

**Instituto de Investigaciones en Materiales.  
Posgrado en Ciencia e Ingeniería en Materiales**

“Estudio microestructural de una aleación AA5083 sometida a un proceso de extrusión angular a sección constante.”

T E S I S

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE  
MAESTRO EN CIENCIA E  
INGENIERIA DE MATERIALES

PRESENTA:

I.Q.M. Alberto Flores Rivera

Director de Tesis: Dr. Gonzalo González Reyes.  
Instituto de Investigaciones en Materiales.

México, D.F., (Mayo) 2013.



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.

A mis padres Alberto Flores y Angélica Rivera con todo mi cariño  
admiración y respeto.

A ellos debo todo lo logrado hasta ahora y es que si estoy  
tejiendo esta historia, es gracias a ustedes, su ejemplo de  
superación me ha enseñado que las cosas se ganan con esfuerzo  
y dedicación. Los amo.

## AGRADECIMIENTOS

Un agradecimiento especial a mi director de tesis, el Dr. Gonzalo González por su gran apoyo, entusiasmo, amistad, interés y dedicación durante la realización de este trabajo, por darme la oportunidad de realizar una estancia en el extranjero, lo cual ha sido muy valioso para mi formación académica y vivencial, por los consejos que me han ayudado a superarme y ayudaran a formarme como un mejor profesionista.

De manera muy especial agradezco al Dr. Chedly Braham y al Ing. Wilfrid Seiler por su apoyo e interés brindado durante la estancia realizada en el Laboratoire Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux, ENSAM, Paris.

A CONACyT por el apoyo económico brindando para la realización de mis estudios de Maestría, así como por la beca otorgada en el marco del proyecto CB- 2011/166896 para la finalización de esta tesis.

A mis hermanos Francisco, Roberto, Alejandro y Raquel, por los años que hemos compartido juntos, los buenos y malos momentos, y por todo el apoyo que me brindaron. Siempre serán una parte importante en mi vida. En esta ocasión quiero agradecerle a mi hermano Alejandro quien me compartió el gusto por la buena música, la cual me abrió secretos que ahora están dentro de mí.

A mis sobrinos Manuel y Héctor quienes dan el aspecto juvenil en casa y con los que he pasado buenos momentos y que me han enseñado a no perder del todo mi inocencia. Espero que sigan sus sueños y los cumplan.

A mis amigos de toda la vida: Noé, Daniel, Heriberto, Gustavo, por las experiencias tan padres que hemos pasado juntos. Un especial agradecimiento a Heriberto por su apoyo a pesar de la distancia, no cabe duda que en la amistad no existen fronteras.

A todo el personal del Instituto de Investigaciones en Materiales, por el apoyo brindado en los servicios prestados durante la realización de este trabajo, especialmente al Sr. Miguel del taller mecánico y a la secretaria Rosario Santibáñez del Departamento de Materiales Metálicos y Cerámicos

A los miembros de mi Jurado: Dr. Arturo Barba, Dr. Rubén Toscano, Dr. Rafael Shouwenaars y Dr. Alejandro Hinojosa, por sus comentarios hechos a éste trabajo, que fueron de gran utilidad para la mejora de esta tesis.

Al Ing. Carlos Flores y a la Dra. Josefina por su apoyo en la preparación de muestras para TEM.

Al Dr. Gabriel Lara y al Dr. Ignacio Figueroa por su amistad y apoyo brindado durante este tiempo.

A Cecilio Hernández por su compañerismo, amistad y apoyo durante la realización de este trabajo.

A mis compañeros y amigos del Instituto de Investigaciones de Materiales: Ramón, Andrés Galois, Ana Laura, Iván, Richard, Francisco, el David, Jorge y a todos los que faltaron por mencionar. Un especial agradecimiento a Ana por su apoyo incondicional en los años que llevamos de amigos.

A mis amigos Bladimir, José María (Mike), Thierry y Jesús por el apoyo brindado durante mi estancia en Francia, y que hicieron de ella un mejor momento, espero volverlos a ver en un futuro.

Y Finalmente a mi querida compañera de viaje en esta travesía, Sonia, por su paciencia, cariño, apoyo y ánimo durante estos años. Te quiero mucho.



# Índice general

<b>1. Introducción</b>	<b>1</b>
1.1. Objetivos . . . . .	2
<b>2. Antecedentes</b>	<b>3</b>
2.1. Procesos de deformación plástica severa. . . . .	3
2.2. Aspectos Generales del proceso de ECAP . . . . .	4
2.2.1. Refinamiento de grano por ECAP . . . . .	5
2.2.2. Deformación cortante simple . . . . .	9
2.2.3. Variables del proceso . . . . .	11
2.3. ECAP aplicado a aleaciones de aluminio . . . . .	14
2.3.1. Aleaciones no tratadas térmicamente . . . . .	14
2.4. Textura producida por ECAP . . . . .	16
<b>3. Método Experimental y Caracterización</b>	<b>19</b>
3.1. Materiales. . . . .	19
3.2. Equipo . . . . .	20
3.2.1. Punzón . . . . .	21
3.2.2. Matriz . . . . .	22
3.3. Procesado de las barras . . . . .	22
3.4. Elección de muestras . . . . .	24
3.5. Difracción de Rayos X . . . . .	25
3.5.1. Funciones para modelar el perfil de un pico de difracción . . . . .	26
3.6. Método de Rietveld . . . . .	30
3.6.1. Criterios de Ajuste . . . . .	30
3.7. Medición de esfuerzos residuales empleando difracción de rayos X . . . . .	32
3.7.1. El método de $sen^2\psi$ . . . . .	36
electrpopulidoelectropulido.bmp	
SETX2setx2.bmpLimites del método42	
3.8. Medición de textura por DRX. . . . .	44

---

3.8.1. Representación de la textura . . . . .	45
3.8.2. Método de Difracción . . . . .	47
3.9. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) . . . . .	48
3.9.1. Interacción del haz primario de electrones con la muestra . . . . .	48
3.10. Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) . . . . .	50
3.10.1. Preparación de muestras para TEM . . . . .	51
<b>4. Resultados y análisis de resultados</b>	<b>54</b>
4.1. Extrusión . . . . .	54
4.2. Difracción de Rayos X . . . . .	54
4.3. Esfuerzos Residuales . . . . .	60
4.4. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) . . . . .	64
4.5. Textura . . . . .	68
4.6. Microdureza (HV) . . . . .	72
4.7. Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) . . . . .	75
<b>5. Conclusiones</b>	<b>80</b>
<b>Bibliografía</b>	<b>81</b>
<b>Apéndice</b>	<b>88</b>
<b>A. Criterios de ajuste utilizados en el ajuste Rietveld</b>	<b>89</b>
<b>B. Señales producidas por la interacción de haz con la muestra</b>	<b>91</b>
<b>C. Método gráfico para obtener los componentes de textura</b>	<b>93</b>

# Índice de figuras

2.1.	Esquema del proceso de extrusión angular a sección constante (ECAP) [1] . . . . .	5
2.2.	Esquema (etapas 1 – 5) de la evolución microestructural, el esfuerzo ( $\sigma_P$ ) y el tamaño de subgrano (L) con la deformación plástica ( $\varepsilon$ ) .[16] . . . . .	8
2.3.	Esquema de una pasada de ECAP en una matriz de ángulo $2\phi = 120^\circ$ a) en el canal de entrada antes de comenzar el proceso. b) durante el proceso y c) después del proceso. [16] . . . . .	9
2.4.	Principio de ECAP donde es el ángulo intersección de los canales de entrada y salida, y es asociado con el ángulo de curvatura: (a) $\Psi = 0^\circ$ , (b) $\Psi = (\pi - \Phi)^\circ$ , (c) cuando esta entre $\Psi = 0^\circ$ y $\Psi = (\pi - \Phi)^\circ$ . [1] . . . . .	10
2.5.	Variación de la deformación equivalente en función del número de pasadas, N, en matrices de ECAP con diferentes ángulos de intersección $2\phi = 60 - 150^\circ$ . [16]	12
2.6.	Variación de la deformación equivalente $\varepsilon$ , con al ángulo del canal $\Phi$ , en un rango de ángulos de curvatura $\Phi$ de $45^\circ$ a $180^\circ$ y de $0^\circ$ a $90^\circ$ para el ángulo $\Psi$ , las deformaciones que se muestran son después de 1 paso ( $N = 1$ ) [1] . . . . .	13
2.7.	Rutas utilizadas en el proceso de ECAP, a) Ruta A, b) Ruta B <sub>A</sub> , c) Ruta B <sub>C</sub> , d) Ruta C . . . . .	13
2.8.	Esfuerzo máximo en función de elementos aleantes para varias aleaciones no tratables térmicamente.. HV: dureza Vickers, UTS : Esfuerzo máximo , YS: Esfuerzo de cedencia, H: laminado en frio, O: Recocido [58] . . . . .	15
2.9.	Designación para la fibra producida en un proceso de extrusión o estirado. . . . .	17
2.10.	Figura de polos (111) obtenida en el plano Z correspondiente a textura de deformación cortante acorde a las flechas. a) Posiciones ideales de las orientaciones prominentes dadas en la Tabla 2.2 b) simulación de la textura tras una deformación $\gamma = 2$ [16] . . . . .	18
3.1.	Diagrama de Fases del sistema $Al - Mg$ . . . . .	20
3.2.	Sistema ECAP . . . . .	21
3.3.	Matriz del equipo de ECAP . . . . .	22
3.4.	Procesamiento de las barras [16] . . . . .	23

3.5. Ángulo interno y externo de la matriz de ECAP (a), (b) planos de la muestra después de ser procesada por ECAP. . . . .	24
3.6. Orientación de la barra respecto al canal de salida del ECAP . . . . .	25
3.7. Relación entre el ángulo de Bragg y la distancia entre los planos atómicos . . . . .	26
3.8. Esquema de los tres tipos de esfuerzos residuales (tipo I, II y III) [79] . . . . .	33
3.9. Definición de los ángulos $\psi$ y $\varphi$ y la orientación del sistema de laboratorio $L_i$ con respecto al sistema de la muestra $M_i$ [79]. . . . .	35
3.10. Gráfica de $a_1$ vs $\text{sen}^2\psi$ , para obtener el componente $\sigma_{11}$ . . . . .	39
3.11. Gráfica de $a_2$ vs $\text{sen}^2\psi$ , para obtener el componente $\sigma_{13}$ . . . . .	40
3.12. Gráfica de $a_1$ vs $\text{sen}^2\psi$ , para obtener el componente $\sigma_{22}$ . . . . .	40
3.13. Gráfica de $a_2$ vs $\text{sen}^2\psi$ , para obtener el componente $\sigma_{23}$ . . . . .	41
3.14. Gráfica de $a_1$ vs $\text{sen}^2\psi$ , para obtener el componente $\sigma_{12}$ . . . . .	41
3.15. Proceso de pulido electroquímico y medición de la profundidad de la muestra	43
3.16. Difractómetro Set-X . . . . .	43
3.17. Sistema de referencia de una celda cubica $C$ orientada a un sistema de referencia arbitraria $S$ [16] . . . . .	45
3.18. Proyección estereográfica de los polos $\{100\}$ de una celda cúbica con sistema de coordenadas $S = \{s_1, s_2, s_3\}$ . a) celda cúbica en la esfera de referencia unitaria; b) proyección de los polos $\{100\}$ en el plano ecuador; c) figura de polos $\{100\}$ [16] . . . . .	46
3.19. Rotación de la muestra en los tres ejes $I, D$ y $B$ para determinar la orientación cristalográfica. . . . .	47
3.20. Esquema del volumen de interacción de los electrones primarios con la muestra. [JSM-7600FInstructionManual] . . . . .	49
3.21. Diagrama esquemático que muestra los componentes fundamentales del microscopio electrónico de barrido . . . . .	49
3.22. Dos operaciones básicas del MET: Proyección del patrón de difracción en la pantalla de visión y proyección de la imagen en la pantalla . . . . .	51
3.23. Secuencia de la fabricación de lamella para TEM en el FIB. . . . .	52
3.24. Depósito de la lamella en la rejilla (membrana de carbón) . . . . .	52
4.1. Geometría de las barras después de ser extruidas por ECAP. . . . .	55
4.2. Efecto del ancho de pico $(311)_{Al}$ para la muestra antes de ECAP, 1 paso y 2 pasos. . . . .	55
4.3. Ajuste Rietveld realizado a la muestra antes de ser procesada por ECAP . . . . .	57
4.4. Ajuste Rietveld realizado a la muestra de 1 paso de ECAP . . . . .	57
4.5. Ajuste Rietveld realizado a la muestra de dos pasos . . . . .	59
4.6. Curvas Williamsom-Hall de las tres muestras: antes de ser procesada por ECAP, 1paso y 2 pasos . . . . .	59

4.7. Gráfica de $\epsilon_{\phi\psi}$ vs $\text{sen}^2\psi$ representativa de las mediciones de esfuerzos residuales, de 1 paso cara interna en la superficie. $\phi = 0^\circ$ . . . . .	61
4.8. Perfil de esfuerzos residuales en función de la profundidad de la muestra de 1 paso cara externa (a) y cara interna (b) . . . . .	63
4.9. Perfil de esfuerzos residuales en función de la profundidad de la muestra de 2 pasos cara externa (a) y cara interna (b) . . . . .	63
4.10. Gráfica de $\epsilon_{\phi\psi}$ vs $\text{sen}^2\psi$ representativa de las mediciones de esfuerzos residuales, de 1 paso cara interna en la superficie. $\phi = 45^\circ$ . . . . .	65
4.11. Gráfica de $\epsilon_{\phi\psi}$ vs $\text{sen}^2\psi$ representativa de las mediciones de esfuerzos residuales, de 1 paso cara interna en la superficie. $\phi = 90^\circ$ . . . . .	65
4.12. Micrografía de SEM de la muestra de antes de ECAP, la cual muestra la presencia de los compuestos intermetálicos Al-Fe-Mn . . . . .	66
4.13. Micrografía de SEM de la muestra de 1 paso, la cual muestra la presencia de los compuestos intermetálicos Al-Fe-Mn . . . . .	67
4.14. Micrografía de SEM de la muestra de dos pasos, la cual muestra la presencia de los compuestos intermetálicos Al-Fe-Mn . . . . .	68
4.15. Figuras de polos de la muestra sin procesar de cuatro familias de planos $hkl$ a) $\{111\}$ , b) $\{200\}$ , c) $\{220\}$ y d) $\{311\}$ . . . . .	69
4.16. Figuras de polos de la muestra de 1 paso de ECAP de cuatro familias de planos $hkl$ a) $\{111\}$ , b) $\{200\}$ , c) $\{220\}$ y d) $\{311\}$ . . . . .	70
4.17. Figuras de polos de la muestra de 2 pasos de ECAP de cuatro familias de planos $hkl$ a) $\{111\}$ , b) $\{200\}$ , c) $\{220\}$ y d) $\{311\}$ . . . . .	71
4.18. Esquema del barrido realizado para las medidas de microdureza, cada punto de intersección corresponde a una medida. . . . .	72
4.19. Barrido de dureza, con escala colorimétrica de la muestra antes de ECAP . . . . .	73
4.20. Barrido de dureza, con escala colorimétrica de la muestra de dos pasos . . . . .	74
4.21. Dureza Vickers en función del número de pasos de ECAP . . . . .	74
4.22. Imagen TEM de la microestructura de la aleación Al-5083 antes de ser procesada por ECAP. . . . .	75
4.23. Imagen TEM de la microestructura de la aleación Al-5083 a) después de dos pasos de ECAP. b) Patrón de difracción del área selecta letra A. Eje de zona $[101]$ . . . . .	76
4.24. Micrografía de TEM de la muestra de dos pasos en la cual se observa las bandas de deformación generadas por el proceso de ECAP . . . . .	77
4.25. Micrografía de TEM de la muestra de dos pasos en la cual se observa celdas de dislocaciones . . . . .	77

4.26. Microestructura interna de los granos deformados después de 2 pasos de ECAP, se puede apreciar la existencia de subgranos (el grano original esta delimitado por puntos negros.). Las imágenes que se presentan estan inclinadas respectivamente en a) 0°, b)1°, c) 2° y d) 3°, las zonas oscuras representan regiones que están difractando. . . . .	78
C.1. Angulos entre las familias de planos $\{h_1k_1l_1\}$ y $\langle h_2k_2l_2 \rangle$ . . . . .	94
C.2. Figuras de polos con los ángulos medidos de la muestra antes de ser procesada por ECAP de 2 familias de planos hkl a) $\{111\}$ medido con red polar, b) $\{111\}$ medidos con red de Wulff ,c) $\{200\}$ medidos con red polar y d) $\{200\}$ medidos con red de Wulff . . . . .	95
C.3. Figuras de polos con los ángulos medidos de la muestra de 1 paso de ECAP de 2 familias de planos hkl a) $\{111\}$ medido con red polar, b) $\{111\}$ medidos con red de Wulff ,c) $\{200\}$ medidos con red polar y d) $\{200\}$ medidos con red de Wulff . . . . .	96
C.4. Figuras de polos con los ángulos medidos de la muestra de 2 pasos de ECAP de 2 familias de planos hkl a) $\{111\}$ medido con red polar, b) $\{111\}$ medidos con red de Wulff ,c) $\{200\}$ medidos con red polar y d) $\{200\}$ medidos con red de Wulff . . . . .	97

# Índice de cuadros

2.1. Sistema de aleación de las aleaciones de aluminio no tratadas térmicamente	15
2.2. Orientaciones prominentes de la textura por deformación cortante en metales fcc. Los índices de Miller indican plano hkl paralelo al plano de deslizamiento y dirección $\langle uvw \rangle$ paralela a la dirección de deslizamiento[ 14]	18
3.1. Composición química de la aleación Al 5083	20
3.2. Condiciones del ensayo de difracción de rayos X	44
3.3. Resolución Espacial y tipo de información que proporcionan las señales emitadas por intrecación del haz primario de electrones en la muestra	50
4.1. Microesfuerzos, parámetro de red , factores de ajuste RF y R-Bragg del refinamiento Rietveld	56
4.2. Microdureza (HV)	73

# Capítulo 1

## Introducción

La producción de materiales con estructuras de grano ultrafino se ha convertido en un tema de interés en estos últimos años, siendo uno de los objetivos fundamentales la aplicación de una técnica que permita generar a grandes volúmenes de material con tales microestructuras, y su posible aplicación a nivel industrial. En estos momentos la producción y propiedades de los materiales con microestructura de grano ultrafino alcanza importantes estudios dentro del campo de investigación de la Ciencia de los Materiales y existen un gran número de métodos conocidos para su obtención, ya sea por vía química o por mecano-síntesis, como la solidificación rápida, los métodos de condensación de vapor o la metalurgia de polvo. Todos ellos son aplicables a pequeñas cantidades de material y en muchos casos películas delgadas y recubrimientos. Algunos métodos convencionales con gran aplicabilidad industrial se pueden utilizar para la obtención de estructuras de granos submicrométricos, en ocasiones por diversas vías o procesos de conformado, como el laminado o la extrusión. Las limitaciones más grandes que presentan éstas técnicas, es que, para alcanzar grandes deformaciones una o más dimensiones del material varían de manera tal que el producto final resultante se presenta como láminas muy delgadas (laminado) o filamentos (estirado), o cual es una limitante si se piensa en aplicaciones tipo estructural. Un método alternativo más efectivo y simple es el conocido como extrusión en canal angular de sección constante (**ECAP**). En este caso, la deformación no es aplicada de manera continua, y para alcanzar una deformación elevada es necesario realizar varias extrusiones. Este aspecto es un punto importante a favor de esta técnica y es que se pueden controlar las propiedades y aplicar variaciones en las trayectorias de deformación a lo que llamaremos rutas (se explicará más



adelante), lo que influirá directamente en los planos de deslizamiento y por lo tanto en las microestructuras y texturas obtenidas. Este método de extrusión en canal angular constante es un método ingenioso para la deformación plástica muy intensa, que tiene aplicación en una gran variedad de materiales con grandes ventajas sobre otros métodos de deformación.

## **1.1. Objetivos**

Los objetivos principales de esta investigación son los siguientes, se colocan en orden de importancia.

1. Procesar la aleación Al-5083 por ECAP a temperatura ambiente utilizando la ruta  $B_C$
2. Determinar el tamaño de los subgranos después de dos pasos de ECAP.
3. Determinar la desorientación de los subgranos obtenidos después de dos pasos de ECAP.
4. Conocer la modificación de la textura durante el proceso de ECAP.
5. Determinar si los intermetálicos de la aleación se fragmenten durante el proceso de ECAP y si la orientación inicial de los mismos cambia durante el proceso.
6. Determinar cuándo es que la aleación Al- 5083 sufre los mayores cambios en propiedades mecánicas y textura durante el proceso de ECAP.
7. Determinar el incremento de dureza en la aleación 5083 después de ser procesada por dos pasos de ECAP.
8. Determinar los esfuerzos residuales en la aleación 5083 después del proceso de ECAP, así como determinar cómo afectan los factores de fricción que existe entre molde y la muestra, y la relajación de esfuerzos residuales en la superficie de la muestra, propios del proceso en los valores de esfuerzos residuales.
9. Determinar cómo cambian las microdeformaciones en el material con los pasos de ECAP.

# Capítulo 2

## Antecedentes

### 2.1. Procesos de deformación plástica severa.

En las últimas dos décadas se ha hecho un gran esfuerzo a nivel mundial en el desarrollo de nuevos materiales metálicos mediante el uso de procesos por deformación plástica severa (SPD por sus siglas en inglés) [1]. Los procesos de materiales por SPD son aquellos mediante los que un material es sometido a deformaciones plásticas muy altas, normalmente a temperatura baja. En la antigüedad, los herreros ya empleaban grandes deformaciones plásticas para producir aceros de alta tenacidad para espadas y armaduras, como el acero persa de Damasco y el acero hindu Wootz [2]. A principios de la década de 1980, principalmente en la antigua Unión Soviética, se despertó un interés en el desarrollo de nuevas técnicas de procesado basadas en la aplicación de grandes deformaciones plásticas. éstas técnicas se les conoce con el nombre de procesos por deformación plástica severa (SPD).

El efecto principal de los materiales procesados por SPD en la microestructura es la formación de una estructura de subgranos y granos de tamaño pequeño. En las aleaciones de Al el tamaño de subgrano es generalmente submicrométrico ( $0.1 - 1 \mu\text{m}$ ). Como resultado del refinamiento del tamaño de grano, se produce un incremento al esfuerzo de cedencia a temperatura ambiente de los materiales policristalinos, como predice la ecuación de Hall-Petch

$$\sigma_y = \sigma_0 + kd^{-\frac{1}{2}} \quad (2.1)$$

donde  $\sigma_0$  es el esfuerzo de fricción ;  $d$  el tamaño de grano,  $k$  es una constante [3], [4].

De acuerdo con la ecuación 2.1 , el límite elástico  $\sigma_y$  es inversamente proporcional a la raíz cuadrada del tamaño de grano del material, lo que justifica el interés creciente en la fabricación, mediante éstas técnicas, de materiales con tamaños de grano extremadamente pequeños para aplicaciones estructurales.

Por otro lado, facilitan la mejora de las condiciones de conformado actuales en términos de temperatura y velocidades de conformado, lo que conduce a un considerable ahorro energético [16].

Durante las tres últimas décadas se ha desarrollado toda una generación de procesos por SPD. Algunas de éstas técnicas son: “Equal channel angular pressing (ECAP)” [6]; “High-pressure torsion (HPT)” [7], “Accumulative roll bonding (ARB) [8]”; y recientemente “Large strain extrusion machining (LSEM)” [9], [10] y “Friction Stir Processing (FSP)” [11].

## 2.2. Aspectos Generales del proceso de ECAP

El proceso ECAP “Equal-Channel Angular Pressing” también conocido como ECAE por sus siglas en inglés (Equal Channel -Angular Extrusion) tiene sus orígenes en la URSS en el año de 1981, sin embargo no es sino hasta los años 90s cuando se considera importante para lograr producir materiales de grano ultrafino. En la Figura 2.1 se muestra el principio general de este método. Básicamente, consiste en introducir una barra lubricada en un canal de sección constante con un ángulo determinado  $2\phi$ . Cuando la barra es obligada a transitar por el canal sufre una deformación cortante simple, la cual es función del ángulo  $2\phi$ . La geometría del dado se define por el área de la sección transversal y los dos ángulos, el ángulo de intersección entre los dos canales  $2\phi$ , y el ángulo de curvatura  $2\psi$ . Es posible calcular la deformación cortante o la deformación efectiva de von Mises que resulta de la extrusión de la barra. La ventaja del método de ECAP es que es posible introducir una deformación severa plástica por repetidas extrusiones de la barra sin un significativo cambio en la sección transversal, según se introduzca la barra con una rotación de 0, 90, 180 grados respecto al primer pase, se generan diferentes microestructuras, texturas y comportamientos mecánicos. El principio de esta técnica se ha demostrado en diferentes trabajos [12]-[15], por lo que ahora es claro que las características microestructurales, y en particular la evolución de la microestructura durante el proceso de ECAP, dependen de las condiciones de extrusión y por lo tanto de las características de deformación cortante introducido en cada paso a través

del dado.

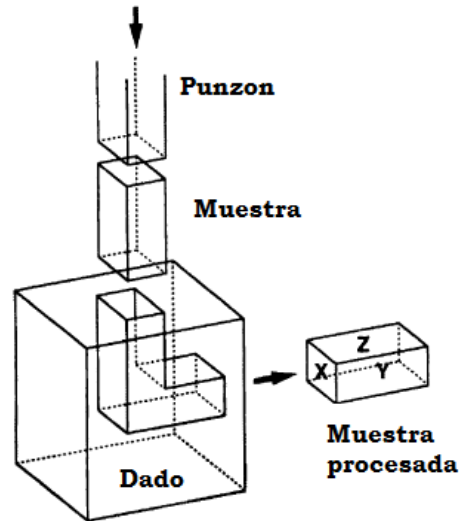


Figura 2.1: Esquema del proceso de extrusión angular a sección constante (ECAP) [1]

### 2.2.1. Refinamiento de grano por ECAP

El refinamiento de grano en materiales metálicos sometidos a deformación severa plástica (SPD) por sus siglas en inglés, básicamente consiste en un proceso de subdivisión de los granos iniciales. Este proceso se basa en la generación de dislocaciones, así como en la reorganización de éstas en las paredes de dislocaciones, límites de subgrano y a su vez en límites de grano. Esto ocurre a medida de que se acumula la deformación en el proceso de ECAP. Este proceso se puede explicar como un proceso que ocurre en 5 diferentes etapas, que se presentan tanto en materiales monocristalinos como policristalinos. Para un análisis más detallado véase [17]

En la primera etapa (1) del refinamiento ( $\varepsilon < 0.001$ ), existen deslizamiento de dislocaciones en el interior de los granos en los planos de deslizamiento más favorables de acuerdo al factor de Schmidt, con deformaciones del orden de  $\varepsilon \approx 0.02 - 0.03$ . La generación de dislocaciones es mayor y el movimiento de éstas ocurre en bandas de deslizamiento paralelas, y depende fuertemente de la orientación del cristal y no ocurren cuando la deformación toma lugar en múltiples bandas de deslizamiento [18].

Posteriormente a mayores deformaciones  $\varepsilon \approx 0.05 - 0.06$  (etapa 2), las dislocaciones se desplazan a lo largo de más de un sistema de deslizamiento, éstas, al estar moviéndose en planos no paralelos, generan dislocaciones “inmóviles” y aumenta la acumulación de dislocaciones, durante esta etapa la formación de densidad de dislocaciones ocurre rápidamente. Esta etapa es caracterizada por tener el paso más grande en velocidad de deformación del orden de  $\mu/200$ , donde  $\mu$  es el modulo cortante [18].

En la siguiente etapa (3), la cual es bastante susceptible a la temperatura y velocidad de deformación, la distancia entre las dislocaciones parciales formadas en la etapa anterior es mínima y es mayor la acumulación de las mismas debido al deslizamiento cruzado. Este proceso hace que las dislocaciones se junten y formen aglomerados de dislocaciones en tres dimensiones. Los aglomerados formados se denominan paredes de dislocaciones, sin embargo no son físicamente límites bidimensionales, pero dividen la microestructura en “fracciones”, éstas son llamadas celdas de dislocaciones, las dislocaciones que se van formando en el interior de éstas celdas, se acumulan en las paredes de dislocaciones, esto genera la rotación desigual de celdas contiguas del ángulos del orden de  $< 2^\circ$ . Conforme la deformación prosigue en esta etapa se forman subgranos equiaxiados libres de dislocaciones en el interior y mantienen una desorientación de ángulo de 1 a  $2^\circ$ . La continua disminución de endurecimiento en la etapa 3 sugiere un límite de estado estable del esfuerzo de cedencia, pero este nunca ocurre en la realidad, por lo menos a bajas temperaturas [18]. En esta etapa empieza a ver una saturación del esfuerzo  $\sigma_p$ .

La siguiente etapa (4) se llama evolución a límites de subgrano, esta evolución ocurre cuando se está acumulando mayor deformación, lo esencial en esta etapa es que las paredes de dislocaciones disminuyen su espesor hasta un punto en el cual se convierten en límites bidimensionales debido a la deformación acumulada. Esto se debe a que ocurre una anulación de dislocaciones de signo opuesto en el interior de las paredes de dislocaciones. Debido a los bajos niveles de endurecimiento en la etapa 4 y a que existe un considerable alargamiento en la superficie y el área de interface, un incremento en la energía interna viene con los niveles de deformación en la etapa 4 [18]. Se ha sugerido [19] que esto se debe que en la etapa 1 marca un límite inferior de endurecimiento correspondiente al nivel mínimo de almacenamiento de dislocaciones, que siempre está presente, pero que no es notado por el alto almacenamiento de la etapa 2, y por lo tanto se muestra hasta la etapa 4 cuando el almacenamiento atómico de dislocaciones es balanceado por la recuperación dinámica al final de la etapa 3. En este

punto la desorientación que existe en los límites de subgrano es de  $2 - 15^\circ$ . La transición de esta etapa depende principalmente de la microestructura. En aluminio puro esta transición ocurre a deformaciones de  $\varepsilon \approx 0.1 - 0.22$ , sin embargo en las aleaciones de aluminio se requiere mayor deformación ( $\varepsilon \approx 0.8$  [17]) para que ocurra la transición.

La última etapa (5) del proceso de refinamiento de grano, ocurre cuando a mayores deformaciones, existe un equilibrio entre la generación de dislocaciones, la eliminación de éstas y recombinación de las mismas en las paredes de dislocaciones y límites de subgrano. En ésta la transformación de límites de grano de ángulo bajo a alto ocurre por la introducción de dislocaciones en los límites de subgrano, debido al incremento de deformación en el material. La desorientación de subgranos contiguos es de  $15^\circ$ , este valor es el límite que normalmente se obtiene en los límites de grano y subgrano.

Simultáneamente en una escala mayor, existe otro factor que contribuye a la subdivisión de la microestructura que deriva de las bandas de deformación a las que es expuesto el material en un proceso de deformación severa plástica. Existen algunos granos en los cuales el reajuste de la deformación introducida tiende a ser más propicia en la división de bandas de deformación. Las bandas de deformación son regiones con diferentes orientaciones cristalográficas, en las cuales la desorientación entre ellas es de algunas decenas de grados. Estas bandas están formadas por subgranos poco desorientados .

La Figura 2.2 muestra la evolución de la microestructura, del tamaño de subgrano ( $L_F$ ) y del esfuerzo desarrollado en el proceso de deformación plástica severa,  $\sigma_P$ , [20]. De esta gráfica podemos observar que el tamaño de subgrano disminuye, mientras que el esfuerzo incrementa, en los primeros pasos de deformación, el tamaño de subgrano disminuye rápidamente en los primeros estadios de la deformación y más lentamente a altas deformaciones. Esta gráfica es válida para la mayoría de las aleaciones que son sometidas al proceso de deformación plástica severa, y el valor del tamaño de subgrano final,  $L_F$ , depende principalmente del esfuerzo  $\sigma_P$  que es introducido en el proceso. Este valor a su vez depende fuertemente de la aleación que se esté utilizando. Debido a ello, puede existir un retraso en la saturación de  $\sigma_P$  y  $L$  debido a la presencia de impurezas, elementos en solución sólida, partículas de segunda fase, intermetálicos, los cuales condicionan los procesos de generación y restauración de dislocaciones provocados durante el refinamiento [16]

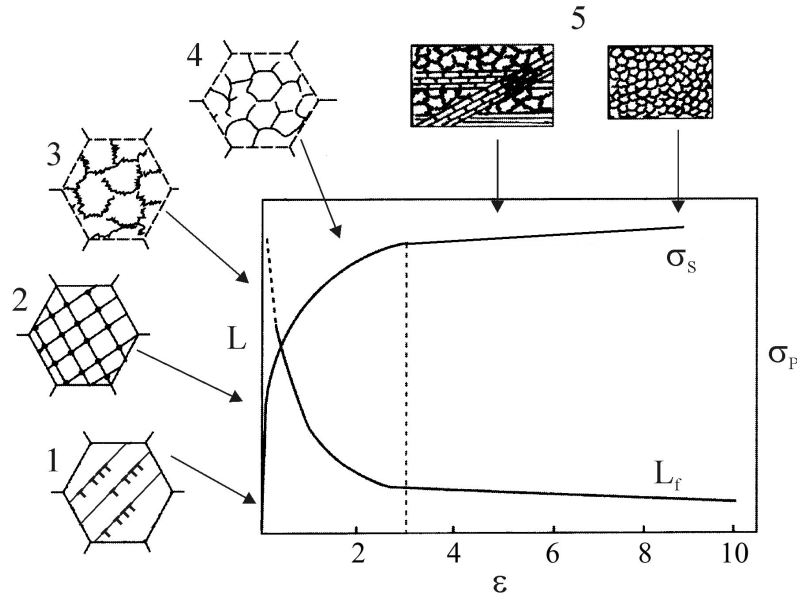


Figura 2.2: Esquema (etapas 1 – 5) de la evolución microestructural, el esfuerzo ( $\sigma_p$ ) y el tamaño de subgrano ( $L$ ) con la deformación plástica ( $\epsilon$ ). [16]

### Relación entre el esfuerzo de cedencia y la densidad de dislocaciones.

Una de las mas sorprendentes observaciones en la teoría de la dislocaciones en plasticidad es la relación que existe entre el esfuerzo de cedencia  $\tau$  y la densidad de dislocaciones  $\rho$  está dado por la ecuación de Taylor:

$$\tau = \alpha b \sqrt{\rho} \quad (2.2)$$

donde  $\mu$  es el módulo cortante y  $b$  es la magnitud del vector de Burgers. Esta ecuación se mantiene con el arreglo de las dislocaciones y para todos los casos donde el esfuerzo de cedencia es controlado únicamente por interacciones dislocación-dislocación. La ecuación 2.2 es válida para metales puros FCC como el aluminio, donde la resistencia al movimiento de dislocaciones de la red cristalina es despreciable.

### 2.2.2. Deformación cortante simple

En la Figura 2.3 se esquematiza el proceso de ECAP de una pasada. La matriz de ECAP consiste en un bloque de un metal de alta resistencia que contiene dos canales con la misma sección que se intersectan formando un cierto ángulo  $2\phi$ . Para este proceso es necesario maquinarse la muestra que va a ser procesada con las mismas dimensiones que las de la sección de los canales de la matriz, está muestra se introduce en el canal de la matriz (Figura 2.3 a). Con la ayuda de un pistón de la misma sección que el canal de entrada y de una prensa hidráulica, la muestra se empuja hacia la parte baja de la matriz, con el fin de llegar a la esquina de ángulo  $2\phi$  que forman los canales y que la probeta sea extruida (Figura 2.3b).

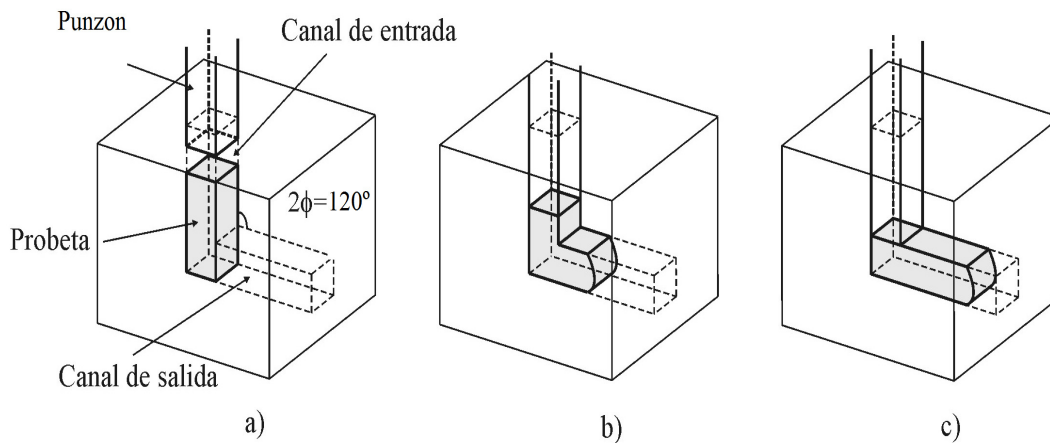


Figura 2.3: Esquema de una pasada de ECAP en una matriz de ángulo  $2\phi = 120^\circ$  a) en el canal de entrada antes de comenzar el proceso. b) durante el proceso y c) después del proceso. [16]

En una pasada de una probeta por el proceso de ECAP, se impone una deformación abrupta se puede estimar la magnitud de esta deformación usando una aproximación analítica basándose en las configuraciones mostradas en las Figura 2.4, donde  $\Phi$  es el ángulo de intersección de los canales de entrada y salida y  $\Psi$  es asociado con el ángulo de curvatura. Se muestran tres condiciones en la Figura 2.4, Figura 2.4(a) corresponde a  $\Psi = 0$ , que es el límite de la situación, Figura 2.4(b), corresponde a otra situación límite donde  $\Psi = (\pi - \Phi)^\circ$  y la Figura 2.4c, representa una situación intermedia entre estos donde  $0^\circ \leq \Psi \leq \Psi = (\pi - \Phi)^\circ$ .



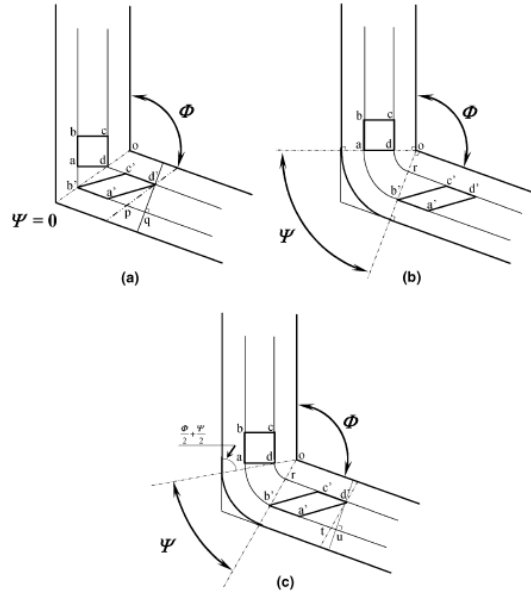


Figura 2.4: Principio de ECAP donde es el ángulo intersección de los canales de entrada y salida, y es asociado con el ángulo de curvatura: (a)  $\Psi = 0^\circ$ , (b)  $\Psi = (\pi - \Phi)^\circ$ , (c) cuando esta entre  $\Psi = 0^\circ$  y  $\Psi = (\pi - \Phi)^\circ$ . [1]

Para la situación donde  $\Psi = 0^\circ$ , un pequeño elemento cuadrado en el canal, descrito como  $abcd$ , pasa a través de una deformación cortante simple y se convierte en el paralelogramo  $a'b'c'd'$ . De aquí se puede estimar la deformación cortante simple  $\gamma$  producida después de una pasada de ECAP, asumiendo que no existe fricción, está dada por:

$$\gamma = 2 \cdot \cot \phi \quad (2.3)$$

Usando la misma aproximación para la Figura 2.4(b) se tiene que

$$\gamma = \Psi \quad (2.4)$$

Y un análisis similar para la Figura 2.4(c) nos lleva a la solución general dada por:

$$\gamma = 2 \cot \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \quad (2.5)$$

Por inspección se tiene que la solución general de la ecuación 2.5 se reduce a la ecuación

2.3, cuando  $\Psi = 0^\circ$  y a la ecuación 2.4 cuando 2.5. Finalmente la deformación equivalente después de  $N$  pasos puede expresarse de una forma general por la siguiente relación:

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[ 2 \cot \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \operatorname{cosec} \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad (2.6)$$

La ecuación 2.6 es consistente con un primera estimación de la deformación cuando un dado es analizado con  $\Psi = 0^\circ$ , el ángulo del canal  $\Phi$  se tomas como  $2\varphi$  y la deformación después de  $N$  pasos es estimada como:

$$\varepsilon_N = \frac{2N}{\sqrt{3}} \cot \varphi \quad (2.7)$$

### 2.2.3. Variables del proceso

#### Ángulo de intersección $2\phi$

Este es uno de los parámetros más importante en el proceso ECAP, lo que se puede observar claramente en la ecuación 2.6, donde la deformación es función del ángulo de intersección de los canales de entrada y salida, teóricamente los ángulos que se pueden utilizar para diseñar matrices de ECAP estarían entre  $60^\circ$  y  $120^\circ$ . Como podemos observar en la Figura 2.5, que nos muestra que la deformación equivalente  $\varepsilon$  está en función del número de pasadas  $N$ , entre menor sea  $2\phi$ , mayor será la deformación producida por cada paso de ECAP.

Debido a que la deformación aumenta al disminuir el ángulo  $\phi$ , resulta tentador experimentar con ángulos menores de  $90^\circ$ . Se han hecho experimentos en aluminio a  $60^\circ$ , sin embargo no se obtuvieron resultados mucho mejores que los que se habían obtenido para ángulos  $90^\circ$ . En consecuencia los diseños más utilizados hasta ahora incluyen ángulos de  $90^\circ$  ( $\gamma = 2$  y  $\varepsilon = 1.15$  y  $120^\circ$  ( $\gamma = 1.15$  y  $\varepsilon = 0.67$ ).

#### Ángulo de curvatura $2\varphi$

Con el fin de optimizar el contacto entre el molde y la barra, es factible maquinar canales de tal forma que la esquina externa tenga un acabado en forma redondeada como se muestra en la Figura 2.4(b), la amplitud del área circular es función del ángulo  $2\varphi$ , a este ángulo se le conoce como ángulo de curvatura. Se ha visto que este ángulo no juega un papel importante

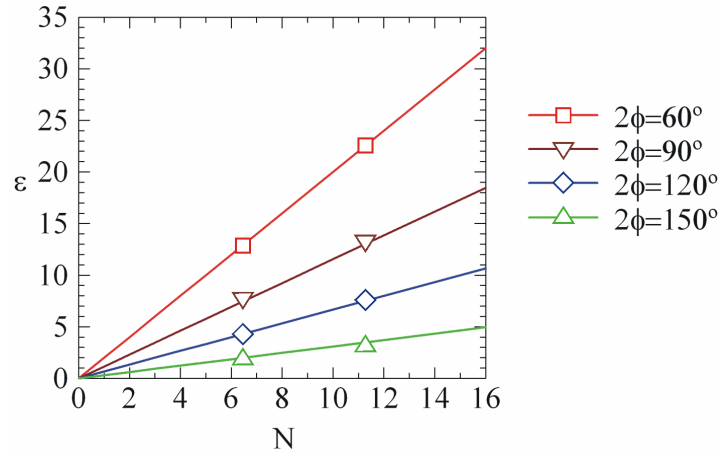


Figura 2.5: Variación de la deformación equivalente en función del número de pasadas,  $N$ , en matrices de ECAP con diferentes ángulos de intersección  $2\phi = 60 - 150^\circ$ . [16]

en la determinación de la deformación en la muestra, como se puede observar en la Figura 2.6 . Sin embargo podría jugar un rol en la producción de granos ultrafinos.

## Rutas

Una de las ventajas del proceso de ECAP en comparación con otros procesos tales como el de laminado, extrusión y forja, es que la sección transversal de las muestras después de una pasada no sufre un cambio significativo, lo cual nos permite que la muestra sea reinsertada tantas veces como el material lo permita. Hay 4 rutas posibles primarias en un proceso ECAP , éstas rutas meten en juego diferentes sistemas de deslizamiento y producen diferencias en la microestructuras resultantes. Existen variantes que consisten en combinar algunas de éstas rutas. éstas rutas son según la notación de Segal [6] y Furukawa [24], las rutas  $A$ ,  $B_A$ ,  $B_C$  y  $C$ . La diferencia entre ellas es la rotación de la muestra respecto a su eje longitudinal entre el fin de una pasada y la reinsertación en el canal de entrada.

**Ruta A** (Figura 2.7 a): No existe rotación de la muestra entre los pasos. Se reinserta la muestra en la misma posición que se introduce en el primer paso

**Ruta  $B_A$**  (Figura 2.7 b): Se produce una rotación de la barra de  $90^\circ$  alrededor de su eje longitudinal, alternando el sentido de rotación cada pasada.

**Ruta  $B_C$**  (Figura 2.7 c): La muestra se rota  $90^\circ$  alrededor de su eje longitudinal siempre

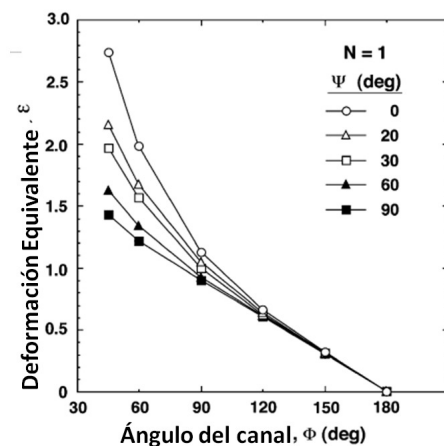


Figura 2.6: Variación de la deformación equivalente  $\varepsilon$ , con al ángulo del canal  $\Phi$ , en un rango de ángulos de curvatura  $\Phi$  de  $45^\circ$  a  $180^\circ$  y de  $0^\circ$  a  $90^\circ$  para el ángulo  $\Psi$ , las deformaciones que se muestran son después de 1 paso ( $N = 1$ ) [1]

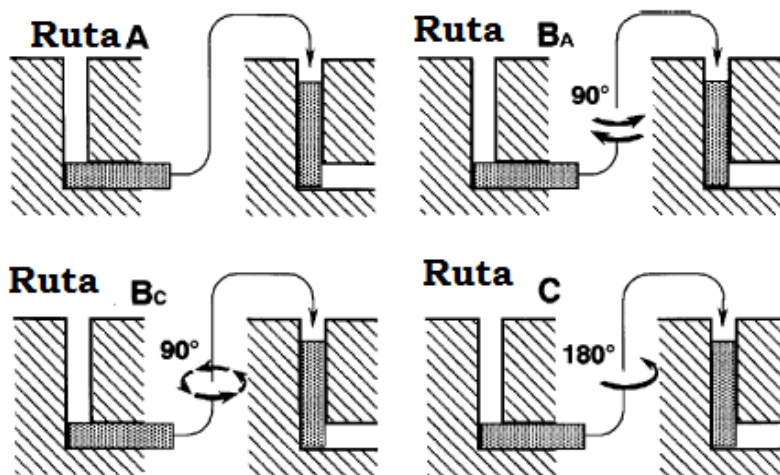


Figura 2.7: Rutas utilizadas en el proceso de ECAP, a) Ruta A, b) Ruta B<sub>A</sub>, c) Ruta B<sub>C</sub>, d) Ruta C

en el mismo sentido

**Ruta C** (Figura 2.7 d): La muestra se rota  $180^\circ$  alrededor de su eje longitudinal entre cada paso.

## 2.3. ECAP aplicado a aleaciones de aluminio

Las propiedades mecánicas de las aleaciones aluminio normalmente muestran un incremento significativo en la resistencia a la cedencia y el esfuerzo máximo del material, mientras que la ductilidad a temperatura ambiente decrece después del primer paso de ECAP, y se mantiene sin cambios con el incremento de los pasos. Numerosos trabajos se han publicado sobre las propiedades mecánicas en aleaciones de aluminio. En aleaciones no tratables térmicamente tales como Al-Mg[25]-[39], Al-Mn[40], y Al-Mn-Mg [41] aleaciones que han mostrado mejoría en sus propiedades mecánicas y algunas en ductilidad después de ser procesadas por ECAP. Aleaciones tratables térmicamente como Al-Cu-Zr [42], Al-Mg-Si [43]-[46], Al-Cu-Mg-Mn [47], Al-Mn-Si [48], Al-Zn-Mg [40], [49]-[51], Al-Li[52]-[54] y Al-Mg-Sc [55]-[57] se han reportado por mejorar sus propiedades mecánicas, tales como la resistencia a la cedencia o la resistencia máxima mostrado que la ductilidad decrece con los pasos de ECAP y el esfuerzo de cedencia generalmente aumenta con la deformación acumulada.

### 2.3.1. Aleaciones no tratadas térmicamente

Las aleaciones de aluminio no tratadas térmicamente constituyen la clase de aleaciones que deben su endurecimiento a elementos en solución sólida, pero también a algunos tipos de partículas. Un tratamiento térmico en éstas aleaciones generalmente no produce ningún endurecimiento por precipitación como en las aleaciones tratables térmicamente. De hecho el endurecimiento puede decaer durante el tratamiento térmico debido a la remoción de los átomos de soluto. Los sistemas de aleación que pertenecen a esta clase se muestran en el Cuadro 2.1.

El endurecimiento de éstas aleaciones depende fuertemente de la cantidad de elemento aleante. En la Figura 2.8 se muestra el esfuerzo máximo como función de la cantidad de elementos aleantes de un gran número de aleaciones comerciales no tratadas térmicamente. Se puede observar que el esfuerzo máximo es aproximadamente lineal al elemento aleante, independiente del tipo de elemento, la ecuación mostrada en esta gráfica representa este

Sistema de aleación	Designación
Al puro con pequeñas cantidades principalmente de <i>Fe</i> y <i>Si</i>	AA1XXX
Sistema AA1XXX con adiciones de <i>Mn</i> y <i>Mg</i>	AA3XXX
Sistema AA1XXX con adiciones de <i>Mg</i>	AA5XXX
Sistema AA1XXX Con mayor cantidad de elementos aleantes	AA8XXX

Cuadro 2.1: Sistema de aleación de las aleaciones de aluminio no tratadas térmicamente

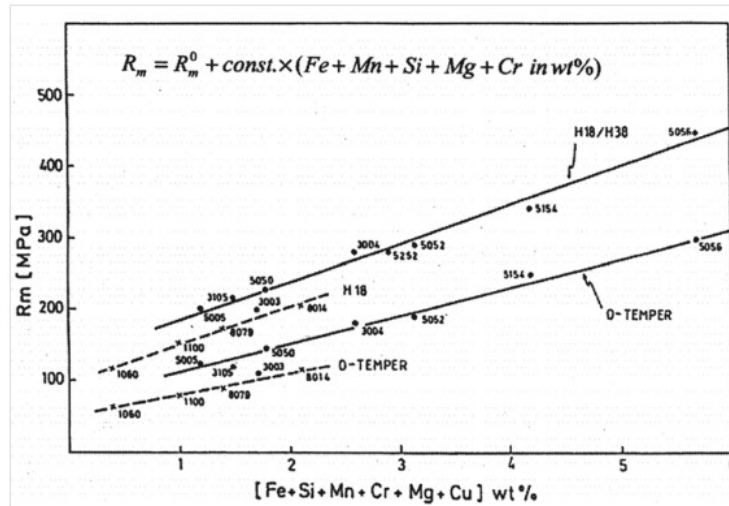


Figura 2.8: Esfuerzo máximo en función de elementos aleantes para varias aleaciones no tratables térmicamente.. HV: dureza Vickers, UTS : Esfuerzo máximo , YS: Esfuerzo de cedencia, H: laminado en frio, O: Recocido [58]

comportamiento. Se puede observar la estabilidad que existe para los dos estados térmicos extremos, el O-temper, es decir, totalmente recocido, y la condición la H18/H38, es decir laminado en frio. Los puntos y las líneas indican la diferencia entre las aleaciones donde el endurecimiento por precipitación es más importante (AA5XXX) y donde el endurecimiento por partículas domina (AA1XXX, AA8XXX).

Una aleación A5083 es una aleación representativa de una aleación no tratable térmicamente, es una aleación que pertenece a las aleaciones Al-Mg, las cuales poseen muchas características interesantes como un material estructural, tales como: el bajo precio, buena resistencia a la corrosión, alta maquinabilidad en conjunto con la superplasticidad.[59]. Estas ventajas de la aleación son bastante atractivas en la industria del automóvil para producir

vehículos con altas eficiencias de combustible con el remplazo de la aleación en lugar de acero como material de lamina [60]. Existen un proceso llamado ECAR (Equal Channel-Angular-Rolling) por sus siglas en inglés en el cual se puede hacer laminas de esta aleación [61], este proceso es una variante del ECAP, en éste se alimentan cintas de la aleación al equipo en lugar de barras, pero al igual que ECAP el material sufre una deformación cortante. Además existen recientes trabajos muestran que materiales como titanio y acero manufacturados por ECAP, tales como pernos y roscas, son usados en la industria aeronáutica y en la industria automotriz [62]. En particular, la propiedad superplástica de la aleación provee eficiencia en los costos por minimizar los pasos en el proceso maquinado, soldado [60]. Sin embargo, el endurecimiento de estas aleaciones vía tratamientos térmicos convencionales es nulo. Para resolver este problema el uso de las técnicas de deformación plástica severa SPD y particularmente la técnica de ECAP, esta siendo usada como un método para refinar el grano y mejorar propiedades mecánicas como la resistencia a la tracción, resistencia a la cedencia y resistencia máxima.

Recientes trabajos sobre esta aleación utilizando ECAP, han mostrado el incremento de propiedades mecánicas en la aleación. Un ejemplo de la aleación 5083, la cual tiene una resistencia a la cedencia de 140 MPa sin ningun paso de ECAP, después de 4 pasos de ECAP utilizando la ruta *C*, se obtiene un incremento de 276 MPa y un porcentaje de elongación del 20 % [64]. Sin embargo, se ha observado que el mayor refinamiento de grano y cambios a nivel microestructural ocurre en los primeros pasos de ECAP, es por ello que en este trabajo se enfoca en estudiar los mecanismos de deformación que ocurren en los primero dos pasos de ECAP, que nos lleva a tener un refinamiento de grano tan intenso y por ende su mejoría en las una mejoría en las propiedades mecánica de la aleación.

## 2.4. Textura producida por ECAP

La textura en los materiales policristalinos se define como la distribución preferencial (orientación cristalográfica) de los granos que constituyen su microestructura. Un material en cual la orientación cristalográfica se encuentra distribuida de manera aleatoria, tiene textura aleatoria, por el contrario, si los planos cristalinos de los granos se orientan preferentemente, el material presenta una orientación preferencial. Existen muy pocos materiales los cuales no presentan textura después de haber tenido un proceso mecánico.



Figura 2.9: Designación para la fibra producida en un proceso de extrusión o estirado.

Generalmente la textura se desarrolla en la solidificación de algunas aleaciones. En cualquier proceso de conformado mecánico que implique deformación plástica tales como: laminado, forja, etc., generan una textura de deformación en los materiales, éstas texturas son propias del material así como del proceso al que es sometido. El control de la textura en ingeniería es importante debido a que la textura tiene incidencia en muchas propiedades físicas del material tales como el módulo de Young, coeficiente de Poisson, resistencia mecánica, ductilidad, tenacidad, permeabilidad magnética, conductividad eléctrica, etc [16].

**Textura ECAP.** La textura producida durante el proceso de ECAP es una textura que corresponde a una deformación cortante simple. Existen estudios en los cuales se simuló la textura de un material FCC policristalino, el cual fue sometido a una deformación cortante simple, de este estudio se obtuvo que las orientaciones ideales se componen de dos fibras A y B y una componente extra llamada componente C. Una fibra resulta de un proceso de extrusión o de estirado de alambre, está caracterizado por una dirección en común paralela al eje de la fibra o el alambre y es designada como  $[uvw]$ , Figura 2.9. Por lo tanto los planos que pertenecen a la zona  $[uvw]$  tendrán su superficie normal perpendicular a la zona del eje si los granos que existen en el material están preferentemente orientados.

Otros autores [65] deformaron por torsión muestras de aluminio puro y encontraron que existen algunas orientaciones predominantes que corresponden con las fibras A y B. El Cuadro 2.2 resume éstas orientaciones junto con sus índices de Miller.

En el Cuadro 2.2 además de los índices de Miller se tiene asignado un color a cada una



Notación	Color	Índices de Miller
$A_1$	Naranja	$(111)[\bar{1}1\bar{2}]$
$A_2$	Amarillo	$(111)[11\bar{2}]$
$B_1$	Rojo	$(112)[\bar{1}\bar{1}0]$
$B_2$	Azul	$(112)[1\bar{1}0]$
$A/B_1$	Blanco	$(111)[\bar{1}\bar{1}0]$
$A/B_2$	Negro	$(111)[1\bar{1}0]$
$C$	Verde	$\{001\} \langle 110 \rangle$

Cuadro 2.2: Orientaciones prominentes de la textura por deformación cortante en metales fcc. Los índices de Miller indican plano hkl paralelo al plano de deslizamiento y dirección  $\langle uvw \rangle$  paralela a la dirección de deslizamiento [14]

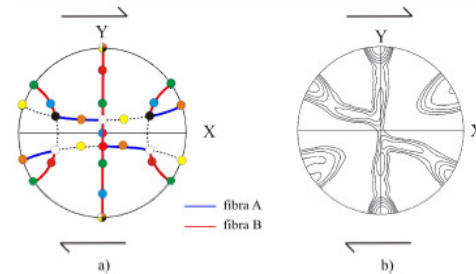


Figura 2.10: Figura de polos (111) obtenida en el plano Z correspondiente a textura de deformación cortante acorde a las flechas. a) Posiciones ideales de las orientaciones prominentes dadas en la Tabla 2.2 b) simulación de la textura tras una deformación  $\gamma = 2$  [16]

de las orientaciones  $A_1$  (naranja),  $A_2$  (amarillo),  $B_1$  (rojo),  $B_2$  (azul) y a la componente  $C$  (verde). éstas orientaciones cristalográficas o componentes de textura se han encontrado en aleaciones de aluminio procesadas por ECAP. Es por ello que es importante comparar los resultados obtenidos en este trabajo con los ya obtenidos en otros sistemas. En la Figura 2.10 se muestran las posiciones ideales en las que las componentes encontradas son vistas en una figura de polos en la familia de planos (111), las componentes que se muestran en el Cuadro 2.2 se encuentran en está figura de acuerdo al color correspondiente, las líneas continuas representan las fibras  $A$  (líneas azules) y  $B$  (líneas rojas) de deslizamiento

# Capítulo 3

## Método Experimental y Caracterización

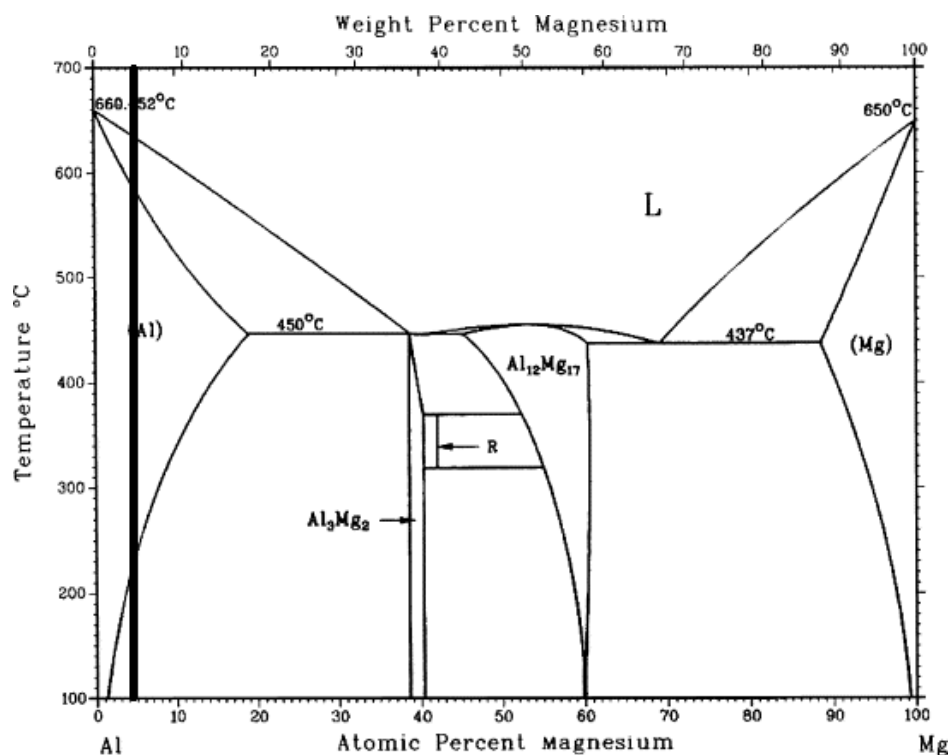
*En este capítulo se describirá los materiales utilizados en este trabajo, los equipos, así como los procedimientos experimentales llevados a cabo para obtener las muestras de ECAP. También se incluyen las principales técnicas de caracterización empleadas como lo son la difracción de rayos X, el método de Rietveld, la obtención de microdeformaciones y esfuerzos residuales mediante DRX, la descripción breve de la técnica de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM, por sus siglas en inglés ) y Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) y la preparación de las muestras que se llevo a cabo para cada una de las técnicas.*

### 3.1. Materiales.

La aleación comercial 5083 (Al-4.5Mg) fue adquirida del distribuidor de aleaciones metálicas **EUROALLIAGE** en forma de placas de 16 mm de espesor, está se encontraba en un estado H111 de acuerdo a la nomenclatura designada para los endurecimientos por deformación de las aleaciones de aluminio, este estado endurecimiento se refiere a que esta aleacion esta endurecida por deformacion en un grado menor al H11 (endurecimiento menor al 25%), a partir de éstas placas se maquinaron barras cuadradas con las siguientes dimensiones: 16 mm × 16 mm × 120 mm, para posteriormente ser procesadas por el equipo de **ECAP**. La composición química nominal de está aleación, de acuerdo al certificado del distribuidor se muestra en el Cuadro 3.1

Cuadro 3.1: Composición química de la aleación Al 5083

Elemento	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
%Wt	0.4	0.4	0.1	0.4 – 1.0	4.0 – 4.9	0.05 – 0.25	0.25	0.18	Resto

Figura 3.1: Diagrama de Fases del sistema  $Al - Mg$ 

Cabe mencionar que esta aleación pertenece a las aleaciones de aluminio del sistema Al-Mg, aleaciones usadas principalmente en su proceso de forjado debido a que es posible endurecerlas por solución sólida o por deformación, así como su excelente resistencia a la corrosión, su soldabilidad. El diagrama de fases de esta aleación se muestra en la Figura 3.1.

## 3.2. Equipo

El sistema de ECAP utilizado en esta investigación consiste de placas, que forman el canal, un cono interno que sujeta a las placas, y una camisa que le da seguridad al molde en

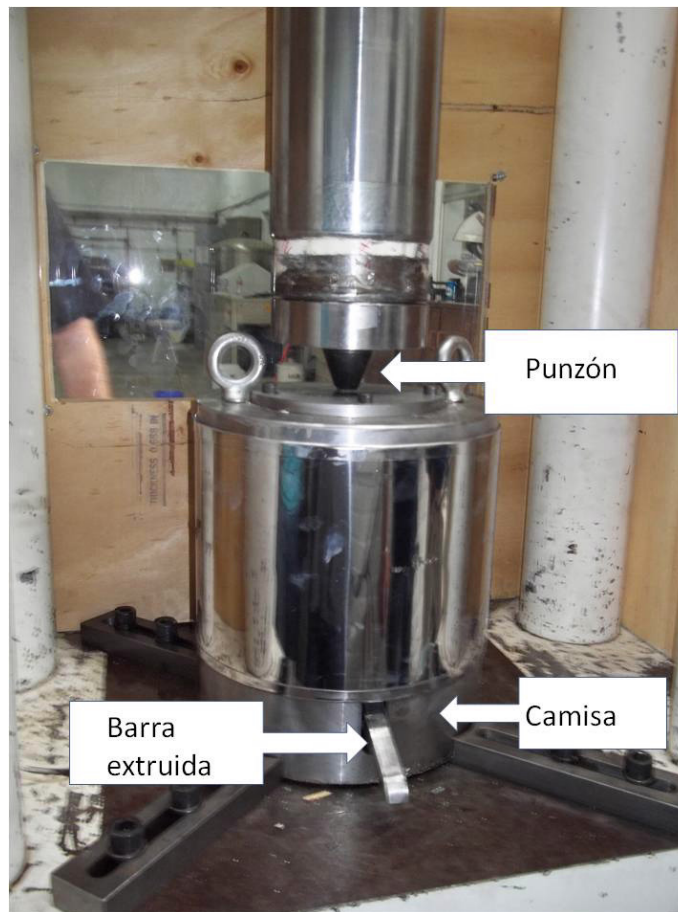


Figura 3.2: Sistema ECAP

caso de pudiera explotar este durante el proceso. También consta de un punzón que empuja la muestra por el canal, a continuación se detallan cada una de las partes

### 3.2.1. Punzón

El punzón está hecho del mismo material que la matriz, tiene una sección cuadrada de  $16 \times 16$  mm con un cono semi-cilíndrico en la parte superior, que refuerza una zona donde anteriores punzones se fracturaban, además de que sirve para acoplar el punzón a la prensa hidráulica (Figura 3.2 )

### 3.2.2. Matriz

El equipo de ECAP utilizado en esta investigación consiste en una matriz de acero H13 con un canal de ángulo de intersección de  $2\phi = 120^\circ$  y un ángulo de curvatura externo  $2\psi = 20^\circ$ , con una sección de  $16 \times 16$  mm (Figura 3.3). La matriz está compuesta de dos piezas de modo que cada pieza contiene una mitad del canal y se cierra por medio de tornillos allen de 0.5" (Figura 3.3). Una vez teniendo la matriz armada es colocada una "camisa" de un acero 4140 con el fin de darle seguridad al molde en caso de que pudiera explotar durante el proceso, además asegura que la matriz perfectamente ajustada y alineada (Figura 3.2).



Figura 3.3: Matriz del equipo de ECAP

### 3.3. Procesado de las barras

Los ensayos de ECAP fueron llevados a cabo a temperatura ambiente, antes de cada pasada se alinea el punzón con el dado y se lubrica tanto el punzón como el canal utilizando aceite en solución con partículas de  $MoS_2$ . (Bisulfuro de Molibdeno) Una vez montado el

equipo en la prensa hidráulica mediante el uso del punzón se aplicó una carga al punzón con el fin de desplazar la muestra, a una velocidad de 1 mm/s.

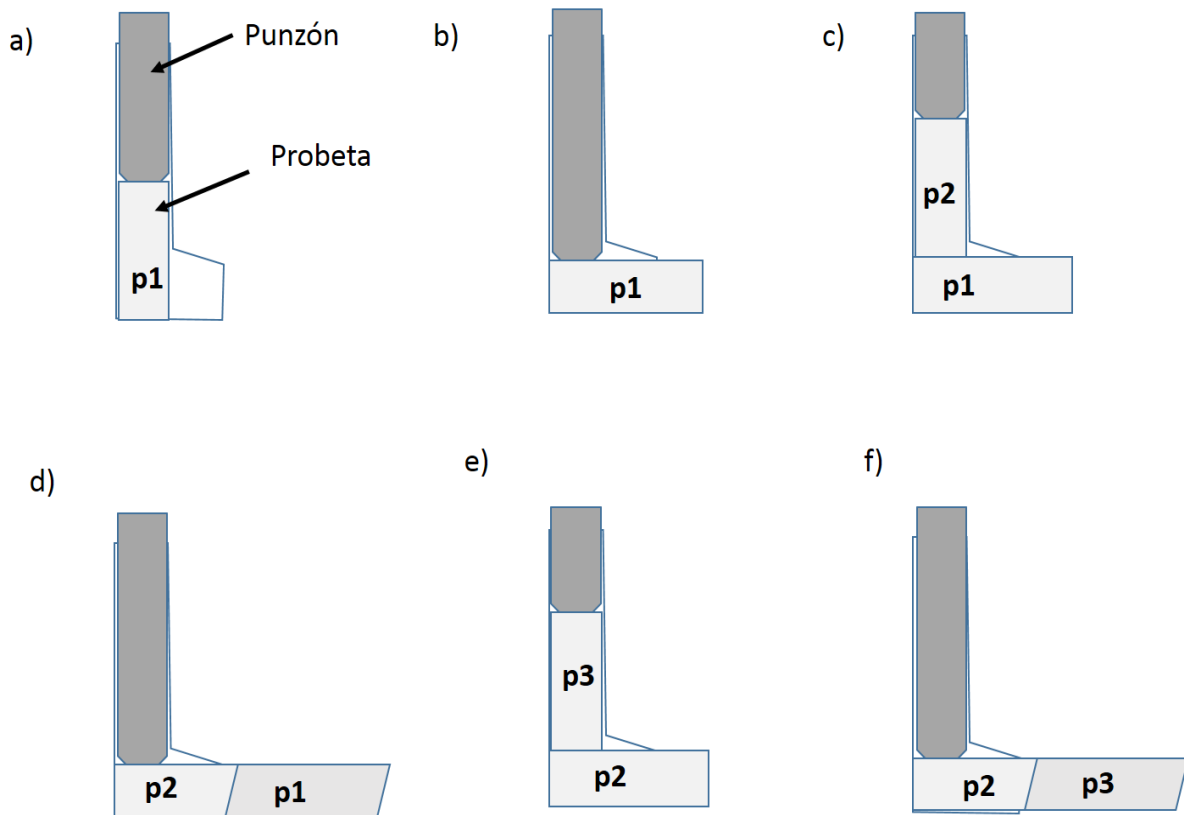


Figura 3.4: Procesamiento de las barras [16]

El procedimiento seguido para realizar pasadas se ilustra en la Figura esquemática 3.4. Básicamente, consiste en presionar y extraer una muestra con la muestra procesada inmediatamente después. La extrusión de la primera muestra, p1, en una sesión de procesado se realiza con el canal angular vacío (Figura 3.4 (a)). Una vez realizada la pasada, se extrae el punzón, se introduce una segunda muestra, p2 (Figura 3.4 (c)), y se realiza la extrusión (Figura 3.4 (d)). Obteniendo así la muestra p1 extruida con un paso, la cual es reinsertada como muestra p3 con el giro correspondiente dependiendo la ruta a seguir, en este caso  $90^\circ$  (Figura 3.4 (e)) para obtener un segundo paso, se introduce una muestra p4 con el fin de obtener la muestra de dos pasos (Figura 3.4 (f)).

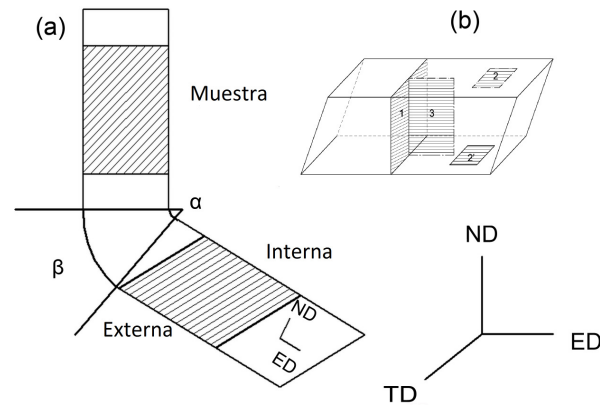


Figura 3.5: Ángulo interno y externo de la matriz de ECAP (a), (b) planos de la muestra después de ser procesada por ECAP.

### 3.4. Elección de muestras

La elección de las muestras a utilizar para cada una de las técnicas de caracterización se hizo teniendo en cuenta los efectos de fricción que ocurren en el proceso, eligiendo las regiones centrales de la muestra procesada (centro de la barra) plano 1 de acuerdo con la Figura 3.5, para la caracterización de las muestras, excepto para la medición de esfuerzos residuales, donde se utilizó el plano 2 y 2', que corresponden a la cara externa e interna respectivamente, y donde **ND** es la dirección normal a la extrusión, **ED** es la dirección de extrusión y **TD** es la dirección transversal. Se excluyeron los extremos de la barra procesada debido a que estos recibieron una deformación heterogénea y las regiones laterales de las muestras de ECAP por estar afectadas por la fricción con el canal. La orientación de la barra respecto al canal de salida del ECAP es mostrada en la Figura 3.6, esta figura está ligada con la Figura 3.5 que muestra los planos de los cuales se tomaron las muestras para su caracterización.

Para lograr que este efecto no influyera en los resultados de cada una de las muestras para las diferentes técnicas de caracterización se seccionó la muestra en una cortadora equipada con disco de diamante bajo chorro de líquido como enfriamiento para evitar efectos de temperatura.

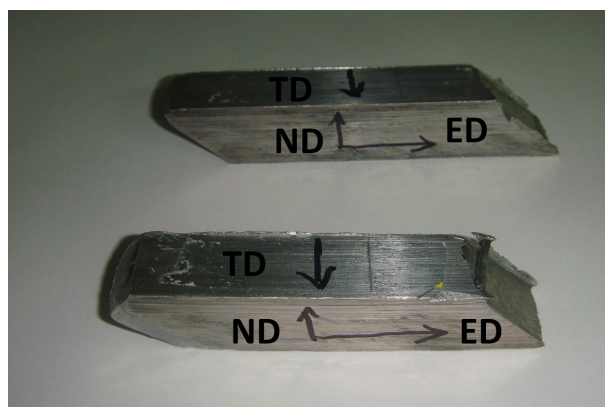


Figura 3.6: Orientación de la barra respecto al canal de salida del ECAP

### 3.5. Difracción de Rayos X

En esta investigación se utilizó la difracción de rayos X como una técnica para poder determinar las microdeformaciones, las cuales serán definidas en la sección 3.7, los esfuerzos residuales y la textura del material. Las características de cada método se tratarán a detalle más adelante. Una manera simple de entender la difracción de rayos X en una configuración Bragg-Bentano es la siguiente, si se envían rayos X de una longitud de onda dada ( $1.5406 \text{ \AA}$  para el cátodo de  $Cu$ ) hacia un material colocado como lo muestra la Figura 3.7 y se coloca un detector en un ángulo igual al ángulo de incidencia, entonces se producirá el efecto de difracción cada vez que se cumpla la ley de Bragg. De acuerdo a esta ley si el haz de rayos X incidente en un ángulo arbitrario contra un conjunto de átomos, generalmente no habrá un haz reflejado, debido a que los rayos difractados por los planos del átomo deben viajar diferentes distancias y tenderán a estar fuera de fase y cancelarse entre sí. Sin embargo, a un ángulo específico conocido como un ángulo de Bragg, los rayos difractados estarán en fase debido a que la distancia que recorren será un número entero de veces la longitud de onda.

Matemáticamente la ley de Bragg está representada por:

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

Donde  $n$  es número entero,  $\lambda$  es la longitud de onda de los rayos X,  $d$  es la distancia interplanar del cristal,  $\theta$  es el ángulo de incidencia del haz de rayos X.



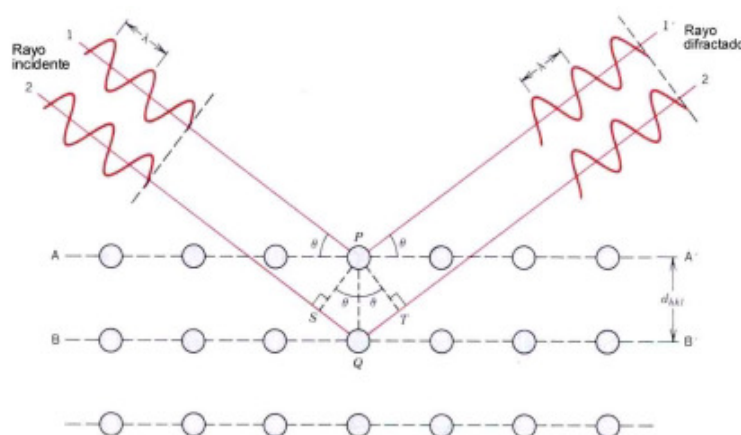


Figura 3.7: Relación entre el ángulo de Bragg y la distancia entre los planos atómicos

Los rayos difractados son recibidos por el detector y son transformados en pulsos eléctricos los cuales se registran análogamente; con los datos obtenidos y con la ayuda de una computadora se obtienen gráficas de intensidad relativa en función de ángulo  $2\theta$

Un patrón de difracción de polvos **ideal** consiste en picos simétricos y delgados (como funciones delta) posicionados según la celda unidad. Sin embargo, cuando la red cristalina es imperfecta los picos de difracción de rayos X se ensanchan. De acuerdo con la teoría de dispersión cinemática este ensanchamiento se presenta cuando los cristalitas son pequeños ( $\sim 1 \mu\text{m}$ ), así como, cuando los defectos en la red cristalina son abundantes. Es decir, que el ensanchamiento de los picos está incedenciado principalmente por un factor de tamaño y un factor de deformación.

### 3.5.1. Funciones para modelar el perfil de un pico de difracción

Como se mencionó con anterioridad, los espectros de difracción de Rayos X además de proporcionar información del estado cristalino, también proporcionan información del tamaño de cristalito y de los elementos microestructurales, los cuales provocan aberraciones en los picos de difracción. La manera en que se puede expresarse está información es mediante el modelado de los picos de difracción. El perfil de los picos de difracción puede ser modelado por medio de funciones matemáticas que se describen por medio de su posición ( $2\theta$ ), una intensidad  $I_0$  y el ancho de la función representado por el ancho de poco media ( $H$ ). Algunas

de las funciones básicas que se utilizan para modelar el pico de difracción son las funciones de Gauss y Lorentz, definidas a continuación:

a Gauss (G)

$$G(x) = a_G \exp(-b_G x^2) \quad (3.2)$$

$$a_G = \frac{2}{H} \sqrt{\frac{\ln 2}{\pi}} \quad (3.3)$$

$$b_G = \frac{4 \ln 2}{H^2} \quad (3.4)$$

El ancho de pico integral ( $\beta_G$ ) está determinado por

$$\beta_G = \frac{1}{a_G} = \frac{H}{2} \sqrt{\frac{\pi}{\ln 2}} \quad (3.5)$$

b Lorentz (L)

$$L(x) = \frac{a_L}{1 + b_L x^2} \quad (3.6)$$

donde

$$a_L = \frac{2}{H\pi} \quad (3.7)$$

$$b_L = \frac{4}{H^2} \quad (3.8)$$

El ancho de pico integral ( $\beta_G$ ) está determinado por

$$\beta_L = \frac{1}{a_L} = \frac{\pi H}{2} \quad (3.9)$$

Dado que una función Gaussiana y una función Lorentziana no describen matemáticamente el ensanchamiento de los picos de difracción, una combinación lineal de ellas lo hace mediante una función llamada Pseudo-Voigt [73]:

1. Pseudo-Voigt ( $pV$ ).

El modelo Pseudo – Voigt está formado por una combinación lineal de una función Gaussiana y una Lorentziana. El parámetro  $\eta = 0$  describe si la forma del pico de difracción es Gaussiana,  $\eta = 1$  si es Lorentziana. Si el valor de  $\eta$  se encuentra entre 0 y 1 se tiene una combinación de ambas.

$$pV = \eta L + (1 - \eta)G \quad (3.10)$$

Las formulas del modelo pseudo-Voigt son:

$$\eta = N_A + N_B \cdot 2\theta \quad (3.11)$$

$N_A$  y  $N_B$  son variables refinables

$$H^2 = U \tan^2 \theta + \frac{I_G}{\cos^2 \theta} \quad (3.12)$$

$$\frac{H_G}{H} = (1 - 0.74417\eta - 0.2478\eta^2 - 0.0081\eta^3)^{1/2}$$

$$\frac{H_L}{H} = 0.72928\eta - 0.192\eta^2 + 0.07783\eta^3$$

Donde:  $H$  es el ensanchamiento total del pico de difracción,  $\eta$  es el parámetro de ponderación de la forma del pico de difracción y se obtiene al refinar  $N_A$  y  $N_B$ ,  $H_G$  es el ensanchamiento parcial del pico de difracción de la componente Gaussiana.  $H_L$  es el ensanchamiento parcial del pico de difracción de la componente lorentziana. El ensanchamiento total  $H$  se obtiene a través del ajuste de  $U$ ,  $V$  y  $W$  (ensanchamiento instrumental) e  $I_G$  (ensanchamiento por tamaño de cristal) difracción. Sin embargo, debido a que numéricamente es complicado trabajar con la función, se utiliza una función de Thompson – Cox – Hastings

## 2 El modelo de Thompson – Cox – Hastings

Este modelo es una variante de la pseudo-Voigt, donde ambas utilizan la ecuación 3.10 . La diferencia entre éstas dos ecuaciones radica en la selección de cuales parámetros se ajustan y cuales se calculan. En la pseudo – Voigt se refinan ( $\eta$ ,  $H$ ) y se calculan  $H_G$  y  $H_L$  y en la

Thompson – Cox – Hastings (**TCH**) se refinan ( $H_G$ ,  $H_L$ ) y se calculan ( $\eta$ ,  $H$ ). Este modelo fue el que se utilizó para ajustar los patrones de difracción de las muestras analizadas.

Las formulas del modelo **TCHZ** son:

$$H_G = U \tan^2 \theta + \frac{I_G}{\cos^2 \theta} \quad (3.13)$$

$$H_L = X \tan^2 \theta + \frac{Y}{\cos \theta}$$

Donde los términos de la ecuación  $U$  y  $X$  son parámetros que dependen de las microdeformación y  $Y$  e  $I_G$  dependen del tamaño de cristal. y  $\theta$  es ángulo de difracción.

Para una función Pseudo Voigt la relación entre el ancho integral y el ancho a media altura es relacionado con  $H$  y  $\eta$  (parámetro de mezcla Gauss-Lorentz) como sigue

$$\beta = \frac{\pi}{180} \frac{\pi}{2} \frac{H}{\eta + (1 - \eta) \sqrt{\pi \ln(2)}} \quad (3.14)$$

donde  $\eta$  es definido como

$$\eta = 1.36603 \frac{H_L}{H} - 0.47719 \left[ \frac{H_L}{H} \right]^2 + 0.11116 \left[ \frac{H_L}{H} \right]^3 \quad (3.15)$$

Para separar las contribuciones de Lorentz y Gauss, la ecuación Thompson – Cox – Hastings (**TCH**) es asumida como [74]:

$$H^5 = H_G^5 + 2.6926 H_G^4 H_L + 2.42843 H_G^3 H_L^2 + 4.47163 H_G^2 H_L^3 + 0.07842 H_G H_L^4 + H_L^5 \quad (3.16)$$

Una vez que se obtiene el ancho integral Gaussiano y de Lorentz, son substituidos en la formula de Stokes –Wilson (ecuación 3.17 )y la ecuación de Scherrer (ecuación 3.18 ) para el cálculo final de las microdeformaciones y de del tamaño de cristal

$$\varepsilon = \frac{\beta}{4 \tan(\theta)} \quad (3.17)$$

El tamaño aparente de los cristalitos  $D_V$  en la dirección normal a los planos de difracción se conoce como formula de Scherrer y está determinado por:

$$D_V = \frac{\lambda}{\beta_S \cos \theta} \quad (3.18)$$

donde  $\lambda$  es la longitud de onda de los rayos X y  $\beta_G$  es ancho de pico integral debido al efecto del tamaño de cristalito.

## 3.6. Método de Rietveld

El método Rietveld [71], [72] es una técnica de ajuste que tiene la capacidad de determinar con mayor precisión parámetros estructurales de la muestra, a partir de la construcción de un modelo teórico que se ajusta al patrón de difracción experimental. Este método consiste en ajustar un modelo teórico a un patrón experimental de difracción de rayos X utilizando el método de mínimos cuadrados, hasta obtener el mejor ajuste entre ambos.

La descripción exacta de la forma de los picos de difracción es un proceso crítico en el refinamiento Rietveld. La forma de los picos observados en un patrón de difracción, la cual está determinada por la muestra (tamaño de cristal, microdeformaciones, defectos, etc.) y el instrumento (fuente de radiación, geometría utilizada, tamaño de rejillas (slits), varía como una función de  $2\theta$ .

Para realizar el ajuste Rietveld se utilizó el programa *FULLPROF 2012*. El procedimiento para hacer el ajuste Rietveld es el siguiente: los datos de entrada se colectan y se digitalizan en un formato adecuado para poder procesarse en el análisis computacional. Los datos de entrada son intensidades medidas, que se registran en cada punto o paso de barrido (en ángulos  $2\theta$ ) hasta obtener al patrón completo. Una vez con el patrón, se introducen parámetros estructurales de patrón analizado (grupo espacial, átomos en la celda unitaria, número de fases, parámetro de red) y se procede a refinar iterativamente los parámetros  $U$ ,  $X$ ,  $Ig$ , e  $Y$ , primero en conjunto los que dependen de microdeformaciones ( $U$  y  $X$ ) y los de tamaño de cristalito ( $Ig$  e  $Y$ ), posteriormente se refinan todos los parámetros simultáneamente hasta que se encuentre un ajuste adecuado entre los datos estimados y los observados.

### 3.6.1. Criterios de Ajuste

Los criterios de ajuste [75]-[77] durante el refinamiento indican al usuario el avance del mismo y ayudan a decidir si el modelo propuesto es correcto y también si se ha caído en un mínimo local, por lo que es importante tener varios indicadores para cada ciclo. Así el usuario puede juzgar si el proceso de refinamiento es satisfactorio y además cuando se debe detener el refinamiento.

Los criterios de ajuste más utilizados son: el factor del perfil ( $R_{exp}$ ), el factor del perfil ponderado ( $R_{wp}$ ), Factor de intensidades de Bragg ( $R_B$ ), el factor cristalográfico(RF), estos criterios son definidos en el apéndice **A**

Los valores del residuo, ya sea  $R_{wp}$ ,  $R_{exp}$ ,  $\chi^2$ ,  $R_F$  o  $R_B$  son indicadores útiles para la evaluación de un refinamiento, especialmente en el caso de pequeños mejoramientos en el modelo, pero no debe de ser sobreinterpretado. Los criterios más importantes para juzgar la calidad de un refinamiento Rietveld son:

1. El ajuste de los datos del patrón calculado con los datos del patrón observado. Para ello, en un refinamiento Rietveld se debe de incluir la gráfica con las intensidades calculadas, intensidades observadas y la curva diferencia.
2. No perder de vista el sentido físico de los datos obtenidos en el refinamiento.

Como se mencionó en la sección anterior el ancho de los picos de difracción está incedenciado principalmente por dos factores: el tamaño de cristalito y la presencia de microdeformaciones, de tal forma que un apropiado análisis del perfil de difracción puede proporcionar información tal como: el tamaño promedio de cristalito o tamaño de dominios cristalinos coherentes, distribución de tamaños de cristalitos y a la naturaleza y extensión de las imperfecciones de la red. Una forma en la que se puede separar la información del efecto del tamaño del cristalito y el efecto de la microdeformación es mediante el *método de anchos integrales*, este método permite separar estos efectos y depende de la hipótesis de la forma del ensanchamiento del perfil debido a cada efecto. Por lo tanto, la solución numérica depende también de dichas hipótesis y tiende a diferir entre ellas [78].

Las fórmulas para la separación de los efectos debido a las microdeformaciones y debidos al tamaño de los cristalitos empleados por este método son [78]-[79]:

**Lorentz-Lorentz (Curvas de Williamson-Hall)**

$$\beta = \frac{1}{D_V} + 2\varepsilon_S \quad (3.19)$$

**Lorentz-Gauss (Aproximación parabólica)**

$$\beta = \frac{1}{D_V} + \frac{4\varepsilon^2 s^2}{\beta} \quad (3.20)$$

### Gauss- Gauss

$$\beta = \frac{1}{D_V^2} + 4\varepsilon^2 s^2 \quad (3.21)$$

donde  $\beta$  es el ancho de pico integral,  $D_V$  es el tamaño aparente de los cristalitos,  $\varepsilon$  es la microdeformación aparente y  $s$  es la distancia interplanar en el espacio recíproco. Basándose en la aproximación Lorentz-Lorentz, se puede elaborar un gráfico de  $\beta$  en función de  $s$ , éstas gráficas se conocen como curvas de Williamson Hall, en donde, por medio del valor de la ordenada al origen de la línea de estas gráficas, se obtiene el tamaño aparente de cristalito, mientras que la pendiente proporciona información sobre la microdeformación de la red cristalina,  $\varepsilon$ . Las curvas de Williamson Hall dan información cualitativa relacionada con la naturaleza de los dominios coherente de difracción.

Este método se emplea para seguir, de manera cualitativa, la evolución de la microdeformaciones que generan los pasos por ECAP.

## 3.7. Medición de esfuerzos residuales empleando difracción de rayos X

Cuando un material sufre una deformación plástica por trabajo en frío, hay una multiplicación y desplazamiento de dislocaciones, y se forman vacancias. La deformación plástica inicial endurece el material dando como resultado el aumento de su límite de elasticidad. Uno de los orígenes de los esfuerzos residuales a nivel de granos, es la incompatibilidad de la deformación plástica con las heterogeneidades de los granos de un mismo policristal.

La evaluación de los esfuerzos residuales es una importante etapa en la mejora de los procesos de materiales, el control de la deformación del material. De acuerdo a la definición clásica [79], los esfuerzos residuales son esfuerzos de auto-balance que existen en un material que se es sometido a fuerzas externas o esfuerzos externos, cuando existen esfuerzos externos actuando sobre el cuerpo del material son llamados esfuerzos internos [80]. En general los esfuerzos residuales pueden ser generados por todas las operaciones de acabado de piezas (pulido, rectificado, etc.) así como todas las operaciones de puestá a punto (conformado en frío, ensamblado, solidificación, etc.). éstas operaciones son susceptibles de introducir una deformación plástica superficial o una deformación plástica heterogénea, dando lugar a

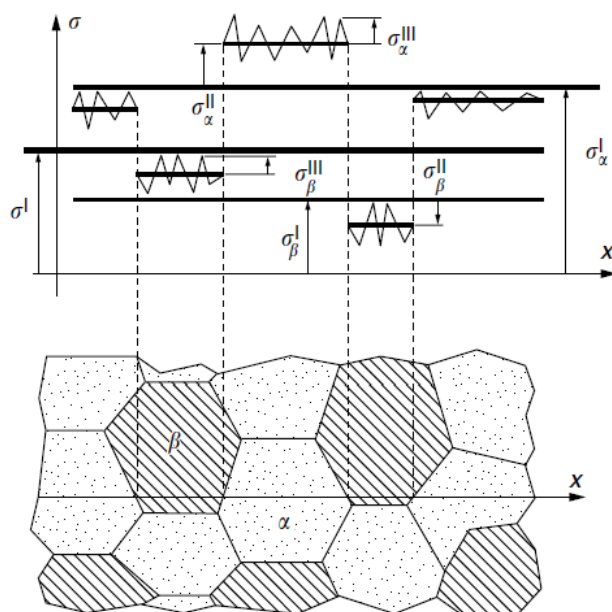


Figura 3.8: Esquema de los tres tipos de esfuerzos residuales (tipo I, II y III) [79]

esfuerzos residuales.

La medición de los esfuerzos depende de la escala de observación, una clasificación de los esfuerzos residuales en tres tipos o ordenes (relacionada con la escala el cual considera al material) fue propuesta por Macherauch and Kloss [81]. En un material real el estado de esfuerzos residuales en un punto viene de la superposición de los esfuerzo tipo I, II y III, como se muestra en la Figura 3.8

**Esfuerzos residuales de primer orden o tipo I**, son esfuerzos homogéneos sobre un dominio espacial de un gran número de granos del material, tales esfuerzos son llamados también macroesfuerzos.

**Esfuerzos residuales de segundo orden o tipo II**, son homogéneos dentro de dominio espacial de cristales pequeños del material (un grano o una fase). Los esfuerzos internos relacionadas con estos esfuerzos están en equilibrio entre diferentes granos o fases.

**Esfuerzos residuales de tercer orden o tipo III**, son homogéneos en un pequeño dominio espacial de cristales del material (algunas distancias interatómicas). Las fuerzas internas relacionadas con estos esfuerzos están en equilibrio en pequeños dominios (tales



como alrededor de dislocaciones o defectos puntuales). Por el método de Rietveld, el valor del ancho de los picos da información sobre los esfuerzos de este tipo, por lo tanto las *microdeformaciones* son deformaciones que vienen de esta escala de observación.

Los esfuerzos residuales como ya se mencionó son el resultado de un proceso que crea distorsión en el material, toda deformación elástica homogénea de un cristal analizado dará lugar a una variación en la distancia interplanar. La interferencia de los rayos X difractados dan lugar a la intensidad de los picos, descritos por su posición y su forma, la deformación y los defectos existentes en el material. La presencia de los esfuerzos residuales pone en evidencia la deformación en el material. Estas deformaciones se traducen en una modificación en la distancia interplanar, correspondiente a un desplazamiento en los picos de difracción. Estas deformaciones se pueden medir mediante la ley de Bragg (Ecuación 3.1). Es primordial comprender que lo que se mide en este método de medición de esfuerzos residuales por difracción de rayos X, es una deformación y lo que se calcula es un tensor de esfuerzos. Para ilustrar mejor este método, se considera el sistema de coordenadas mostrado en la Figura 3.9. Los ejes  $M_1$  y  $M_2$  son los que se encuentran contenidos en la superficie y el eje  $M_3$  el eje normal a dicha superficie. Mientras que los ejes  $L$  se denominan sistema de coordenadas de laboratorio, en el cual el eje  $L_3$  es el eje normal a los planos  $hkl$  en el cual la distancia interplanar debe ser medido. El ángulo formado por  $L_2$  y  $S_2$  se conoce como ángulo  $\varphi$  y se encuentre en el plano formado por  $M_1$  y  $M_2$ . El ángulo es el ángulo  $\psi$  formado por el eje  $M_3$  y  $L_3$ .

Con la distancia interplanar,  $d$ , se obtiene del pico de difracción originado por los planos  $hkl$ , entonces la componente de la deformación en el eje  $L_3$  puede ser obtenido empleando la formula

$$\varepsilon_{33\varphi\psi} = \frac{d_{\varphi\psi} - d_o}{d_o} \quad (3.22)$$

En donde  $d_o$  corresponde a la distancia interplanar en un estado libre de esfuerzos.

La deformación en el sistema de coordenadas de la muestra puede ser obtenida aplicando el tensor de transformación

$$\varepsilon_{33\varphi\psi} = a_{3k}a_{3l}\varepsilon_{kl} \quad (3.23)$$

Donde  $a_{3k}$  y  $a_{3l}$  son los cosenos directores entre  $L_3 - S_k$  y  $L_3 - S_l$

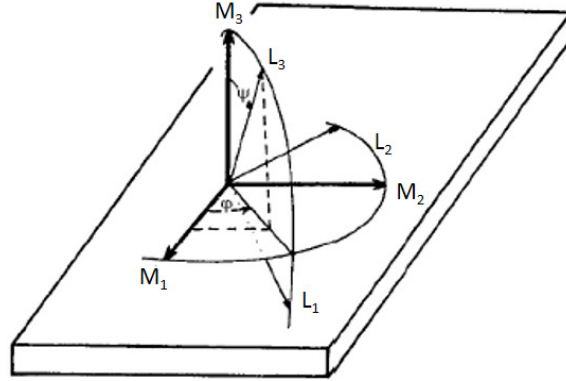


Figura 3.9: Definición de los ángulos  $\psi$  y  $\varphi$  y la orientación del sistema de laboratorio  $L_i$  con respecto al sistema de la muestra  $M_i$  [79]

Definidos como

$$a_{ik} = \begin{vmatrix} \cos \phi \cos \psi & \text{sen} \phi \cos \psi & -\text{sen} \psi \\ -\text{sen} \phi & \cos \phi & 0 \\ \cos \phi \text{sen} \psi & \text{sen} \phi \text{sen} \psi & \cos \psi \end{vmatrix} \quad (3.24)$$

Sustituyendo los coeficientes de la matriz de transformación tenemos

$$\varepsilon_{33\varphi\psi} = \frac{d_{\varphi\psi} - d_o}{d_o} = \varepsilon_{11} \cos^2 \varphi \text{sen}^2 \psi + \varepsilon_{12} \text{sen}^2 \varphi \text{sen}^2 \psi + \varepsilon_{22} \text{sen}^2 \varphi \text{sen}^2 \psi \quad (3.25)$$

$$+ \varepsilon_{33} \text{sen}^2 \varphi \text{sen}^2 \psi + \varepsilon_{13} \cos^2 \varphi + \varepsilon_{13} \cos^2 \varphi \text{sen}^2 \psi + \varepsilon_{23} \text{sen} \varphi \text{sen} \psi$$

La ecuación 3.25 es la ecuación fundamental empleada en la medición de esfuerzos por difracción de rayos X. Esta ecuación relaciona las cantidades que se miden en difracción con las cantidades desconocidas del componente de deformación en el material que se requieren determinar. Obteniendo el tensor de deformación con la ley generalizada de Hooke:

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1 + \nu}{E} \sigma_{ij} - \frac{\nu}{E} \delta_{ij} \sigma_{kk} \quad (3.26)$$

### 3.7.1. El método de $\text{sen}^2\psi$

El método de  $\text{sen}^2\psi$  es el método tradicional para medir esfuerzos residuales cerca de la superficie con rayos X, en este método los esfuerzos y las deformaciones pueden ser relacionadas mediante la ley generalizada de Hooke ecuación 3.26.

La ecuación que facilita la implementación de una regresión lineal generalizada para calcular las componentes de la deformación a partir de la medición de una serie de valores  $\varepsilon_{\varphi\psi}$  en distintas direcciones es la siguiente:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\varphi\psi} = S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) + \frac{1}{2}S_2(\sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{12} \text{sen}^2 \phi + \sigma_{11} \text{sen}^2 \phi) \text{sen}^2 \psi + \\ \frac{1}{2}S_2(\sigma_{13} \cos \phi + \sigma_{23} \text{sen} \phi) \text{sen} 2\psi + \frac{1}{2}S_2(\sigma_{23} \cos^2 \psi) \end{aligned} \quad (3.27)$$

Esta ecuación es deducida tomando como condición que el material es isotrópico microscópicamente y que los esfuerzos son homogéneos en el material. Pero en la difracción asimétrica, las constantes de elasticidad [83] ( $\frac{1}{2}S_2$  y  $S_1$ ) dependen del plano cristalino ( $hkl$ ) sobre el cual se está realizando la medición.

En la teoría clásica de los estados de esfuerzos en superficies libres la relación  $d$  vs  $\text{sen}^2\psi$  es lineal, sin embargo, en un estado de esfuerzos residuales mas general la relación  $d$  vs  $\text{sen}^2\psi$  no es lineal. Los términos  $\sigma_{13}$  y  $\sigma_{23}$  dependen del  $\text{sen}^2\psi$ , esto resulta como diferentes relaciones de  $d$  vs  $\text{sen}^2\psi$ , para  $\psi \geq 0$   $\psi \leq 0$ , este efecto es conocido como la partición de  $\psi$ . Para resolver este problema de no linealidad Dolle [84] propone un método donde introduce dos términos, la deformación promedio,  $a_1$  y la desviación  $a_2$ , de la deformación promedio, las cuales están determinados por

$$a_1 = \frac{\varepsilon_{\varphi\psi} + \varepsilon_{\varphi\psi-}}{2} = \frac{d_{\varphi\psi} + d_{\varphi\psi-}}{2d_0} - 1$$

por lo tanto

$$a_1 = \varepsilon_{33} + [\varepsilon_{11} \cos^2 \varphi + \varepsilon_{12} \text{sen} 2\varphi + \varepsilon_{22} \text{sen}^2 \varphi - \varepsilon_{33}] \text{sen}^2 \phi \quad (3.28)$$

$$a_2 = \frac{\varepsilon_{\varphi\psi} - \varepsilon_{\varphi\psi-}}{2} = \frac{d_{\varphi\psi} - d_{\varphi\psi-}}{2d_0} = (\varepsilon_{13} \cos \varphi + \varepsilon_{23} \text{sen} \varphi) \text{sen} 2\psi \quad (3.29)$$

Las ecuaciones 3.28 y 3.29 son validas en el sistema de referencia del laboratorio mostrado en la Figura 3.9. Por lo tanto,  $\varepsilon_{33}$  puede obtenerse por la interpretación de  $a_1$  vs  $\text{sen}^2\psi$ , si  $d_0$  es conocido. Los componentes del tensor  $\varepsilon_{11}$ ,  $\varepsilon_{12}$  y  $\varepsilon_{22}$  pueden ser obtenidas de  $(\partial_{a_1}/\partial \text{sen}^2\psi)$ . Para  $\varphi = 0^\circ$  se puede obtener  $(\varepsilon_{11} - \varepsilon_{33})$  mientras que para  $\psi = 90^\circ$  se obtiene  $(\varepsilon_{22} - \varepsilon_{33})$ . El componente  $\varepsilon_{12}$  se puede determinar  $(\partial_{a_1}/\partial \text{sen}^2\psi)$  para  $\psi = 45^\circ$  y de  $(\partial_{a_2}/\partial \text{sen}^2\psi)$ , podemos obtener  $\varepsilon_{13}$  cuando  $\varphi = 0^\circ$  y  $\varepsilon_{23}$  cuando  $\varphi = 90^\circ$ .

El principio en la determinación del esfuerzo en una dirección es el siguiente. Se obtiene la evolución de la deformación  $\varepsilon_{\varphi\psi}$  en función de  $\text{sen}^2\psi$ , la pendiente es proporcional a  $\sigma_\varphi$  y la ordena al origen es proporcional a la traza del tensor de esfuerzos.

Se obtienen los valores de  $\psi$  y ángulos de difracción  $2\theta$  para los tres diferentes ángulos de  $\psi = 0^\circ, 45^\circ$  y  $90^\circ$ , de estos valores se hace el cálculo del  $\text{sen}^2\psi$  y  $\text{sen}2\psi$ . Se define una ecuación para cada uno de los valores de  $\psi$ , es decir en para cada uno de los puntos experimentales, en este caso 17.

Se hace el cálculo de cada una de las distancias interplanares en los diferentes ángulos con la ayuda de la ley de Bragg. y se procede a hacer el cálculo de  $a_1$  y  $a_2$ , con los siguientes valores de  $S_1$  y  $S_2$ .

Una vez obtenidas los valores de  $a_1$  y  $a_2$ , de las gráficas  $a$  vs  $\text{sen}^2\psi$  se puede conocer cada uno de los componentes del tensor de deformaciones y partir de la ecuación **3.30**, se puede calcular el cada una de las componentes del tensor completo de esfuerzos, calculando de cada una de las gráficas de  $a$  vs  $\text{sen}^2\psi$ , las pendientes y la ordenada al origen segun sea el caso, para obtener la componente de deformación correspondiente como se explica en la sección.

$$\sigma_{ij} = \frac{\varepsilon_{ij}}{\frac{1}{3}S_2} \quad (3.30)$$

Una vez obtenido el tensor de esfuerzos se puede obtener completo de deformaciones. Con el tensor de esfuerzos completo se puede calcular los esfuerzos normales  $\sigma_N$  y cortante ( $\tau$ ) en cada una de los ángulos  $\psi$  ( $0^\circ, 45^\circ$  y  $90^\circ$ ). De igual forma se puede obtener las ecuaciones en sus ejes principales del tensor de deformaciones y del tensor de esfuerzos. A continuación se muestra a detalle el cálculo completo de los esfuerzos y deformaciones de una de las mediciones hechas en la muestra de 1 paso, cara interna y con 80 micras de profundidad, todos los demás resultados se obtienen de la misma forma. Se obtienen los datos del experimento, los ángulos  $\psi$  y los  $\phi$ , como se muestra abajo.

$\psi =$	$\phi_0 =$	$\phi_{45} =$	$\phi_{90} =$
$\begin{bmatrix} 39.2 \\ 35.8 \\ 32.3 \\ 28.6 \\ 24.5 \\ 19.8 \\ 13.8 \\ 0.0 \\ -9.73 \\ -17 \\ -22.2 \\ -26.6 \\ -30.5 \\ -34.1 \\ -37.5 \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} 153.583 \\ 153.600 \\ 153.651 \\ 153.673 \\ 153.695 \\ 153.676 \\ 153.800 \\ 153.765 \\ 153.783 \\ 153.794 \\ 153.744 \\ 153.729 \\ 153.740 \\ 153.714 \\ 153.683 \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} 154.315 \\ 154.231 \\ 154.144 \\ 154.049 \\ 153.963 \\ 153.902 \\ 153.783 \\ 153.726 \\ 153.843 \\ 153.918 \\ 154.014 \\ 154.085 \\ 154.151 \\ 154.250 \\ 154.338 \end{bmatrix}$	$\begin{bmatrix} 153.992 \\ 153.956 \\ 153.958 \\ 153.924 \\ 153.862 \\ 153.819 \\ 153.797 \\ 153.770 \\ 153.814 \\ 153.848 \\ 153.825 \\ 153.851 \\ 153.941 \\ 153.925 \\ 153.969 \end{bmatrix}$

Una vez con los datos se define una ecuación para cada uno de los puntos experimentales y se calcula una distancia interplanar para cada uno de los ángulos  $\psi$  como se muestra a continuación:

$$d = \frac{\lambda}{2\text{sen}(\theta)}$$

Y se procede a calcular los valores de  $a_1$  y  $a_2$  para cada una de las combinaciones de ángulo  $\psi$  ( $0^\circ$ ,  $45^\circ$  y  $90^\circ$ ) y  $\phi$  con el siguiente algoritmo:

$$a_1 = \frac{d_{n-i} + d_i}{2d_{ref}} - 1$$

$$a_2 = \frac{d_{n-i} - d_i}{2d_{ref}} - 1$$

Una vez obtenido los valores de  $a_1$  y  $a_2$  se pueden obtener cada una de los componentes del tensor de esfuerzo con las pendientes de las gráficas de  $a_1$  y  $a_2$  vs  $\text{sen}^2\psi$ . En este caso para la medición de la muestra de 1 paso cara interna 80 micras, las gráficas se muestran a continuación con los siguientes resultados:

Para obtener el valor de  $\sigma_{11}$  se obtiene de la gráfica  $a_1$  vs  $\text{sen}^2\psi$  para  $\phi = 0$

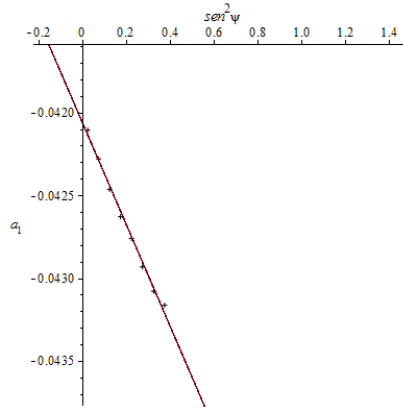


Figura 3.10: Gráfica de  $a_1$  vs  $\text{sen}^2\psi$ , para obtener el componente  $\sigma_{11}$ .

$$\sigma_{11} = \frac{m}{\frac{1}{2}S_2} = \frac{-0.003287143}{\frac{1}{2} \times 3.714285 \times 10^{-5}} = -177.2044 \text{ MPa}$$

Donde  $m$  es la pendiente de la recta y  $S_2$  es una constante de difracción

Para el cálculo de  $\sigma_{13}$  se utiliza la gráfica de  $a_2$  vs  $\text{sen}^2\psi$  para  $\phi = 0$  (Figura 3.11 ).

Obteniéndose el siguiente valor:

$$\sigma_{13} = \frac{m}{\frac{1}{2}S_2} = \frac{0.000111429}{\frac{1}{2} \times 3.714285 \times 10^{-5}} = 6.000461712 \text{ MPa}$$

Por simetría se tiene que

$$\sigma_{13} = \sigma_{31}$$

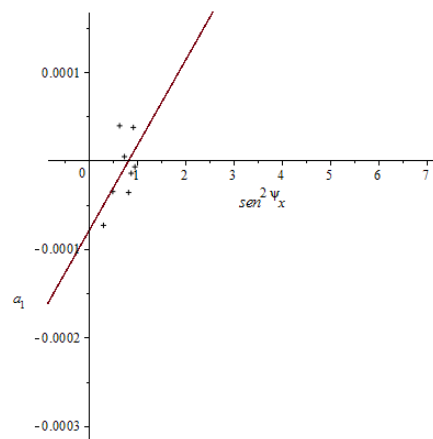
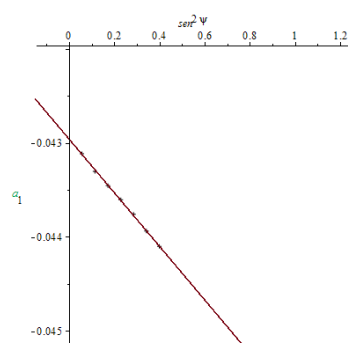
El valor de  $\sigma_{22}$  se obtiene de la gráfica  $a_1$  vs  $\text{sen}^2\psi$  (Figura 3.12 ) para  $\phi = 90$

Obteniéndose el siguiente valor:

$$\sigma_{22} = \frac{m}{\frac{1}{2}S_2} = \frac{-0.002915714}{\frac{1}{2} \times 3.714285 \times 10^{-5}} = -157.0120815 \text{ MPa}$$

El siguiente valor  $\sigma_{23} = \sigma_{32}$  se obtiene de la gráfica  $a_2$  vs  $\text{sen}^2\psi$  (Figura 3.13 ) para  $\phi = 90$ .

$$\sigma_{23} = \frac{m}{\frac{1}{2}S_2} = \frac{-0.000018571}{\frac{1}{2} \times 3.714285 \times 10^{-5}} = -1.000076952 \text{ MPa} \quad (3.31)$$

Figura 3.11: Gráfica de  $a_2$  vs  $\text{sen}^2 \psi$ , para obtener el componente  $\sigma_{13}$ .Figura 3.12: Gráfica de  $a_1$  vs  $\text{sen}^2 \psi$ , para obtener el componente  $\sigma_{22}$ .

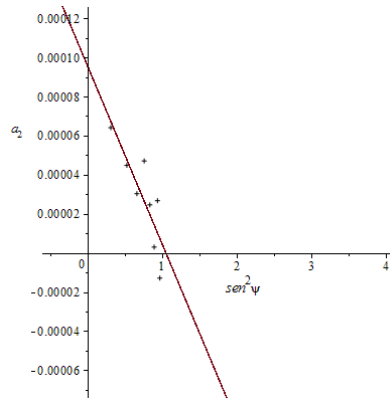


Figura 3.13: Gráfica de  $a_2$  vs  $\text{sen}^2\psi$ , para obtener el componente  $\sigma_{23}$ .

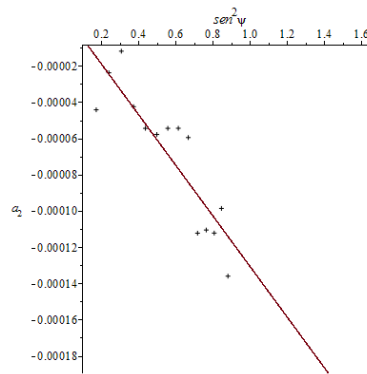


Figura 3.14: Gráfica de  $a_1$  vs  $\text{sen}^2\psi$ , para obtener el componente  $\sigma_{12}$ .

Finalmente para calcular el valor de  $\sigma_{12} = \sigma_{21}$ , se obtiene de la pendiente de la gráfica  $a_1$  vs  $\text{sen}^2\psi$  (Figura 3.14 ) para  $\phi = 45$  y de los valores de  $\sigma_{11}$  y  $\sigma_{22}$  como se muestra a continuación:

$$\sigma_{12} = \frac{m}{\frac{1}{2}S_2} - \frac{\sigma_{11}}{2} - \frac{\sigma_{22}}{2} = \frac{-0.0031383}{\frac{1}{2} \times 3.714285 \times 10^{-5}} - \frac{-177.2044}{2} - \frac{-157.0120815}{2} = -2.1891 \text{ MPa}$$

A partir de estos valores podemos obtener el tensor de esfuerzos y el tensor de deformaciones completo que se muestran a continuación:



$$\sigma = \begin{bmatrix} -177.20 & -2.18 & 6.00 \\ -2.18 & 157.012 & -1.00 \\ -1.00 & 6.00 & 0 \end{bmatrix} \text{ MPa}$$

$$\varepsilon = \begin{bmatrix} 185.8 & 4.06 & 11.14 \\ 4.06 & 148.3 & 1.85 \\ 11.14 & 1.85 & 143.2 \end{bmatrix} \times 10^{-5}$$

Los valores de esfuerzos normales pueden ser obtenidos a partir de los valores de las componentes del tensor de esfuerzos de la siguiente manera

Para  $\phi = 0$

$$\sigma_{\phi=0} = \sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{22} \text{sen}^2 \phi + \sigma_{12} \text{sen} 2\phi \quad (3.32)$$

Sustituyendo los valores correspondientes

$$\sigma_{\phi=0} = -177.2044 \text{ MPa}$$

Para  $\phi = 45 = \frac{\pi}{4}$

$$\sigma_{\phi=45} = \sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{22} \text{sen}^2 \phi + \sigma_{12} \text{sen} 2\phi \quad (3.33)$$

$$\sigma_{\phi=45} = -169.2973408 \text{ MPa}$$

Y finalmente Para  $\phi = 90 = \frac{\pi}{2}$

$$\sigma_{\phi=90} = \sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{22} \text{sen}^2 \phi + \sigma_{12} \text{sen} 2\phi \quad (3.34)$$

$$\sigma_{\phi=90} = -157.0120815 \text{ MPa}$$

Estos últimos valores son los que se reportan en la sección de resultados.

### Limites del método

El análisis de esfuerzos residuales por difracción de rayos X puede ser descrito como estándar cuando el material es homogéneo, macroscópicamente isotrópico, compuesto de



Figura 3.15: Proceso de pulido electroquímico y medición de la profundidad de la muestra

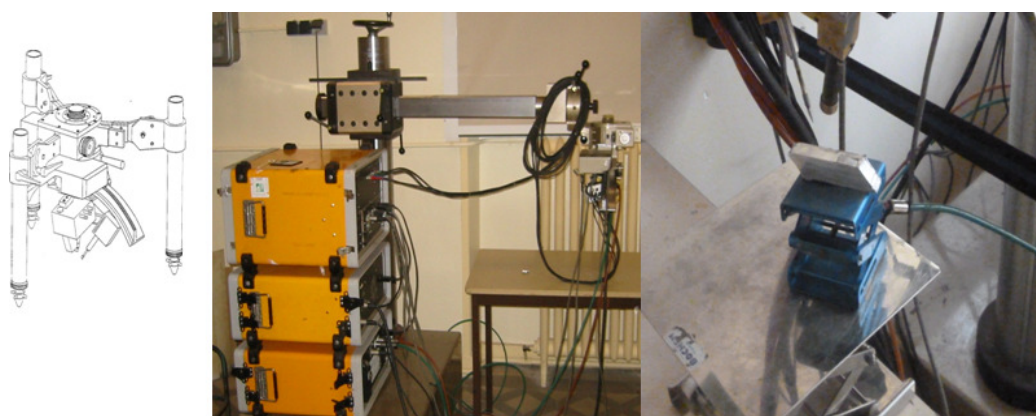


Figura 3.16: Difractometro Set-X

Anticátodo	Cr
Longitud de onda $K\alpha_1$ (Å)	2.2897
Plano de difracción	222
Angulo de Bragg ( $^\circ$ )	154.20
Voltaje (kV)	20
Corriente (mA)	5
Modulo de Young (GPa)	68.446
Coefficiente de Poisson	0.2882
Numero de ángulos en psi	(13, de $-39.23$ a $37.76^\circ$ )
Numero de ángulos en phi	(0, $45$ y $90^\circ$ )

Cuadro 3.2: Condiciones del ensayo de difracción de rayos X

granos finos y en donde la muestra a analizar es localmente plana y no presenta gradientes de esfuerzos en el espesor que se llave acabo la medición

Las mediciones de esfuerzos residuales se hicieron en las caras externas e internas de la muestra (Figura 3.5 ) a diferentes profundidades de la muestra (cada 20 micras) desde la superficie, sin hacer ningún corte mecánico en ellas, esto se hizo con la ayuda de una maquina de desbaste electroquímico y un micrómetro como se muestra en la Figura.3.15. Para ello se utilizó la solución “**Electrolyte A2-I**” con la siguiente composición: 85 % etanol, 10 % 2-Butoxyetanol, y 5 % agua, con las siguientes condiciones de desbaste electroquímico : 10 A y 5 V. Se utilizó un difractor Set-X (Figura 3.16, las condiciones del ensayo de difracción de rayos X se muestran en el Cuadro 3.2. Se hicieron las mediciones de los esfuerzos residuales en tres diferentes ángulos  $\psi = 0^\circ, 45^\circ$  y  $90^\circ$  con el fin de conocer el tensor completo de esfuerzos residuales en el material analizado.

### 3.8. Medición de textura por DRX.

La textura de un material se ha medido clásicamente mediante técnicas de difracción de rayos X (DRX) y actualmente sigue siendo la técnica más utilizada en el estudio de texturas [85](generalmente denominada macrotextura). Existen otros métodos de medición textura tales como la difracción de electrones (EBSD), sin embargo está es una técnica muy local, la cual solo puede analizar sólo algunas micras cuadradas, o bien la difracción de neutrones, donde se alcanzarían mayores profundidades en el análisis, obviamente está última es una

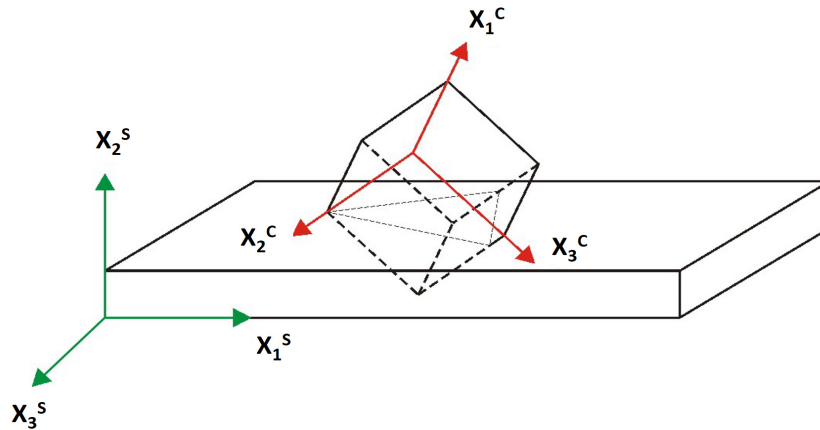


Figura 3.17: Sistema de referencia de una celda cubica  $C$  orientada a un sistema de referencia arbitraria  $S$  [16]

técnica mucho más costosa y de menos accesibilidad.

### 3.8.1. Representación de la textura

La textura de un material es la distribución de un grano orientado en una muestra en el espacio y representa la orientación relativa de este entre un sistema de coordenadas de la muestra (sistema  $S$ ) y un sistema cristalográfico (sistema  $C$ ). Ambos son sistemas de ejes cartesianos, y se esquematizan en la Figura 3.17. El sistema de coordenadas de la muestra  $S = \{X_1^S, X_2^S, X_3^S\}$  es determinado de acuerdo con las direcciones asociadas al proceso al que se está sometiendo la muestra. El sistema de coordenadas cristalográfico  $C = \{X_1^C, X_2^C, X_3^C\}$  es específico de la estructura cristalina del material analizado. En materiales con red cúbica, los ejes del sistema  $C$  son las direcciones  $[100]$ ,  $[010]$  y  $[001]$ , que forman un sistema de coordenadas ortonormal [16].

La orientación de cualquier plano en un cristal puede representarse por la inclinación de la normal a ese plano relativo hacia algún plano de referencia como la inclinación del plano mismo. Todos los planos en un cristal por lo tanto pueden representarse por una serie de planos normales radiales de algún punto del cristal. Si el sistema de referencia es una esfera, el plano normal a la superficie de la esfera en una serie de puntos es llamado **polo** [85].

Las figuras de polos es la forma más común de representar la textura, la figura de polos es

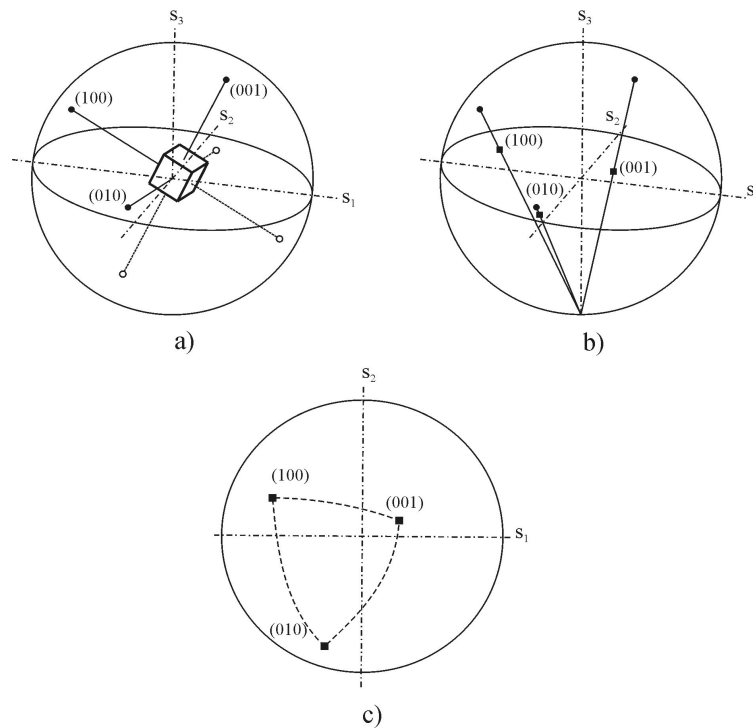


Figura 3.18: Proyección estereográfica de los polos  $\{100\}$  de una celda cúbica con sistema de coordenadas  $S = \{s_1, s_2, s_3\}$ . a) celda cúbica en la esfera de referencia unitaria; b) proyección de los polos  $\{100\}$  en el plano ecuador; c) figura de polos  $\{100\}$ [16]

una proyección estereográfica en la densidad de polos con un polo de un conjunto de planos cristalinos seleccionados. Son representaciones de determinadas familias de planos  $\{hkl\}$  en la proyección estereográfica de una esfera, cuyos ejes son paralelos a los del sistema de referencia de la muestra analizada [16] En la Figura 3.18 se muestra el proceso de construcción de una figura de polos correspondiente a la orientación individual la familia de planos  $\{100\}$  de una celda cúbica.

Normalmente, una única figura de polos no proporciona toda la información necesaria para caracterizar correctamente la textura y son necesarias figuras de polos correspondientes a otras familias de planos. En materiales con estructura cristalina cúbica son necesarias tres figuras de polos, normalmente se representan las correspondientes a las familias de planos  $\{111\}$ ,  $\{100\}$  y  $\{110\}$ .

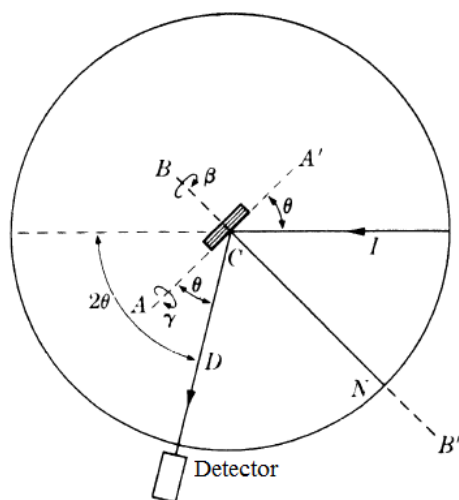


Figura 3.19: Rotación de la muestra en los tres ejes  $I, D$  y  $B$  para determinar la orientación cristalográfica.

### 3.8.2. Método de Difracción

Un cristal puede producir una reflexión con la orientación que tenga éste respecto al sistema de referencia de la muestra y respecto a un sistema cristalográfico como se mencionó en la sección anterior, cuando ocurre esta reflexión ciertos planos del cristal son inclinados hacia al haz incidente a un ángulo  $\theta$  que satisface la ley de Bragg. Si el detector es colocado en un cierto ángulo  $2\theta$ , se producirá una reflexión tal que la inclinación de los planos reflectados a cualquier línea o plano escogido en la superficie del cristal puede ser conocido de la posición del mismo. Se requieren dos tipos de operación para que esto ocurra:

1) Que la muestra sea rotada sobre varios ejes hasta que la posición de Bragg sea encontrada, para que la reflexión ocurra y 2) Ubicación del polo de un plano refractado en una proyección estereográfica de ángulos de rotación conocidos [85].

La configuración de éstas dos operaciones se muestra en la Figura 3.19, en ella se observa que existen tres tipos de rotaciones: una coincide con el eje del difractor, la segunda ( $AA'$ ) en el plano de haz incidente  $I$  y el haz difractado  $D$  y la tangente a la superficie de la muestra, mientras que la tercera es normal a la superficie de la muestra ( $BB'$ )

La determinación de la textura cristalográfica se hizo con un difractor Philips X'pert con un voltaje de  $30kV$  y  $35mA$  de corriente con una radiación monocromática de cobre  $K\alpha_1$ ,

las adquisiciones se realizaron para cuatro familias de planos  $\{111\}$ ,  $\{200\}$ ,  $\{220\}$  y  $\{311\}$  con posiciones de Bragg  $2\theta$  de  $38^\circ$ ,  $44^\circ$ ,  $7^\circ$ ,  $64^\circ$ ,  $68^\circ$  respectivamente. El paso de adquisición fue de  $5^\circ$  para la rotación del ángulo  $\phi$  (entre  $0^\circ$  y  $360^\circ$ ) y del ángulo  $\psi$  (entre  $0^\circ$  y  $70^\circ$ ), los tiempos de adquisición fueron de 10 segundos por paso. Las mediciones de textura para las muestras de 1 y 2 pasos se hicieron sobre el plano 2 de la muestra (Figura 3.5)

### 3.9. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

La Microscopía Electrónica de Barrido (SEM por sus siglas en inglés) es una técnica de caracterización superficial, la cual permite obtener información morfológica, composicional y estructural de los materiales. Su funcionamiento se basa en el barrido de la superficie de un material, por medio de un haz de electrones cuyo diámetro es disminuido (entre 4 nm y 200 nm), por lentes electromagnéticas formadas por el paso de corriente a través de bobinas. Después de que el haz de electrones interactúe con la muestra, se generan varios tipos de señales, las cuales son detectadas por un detector específico para cada una de ellas. Finalmente se produce una imagen en el monitor de la computadora y se obtiene la imagen respectiva.

#### 3.9.1. Interacción del haz primario de electrones con la muestra

La interacción del haz de electrones primario con el espécimen es un proceso que se inicia cuando el haz se origina en la punta del filamento, después es acelerado y conducido por la columna hasta la muestra (Figura 3.21), donde interactúan con los átomos de la muestra en volumen con forma de pera. (Figura 3.20)

Al disiparse su energía cinética, el haz produce varias señales, entre las cuales están: electrones secundarios, rayos X característicos, electrones Auger, fluorescencia de rayos X, electrones retrodispersados y radiación continua o *Bremsstrahlung*, cada una de estas señales proporciona distinta información y se generan a diferentes niveles de profundidades. En el Cuadro 3.3 se muestran las señales utilizadas en este trabajo. En el anexo se explican más ampliamente cada una de las señales utilizadas en este estudio.

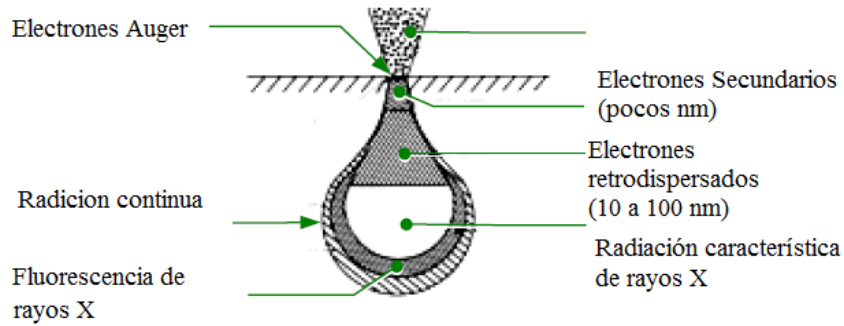


Figura 3.20: Esquema del volumen de interacción de los electrones primarios con la muestra. [JSM-7600FInstructionManual]

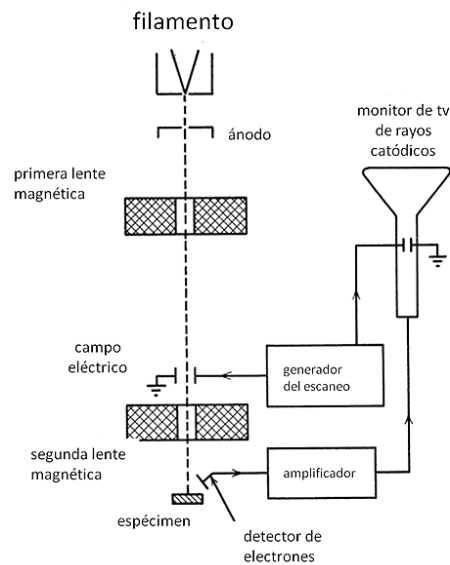


Figura 3.21: Diagrama esquemático que muestra los componentes fundamentales del microscopio electrónico de barrido



Señal	Resolución Espacial	Información
Electrones secundarios	10 nm	Topográfica, peso atómico
Electrones retrodispersados	100 nm	Topográfica, composición química
Rayos X característicos	1 $\mu\text{m}$	Composición química

Cuadro 3.3: Resolución Espacial y tipo de información que proporcionan las señales emitadas por intrecación del haz primario de electrones en la muestra

### 3.10. Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM)

La Microscopía Electrónica de Transmisión, es una técnica ampliamente utilizada en el análisis microestructural de los materiales y sus métodos específicos y principio de operación son ampliamente descritos en textos especializados. El principio de manera general consiste en un haz de electrones que incide y atraviesa una muestra muy delgada. La formación de imagen es producto de las interacciones entre los electrones incidente y los electrones presentes en la muestra. Además de la formación de imagen se pueden realizar estudios cristalográficos (patrón de difracción)

Un haz de electrónicos típico en el TEM es de aproximadamente  $0.1 - 1.0 \mu\text{m}$ , lo cual corresponde aproximadamente a  $10^{12}$  electrones pasando a través del espécimen plano.

Existen diversos tipos de formación de imagen, dependiendo de las características del equipo de TEM empleado. De forma general, los contrastes de la formación de la imagen provienen del efecto de interferencia, el cual es un proceso resultante de la interacción de los electrones con la muestra, las dos técnicas comúnmente mas usadas son la técnica de campo claro y la técnica de campo oscuro.

El proceso normal para formar una imagen en el TEM, es insertar la apertura objetiva alrededor del haz incidente en el plano focal anterior del lente objetivo y proyectar la imagen del espécimen formada por el lente en la pantalla de observación (Figura 3.22 ). Este proceso excluye casi a todos los haces difractados que interfieren en el plano de imagen pero en las aéreas con mayor difracción se observan zonas más oscuras. En particular las zonas donde se tiene suficiente muestra para difractar se ven más claras. De está observación proviene el nombre de imagen en campo claro.

La técnica de la imagen de campo oscuro puede utilizarse para determinar o identificar cual punto es originada por qué fase o conjunto de granos, esto considerando que un patrón de difracción consiste en la superposición de patrones de más de una fase o granos. La

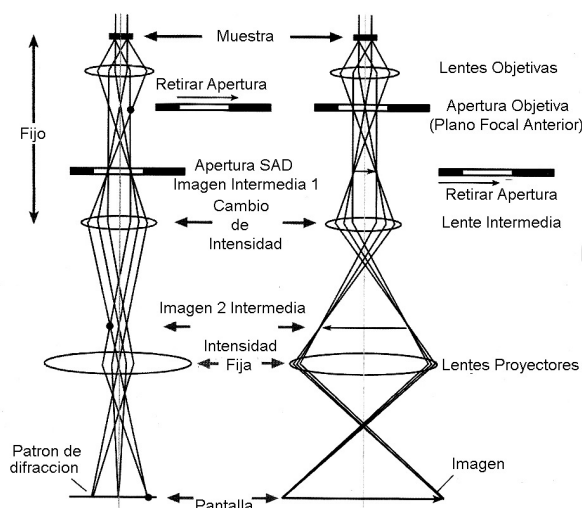


Figura 3.22: Dos operaciones básicas del MET: Proyección del patrón de difracción en la pantalla de visión y proyección de la imagen en la pantalla

técnica consiste en dejar pasar un solo haz difractado a través de la apertura objetiva de tal forma que las aéreas iluminadas provengan de la fase o grano.

### 3.10.1. Preparación de muestras para TEM

Las muestras para TEM se obtuvieron usando la técnica de Micromaquinado asistido por un haz de iones FIB por sus siglas en inglés (Focused Ion Beam). Esta técnica permite obtener cortes y desbastes ultrafinos (decenas de nanómetros) utilizando un haz de iones de Galio focalizado. Se utilizó un equipo **JEM-9220FIB**, el cual permite el uso de diez diferentes tamaños de haz de iones que controlan su intensidad, así como la rapidez y la precisión del micromaquinado. En cada una de las etapas se utilizan diferentes tamaños y condiciones específicas que permiten obtener lamellas con la mejor precisión posible.

La obtención de “lamellas” para el TEM es uno de los usos más importantes de este equipo. La preparación de éstas se realizó de la siguiente forma:

1. Se hace un depósito de platino con las siguientes dimensiones  $18 \times 3 \mu\text{m}$  (como se muestra en la Figura 3.23a), con el fin de proteger el área en la que se va a trabajar del haz de iones que continuamente está atacando a la muestra en el proceso de

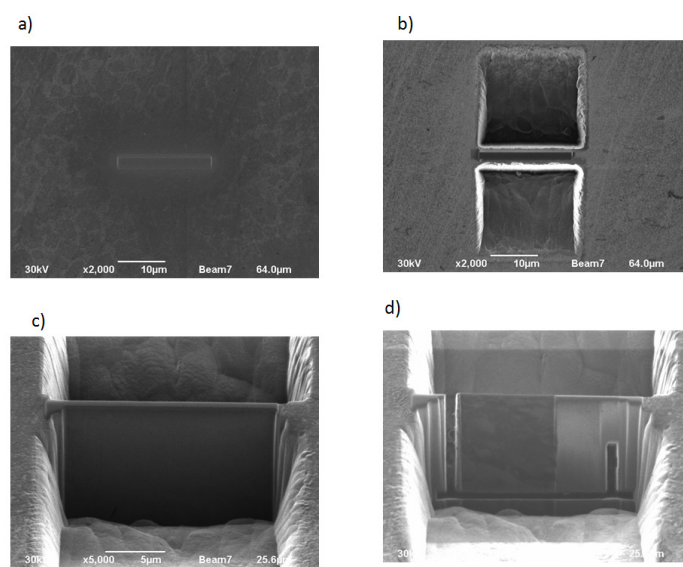


Figura 3.23: Secuencia de la fabricación de lamella para TEM en el FIB.

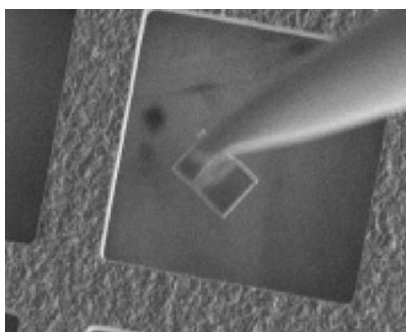


Figura 3.24: Depósito de la lamella en la rejilla (membrana de carbón)

micromaquinado.

2. Se realizan cajas (cavidades) de  $20 \times 21 \mu\text{m}$  como se muestra en la Figura 3.23b ), con la finalidad de ser usadas como rampas para la extracción de la muestra. En este proceso se utilizaron tamaños gruesos-medianos de haz (5 – 200 nm).
3. En el siguiente paso se procede a adelgazar y limpiar la lamella a un espesor aproximado de 150 – 200 nm (Figura 3.23c), utilizando un tamaño de haz fino (30-50 nm) e inclinando la muestra  $1.5^\circ$ , una vez con el espesor antes mencionado se procede a limpiar la muestra con ese mismo haz de iones pero con inclinaciones de  $0.2^\circ$ .
4. El ultimo paso es cortar la lamella para su extracción, tanto lateralmente como desde su base (Figura 3.23d ), con un tamaño de haz medio (70 nm) y una inclinación de  $40^\circ$ . La lamella se extrae en un micromanipulador ex-situ y puestá en una rejilla (Figura 3.24) para su observación en el TEM. Las lamellas usadas en este trabajo fueron extraídas del plano 2 de la muestra (Figura 3.5)

# Capítulo 4

## Resultados y análisis de resultados

*En este capítulo se mostrarán los resultados obtenidos en cada una de las técnicas de caracterización, las metodologías para hacer el análisis de estos resultados, así como la discusión de los mismos.*

### 4.1. Extrusión

La Figura 4.1 muestra los resultados de las muestras extruidas en cada paso de ECAP, se puede observar que después de cada paso la muestra conserva la sección transversal, con el fin de mantener presión homogénea en el material durante el proceso de extrusión la parte inferior y superior de la muestras se cortaron después de cada paso.

### 4.2. Difracción de Rayos X

En esta sección se obtuvieron difractogramas de cada una de las muestras, muestra sin procesar, 1 paso y 2 pasos, con el fin de observar el efecto que tienen las microdeformaciones y el tamaño de cristal sobre el ancho del pico de difracción (311), este pico de referencia fue desplazado en  $2\theta$  y normalizado con el fin de apreciar mejor el efecto del proceso de ECAP sobre esta aleación.

La Figura 4.2 muestra claramente el efecto de los dos pasos de ECAP en el pico de difracción, se puede observar que la mayor diferencia está entre la muestra no procesada y la muestra de un paso, sin embargo, en la muestra de un paso y dos pasos, hay una diferencia

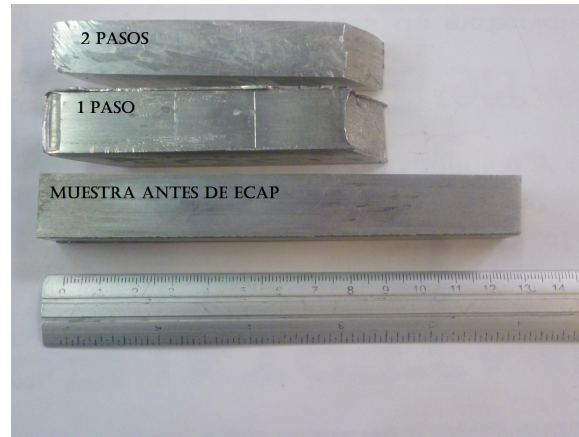


Figura 4.1: Geometría de las barras después de ser extruidas por ECAP.

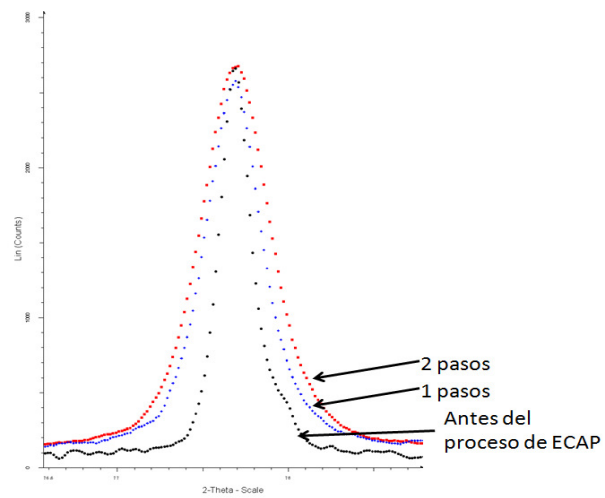


Figura 4.2: Efecto del ancho de pico  $(311)_{Al}$  para la muestra antes de ECAP, 1 paso y 2 pasos.

significativa que indica que el ancho es mayor en la muestra de dos pasos. De aquí se puede inferir que este ancho de pico puede deberse al tamaño de dominio cristalino y/o a las microdeformaciones en el material. Sin embargo, este es un resultado cualitativo, por lo cual se requiere de mayor información para cuantificar el efecto que tiene el tamaño de grano y las microdeformaciones en el ancho de pico. Es por ello que se requiere hacer un análisis más a fondo, para obtener este tipo de información, se hizo un ajuste Rietveld de las muestras procesadas, los resultados del refinamiento se muestran en el Cuadro 4.1

Muestra sin procesar	
R-Bragg	2.92
RF	1.15
Microdeformación	$6.56 \times 10^{-4}$
Parámetro de red (Å)	4.072671
1 paso	
R-Bragg	3.25
RF	1.23
Microdeformación	$10.32 \times 10^{-4}$
Parámetro de red (Å)	4.072791
2 pasos	
R-Bragg	1.56
RF	1.62
Microdeformación	$28.10 \times 10^{-4}$
Parámetro de red (Å)	4.066845

Cuadro 4.1: Microesfuerzos, parámetro de red, factores de ajuste RF y R-Bragg del refinamiento Rietveld

En las Figuras 4.3, 4.4 y 4.5 se muestran los ajustes Rietveld realizados a las muestra sin procesar, 1 paso y 2 pasos. Como se pueden observar en las figuras, se obtienen buenos ajustes entre los patrones de difracción calculados y los patrones de difracción experimentales. Los picos que se observan en los difractogramas corresponden a los picos pertenecientes a la matriz de Al puro, por lo que el modelo empleado para realizar los ajustes Rietveld fue el de la red cristalina del Al.

Con el fin de obtener el valor más pequeño del ancho del pico de difracción experimental, lo que da el valor máximo de tamaño de grano al cual se puede acceder con esta técnica, se realizó un ajuste Rietveld al estándar  $LaB_6$  (hexaboruro de lantano) que utiliza el equipo

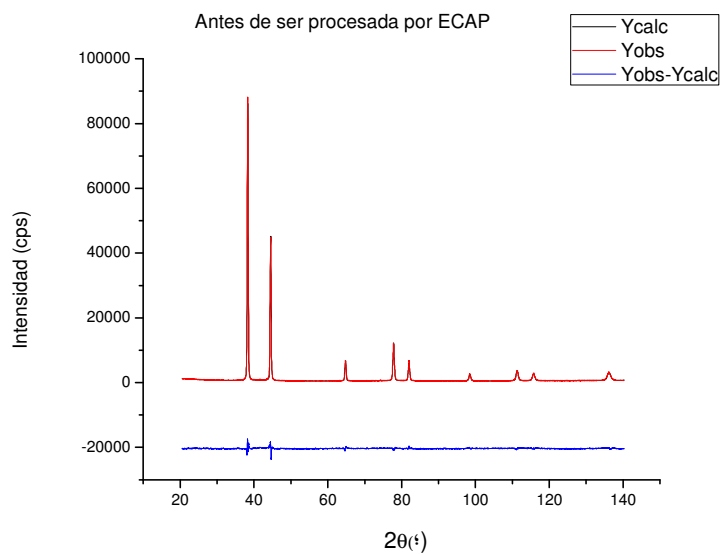


Figura 4.3: Ajuste Rietveld realizado a la muestra antes de ser procesada por ECAP

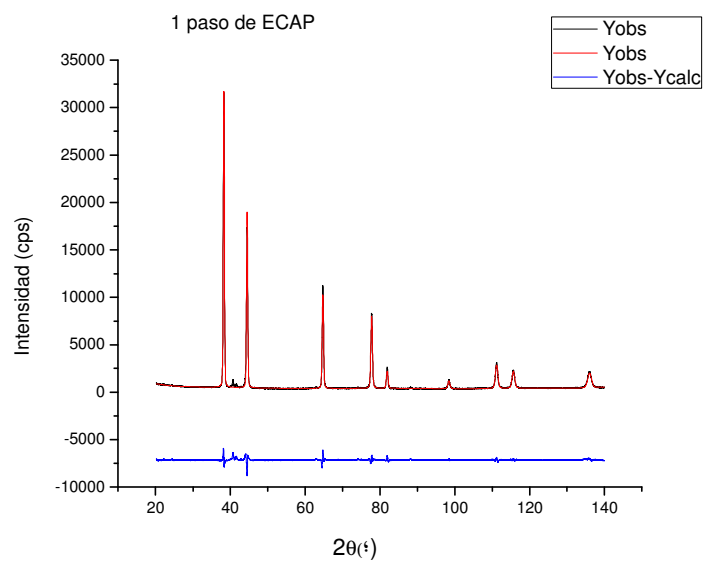


Figura 4.4: Ajuste Rietveld realizado a la muestra de 1 paso de ECAP



utilizado Bruker AXS modelo D8 Advance, obteniendo que el tamaño de grano máximo que el equipo puede detectar es de 90.9 nm, y debido a los resultados de la técnica de TEM (como se podrá ver más adelante en la sección 4.7) esta técnica no puede ser utilizada para determinar tamaño de dominio cristalino por el ajuste Rietveld. El Cuadro 4.1 resume los datos obtenidos del refinamiento Rietveld, de este Cuadro se puede observar que los pasos ECAP aumentan las microdeformaciones, teniendo un valor inicial de  $6.56 \times 10^{-4}$  y un valor máximo de  $28.10 \times 10^{-4}$  en dos pasos. Las microdeformaciones se pueden relacionar con deformaciones que existen en algunas distancias interatómicas de la muestra, y se pueden relacionar con las dislocaciones que existen en el material, si el valor de estas aumenta con los pasos de ECAP, la densidad de dislocaciones aumenta y por lo tanto de acuerdo a la ecuación 2.2 al aumentar la densidad de dislocaciones aumenta su esfuerzo de cedencia, siendo esto resultado del refinamiento de grano que existe en el material después de ser procesada por ECAP.

Estos resultados indican que tanto se deforma la superficie del material, que al aumentar los pasos la muestra presenta mayor deformación el material, lo cual se ha observado en otros sistemas de aleaciones de aluminio procesadas por ECAP [86]. En este caso se puede observar que el parámetro de red permanece constante con los pasos de ECAP con un valor aproximado de 4.072 Å, el cual es mayor al del aluminio puro que es de 4.048 Å, este valor se debe a que el sistema no es aluminio puro, sino una aleación Al-Mg, con un contenido del 4.5 % de Mg, lo cual hace que el parámetro de red se expanda aproximadamente  $0.005 \times 10^{-10}$  m por cada 1 % de Mg en la aleación [87], teniendo así el valor mostrado en el Cuadro 4.1.

Los datos de las microdeformaciones obtenidos en el Cuadro 4.1 se pueden corroborar cualitativamente con la curvas de Williamson-Hall Figura 4.6, en donde la pendiente se relaciona con la microdeformaciones, en el caso del tamaño de cristalito estas curvas no se pueden relacionar con el tamaño del dominio cristalino debido a que el tamaño de grano de las muestras analizadas es demasiado grande para poder ser cuantificado por el método Rietveld. La incidencia que tiene el ECAP sobre las microdeformaciones en las barras procesada, se ve claramente en esta gráfica, en donde a mayor número de pasos, mayor es la microdeformación obtenida.

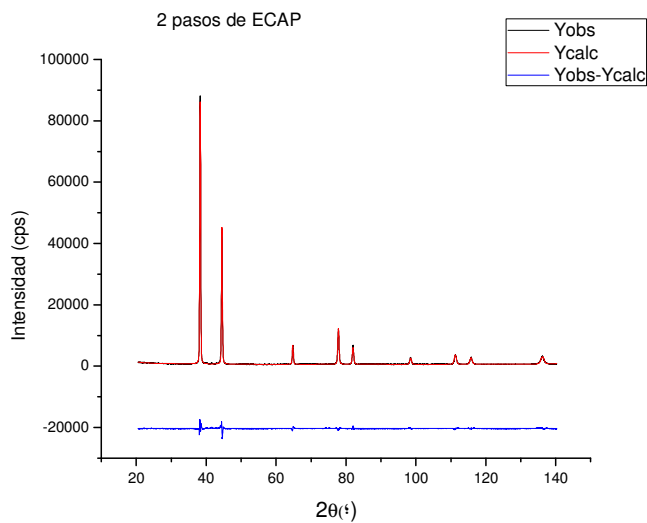


Figura 4.5: Ajuste Rietveld realizado a la muestra de dos pasos

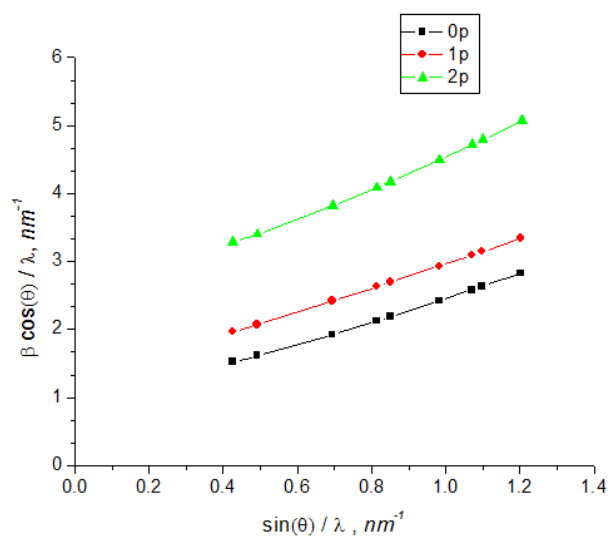


Figura 4.6: Curvas Williamson-Hall de las tres muestras: antes de ser procesada por ECAP, 1paso y 2 pasos

### 4.3. Esfuerzos Residuales

Con el fin de conocer la influencia que tiene el ECAP en los esfuerzos internos en material se hicieron mediciones de perfiles de esfuerzos residuales a diferentes profundidades en las muestras de 1 y 2 pasos con el objetivo de conocer el efecto del proceso de ECAP en los esfuerzos residuales internos del material, esto se hizo desbastando “capas” de material con un proceso electroquímico con el fin de obtener valores de esfuerzos residuales dentro del volumen de la muestra, mediante el uso de difracción de rayos X empleado el método de  $\text{sen}^2\psi$ . Cabe mencionar que a los valores obtenidos se les hizo una corrección debido al efecto de relajación de esfuerzos que sufre la muestra por el desbaste electroquímico, esto se hizo con el fin de corregir la relación esfuerzo/deformación en la muestra. Esta corrección se hizo de acuerdo a la norma **SAE J784a** [88]. Estos perfiles que se presentan a continuación pueden ser divididos en dos zonas, una zona I (0 – 20  $\mu\text{m}$ ) que tiene que ver con el efecto de la fricción entre el molde y la muestra, la relajación de esfuerzos en la superficie y otros factores que tienen que ver con la tribología del proceso, y una zona II (20  $\mu\text{m}$  en adelante) que tiene que ver con los esfuerzos producidos por la deformación que sufre el material al ser procesado por ECAP. Los valores de los esfuerzos residuales que se presentan en los perfiles son los esfuerzos normales en cada uno de los ángulos  $\phi$ , estos valores como se mencionó en la sección 3.7.1 se obtienen de los valores de las componentes del tensor completo de esfuerzos. Los gráficos (Figura 4.8(a) y Figura 4.8(b)) que se presentan a continuación tienen barras de error ( $\pm 12$  MPa en promedio) que corresponden a la precisión que tiene la técnica. A continuación se presentan el tensor completo de esfuerzos de la muestra de 1 paso cara externa de 0, 20, 40, 60 y 80 micras con el fin de corroborar si existe diferencia en el estado de esfuerzos en cada una de las profundidades. Los valores mostrados tienen un error de  $\pm 12$  MPa para  $\sigma_{11}$  y  $\sigma_{12}$ , en el caso de los esfuerzos cortantes tienen un error de  $\pm 2$  MPa ( $\sigma_{12} = \sigma_{21}$ ,  $\sigma_{13} = \sigma_{31}$  y  $\sigma_{23} = \sigma_{32}$ ). Estos tensores de esfuerzos se muestran en las matrices 4.1-4.5, en estos tensores se observa que no existe diferencia en los estados de esfuerzos, por lo cual solo se reportan los esfuerzos normales en los perfiles de esfuerzos residuales.

En la muestra sin procesar solo se midió los esfuerzos residuales en la superficie, con el fin de conocer su estado inicial de esfuerzos residuales y observar cómo evolucionan estos esfuerzos con cada paso de ECAP. Las mediciones de las muestras de un paso se hicieron sobre las caras externa y interna (Figura 3.5) de las muestras, sin ninguna preparación previa de las muestras.

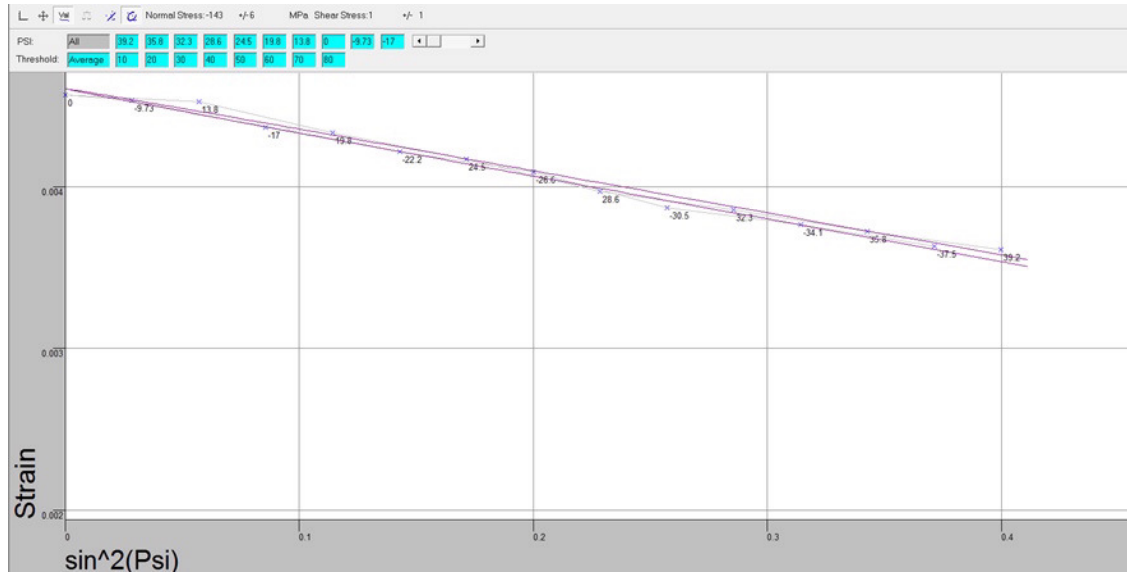


Figura 4.7: Gráfica de  $\epsilon_{\phi\psi}$  vs  $\sin^2\psi$  representativa de las mediciones de esfuerzos residuales, de 1 paso cara interna en la superficie.  $\phi = 0^\circ$

Los resultados obtenidos de esfuerzos residuales por el método de difracción de rayos X para la muestra sin procesar son los siguientes:  $-47$  MPa para  $\phi = 0^\circ$ ,  $-90$  MPa para  $\phi = 45^\circ$  y finalmente  $-60$  MPa para  $\phi = 90^\circ$ . Estos valores indican que la aleación antes de ser procesada por ECAP, en la superficie está en un estado de compresión de esfuerzos residuales, lo cual implica que el proceso de maquinado influye en los esfuerzos residuales superficiales de la muestra. Las Figuras 4.7, 4.10 y 4.11 muestran las curvas  $\epsilon_{\phi\psi}$  vs  $\sin^2\psi$ , para un paso cara interna en la superficie para tres diferentes ángulos de  $\phi$  ( $0$ ,  $45$  y  $90^\circ$ ). A éstas curvas el software **STRESS** (programa dedicado al análisis de esfuerzos residuales medidos por difracción de rayos X) les hace un ajuste elíptico como se explico en la sección 3.7.1, y también se verificaron estos valores mediante el uso del programa **Maple 16** (programa matemático con el que se realizan cálculos simbólicos, algebraicos y de álgebra computacional) y se encontró que estos son muy semejantes a los obtenidos por el software comercial **STRESS**.

$$\sigma_{0 \mu m} = \begin{pmatrix} -159 & 15 & 7 \\ 15 & -101 & -3 \\ 7 & -3 & 0 \end{pmatrix} \text{MPa} \pm 12 \text{MPa} \quad (4.1)$$

$$\sigma_{20\mu\text{m}} = \begin{pmatrix} -136 & 13 & 3 \\ 13 & -174 & 4 \\ 3 & 4 & 0 \end{pmatrix} \text{MPa} \pm 12 \text{MPa} \quad (4.2)$$

$$\sigma_{40\mu\text{m}} = \begin{pmatrix} -187 & -6 & 1 \\ -6 & -188 & 5 \\ 1 & 5 & 0 \end{pmatrix} \text{MPa} \pm 12 \text{MPa} \quad (4.3)$$

$$\sigma_{60\mu\text{m}} = \begin{pmatrix} -173 & 12 & -3 \\ 12 & -167 & 2 \\ -3 & 2 & 0 \end{pmatrix} \text{MPa} \pm 12 \text{MPa} \quad (4.4)$$

$$\sigma_{80\mu\text{m}} = \begin{pmatrix} -177 & -2 & 6 \\ -2 & -157 & -1 \\ 6 & -1 & 0 \end{pmatrix} \text{MPa} \pm 12 \text{MPa} \quad (4.5)$$

Debido a que en la superficie de las muestras existen fenómenos que tienen que ver con la tribología del proceso como ya se mencionó anteriormente, lo cual hace difícil la explicación del comportamiento de los esfuerzos residuales en esta zona cercana a la superficie, se analizaron los esfuerzos a partir de la zona ( $20\mu\text{m}$  en adelante) no afectada por esta serie de factores.

En la Figura 4.8(a) se muestra la gráfica de esfuerzos residuales vs profundidad para las muestras de 1 paso de ECAP cara externa, en esta gráfica se observa que los esfuerzos son compresivos y que tienen una tendencia similar en los tres ángulos ( $\phi = 0^\circ$ ,  $\phi = 45^\circ$  y  $\phi = 90^\circ$ ), los esfuerzos obtenidos en la zona I ( $0 - 20\mu\text{m}$ ) tienen valores aproximados de  $-100\text{MPa}$ ,  $-135\text{MPa}$  y  $-150\text{MPa}$  para los valores de  $\phi = 0^\circ$ ,  $\phi = 45^\circ$  y  $\phi = 90^\circ$  respectivamente. En la zona II ( $20 - 120\mu\text{m}$ ) observamos que los esfuerzos siguen siendo compresivos y no cambian significativamente, teniendo valores aproximados de  $-110\text{MPa}$  a  $-135\text{MPa}$  para los tres ángulos. Estos últimos valores se pueden asociar a los esfuerzos internos introducidos por la deformación plástica severa que sufre el material durante el proceso de ECAP.

En la Figura 4.8(b) podemos observar los esfuerzos residuales producidos después de 1 paso de ECAP en la cara interna de la muestra, podemos observar que los esfuerzos residuales tienen una tendencia similar en el caso de  $\phi = 45^\circ$  y  $90^\circ$ , siendo compresivos, y

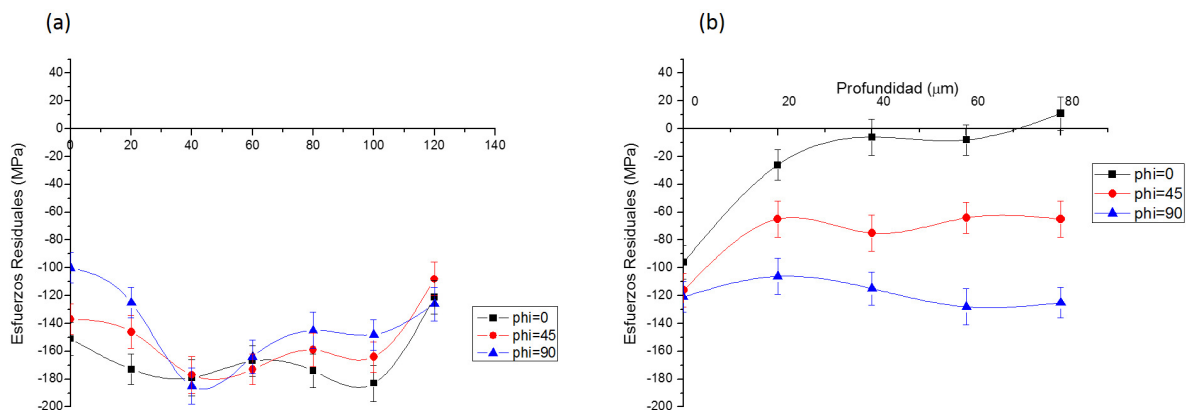


Figura 4.8: Perfil de esfuerzos residuales en función de la profundidad de la muestra de 1 paso cara externa (a) y cara interna (b)

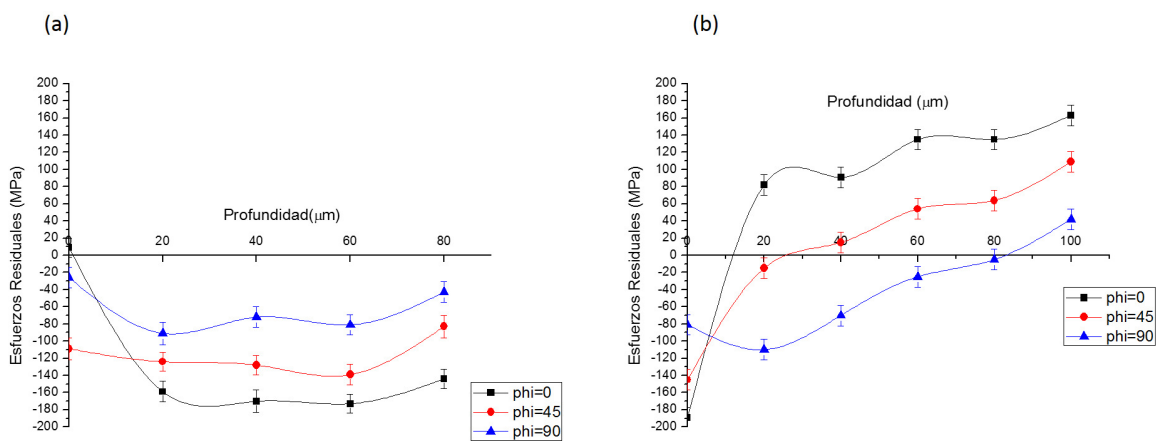


Figura 4.9: Perfil de esfuerzos residuales en función de la profundidad de la muestra de 2 pasos cara externa (a) y cara interna (b)

que para el caso de  $\phi = 0$  se tiene otra tendencia diferente, siendo en principio compresivos y llegando a valores de esfuerzos de tensión. En este perfil en la zona I ( $0 - 20 \mu\text{m}$ ) se obtienen valores compresivos y en la zona II ( $20 - 80 \mu\text{m}$ ) estos se mantienen en compresión y son relativamente constantes. Estos últimos valores pueden ser atribuidos a los esfuerzos generados por el proceso de ECAP. Teniendo valores en  $80 \mu\text{m}$  de  $-65 \text{ MPa}$  para  $\phi=45^\circ$ ,  $-125 \text{ MPa}$  para  $\phi = 90^\circ$  y  $11 \text{ MPa}$  para  $\phi = 0^\circ$ .

En la Figura 4.9(a) se muestran los esfuerzos residuales medidos en la cara externa en la muestra de 2 pasos de ECAP, se puede observar en la gráfica que al igual que en la muestra de un paso en la cara externa los esfuerzos son compresivos para los tres ángulos  $\phi = 0^\circ, 45^\circ$  y  $90^\circ$ . En este perfil los valores en la zona I ( $0 - 20 \mu\text{m}$ ) son compresivos y en la zona II ( $20 - 80 \mu\text{m}$ ) se observan compresivos y empiezan a ser constantes después de  $20 \mu\text{m}$ , con valores aproximados de  $-144$ ,  $-83$  y  $-43 \text{ MPa}$  para los tres ángulos de  $\phi = 0^\circ, 45^\circ$  y  $90^\circ$  respectivamente.

Finalmente la Figura 4.9(b) muestra los esfuerzos residuales obtenidos en la cara interna de la muestra de 2 pasos, en esta gráfica se puede observar que la zona I ( $0 - 20 \mu\text{m}$ ) tiene valores compresivos y podemos observar que en la zona II ( $20 - 100 \mu\text{m}$ ) existe una transición de valores negativos a positivos (compresión-tensión), siendo los valores a  $100 \mu\text{m}$  los siguientes  $163$ ,  $169 \text{ MPa}$  y  $42 \text{ MPa}$  para  $\phi = 0^\circ, 45^\circ$  y  $90^\circ$  respectivamente. Los valores obtenidos en el segundo paso claramente son más altos que en los de un paso, aproximadamente en  $150 \text{ MPa}$ , lo cual indica que la cara interna de la muestra de dos pasos está totalmente en tensión. Estos resultados concuerdan con el principio de auto balance de esfuerzos residuales, que si la cara interna tiene esfuerzos de compresión, la externa debe tener esfuerzos residuales en tensión.

#### 4.4. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Se utilizó un microscopio electrónico de barrido con filamento de emisión de campo tipo Schottky JEOL 7600 F. La resolución teórica del microscopio es de  $1 \text{ nm}$  a  $15 \text{ kV}$ . Este microscopio se utilizó para analizar la matriz de la aleación Al-5083, conocer su composición química, así como saber si existen partículas presentes en ésta, y su evolución con el proceso de ECAP, esto se hizo a través de un detector EDS. La preparación metalográfica para SEM se hizo por medio del desbaste y pulido convencionales hasta  $1 \mu\text{m}$ . Todas las muestras

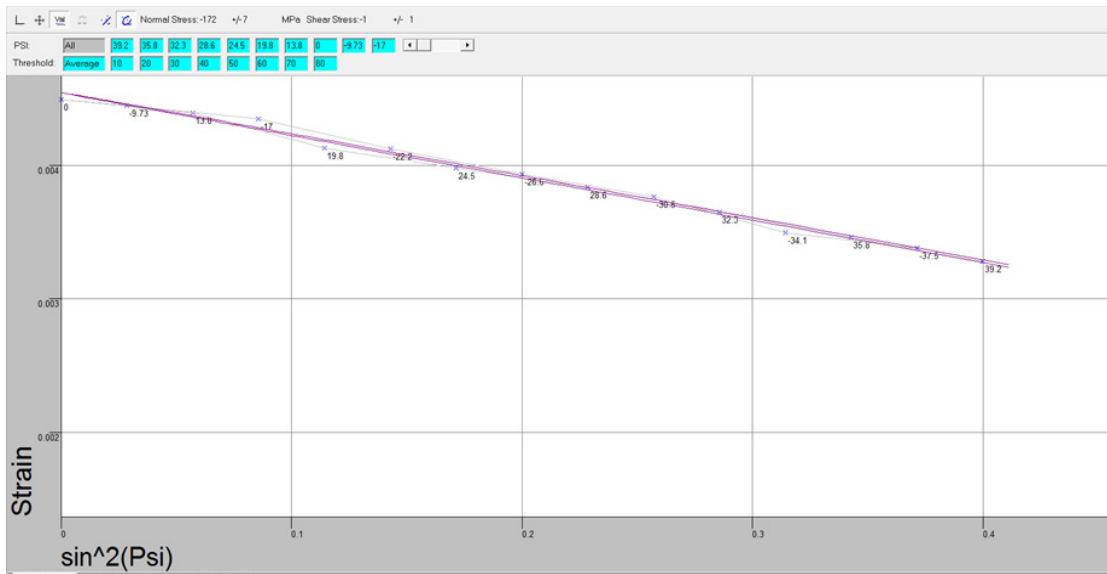


Figura 4.10: Gráfica de  $\epsilon_{\phi\psi}$  vs  $sen^2\psi$  representativa de las mediciones de esfuerzos residuales, de 1 paso cara interna en la superficie.  $\phi = 45^\circ$

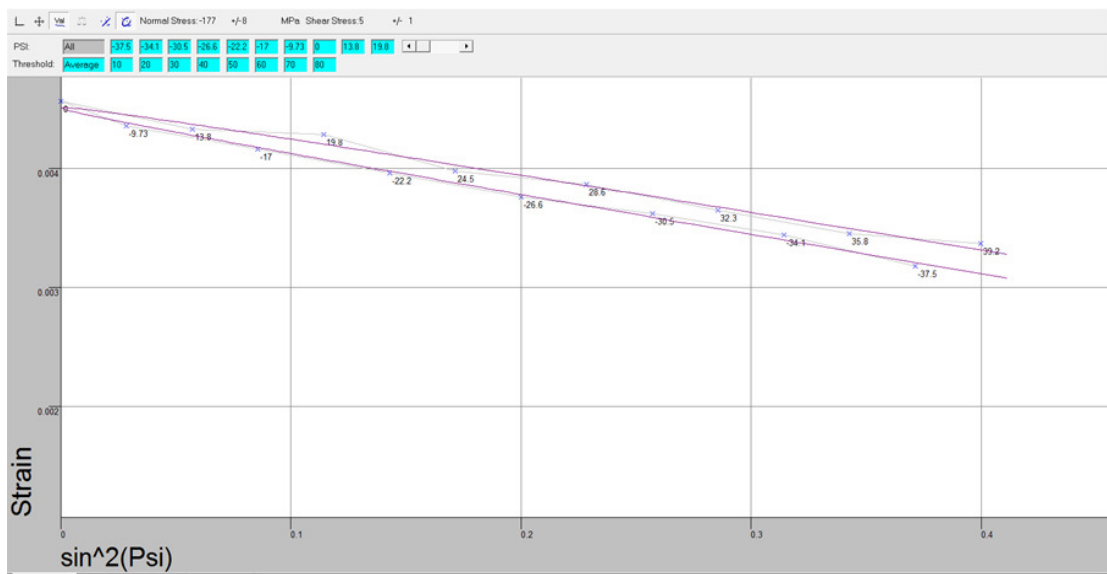


Figura 4.11: Gráfica de  $\epsilon_{\phi\psi}$  vs  $sen^2\psi$  representativa de las mediciones de esfuerzos residuales, de 1 paso cara interna en la superficie.  $\phi = 90^\circ$



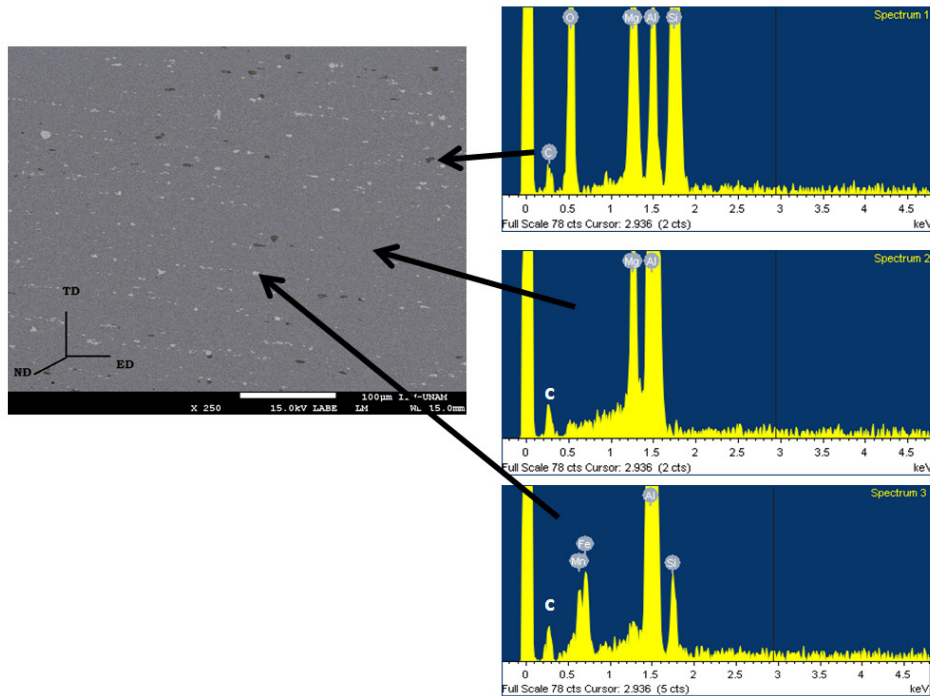


Figura 4.12: Micrografía de SEM de la muestra de antes de ECAP, la cual muestra la presencia de los compuestos intermetálicos Al-Fe-Mn

fueron tomadas del plano 2 de acuerdo Figura 3.5 de la sección 3.4. En la Figura 4.12 se puede observar la imagen obtenida por SEM de la muestra antes de ser procesada por ECAP, en esta imagen se puede observar la matriz de esta muestra, la cual principalmente consta de Al y Mg, como lo muestra la imagen con el análisis cualitativo efectuado por EDS.

También se observan partículas blancas, las cuales tienen presencia principalmente de *Fe*, *Mn*, *Al*, y *Si*, y que son varios tipos de intermetálicos encontrados en esta aleación [89]-[90], tales como  $(Fe, Mn)_3SiAl_{12}$ ,  $(Mg, Fe)Al_{16}$  y  $Mg_2Mn_3Al_{12}$  con un tamaño aproximado de  $5 \mu m$  y se encuentran distribuidos en toda la aleación y con una cierta orientación que corresponde a la dirección en la que se extruyó la barra. Las partículas negras que se aprecian en esta imagen tienen presencia de *Al*, *Mg*, *Si* y *O*, y que pueden ser óxidos de *Al*, *Mg* o *Si*, estos pueden deberse a la contaminación a la que está expuesta la muestra en el proceso de la preparación metalográfica, éstas no se encuentran distribuidas homogéneamente en la

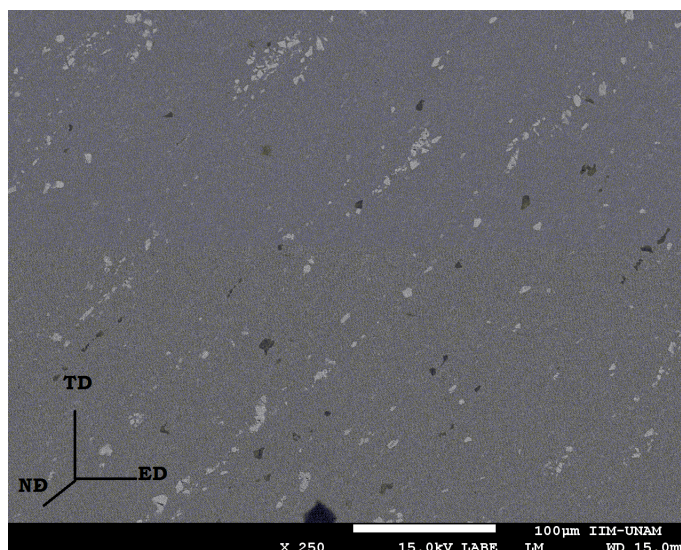


Figura 4.13: Micrografía de SEM de la muestra de 1 paso, la cual muestra la presencia de los compuestos intermetálicos Al-Fe-Mn

muestra.

En la Figura 4.13 se muestra la imagen de SEM, de la muestra de un paso, se puede observar que la matriz es la misma, y se pueden observar que los intermetálicos se conservan a pesar del proceso de ECAP, es decir, no se fragmentan con el proceso, mantiene la forma y tamaño, teniendo una rotación respecto a la orientación inicial, pero moviéndose éstas partículas como un cuerpo rígido. Las partículas oscuras se siguen manteniendo pero con una distribución menor que en la muestra antes de ser procesada por ECAP.

La Figura 4.14 muestra la imagen de SEM de la muestra de 2 pasos, la cual al igual que la muestra sin procesar y la muestra de un 1 paso, tiene la misma matriz e intermetálicos, conservando igualmente tamaño y forma de estos al anterior paso, teniendo una rotación respecto a la muestra de 1 paso. Teniendo así que existe una orientación inicial y que no parece perturbarse demasiado está orientación general con los pasos de ECAP.

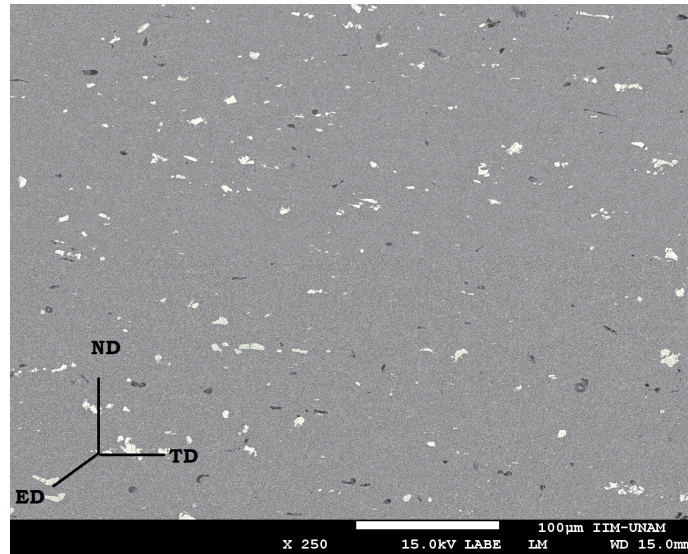


Figura 4.14: Micrografía de SEM de la muestra de dos pasos, la cual muestra la presencia de los compuestos intermetálicos Al-Fe-Mn

## 4.5. Textura

Se hicieron mediciones de la textura con el fin de conocer la posible modificación de la textura durante el proceso de ECAP. Las mediciones de la textura cristalográfica de cada una de las muestras procesadas por ECAP se hicieron empleando la red de *Wulff* y la red polar para la medición de la intensidad en la figura de polos y así poder determinar el componente de textura, en el Anexo *C* se explica cómo se obtuvo la componente de un plano cristalográfico  $\{hkl\}$  en específico, todas las demás mediciones se hicieron de la misma manera. La convención que se usa para expresar la componente es la siguiente  $\{hkl\} // ND \langle uvw \rangle // ED$ , la notación está relacionada con el sistema de referencia de la muestra al salir del equipo de ECAP como se mostró en la Figura 3.6.

En la Figura 4.16 podemos observar que la textura para la muestra antes de ser procesada por ECAP, las figuras de polos no muestran ningún componente de textura correspondiente a los encontrados en los procesos de laminación, sin embargo existen zonas donde se pueden apreciar intensidades relativamente altas, por lo cual se procedió a hacer la medición de estos ángulos, encontrando el siguiente componente de textura  $\{111\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$ , lo cual indica que la muestra sin procesar presenta textura y que esta se puede deber a un proceso mecánico

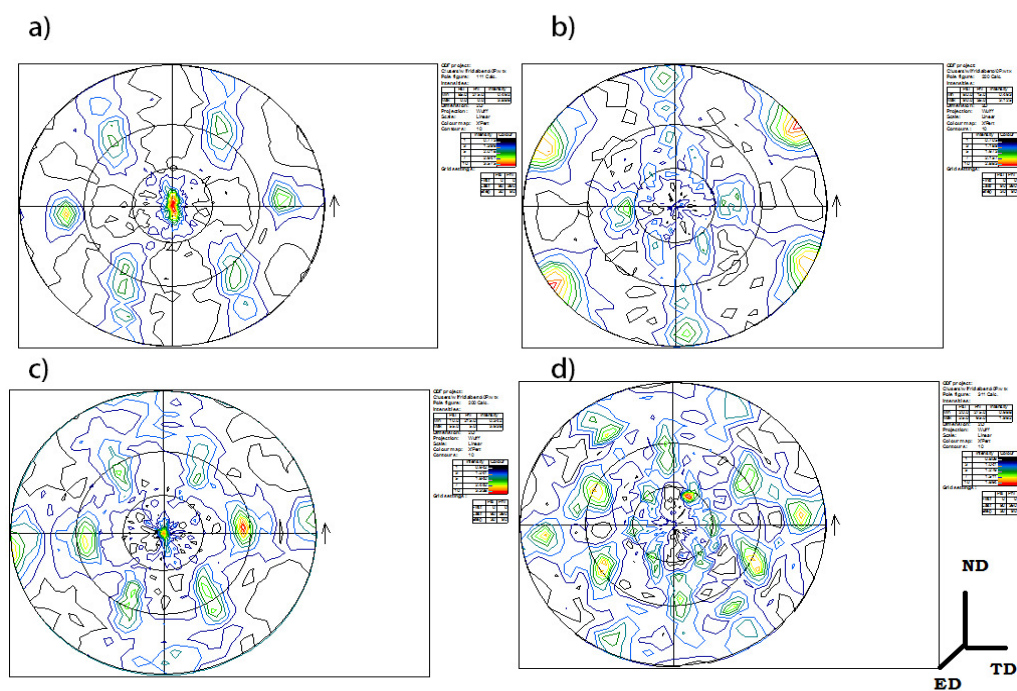


Figura 4.15: Figuras de polos de la muestra sin procesar de cuatro familias de planos  $hkl$  a)  $\{111\}$ , b)  $\{200\}$ , c)  $\{220\}$  y d)  $\{311\}$

previo al proceso de ECAP.

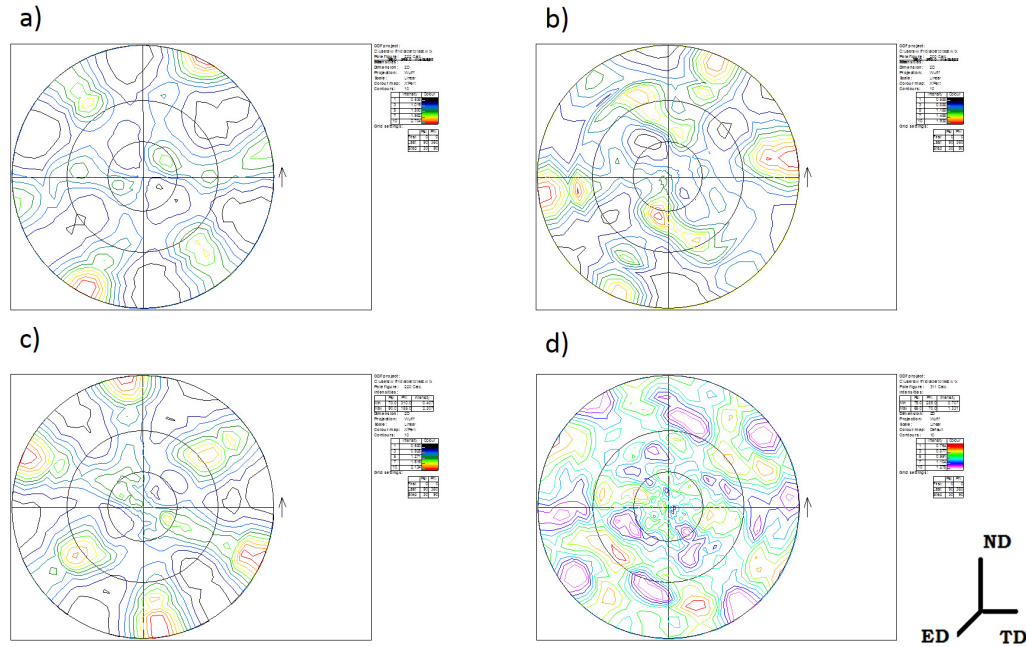


Figura 4.16: Figuras de polos de la muestra de 1 paso de ECAP de cuatro familias de planos  $hkl$  a)  $\{111\}$ , b)  $\{200\}$ , c)  $\{220\}$  y d)  $\{311\}$

En la Figura 4.16 se muestran las figuras de polos de la muestra después de un 1 paso, en esta figura podemos observar que después de un paso aparece una textura más marcada con mayores intensidades, de esta figura se obtuvieron los siguientes componentes de textura  $\{111\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$  y  $\{112\} \langle 0\bar{2}1 \rangle$ , de las cuales la primera corresponde a las texturas ideales desarrolladas por ECAP encontradas en materiales FCC con un paso de ECAP [91], y la segunda corresponde a un componente no encontrado dentro de las texturas ideales y que es propia de esta aleación y que se puede deber a la ruta  $B_C$  utilizada en este trabajo.

Finalmente en la Figura 4.17 se muestran las figuras de polos para la muestra de 2 pasos el tipo de orientación que se observa aquí es similar al de 1 paso, teniendo los siguientes componentes de textura:  $\{111\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$  y  $\{1\bar{1}2\} \langle 110 \rangle$ , los cuales el primero es el mismo que la muestra de 1 paso y de la muestra antes de ser procesada por ECAP, y el segundo corresponde a un nuevo componente generado con el segundo paso, ambos componentes encontrados en materiales FCC procesado por ECAP [91].



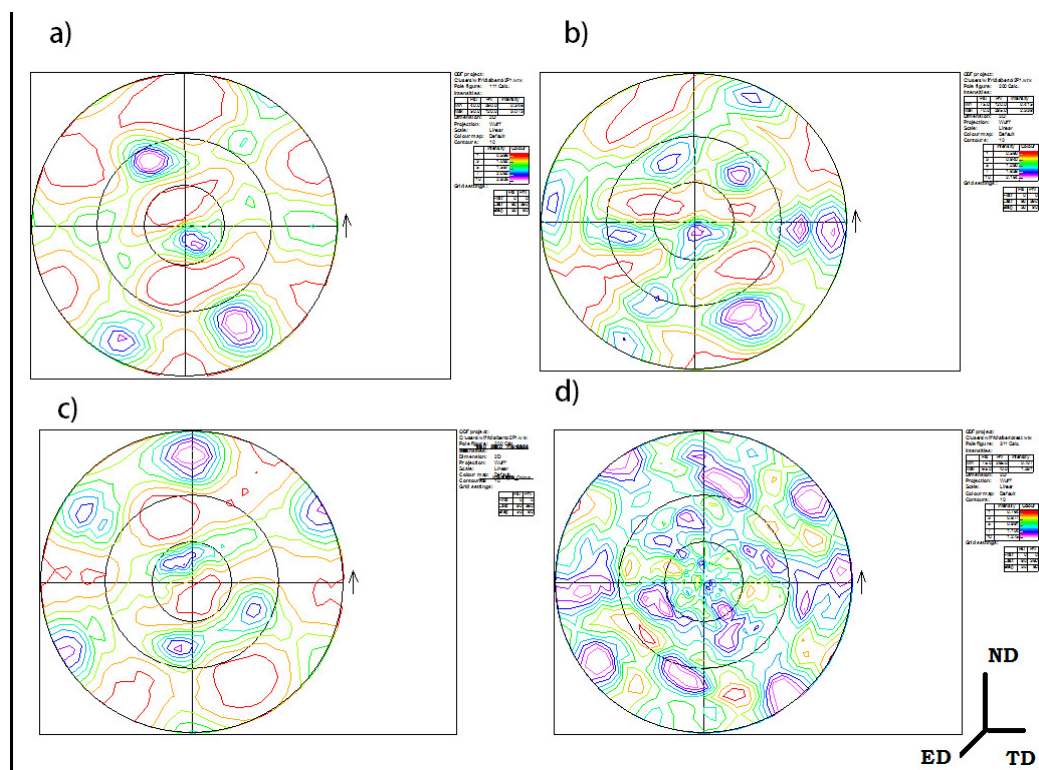


Figura 4.17: Figuras de polos de la muestra de 2 pasos de ECAP de cuatro familias de planos  $hkl$  a)  $\{111\}$ , b)  $\{200\}$ , c)  $\{220\}$  y d)  $\{311\}$

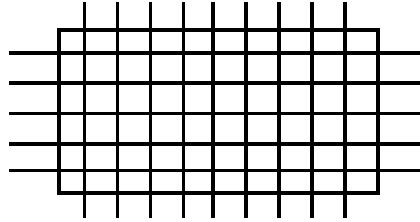


Figura 4.18: Esquema del barrido realizado para las medidas de microdureza, cada punto de intersección corresponde a una medida.

## 4.6. Microdureza (HV)

Debido a que el proceso genera zonas de deformación plástica que pueden ser heterogéneamente repartidas, se hizo un mapeo de microdureza para poder identificar dichas regiones.

Esto se se realizó en un microdurómetro convencional Shimadzu HVM-2000, con punta de diamante piramidal (pirámide equilátera) con ángulo diedro de  $136^\circ$ , aplicando una carga de 100 g durante un tiempo de 10 s. La preparación de muestras consistió en desbaste y pulido convencionales y un pulido final con alúmina de  $1\ \mu\text{m}$ .

Las mediciones se hicieron en una muestra de sección de  $10 \times 7$  mm con un barrido de durezas según el esquema de la Figura 4.18, con el fin de conocer la homogeneidad de la muestra después de ser procesada por ECAP, se hizo un barrido de durezas de 70 mediciones, esto se hizo controlando la distancia entre cada indentación (1 mm). Los barridos de microdurezas fueron hechos en la sección transversal de la muestra, plano 2 (Figura 3.5). Los valores de microdurezas obtenidos fueron transformados a mapeos. En estos mapeos los colores representan los diferentes rangos de valores obtenidos. En la Figuras 4.19, 4.20 se muestran los mapeos obtenidos, los cuales muestran los valores de las microdurezas Vickers (HV) en la muestra sin procesar y la muestra de 2 pasos.

En la Figura 4.19 se muestran los resultados de dureza obtenidos en el barrido de la muestra de 0 pasos, en ella se observa que existen dos zonas diferentes o rango de valores de dureza, la zona azul clara que está en el orden de 80-85 H.V y la zona de un azul más intenso que está entre 86-92 H.V, lo cual indica que la dureza no es homogénea en la muestra antes de ser procesada por ECAP, esto podría tener que ver con el proceso de rectificado de las piezas para maquinirlas antes de ser procesadas por ECAP. Con la muestra de 2 pasos se

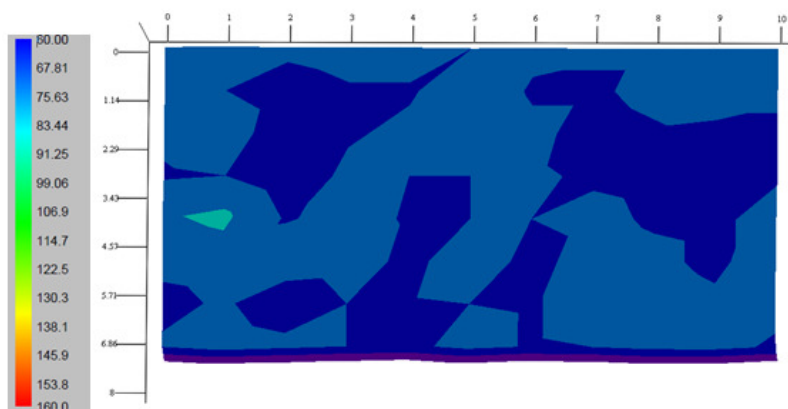


Figura 4.19: Barrido de dureza, con escala colorimétrica de la muestra antes de ECAP

realizó el mismo barrido de durezas, los resultados se muestran en la Figura 4.20 , se puede observar que existe un incremento de dureza con 2 pasos de ECAP, el incremento es del 75 % como se muestra en el Cuadro 4.2, sin embargo, se observa que se mantiene la heterogeneidad de dureza, teniendo tres zonas de durezas, donde sus valores tienen un rango 116-143 H.V. Es importante señalar que la escala colorimétrica es la misma para las Figuras 4.19 y 4.20.

Numero de pasos	0	1	2
Microdureza ( <i>H.V</i> )	80	112	130
Desviación estándar	1.6	3.4	6.4
Porecentaje de incremento (%)	-	40	56

Cuadro 4.2: Microdureza (HV)

Debido a éstas heterogeneidades en las muestras se decidió hacer un promedio de ellas en las zonas centrales de las muestras para que la desviación estándar diera un parámetro para cuantificar dicha heterogeneidad. El Cuadro 4.2 y la Figura 4.21 muestran los resultados de estos promedios y se puede observar que el proceso de ECAP incrementa la dureza con los pasos y que el mayor incremento de dureza ocurre en el primer pasó, además de que la muestra de dos pasos posee mayor heterogeneidad en dureza.



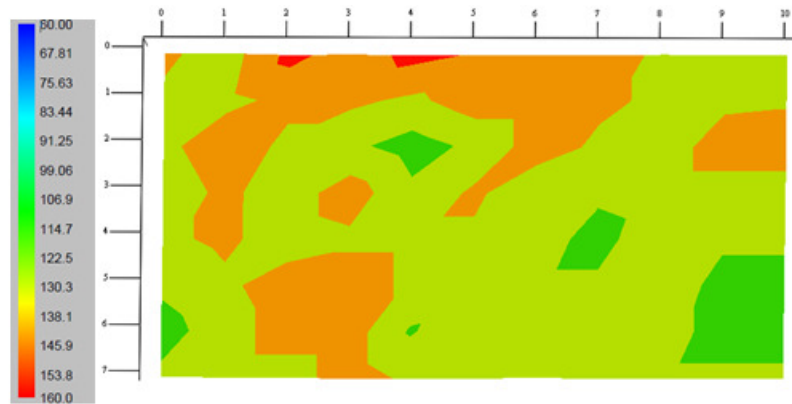


Figura 4.20: Barrido de dureza, con escala colorimétrica de la muestra de dos pasos

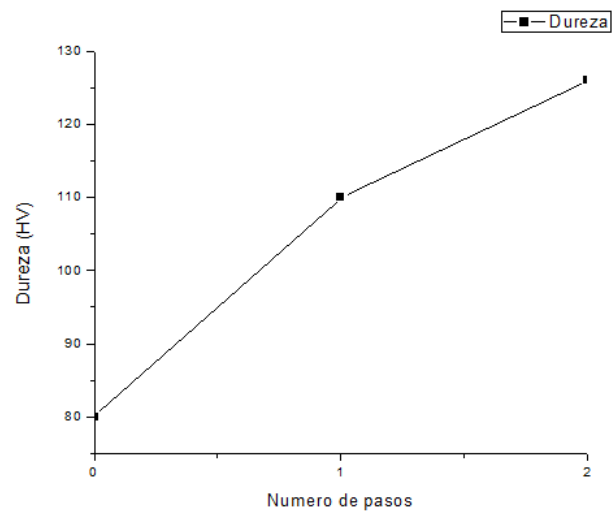


Figura 4.21: Dureza Vickers en función del número de pasos de ECAP

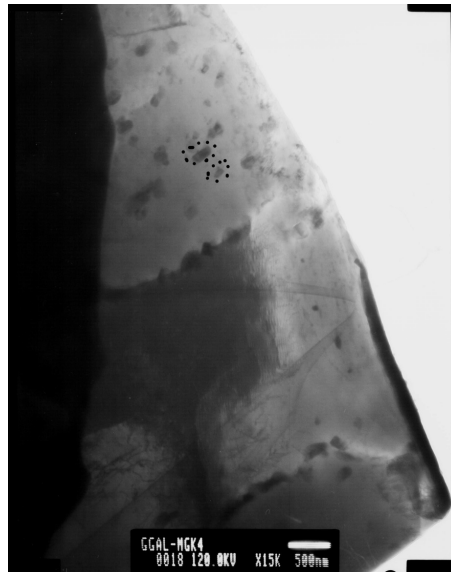


Figura 4.22: Imagen TEM de la microestructura de la aleación Al-5083 antes de ser procesada por ECAP.

## 4.7. Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM)

Se tomaron imágenes de TEM con el fin de conocer directamente el tamaño de grano, analizar la estructura de subgranos, ver la orientación respectiva de los mismos la microestructura de aleación, antes y después de ser procesada por ECAP. En la Figura 4.22 se muestra la imagen de TEM de las muestras antes ser procesada por ECAP. En ésta se puede observar los intermetálicos (contorneados con puntos negros) presentes en esta aleación [89]-[90], los cuales corroboran los resultados obtenidos por la técnica de SEM. La morfología de la aleación Al-5083 previa al proceso de ECAP consiste en granos de forma y tamaño similar aproximado de  $3 \mu\text{m}$ .

La Figura 4.23 muestra las imágenes de la microestructura de la aleación Al-5083 con dos pasos de ECAP, así como su patrón de difracción correspondiente a la zona oscura de la imagen de TEM. En esta imagen se puede observar información general de la microestructura de la aleación después de ser sometida por dos pasos de ECAP por la ruta  $B_C$ . La microestructura muestra bandas con una estructura no homogénea elongada y refinada, la morfología de los subgranos es similar y con un tamaño de subgrano de 300 nm después de

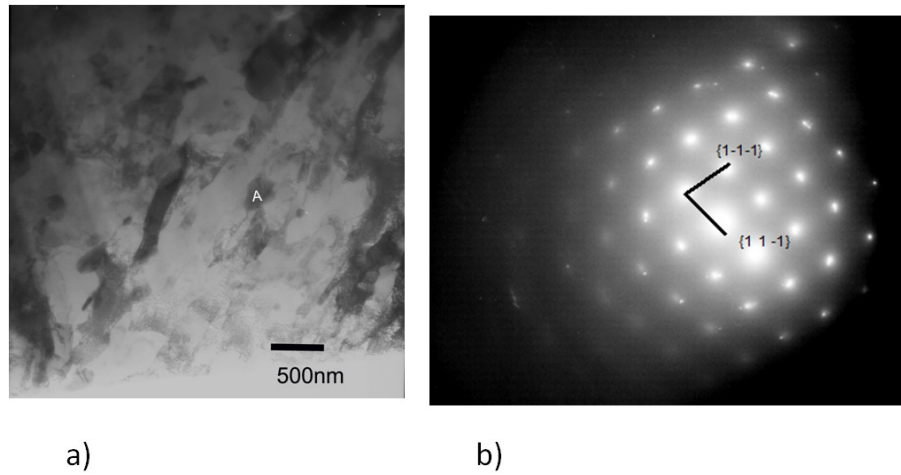


Figura 4.23: Imagen TEM de la microestructura de la aleación Al-5083 a) después de dos pasos de ECAP. b) Patrón de difracción del área selecta letra A. Eje de zona [101]

dos pasos de ECAP. También se muestra el patrón de difracción 4.23b visto desde el eje de zona [101].

En la Figura 4.24 se muestran las bandas de deformación, las cuales están marcadas con líneas punteadas, y en las cuales se puede ver que en el interior existen subgranos, lo que indica que la muestra de dos pasos tiene una microestructura que consiste de bandas paralelas elongadas con un tamaño de subgrano equiaxiado de  $\simeq 0.3 \mu\text{m}$ .

En la Figura 4.25 se muestra una micrografía de la muestra de dos pasos, donde se puede observar celdas de dislocaciones, éstas celdas de dislocaciones son las que dan lugar a generar los límites de subgranos ocurriendo así el proceso de refinamiento de grano generado por el proceso de ECAP como se explicó en la sección 2.2.1. Estos resultados concuerdan con lo reportado en otros trabajos de ECAP de la aleación AA5083 [92], en los cuales estas celdas son formadas a bajos niveles de elongación durante la deformación.

De éstas figuras se puede observar que el proceso de ECAP refina el grano de la aleación Al-5083 y lo mantiene con la misma morfología, disminuyendo el tamaño de grano de  $3 \mu\text{m}$  a  $0.3 \mu\text{m}$  en 2 pasos. Estos resultados son consistentes con los reportados por otros autores [64], [93], utilizando la misma aleación y procesándola por ECAP en rutas y condiciones diferentes a las utilizadas en esta investigación.

En la Figura 4.26 se puede observar la microestructura interna de los granos deformados

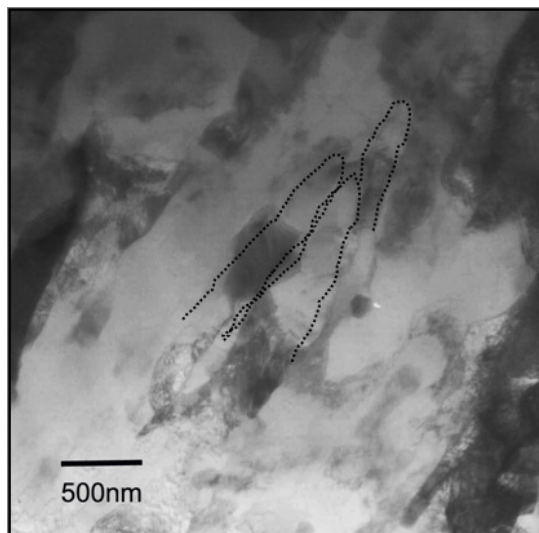


Figura 4.24: Micrografía de TEM de la muestra de dos pasos en la cual se observa las bandas de deformación generadas por el proceso de ECAP

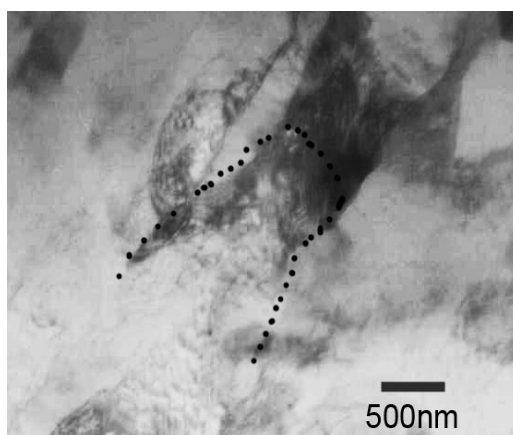


Figura 4.25: Micrografía de TEM de la muestra de dos pasos en la cual se observa celdas de dislocaciones

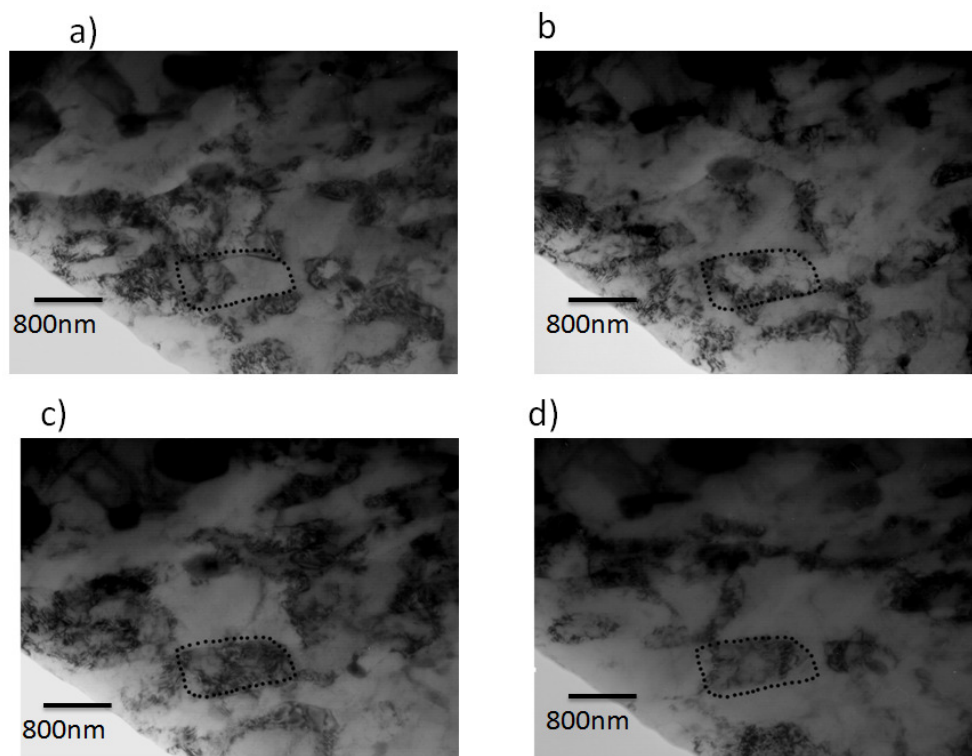


Figura 4.26: Microestructura interna de los granos deformados después de 2 pasos de ECAP, se puede apreciar la existencia de subgranos (el grano original esta delimitado por puntos negros.). Las imágenes que se presentan estan inclinadas respectivamente en a)  $0^\circ$ , b)  $1^\circ$ , c)  $2^\circ$  y d)  $3^\circ$ , las zonas oscuras representan regiones que están difractando.

después de 2 pasos de ECAP, se puede apreciar la existencia de subgranos (ver zona delimitada en puntos negros). En la Figura 4.26a) se observa un grano con un tamaño aproximado de 800 nm (contorneado con puntos) donde se aprecian zonas claras y zonas oscuras, las cuales cada una de éstas zonas claras y oscuras contienen en su interior subgranos formados a se vez por celdas de dislocaciones que al acumularse en las paredes provoca la rotación desigual de celdas contiguas de ángulos del orden de  $\leq 2^\circ$ .

Cuando este grano es desorientado en  $1^\circ$ (Figura4.26b)) algunas de las zonas claras difractan y se vuelven oscuras y viceversa. Al ser desorientado cada  $1^\circ$  Figura 78c), Figura 4.26d) y Figura4.26e) se van iluminando algunas zonas, las cuales en su conjunto forman parte del grano original, el cual contiene subgranos con un tamaño aproximado de 300 nm y que todos en su conjunto forman parte del grano original (Figura4.26a)), los subgranos que están en el interior tienen una desorientación máxima  $2^\circ$ , que como se mencionó en la sección 2.2 corresponde con los procesos de refinamiento de grano de las aleaciones de aluminio y que en las deformación alcanzada en dos pasos con la matriz utilizada en este trabajo ángulo  $2\phi = 120^\circ$  ( $\varepsilon \sim 1.34$ ) a estos pasos este fenómeno está y sigue ocurriendo.

En esta serie de fotos es notorio que existen zonas homogéneas (claras u oscuras), esto indica que la desorientación de los subgranos es mínima ( $\leq 1^\circ$ ) debido a que es difícil distinguir cambios dentro de la zonas, teniendo así la evidencia que existen subgranos en la aleación Al-5083 después de ser procesado por dos pasos de ECAP, lo cuales tienen una desorientación menor de  $2^\circ$  uno respecto del otro. Estos resultados son compatibles con los reportados en las aleaciones Al-Mg [94], en las cuales los granos refinados de la aleación muestran una desorientación de bajo ángulo en los primeros pasos de ECAP.

# Capítulo 5

## Conclusiones

1. El proceso de ECAP de la aleación 5083 fue conducido exitosamente mediante el proceso de ECAP a  $25^{\circ}C$  usando la ruta  $B_C$ , obteniendo dos pasos.
2. Después de dos pasos de ECAP la microestructura es razonablemente homogénea y consiste de bandas paralelas elongadas con un tamaño similar de subgrano de  $\simeq 0.3 \mu\text{m}$
3. Los subgranos producidos en la aleación 5083 después de dos pasos de ECAP están desorientados máximo en  $2^{\circ}$
4. Existe modificación de la textura durante el proceso de ECAP en la aleación A5083, existe una textura inicial con la componente  $\{111\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$ , está componente no cambia durante el proceso de ECAP, obteniéndose nuevos componentes de textura con los pasos de ECAP,  $\{112\} \langle 0\bar{2}1 \rangle$  para el primer paso y  $\{112\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$  en el segundo paso, teniendo que el proceso de ECAP mantiene la componente inicial de textura y introduce nuevas componentes.
5. Los intermetálicos de la aleación 5083 no se fragmenten durante el proceso de ECAP, teniendo una orientación inicial de las partículas finas y la cual no parece perturbarse demasiado con los pasos de ECAP, siendo esto benéfico en la homogeneidad de la aleación después de ser procesada por ECAP.
6. En el primer paso de ECAP se obtienen los mayores cambios en propiedades mecánicas y textura.

- 
7. Las muestras adquieren una mayor dureza desde el primer paso de ECAP, teniendo un 56 % de aumento después de dos pasos obteniéndose una dureza de 130HV .
  8. Los valores de esfuerzos residuales debido a un proceso de deformación severa plástica en el material están regidos por el efecto de la fricción entre el molde y la muestra, y la relajación de esfuerzos en la superficie. Teniendo valores de compresión en ambas caras, en la muestra de 1 paso , y valores de tensión en la cara interna y de compresión en la cara externa de la muestra de dos pasos.
  9. Las microdeformaciones aumentan con los pasos de ECAP obteniéndose un incremento del 60 % con dos pasos de ECAP, teniendo que al aumentar éstas el esfuerzo de cedencia aumente con los pasos.



# Bibliografía

- [1] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, *Prog. Mater. Sci.* 45 (2000) 103-189.
- [2] O. D. Sherby, J. Wadsworth, *J. Mater. Process. Tech.* 117 (2001) 347-353.
- [3] Hall EO. *Proc Roy Soc B*, Vol 64 (1951), pp 747.
- [4] Petch NJ. *J Iron Steel Inst*, Vol 174 (1953), pp 25.
- [5] P. W. Bridgman, *Studies in large plastic flow and fracture*, McGraw-Hill New York, 1952.
- [6] V. M. Segal, V. I. Reznikov, A. E. Drobyshevskiy, V. I. Kopylov, *Russ. Metal.* (1981) 99-105.
- [7] N. A. Smirnova, V. I. Levit, V. I. Pilyugin, R. I. Kuznetsov, L. S. Davydova, V. A. Sazonova, *Fizika Metallov I Metallovedenie* 61 (1986) 1170-1177.
- [8] Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, T. Sakai, *Acta Mater.* 47 (1999) 579- 583.
- [9] S. Swaminathan, C. Swanson, T. L. Brown, R. Z. Kezar, S. Chandrasekar, W. D. Compton, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* 821 (2004) 9.5.1.
- [10] S. Swaminathan, M. R. Shankar, B. C. Rao, W. D. Compton, S. Chandrasekar, A. H. King, K. P. Trumble, *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 1529- 1541.
- [11] N. Saito, I. Shigematsu, T. Komaya, T. Tamaki, G. Yamauchi, M. Nakamura, *J. Mater. Sci. Eng. Lett.* 20 (2001) 1913-1915.
- [12] Iwahashi Y., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G.: *Acta Materialia*, (1998), 46, pp. 3317-3331.
- [13] Langdon T.G., Furukawa M., Iwahashi Y., Horita Z., Nemoto M.: *Materials Science and Engineering A*, (1998), 257, pp. 328-332.

- 
- [14] Iwahashi Y., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G.: *Acta Materialia*, (1997), 45, pp. 4733- 4741.
- [15] Ferrasse S., Hartwig T., Goforth R.E., Segal V.M.: *Metallurgical and Materials Transactions A*, (1997), 28A, pp. 1047-1057.
- [16] García de la Infanta. Memoria para optar el grado de Doctor. Universidad Complutense de Madrid. Dpto. de Física de Materiales. Facultad de Física (2009) ISBN: 978-84-669-3206-6. pp. 34-53
- [17] O. A. Kaibyshev, F. Z. Utyashev, *Superplasticity: microstructural refinement and superplastic roll forming*, Futurepast, Arlington, VA, 2005.
- [18] U.F. Kocks, H. Mecking. *Progress in Materials Science*, Vol 48 (2003), pp –171-273
- [19] Nabarro FRN. *Acta Metall*, Vol 37 (1989), pp 1521
- [20] J. Gil Sevillano, P. van Houtte, E. Aernoudt, *Prog. Mater. Sci.* 25 (1980) 69-412.
- [21] K. Furuno, H. Akamatsu, K. Oh-ishi, M. Furukawa, Z. Horita, T. G. Langdon, *Acta Mater.* 52 (2004) 2497-2507
- [22] Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, *Scripta Mater.* 35 (1996) 143- 146.
- [23] A. P. Zhilyaev, K. Oh-ishi, G. I. Raab, T. R. McNelley, *Mater. Sci. Eng. A* 441 (2006) 245-252
- [24] M. Furukawa, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon, *Mater. Sci. Eng. A* 257 1998) 328-332
- [25] Kang H.G., Bachelard L., Kim H.W., Kang S.B.: *Journal of the Korean Institute of Metals and Materials (South Korea)*, (2001), 39, pp. 553-559.
- [26] Demura Y., Kitagawa K., Kawazoe M.: *Journal of Japan Institute of Light Metals*, (2001), 51, pp. 324-328.
- [27] Kang H.G., Bachelard L., Kim H.W., Kang S.B.: *Journal of the Korean Institute of Metals and Materials (South Korea)*, (2001), 39, pp. 553-559.
- [28] Demura Y., Kitagawa K., Kawazoe M.: *Journal of Japan Institute of Light Metals*, (2001), 51, pp. 324-328.

- 
- [29] Mukai T., Kawazoe M., Higashi K.: *Materials Science and Engineering A*, (1998), 247, pp. 270-274.
- [30] Chinh N.Q., Illy J., Kovacs Z., Horita Z., Langdon T.G.: *Materials Science Forum*, (2002), 396-402, pp. 1007-1012.
- [31] Morris D.G., Munoz-Morris M.A.: *Acta Materialia*, (2002), 50, pp 4047-4060.
- [32] Morris D.G., Munoz-Morris M.A., Garcia Oca C.: *Scripta Materialia*, (2003), 48, pp. 213- 218.
- [33] Dupuy L., Blandin J.J., Rauch E.F.: *Materials Science and Technology (UK)*, vol 16, no 11-12, (2000), pp. 1256-1258.
- [34] Vevecka A., Cavaliere P., Cabbibo M., Evangelista E., Langdon T.G.: *Journal of Materials Science Letters*, (2001), 20, pp. 1601- 1603.
- [35] Kawazoe M., Shibara T., Higashi K.: *Materials Science Forum (Switzerland)*, vol 233-234, (1997), pp. 207-214.
- [36] Chang S.-Y., Lee J.G., Park K.-T., Shin D.H.: *Materials Transactions*, (2001), 42, pp. 1074-1080.
- [37] Tsai T.L., Sun P.L., Kao P.W., Chang C.P.: *Materials Science and Engineering A*, (2003), 342, pp. 144-151.
- [38] Wang Z.C., Prangnell P.B.: *Materials Science and Engineering A*, (2002), 328, pp. 87-97.
- [39] Furukawa M., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G.: *Materials Science and Technology (UK)*, vol 16, no 11-12, (2000), pp. 1330- 1333.
- [40] Horita Z., Fujinami T., Nemoto M., Langdon T.G.: *Metallurgical and Materials Transactions A*, (2000), 31A, pp. 691-701.
- [41] Park K.-T., Hwang D.-Y., Chang S.-Y., Shin D.H.: *Metallurgical and Materials Transactions A*, (2002), 33A, pp. 2859-2867.
- [42] Xu C., Lee S., Langdon T.G.: *Trans Tech Publications, Materials Science Forum (Switzerland)*, vol 357-359, (2001), pp. 521-526.
- [43] Kim J.K., Jeong H.G., Hong S.I., Kim Y.S., Kim W.J.: *Scripta Materialia*, (2001), 45, pp. 901-907

- 
- [44] Kim W.J., Kim J.K., Park T.Y., Hong S.I., Kim D.I., Kim Y.S., Lee J.D.: *Metallurgical and Materials Transactions A*, (2002), 33A, pp. 3155-3164.
- [45] Ferrasse S., Segal V.M., Hartwig T., Goforth R.E.: *Journal of Materials Research*, (1997), 12, pp. 1253-1261.
- [46] Chang J.-Y., Shan A.: *Materials Science and Engineering A*, (2003), 347, pp. 165-170.
- [47] Kim W.J., Chung C.S., Ma D.S., Hong S.I., Kim H.K.: *Scripta Materialia*, (2003), 49, pp. 333-338.
- [48] Cabibbo M., Di Sabatino M., Evangelista E., Latini V.: *Metallurgia Italiana*, (2003), 95, pp. 25-30.
- [49] Kim B.-K., Szpunar J.A., Alexandra B., Takayama Y.: *Materials Science Forum*, (2002), 408-412, pp. 1513-1518.
- [50] Wang J., Xu C., Zhang Z., Zhao X., Wang J., Langdon T.G.: *Minerals, Metals and Materials Society/AIME, Ultrafine Grained Materials II*, (2002), pp. 429-438.
- [51] Xu C., Furukawa M., Horita Z., Langdon T.G.: *Acta Materialia*, (2003), 51, pp. 6139-6149.
- [52] Fan W., Chaturvedi M.C., Goel N.C., Richards N.L.: *Materials Science Forum (Switzerland)*, vol 243-245, (1997), pp. 563-568.
- [53] Salem H.G., Lyons J.S.: *Journal of Materials Engineering and Performance*, (2002), 11, pp. 384-391.
- [54] Musin F., Kaibyshev R., Motohashi Y., Sakuma T., Itoh G.: *Materials Transactions A*, (2002), 43, pp. 2370-2377.
- [55] Mukai T., Nieh T.G., Watanabe H., Higashi K.: *Materials Science Forum (Switzerland)*, vol 304-306, (1999), pp. 109-114.
- [56] Horita Z., Lee S., Ota S., Neishi K., Langdon T.G.: *Trans Tech Publications, Materials Science Forum (Switzerland)*, vol 357-359, (2001), pp. 471-476.
- [57] Ota S., Akamatsu H., Neishi K., Furukawa M., Horita Z., Langdon T.G.: *Materials Transactions*, (2002), 43, pp. 2364-2369
- [58] Jens C., Equal Channel Angular Pressing (ECAP) of AA6082: Mechanical Properties, Texture and Microstructural Development. A thesis submitted to The Norwegian University of Science and Technology (NTNU) in partial fulfilment of the requirements for the degree of Doctor, pp 34-36

- [59] R.L. Hecht, K. Kannan, in: A.K. Ghosh, Tr.R. Bieler, T.M.S. Warrendale (Eds.), Superplasticity and Superplastic Forming, PA, USA, 1995, p. 259
- [60] S.Y. Chang, J.G. Lee, K.T. Park, D.H. Shin, Mater. Trans. 42 (2001)1074.
- [61] M. Mahmoodi, M. Sedighi D.A. Tanner, Materials and Design, vol 40 (2012), pp 516-520
- [62] A. Azushima , R. Kopp , A. Korhonen , D.Y. Yang , F. Micari , G.D. Lahoti, P. Groche , J. Yanagimoto. CIRP Annals - Manufacturing Technology, vol 57, (2008), pp 716–735
- [63] Chang.S-Y, Jung G-L, Kyung T.P y Dong H.S Materials Transactions (2001), Vol 42, 6, pp 1074-1080
- [64] G. R. Canova, U. F. Kocks, J. J. Jonas, Acta Metall. 32 (1984) 211-226.
- [65] F. Montheillet, M. Cohen, J. J. Jonas, Acta Metall. 32 (1984) 2077-2089.
- [66] S. Li, I. J. Beyerlein, M. A. M. Bourke, Mater. Sci. Eng. A 394 (2005) 66-77
- [67] S. Li, I. J. Beyerlein, M. A. M. Bourke, Mater. Sci. Eng. A 394 (2005) 66-77.
- [68] A. A. Gazder, S. Li, F. H. Dalla Torre, I. J. Beyerlein, C. F. Gu, C. H. J. Davies, E. V. Pereloma, Mater. Sci. Eng. A 437 (2006) 259-267.
- [69] Ungar T. Scripta Materials Vol. 51 (2004), pp .777-778
- [70] Warren B.E X-Ray Difraccction. Dover Publiactions (1990) USA.
- [71] Rietveld H.M. Acta Crysta. Vol.22 (1967), pp 151-152
- [72] Rietveld H.M. Acta Crysta. Vol.2 (1969), pp 65
- [73] Young R.A. The Rietveld Method. International. Union of Crustallography. Oxford Science Publications. (1996)
- [74] Thompson P., Cox D.E., Hastings J.B. J App. Cryst. Vol 20 (1987), pp 79-87
- [75] McCusker L.B, Von Dreele R.B, Cox D.E, Louërd D., P.Scardie.J.App.Cryst.Vol 32 p 36-50 (1999)
- [76] Juan Rodriguez Carvajal. An Introduction to the Program Fullprof. (2002)
- [77] Scherrer P. Nachr.Ges.Wiss. Gottingen.Vol 26 (1918), p 98
- [78] Klug H.P, Alexander L.E X-Ray Difraccction Procedures. For Polycrystallinic and Amorphous.

- [79] Mura T., *Micromechanics of Defects in Solids*, Martinus Nijhoff Publishers, The Hague, Netherlands. , 1982.
- [80] Guillermo Requena, Gerardo Garcés, Ricardo Fernández and Michael Schöbel (2012). *Determination of Internal Stresses in Lightweight Metal Matrix Composites*, Neutron Diffraction, Prof. Irisali Khidirov (Ed.), ISBN: 978-953-51-0307-3, InTech, Available from: <http://www.intechopen.com/books/neutrodiffraction/determination-of-internal-stresses-in-lightweight-metal-matrix-composites>
- [81] Macherauch E. and Kloss K. H., *Proceedings of the International Conference on Residual Stresses*, Garmisch-Partenkirchen, FRG, 1986, pp. 167–174.
- [82] Sprauel J.M., castex L. *Proc. 1st Eur. Powder Diffraction Int. Conf. (EPDIC1) (1991)*. Alemania
- [83] Huak V. *Structural and Residual Stress. Analysis by Nondestructive Methods*. Elsevier. (1997) Holanda.
- [84] Dölle H.J *Appl. Cryst.* Vol 12 (1979), p 489-501
- [85] B.D. Cullity. *Elements of X-Ray Diffracction*. Addison-Wesley Publishing Company. (1956)
- [86] P. L. Sun, P. W. Kao, C. P. Chang, *Scripta Mater.* 47 (2002) 377-381.
- [87] G. Gonzalez, C. Braham, Jean L. Lebrun, Y. Chastel, W.Seiler, Ignacio A. Figueroa. *Microstructure and Texture of Al–2Si–xSn (x = 0, 4, 8 mass%) Alloys Processed by Equal Channel Angular Pressing*. *Materials Transactions* Vol. 53 (2012) No. 7, pp 1234-1239.
- [88] Cristy R., Mirco D., Paolo S, *Trans Tech Publications, Materials Science Forum*, Vol. 524 – 525, (2006), pp 25-30
- [89] K. Park , S.H. Myunga, D. Hyuk Shin, C. Soo Lee. *Size and distribution of particles and voids pre-existing in equal channel angular pressed 5083 Al alloy: their effect on cavitation during low-temperature superplastic deformation*. *Materials Science and Engineering A* 371 (2004), pp 178–186
- [90] N. Llorca Isern, C.Luis –Perez, P.A Gonzalez, L. Laborde and D. Patiño. *Analysis of structure and mechanical properties of AA 5083 aluminium alloy processed by ECAE*. *Rev.Adv.Mater.Scie* 10 (2005) 473-478.
- [91] Saiyi Li. *Scripta Materialia*, Vol 60 (2009), pp 356–358

- 
- [92] Kyung-T. P, Jun H.P., Yong S. L., Won J. Materials Science and Engineering: A , Vol 408 (2005) , pp 102–109
- [93] V. Stolyarov , R. Lapovok, Journal of Alloys and Compounds, v ol 378 (2004), pp 233–236.
- [94] G. Krallics, Z. Szeles, P. Semenova<sup>2</sup>, V. Dotsenko, V.Alexandrov. Proceedings of the Conference, Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, December 9/13, 2002, Vienna, Austria, pp 183-189.

# Apéndice A

## Criterios de ajuste utilizados en el ajuste Rietveld

Los criterios de ajuste más utilizados son:

**El factor del perfil**

$$R_P = \frac{\sum_i |y_i^{(obs)} - y_i^{(calc)}|}{\sum_i y_i^{(obs)}} \quad (\text{A.1})$$

**El factor del perfil ponderado (Rwp).** Este criterio muestra el progreso del refinamiento, ya que el numerador contiene la función residuo que está siendo minimizada durante el refinamiento Rietveld. El residuo del patrón pesado se calcula de la siguiente manera:

$$R_{WP} = \frac{\sum_i |y_i^{(obs)} - y_i^{(calc)}|^2}{\sum_i W_i (y_i^{(obs)})^2} \quad (\text{A.2})$$

donde:  $y_i^{(obs)}$  es la intensidad observada en el paso  $i$ ,  $y_i^{(calc)}$  es la intensidad calculada en el punto  $i$ , y  $W_i$  es el peso asignado.

**El ajuste de “bondad” ( $\chi^2$ ).** Si el tiempo de toma de los datos fue suficientemente grande, no dominarán los errores estadísticos,  $R_{exp}$  podría ser muy pequeña y la  $\chi^2$  para una estructura cristalina refinada podría ser mayor que 1. Si los datos son obtenidos pobremente,  $R_{exp}$  podría ser grande y  $\chi^2$  podría ser menor que 1, el valor de  $\chi^2$  debe estar entre 1 a 1.3. El ajuste de “bondad” se define como:

$$\chi^2 = \left| \frac{R_{WP}}{R_{exp}} \right|^2 \quad (\text{A.3})$$

donde  $R_{exp}$  refleja la calidad de los datos obtenidos en la medición del patrón de difracción (conteos estadísticos). La fórmula del residuo del valor esperado es:



$$R_{exp} = \left| \frac{N - P}{\sum_i W_i (y_{i(obs)})^2} \right|^{1/2} \quad (\text{A.4})$$

donde  $N$  es el número de datos observados,  $P$  el número de parámetros a refinar,  $W_i$  es el peso asignado,  $y_{i(obs)}$  es la intensidad observada en el paso  $i$ .

Otros factores de ajuste de calidad son:

**Factor cristalográfico (RF)**

$$R_F = \left| \frac{\sum_h |F_{h(obs)} - F_{h(calc)}|}{\sum_h |F_{h(obs)}|} \right| \quad (\text{A.5})$$

Donde  $F_{h(obs)}$  y  $F_{h(calc)}$  son los factores de estructura observados y calculados, respectivamente. Este factor está predispuesto por el modelo estructural pero da un indicativo de la confiabilidad de la estructura. Este factor no se utiliza activamente en el refinamiento, pero disminuye mientras que el modelo estructural mejora durante la evolución del refinamiento.

**Factor de intensidades de Bragg (RB).** Este indica la calidad del modelo en cuanto a datos cristalográficos de la celda unitaria, veracidad del grupo espacial (el cual representa la distribución de átomos en la celda unitaria), parámetros de red, posiciones de los átomos en la base asimétrica y el número de ocupación de los átomos en los sitios que les corresponde. La fórmula para calcular el residuo del factor de Bragg es:

$$R_B = \left| \frac{\sum_h I_{h(obs)} - I_{h(calc)}}{\sum_h |I_{h(obs)}|} \right| \quad (\text{A.6})$$

Donde:

$I_{h(obs)}$  es la intensidad observada de la  $h$ -ésima reflexión,  $I_{h(calc)}$  es la intensidad calculada de la  $h$ -ésima reflexión.

# Apéndice B

## Señales producidas por la interacción de haz con la muestra

### Electrones secundarios

Los electrones secundarios se generan cuando un electrón en el haz primario interactúa con un electrón en los átomos de la muestra, y lo saca de su órbita con cierta cantidad de energía cinética. Se generan a profundidades diferentes de la muestra, pero, debido a que son electrones de baja energía (menos a 50 eV) y solo los que se emiten cerca de la superficie alcanzaran a llegar al detector y se consideran como electrones secundarios, por lo tanto esta señal lleva información principalmente de relieve o topográfica de la muestra.

### Rayos X característicos.

Esta señal se genera de un volumen mucho mayor que el de los electrones secundarios o electrodispersados y de una profundidad mucho mayor, por lo que tiene una resolución espacial pobre, esta se produce después de que un electrón es expulsado de su orbital, entonces el átomo se vuelve inestable y para regresar a su estado basal, otro electrón del orbital siguiente o de cualquier otro llena la vacancia. Esta señal se aplica para el estudio de la composición química de inclusiones o pequeñas particulares del material desconocido y en el análisis de la distribución de la concentración de los elementos químicos en una muestra heterogénea, ya sea en un punto de una línea (line-scan) o en un área (mapeo), por medio de la técnica conocida por **EDS** (Espectrometría por Dispersión de Anergía de rayos X). Esta técnica se caracteriza por analizar todos los elementos de la tabla periódica con número atómico  $Z \geq Be$ , la concentración mínima detectada varía desde un 0.1 % a 1 % en peso, con una exactitud en el análisis cuantitativo del 2 – 5 % para elementos con  $Z \geq 9$  y del 5 – 10 % para elementos ligeros como el *B, C, N, O* y *F*.

### Electrones electrodispersados

A diferencia de los electrones secundarios, esta señal tiene mucha más energía  $\geq 50$  eV y pueden escapar desde una profundidad mucho mayor hasta la superficie de la muestra y llegar al detector y se produce cuando un electrón en el haz primario interactúa con el núcleo de un átomo y rebota al electrón primario hacia fuera de la muestra sin pérdida de energía.

Debido a ello esta señal no tiene tanta resolución ni lleva tanta información de la topografía de la muestra como la señal de electrones secundarios, sin embargo, proporciona información acerca de la composición química por medio del contraste de la imagen. Es decir, en zonas compuestas por elementos con  $Z$  grande, el haz primario de electrones tendrá mayor posibilidad de interactuar con los núcleos, por lo cual producirá mayor cantidad de electrones electrodispersados y estas zonas se observarán más claras en la imagen del monitor que aquellas con número atómico pequeño, las cuales, se percibirán más oscuras.

El tamaño aparente tiene su interpretación física en la distribución normalizada columna-longitud. Todas las fracciones de todos los cristales o cristalitas los cuales tienen el mismo espesor paralelo al vector de difracción corresponden a una *columna* con *longitud* particular. Cada longitud de la columna va a tener un peso proporcional a la fracción volumétrica del material encontrado en la columna particular. El ensanchamiento en el pico de difracción debido al tamaño es la suma ponderada de los picos individuales correspondientes a las columnas individuales. El significado directo del ensanchamiento de los picos debido al tamaño está entonces relacionado con la distribución ponderada columna-longitud en la muestra. Es decir, depende del tamaño, forma y distribución de tamaños de los cristalitas

# Apéndice C

## Método gráfico para obtener los componentes de textura

Este método las intensidades más marcadas son medidas sobre la figura de polos con ayuda de la red de Wulff y la red polar. Lo que se mide las redes son ángulos que están sobre los contornos mas marcados de la figura de polos. Una vez que se miden estos ángulos y con la información del Cuadro C.1, que muestra los ángulos entre las familias de planos  $\{h_1k_1l_1\}$  y  $\langle h_2k_2l_2 \rangle$ , se procede a encontrar la componente de textura de plano  $hkl$  analizado. El Cuadro C.1 se construyó con la ayuda de programa *CaRIne Crystallography 3.1* (Software que permite la creación, visualización y modificación simulada de estructuras cristalinas). Se creó una estructura fcc (estructura del Aluminio) y se procedió a calcular el ángulo entre cada una de la familia de planos analizadas  $h_1k_1l_1$  (fila)  $h_2k_2l_2$  (columna). Una vez con el Cuadro se procede a encontrar el componente de textura de la siguiente manera: supongamos que la familia de planos que se está analizando es la  $\{111\}$ , del Cuadro podemos observar que existen una columna y una fila con está familia de planos, los ángulos encontrados con la red polar en  $\{111\}$  se encuentran en la fila de la familia de planos  $\{111\}$ , los valores de estos son 19.5, 61.9 y 90°. Los medidos con la red de Wulff, se encuentran en la columna correspondiente a está familia de planos, y los encontrados son 39.2 y 75°. La componente de textura se compone de los planos cristalinos  $h_1k_1l_1$  medidos con la red polar coinciden con los planos cristalinos  $h_2k_2l_2$ , y que a su vez el producto punto de estos dos planos sea cero. En este el componente de textura que cumple éstas condiciones es  $\{1\bar{1}2\} \langle 021 \rangle$ .

A continuación se muestran las figuras de polos de las tres muestras analizadas: antes de ser procesada por ECAP, 1 paso y 2 pasos, con las cuales se hicieron las mediciones. En las Figuras C.2, C.3 y C.4 se puede observar que tienen la red polar y Wulff encimadas en la figura de polos con los ángulos medidos y los cuales corresponden al componente de textura encontrado en cada caso. Se muestran la familia de planos  $\{111\}$  y  $\{200\}$ , ya que estos son en donde se puede hacer mejor la medición de los ángulos.

(hkl)

[uvw]

ND, medido con red polar

RD, medido con red Wulff

(h <sub>1</sub> ,k <sub>1</sub> ,l <sub>1</sub> )	(h <sub>2</sub> ,k <sub>2</sub> ,l <sub>2</sub> )				
	100	110	111	210	211
100	0 90	45 90	<b>54.7</b>	26.6 63.4 90	<b>35.3</b> 65.9
110	45 90	0 60 90	<b>35.3</b> 90	18.4 50.8 71.5	30 54.7 73.2 90
<b>111</b>	<b>54.7</b>	<b>35.3</b> 90	0 70.5 109.5	<b>39.2</b> 75	<b>19.5</b> 61.9 90
<b>210</b>	26.6 63.4 90	18.4 50.8 71.5	<b>39.2</b> <b>75</b>	0 36.9 53.1	24.1 43.1 56.8
211	35.3 65.9	30 54.7 73.2 90	19.5 61.9 90	24.1 43.1 56.8	0 33.6 48.2

Figura C.1: Angulos entre las familias de planos  $\{h_1k_1l_1\}$  y  $\langle h_2k_2l_2 \rangle$ .

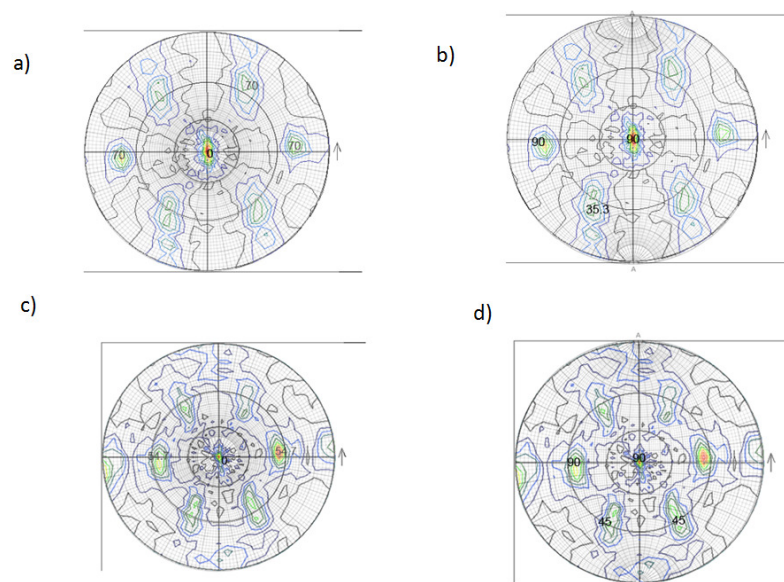


Figura C.2: Figuras de polos con los ángulos medidos de la muestra antes de ser procesada por ECAP de 2 familias de planos hkl a)  $\{111\}$  medido con red polar, b)  $\{111\}$  medidos con red de Wulff ,c)  $\{200\}$  medidos con red polar y d)  $\{200\}$  medidos con red de Wulff

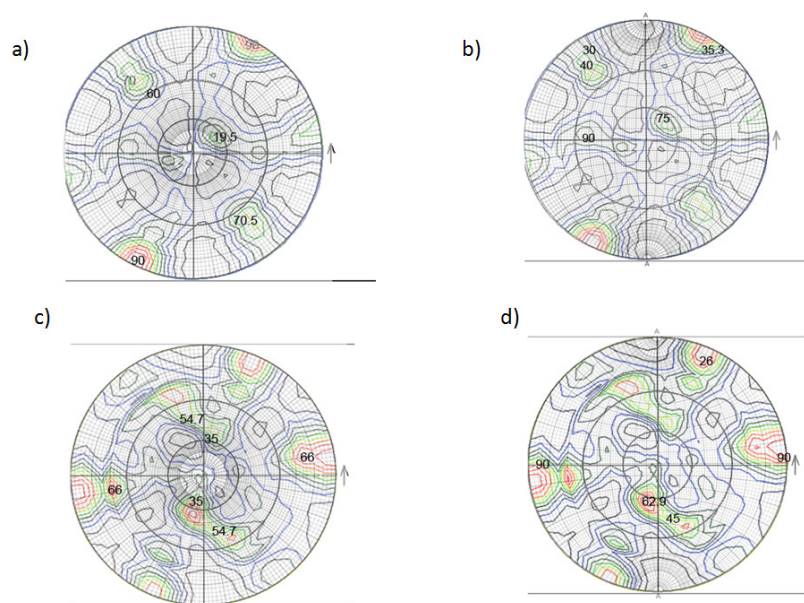


Figura C.3: Figuras de polos con los ángulos medidos de la muestra de 1 paso de ECAP de 2 familias de planos hkl a)  $\{111\}$  medido con red polar, b)  $\{111\}$  medidos con red de Wulff, c)  $\{200\}$  medidos con red polar y d)  $\{200\}$  medidos con red de Wulff

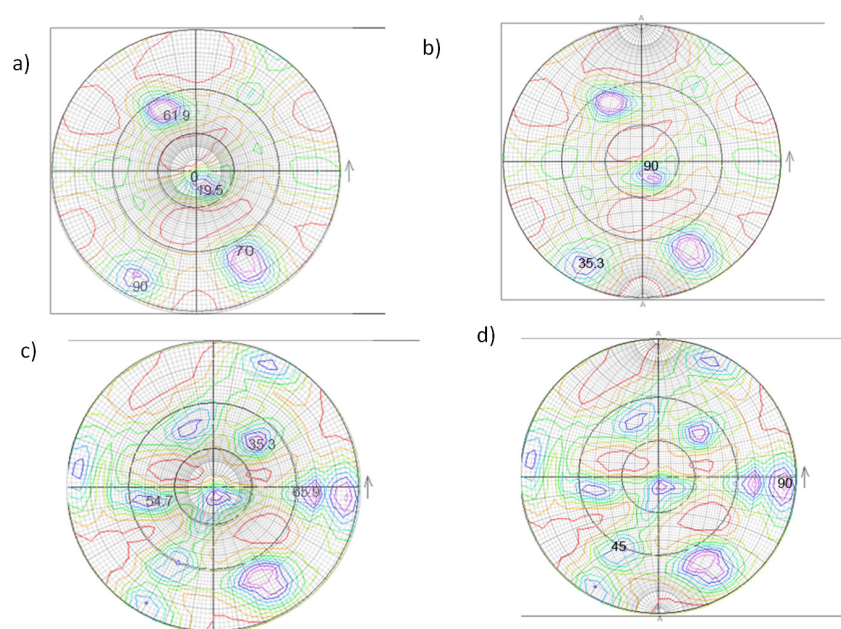


Figura C.4: Figuras de polos con los ángulos medidos de la muestra de 2 pasos de ECAP de 2 familias de planos hkl a)  $\{111\}$  medido con red polar, b)  $\{111\}$  medidos con red de Wulff ,c)  $\{200\}$  medidos con red polar y d)  $\{200\}$  medidos con red de Wulff