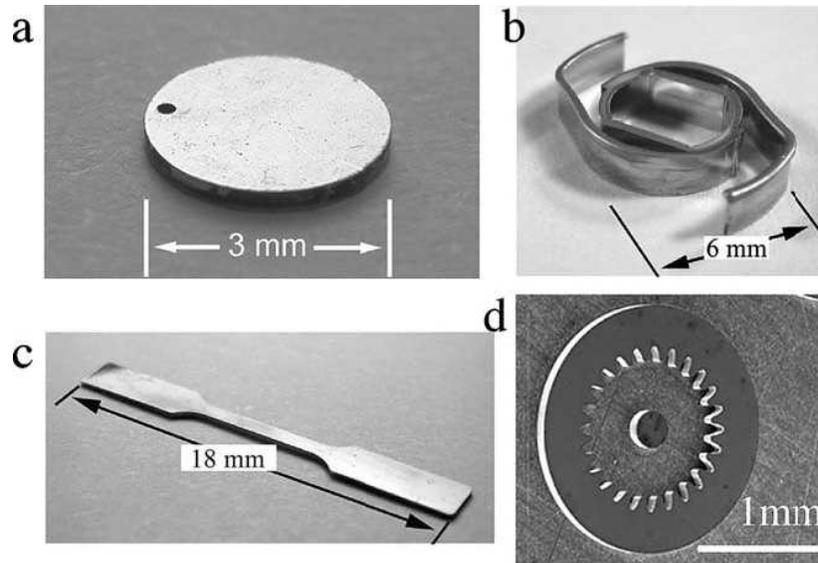


Figura 1.7: Muestras de microcomponentes nanoestructurados producidos por electrodeposición, a) disco de  $300 \mu\text{m}$  de espesor, b) resorte de contacto de  $1.5 \text{ mm}$  de espesor, c) probeta de tracción de  $200 \mu\text{m}$  de espesor y d) microengrane de  $1.5 \text{ mm}$  de diámetro y  $200 \mu\text{m}$  de espesor [57].

Una ventaja importante de los materiales procesados por DPS es que los costos de manufactura se pueden reducir significativamente. Se pueden eliminar pasos, por ejemplo, de acabado superficial. También las temperaturas de forja se pueden reducir bastante [8]. En la industria aeroespacial y automotriz la forja es un proceso común, y para aleaciones de aluminio la reducción en la temperatura de forjado bajo DPS puede traer un ahorro energético y consecuentemente económico muy importante. Además, los tiempos requeridos para tratamientos térmicos también se pueden ver reducidos hasta en un 50 % [28]. Aunque para aplicaciones específicas no es necesario llegar a deformaciones tan grandes [20].

Los materiales nanocristalinos también pueden ser forjados por superplasticidad. La producción de aleaciones nanoestructuradas en forma de lámina con granos extremadamente finos, los cuales son suficientemente estables a altas temperaturas, tiene un gran potencial para la industria de formado superplástico. Como se mencionó anteriormente, con velocidades de deformación por arriba de  $1 \text{ s}^{-1}$ , las aleaciones nanocristalinas de aluminio pueden ser utilizadas para formar superplásticamente piezas con varias formas, inclusive con geometrías muy complejas (figura 1.8).

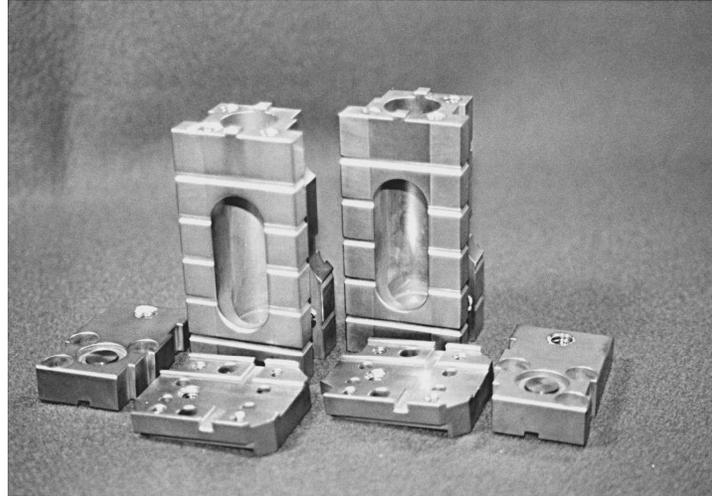


Figura 1.8: Fotografía de algunas partes de maquinaria y estructurales forjadas de manera superplástica [13].

### 1.3. Materiales Amorfos

Las características más atractivas en términos de las propiedades de los materiales y su desempeño se derivan de microestructuras basadas en una gran cantidad de nanocristales dispersos en una matriz amorfa. Desde 1960 un gran número de aleaciones amorfas se han obtenido por varios métodos como solidificación rápida y reacciones de estado sólido [13]. Según Wilde et al. [58], los procesos de estado sólido y los de solidificación rápida producen microestructuras similares.

Obtener estructuras nanogranulares para aleaciones de aluminio que contienen elementos aleados es muy difícil si se utilizan métodos de solidificación convencionales. Sin embargo, en varios estudios se ha visto que utilizar aleaciones amorfas de aluminio inicialmente es una buena forma de obtenerlas [13, 43, 59]. Los primeros intentos de formar aleaciones de aluminio amorfas fueron en sistemas Al-Si, Al-Ge, Al-Cu, Al-Ni y Al-Cr, pero la primera aleación amorfa que contuvo más del 50 % at. de aluminio fue encontrada en 1981 en los sistemas Al-Fe-B y Al-Co-B [13]. Desde entonces se han encontrado varias aleaciones de aluminio amorfas combinando aluminio con tierras raras. En 1987 Inoue et al. [13] encontraron una fase amorfa, la cual contenía  $\sim 80$  % at. de aluminio en sistemas Al-Ni-Si y Al-Ni-Ge. Esto puede llevar a suponer que una aleación Al-Sn amorfa pudiera existir bajo ciertas condiciones adecuadas.

### 1.3.1. Habilidad para formar vidrios metálicos

La transición vítrea es una manifestación de un tiempo de relajación característico, el cual está ligado a los ordenamientos atómicos locales. En los procesos de relajación donde existen grandes cúmulos atómicos (clusters), es más fácil que estos cúmulos se queden atrapados a temperaturas más altas. La transición vítrea no es una transformación de fase en el sentido termodinámico, sino que es una manifestación cinética del alentamiento de los transportes atómicos en el líquido debido al enfriamiento [52]. Esto también se ve reflejado en un incremento en la viscosidad.

Un requisito importante para que los materiales tengan una buena habilidad para formar vidrios es que la reacción de amorfización tenga un valor negativo de entalpía de mezcla entre los elementos que lo forman [52]. Sin embargo, se ha visto que se pueden formar aleaciones amorfas en sistemas con entalpía de mezcla positiva [26, 27]. Las aleaciones de aluminio son formadoras marginales de vidrios, las cuales requieren solidificación rápida para limitar la cinética de crecimiento [50]. La amorfización producida por DPS en sistemas con entalpía de mezcla positiva es parcial, por lo general formando soluciones cristalinas sobresaturadas en lugar de fases amorfas [27].

Según Perepezko et al. [50], existe una sensibilidad aparente al recocido a bajas temperaturas que esta relacionada con la habilidad para formar vidrios metálicos. Además mencionan que las grandes diferencias de difusividades entre los componentes de las aleaciones de aluminio proveen de una buena posibilidad de diseñarlas. En la mayoría de los sistemas binarios Al-TR (Tierra Rara) se ha reportado la habilidad de formar materiales amorfos [13, 51, 52, 58, 60, 61].

Para este tipo de sistemas existen dos principales características que promueven la formación de vidrios metálicos en solidificación lenta. La primera es la diferencia entre radios atómicos, una relación de radios atómicos menor a 0.8 implica una buena posibilidad de formar vidrio para la aleación. La segunda es que la interacción atómica de los compuestos es buena y la entalpía de la mezcla relativamente alta. Las aleaciones ternarias de Al con metales de transición no tienen relación de radios menores de 0.8, lo cual hace que su habilidad para formar vidrios metálicos se base únicamente en su buena interacción atómica [13]. Esto se debe probablemente a que la di-

fusión de los átomos en el líquido subenfriado se vuelve más difícil, así como la dependencia de la viscosidad con la temperatura.

### 1.3.2. Aleaciones amorfas producidas por deformación plástica

Como ya ha sido mencionado, mediante el proceso de colaminado se obtienen granos extremadamente finos, del orden de nanómetros. Esto trae como consecuencia mejores propiedades mecánicas y, si la deformación es suficiente, se pueden obtener materiales amorfos. Algunos experimentos de laminado indican que la técnica de amorfización por deformación plástica mediante ARB puede dar como resultado fases amorfas para ciertas aleaciones y composiciones, las cuales no pueden ser obtenidas por solidificación rápida [52].

Los materiales amorfos se pueden obtener también por otros procesos de deformación. Algunos estudios demuestran que en principio se pueden obtener aleaciones amorfas tanto por solidificación rápida como por deformación isotérmica [58, 59]. Existen varias técnicas para amorfizar materiales en estado sólido, pero dos procedimientos han sido los más utilizados [50, 62]. En uno, la reacción de amorfización se da por el recocido de placas delgadas de materiales que constan de varias capas, fabricados por depósito de película. En el otro, la reacción de amorfización se da por deformación mecánica [51, 52].

Una diferencia importante entre los procesos de solidificación rápida y de estado sólido es la ruta de obtención de la microestructura. En el primero, el material se enfría a partir de un líquido homogéneo, mientras que en el segundo, la estructura heterogénea es crucial para el inicio de la reacción de amorfización, independientemente de si se utilizan multicapas, recocido o colaminado acumulado [50, 51]. Se han obtenido aleaciones amorfas de varios elementos mediante el proceso de ARB [10, 45, 50, 58, 62] sin embargo los efectos de los elementos individuales aun no han sido establecidos.

Para algunas aleaciones es posible obtener fases amorfas mediante un proceso de colaminado acumulado de láminas elementales a temperatura ambiente y condiciones atmosféricas normales. Sagel et al. [10] estudiaron la amorfización de la aleación Zr-Al-Ni-Cu mediante ARB de capas elementales. Reportaron que en los primeros pasos de colaminado, en el patrón de

rayos-X obtenido, los picos de Al, Ni y Cu desaparecen y se ve un cambio en el valor de los picos de Zr mediante una reducción en los valores de  $2\theta$ , como se puede ver en la figura 1.9. Después de 80 pasos de colaminado se empieza a formar la fase amorfa con algunos nanocristales residuales. Si se continúa el proceso, se llega a una lámina completamente amorfa y los picos de difracción desaparecen totalmente. En el capítulo 3 se verá que para este estudio se alcanzaron únicamente 10 pasos de colaminado acumulado.

Algunos sistemas requieren de un recocido posterior para poder formar una fase amorfa. Por lo general estos métodos producen partículas nanocristalinas dispersas en una matriz amorfa. Se ha visto que una cantidad limitada de nanocristales de aluminio es suficiente como para aumentar la dureza de una aleación [60]. Además de esto, las bandas de deformación en materiales amorfos suelen presentarse en la dirección de laminado y en la dirección transversal [60,61]. También se ha encontrado que las aleacio-

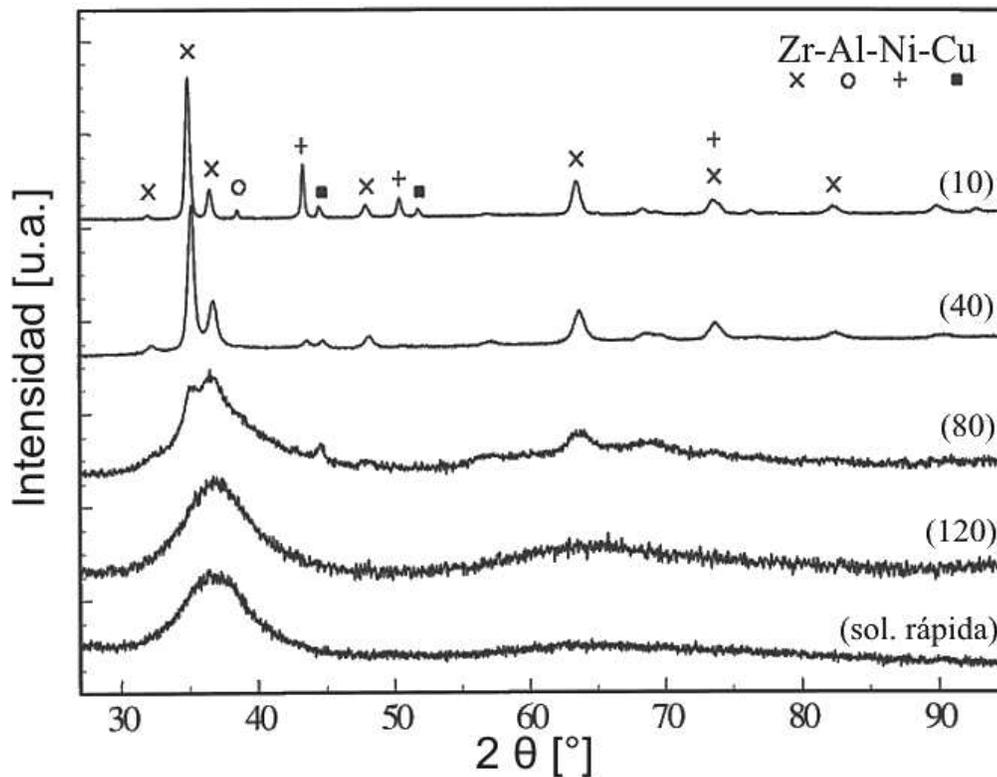


Figura 1.9: Patrón de difracción de rayos-X de las muestras de Zr-Al-Ni-Cu laminado en frío, después de diferentes pasos de colaminado acumulado y comparación con una aleación amorfa obtenida por solidificación rápida, según [10].

nes amorfas de aluminio que contienen partículas nanocristalinas dispersas, muestran un gran aumento en su resistencia y ductilidad, a comparación de las aleaciones con una sola fase amorfa. Estos materiales presentan una alta resistencia a la tensión y a la corrosión; el valor más alto de resistencia a la tracción de una aleación de aluminio amorfa es de 1260 MPa, que es casi el doble de las aleaciones de aluminio cristalinas [13].

## Capítulo 2

---

# Procedimiento Experimental

---

### 2.1. Proceso de Deformación

Partiendo de un lingote de la aleación SAE783 (Al-20 % Sn-1 % Cu-0.6 % Fe, % peso) de producción industrial, se obtuvieron 2 lingotes libres de defectos superficiales mediante fresado y cepillado. Las dimensiones obtenidas fueron de 18 cm de largo, 7.8 cm de ancho y 2.213 cm de espesor. Los lingotes fueron laminados a temperatura ambiente con reducciones de 2, 4, 6 y 8 % sucesivamente en los primeros 4 pasos, ya que se ha visto que con estos valores se obtiene la menor cantidad de defectos [63]. En pasos posteriores se utilizaron reducciones de  $\sim 10\%$  hasta llegar a obtener láminas de 1 mm de espesor y longitud variable para el colaminado acumulado.

#### 2.1.1. Laminado convencional

Para el laminado convencional se siguieron aplicando reducciones del 10 % hasta que los rodillos de la laminadora estuvieron completamente cerrados con el objeto de obtener la máxima deformación posible. Esto corresponde a un espesor final de la lámina igual a 0.201 mm y una reducción de 99.1 % (deformación de von Mises igual a 5.43) La microestructura del material de llegada se muestra en la figura 2.1. Después del laminado convencional se tiene una microestructura con listones de estaño alargados, como se muestra en la figura 2.2.

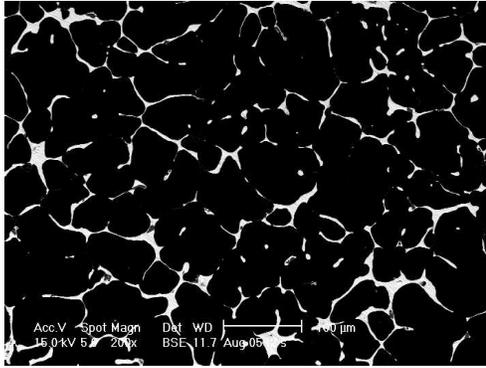


Figura 2.1: Microestructura de llegada a  $200\times$ . El aluminio se ve en tonos de gris oscuros debido a su bajo peso atómico, el estaño en tonos blancos debido a su alto peso atómico.

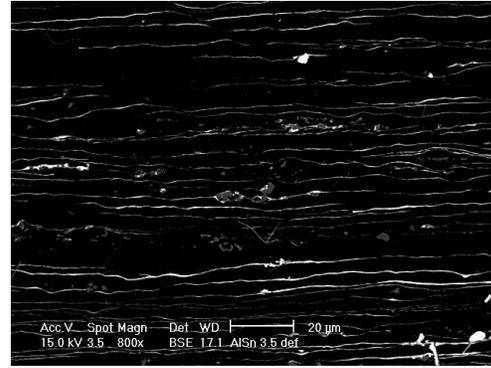


Figura 2.2: Después de obtener una deformación de 3.5 (von Mises) en laminado convencional se tienen listones alargados de estaño. A  $800\times$  se alcanzan a apreciar algunas zonas en tonos medios de gris, correspondientes a los intermetálicos presentes.

### 2.1.2. Colaminado acumulado

Durante el laminado se presentaron grietas en las orillas. Para el colaminado acumulado se recortaron los bordes laterales de las láminas; para el laminado convencional se dejaron sin recortar. Posteriormente se obtuvieron segmentos de aproximadamente 5 cm de largo (en la dirección de laminado, Fig. 2.3) para realizar el colaminado acumulado.

El procedimiento llevado a cabo para el colaminado acumulado se inicia cortando las láminas a las dimensiones adecuadas. Las láminas se lijan a mano y se limpian con algodón. Después se les aplica directamente la acetona, limpiando al mismo tiempo con algodón, siempre en la misma dirección para evitar que las impurezas se queden atrapadas en el centro. Posteriormente se secan utilizando una secadora de aire caliente a una distancia aproximada entre 5 y 10 cm. Las dos láminas se apilan con las superficies tratadas en contacto y se introducen en la laminadora. Para el siguiente paso se mide la longitud total de la lámina y se coloca una marca a la mitad para poder realizar el corte lo más preciso posible. Finalmente se realiza el corte y se repite el proceso.

El lijado sirve para eliminar los óxidos y las impurezas de las superficies. A pesar de que en el aluminio se forman capas de óxido muy rápidamente, las

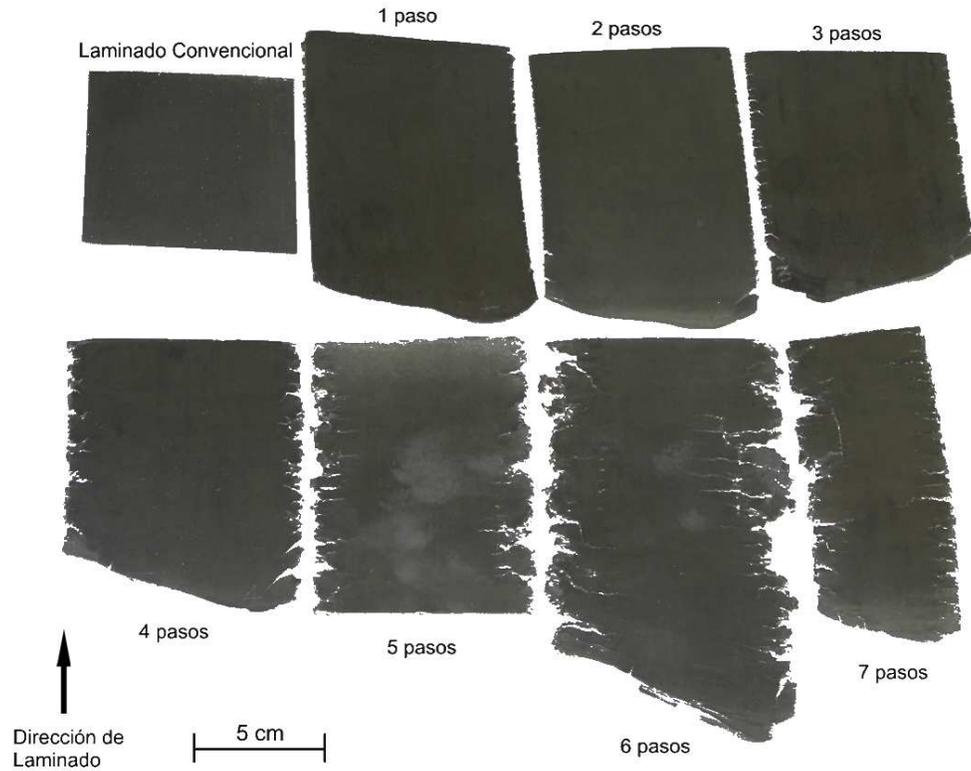


Figura 2.3: Evolución de las grietas durante el colaminado acumulado. En la lámina de 7 pasos se recortaron los bordes después del quinto paso, por lo que es más angosta.

impurezas presentes son removidas y la superficie obtenida es más rugosa, lo que puede ayudar a aumentar el área de contacto para la unión. Se utilizaron lijas de tamaño de grano de 180, debido a que se ha comprobado que, para este material y a diferencia de lo que se reporta generalmente en la literatura, se obtiene una mejor unión de la que se obtiene si se utilizan lijas de menor tamaño de grano o cepillos de alambre [31, 32, 55, 64, 65].

Una limpieza adecuada es imprescindible para obtener una buena unión entre las láminas [66]. El lavado y desengrasado se llevó a cabo con acetona y algodón. Por último, las dos láminas se pasaron frente a una secadora de aire caliente con la finalidad de limpiar cualquier residuo, secar completamente las superficies y dar un calentamiento leve a las láminas. La temperatura alcanzada, medida con un termopar de contacto, fue de aproximadamente 45 °C.

Utilizando dos láminas de aproximadamente 5 cm de largo y 7.5 cm de ancho se inició el proceso de colaminado acumulado. Repitiendo el procedimiento se obtuvieron láminas desde 1 hasta 10 pasos de colaminado acumulado. Debido a la deformación, el material empieza a agrietarse, por lo que después de algunos pasos fue necesario cortar las orillas. En estudios anteriores [31, 67, 68] se ha visto que durante el último paso de colaminado acumulado la unión entre las láminas no es perfecta. Para asegurar una buena unión en el último paso de colaminado y obtener probetas de tracción de láminas bien unidas, se les dio a las láminas de 1 a 6 pasos de colaminado, dos pasos adicionales con los rodillos completamente cerrados, resultando en una reducción entre 37 y 45 % (deformación adicional acumulada de 0.54 a 0.7, Tabla 2.1). Con los espesores finales se calcularon las deformaciones verdaderas totales y los parámetros de los ensayos de tracción. Las láminas de 6 a 10 pasos presentaron grietas considerables, por lo que no fueron sometidas a pasos posteriores.

Tabla 2.1: Deformaciones obtenidas para cada paso de colaminado acumulado.

Pasos	Deformación acumulada	Espesor final de colaminado (mm)	Espesor después de los 2 pasos posteriores (mm)	Deformación obtenida en los 2 pasos posteriores	Deformación total
1	4.37	1.02	0.56	0.69	5.06
2	5.17	1.02	0.60	0.61	5.78
3	5.97	1.09	0.63	0.63	6.60
4	6.77	1.10	0.60	0.70	7.47
5	7.57	0.97	0.61	0.54	8.11
6	8.37				8.37
7	9.17				9.17
8	9.97				9.97
9	10.77				10.77
10	11.57				11.57

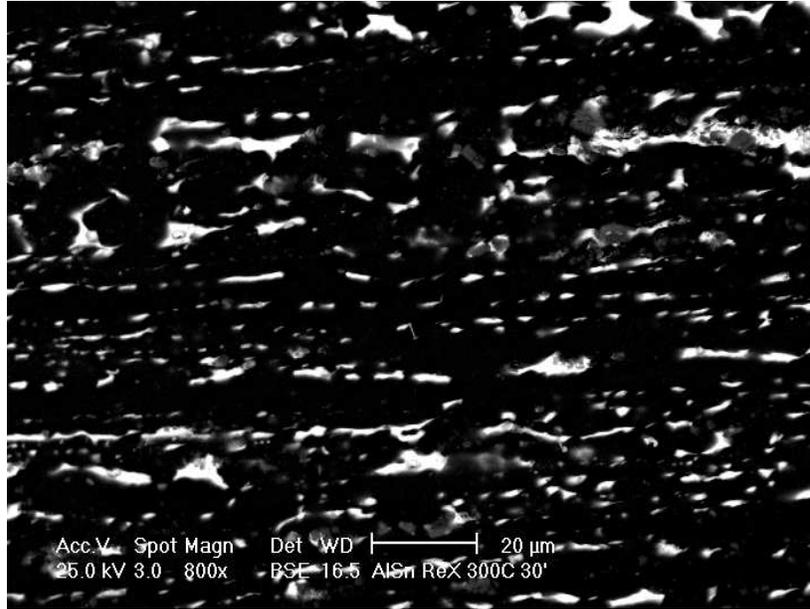


Figura 2.4: Microestructura obtenida después del recocido a 300 °C durante 30 minutos. El tamaño de grano inicial para el ARB de láminas recocidas es mucho menor que el de ARB después del laminado convencional.

## 2.2. Tratamientos Térmicos

### 2.2.1. Colaminado acumulado de láminas recocidas

Para conocer el efecto de la microestructura inicial en el proceso de colaminado, algunas de las láminas de 1 mm de espesor fueron recocidas a 300 °C durante 30 minutos. Se sabe que a esta temperatura y tiempo de recocido el material queda recristalizado por completo [19, 20, 63, 69]. La microestructura inicial del material que viene de laminado convencional está formada por listones de estaño en una matriz de aluminio (figura 2.2). En cambio, después del tratamiento térmico se obtiene una microestructura uniforme, con granos equiaxiales (figura 2.4). Posteriormente se realizó el colaminado acumulado como fue descrito en la sección 2.1.2. A estas láminas también se les dieron dos pasos adicionales de laminado convencional para asegurar una buena unión. En la tabla 2.2 se encuentra resumida la información correspondiente.

Tabla 2.2: Deformaciones obtenidas para cada paso de colaminado acumulado, utilizando láminas previamente recocidas a 300 °C durante 30 minutos.

Pasos	Deformación acumulada	Espesor final de colaminado (mm)	Espesor después de los 2 pasos posteriores (mm)	Deformación obtenida en los 2 pasos posteriores	Deformación total
1	0.8	0.87	0.53	0.57	1.37
2	1.6	0.85	0.53	0.55	2.15
3	2.4	0.85	0.53	0.55	2.95
4	3.2	0.89	0.57	0.51	3.71
5	4.0	0.94	0.61	0.50	4.50
6	4.8	1.05	0.65	0.55	5.35
7	5.6	0.86	0.55	0.52	6.12

### 2.2.2. Recocido de láminas con 5 pasos de colaminado acumulado

Como se mencionó en la sección 1.2.2, para recuperar la ductilidad después de la elevada deformación es necesario dar un tratamiento térmico al material. Para estudiar el efecto del recocido se utilizaron láminas con 5 pasos de colaminado acumulado y dos pasos posteriores de laminado convencional (deformación acumulada de 8.11). Estas fueron recocidas a una temperatura de 300 °C utilizando el esquema mostrado en la tabla 2.3.

Tabla 2.3: Tiempos de recocido y número de probetas obtenidas para ensayos de tracción.

Tiempo de recocido (min)	Número de probetas de tracción
0	3
5	4
10	4
20	3
40	3
80	3

## 2.3. Preparación de Probetas y Muestras

### 2.3.1. Probetas de tracción

Se maquinaron probetas de tracción con dimensiones reducidas según la norma ASTM-E8 [70] en máquinas fresadoras de control numérico EMCO F1-CNC con la dirección de tracción igual a la de laminado. Se obtuvieron 2 probetas para láminas de 1 hasta 6 pasos de colaminado acumulado. Para pasos mayores a 6, las grietas se propagaron casi hasta el centro de la lámina, por lo que no fue posible el maquinado. Los ensayos de tracción se realizaron en una maquina universal de ensayos Instron 4206 a temperatura ambiente y una velocidad de avance del cabezal de 1 mm/min (velocidad de deformación de  $5.55 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ )

### 2.3.2. Muestras metalográficas para microscopía electrónica de barrido

Las muestras metalográficas se obtuvieron de la parte central de las láminas. Se cortaron pedazos mediante cizallado para su observación en la dirección de laminado (plano de dirección de laminado y dirección normal) y se montaron en Sampl-klips<sup>®</sup> de Buehler. Se utilizó resina de curado en frío (Epo-Quick<sup>®</sup> de Buehler) para evitar el calentamiento de las muestras durante la preparación. Posteriormente se desbastaron utilizando lijas de tamaño de grano 180, 240, 360, 400, 500, 600 y 1200 sucesivamente. Por último se pulieron con alúmina de  $0.5 \mu\text{m}$  en paño Microcloth<sup>®</sup> de Buehler. Estas fueron observadas en un microscopio electrónico de barrido modelo Philips XL20 con filamento de tungsteno a voltajes de aceleración de 15 y 25 kV.

Posteriormente se realizaron ensayos de microdureza Vickers en una maquina Microhardness Tester HV-1000 de TIME Group Inc. con una carga de 0.48 N (50 g) y con un tiempo de retención de 40 segundos. Para cada paso de colaminado acumulado se realizaron 7 indentaciones y se tomó un promedio de la microdureza obtenida.

Del mismo modo se prepararon muestras de las zonas de fractura de las probetas de tracción para observarlas con el detector de electrones retro-dispersados del microscopio electrónico de barrido. Las contrapartes de las

probetas no fueron encapsuladas en resina para poder observar las zonas de fractura utilizando el detector de electrones secundarios.

### 2.3.3. Muestras para difracción de rayos-X

Para la difracción de rayos-X se cortaron pedazos de aproximadamente  $2.5 \times 2.5$  cm de la parte central de las láminas. Se encapsularon en resina de curado en frío y se les dió un leve desbaste con lija de tamaño de grano de 1000 y pulido con alúmina de  $0.5 \mu\text{m}$ . A diferencia de las muestras metalográficas y debido al reducido espesor de las láminas, el plano de incidencia del haz de rayos-X fue el plano de dirección de laminado y dirección transversal.

Los patrones de difracción de rayos-X fueron adquiridos en un difractómetro Bruker-D8 Advance con radiación  $\text{CuK}\alpha$  ( $\lambda = 1.540562 \text{ \AA}$ ). Las mediciones se realizaron en el intervalo angular de 30 a 68 grados en  $2\theta$ , con un paso angular de 0.025 grados. El tiempo de conteo fue de 3 segundos por paso. Con la finalidad de disminuir los efectos de textura en el material, las mediciones se hicieron con giro en el portamuestras, a una velocidad de 30 RPM.

La indexación de los patrones se realizó 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 determinó que las reflexiones presentes corresponden únicamente al aluminio y al estaño. No se presentan otras fases cristalinas de hierro o cobre debido a que el contenido no es suficientemente alto como para ser detectados por el equipo.

## Capítulo 3

---

# Resultados

---

Utilizando el criterio de von Mises:

$$\varepsilon = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \frac{h_0}{h} \quad (3.1)$$

donde  $h_0$  y  $h$  son el espesor inicial y actual del lingote, respectivamente, la deformación equivalente para llegar a 1 mm de espesor en las láminas fue de  $\varepsilon = 3.57$ . Para el colaminado acumulado la reducción utilizada fue de  $\sim 50\%$ , lo que equivale a una  $\varepsilon \approx 0.8$ . La deformación obtenida en los dos pasos posteriores se encuentra resumida en las tablas 2.1 y 2.2.

La figura 2.3 muestra la evolución de las grietas en los bordes de la lámina hasta 7 pasos de colaminado acumulado. La lámina de la parte superior izquierda es la que se obtuvo después del proceso de laminado convencional (1 mm de espesor) y el cizallado para recortar los bordes, ya que contaban con defectos de laminado. La de la parte inferior derecha corresponde a 7 pasos de colaminado acumulado, donde los bordes se recortaron nuevamente después del quinto paso. El crecimiento de las grietas durante el proceso es evidente y se debe en su mayor parte a que las grietas presentes en una de las mitades se propagan cuando se encuentran con la otra mitad.

## 3.1. Microscopía Electrónica de Barrido

### 3.1.1. Colaminado acumulado

En las figuras 3.1-3.3 se muestran las microestructuras obtenidas antes del colaminado acumulado y a 1 y 10 pasos, respectivamente. Los listones de estaño (blanco) separan los granos de aluminio hasta valores de deformación grandes. La reducción en el tamaño de los listones de estaño es considerable desde el primer paso de colaminado acumulado, lo que sugiere que el refinamiento de grano producido por el colaminado acumulado es mayor que el producido por laminado convencional, lo cual se ha visto anteriormente [64]. Esto puede ser debido a las bandas de deslizamiento (deformación cortante [32]) que ocasionan la fractura de los listones y un mezclado más profundo dentro del material (figuras 3.3 y 3.4).

El material obtenido después del laminado convencional no es completamente homogéneo, con grandes zonas de aluminio y listones de estaño relativamente gruesos. Después de 5 pasos de colaminado acumulado el material es casi completamente homogéneo, tanto que a bajos aumentos no se alcanza a apreciar la microestructura. A 10 pasos se tiene una excelente distribución del estaño, evidenciada por un tono casi uniforme de gris. Para poder observar la microestructura de estas láminas es necesario ir a

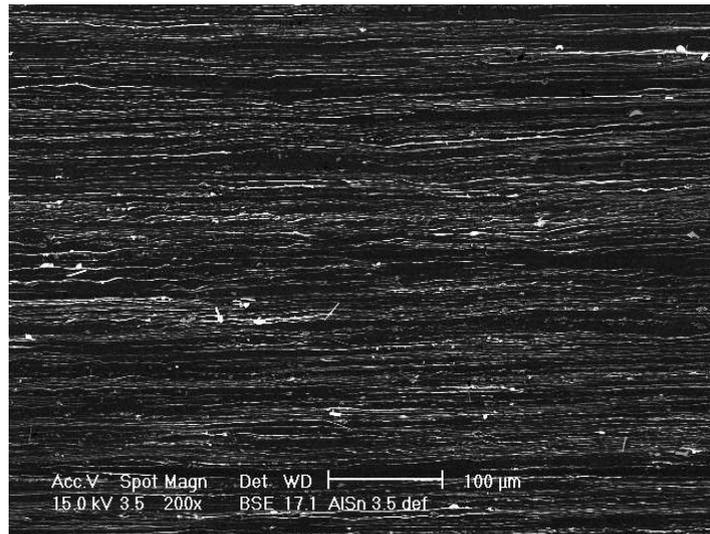


Figura 3.1: Microestructura obtenida del laminado convencional en frío,  $\varepsilon = 3.57$  a  $200\times$ . Los listones de Sn (blanco) son continuos y paralelos. Los granos de Al (gris) se encuentran separados por el Sn.

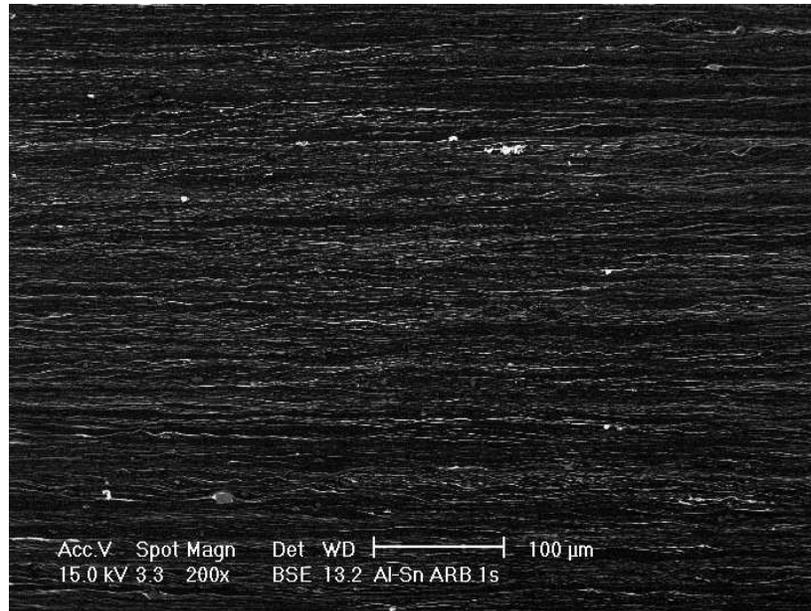


Figura 3.2: A 1 paso de ARB,  $\varepsilon = 5.06$ . Los listones de Sn empiezan a tener una forma ondulada, ocasionada por la deformación cortante, fragmentandolos.

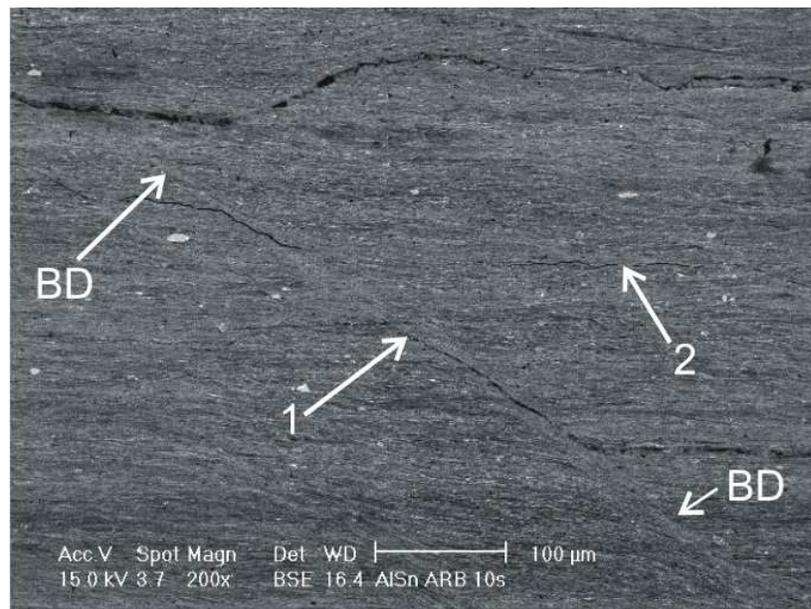


Figura 3.3: Después de 10 pasos de ARB,  $\varepsilon = 11.57$ . El material parece ser completamente homogéneo. Se observan las uniones de los últimos tres pasos, las cuales no fueron suficientemente buenas. Una grieta corre a lo largo de la banda de deslizamiento, desde la última unión hasta la penúltima, indicada con 1. Una pequeña grieta de la antepenúltima unión se indica en 2. La última unión se ve claramente en la parte superior. BD: bandas de deslizamiento.

mayores aumentos, lo cual revela un límite de grano difuso entre el estaño y el aluminio probablemente debido a un desequilibrio termodinámico en el material producido por la elevada deformación plástica [18, 38].

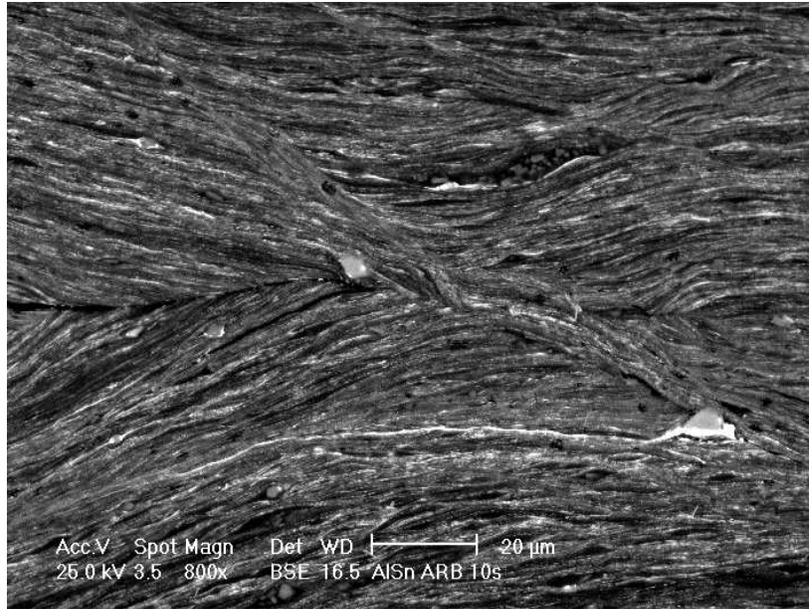


Figura 3.4: Lámina de 10 pasos a mayores aumentos y mayor voltaje de aceleración. El mezclado del Sn debido a las bandas de deslizamiento es altamente efectivo.

La unión en las láminas de 1 y 5 pasos es casi perfecta debido a los pasos posteriores de laminado convencional, sin embargo, en la parte superior de la figura 3.3 se ve que la unión del último paso no es suficientemente buena. En la parte inferior derecha se aprecia la unión del paso anterior. La grieta corre a lo largo de una banda de deslizamiento casi hasta llegar a la superficie de unión del último paso. En el extremo derecho se presenta una pequeña grieta debida a la unión del antepenúltimo paso. Es importante mencionar que estas grietas no parecían estar presentes a simple vista después del colaminado, sin embargo, debido al corte realizado para la preparación de las muestras metalográficas, se presenta una ligera separación en el plano de unión.

Las bandas de deslizamiento ayudan a que los listones de estaño empiecen a fracturarse. En la figura 3.4 se muestra la microestructura de una lámina de 10 pasos a 800x. En ella se ve como las bandas de deslizamiento producen

un mezclado de la segunda fase altamente efectivo. Además, las bandas de deslizamiento parecen llenar los espacios libres entre las uniones, ayudando a mejorar la unión entre las láminas. Un ejemplo se muestra en la figura 3.5 donde se ve la zona de unión obtenida en las láminas después de 7 pasos de colaminado acumulado.

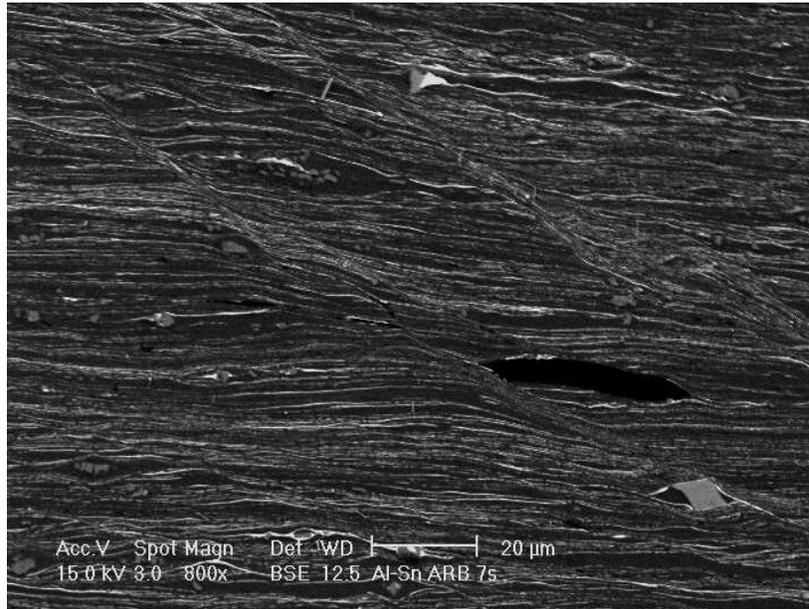


Figura 3.5: Microestructura obtenida después de 7 pasos de colaminado acumulado,  $\varepsilon = 9.17$ . Las bandas de deslizamiento ayudan a mejorar la unión entre las láminas.

La figura 3.6 muestra la microestructura de las láminas de 5 pasos de ARB a  $800\times$ . Las bandas de deslizamiento presentes a menores deformaciones no son tan evidentes después de 10 pasos. En cambio, el material presenta zonas con forma de onda. La figura 3.7 revela una concentración de estaño en dichas zonas.

En las figuras 3.8 y 3.9 se muestran las láminas de 5 y 10 pasos a  $5000\times$ . Comparando ambas micrografías se puede ver como en la primera no se ha alcanzado una completa homogeneización del material, mientras que en la segunda el material es completamente homogéneo. Los listones de estaño se han reducido a escala submicrométrica, con una gran cantidad de partículas con tamaño menor a 200 nm.

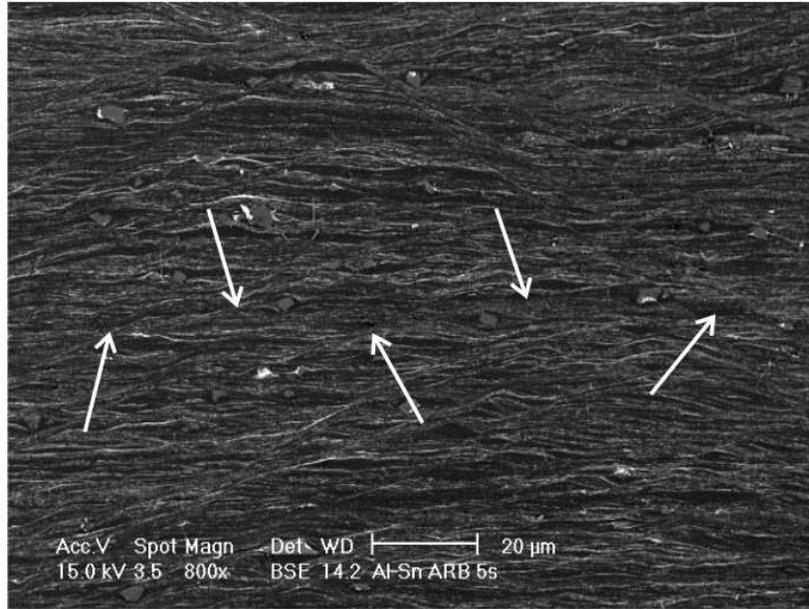


Figura 3.6: Después de 5 pasos de colaminado acumulado, el Sn se encuentra distribuido de una mejor manera. En el centro de la imagen se encuentra la unión del último paso (indicada por flechas), la cual es buena y no se alcanza a apreciar muy bien a bajos aumentos.

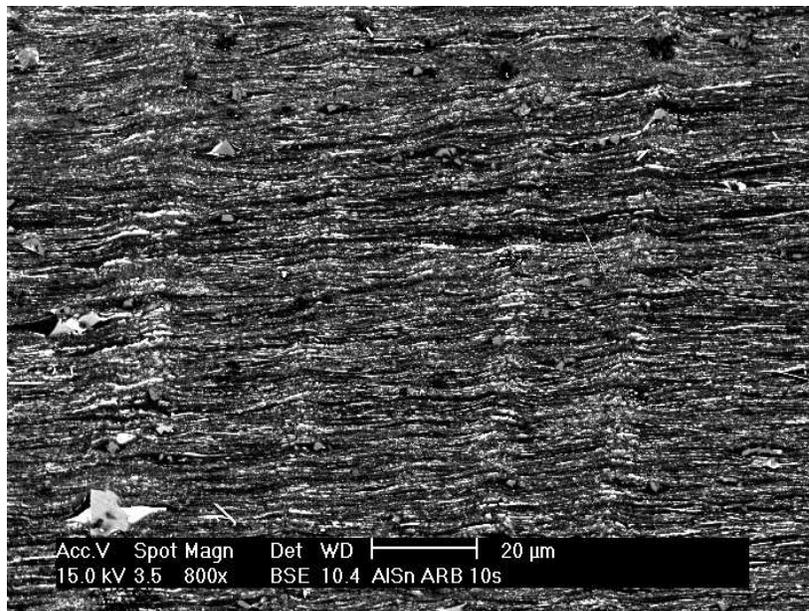


Figura 3.7: Microestructura obtenida después de 10 pasos de colaminado acumulado. El material presenta ondulaciones, casi perpendiculares a la dirección de laminado.

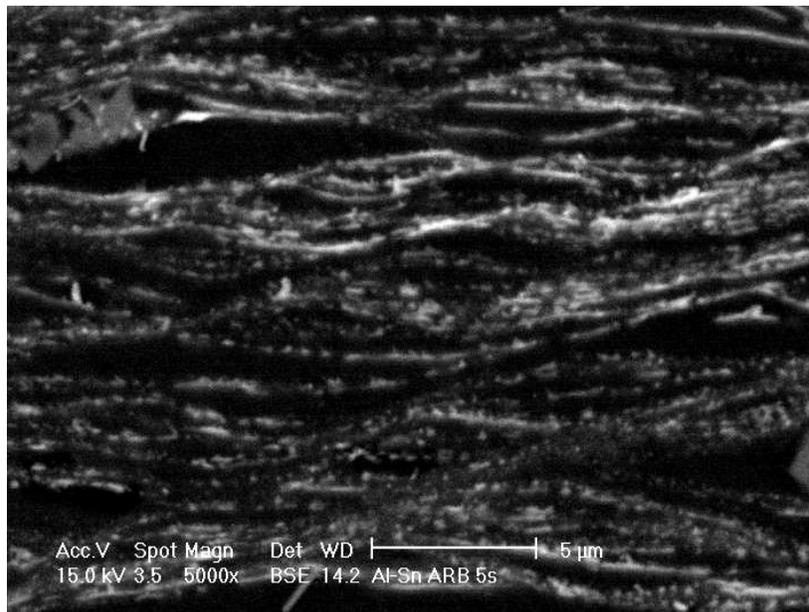


Figura 3.8: Detalle de la figura 3.6 a mayores aumentos. Los listones de Sn son discontinuos y en algunas zonas sobre las bandas de deslizamiento parece estar casi disuelto.

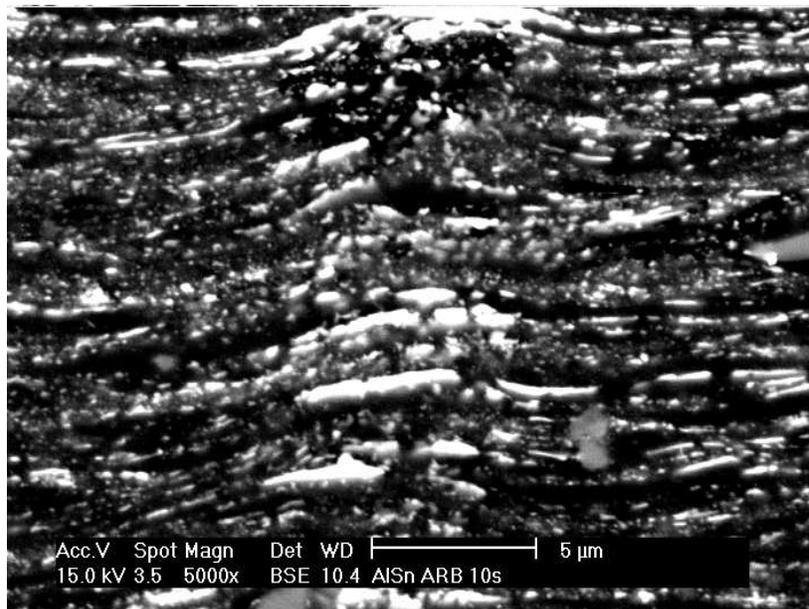


Figura 3.9: Imagen correspondiente a mayores aumentos de las zonas perpendiculares de la figura 3.7. El Sn se encuentra concentrado en algunas regiones.

En la figura 3.10 se observa la microestructura después de 10 pasos de colaminado acumulado a mayor aumento y voltaje de aceleración. A  $10,000\times$  el detector de electrones retrodispersados se encuentra casi al límite de su resolución, sin embargo, se alcanza a apreciar una gran cantidad de granos de tamaño nanométrico.

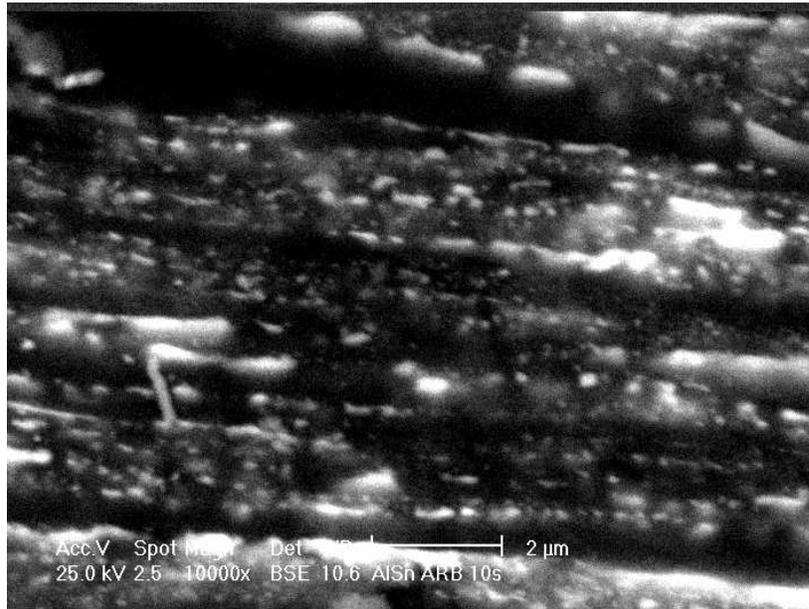


Figura 3.10: Microestructura después de 10 pasos. Al límite de la resolución del detector de electrones retrodispersados se observa una gran cantidad de granos nanométricos.

### 3.1.2. Colaminado acumulado de láminas recocidas

En la figura 3.11 se muestra la microestructura del material recocido después de 1 paso de colaminado acumulado. Alcanzados los 4 pasos de ARB se tiene una microestructura muy similar a la de las láminas de 2 pasos de ARB con 2 pasos adicionales de laminado convencional (figuras 3.12 y 3.13). Esto se da debido a que el colaminado acumulado resulta ser más eficiente que el laminado convencional para distribuir la segunda fase. En la sección 3.2.1 se verá también que, para estos dos casos, los valores obtenidos de resistencia en las curvas esfuerzo-deformación pertenecen aproximadamente al mismo rango.

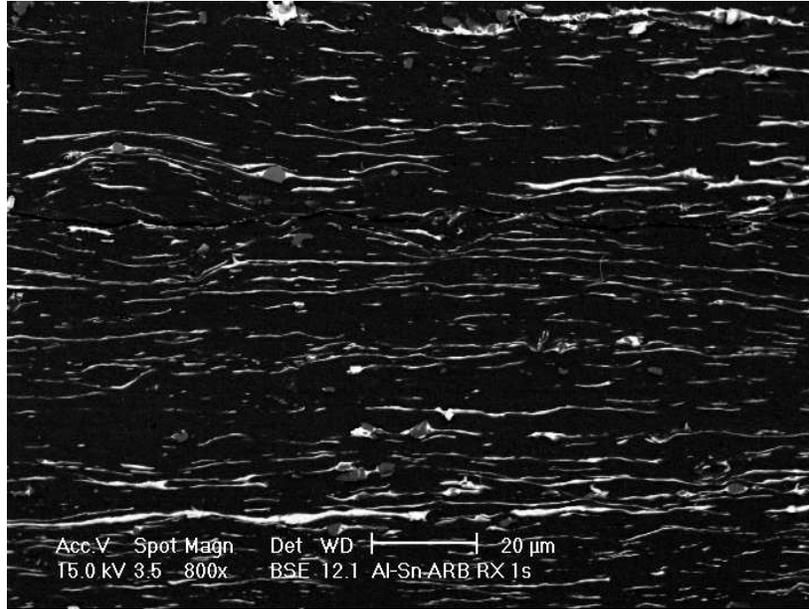


Figura 3.11: Microestructura obtenida después de 1 paso de ARB iniciando con láminas recocidas. Los listones de Sn se alargan desde el primer paso.

### 3.1.3. Recocido de láminas con 5 pasos de colaminado acumulado

Las micrografías de las láminas con 5 pasos de ARB demuestran que los intermetálicos se forman desde 5 minutos de recocido a 300 °C. Estos intermetálicos están formados por aluminio y hierro, muy probablemente tratándose de la fase  $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$  (ver figura 1.6). Los granos de las fases intermetálicas son nuevos. Además son equiaxiales y no están fracturados, lo que indica que se forman durante el recocido. Esto indica que con la deformación alcanzada, el hierro sí se está disolviendo en la red de aluminio.

El recocido no benefició la unión entre las láminas. Sin embargo, existen algunas zonas preferenciales donde el estaño parece concentrarse, las cuales no son ni grietas de la unión del colaminado ni bandas de deslizamiento. En las figuras 3.14-3.23 se muestran las micrografías obtenidas a 200× y 800× de las láminas recocidas. En esta secuencia (a 800×) se puede ver claramente como los granos, tanto de aluminio como de estaño, empiezan a crecer.

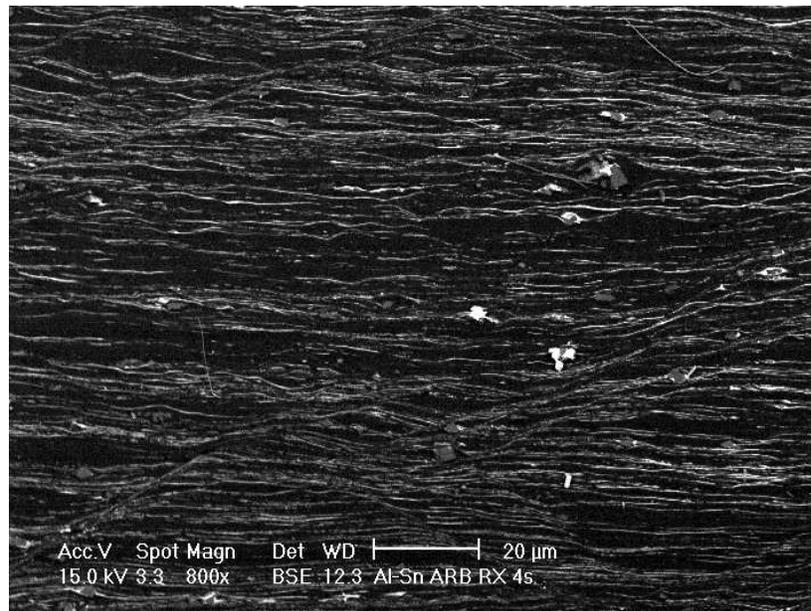


Figura 3.12: Microestructura obtenida después de 4 pasos de ARB para el material previamente recocido,  $\varepsilon = 3.71$ .

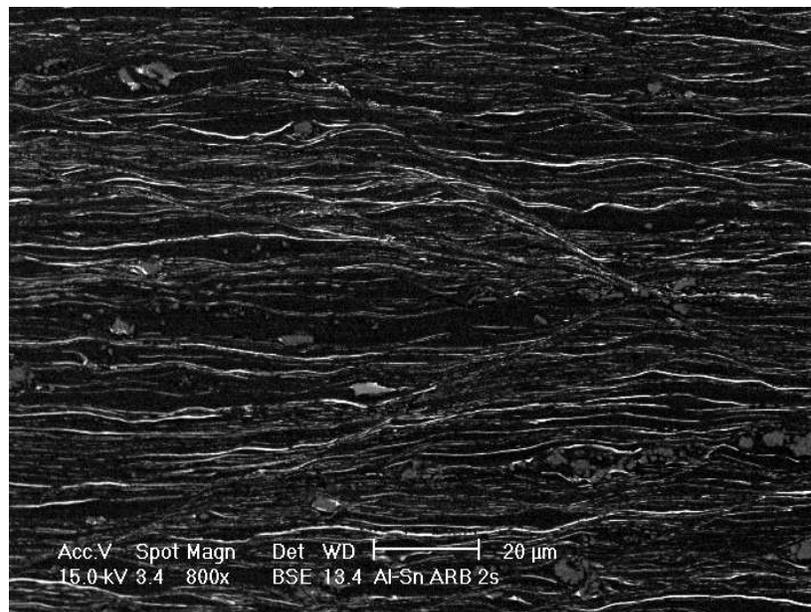


Figura 3.13: Microestructura correspondiente a 2 pasos de ARB y 2 pasos adicionales de LC,  $\varepsilon = 5.78$ .

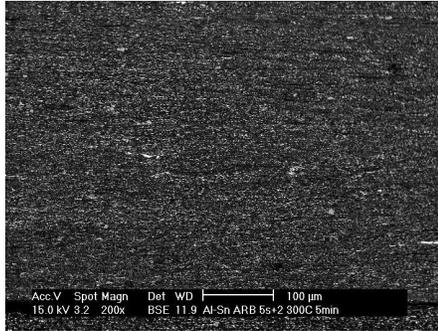


Figura 3.14: Después de 5 min de recocido, 200×. El Sn se distribuye uniformemente a excepción de algunas zonas, donde está concentrado.

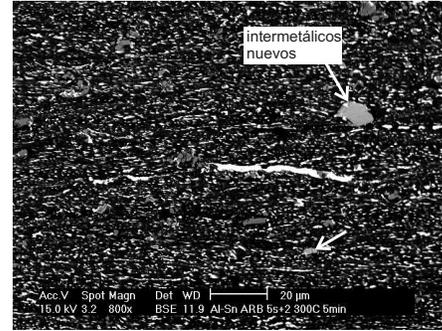


Figura 3.15: Después de 5 min de recocido, 800×. Los intermetálicos (tonos grises intermedios) aparecen muy rápidamente con el recocido.

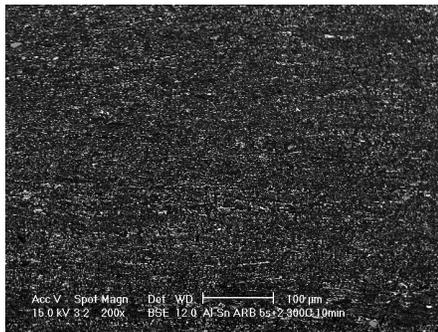


Figura 3.16: Después de 10 min de recocido, 200×.



Figura 3.17: Después de 10 min de recocido, 800×.

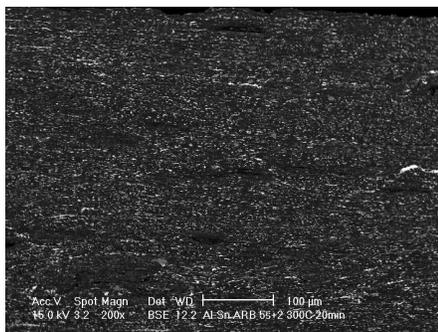


Figura 3.18: Después de 20 min de recocido, 200×. El material presenta zonas con grietas. El estaño no se concentra en esas zonas. Los granos empiezan a verse más grandes.

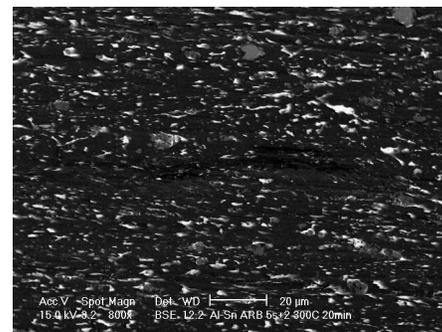


Figura 3.19: Después de 20 min de recocido, 800×. A mayores aumentos se aprecia como las grietas quedan vacías, evidencia de que el recocido no beneficia la unión.

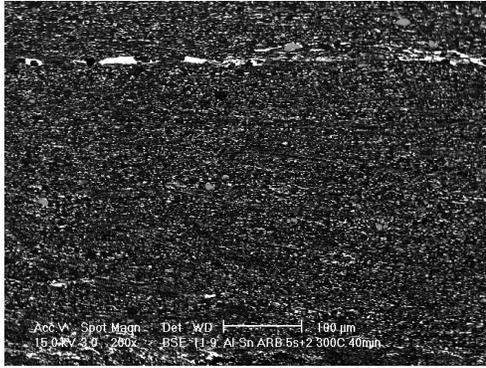


Figura 3.20: Después de 40 min de recocido, 200×. En la parte superior parece que el Sn queda atrapado en una zona específica.

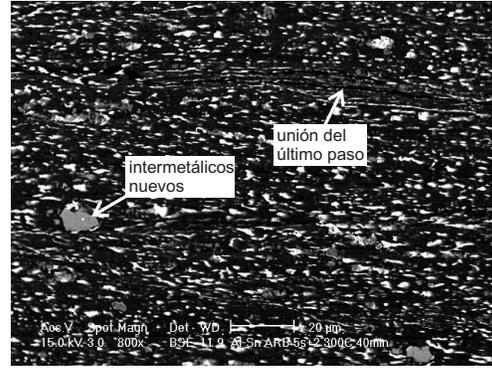


Figura 3.21: Después de 40 min de recocido, 800×. La unión del último paso sigue sin tener concentraciones mayores de Sn. Los intermetálicos que se forman son granos nuevos, ya que no están fracturados y son equiaxiales.

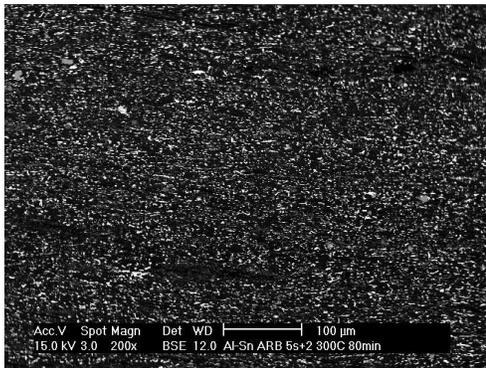


Figura 3.22: Después de 80 min de recocido, 200×. El material sigue siendo homogéneo en su mayor parte.

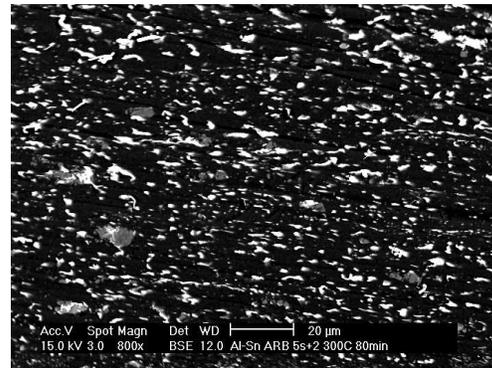


Figura 3.23: Después de 80 min de recocido, 800×. Los granos son más grandes. La gran cantidad de intermetálicos se aprecia en tonos de gris medios.

## 3.2. Ensayos de Tracción

### 3.2.1. Colaminado acumulado

En la figura 3.24 se muestran los resultados obtenidos de los ensayos de tracción para las probetas de 1 a 5 pasos de colaminado acumulado. Las curvas tienen una repetibilidad aceptable a excepción de aquellas en las cuales las probetas fracturaron prematuramente debido a que tuvieron defectos (mala unión). Los esfuerzos máximos alcanzados, concuerdan con el

número de pasos de ARB, aumentando conforme aumenta la deformación. Sin embargo, la deformación máxima alcanzada varía ampliamente. Esto también tiene que ver con los defectos presentes en las probetas.

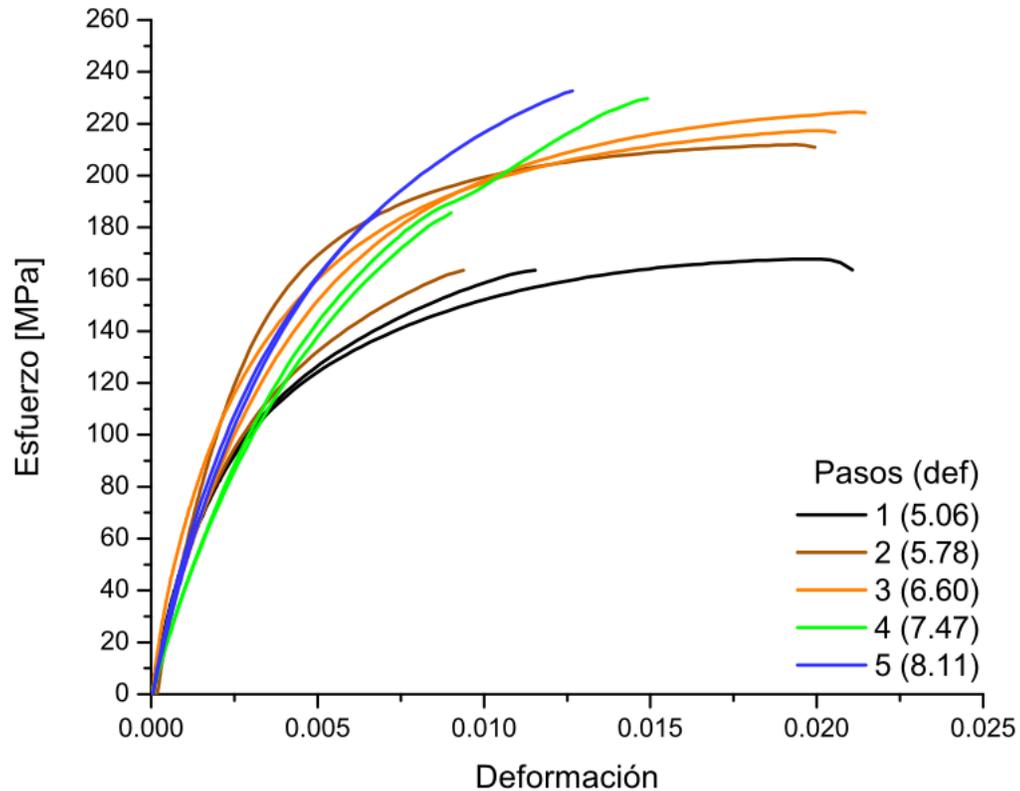


Figura 3.24: Resultados de los ensayos de tracción mostrando las curvas esfuerzo-deformación de las probetas de 1 a 5 pasos de ARB.

Los esfuerzos máximos obtenidos de las curvas esfuerzo-deformación se presentan en la figura 3.25. Algunas probetas sufrieron una fractura prematura debido a defectos en la fabricación de la probeta. Esto se puede ver en la figura 3.26, donde se muestra una separación entre las láminas que forman la probeta, correspondiente a la unión del último paso de colaminado. A pesar de esto, el simple hecho de haber obtenido probetas de tracción de ensayos de colaminado acumulado es un resultado significativo, ya que en la mayoría de los artículos estudiados [38, 43, 45, 57, 60, 61, 71] sólo se mencionan análisis de microdureza, debido a que el material obtenido no es suficiente como para obtener las probetas de tracción.

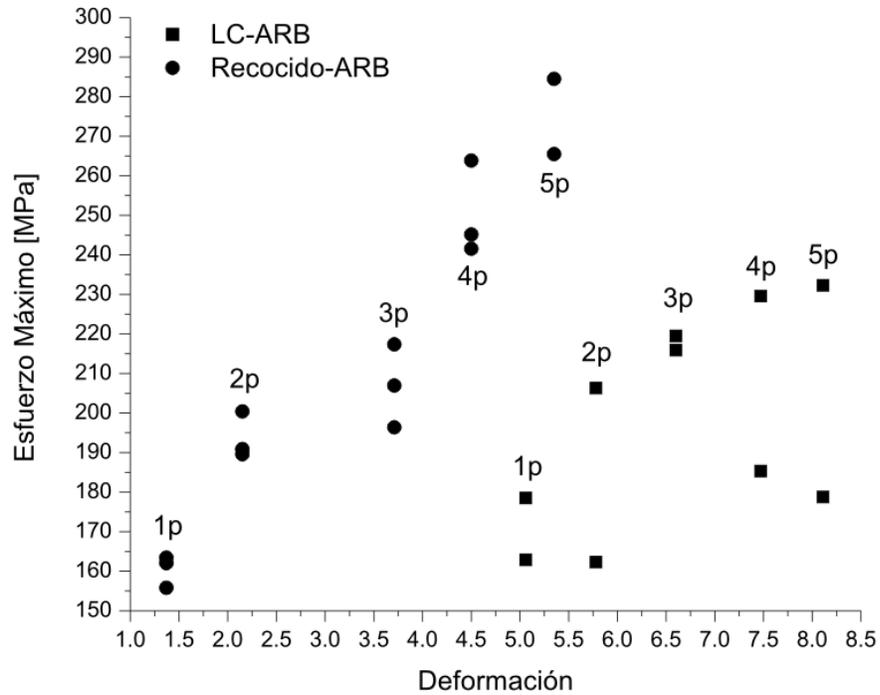


Figura 3.25: Esfuerzos máximos obtenidos de las curvas esfuerzo-deformación de las probetas de 1 a 5 pasos (1p a 5p) de colaminado acumulado para el material de LC y previamente recocido.

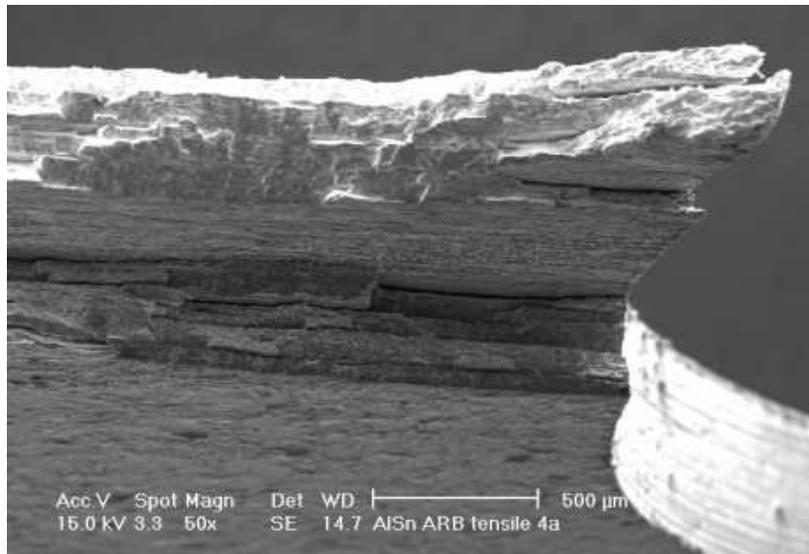


Figura 3.26: Fotografía de la zona de fractura de una de las probetas de tracción de 4 pasos de ARB mostrando una fractura prematura debido a una mala unión en el último paso.

En la figura 3.27 se muestra una fotografía de una de las probetas de tracción de 2 pasos de ARB que fracturaron prematuramente. En la parte inferior de la figura (zona de fractura) se ven claramente las capas de las láminas correspondientes al último paso. La unión no fue lo suficientemente buena. Esto se debe principalmente a que la distancia entre los átomos no alcanza a ser lo suficientemente pequeña para que se de la unión\*.

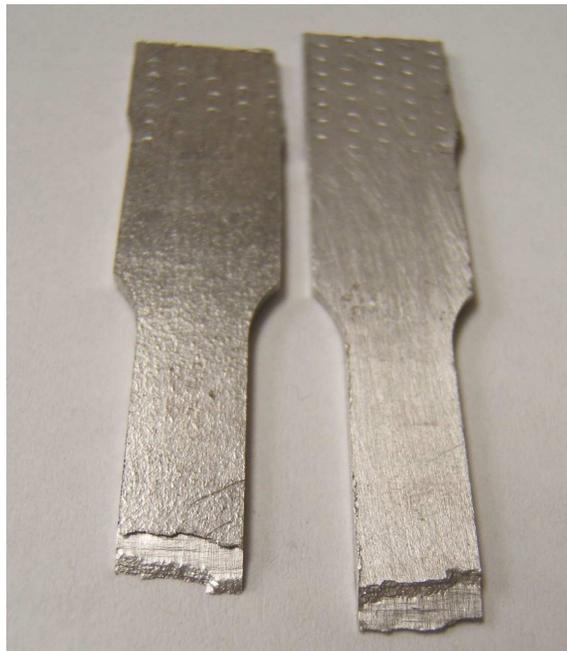


Figura 3.27: Fotografía de una probeta de tracción de 2 pasos de ARB, mostrando una fractura prematura.

Algunas de las probetas de tracción mostraron zonas de fractura en donde se podían distinguir claramente las separaciones entre las láminas. En la figura 3.26 se tiene una separación entre las láminas durante el ensayo de tracción. Sin embargo, en otras de las probetas se tienen zonas de fractura mucho más uniformes. En la figura 3.28 se muestra una de ellas. La zona central de la probeta tiene una fractura limpia y los planos de unión de las láminas no se encuentran bien definidos. En la orilla de la probeta (parte izquierda de la figura) existe una zona con deformación debido al maquinado.

---

\*ver sección 4.2

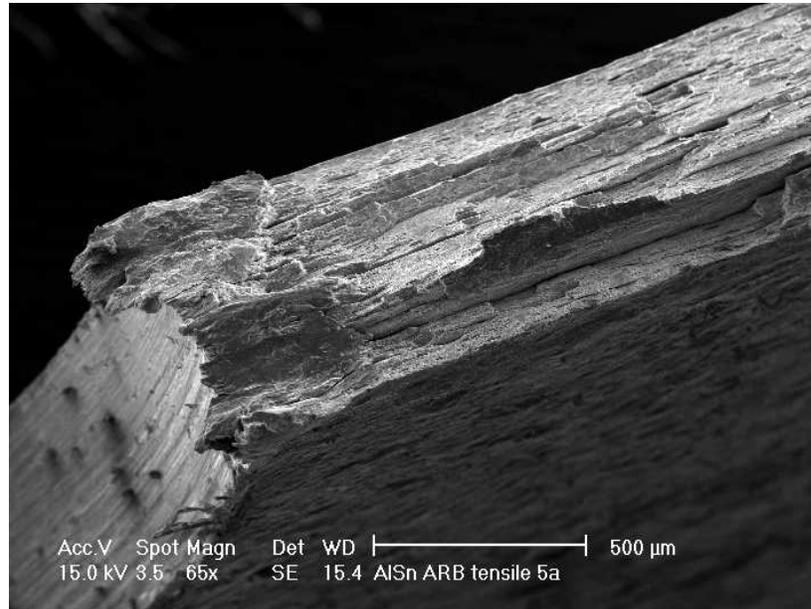


Figura 3.28: Fractura de una probeta de tracción de 5 pasos de ARB. La parte central presenta una fractura limpia donde no están bien definidos los planos de las uniones.

Después del maquinado, las láminas simplemente no estaban bien unidas. En las figuras 3.29 y 3.30 se muestra una micrografía en electrones retrodispersados de la zona de fractura de una probeta de tracción. La formación de un cuello demuestra que se está alcanzando la deformación plástica durante el ensayo. En el centro de la lámina se alcanza a ver una grieta que corre a lo largo de la probeta. Esto es debido a la unión del último paso. En este caso, la unión es suficientemente buena como para mantener las láminas unidas durante el ensayo. Sin embargo, al existir pequeñas zonas donde la unión es deficiente, los esfuerzos se concentran, dando lugar a la fractura.

La fractura en el material producido por laminado convencional se da por capas (figura 3.31). En el material producido por colaminado acumulado se presentan algunas zonas con el mismo comportamiento (figura 3.32). Sin embargo, las microcavidades que se muestran en la figura 3.33 parecen indicar el desprendimiento de granos completos. Invariablemente, la fractura se está dando en la zona dúctil de deformación.

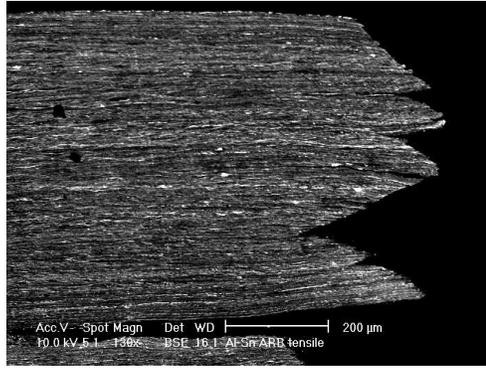


Figura 3.29: Zona de fractura de una probeta de tracción. La formación de un cuello es evidente. Las fracturas a  $\sim 45^\circ$  se ven interrumpidas por las láminas de cada paso.

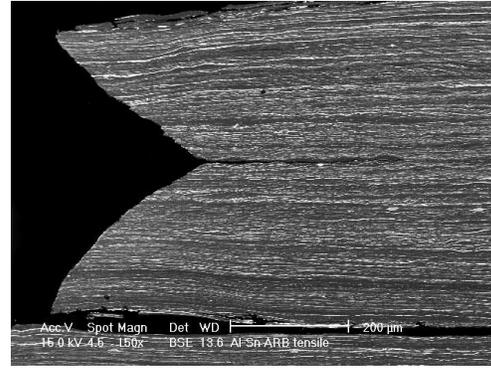


Figura 3.30: Micrografía de una probeta de tracción. La zona del lado izquierdo presenta fracturas aproximadamente a  $45^\circ$  pero en diferentes direcciones. También se aprecia la formación de un cuello, lo que indica que se está alcanzando la deformación plástica en el material.

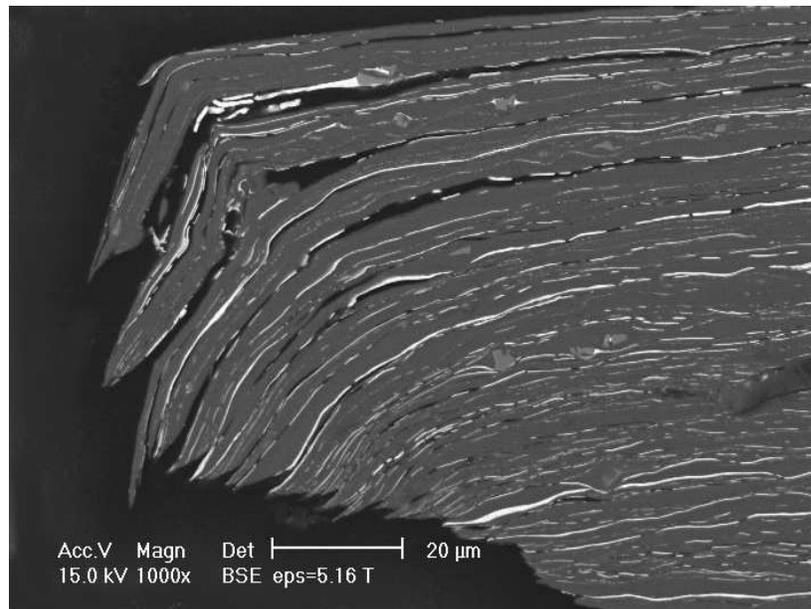


Figura 3.31: Imagen de la zona de fractura de una probeta de tracción de la aleación Al-Sn producida por laminado convencional. La probeta sufrió daños durante la preparación de la muestra, sin embargo, demuestra como la fractura se da por capas. El material parece estar formado por fibras.

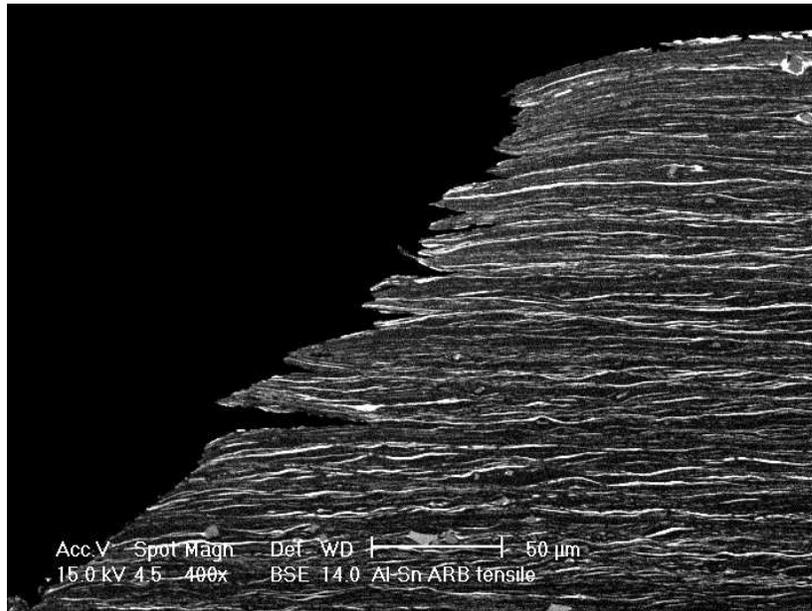


Figura 3.32: Zona de fractura de una probeta de tracción mostrando como la separación de las capas es responsable de la fractura.

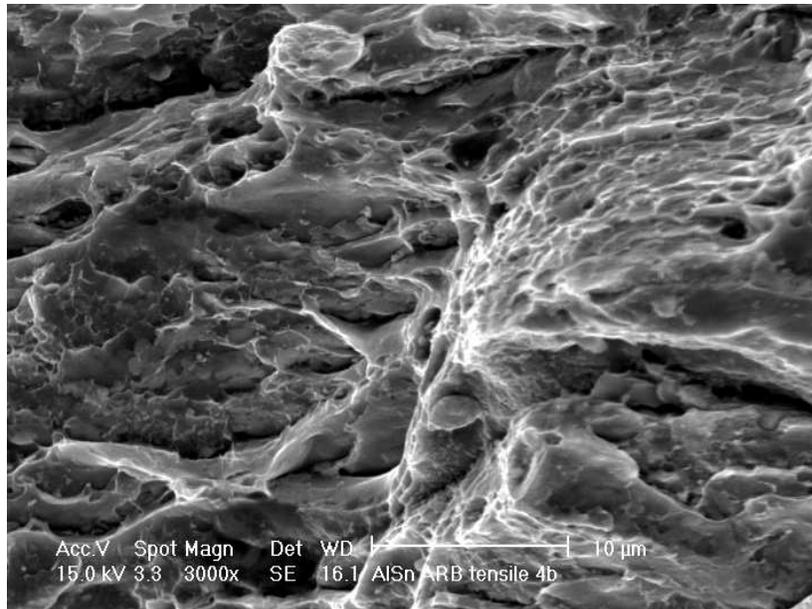


Figura 3.33: Zona de fractura de una probeta de tracción. A 3000× se distinguen las microcavidades, indicando deformación dúctil antes de la fractura.

### 3.2.2. Colaminado acumulado de láminas recocidas

Las láminas de 1 mm recocidas presentan una mayor ductilidad y una microestructura distinta. Debido a esto, realizar el colaminado acumulado es más sencillo y produce menos grietas. Esto se ve reflejado en la facilidad de realizar el proceso y en el material de buena calidad obtenido. Para la fabricación de probetas de tracción se tuvo más material disponible.

En la tabla 3.1 se encuentra resumida la información de las probetas de tracción obtenidas. Para las láminas de 7 pasos de ARB no fue posible maquinar probetas de tracción debido a la gran cantidad de grietas presentes. La deformación inicial es igual a cero ya que la recristalización elimina todos los efectos de deformaciones previas en el material [19, 20, 63, 69]. A estas láminas también se les dieron los dos pasos adicionales de laminado convencional. Los valores de la deformación obtenida en estos 2 pasos de LC se encuentran en la tabla 2.2.

Los resultados de los ensayos de tracción para láminas de 1 a 5 pasos de colaminado acumulado previamente recocidas a 300 °C durante 30 minutos se presentan en la figura 3.34. Los esfuerzos máximos alcanzados después de 3 pasos de ARB están por arriba de los obtenidos para los ensayos de tracción de láminas con deformación previa de  $\varepsilon=3.57$ . En la figura 3.25 se muestran los esfuerzos máximos obtenidos para ambos casos. Las probetas de 6 pasos de ARB tuvieron una fractura prematura, en la zona elástica, por lo que las curvas  $\sigma - \varepsilon$  no se incluyeron en los resultados.

Tabla 3.1: Probetas de tracción obtenidas a partir de láminas recocidas, indicando la deformación obtenida.

Pasos de ARB	Deformación	Número de probetas de tracción
1	1.37	3
2	2.15	3
3	2.95	3
4	3.71	3
5	4.50	3
6	5.35	3

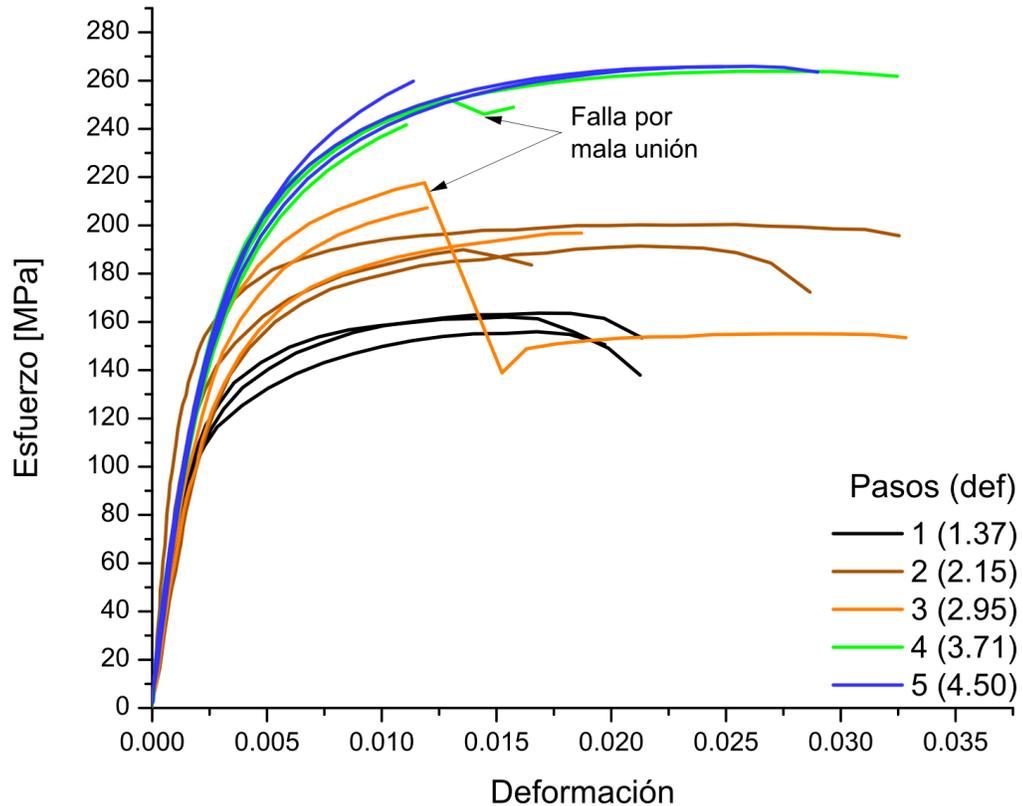


Figura 3.34: Curvas esfuerzo-deformación de las probetas de 1 a 5 pasos de ARB a partir de láminas recocidas.

### 3.2.3. Recocido de láminas con 5 pasos de colaminado acumulado

Como ya se mencionó, para recuperar la ductilidad de un material altamente deformado, es necesario darle algún tratamiento térmico. En este caso los 5 pasos de ARB corresponden a una deformación de von Mises de 8.11 (tabla 2.1). En estudios previos se han analizado las temperaturas y tiempos de recocido óptimos para esta aleación [19,20]. La tabla 2.3 resume las probetas obtenidas para cada tiempo de recocido.

En la figura 3.35 se muestran las curvas  $\sigma - \varepsilon$  de los ensayos de tracción para los diferentes tiempos de recocido. La ductilidad aumenta (aunque no de una manera considerable), si se compara con los resultados mostrados en la figura 3.24 de ARB con láminas previamente deformadas. Sin embargo, si se compara con la figura 3.34 de ARB con láminas recocidas, es casi igual. La resistencia obtenida es mucho menor que en los otros dos casos, lo cual se ve

en la figura 3.36. En la figura 3.37 se muestran las máximas deformaciones alcanzadas para las láminas con diferentes tiempos de recocido.

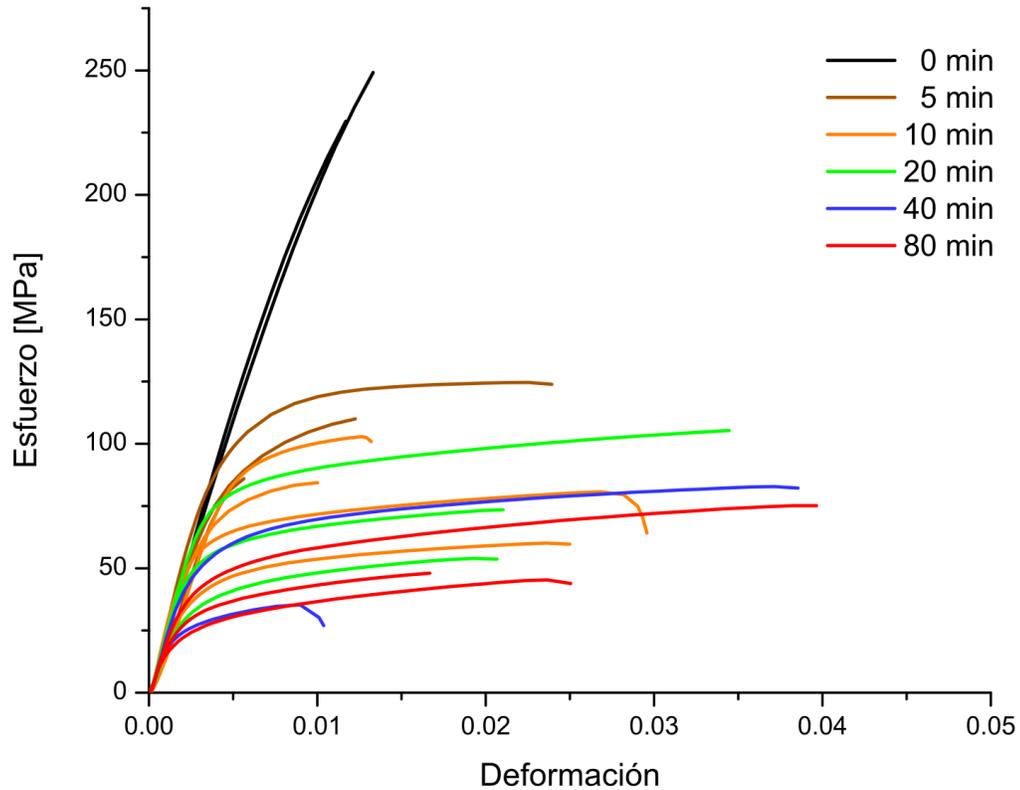


Figura 3.35: Curvas esfuerzo-deformación de las probetas de 5 pasos de ARB recocidas.

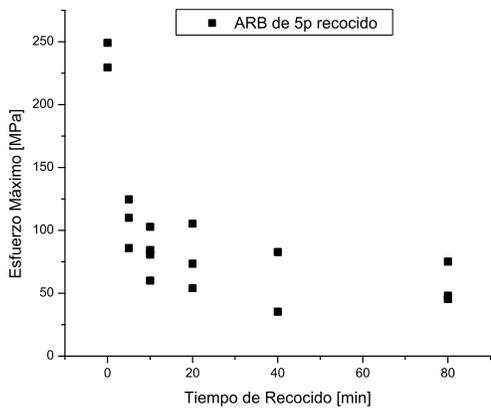


Figura 3.36: Esfuerzos máximos de las probetas de 5 pasos de ARB recocidas.

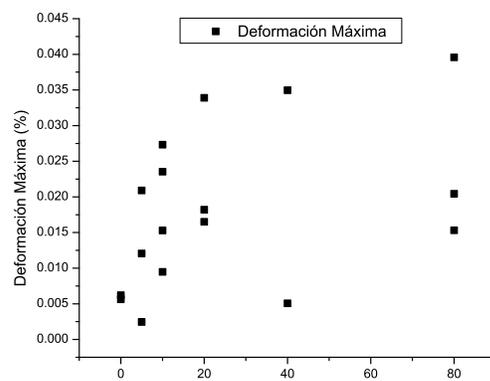


Figura 3.37: Deformaciones máximas de las probetas de 5 pasos de ARB recocidas.

Casi todas las probetas presentaron defectos después del recocido (que no parecían estar presentes antes), en algunos casos separando las láminas en varias partes. La resistencia máxima obtenida fue de  $\sim 124$  MPa para una probeta sin defectos, recocida durante 5 minutos (figura 3.36).

### 3.3. Microdureza

Los resultados de los ensayos de microdureza no mostraron una buena correlación con los valores de esfuerzo de cedencia obtenidos en los ensayos de tracción. En la figura 3.38 se presentan los valores obtenidos de microdureza Vickers para las láminas con y sin los 2 pasos adicionales de laminado convencional después del colaminado acumulado. También se presentan los valores de microdureza para el material sometido a laminado convencional. Para la deformación máxima alcanzada en LC se tiene un valor de microdureza un poco menor que en ARB para la misma deformación. Sin embargo, esta dentro de un rango aceptable.

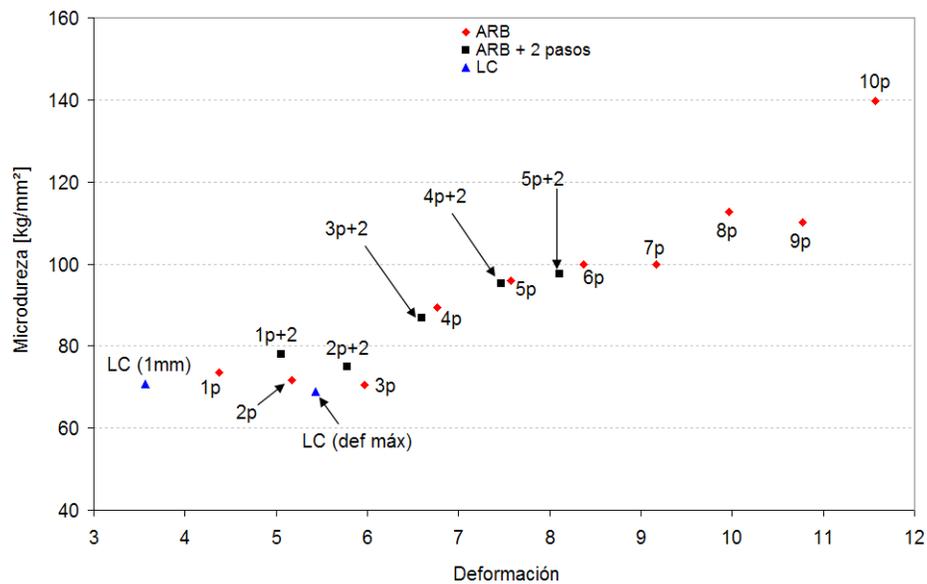


Figura 3.38: En esta gráfica se presenta la relación de la microdureza obtenida en función de la deformación, para laminado convencional (LC, en 1 mm y deformación máxima alcanzada) y colaminado acumulado hasta 10 pasos (indicado por 1p a 10p). También se incluyen las láminas con 2 pasos adicionales de LC (indicadas por 1p+2 a 5p+2).

Los puntos de las probetas con los 2 pasos adicionales se ajustan muy bien a los puntos obtenidos sin ellos (caen dentro de una misma curva). Esto quiere decir que la resistencia depende principalmente de la deformación en el material. Para 10 pasos de ARB se tiene una microdureza de  $140 \text{ kg/mm}^2$ , lo cual es un valor considerablemente alto cuando se habla de aleaciones de aluminio. Los valores obtenidos después de los 8 pasos parecen indicar un muy rápido aumento en la resistencia a deformaciones muy altas ( $\varepsilon > 10$ ).

Para las láminas con recocido previo se tiene que, por debajo de 5 pasos, las láminas con pasos adicionales tienen una menor microdureza (figura 3.39). Para una deformación de 6.25 (7 pasos de ARB y 2 de LC) se tiene una microdureza mayor a  $110 \text{ kg/mm}^2$ . Este valor de microdureza está muy arriba del obtenido a la misma deformación, iniciando con el material laminado ( $\sim 80$ ). Sin embargo, para 7 pasos con el material recocido, el valor es muy parecido al valor de 7 pasos para el material laminado ( $\sim 100$ ). Tomando en cuenta que los valores de deformación son  $\varepsilon = 5.6$  y  $\varepsilon = 9.17$  respectivamente, se tiene que la microdureza obtenida depende únicamente de la deformación obtenida en el colaminado acumulado y de la microestructura inicial y no de la deformación inicial. El mismo comportamiento se observa también para los pasos 1 a 6.

Para las láminas de 5 pasos recocidas se tiene que después de tan solo 5 minutos, la microdureza ha disminuido a un valor menor a los  $70 \text{ kg/mm}^2$ . Los datos obtenidos de estas se encuentran en la figura 3.40. Es evidente que para el material recocido los ensayos de tracción no son consistentes. Los esfuerzos máximos, deformaciones máximas y límites de cedencia varían ampliamente. Debido a la gran cantidad de defectos que se tuvieron en las probetas, las curvas tienen una repetibilidad pobre. Sin embargo, los resultados de los ensayos de microdureza demuestran que a tiempos muy cortos de recocido, el material pierde prácticamente toda la resistencia que se obtiene con el proceso de deformación.

Las indentaciones obtenidas fueron suficientemente grandes como para abarcar las dos fases presentes en el material. En la figura 3.41 se aprecia como el tamaño de la indentación es mayor en una diagonal. Esto se debe a la textura que presenta, lo cual se traduce en una fuerte anisotropía. En la figura 3.42 se ve como el estaño se libera cuando el indentador se retira, debido a los esfuerzos residuales que deja la indentación.

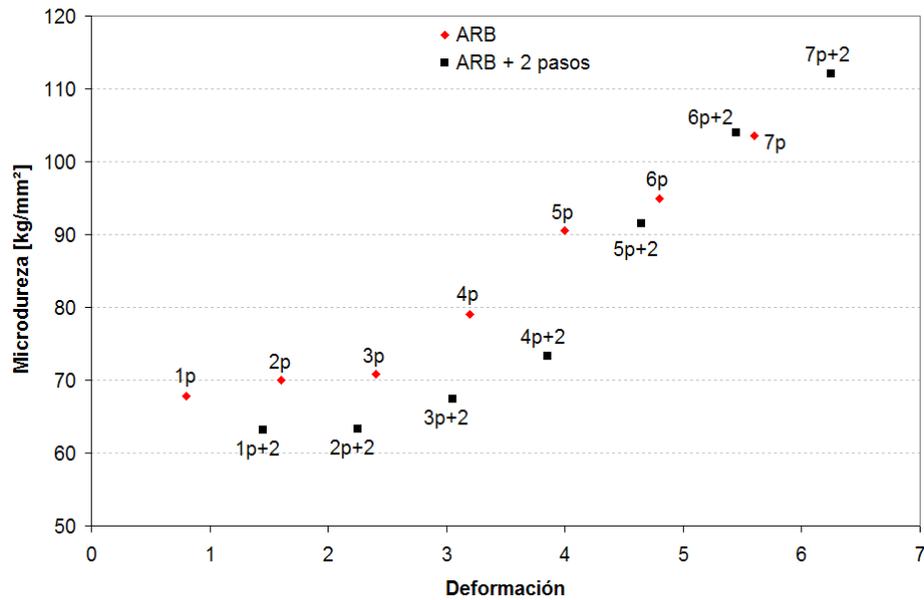


Figura 3.39: Microdureza en función de la deformación para las láminas previamente recocidas, mostrando los valores para el material con dos pasos adicionales de LC y sin ellos.

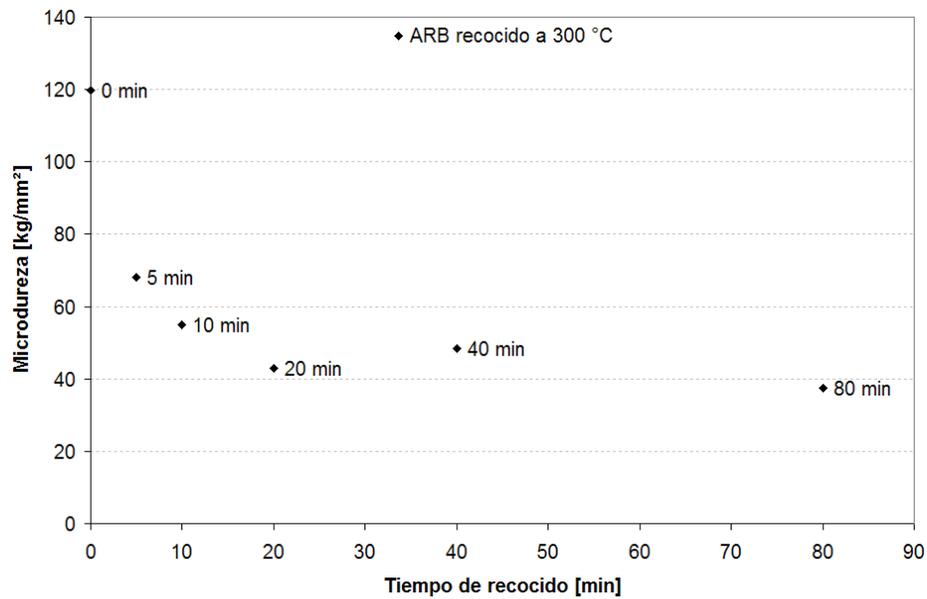


Figura 3.40: Aquí se presenta la microdureza en función del tiempo de recocido para las láminas con 5 pasos de ARB.

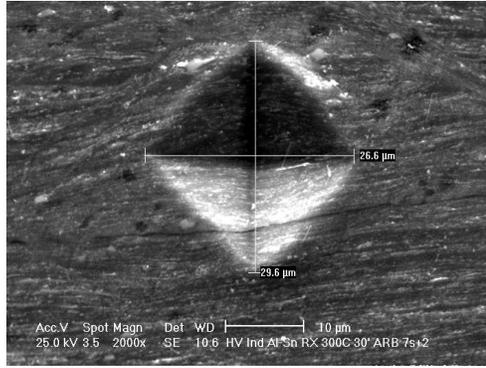


Figura 3.41: Micrografía de una indentación producto del ensayo de microdureza. La anisotropía del material se ve reflejada en la forma de la indentación: las diagonales verticales (dirección normal) fueron mayores que las horizontales (dirección de laminado).

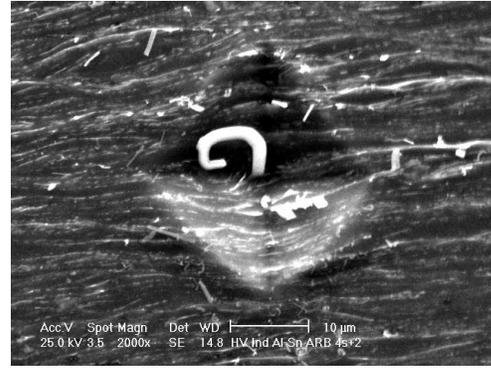


Figura 3.42: Micrografía de una indentación correspondiente a 4 pasos de ARB con 2 pasos adicionales mostrando un whisker de estaño formado al liberar esfuerzos residuales [72].

### 3.4. Difracción de Rayos-X

En la figura 3.43 se muestran los patrones de difracción para el material recocido, con deformación máxima de laminado convencional y 5 y 10 pasos de colaminado acumulado. Los picos de difracción están bien definidos, lo cual indica que el material es cristalino. La intensidad de algunos picos en el material recocido se ve disminuida conforme aumenta la deformación. Esto se debe principalmente a que el material adquiere una orientación preferencial en la dirección de laminado. También se da un corrimiento de los picos que puede ser debido al aumento de solubilidad sólida en la red de aluminio.

Los picos del LC muestran un corrimiento hacia valores mayores de  $2\theta$ , sin embargo, después de 5 pasos de ARB estos picos regresan a valores menores de  $2\theta$ . Para 10 pasos de ARB todos los picos de Al muestran una intensidad menor, lo que sugiere que el material está perdiendo cristalinidad. Los picos de Sn también se ven disminuidos, a excepción del (112), lo que sugiere que el estaño está adquiriendo una orientación preferencial. En la tabla 3.4 se resumen los principales factores de modificación de los perfiles de los picos de difracción.

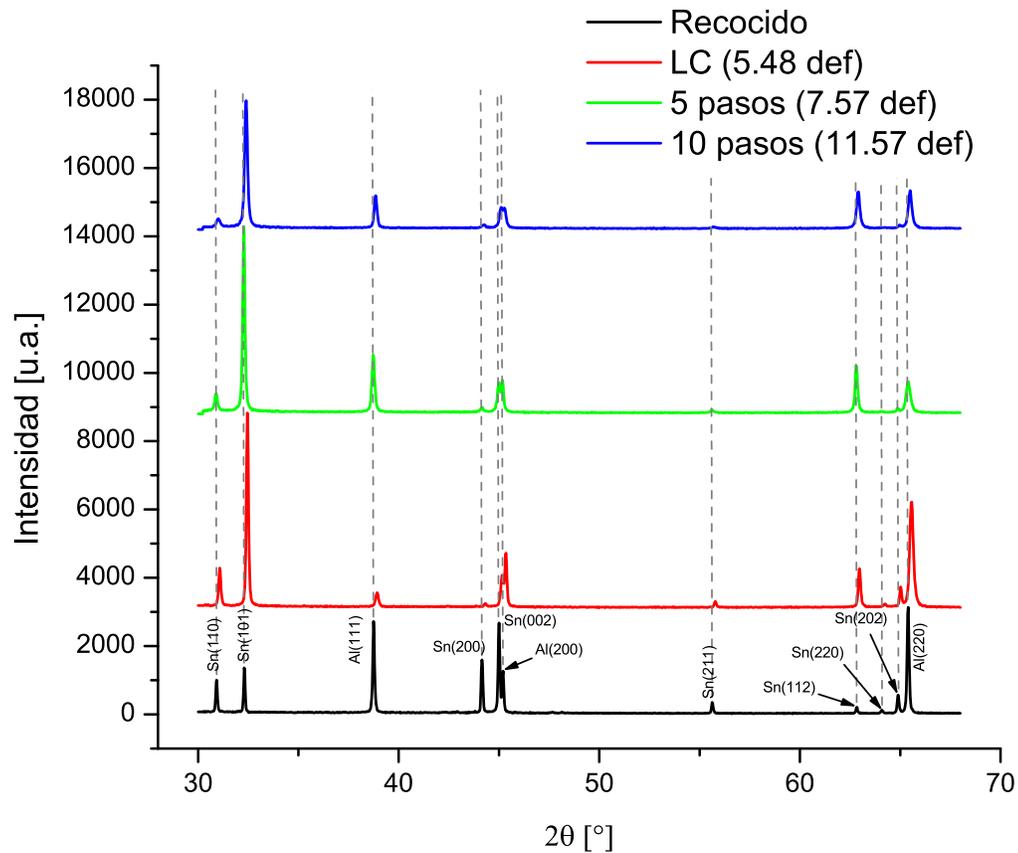


Figura 3.43: Patrones de difracción de rayos-X del material recocido, deformación máxima en laminado convencional, 5 y 10 pasos de ARB.

Tabla 3.2: Modificaciones de los picos de difracción de rayos-X

Efectos	Causas
Corrimiento de picos	Distorsión en la red cristalina, aumento en solubilidad sólida.
Aumento del ancho	Instrumental, microdeformaciones, tamaño de cristalito.
Disminución en la intensidad	Cambio de cantidad de cada fase, textura, baja cristalinidad, baja intensidad por la deformación.
Asimetría	Microdeformaciones anisotrópicas, distribuciones de las fases presentes.

## Capítulo 4

---

### Discusión

---

#### 4.1. Proceso de Deformación

Lo que se busca para obtener materiales nanocristalinos es reducir el tamaño de grano mediante procesos de deformación plástica severa. Estos procesos pueden llegar a formar microestructuras de grano extremadamente fino y nanocristalinas. El refinamiento de grano se da mediante la deformación. Los límites de grano de ángulo pequeño se van convirtiendo en límites de grano de ángulo grande, formando subgranos. La relación de límites de grano de ángulo grande a límites de grano de ángulo pequeño va aumentando. La resistencia del material también aumenta, siguiendo la ley de Hall-Petch, hasta llegar a un tamaño de grano crítico (20 nm). Sin embargo, en el rango alcanzado en este trabajo, por el momento, no se considera un problema llegar a estar por debajo de este valor. Mientras los granos se mantengan en tamaños entre 200 y 100 nm, se tendrán las propiedades deseadas.

Los materiales nanoestructurados en general presentan una baja ductilidad. Esto se ha relacionado con el bajo endurecimiento por trabajo en frío debido a que, como sus granos son tan pequeños, las dislocaciones no se pueden acumular fácilmente. Es posible que el maclaje pueda aumentar el endurecimiento y a su vez la ductilidad de estos materiales [28, 73–75].

Por lo general las aleaciones con entalpía de mezcla positiva no forman fases completamente amorfas cuando se procesan por deformación plástica. Los procesos de solidificación rápida pueden formar aleaciones amorfas con

partículas nanocristalinas dispersas, sin embargo la cantidad de material que se puede fabricar es baja. Si se considera que para obtener las microestructuras amorfas con partículas nanocristalinas dispersas en la matriz se requiere de un proceso de deformación plástica severa y considerando que esto se da en el desgaste en aplicaciones tribológicas, es posible que teniendo un material con granos extremadamente finos, el mismo proceso de desgaste vaya formando este tipo de microestructuras [2, 18, 76].

Se ha visto que los parámetros para la formación de la microestructura de materiales amorfos son varios, principalmente la composición y la habilidad para formar vidrios metálicos. También la ruta de procesamiento puede afectar la microestructura. La relación de radios atómicos entre el Al y Sn es de 0.89 [77]. Sin embargo, la relación de radios atómicos no resulta ser tan importante para formar aleaciones amorfas en sistemas binarios con entalpía de mezcla positiva [13, 27, 52].

En el diagrama de fase en equilibrio (figura 1.1) se ve que la solubilidad del estaño en el aluminio a temperatura ambiente es casi cero. El mismo caso se presenta en la figura 1.6 entre el hierro y el aluminio. Los valores de deformación alcanzados en este trabajo no son lo suficientemente grandes como para formar fases amorfas, pero sí para aumentar la solubilidad sólida entre los dos componentes [10, 38, 45, 50, 62].

## 4.2. Unión Durante el Proceso de Colaminado Acumulado

Se obtuvo una unión relativamente buena durante los procesos de colaminado de la aleación Al-Sn. Fue posible llegar hasta diez pasos de colaminado acumulado. Las grietas evolucionan rápidamente, disminuyendo la cantidad de material. La unión depende en su mayor parte de la apertura de los rodillos y de la temperatura de las láminas. Cuando los rodillos quedaban un poco más cerrados (reducciones  $>50\%$ ) de lo que deberían, se presentaron defectos graves pero uniones muy buenas. En cambio, cuando estaban más abiertos (reducciones  $<50\%$ ), las láminas quedaban unidas únicamente de la parte frontal o de la parte media y fué fácil despegarlas.

Hasta este momento, la unión no ha sido explicada de una manera satisfactoria. Una posible explicación del mecanismo de unión entre las láminas

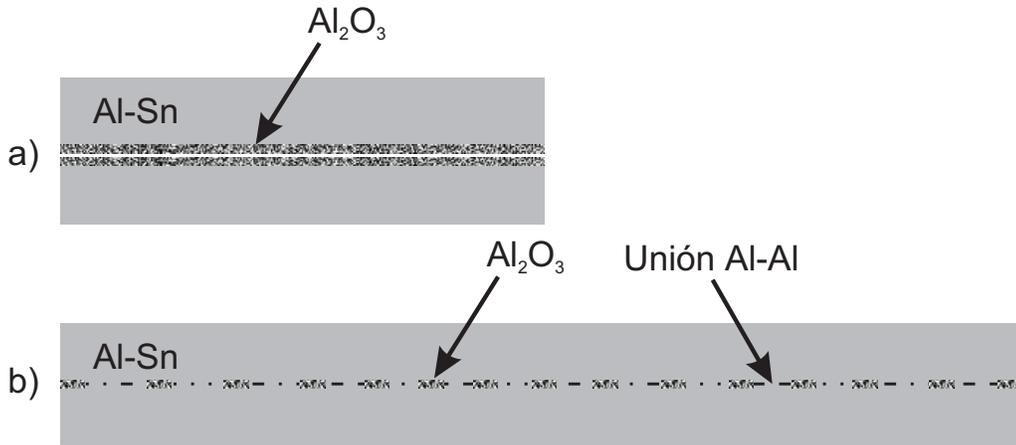


Figura 4.1: Fractura de los óxidos superficiales que existen en las láminas. a) Antes de la deformación, b) Después de la deformación.

es que esta se da por aleado mecánico. La capa de óxido superficial se remueve durante el lijado, pero se vuelve a formar casi instantáneamente. El uso de acetona no solo sirve para desengrasar sino también para limpiar los residuos que se generan durante el lijado. Las asperezas que se forman sirven para aumentar tanto el área superficial como los puntos de contacto entre las dos láminas.

La adhesión se da en el contacto de las asperezas [78], por lo que aumentando el número de asperezas se debe obtener una mejor unión de las láminas. Debido a que el óxido de aluminio es frágil, durante la deformación las capas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> se fracturan, exponiendo zonas de contacto libres de óxidos. En la figura 4.1 se ilustra este mecanismo. Donde se tiene contacto entre aluminio y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, aluminio y estaño y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y estaño, no va a existir una buena unión. El contacto entre aluminio y aluminio resulta en la unión de los granos. Las orientaciones de los granos no necesariamente serán las mismas, por lo que se forman nuevos límites de grano en la zona de unión. En la figura 4.2 se presenta una gráfica de la separación contra la energía de adhesión, donde se muestra la unión de aluminio con aluminio.

La adhesión se debe dar cuando la distancia entre los átomos alcanza un valor de equilibrio ( $r_e$ , figura 4.3). Cuando la distancia entre átomos de las dos láminas disminuye hasta alcanzar un valor menor al punto de inflexión indicado en la figura 4.3, los átomos se van a unir. En realidad el valor de la distancia de equilibrio oscila alrededor del mínimo  $r_e$ , debido a las

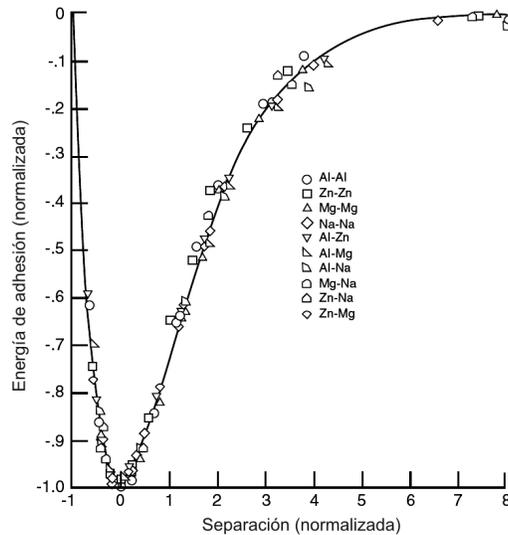


Figura 4.2: Energía de adhesión normalizada como función de la separación normalizada para algunos sistemas metálicos [78].

vibraciones térmicas presentes. El material se encuentra a una temperatura cercana a la del ambiente, además, en la figura 4.3 se considera que hay vacío entre los átomos. En este caso se tiene aire, lo cual también modifica la distancia de equilibrio y por consiguiente la unión. También existe adsorción en las láminas, contaminación y humedad que afectan la unión.

Dando un leve calentamiento con la secadora de aire se obtuvieron uniones mucho mejores que realizando el proceso a temperaturas más bajas. Al inicio se vio que después de limpiar las láminas con acetona tenían una temperatura menor, debido a la evaporación de la misma. Después de dejar que las láminas regresaran a la temperatura ambiente presentaron mejor unión. Por ello se decidió darles el calentamiento. Como no se alcanzaron temperaturas mayores de 45 °C, no se dio una recristalización considerable. Además, el tiempo de calentamiento fue muy breve.

### 4.3. Tratamientos Térmicos

La selección para las probetas recocidas en 5 pasos se debió principalmente a dos factores. Primero, la relativa facilidad con la cual se llega hasta ese paso en el colaminado acumulado. Segundo, en los resultados obtenidos para los ensayos de tracción para las probetas de 6 pasos, los cuales estuvieron muy por debajo de los esperados. Los tiempos de recocido se selecciona-

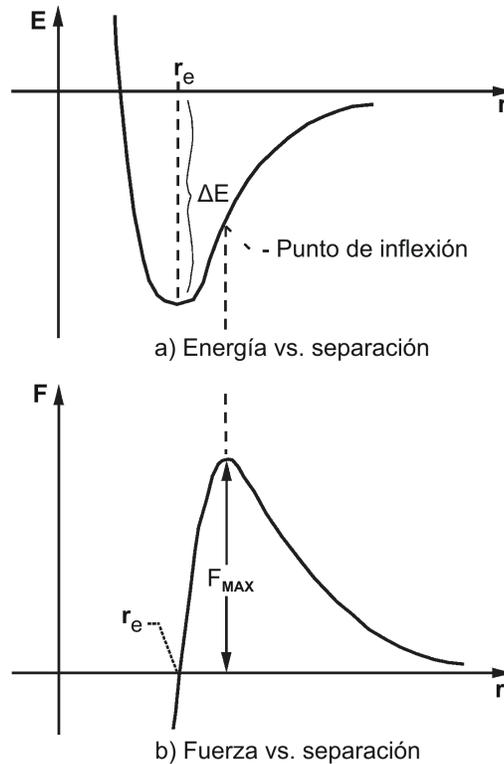


Figura 4.3: Curvas de Energía-separación atómica y Fuerza electrostática-separación atómica, indicando el radio de equilibrio ( $r_e$ ) y la energía de enlace ( $\Delta E$ ). Adaptado de [78].

ron utilizando el esquema de la tabla 2.3 para poder analizar el efecto del recocido. Sin embargo, después de tan solo 5 minutos la mayor parte de los intermetálicos ya se han formado. Para poder saber qué tan rápido se forman será necesario realizar más experimentos, por ejemplo, análisis de calorimetría diferencial de barrido.

Los resultados obtenidos del recocido de láminas de 5 pasos demuestran que para este material se pierde casi completamente el efecto de la deformación después del tratamiento térmico. La baja resistencia obtenida es comparable con el material de fundición [19, 20]. Esto se debe a que los granos de los intermetálicos Al-Fe son nuevos, lo que indica una cinética de formación y crecimiento muy acelerada, al igual que una difusión extremadamente rápida. Por otro lado, la ductilidad que se recupera es poca, alcanzándose valores máximos de 4% de deformación.

Como el material altamente deformado requiere de un tratamiento térmico para recuperar su ductilidad, los esfuerzos máximos alcanzados después del colaminado acumulado no son tan importantes si se trata de darle un uso industrial. Más importante resulta la distribución de la segunda fase en la matriz. Después de 10 pasos de ARB la distribución de Sn en el Al es excelente. Una vez realizado el tratamiento de recocido, el material presenta una distribución completamente homogénea del Sn con granos por debajo de los  $5 \mu\text{m}$ . Sin embargo, la resistencia y la microdureza se ven reducidas de una manera drástica.

## 4.4. Caracterización

Como se mencionó en la sección 3.2.1, el haber obtenido probetas de tracción normalizadas para realizar ensayos en el material producido por ARB es de gran importancia, ya que hasta ahora no se han encontrado pruebas de este tipo reportadas en la literatura. Con los resultados obtenidos se está comprobando que no hay una buena correlación entre el límite de cedencia del material y la microdureza de esta aleación. Por ello, para estudios futuros no bastará con realizar pruebas de microdureza. Los ensayos de tracción dan resultados más precisos y el maquinado de las probetas normalizadas sí es posible.

La formación de un cuello en las figuras 3.29 y 3.30 demuestra que se está alcanzando la zona dúctil de deformación durante los ensayos de tracción. También se tiene evidencia de esto en la figura 3.33, donde las microcavidades indican que antes de que se de la fractura se está dando una deformación dúctil. Sin embargo, el mecanismo de deformación en este tipo de materiales no ha sido estudiado hasta el momento, por lo que se requiere de un análisis más detallado de las fracturas en las probetas de tracción.

Algunas de las láminas no resistieron completamente el cizallado para la preparación de muestras metalográficas. Aplicando dos pasos de laminado convencional posteriores se obtiene una muy buena unión entre las láminas, a tal grado que muchas de las probetas de tracción cumplieron su función satisfactoriamente durante los ensayos. A lo largo de los diferentes pasos de ARB se vio que al aplicar un mayor tiempo de calentamiento a las láminas se produce una mejor unión. A pesar de que el Sn recristalice a temperatura ambiente, es posible que a una temperatura mayor se tenga una mejor unión

y grietas más pequeñas sin sacrificar el efecto de la deformación acumulada. Además, las bandas de pasos anteriores se pueden intersectar con bandas nuevas. Esto genera un efecto de refinado aún más fuerte, pero también puede ser la causa de ciertos defectos observados. Sin embargo, estos últimos se pueden eliminar mediante los 2 pasos adicionales.

El refinamiento de grano obtenido a través del colaminado acumulado es más eficiente que el obtenido con laminado convencional. Esto se debe a una componente adicional en la deformación, la cual se concentra en algunas zonas (bandas de deslizamiento), rompiendo los listones de estaño y distribuyéndolo en el material. Las bandas de deslizamiento también ayudan a cerrar las grietas de los pasos anteriores. Éstas bandas se presentaron en el material en un rango de 35-45 grados. Es posible que una banda que se encuentra a 45° gire durante la deformación del siguiente paso. Esto es una posible explicación de los patrones observados en la figura 3.7, donde se tienen zonas periódicas con acumulación de Sn.

Comparando las microestructuras obtenidas después del laminado convencional y el ARB se sabe que el colaminado acumulado es mucho más eficiente en la distribución de la segunda fase. A niveles medios de deformación (entre 4 y 7) se tiene una mayor resistencia en el material producido por laminado convencional [19, 20, 63, 69]. Esto se debe a que, en el caso del LC, los listones largos de Sn presentan un mejor obstáculo para el movimiento de dislocaciones. Sin embargo, a altas deformaciones (mayores que 7) se tiene una mayor resistencia en el material producido por colaminado acumulado.

Después de diez pasos de colaminado acumulado, el material ya no muestra bandas de deslizamiento tan pronunciadas como en los pasos anteriores. El estaño se encuentra distribuido homogéneamente a excepción de algunas zonas con forma de onda donde parece estar concentrado. Las partículas de estaño se reducen a tamaño nanométrico, con los listones de estaño fracturados a lo largo de todo el material. A mayores aumentos los límites de grano entre el estaño y el aluminio son difusos, lo cual puede ser por un desequilibrio termodinámico debido a la deformación o por un efecto electro-óptico (generado por el volumen de interacción) cuando se utilizan electrones retrodispersados [79]. Los resultados de difracción de rayos-X parecen indicar que efectivamente se está dando una distorsión en la red cristalina por un aumento de solubilidad sólida.

Para poder comprender mejor el efecto de los dos pasos adicionales de laminado convencional se realizaron las pruebas de microdureza. El resultado (figura 3.38) indica que la resistencia obtenida depende únicamente del nivel de deformación. La deformación obtenida en los pasos adicionales se encuentra resumida en las tablas 2.1 y 2.2. Sin embargo, no se tiene una buena correlación entre los resultados de los ensayos de tracción y la microdureza.

Los datos en la microdureza después de los 8 pasos de colaminado acumulado parecen indicar un muy rápido aumento en la resistencia a deformaciones muy altas. Para verificar esto es necesario realizar nuevamente los experimentos y obtener muestras de deformaciones mayores a 12. Sin embargo, el proceso de ARB se vuelve más complicado a medida que van creciendo las grietas en el material, por lo que después de 8 pasos es difícil seguir con el colaminado.

En la sección 1.2.3 se mencionó que después de un proceso de DPS la microdureza en una aleación Al-Fe aumentó de 75  $H_v$  hasta 175  $H_v$  [38]. Como se puede ver en la figura 3.38, la microdureza de la aleación Al-Sn aumentó de 73  $H_v$  hasta 140  $H_v$  después de 10 pasos de ARB. Este aumento de casi el doble en la microdureza es producto de varios factores como el refinamiento de grano, la densidad de dislocaciones, distribución de la segunda fase y el aumento de solubilidad sólida en la matriz de aluminio.

Los resultados de los ensayos de difracción de rayos-X son únicamente cualitativos debido a la dificultad que se tuvo durante el refinamiento de los patrones. Considerando que hay aproximadamente 10 parámetros a ajustar y que el barrido del ángulo solo se tomó entre 30 y 68 grados de  $2\theta$ , el refinamiento se volvió muy complicado. Sin embargo, el corrimiento de los picos indica que efectivamente se está dando un aumento de la solubilidad sólida en el aluminio. Los picos de las fases  $Al_2Cu$  y  $Al_3Fe$  (o bien de  $Al_{13}Fe_4$ ) no son detectados debido al bajo contenido en la aleación.

Existen varios factores que pueden afectar el ancho de los picos en patrones de difracción de rayos-X, como efectos instrumentales, tamaño del cristalito y deformaciones en la red cristalina. Los cambios en las intensidades de los picos se dan debido a la cantidad presente de cada fase en la muestra. Sin embargo, considerando que la cantidad de cada fase permanece constante a excepción de la cantidad que se va agregando en solución sólida,

la variación en las intensidades se debe a la textura del material y a la alta deformación alcanzada [80].

El aumento en el ancho de picos se da debido a que el tamaño de grano se está reduciendo. Para el pico (111) del Al, se tiene un ancho de pico a media altura (FWHM) de  $0.1^\circ$  ( $2\theta$ ) para el material recocido, mientras que después de 10 pasos de ARB se tiene un valor de  $0.2^\circ$ . Los efectos instrumentales son los mismos, por tanto se puede considerar que el aumento se debe únicamente a los factores de tamaño de cristalito y microdeformaciones presentes en el material.

En la sección 1.3.2 se presentó un ejemplo de amorfización por deformación plástica severa. Los picos de difracción después de 10 pasos de ARB de la figura 3.43, los cuales tienen menores intensidades, demuestran que el material está teniendo una orientación preferencial. Sin embargo, cuando se tiene un material texturizado, algunos de los picos de difracción aumentan mientras que otros disminuyen. En este caso todos los picos de difracción del Al están disminuyendo, mientras que en el Sn se tiene una orientación preferencial, que se traduce en el aumento de intensidad en el pico (112) y la disminución en los demás. Además, esto indica que se está reduciendo la cantidad de fase cristalina en el material debido a la elevada deformación.

El corrimiento de los picos se da por una distorsión en la red cristalina. Conforme aumenta la deformación, los picos se corren hacia valores mayores de  $2\theta$ , lo que indica un aumento en los parámetros de la red. Es posible que algunos átomos de estaño queden atrapados dentro de la red de aluminio, probablemente de manera sustitucional. También existen efectos de microdeformaciones en la red, los cuales aumentan el ancho de los picos, aunque éstos deben estar presentes únicamente en el aluminio, ya que el estaño recristaliza a temperatura ambiente.

Se requiere de otras técnicas de caracterización para poder entender realmente qué es lo que está pasando con los límites de grano entre el aluminio y el estaño. Sin embargo, la preparación de muestras de microscopía electrónica de transmisión se vuelve muy complicada, debido a que las dimensiones de las muestras deben ser tan pequeñas que resulta difícil producirlas. Las capas de la aleación se van desprendiendo conforme se adelgaza la muestra. Además de esto, el plano de vista de las micrografías debe ser el que forman la dirección de laminado y la dirección normal para tener consistencia en los

experimentos. Esto resulta muy difícil ya que los espesores de las láminas llegan a ser menores a  $600 \mu\text{m}$ .

## 4.5. Comentarios y Recomendaciones Para la Continuación de Este Estudio

Se podría pensar que iniciando con materia prima de mayores dimensiones se podría llegar a mayores pasos de ARB, sin embargo se ha visto que los defectos inducidos por el laminado convencional se presentan independientemente del ancho del lingote. Esto implica un primer recorte de los bordes en las láminas. Para el proceso de colaminado acumulado se siguen formando grietas en los bordes. Si se tuvieran láminas más anchas se podrían recortar los bordes después de cada paso, pero una vez más, la presión en los extremos de los rodillos es menor, por lo que la unión en las orillas no sería buena y las grietas se propagarían con mayor facilidad.

Una posible solución a esto es utilizar rodillos de diámetro menor o realizar el colaminado a una temperatura mayor ( $\sim 100 \text{ }^\circ\text{C}$ ), pero esto trae como consecuencia la recristalización dinámica durante el proceso, lo que se traduce en valores reales de deformación más bajos. Sin embargo, si no se supera la temperatura de recristalización del material, la deformación se sigue acumulando. Esto es una opción para la investigación a futuro siguiendo con la línea de este trabajo.

Obtener muestras de microscopía de transmisión es indispensable para poder entender algunos de los efectos del colaminado acumulado en el material, así como los efectos generados por la segunda fase. Aunque esto es posible, la preparación de las muestras requiere de mucho tiempo y cuidado, ya que es muy fácil que durante la preparación las microestructuras se vean alteradas.

## Capítulo 5

---

### Conclusiones

---

La temperatura y la reducción durante el colaminado acumulado son los factores más importantes para obtener una buena unión entre las láminas. El colaminado acumulado resulta ser mucho más eficiente que el laminado convencional para distribuir la segunda fase. Alcanzando valores mucho mayores que 12 en deformación de von Mises, es posible que el material presente zonas amorfas con partículas nanocristalinas dispersas. Sin embargo, se requiere de otras técnicas de caracterización, como microscopía electrónica de transmisión, para poder entender mejor el comportamiento de la aleación a los niveles de deformación considerados.

Se pueden fabricar probetas normalizadas de productos de colaminado acumulado, lo cual es algo novedoso, que no se ha visto reportado en la literatura. Sin embargo, las grietas producidas por el colaminado impiden producir probetas de tracción a pasos mayores que 6 con los parámetros utilizados. Las micrografías demuestran la formación de un cuello, lo cual indica que se está alcanzando la zona plástica de deformación. Una mala unión entre las láminas provoca la fractura prematura durante los ensayos de tracción. Los pasos adicionales afectan únicamente al nivel de deformación y benefician la unión.

La microdureza obtenida en el material con pasos adicionales está sobre la misma curva que la del material sin ellos. Los valores más altos de deformación no necesariamente implican la máxima resistencia en el material. La resistencia alcanzada con el colaminado acumulado es menor a la

que produce el material de laminado convencional, sin embargo, se tiene un endurecimiento creciente casi lineal hasta  $\varepsilon = 11.57$  (10 pasos de ARB) y obtener estos valores de deformación en LC no es factible.

La resistencia depende también de otros factores como el tamaño de grano inicial. Iniciar con un tamaño de grano muy fino provoca que se tenga mayor resistencia a menores niveles de deformación. La correlación entre la microdureza y el límite de cedencia no es consistente, lo que demuestra que no es confiable estimar valores de límite de cedencia conociendo únicamente la microdureza. Los ensayos de tracción son, por lo tanto, necesarios para conocer las propiedades mecánicas del material.

La solubilidad sólida del estaño y del hierro en la red de aluminio aumenta conforme aumenta la deformación. Esto se demostró con un cambio en el perfil de los picos de difracción de una manera cualitativa.

---

# Bibliografía

---

- [1] K. Taube y K. Bewilogua. *Thin Film Tribology, Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. Elsevier Science Ltd., 2001.
- [2] R. Schouwenaars. *Análisis de la deformación plástica durante el desgaste de cojinetes de deslizamiento*. Tesis doctoral, Facultad de Ingeniería, UNAM, 2004.
- [3] G.W. Stachowiak y A.W. Batchelor. *Engineering Tribology*. Butterworth-Heinemann, 2nd edition, 2000.
- [4] American Society of Mechanical Engineers. *Strategy for Energy Conservation Through Tribology*, 2nd edition, 1981.
- [5] K. Miyoshi. Solid lubrication fundamentals and applications, introduction and background. Technical Report TM—1998-107249 CH1-REV1, NASA, 1998.
- [6] Modern Tribology Handbook. Volume Two: Materials Coatings and Industrial Applications. Editor-in-Chief B.Bhushan, 2001. ISBN 0-8493-8403-6.
- [7] United States Environmental Protection Agency. Protect your family from lead in your home. EPA747-K-99-001, 2001.
- [8] A. Korbel y W. Bochniak. Refinement and control of the metal structure elements by plastic deformation. *Scripta Materialia*, 51:755–759, 2004.
- [9] E. Huttunen-Saarivirta. Microstructure, fabrication and properties of quasicrystalline Al-Cu-Fe alloys: a review. *Journal of Alloys and Compounds*, 363:150–174, 2004.
- [10] A. Sagel, H. Sieber, H.J. Fecht y J.H. Perepezko. Synthesis of an amorphous Zr-Al-Ni-Cu alloy with large supercooled liquid region by cold-rolling of elemental foils. *Acta Materialia*, 46:4233–4241, 1998.

- [11] X. Wu, N. Tao, Y. Hong, B. Xu, J. Lu y K. Lu. Microstructure and evolution of mechanically-induced ultrafine grain in surface layer of Al-alloy subjected to ussp. *Acta Materialia*, 50:2075–2084, 2002.
- [12] A.I. Salimon, A.M. Korsunsky, E.V. Shelekhov, T.A. Sviridova, S.D. Kaloshkin, V.S. Tcherdyntsev y Y.V. Baldokhin. Crystallochemical aspects of solid state reactions in mechanically alloyed Al-Cu-Fe quasicrystalline powders. *Acta Materialia*, 49:1821–1833, 2001.
- [13] A. Inoue. Amorphous, nanoquasicrystalline and nanocrystalline alloys in Al-based systems. *Progress in Materials Science*, 43:365–520, 1998.
- [14] R. E. Smallman y R.J. Bishop. *Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering, Science, process & applications*. Butterworth-Heinemann, 6th edition, 1999.
- [15] W. F. Hosford y R. M. Caddell. *Metal Forming, Mechanics and Metallurgy*. Prentice-Hall, USA, 1983.
- [16] G. E. Dieter. *Mechanical Metallurgy*. McGraw-Hill, USA, 3rd edition, 1986.
- [17] W. D. Callister Jr. *Fundamentals of Materials Science and Engineering*. John Wiley & Sons, Inc., USA, 5th edition, 2001.
- [18] R. Schouwenaars, V. H. Jacobo, S. Cerrud y A. Ortiz. Tribolayer formation as a functionally self-grading process in soft anti-friction alloys. *Materials Science Forum*, 492-493:531–538, 2005.
- [19] J.A. Torres. Optimización del proceso termomecánico de la aleación SAE783 para cojinetes de deslizamiento. Tesis de Licenciatura, Facultad de Ingeniería, UNAM, 2006.
- [20] H.A. Durán. Superficie de respuesta para el proceso termomecánico de la aleación SAE783. Tesis de Licenciatura, Facultad de Ingeniería, UNAM, 2007.
- [21] O. Hernández y G. Gonzalez. Microstructural and mechanical behavior of highly deformed Al-Sn alloys. *Materials Characterization*, Article In Press, 2007.
- [22] O. Hernández. Caracterización microestructural y mecánica de aleaciones aluminio-estaño. Tesis de Maestría, Instituto de Investigaciones en Materiales, UNAM, 2006.
- [23] K. Xu, A.M. Russell, L.S. Chumbley y F.C. Laabs. A deformation processed Al-20% Sn in-situ composite. *Scripta Materialia*, 44:935–940, 2001.

- [24] K. Xu y A.M. Russell. Texture–strength relationships in a deformation processed Al–Sn metal–metal composite. *Materials Science and Engineering, A* 373:99–106, 2004.
- [25] ASM Handbook. Volume 3: Alloy phase diagrams. ASM International, 1992.
- [26] E. Ma, H.W. Sheng, J.H. He y P.J. Schilling. Solid-state alloying in nanostructured binary systems with positive heat of mixing. *Materials Science and Engineering, A* 286:48–57, 2000.
- [27] E. Ma. Alloys created between immiscible elements. *Progress in Materials Science*, 50:413–509, 2005.
- [28] Y.T. Zhu, T.C. Lowe y T.G. Langdon. Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, 51:825–830, 2004.
- [29] R.Z. Valiev y T.G. Langdon. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, 51:881–981, 2006.
- [30] G. Sakai, K. Nakamura, Z. Horita y T.G. Langdon. Developing high-pressure torsion for use with bulk samples. *Materials Science and Engineering, A* 406:268–273, 2005.
- [31] Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji y T. Sakai. Novel ultra-high straining process for bulk materials development of the accumulative roll-bonding (ARB) process. *Acta Materialia*, 47(2):579–583, 1999.
- [32] S.H. Lee, Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya y T. Sakai. Role of shear strain in ultragrain refinement by accumulative roll-bonding (ARB) process. *Scripta Materialia*, 46:281–285, 2002.
- [33] G. Krallics y J.G. Lenard. An examination of the accumulative roll-bonding process. *Journal of Materials Processing Technology*, 152:154–161, 2004.
- [34] Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai y R.G. Hong. Ultra-fine grained bulk aluminum produced by accumulative roll-bonding (ARB) process. *Scripta Materialia*, 39(9):1221–1227, 1998.
- [35] R.S. Mishra, Z.Y. Ma y I. Charit. Friction stir processing: a novel technique for fabrication of surface composite. *Materials Science and Engineering, A* 341:307–310, 2003.
- [36] P.B. Berbon, W.H. Bingel, R.S. Mishra, C.C. Bampton y M.W. Mahoney. Friction stir processing: a tool to homogenize nanocomposite aluminum alloys. *Scripta Materialia*, 44:61–66, 2001.

- [37] J. Y. Huang, Y. T. Zhu, H. Jiang y T. C. Lowe. Microstructures and dislocation configurations in nanostructured Cu processed by repetitive corrugation and straightening. *Acta Materialia*, 49:1497–1505, 2001.
- [38] F.H. Froes, O.N. Senkov y E.G. Baburaj. Synthesis of nanocrystalline materials - an overview. *Materials Science and Engineering*, A301(44-53), 2001.
- [39] R.C. Andresen. Modelado y simulación de los procesos de colaminado y laminado en mathematica. Tesis de Licenciatura, Facultad de Ingeniería, UNAM, 2007.
- [40] H.A. Quiroz. Modelado y simulación de procesos de laminado conjunto. Tesis de Maestría, Instituto de Investigaciones en Materiales, UNAM, 2003.
- [41] M.A. Ramírez. Modelado y simulación del proceso de laminado conjunto no simétrico. Tesis de Maestría, Instituto de Investigaciones en Materiales, UNAM, 2007.
- [42] A.A. Tseng, A. Notargiacomo y T.P. Chen. Nanofabrication by scanning probe microscope lithography: A review. *Journal of Vacuum Science and Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures – May 2005 – Volume 23, Issue 3*, pp. 877-894, 23(3):877’894, 2005.
- [43] I. Gutierrez-Urrutia, M.A. Muñoz-Morris y D.G. Morris. The effect of coarse second-phase particles and fine precipitates on microstructure refinement and mechanical properties of severely deformed Al alloy. *Materials Science and Engineering*, A394:399–410, 2005.
- [44] A. Godfrey y D.A. Hughes. Physical parameters linking deformation microstructures over a wide range of length scale. *Scripta Materialia*, 51:831–836, 2004.
- [45] P.J. Hsieh, Y.P. Hung y J.C. Huang. Transformation into nanocrystalline or amorphous materials in Zr-X binary systems using ARB route. *Scripta Materialia*, 49:173–178, 2003.
- [46] N. Hansen. Hall-Petch relation and boundary strengthening. *Scripta Materialia*, 51:801–806, 2004.
- [47] J. Schiøtz, F.D. Di Tolla y K.W. Jacobsen. Softening of nanocrystalline metals at very small grain sizes. *Nature*, 391:561–563, February 1998.
- [48] T. Shao, X. Cao, E. Fleury, D.H. Kim, M. Hua y D. Se. Tribological behavior of plasma sprayed Al-Cu-Fe + Sn quasicrystalline composite coatings. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 334-335:466–470, 2004.

- [49] Y.D. Huang, W.Y. Yang y Z.Q. Sun. Improvement of room temperature tensile properties for Fe<sub>3</sub>Al-based alloys by thermomechanical and annealing processes. *Materials Science and Engineering, A* 263:75–84, 1999.
- [50] J.H. Perepezko, R.J. Hebert y W.S. Tong. Amorphization and nanostructure synthesis in Al alloys. *Intermetallics*, 10:1079–1088, 2002.
- [51] J.H. Perepezko, R.J. Hebert y G. Wilde. Synthesis of nanostructures from amorphous and crystalline phases. *Materials Science and Engineering, A* 375-377:171–177, 2004.
- [52] J.H. Perepezko. Nucleation-controlled reactions and metaestable structures. *Progress in Materials Science*, 49:263–284, 2004.
- [53] A. Gholinia, F.J. Humphreys y P.B. Prangnell. Production of ultra-fine grain microstructures in Al-Mg alloys by conventional rolling. *Acta Materialia*, 50:4461–4476, 2002.
- [54] B.K. Min, H.W. Kim y S.B. Kang. Effect of Al<sub>3</sub>Sc precipitate on the microstructural evolution during accumulative roll bonding in Al–0.2 wt. % Sc alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, 162-163:355–361, 2005.
- [55] B.L. Li, N. Tsuji y N. Kamikawa. Microstructure homogeneity in various metallic materials heavily deformed by accumulative roll-bonding. *Materials Science and Engineering, A* 423:331–342, 2006.
- [56] Z.C. Wang y P.B. Prangnell. Microstructure refinement and mechanical properties of severely deformed Al–Mg–Li alloys. *Materials Science and Engineering, A* 328:87–97, 2002.
- [57] N.Y.C. Yang, T.J. Headley, J.J. Kelly y J.M. Hruby. Metallurgy of high strength Ni-Mn microsystems fabricated by electrodeposition. *Scripta Materialia*, 51:761–766, 2004.
- [58] G. Wilde, H. Sieber y J.H. Perepezko. Glass formation in Al-rich Al-Sm alloys during solid state processing at ambient temperature. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 250-252:621–625, 1999.
- [59] S.K. Das, J.H. Perepezko, R.I. Wu y G. Wilde. Undercooling and glass formation in Al-based alloys. *Materials Science and Engineering, A* 304-306:159–165, 2001.
- [60] L. Battezzati, P. Rizzi y R. Doglione. Mechanical properties of Al-based amorphous/nanocrystalline alloys. *Materials Science and Engineering, A* 375-377:969–974, 2004.

- [61] P. Rizzi y L. Battezzati. Mechanical properties of Al based amorphous and devitrified alloys containing different rare earth elements. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 344:94–100, 2004.
- [62] H. Sieber, G. Wilde y J.H. Perepezko. Thermally activated amorphous phase formation in cold-rolled multilayers of Al-Ni, Al-Ta, Al-Fe and Zr-Cu. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 250-252:611–615, 1999.
- [63] R. Schouwenaars, J.A. Torres, V.H. Jacobo y A. Ortiz. Tailoring the mechanical properties of Al-Sn alloys for tribological applications. *Materials Science Forum*, 539-543:317–322, 2007.
- [64] J.A. del Valle, M.T. Pérez-Prado y O.A. Ruano. Accumulative roll bonding of a Mg-based AZ61 alloy. *Materials Science and Engineering A*, 410-411:353–357, 2005.
- [65] K. Kitazono, Y. Kikuchi, E. Sato y K. Kuribayashi. Anisotropic compressive behavior of Al-Mg alloy foams manufactured through accumulative roll-bonding process. *Materials Letters*, 61:1771–1774, 2007.
- [66] G. Mathers. *The welding of aluminium and its alloys*. Capítulo 4, CRC Press, 2002. ISBN 0-8493-1551-4.
- [67] A. Bravo, R. Schouwenaars y A. Ortiz. Evolución de la microestructura producida por colaminado acumulado de la aleación Al-Sn. En *XXIX Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales*. Instituto Tecnológico de Saltillo, Saltillo, Coahuila, 2007.
- [68] A. Bravo. Uso de materiales nanoestructurados, amorfos y cuasicristalinos para aplicaciones tribológicas. Tesis de Licenciatura, Facultad de Ingeniería, UNAM, 2006.
- [69] R. Schouwenaars, H.A. Cortéz, V.H. Jacobo y A. Ortiz. Polynomial vs. mechanism-based response surface analysis of the thermomechanical treatment of Al-Sn alloys. En *Memorias del congreso ICNPS en Henan, China*, 2007.
- [70] ASTM Standard E 8M-00. *Standard test methods for tension testing of metallic materials (Metric)*. ASTM International, West Conshohocken, PA.
- [71] L. V. Louzguina-Luzgina, D. V. Louzguine-Luzgin y A. Inoue. Influences of additional alloying elements (V, Ni, Cu, Sn, B) on structure and mechanical properties of high-strength hypereutectic Ti-Fe-Co bulk alloys. *Intermetallics*, 14(3):255-259, 2006.

- [72] T.H. Chuang, H.J. Lin y C.C. Chi. Rapid growth of tin whiskers on the surface of Sn-6.6Lu alloy. *Scripta Materialia*, 56:45-48, 2007.
- [73] M. Chen, E. Ma, K.J. Hemker, H. Sheng, Y. Wang y X. Cheng. Deformation twinning in nanocrystalline aluminum. *Science*, 300:1275-1277, May 2003.
- [74] K.J. Hemker. Understanding how nanocrystalline metals deform. *Science*, 304:221-223, April 2004.
- [75] J.B. Bilde-Sørensen y J. Schiøtz. Nanocrystals get twins. *Science*, 300:1244-1245, May 2003.
- [76] H.J. Fecht. Nanostructure formation and properties of metals and composites processed mechanically in the solid state. *Scripta Materialia*, 44:1719-1723, 2001.
- [77] P.L. Mangonon. *The principles of materials selection for engineering design*. Prentice-Hall, 1999.
- [78] Modern Tribology Handbook. Volume One: Principles of Tribology. Editor-in-Chief B.Bhushan, 2001. ISBN 0-8493-8403-6.
- [79] David C. Bell. Scanning electron microscopy (SEM) techniques for nanostructures. *Applied Physics*, 298r, 2003.
- [80] M. Zehetbauer, T. Ungár, R. Kral, A. Borbély, E. Schafler, B. Ortner, H. Amenitsch y S. Bernstorff. Scanning X-ray diffraction peak profile analysis in deformed Cu-polycrystals by synchrotron radiation. *Acta Materialia*, 47(3):1053-1061, 1999.

---

# Lista de Abreviaciones y Acrónimos

---

---

Abreviación	Definición
ARB	Colaminado acumulado (Accumulative Roll-Bonding)
ASME	American Society of Mechanical Engineers
BD	Bandas de Deslizamiento
DPS	Deformación Plástica Severa
ECAP	Extrusión de canal angular constante (Equal Channel Angular Pressing)
FWHM	Ancho a media altura (Full-Width at Half-Maximum)
FSP	Mezclado por fricción (Friction Stir Processing)
HAGB	Límite de grano de ángulo grande (High Angle Grain Boundary)
JCPDS	Joint Committee on Powder Diffraction Standards
HPT	Torsión a alta presión (High-Pressure Torsion)
KOBO	Método de Korbel-Bochniak (Korbel-Bochniak method)
LAGB	Límite de grano de ángulo pequeño (Low Angle Grain Boundary)
LC	Laminado Convencional
ASTM	American Society for Testing and Materials
RCS	Corrugado y enderezado repetitivo (Repetitive Corrugation and Straightening)
SAE783	Aleación con composición Al-20 % Sn-1 % Cu-0.6 % Fe en peso
TR	Tierra Rara
UDIATEM	Unidad de Investigación y Asistencia Técnica en Materiales
XRD	Difracción de rayos-X (X-Ray Diffraction)

---

---

# Índice de figuras

---

1.1. Diagrama de fases en equilibrio del sistema Al-Sn . . . . .	7
1.2. Representación esquemática de ECAP, FSP, HPT y RCS . . . . .	9
1.3. Algunas representaciones gráficas del método KOBO . . . . .	9
1.4. Diagrama del proceso de colaminado acumulado. . . . .	11
1.5. Distribución de deformación cortante y de tamaño de grano . . . . .	13
1.6. Diagrama de fases en equilibrio del sistema binario Al-Fe. . . . .	17
1.7. Componentes producidos por electrodeposición . . . . .	20
1.8. Partes forjadas de manera superplástica . . . . .	21
1.9. Patrón de XRD de Zr-Al-Ni-Cu producido por ARB. . . . .	24
2.1. Microestructura de llegada a $200\times$ . . . . .	27
2.2. Microestructura de LC a $\varepsilon = 3.5$ , $800\times$ . . . . .	27
2.3. Evolución de las grietas durante el colaminado acumulado . . . . .	28
2.4. Microestructura después del recocido: $300^{\circ}\text{C}$ , 30 min . . . . .	30
3.1. Microestructura de LC a $\varepsilon = 3.57$ , $200\times$ . . . . .	35
3.2. Después de 1 paso de ARB, $\varepsilon = 5.06$ . . . . .	36
3.3. Después de 10 pasos de ARB, $\varepsilon = 11.57$ . . . . .	36
3.4. Lámina de 10 pasos de ARB a mayores aumentos . . . . .	37
3.5. Después de 7 pasos de ARB, $\varepsilon = 9.17$ . . . . .	38
3.6. Después de 5 pasos de ARB, $\varepsilon = 8.11$ . . . . .	39
3.7. Después de 10 pasos de ARB el material muestra ondulaciones . . . . .	39
3.8. Detalle de la figura 3.6 a mayores aumentos . . . . .	40
3.9. Detalle de la figura 3.7 a mayores aumentos . . . . .	40
3.10. Después de 10 pasos de ARB, $10000\times$ . . . . .	41
3.11. Después de 1 paso de ARB de láminas recocidas . . . . .	42
3.12. Después de 4 pasos de ARB de láminas recocidas . . . . .	43

3.13. Microestructura de 2 pasos de ARB y 2 adicionales de LC . . . . .	43
3.14. Después de 5 min de recocido, 200× . . . . .	44
3.15. Después de 5 min de recocido, 800× . . . . .	44
3.16. Después de 10 min de recocido, 200× . . . . .	44
3.17. Después de 10 min de recocido, 800× . . . . .	44
3.18. Después de 20 min de recocido, 200× . . . . .	44
3.19. Después de 20 min de recocido, 800× . . . . .	44
3.20. Después de 40 min de recocido, 200× . . . . .	45
3.21. Después de 40 min de recocido, 800× . . . . .	45
3.22. Después de 80 min de recocido, 200× . . . . .	45
3.23. Después de 80 min de recocido, 800× . . . . .	45
3.24. Curvas $\sigma - \varepsilon$ de 1 a 5 pasos de ARB . . . . .	46
3.25. Esfuerzos máximos obtenidos de 1 a 5 pasos de ARB . . . . .	47
3.26. Fotografía de la fractura de una probeta de 4 pasos de ARB . . . . .	47
3.27. Probeta de 2 pasos de ARB mostrando fractura prematura . . . . .	48
3.28. Fractura de una probeta de tracción de 5 pasos de ARB . . . . .	49
3.29. Zona de fractura mostrando fracturas a $\sim 45^\circ$ . . . . .	50
3.30. Probeta de tracción mostrando fracturas a $\sim 45^\circ$ y un cuello . . . . .	50
3.31. Fractura de una probeta producida por LC . . . . .	50
3.32. Zona de fractura mostrando separación de las capas . . . . .	51
3.33. Fractura de una probeta de tracción, 3000× . . . . .	51
3.34. Curvas $\sigma - \varepsilon$ de 1 a 5 pasos con láminas recocidas . . . . .	53
3.35. Curvas $\sigma - \varepsilon$ para laminas de 5 pasos de ARB recocidas . . . . .	54
3.36. Esfuerzos máximos de las probetas de 5 pasos, recocidas . . . . .	54
3.37. Deformaciones máximas de las probetas de 5 pasos, recocidas . . . . .	54
3.38. Microdureza del material producido por ARB y LC . . . . .	55
3.39. Microdureza del material previamente recocido . . . . .	57
3.40. Microdureza en función del tiempo de recocido . . . . .	57
3.41. Indentación del ensayo de microdureza . . . . .	58
3.42. Indentación mostrando un whisker de Sn . . . . .	58
3.43. Patrones de difracción de rayos-X . . . . .	59
4.1. Fractura de los óxidos superficiales . . . . .	62
4.2. Energía de adhesión en función de la separación . . . . .	63
4.3. Curvas de Energía y Fuerza vs. separación atómica . . . . .	64

---

# Índice de tablas

---

2.1. Deformaciones obtenidas para cada paso de ARB . . . . .	29
2.2. Deformaciones obtenidas para las láminas recocidas . . . . .	31
2.3. Tiempos de recocido y número de probetas obtenidas . . . . .	31
3.1. Probetas de tracción obtenidas a partir de láminas recocidas . .	52
3.2. Modificaciones de los picos de difracción de rayos-X . . . . .	59