



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE QUÍMICA

Análisis microestructural y mecánico de la aleación 1100 procesada por RCS.

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO

PRESENTA:

ERICK ERNESTO ALVARADO LÓPEZ

CIUDAD DE MÉXICO AÑO: 2018





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.

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: Profesor: García Hinojosa José Alejandro.

VOCAL: Profesor: Aramburo Pérez Gerardo.

SECRETARIO: Profesor: González Reyes José Gonzalo.

1er. SUPLENTE: Profesor: Ramírez Vieyra José Guadalupe.

2° SUPLENTE: Profesor: Quiroga Herrera Héctor Israel.

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

ASESOR DEL TEMA: DR. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ REYES

(Nombre y firma)

SUSTENTANTE: ERICK ERNESTO ALVARADO LÓPEZ

(Nombre y firma)

AGRADECIMIENTOS

A mi madre Rosa y a mi padre Ernesto por todo su amor, apoyo y cariño.

A mi hermano Jesús y a mi hermana Xóchitl por su apoyo incondicional.

A mi mamá Tomy y a mi mamá Esperanza por sus plegarias.

Gracias por ser eternas...

A mi papá Memo, por los mejores momentos compartidos.

A mis primos Kevin, Irving, Valter, Pablo, Paola, Ricardo y Abigail por sus enseñanzas.

A mis familiares (especialmente a todas mis tias) y profesores.

A mis amigos: Víctor, Javier, Maura, Jazmín, Jon, Adriana, Daniel, Pablo, Daniel Espino, Paty, Gabriela, Viridiana, Mariana, Samuel, Jorge, Coco, Gerardo, Jassibe, Edith, Idalid, Mauricio, Adrián, Miriam e Itzel por todos los buenos momentos compartidos.

A mí querida Universidad Nacional Autónoma de México por ser una institución generadora y portadora de conocimiento. ¡Años de gloria para ésta!

A mí querida H. Facultad de Química por ser durante 5 años mi hogar.

Al Instituto de Investigaciones en Materiales por permitirme realizar este trabajo de investigación en sus instalaciones.

Al Dr. José Gonzalo González Reyes por su amistad, paciencia, consejos y conocimiento compartido.

A mis amigos del equipo: Liliana Romero, Marco Ezequiel, Sergio Elizalde, Carlos Reyes, Emmanuel López y Sebastián Espinoza. También agradezco a Eliezer Mecinas.

Por último, agradezco al Programa de Apoyo a Proyectos de Investigación e Innovación Tecnológica (PAPIIT IN107917) por el apoyo y recursos del que fui beneficiario, para la compra de material y equipo empleado en el presente trabajo. Asimismo, agradezco al programa de Ayudante de Investigador SNI 3 (Conacyt) del cual también soy beneficiario.

ANÁLISIS MICROESTRUCTURAL Y MECÁNICO DE LA ALEACIÓN 1100 PROCESADA POR RCS.

ÍNDICE

CAPÍTULO 1.....	1
INTRODUCCIÓN.	1
1.1. Planteamiento del Problema: Las aleaciones base aluminio.	1
1.2. Objetivos.	2
1.3. Hipótesis de trabajo.....	2
CAPÍTULO 2.....	3
MARCO TEÓRICO.	3
LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA: FUNDAMENTOS Y ESTADO DEL ARTE.	3
2.1 La microestructura, descripción y definiciones.....	3
2.1.1 Las dislocaciones.	4
2.1.2 Los límites de grano.	5
2.1.3 La de textura en aleaciones metálicas.....	7
2.1.4 Efecto de la temperatura en aleaciones metálicas.	7
2.2 Mecanismos de endurecimiento en aleaciones metálicas.....	9
2.2.1 Endurecimiento por solución sólida.	9
2.2.2 Endurecimiento por precipitación.....	10
2.2.3 Endurecimiento por deformación.	11
2.2.4 Endurecimiento por reducción de tamaño de grano.	14
2.3 La deformación plástica severa como un proceso de reducción de grano. 16	
2.3.1 Los procesos Top-Down.....	16
2.3.2 La técnica RCS.....	17
2.4 La evolución microestructural en materiales altamente deformados.....	19
2.4.1 Modelos propuestos para el estudio de difusión plástica en materiales nanoestructurados.	19
2.4.2 Esfuerzos residuales en aleaciones metálicas.	24

CAPÍTULO 3.....	25
PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	25
3.1 Diseño de equipo para la técnica RCS.....	25
3.2 Proceso de deformación plástica severa.....	27
3.2.1 Preparación previa del material antes de la técnica RCS.....	27
3.2.2 Proceso de deformación plástica severa mediante RCS.....	28
3.3 Técnicas de caracterización.....	31
3.3.1 Fluorescencia de rayos X y espectrometría de emisión atómica.	31
3.3.2 Microscopia electrónica de transmisión.	33
3.3.3 Difracción de rayos X.....	37
3.3.3.1 Figura de Polo y la ODF.	40
3.3.3.2 Esfuerzos Residuales.....	42
3.3.4 Propiedades mecánicas.	45
3.3.4.1 Ensayo de Tracción.....	45
3.3.4.2 Ensayo de Dureza.....	47
CAPÍTULO 4.....	50
RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	50
4.1. Análisis microestructural mediante TEM.	50
4.2. Análisis de textura mediante la técnica de difracción de rayos X.	53
4.3. Propiedades mecánicas.....	57
4.3.1. Ensayo de dureza.....	57
4.3.2. Ensayo de resistencia a la tracción.	59
4.4. Análisis de esfuerzos residuales mediante la técnica de difracción de rayos X.....	64
CAPÍTULO 5.....	67
CONCLUSIONES	67
CAPÍTULO 6.....	69
BIBLIOGRAFÍA.....	69

CAPÍTULO 7.....	72
ANEXO 1	72
ANEXO 2	73
ANEXO 3	74
ANEXO 4	77
ANEXO 5	79
ANEXO 6	82

CAPÍTULO 1.

INTRODUCCIÓN.

En el presente capítulo, se plantea la importancia de la técnica RCS, como técnica modificadora de la microestructura en aleaciones metálicas, así como la importancia de las aleaciones base aluminio en la actualidad.

1.1. Planteamiento del Problema: Las aleaciones base aluminio.

En los últimos años, la búsqueda por mejorar las propiedades mecánicas de diversos metales y aleaciones mediante cambios en la microestructura de éstos, ha cobrado gran importancia en diversas áreas, tal es el caso de la industria aeronáutica y automotriz. (Prabhakar, 2016)

La técnica de Corrugado-Planchado (RCS, por sus siglas en inglés) es una técnica de Deformación Plástica Severa (SPD, por sus siglas en inglés) (Langdon, 2011), que tiene como objetivo la modificación microestructural de diversos metales y aleaciones mediante la aplicación de grandes deformaciones plásticas, que no cambian la forma final de la pieza, y que promueven la generación de granos de tamaño ultrafino (UFG, por sus siglas en inglés). De acuerdo con la ecuación propuesta por Hall-Petch, (D.Callister, 2012) el límite de cedencia está relacionado con el tamaño de grano, por lo tanto, refinar el tamaño de grano se convierte en un objetivo de las técnicas SPD. (A. Azushima, 2008)

La técnica RCS, al igual que otras técnicas de deformación plástica severa, han mostrado un notable incremento en las propiedades mecánicas, sin un cambio dimensional significativo, así como un incremento en la ductilidad final debido a la deformación total impuesta. (D.Pelaéz, 2013)

En el presente trabajo de investigación, la técnica de corrugado-planchado es empleada en láminas de aluminio 1100 debido a su alta disponibilidad, así como sus diversas aplicaciones en Ciencia e Ingeniería de Materiales, pero también debido a que se trata de las primeras investigaciones en esta área en el país, y que el aluminio 1100 representa un material de referencia antes de estudiar otras aleaciones más complejas. (Véase anexo 1, series del aluminio)

1.2. Objetivos.

- I. Determinar la eficiencia del diseño propuesto para el molde RCS en la generación de nuevos arreglos en la microestructura.
- II. Incrementar las propiedades mecánicas de la aleación de aluminio 1100 en particular, el esfuerzo de cedencia y la dureza, evaluando el posible efecto adverso sobre la ductilidad.
- III. Conocer la evolución de la orientación preferencial de los granos (textura cristalográfica) posterior al proceso de deformación empleando la técnica RCS.
- IV. Determinar los esfuerzos residuales posteriores al proceso de deformación plástica severa como una forma de evaluar la integridad del material y la acumulación de esfuerzos debido al proceso RCS.

1.3. Hipótesis de trabajo.

Con base en la generación y reordenamiento de las dislocaciones producidas por las técnicas de deformación plástica severa, es posible reducir el tamaño de grano de un material, afectando con ello las propiedades mecánicas por efecto de Hall-Petch.

Es importante mencionar que en los siguientes capítulos, se conservarán los acrónimos en inglés debido a que son ampliamente conocidos en este idioma, y que para su búsqueda en la literatura, resulta más factible que permanezcan así que traducidos al español.

CAPÍTULO 2.

MARCO TEÓRICO.

LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA: FUNDAMENTOS Y ESTADO DEL ARTE.

En este capítulo, se describe el estado del arte de los procesos de deformación plástica severa. Adicionalmente, se abordarán los diversos mecanismos de endurecimiento en aleaciones metálicas, así como la estrecha relación de éstos sobre los cambios microestructurales en materiales procesados por deformación plástica severa.

2.1 La microestructura, descripción y definiciones.

La microestructura de un material metálico, se refiere a las diversas características que constituyen a un material y que pueden ser observadas a escala microscópica, tal como: tamaño de grano, distribución de tamaño de grano, orientación de los granos y los defectos cristalinos presentes en éstos.

La microestructura constituye uno de los pilares más importante en el control de diferentes propiedades, tales como: propiedades mecánicas, eléctricas, térmicas y magnéticas entre otras.

En área de la ciencia e Ingeniería de materiales, la estructura de un material metálico forma parte de los 4 componentes, a partir de los cuales, es posible el diseño, fabricación y optimización de diferentes productos. Entre estos componentes se encuentran: el procesamiento, la estructura, las propiedades y el funcionamiento.

Generalmente, la microestructura de un material suele ser modificada con el objetivo de mejorar ciertas propiedades que resultan de interés, dependiendo del área de investigación.

Una manera de modificar la microestructura de un material metálico, es mediante la creación y reordenamiento de defectos cristalinos. Existe una gran cantidad de defectos cristalinos, dentro de los cuales, las dislocaciones suelen ser estudiadas de manera prioritaria, ya que de ellas depende fundamentalmente la deformación plástica. (Véase anexo 2, clasificación de los defectos cristalinos)

En el presente estudio, únicamente serán abordados aquellos que en términos del proceso de deformación plástica severa, pueden explicar cómo se ve modificada la evolución microestructural, después de sufrir una alta deformación plástica. Por tal motivo, se abordarán de manera detallada únicamente las dislocaciones y límites de grano, los cuales se describen a continuación.

2.1.1 Las dislocaciones.

Las dislocaciones son defectos lineales que se producen durante la fabricación y conformado de materiales metálicos. Especialmente durante el proceso de solidificación y los procesos de deformación plástica. (R.Askeland, 2006)

Un modelo conocido y que es aceptado por una gran cantidad de investigadores para explicar la generación de dislocaciones, es el modelo propuesto por Frank-Read. Este modelo propone que un segmento de una dislocación, que se extiende sobre un plano de deslizamiento activo y cuyos extremos se encuentran fuertemente anclados, puede ser abierto debido a la presencia de un esfuerzo de corte crítico. Bajo este esfuerzo de corte crítico, el segmento de la dislocación puede generar bucles de dislocación, que dan como resultado la formación de nuevas dislocaciones. (Read, 1950)

Existen 3 tipos de dislocaciones, las cuales son:

- a) Dislocación de Tornillo.
- b) Dislocación de Borde o Arista.
- c) Dislocación Mixta.

Las dislocaciones de tornillo y arista se caracterizan por tener una posición específica respecto al vector de Burgers. No obstante, la mayoría de los procesos de deformación plástica tienden a promover la formación de dislocaciones del tipo mixto. (D.Callister, 2012)

Las dislocaciones mixtas están compuestas por dislocaciones de tornillo, así como por dislocaciones de borde. Estos defectos lineales tienen un papel muy importante en los procesos de deformación plástica severa, debido a que el movimiento de estas dislocaciones, tiende a verse modificado al variar el tamaño de grano. Por tal motivo, diversos investigadores han estudiado de manera detallada el movimiento de éstas en materiales nanoestructurados. (Nazarov A., 1994)

Así como las dislocaciones, otro defecto cristalino que resulta de gran interés en el estudio de procesos de deformación plástica severa, son los llamados límites de grano o fronteras de grano, los cuales serán abordados en la siguiente sección.

2.1.2 Los límites de grano.

Los granos de una estructura metálica, se refieren a volúmenes finitos dentro de un material policristalino, los cuales, poseen una orientación cristalográfica diferente respecto a sus vecinos, quienes se encuentran separados entre sí por límites de grano.

Los límites de grano o fronteras de grano, son defectos de superficie que definen la separación de granos en materiales policristalinos. Éstos representan zonas de baja energía superficial, las cuales constituyen el lugar idóneo para la precipitación de nuevas fases, el crecimiento o deslizamiento de granos. En general, los límites de grano constituyen zonas altamente reactivas como consecuencia de la baja energía superficial asociada a éstas. (D.Callister, 2012)

Los límites de grano pueden ser clasificados de la siguiente manera:

- a) Límites de grano de bajo ángulo. (LAGB, por sus siglas en inglés)
- b) Límites de grano de alto ángulo. (HAGB, por sus siglas en inglés)

Los límites de grano de bajo ángulo, corresponden a aquellas fronteras que poseen una pequeña desorientación respecto a los granos adjuntos. (De 5° a 15°) Debido a la baja energía de superficie asociada a esta desorientación relativa, los LAGB no son eficientes en el bloqueo de planos de deslizamiento. (D.Callister, 2012)

Por otro lado, los límites de grano de alto ángulo corresponden a aquellas fronteras que poseen un alto ángulo de desorientación relativa entre granos vecinos (Mayores a 15°). A diferencia de los LAGB, los HAGB resultan más eficientes en el bloqueo de planos de deslizamiento, consecuentemente, la resistencia mecánica tiende a incrementar en materiales que poseen estos límites de grano.

Es importante mencionar que aquellas microestructuras que presentan un ángulo de desorientación relativa, menor a 5° , son clasificadas como subgranos.

Aunque no es un objetivo de este trabajo, la caracterización de límites de grano y dislocaciones, tales defectos cristalinos nos permiten comprender como se lleva a cabo la evolución microestructural en materiales procesados por deformación plástica severa. (Nazarov A. , 1995)

Diversos autores, como lo es el caso de Z.Valiev y A. Nazarov, han propuesto diversos modelos, los cuales intentan explicar cómo es la evolución microestructural en los procesos SPD, a través del análisis de dislocaciones y límites de grano. Estos modelos serán abordados de manera más detallada en la sección 2.4.

Además de las dislocaciones y límites de grano, otro fenómeno que resulta de gran importancia en el estudio de procesos SPD, debido a la influencia que tiene sobre las propiedades mecánicas es la presencia de textura. Tal fenómeno se describe a continuación.

2.1.3 La de textura en aleaciones metálicas.

La textura en materiales policristalinos, se refiere a la distribución de orientaciones de grano. De manera general, se habla de un material texturado cuando éste posee una orientación preferencial en sus granos.

La presencia de textura en aleaciones metálicas, resulta de gran importancia debido a su estrecha relación con las propiedades mecánicas de un material. Ésto es debido a que una gran cantidad de materiales metálicos presentan comportamiento anisotrópico, es decir, que las propiedades de un material metálico varían de acuerdo con la dirección en la cual, él material es analizado. Por tal motivo, la textura puede ser utilizada en el control de propiedades mecánicas, magnéticas, eléctricas, entre otras. (Krawitz, 2001)

Una herramienta que resulta de gran importancia en el estudio de la textura, es la figura de polo, se trata de una representación de la orientación de los granos en una proyección estereográfica.

En el presente estudio, se llevará a cabo un análisis de textura en función la deformación plástica impuesta por el proceso RCS.

Es importante mencionar que no existen estudios similares sobre textura en la aleación 1100 procesada mediante la técnica RCS, lo cual constituye una contribución importante en el estudio de esta aleación.

2.1.4 Efecto de la temperatura en aleaciones metálicas.

La temperatura tiene una gran influencia en la fabricación y procesamiento de materiales metálicos. Por tal motivo, diversos tratamientos térmicos han sido desarrollados con la finalidad de modificar su microestructura. Estos tratamientos térmicos se basan en ciclos de calentamiento y enfriamiento controlados, los cuales resultan de gran importancia en el control de propiedades mecánicas.

Un tratamiento que resulta de gran importancia en el estudio de procesos SPD, es el tratamiento térmico de recocido. Éste consiste en exponer a un material a una temperatura que varía de 0.33 a $0.5 T_f$ (siendo T_f la temperatura de fusión del material) y que depende de la composición química del material, por un periodo mínimo de una hora (dependiendo de la geometría del material). Finalmente, el enfriamiento del material se realiza de manera lenta. (D.Callister, 2012)

Este tratamiento es usado con diferentes finalidades, tales como:

- 1.- Disminuir los esfuerzos residuales
- 2.- Mejorar la ductilidad.
- 3.- Producir una microestructura específica.

Dicho tratamiento involucra 3 etapas, las cuales definen la evolución microestructural durante el tratamiento térmico de recocido, estas etapas son: la recuperación, la recristalización y el crecimiento de grano. (R.Askeland, 2006)

La recuperación, es la primera etapa del tratamiento térmico de recocido y consiste en una ligera recuperación (eliminación de esfuerzos residuales), lo cual no tiene un efecto significativo en las propiedades mecánicas. La recristalización como segunda etapa, consiste en la nucleación de pequeños granos, los cuales crecen y absorben a otros granos más pequeños, siendo esta la última etapa. (Para mayor detalle, Véase Anexo 3, etapas del tratamiento térmico de recocido)

En el presente trabajo, se realizó un tratamiento térmico de recocido, ésto con la finalidad de recuperar la estructura inicial del material y disminuir los esfuerzos residuales asociados, como consecuencia del proceso de laminación. El proceso llevado a cabo será descrito en la sección 3.2.1.

La temperatura también tiene un efecto importante en los mecanismos de endurecimiento, los cuales están relacionados con los procesos SPD, como se ha observado en diferentes estudios. (Afifi, 2018)

Debido a que los mecanismos de endurecimiento involucran el movimiento de dislocaciones y por consecuencia, la modificación de propiedades mecánicas, serán abordados de manera detallada a continuación.

2.2 Mecanismos de endurecimiento en aleaciones metálicas.

El endurecimiento por solución sólida, así como otros mecanismos de endurecimiento son ampliamente conocidos y para un análisis más profundo, pueden ser consultados en múltiples libros de metalurgia física. (D.Callister, 2012) Es importante mencionar que los mecanismos de endurecimiento por precipitación y endurecimiento por solución sólida, no contribuyen de manera significativa en el presente estudio. Sin embargo, debido al importante papel que juegan en los procesos SPD, como ha sido observado en otros estudios. (Khakbaz, 2012). Es relevante indicar de manera breve el conocimiento completo de los mecanismos de endurecimiento.

2.2.1 Endurecimiento por solución sólida.

El endurecimiento por solución sólida es una técnica de endurecimiento de materiales metálicos, que consiste en la introducción de átomos como impurezas en un metal base, éstos pueden ser del tipo sustitucionales o intersticiales.

Generalmente, las aleaciones tienen mejor resistencia mecánica que los metales puros debido a que los átomos que actúan como impurezas, crean una barrera de deformación alrededor de los átomos del metal base.

Esta barrera de deformación interactúa con las dislocaciones presentes en el material, disminuyendo la movilidad de éstas y aumentando así la energía necesaria para el movimiento de dichas dislocaciones.

El nivel de endurecimiento por solución sólida depende de dos factores:

- El primero corresponde a la diferencia de tamaños entre los átomos del metal base (solvente) y los átomos del metal añadido (solute). Al ser mayor la diferencia entre éstos, el efecto de endurecimiento incrementa, modificando la estructura cristalina inicial y haciendo más difícil la difusión de dichos átomos.

- El segundo corresponde a la cantidad del elemento aleante añadido, al incrementar éste, el efecto de endurecimiento del material incrementa, tomando en cuenta siempre el límite de solubilidad entre éstos, con la finalidad de evitar la formación de precipitados que puedan intervenir en las propiedades del material.

Como consecuencia de estos dos factores, la resistencia a la tensión, la resistencia a la fluencia y la dureza tienden a incrementar. Sin embargo, la ductilidad final de la aleación tiende a ser menor que en el metal puro.

Debido a que la aleación empleada en el presente trabajo corresponde a un aluminio 1100 (99.0% mínimo de pureza), el mecanismo de endurecimiento por solución sólida, así como el endurecimiento por precipitación, no contribuyen en gran medida al endurecimiento total de esta aleación

2.2.2 Endurecimiento por precipitación.

El endurecimiento por precipitación, también conocido como endurecimiento por envejecido. Es un mecanismo de endurecimiento de materiales metálicos ampliamente conocido, que consiste en la formación de pequeñas partículas de una segunda fase dispersas en la matriz original, éstas pequeñas partículas tienden a distribuirse de manera uniforme. Adicionalmente, tienden a ser más duras que el metal base, el cual posee mayor ductilidad.

Este mecanismo de endurecimiento es llevado a cabo mediante el uso de tratamientos térmicos. El tratamiento térmico de envejecimiento consiste en disolver a una determinada temperatura (T_1) y composición (X_1), fases precipitadas ($\alpha+\beta$) de una aleación a una zona monofásica (α) durante determinado tiempo (t_1), con el objetivo de disolver completamente las partículas de (β). Terminado el tiempo de residencia, la aleación es enfriada súbitamente, evitando así el proceso de difusión.

Consecuentemente, la zona monofásica queda sobresaturada de partículas de la entonces fase (β). Posteriormente, un nuevo tratamiento térmico es realizado a una temperatura (T_2) menor a la primera dentro de la zona ($\alpha+\beta$), durante este tiempo (t_2), pequeñas partículas de composición (β) comienzan a precipitar de manera dispersa dentro de la fase (α), con un adecuado tiempo de envejecimiento, la aleación es vuelta a enfriar, sin embargo, la velocidad de enfriamiento en esta ocasión no tiene gran influencia.

La resistencia mecánica, así como la dureza final de la aleación dependerán de la temperatura (T_2) y del tiempo (t_2) de envejecimiento.

Cuando el tiempo de envejecimiento (t_2) es demasiado largo, las propiedades mecánicas alcanzadas tienden a disminuir.

Este mecanismo de endurecimiento resulta poco importante en el presente estudio, debido a que la aleación empleada corresponde a una aleación de aluminio puro, por lo cual, la contribución de los elementos de aleación no será analizada.

2.2.3 Endurecimiento por deformación.

El endurecimiento por deformación o endurecimiento por trabajo en frío, es un mecanismo de endurecimiento que ocurre debido al aumento en la densidad de dislocaciones, como respuesta de las aleaciones metálicas a la deformación plástica impuesta.

Generalmente, al incrementar el trabajo en frío en una aleación metálica, diversas propiedades mecánicas, tales como: el límite de cedencia y la resistencia última a la tracción (entre otras), tienden a incrementar. Esto es debido a que, al aumentar la densidad de dislocaciones, la distancia entre cada dislocación tiende a disminuir, aumentando así la cantidad de energía necesaria para el movimiento de éstas.

Sin embargo, debido al restringido movimiento entre las dislocaciones, la ductilidad de un material metálico posterior al proceso de deformación se ve reducida.

Una de las ventajas de los procesos de deformación plástica severa, en comparación con los procesos convencionales de conformado mecánico, es que el valor de ductilidad puede verse menor afectado posterior al proceso de deformación, como lo han mostrado diversos estudios. (D.Pelaéz, 2013)

Esto puede ser atribuido a que, la cantidad de deformación acumulada por el proceso, puede dar lugar a fenómenos como lo es el mecanismo de ablandamiento, el cual tiene una enorme influencia en las propiedades mecánicas finales de una aleación. Algunos estudios han mostrado a través de simulaciones en elemento finito (FEM, por sus siglas en inglés), que al alcanzar ciertas deformaciones ($\sim \epsilon = 3.0$ Von Mises) el mecanismo de ablandamiento tiende a incrementar, provocando un balance final entre mecanismos de endurecimiento y ablandamiento. (Hosseini, 2011).

El ablandamiento de diversas aleaciones metálicas posterior al proceso de deformación, es atribuido a que en materiales que poseen estructuras cristalinas del tipo FCC (como es el caso del aluminio y del cobre), poseen una energía de falla de apilamiento alta respecto a otras estructuras. Por lo cual, estos materiales tienden a presentar un fenómeno de ablandamiento debido a un nuevo arreglo de dislocaciones. Consecuentemente, también resulta complejo el disminuir el tamaño de grano a valores por debajo de $10 \mu\text{m}$ a través de procesos convencionales, como lo es el conformado mecánico. (H.S.Siddesha, 2012)

Una de las ventajas de los procesos de deformación plástica severa son las grandes cantidades de deformación alcanzadas, así como el excepcional refinamiento de grano. (Valiev, 2006)

Adicional a estos cambios microestructurales en los procesos de deformación plástica, la morfología de los granos tiende a verse modificada. Generalmente, los materiales presentan al inicio (antes de ser deformados) una estructura con granos del tipo equiaxiales. Mientras que durante el proceso de deformación, el movimiento de dislocaciones promueve la formación de subgranos, los cuales, tienden a orientarse en sentido en el cual está siendo extendido el material. De tal manera que éstos pueden rotar y alargarse. Este fenómeno será abordado en la sección 2.4.1

Como fue mencionado en la sección 2.1.3, la textura del material será analizada posterior a la deformación mediante figura de polo, debido al cambio en la orientación de los granos, ésta herramienta será descrita detalladamente en el la sección 3.3.3.1.

Finalmente, el mecanismo de endurecimiento por deformación, generalmente se realiza a temperatura ambiente. Sin embargo, debido a los inconvenientes del proceso de deformación plástica (disminución de la ductilidad y gran cantidad de esfuerzos residuales) también es posible realizarlo a temperaturas más elevadas con la finalidad de obtener mejores resultados en la ductilidad, así como en los esfuerzos residuales. En el caso específico de este estudio, el proceso de deformación plástica severa fue llevado a cabo a temperatura ambiente.

Adicional al mecanismo de endurecimiento, otro mecanismo que resulta de gran importancia en el presente estudio, es el mecanismo de endurecimiento por reducción de grano. Siendo éste el de mayor relevancia.

Tal mecanismo será abordado a continuación.

2.2.4 Endurecimiento por reducción de tamaño de grano.

Como se mencionó anteriormente, una de las maneras más efectivas para el control de las propiedades mecánicas en materiales policristalinos, es mediante el tamaño de grano de dicho material. Esto es debido a que, al aumentar la cantidad de granos, la cantidad de límites de grano aumenta proporcionalmente, los cuales dificultan la movilidad de dislocaciones.

Existen dos razones por las cuales los límites de grano actúan como barrera frente a las dislocaciones:

1.- Dado que los granos poseen diferentes orientaciones cristalográficas, el movimiento de una dislocación (de un grano a otro), llega a ser más complicado, a medida que la desorientación relativa entre estos granos limítrofes aumenta.

2.- Por otro lado, el desorden atómico dentro de una región del límite de grano (zona de alta entropía) generará una discontinuidad en el deslizamiento de los planos cristalográficos.

Como se mencionó en la sección 2.1.2, en los límites de grano de ángulo alto, el movimiento de dislocaciones de un grano hacia otro es aún más complicado, por lo cual, las propiedades mecánicas tienden a incrementar en materiales que poseen HAGB's.

Ésta acumulación de dislocaciones frente a los límites de grano, introduce concentración de esfuerzos en las zonas aledañas a los planos de deslizamiento, los cuales, tienden a generar nuevas dislocaciones en los granos adyacentes con base en el mecanismo de Frank-Read.

Ésta evolución estructural permite que diversas técnicas, como lo son las SPD, permitan la obtención de tamaño de grano ultrafino. Esta evolución será descrita detalladamente en la sección 2.4.1.

Debido a las altas deformaciones alcanzadas por técnicas SPD, es posible la obtención de tamaño de grano ultrafino (UFG, por sus siglas en inglés) e incluso nanométrico a través de la evolución estructural en diversas aleaciones, como es el caso del aluminio. Por tal motivo, es posible predecir las propiedades mecánicas de una aleación mediante la ecuación de Hall-Petch, la cual relaciona directamente el diámetro promedio del grano con el esfuerzo de fluencia o de cedencia, como se observa a continuación:

$$\sigma_y = \sigma_0 + K_y d^{-1/2} \quad (2.2)$$

Dónde:

σ_y = Esfuerzo de cedencia o de fluencia (MPa).

σ_0 = Esfuerzo de Peierls (MPa)

K_y = Coeficiente de resistencia del material (MPa m^{1/2})

d = Diámetro promedio del grano (m^{1/2}).

La ecuación 2.2 será empleada y discutida en la sección 4.3 con la finalidad de obtener los valores teóricos del tamaño de grano, para cada paso de deformación RCS, utilizando los resultados del ensayo de tracción (misma sección).

Es importante recordar que de acuerdo con los estudios realizados por Wadsworth y Nieh, existe un tamaño de grano mínimo en el cual, la ecuación propuesta por Hall-Petch deja de ser válida, éste corresponde a un valor aproximado de 10 nm y fue deducido a partir del espacio crítico de equilibrio entre dislocaciones. Sin embargo, se ha observado que desde valores 50 nm, dicha ecuación deja de ser válida. (Nieh, 1991)

2.3 La deformación plástica severa como un proceso de reducción de grano.

2.3.1 Los procesos Top-Down.

Las técnicas SPD, así como las técnicas de termoconformado o transformación de fase sólida, pertenecen a los llamados procesos "Top Down". Éstos tienen como finalidad la obtención de materiales nanoestructurados a partir de materiales cristalinos de grano micrométrico.

A diferencia del proceso Bottom-Up, en el cual se logra la síntesis de materiales por reacción química, el proceso Top-Down es susceptible de obtener materiales nanoestructurados a través de diversas técnicas, las cuales tienen como ventajas, la obtención de (Rajinikanth, 2008):

- 1.- Materiales libres de porosidad.
- 2.- Materiales lo suficientemente grandes para mediciones físicas o mecánicas.
- 3.- Materiales con resistencia mecánica superior (posterior al proceso SPD), bajas pérdidas de ductilidad, alta tenacidad y superplasticidad a valores bajos de temperatura y altos valores de deformación.

Asimismo, cada técnica es empleada para la obtención de un material con una geometría específica. Esencialmente, las técnicas SPD consisten en generar estructuras con tamaño de grano ultrafino (menor a 1000 nm) a partir de las deformaciones impuestas. (Rajinikanth, 2008)

Entre las técnicas SPD se encuentran:

Extrusión Angular en Canal de Sección Constante (ECAP), Torsión a Altas Presiones (HPT), Colaminado Acumulativo (ARB), Forja Multidireccional (MF), Corrugado-Planchado Restringido (CGP) y Corrugado-Planchado Repetitivo (RCS) son algunas técnicas SPD que han mostrado excelentes resultados en cuanto al mejoramiento de propiedades mecánicas, como lo son la dureza y resistencia a la tracción, entre otras. (Sunil, 2015) (Ruiz, 2016)

Ésta última técnica, es relativamente nueva en comparación con otras técnicas, como lo son ECAP y HPT, consecuentemente, la búsqueda por obtener materiales metálicos utilizando dicha técnica sigue resultando de gran interés. (H.S.Siddesha, 2012)

Debido a que en el presente trabajo, el material de interés fue procesado mediante la técnica RCS, ésta será descrita a continuación.

2.3.2 La técnica RCS.

La técnica RCS fue reportada por primera vez en el año 2001 por Huang y sus colaboradores. Tal estudio fue llevado a cabo en aleaciones base cobre, mostrando un significativo aumento de la resistencia mecánica de tal aleación. Adicionalmente, estudiaron la evolución microestructural de esta aleación, a partir del uso de esta técnica.

A diferencia de otras técnicas SPD, la técnica RCS permite incrementar el límite de cedencia, así como la resistencia última a la tracción en placas o láminas de dimensiones relativamente grandes. A pesar de ser una técnica relativamente nueva, estudios similares a la técnica RCS han mostrado excelentes resultados en cuanto a valores de ductilidad (Thangapandian, 2017), por lo cual ha cobrado gran importancia entre otras técnicas SPD.

Por otra parte, a diferencia de otras técnicas SPD, la técnica RCS debido a su relativa facilidad para ser llevada a cabo, es posible de ser escalada a un nivel industrial, lo cual es poco posible con otras técnicas SPD, como lo son ECAP y HPT. (H.S.Siddesha, 2012)

La técnica RCS consiste en deformar una lámina con la ayuda de dos dados asimétricos, con gran número de protuberancias que crean zonas de deformación heterogéneas, algunas partes de la muestra son muy deformadas y otras quedan sin deformar, después se repite el proceso pero con dados planos y con la intención de "enderezar" las zonas deformadas.

El paso se termina cuando al girar la lámina y usar nuevamente los dados asimétricos, se deforma nuevamente la pieza, pero deformando las zonas en regiones que previamente habían sido poco deformadas.

Usualmente, la lámina es girada 90° entre cada paso, sobre la normal al plano deformado. La finalidad de esto, es conseguir una distribución homogénea en la deformación final impuesta al material y evitar de manera general, una deformación localizada, como se ha observado en distintos estudios. (Pandey, 2012)

Cabe aclarar que en nuestro caso (otro tipo de molde), el giro de 90° ha sido simulado mediante elemento finito y muestra que la deformación generada por el proceso RCS, no promueve una deformación homogénea, lo cual es positivo por otras razones, entre ellas, dar mayor ductilidad al material por tener una población mixta de tamaño de grano (M.Korn, 2011), tal como lo es la población de tamaño de granos bimodal.

El proceso RCS es fácil de implementar en una máquina de ensayos universales, a partir de la cual, se pueden lograr grandes deformaciones al acumular el proceso de corrugado- planchado y el interés por las aplicaciones de láminas metálicas son numerosas.

Generalmente, en todos los procesos de deformación plástica severa se emplean diversos pasos con el objetivo de conocer y entender la evolución microestructural y mecánica de la pieza de interés.

2.4 La evolución microestructural en materiales altamente deformados.

2.4.1 Modelos propuestos para el estudio de difusión plástica en materiales nanoestructurados.

Como se menciona en la sección 2.2.4, los materiales procesados por técnicas de deformación plástica severa, tienden a presentar diversos fenómenos característicos e inherentes al propio proceso de deformación (Nazarov, 1995) tales como:

- 1.- Difusión de límites de grano (GB's, por sus siglas en inglés) en condición de no-equilibrio.
- 2.- Diversos arreglos microestructurales en zonas aledañas a los límites de grano, tales como muros densos de dislocaciones y celdas de dislocaciones alejadas (DDW y IDC, por sus siglas en inglés) entre otros.
- 3.- Alta densidad de dislocaciones que varía de grano a grano.
- 4.- Apilamiento de dislocaciones extrínsecas en los límites de grano (EGBD's, por sus siglas en inglés)
- 5.- Muros de dislocaciones, los cuales tienden posteriormente a convertirse en límites de grano de alto ángulo (HAGB).

Estos fenómenos que tienen lugar durante el proceso SPD, están fuertemente influenciados por el cambio en el camino de la deformación durante el procesamiento, el cual, modifica la manera en la que el deslizamiento de planos y las dislocaciones se llevan a cabo. Este cambio o modificación en el camino de la deformación, desempeña un papel fundamental, ya que los sistemas de deslizamiento también se ven modificados, como se ha observado en diferentes estudios. (Kumar, 2015) (Huang, 2001)

A diferencia de los procesos convencionales de conformado mecánico como lo es el laminado o el trefilado, en los cuales la deformación se realiza en una dirección específica, las técnicas SPD presentan diferentes rutas de deformación, las cuales generan microestructuras distintas.

En el presente estudio, la ruta de deformación de la técnica RCS fue modificada siguiendo una rotación de 90° sobre el eje axial normal de la muestra en cada paso de deformación. Lo cual genera la formación de diversas microestructuras que dependen esencialmente del arreglo de dislocaciones, Tal como se ha observado en diversos estudios.

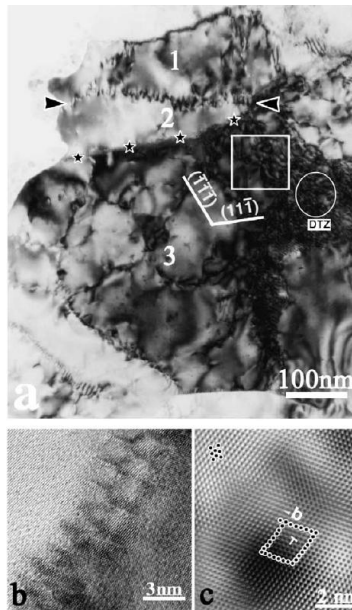


Figura 2.4.1 Micrografía obtenida por TEM. La figura a) muestra la existencia de 3 subgranos, numerados del 1-3. Adicionalmente, muestra la existencia de un límite de grano de ángulo bajo (marcado con estrellas) y otras estructuras de dislocaciones (delimitados con el círculo y el cuadrado). La imagen b) muestra la existencia de un límite de grano de bajo ángulo observado con alta resolución y la imagen c) muestra la existencia de una dislocación con base en el circuito del vector de Burgers. [Fuente: Huang, 2001]

A pesar de que las microestructuras observadas en la figura 2.4.1 fueron reportadas en una aleación base cobre. Diversos estudios (F. Liu, 2016) han mostrado similitudes en las microestructuras obtenidas, posterior al proceso de deformación plástica severa en aleaciones base aluminio, tal como lo es la formación de subgranos debido al proceso SPD. (Figura 2.4.2)

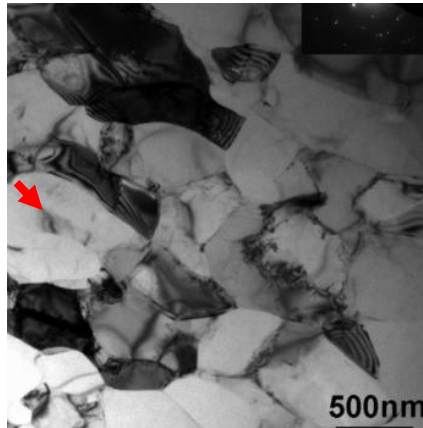


Figura 2.4.2 La imagen observa mediante TEM a 500 nm, muestra la nanoestructura obtenida en una aleación base aluminio, posterior a 12 pasos de deformación mediante la técnica ECAP. La flecha roja muestra la presencia de subgranos debido al proceso. [Fuente: F. Liu, 2016]

Es importante mencionar que el primer estudio empleando la técnica RCS, fue realizado en una aleación base cobre (Huang, 2001) y a pesar de que el mecanismo de endurecimiento es diferente en sistemas base cobre que en sistemas base aluminio (debido a la formación de maclas), ciertas microestructuras observadas en tales estudios, pueden ser utilizadas como referencia para el estudio en sistemas base aluminio, debido a semejanzas tales como el tipo de celda (FCC).

El estudio llevado a cabo por Huang, propone un mecanismo microestructural para conocer el refinamiento de grano y la evolución microestructural utilizando la técnica RCS, tal mecanismo plantea lo siguiente: a bajas deformaciones, los granos son divididos en bloques de celdas (CB, por sus siglas en inglés), los cuales contienen celdas de dislocaciones. Otras microestructuras, tales como zonas densas de dislocaciones (DTZ, por sus siglas en inglés) también pueden generarse durante la división de granos. Al incrementar la deformación (mayor número de pasos RCS), los bloques de celdas pueden volver a ser divididos en bloques de celdas aún más pequeños. Las DTZ pueden llegar a transformarse en celdas de dislocaciones.

La formación de subgranos se desarrollará por ambas microestructuras; CB y DTZ. Las DTZ pueden llegar a convertirse en subgranos cuando la desorientación a través de sus límites de grano, es lo suficientemente grande para desarrollar sus propios sistemas de deslizamiento. Finalmente, la desorientación de los límites de grano puede llegar a ser lo suficientemente grande para transformar límites de grano de bajo ángulo (LAGB) a límites de grano de alto ángulo (HAGB). Adicionalmente, otras microestructuras también han sido propuestas por Huang.

En el presente estudio, se realizará un análisis de las microestructuras obtenidas posterior a la técnica RCS mediante MET, con las reportadas en aleaciones base cobre. Esto con la finalidad de comparar las microestructuras obtenidas por la técnica RCS con las reportadas en otros sistemas empleando la misma técnica. Tal análisis será abordado en la sección 4.1.

Un aspecto fundamental para comprender diversos fenómenos que ocurren al disminuir el tamaño de grano a escala nanométrica, es la difusión de límites de grano. Esto es debido a que zonas con alta densidad de dislocaciones, distorsionan las zonas aledañas a los límites de granos, lo que conlleva a la inestabilidad de éstos. Adicionalmente, estas zonas con alta densidad de dislocaciones, promueven la formación de celdas de dislocaciones, las cuales tienden a convertirse en subgranos al incrementar la deformación acumulada. Esta evidencia ha sido reportada en diversos estudios de deformación plástica severa (F. Liu, 2016)

Es bien sabido que la presencia de tamaño de grano ultrafino en aleaciones metálicas, provoca que el coeficiente de difusión de límites de grano en no-equilibrio, aumente de manera significativa, en comparación con granos “gruesos” del mismo material policristalino, lo cual conlleva al proceso de difusión a temperaturas relativamente bajas e incluso a temperatura ambiente en el material, al ser procesado por técnicas SPD. (Nazarov, 1995)

En general, al obtener un tamaño de grano ultrafino, los modelos para simular el comportamiento mecánico de materiales metálicos tienden a ser más complejos. Diversos investigadores, como es el caso de R.Z. Valiev, A. Nazarov y Rybin, han estudiado de manera detallada los mecanismos de endurecimiento (Nazarov, 1995), los cuales están basados en la teoría de límites de grano en condición de no equilibrio. (Véase anexo 4, Modelos de difusión de límites de grano en materiales nanoestructurados)

R.Z. Valiev, propuso la existencia de límites de subgrano/ grano en no equilibrio, los cuales son caracterizados por una alta densidad de dislocaciones extrínsecas y por una barrera de deformación cerca de los límites de subgrano/ grano. Éstos subgranos impiden el movimiento de dislocaciones, lo cual resulta en un incremento de la desorientación entre los subgranos adyacentes, que conduce a la formación de una estructura estable, refinada y equiaxial con límites de grano de ángulo alto. (Kumar, 2015)

A pesar de que el modelo propuesto por R.Z Valiev no ha sido aceptado completamente, diversos estudios llevados a cabo, muestran que los materiales procesados por técnicas SPD, pueden generar límites de subgrano/ grano en estado de equilibrio o no-equilibrio (Huang, 2001). Adicionalmente, las dislocaciones cercanas a los límites de grano no se encuentran en configuraciones de baja energía, lo cual induce esfuerzos internos en un rango amplio, siendo éstos de vital importancia ya que modifican la microestructura próxima a los límites de grano. (Huang, 2001). Como ha quedado de manifiesto, el estudio de difusión plástica en materiales nanoestructurados, sigue siendo un área de investigación abierta. (Nazarov, 1995).

Otro tipo de caracterización microestructural ligada a la existencia dislocaciones y a su movimiento, es la de los esfuerzos residuales, misma que tiene gran importancia en la resistencia mecánica final de una aleación y en su resistencia a la fatiga. Dichos aspectos serán abordados en la siguiente sección.

2.4.2 Esfuerzos residuales en aleaciones metálicas.

Como se mencionó en la sección anterior, los esfuerzos residuales, son consecuencia de la formación y movimiento de dislocaciones, así como de límites de grano. Esto es debido a que en los procesos de deformación plástica severa, parte de la energía gastada durante el proceso de deformación, es almacenada como energía de deformación, lo cual, está íntimamente relacionado con zonas de tensión-compresión y de corte alrededor de las nuevas dislocaciones creadas.

Estas zonas de tensión-compresión, pueden comprometer la integridad física del material, fungiendo como los principales medios de propagación de una fisura en el material.

A pesar de que las aleaciones base aluminio poseen una alta energía de falla de apilamiento (lo que implica que, las dislocaciones tiendan a reordenarse rápidamente posterior al proceso de deformación) es importante conocer la cantidad de esfuerzos asociados al material, debido a que las técnicas de deformación plástica severa tienden a promover la formación de altas densidades de dislocaciones. Adicionalmente, la ruta de deformación utilizada en el presente trabajo, puede promover la formación de nuevas microestructuras. Consecuentemente, resulta de gran interés conocer la cantidad de esfuerzos residuales presentes en la aleación 1100.

Por tal motivo, se realizará una medición de esfuerzos residuales mediante la técnica de difracción de rayos X, para cada uno de los 4 pasos de deformación realizados. Esta técnica será descrita de manera detallada en la sección 3.3.3.2.

CAPÍTULO 3.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

En este capítulo, se realiza una breve descripción del molde empleado para los experimentos RCS. De igual manera, se describe cada una de las técnicas de caracterización empleadas en este estudio, haciendo énfasis en sus principios físicos.

3.1 Diseño de equipo para la técnica RCS.

Se diseñó un molde para la técnica RCS a base de policarbonato. A diferencia de los moldes existentes y que han sido reportados en la literatura, el molde empleado en el presente estudio posee una geometría novedosa, la cual fue propuesta por miembros de nuestro equipo de investigación. El molde está integrado por dos dados (uno superior y el otro inferior), que poseen una geometría del tipo coseno, con bordes ligeramente pronunciados y protuberancias que contienen tangentes a 45° . Ésto con la finalidad de generar la mayor cantidad de deformación al material de interés.

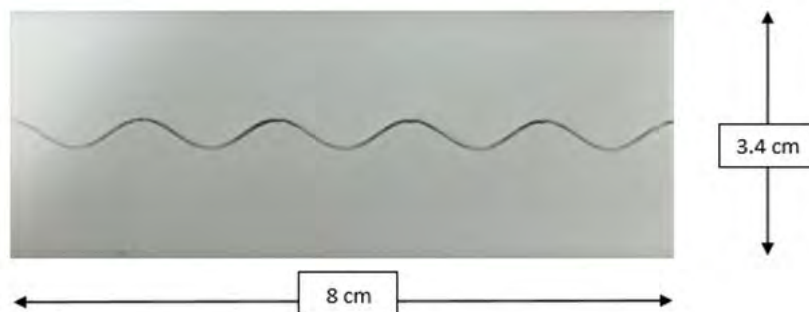


Figura 3.1 Molde de policarbonato de dimensiones (8 cm x 8 cm x 3.4 cm) con geometría tipo “senoidal” empleado para la técnica de corrugado y planchado repetitivo (RCS). (Vista lateral).

Es importante mencionar que el molde de policarbonato en impresión 3D es utilizado en el presente estudio como prototipo, y que tiene como objetivo; la generación de nanoestructuras heterogéneas en el material, sin la creación de zonas altamente deformadas (que pudieran promover la formación de microfisuras).

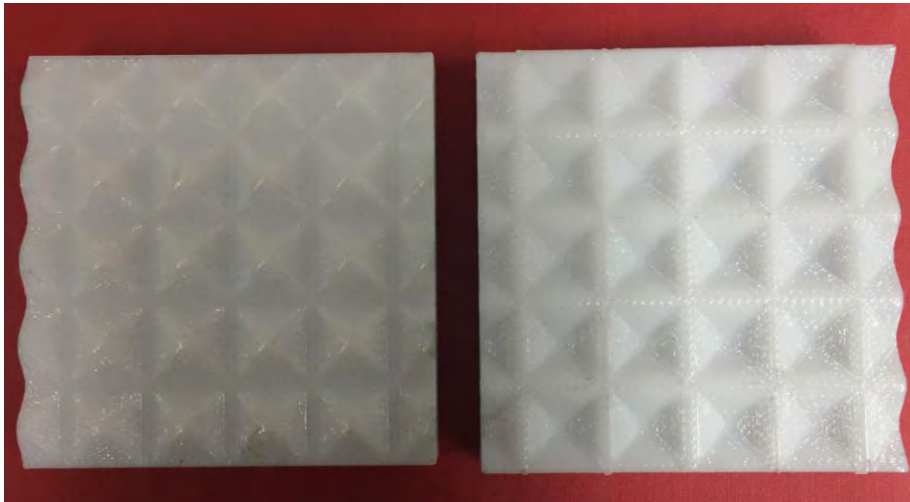


Figura 3.1.0 Molde de policarbonato empleado para la técnica de corrugado y planchado repetitivo (caras internas).

Este prototipo sirvió como referencia para la fabricación de otros moldes con el mismo diseño, pero en esta ocasión, fabricados a base de acero D2. Se utilizó una máquina de control numérico CNC debido a la precisión que posee para el corte de material metálico.

Con la finalidad de no comprometer la integridad física del molde de policarbonato, se tuvo la precaución de reducir el espesor de la aleación, mediante un proceso de laminación, el cual será presentado en la siguiente sección.

3.2 Proceso de deformación plástica severa.

3.2.1 Preparación previa del material antes de la técnica RCS.

En el caso específico de este estudio, la lámina de aluminio 1100 fue adquirida en dimensiones mayores a las deseadas, por lo cual, fue necesario reducir el espesor de ésta, con la finalidad de hacer susceptible el procesado de la lámina, utilizando el molde RCS. Se determinó el número de pasos de laminación, cuyos detalles se muestran en el anexo 5. (Cálculos para el proceso de laminación)

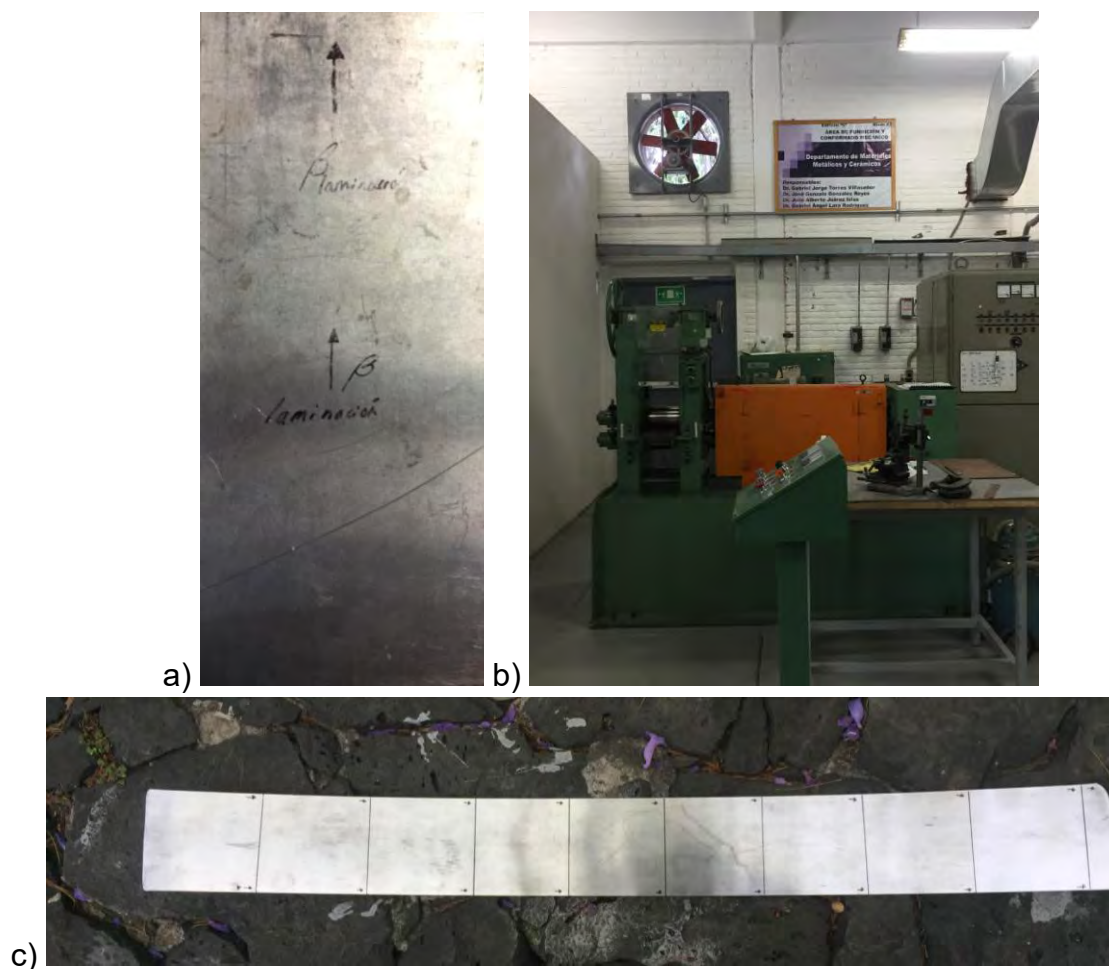


Figura 3.2 a) Corte de lámina, previa al proceso de laminación b) Lámina posterior al proceso de laminación.c) Equipo de laminación. Marca: Textron Modelo: SHV25A060-9A.

Debido a la modificación microestructural que involucra el proceso de laminación, es necesario realizar un tratamiento térmico de recocido. Este tratamiento es realizado con la finalidad de eliminar la microestructura obtenida por el proceso de laminación, adicionalmente, el tratamiento térmico de recocido podría generar una nueva textura en el aluminio, que en adelante se citará como textura de paso 0. (Mao, 1999)

El tratamiento térmico de recocido se llevó a cabo a 350°C por 2 horas en una mufla, esto con la finalidad de obtener una recristalización completa y analizar únicamente la contribución de la deformación total impuesta por la técnica RCS y no la del proceso de laminación.

Adicionalmente, el tratamiento térmico de recocido llevado a cabo, disminuirá de manera significativa los esfuerzos residuales asociados al material posterior al proceso de laminación, lo cual, tomará relevancia durante el análisis de esfuerzos residuales, los cuales serán discutidos en la sección 3.3.3.2.

3.2.2 Proceso de deformación plástica severa mediante RCS.

En el presente estudio, se utilizó la técnica RCS empleando 0, 1, 3 y 6 pasos de deformación en la lámina de aluminio 1100. (La descripción de un paso de deformación fue abordada detalladamente en la sección 2.3.2)

Para la técnica de Corrugado y Planchado (RCS), fue necesario delimitar el área de trabajo dentro de la lámina de dimensiones (10 cm x 10 cm x 1 mm) a las del molde, con la finalidad de ajustar de manera precisa el área de trabajo a la del molde, por la parte superior e inferior de la lámina.

Los ensayos de corrugado y planchado, así como los ensayos de tracción, fueron realizados en una máquina de ensayos universales. Las condiciones de operación de dicha máquina para la técnica RCS se resumen en la tabla 3.2.2.

Es importante mencionar que se mantuvieron las mismas condiciones para cada paso de deformación (0, 1, 3 y 6 pasos) de la técnica RCS, con el fin de tener condiciones comparables de medición o errores sistemáticos en el peor de los casos.

Tabla 3.2.2 Condiciones de operación empleadas durante el proceso de Corrugado y Planchado.

Probeta Aluminio 1100	Carga (kN)	Desplazamiento Total (mm)	Velocidad Cruceta (mm/min)
1, 3 y 6 pasos.	35	5.5	2

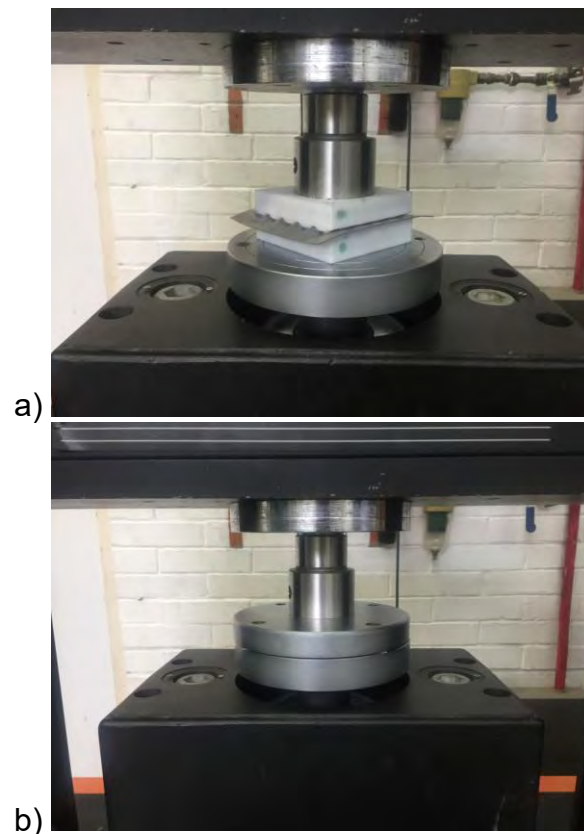


Figura 3.2.2 a) Proceso de corrugado b) proceso de planchado o aplanado.



Figura 3.2.3 Máquina de ensayos universales empleada para la técnica de Corrugado y Planchado, así como para los ensayos tracción.
Marca: Instron. Modelo: 1125.

Posterior al proceso de deformación plástica severa, se emplearon diversas técnicas con la finalidad de conocer y analizar el cambio microestructural debido a la técnica RCS. Tales técnicas serán abordadas a continuación.

3.3 Técnicas de caracterización.

3.3.1 Fluorescencia de rayos X y espectrometría de emisión atómica.

En el presente estudio, fluorescencia de rayos X y espectrometría de emisión atómica son utilizadas para determinar la composición elemental de la aleación adquirida. Ambas son empleadas debido a que la preparación de las muestras es relativamente más sencilla con respecto a otras técnicas de caracterización, adicionalmente, el tiempo de respuesta de ambas técnicas es muy rápido y permite hacer estadística sobre diferentes muestras y puntos experimentales

La Fluorescencia de Rayos X (XRF, por siglas en inglés) es una técnica de caracterización elemental. Como es bien sabido (Krawitz, 2001) los electrones pueden ser excitados por medio de fuentes de energía externas, lo cual provoca un incremento en la energía interna de los electrones, haciendo que éstos “salten” a estados energéticamente más estables, emitiendo al mismo tiempo fotones con longitudes de onda características de cada elemento en tiempos cortos ($\sim 10^{-8}$ s). Posteriormente, una vez emitida la radiación ganada por la energía del haz, los electrones regresan a su estado basal. El detector de XRF capta las diferentes señales (longitudes de onda de cada elemento) haciendo posible el análisis cuantitativo de cada elemento en una aleación. El principio físico de la técnica XRF puede ser observado en la figura 3.3.1.

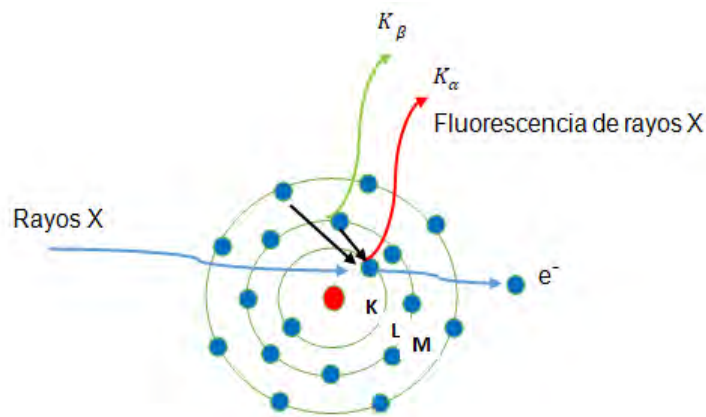


Figura 3.3.1 Principio físico de la técnica de fluorescencia de rayos X.

Otra técnica de caracterización es la llamada Espectrometría de Emisión Atómica por chispa (AES, por sus siglas en inglés), la cual es empleada principalmente por la industria de los metales para la determinación de análisis químicos. Ésta consiste en excitar el material de interés mediante el paso de electricidad a través de dos electrodos, los cuales, producen suficiente energía para atomizar la muestra y producir átomos o iones en estado electrónico o excitado. Debido a la inestabilidad de éstos, es necesario unir las señales de las fuentes de arco y chispa, en intervalos comúnmente de 20 segundos a un minuto para que los datos analíticos obtenidos sean reproducibles.

Posterior al proceso de caracterización, se compararon los valores obtenidos con el estándar de la Sociedad Americana de Metales (ASM, por sus siglas en inglés) para corroborar que la aleación usada fuera la correcta.

En la siguiente figura se muestra el equipo empleado para la técnica XRF. Es importante mencionar que dicho equipo posee una amplia biblioteca de materiales y que clasifica, con base en la química obtenida, el tipo de aleación analizada.



Figura 3.3.1.0 Equipo de XRF empleado para análisis químico elemental.
Marca: Bruker Modelo: Titan s1

Los resultados obtenidos de las técnicas antes mencionadas, se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 3.3.1 Resultados obtenidos de la caracterización mediante las técnicas XRF y AES, reportados en % peso.

Técnica	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Balance
Norma (ASM)	-	-	0.05-0.20	0.05	-	0.10	99.0
XRF	0.07	0.35	0.07	0.02	-	0.04	99.3
AES	0.0876	0.4137	0.0696	0.0249	<0.0050	0.0482	99.3

Nota: El contenido de (Si+Fe) debe ser < 0.95

Como se observa en la Tabla 3.3.1, la aleación empleada corresponde ciertamente a una aleación de aluminio 1100.

3.3.2 Microscopía electrónica de transmisión.

La microscopía electrónica de transmisión (TEM, por sus siglas en inglés) es una técnica de caracterización, ésta consiste en hacer incidir haces de electrones a través de una muestra o espécimen. Estos electrones son generados por termoemisión o por emisión de campo, tales haces pueden ser dirigidos mediante el uso de lentes electromagnéticas, pues los electrones son partículas cargadas que obedecen a un campo magnético externo. Al incidir el haz de electrones sobre la muestra, diversas señales son emitidas por el material. Tal como se observa en la figura 3.3.2.

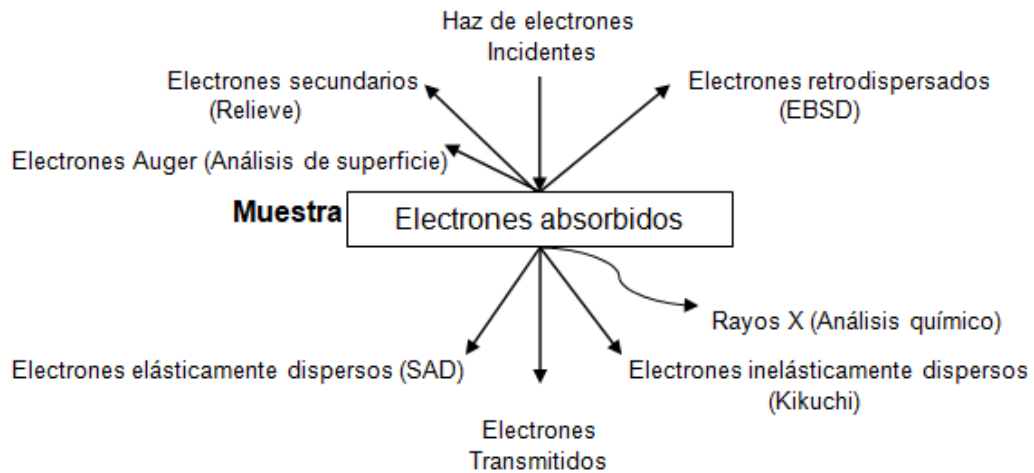


Figura 3.3.2. La figura muestra las señales típicas emitidas durante la caracterización por la técnica TEM. Asimismo, muestra ciertos análisis e información que pueden ser obtenidas a partir de cada señal.

Cada señal emitida por la muestra de interés posee información inherente del material. Por ejemplo, los electrones secundarios (SEI por sus siglas en inglés) permiten conocer el relieve superficial de una muestra, los electrones electrodispersados son sensibles al número atómico, y por lo mismo son usados para discriminar fácilmente fases distintas en una micrografía, que se ven con matices de gris diferentes.

La figura 3.3.2.0, muestra los principales componentes de un microscopio óptico y electrónico, en ella se aprecian que se tienen muchos elementos en común, siendo la principal diferencia en uso de lentes electromagnéticas para desviar el haz de electrones.

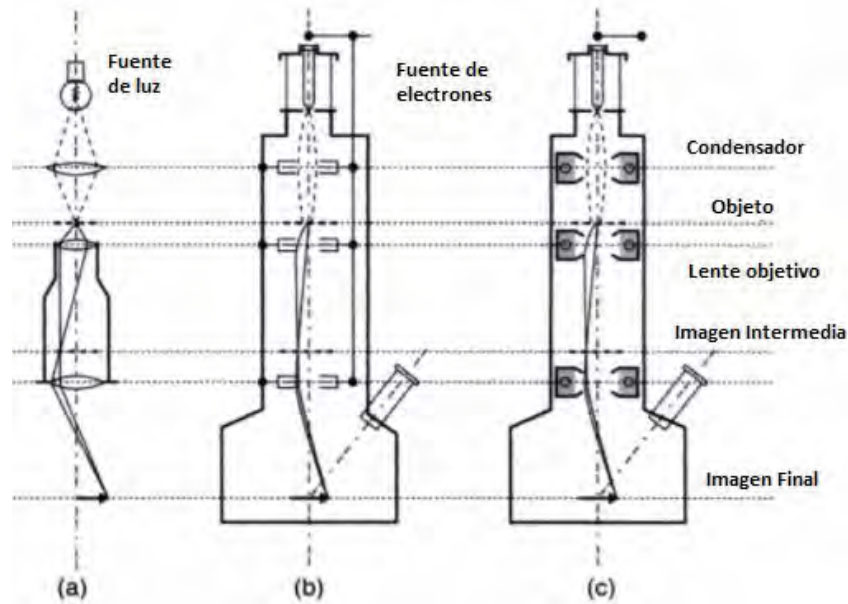


Figura 3.3.2.0 Comparación de la operación básica de un a) microscopio estándar óptico (fuente de luz) b) microscopio electrónico (fuente de electrones) y c) microscopio electrónico de transmisión (fuente de electrones con sus diferentes componentes, tales como lentes condensadoras, lente objetivo e imágenes intermedias y finales). [Fuente: Clarke, 2002, modificada al español]

El principio físico de la obtención de imágenes en un microscopio electrónico de transmisión, se basa en el hecho de que los electrones se comportan como ondas, e interaccionan con los electrones del material, que funcionan como centros dispersores. El haz de electrones atraviesa el material (una lamela de entre 50 y 150 nm) y llegan a un detector. El detector capta la señal proveniente de todos los centros dispersores con un desfase temporal y espacial. Como cualquier fenómeno ondulatorio, se da una interferencia constructiva y destructiva de las ondas emitidas de cada centro dispersor, y el contraste es producto de estas interacciones.

Una ventaja de la técnica TEM, es la alta resolución espacial (capacidad de ver la separación entre dos puntos muy cercanos), en los microscopios actuales la resolución es de 0.8 Å.

Esta técnica analítica y sus variaciones (Microscopia electrónica de transmisión de alta resolución y microscopia electrónica de transmisión de barrido). HRTEM y STEM, por sus siglas en inglés, son también usadas para determinar la orientación de los granos y otras características microestructurales. La técnica TEM permite analizar muestras con aumentos mayores 1,000,000 X.

En el presente estudio, se utilizó la técnica de microscopia electrónica de transmisión, con la finalidad de conocer la morfología, tamaño de grano aproximado y en general, la evolución microestructural posterior al proceso de deformación plástica severa.

Otra finalidad de esta técnica, es verificar la eficacia del molde RCS en la formación de microestructuras, posterior al proceso de deformación plástica severa, como fue discutido en la sección 2.4.1.

Para realizar tal análisis, la muestra fue cortada y preparada empleando un equipo de micromaquinado por haz de iones focalizados (FIB, por sus siglas en inglés) con la finalidad de obtener lamelas de la muestra de interés. Estas lamelas fueron cortadas en dimensiones de 15 x 15 μm (área de trabajo). Posteriormente, estas lamelas fueron observadas en la dirección β (dirección de laminación). Las imágenes obtenidas por TEM serán discutidas en la sección 4.1.

En la figura 3.3.2.1 se puede observar el microscopio electrónico de transmisión empleado para el presente estudio. Este modelo tiene incluido un corrector de aberración esférica, lo cual permite lograr resoluciones de 0.8 Å.



Figura 3.3.2.1 Microscopio electrónico de transmisión empleado para análisis microestructural. (Morfología y evolución microestructural)

Marca: Jeol Modelo: JEM-ARM200F

Adicional a la técnica TEM, otra técnica complementaria empleada para estudiar la orientación de los granos (textura) fue la técnica de difracción de rayos X. Esta técnica será descrita a continuación.

3.3.3 Difracción de rayos X.

La difracción de rayos X (XRD, por sus siglas en inglés), es una técnica de caracterización que proporciona información acerca de la distancia interplanar en una celda por medio de un difractograma (modo Bragg-Brentano), la orientación cristalográfica entre granos (modo textura y análisis de figuras de polo), determinación de esfuerzos residuales (método de $\sin^2 \psi$), entre otras aplicaciones que tiene la difracción de rayos X.

De manera simplificada, la difracción ocurre cuando una onda encuentra obstáculos que tienen espaciamentos equidistantes y que la separación entre dichos espacios es comparable con la longitud de onda de haz incidente.

El fenómeno de difracción de rayos X se basa fundamentalmente en la ley propuesta por William Bragg, la cual, permite determinar los ángulos en los cuales, los rayos X son difractados por la materia. Tal expresión se muestra a continuación:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (3.3.3)$$

Donde:

n = Orden de reflexión ($n= 1, 2, 3, \dots$)

λ = Longitud de onda de los Rayos X (nm)

d_{hkl} = Distancia interplanar en función de los índices de Miller (nm)

θ = Ángulo formado entre el plano incidente y el haz difractado.

El fenómeno de difracción de rayos X, tiene gran importancia en el estudio de materiales procesados por deformación plástica severa, debido a que a partir de éste, es posible estudiar los cambios microestructurales empleando diversas herramientas como lo son: Figura de polo (PF, por sus siglas en inglés) y esfuerzos residuales. Estas herramientas se describen a continuación.

En la tabla 3.3.3, se calculan los ángulos de difracción teóricos que tendrían las tres primeras reflexiones del aluminio. En el presente estudio, la medición de figuras de polo fue hecha a partir de los planos cristalográficos que se muestran a continuación.

Tabla 3.3.3 Ángulos de difracción (2-theta) en función del plano cristalográfico utilizado. (Véase anexo 6 para detalles del cálculo)

Plano	Ángulo (°)
111	38.46
200	44.71
220	65.08

La figura 3.3.3 muestra el difractómetro empleado para la técnica de RX. Tal equipo fue empleado para el análisis de figuras de polo y esfuerzos residuales en el presente estudio.



Figura 3.3.3 Difractómetro de RX empleado para la medición de figuras de polo y esfuerzos residuales. Marca: Rigaku Modelo: Ultima IV

Adicionalmente, las condiciones empleadas en el equipo de difracción para la medición de figuras de polo (PF) y esfuerzos residuales (RS) se muestran en tabla 3.3.3.0.

Tabla 3.3.3.0 Condiciones generales empleadas en el análisis de figura de polo y esfuerzos residuales.

Modalidad	Amperaje (mA)	Voltaje (kV)	Alineación
In plane (PF) y parallel beam (RS)	44	40	En la dirección de la β (dirección de laminación)

3.3.3.1 Figura de Polo y la ODF.

Una herramienta que resulta de gran importancia para la caracterización de la textura, es la determinación de las figura de polo. Un polo o un plano (hkl) son sinónimos en este contexto. La figura de polo es una proyección estereográfica en la cual se representa la proporción de cristales que tienen en común una cierta orientación. En un material policristalino no texturado, todas las posibles orientaciones del polo (hkl) están presentes y la intensidad de la figura de polo estaría igualmente distribuida. Por el contrario, si existe una textura u orientación preferencial, existirán direcciones en la muestra en donde una proporción significativa de los cristales difractan más que en otra. En esa situación la señal de la familia de planos (hkl) marcaría más ciertas regiones en la proyección estereográfica.

La muestra y el detector deben de barrer todas las posibles orientaciones direcciones en que un determinado plano pudiera existir.

Para tal análisis, fueron seleccionadas muestras que tuvieran una superficie lo más plana posible. Esto es debido a que una muestra plana permite hacer una mejor alineación. Adicionalmente, las muestras fueron preparadas a pulido espejo (preparación metalográfica) empleando diversos grados de lija de carburo de silicio y alúmina de 0.5 μm . lo cual mejora un poco la intensidad del haz difractado y no cambia la textura.

Como se mencionó anteriormente, los planos cristalográficos estudiados fueron los siguientes: (111), (220) y (200). Para cada muestra procesada, el tiempo de análisis fue de 12 horas y la dirección de análisis fue la misma que la dirección del proceso de laminación. El software empleado para la obtención de las figura de polo fue MTEX bajo la plataforma MATLAB.

Aunque la figura de polo proporciona información útil de la textura presente en un material, la información extraída de figura de polo resulta insuficiente y a veces sólo puede ser utilizada como un resultado semicuantitativo.

La figura 3.3.3.1 muestra la representación de la medición de una figura de polo. En esta se observa la proyección de una muestra, debido a la porción de cristales que difractan dentro de ésta.

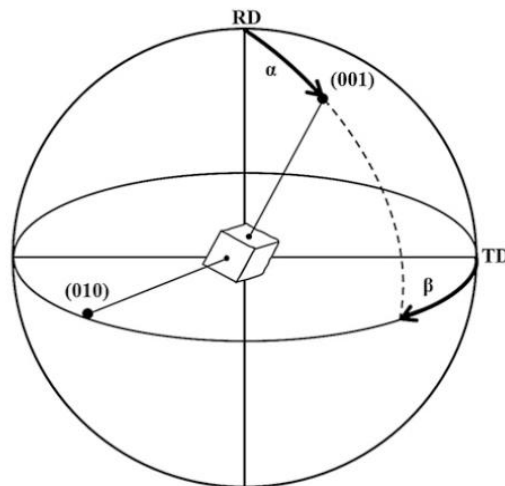


Figura 3.3.3.1 Esquema representativo de la figura de polo. [Fuente: Suwas, 2014]

Si la figura de polo resulta muy difícil de interpretar, se recurre entonces al cálculo de la función de distribución de orientaciones (ODF, por sus siglas en inglés).

El método ODF es una función matemática que describe la frecuencia, con la cual ocurre una orientación cristalina particular en un espacio de Euler tridimensional cuyas coordenadas están definidas por los tres ángulos de Euler. Estos ángulos resultan de las 3 rotaciones consecutivas que son necesarias para cada cristal de la muestra, con el objetivo de llevar sus ejes cristalográficos a la coincidencia con los ejes de la muestra.

En el presente estudio, posterior al análisis de figura de polo, fueron obtenidas las ODF's de cada paso de deformación. El código de programación utilizado en tal software, emplea diversas ecuaciones constitutivas para el cálculo de los ángulos de Euler. Tales resultados serán expuestos en la sección 4.2.

3.3.3.2 Esfuerzos Residuales.

Como se mencionó en la sección 2.4.2, los procesos de deformación plástica promueven la formación de zonas en estado de tensión-compresión, las cuales inducen diversos tipos de esfuerzos dentro del material y que a su vez pueden inducir fisuras o fallas del material.

Debido a que la longitud de onda de los rayos X es comparable con la magnitud de la distancia del espaciado atómico en materiales sólidos cristalinos, es posible conocer los cambios en el parámetro de red de un material, como consecuencia de los procesos de deformación plástica que modifican dicha microestructura.

Empleando la técnica de difracción de rayos X, se analizaron las muestras provenientes de 0, 1, 3 y 6 pasos de deformación RCS. Dichas muestras fueron analizadas sin preparación metalográfica, debido a que tal preparación implica un desbaste de las muestras y por tanto, una alteración en los esfuerzos residuales productos de la técnica RCS.

En la figura 3.3.3.2 puede observarse un esquema representativo de la medición de esfuerzos residuales a través de la técnica de difracción de rayos X.

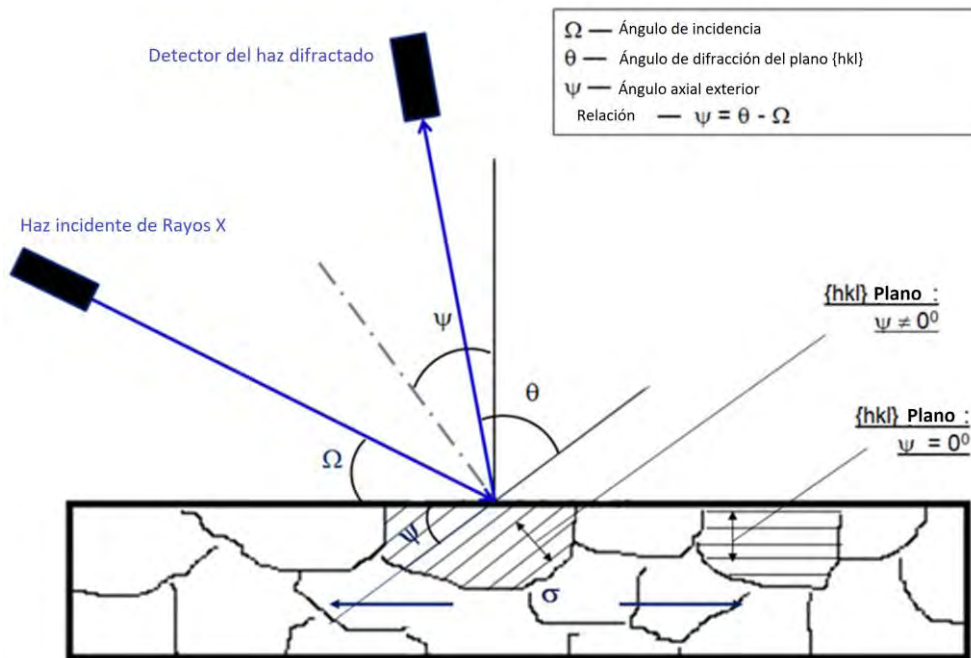


Figura 3.3.3.2. Esquema del análisis de esfuerzos residuales por XRD. En el diagrama se muestran el haz incidente y el haz difractado (líneas azules) de acuerdo a los ángulos a ser analizados (ψ). Fuente: [Luo, 2017 modificado al español]

El análisis de esfuerzos residuales se lleva a cabo a través de la medición de 11 puntos, los cuales varían con la posición de la muestra respecto al ángulo ψ . Estos valores corresponden a: -50,-40,-30,-20,-10,0,5,15,25,35 y 45.

Las medidas se toman a un valor fijo de φ , haciendo variar únicamente el ángulo ψ , ver figura 3.3.3.3. De manera general, si se lleva a cabo la medición con tres valores de phi distintos (0, 45 y 90 grados) se podría determinar el tensor completo de deformaciones.

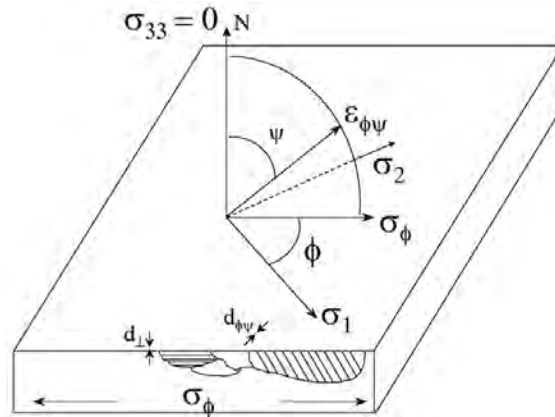


Figura 3.3.3.3. Convención para la medición de esfuerzos residuales por XRD
Fuente: [Fitzpatrick, 2005]

El método más común para determinar los esfuerzos residuales por difracción de RX es el llamado método de $\sin^2 \psi$. Este método fue empleado para la determinación de esfuerzos residuales en las muestras de aluminio 1100 posterior al proceso de deformación plástica severa. Es importante señalar, que experimentalmente se miden deformaciones a través del corrimiento de una distancia interplanar. Si tomamos en cuenta las constantes elásticas del material, entonces podemos calcular los esfuerzos residuales. La ecuación usada para este fin es:

$$\sigma_{\phi} = \frac{E}{(1 + \nu) \sin^2 \psi} \left(\frac{d_{\psi} - d_n}{d_n} \right) \quad (3.3.2.2)$$

La ecuación 3.3.2.2 fue programada en WOLFRAM MATHEMATICA para realizar un ajuste elíptico de los puntos. Tales resultados serán presentados en la sección 4.4. El perfil de las curvas resultantes del ajuste por medio de la ecuación 3.3.2.2 pueden mostrar diferentes características, tal y como se exhibe en la figura 3.3.3.4. La primer gráfica indica un perfil característico de esfuerzos biaxiales, la segunda de esfuerzos triaxiales y la última indica la presencia de gradientes de esfuerzo, textura y/o anisotropía plástica.

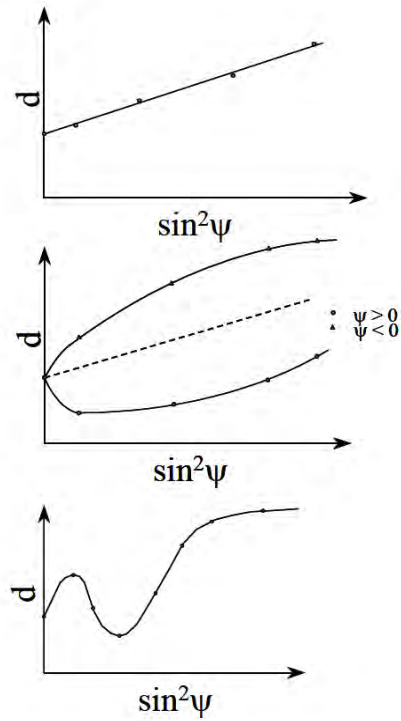


Figura 3.3.3.4 Esquema representativo de esfuerzos residuales.
 Fuente: [Fitzpatrick, 2005]

3.3.4 Propiedades mecánicas.

3.3.4.1 Ensayo de Tracción.

Como es bien sabido, el ensayo de tracción proporciona una medición de la resistencia del material a cargas o esfuerzos lentamente aplicados. Usualmente, se emplea un extensómetro, el cual es utilizado para medir la deformación con mayor precisión.

A partir de dicho ensayo, diversas propiedades como lo son el módulo de Young y la ductilidad de un material, pueden ser obtenidas.

Por otra parte, la representación gráfica de este ensayo para materiales metálicos, permite visualizar el comportamiento elástico-plástico del material y mediante éste, obtener resultados para usarse en cálculos de diseño, por ejemplo.

Como se mencionó en la sección 3.1, fue necesario emplear un sistema para el corte de probetas de tracción, tales probetas fueron cortadas de tal forma que el eje longitudinal de la probeta coincide con la dirección de laminación.

Para cada paso de deformación RCS, fueron ensayadas 4 probetas de tracción. En todos los casos, se colocó un extensómetro con la finalidad de que la deformación medida fuera lo más precisa posible.

Asimismo, las condiciones empleadas en la máquina de ensayos universales, para los ensayos de tracción fueron iguales. Por ejemplo, la velocidad de deslizamiento de la cruceta en todos los ensayos de tracción fue de 2 mm/min.

La figura 3.3.4.1 muestra la geometría de la probeta empleada para el ensayo de tracción así como la máquina de ensayos universales, en la cual fue llevada a cabo dicha prueba.

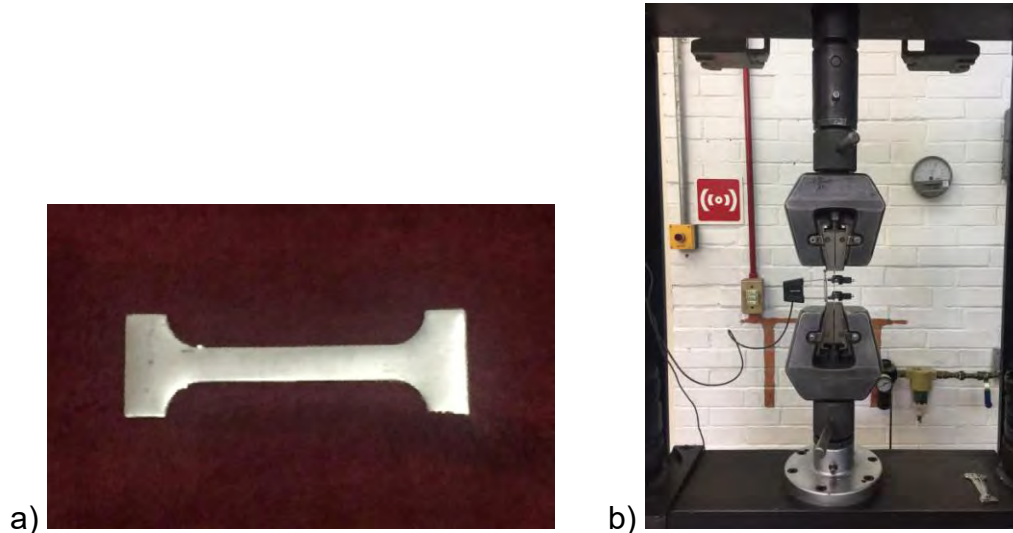


Figura 3.3.4.1 a) Probetas empleadas para los ensayos tracción. b) Ensayo de tracción.

3.3.4.2 Ensayo de Dureza.

Al igual que el ensayo de tracción, el ensayo dureza también permite conocer la resistencia a la deformación de nuestra aleación.

El ensayo de dureza mide la resistencia de un material a ser penetrado o indentado. Existen diferentes métodos para la medición de dureza, tales como: Rockwell, Brinell y Vickers.

Éstos dependen del tipo de material a estudiar, consecuentemente la carga y el tipo de indentador a emplear también varían.

En este estudio, fue llevado a cabo un ensayo de dureza Vickers (HV, por sus siglas en inglés). El ensayo de dureza Vickers es susceptible de estudiar cualquier tipo de material.

Éste ensayo se realiza empleando un indentador de diamante con geometría de pirámide, el cual penetra el material de interés durante un lapso de tiempo. Posterior al proceso de indentación, se miden las 2 diagonales de la base piramidal y se obtiene un promedio. Finalmente, se emplea la ecuación 3.3.4.2 para el cálculo de dureza Vickers.

$$HV = 1.854 \frac{P}{d_1^2} \quad (3.3.4.2)$$

En equipos modernos de microdureza, no es necesario realizar la medición de las diagonales y la aplicación de la ecuación 3.3.4.2 dado que el software del durómetro Vickers proporciona los resultados de manera directa.

Para realizar tal ensayo, fue necesario cortar 4 muestras, cada una proveniente de un paso de deformación diferentes (0, 1, 3 y 6). Cada muestra fue cortada en dimensiones de 2 cm x 2 cm. Adicionalmente, fueron pulidas hasta acabado espejo, empleando diversos grados de lija de carburo de silicio y alúmina (Al_2O_3) de 0.5 μm .

Se realizó un mapeo de dureza con la finalidad de conocer la homogeneidad del material posterior a cada paso de deformación. Éste consiste en medir la dureza en 49 puntos diferentes (7 x 7) de un área cuadrática. Es importante mencionar, que el área dónde fue realizado el mapeo corresponde a la zona más deformada (cruz formada por la cresta y valle del molde RCS). Ésto con la finalidad de conocer la dispersión entre los valores de dureza en las zonas más deformadas, así como en las menos deformadas. Tal como se ilustra en la figura 3.3.4.2

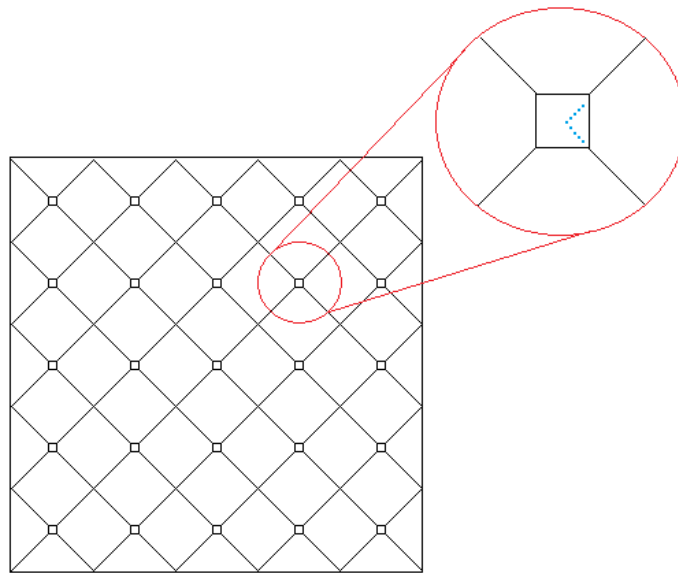


Figura 3.3.4.2 Esquema representativo de la lámina obtenida posterior al proceso de corrugado y planchado. La imagen muestra las zonas en las cuales se realizó el ensayo de microdureza (puntos azules). Tal mapeo se realizó en un área cuadrática de 7 x 7 puntos de dureza Vickers.

Entre cada punto de dureza existe una distancia de 1 mm, ésto con el propósito de tomar un área representativa de la muestra deformada por el molde RCS.

La Tabla 3.3.4.2 muestra las condiciones empleadas para el ensayo de dureza Vickers llevado a cabo.

Tabla 3.3.4.2 Condiciones de trabajo empleadas para el ensayo de dureza Vickers.

Muestra (paso)	Tiempo de Penetración (s)	Carga (g)
0	10	100 (980.7 mN)
1	10	100 (980.7 mN)
3	10	100 (980.7 mN)
6	10	100 (980.7 mN)

La figura 3.3.4.3 muestra el equipo de microdureza empleado para tal análisis.

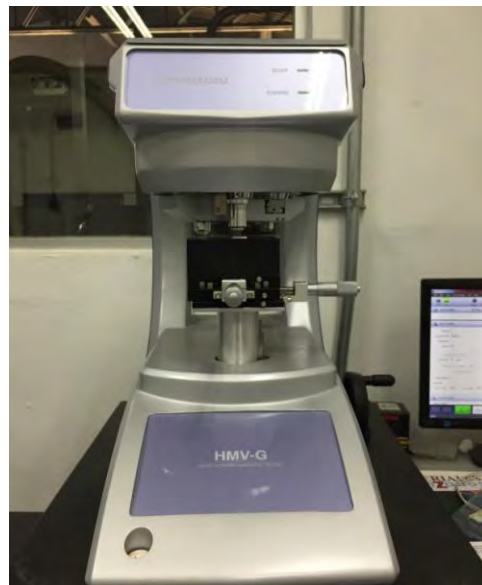


Figura 3.3.4.3 Durómetro empleado para microdureza Vickers. Marca: Shimadzu Modelo: HMV- G

CAPÍTULO 4.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

En este capítulo, se presentan y discuten los resultados obtenidos por las técnicas de caracterización mencionadas en el capítulo 3, en términos de los mecanismos de endurecimiento que ocurren en el material deformado.

4.1. Análisis microestructural mediante TEM.

La técnica de microscopía electrónica de transmisión fue usada principalmente para seguir la evolución de la morfología y tamaño de grano en función del número de pasos del proceso RCS.

De acuerdo a las imágenes que se muestran en la figura 4.1.0, se puede observar un notable refinamiento de grano entre el paso 0 y el paso 1 de deformación RCS. Ésto puede ser atribuido a la “fragmentación” de granos de mayor tamaño, que es en realidad debida al reordenamiento de dislocaciones en celdas, lo cual ocurre en las aleaciones de aluminio con gran deformación plástica. (Kumar, 2015), (ver sección 2.4.1). Esta formación de subgranos debido a las celdas de dislocaciones puede observarse en la figura 4.1, la cual se muestra a continuación.

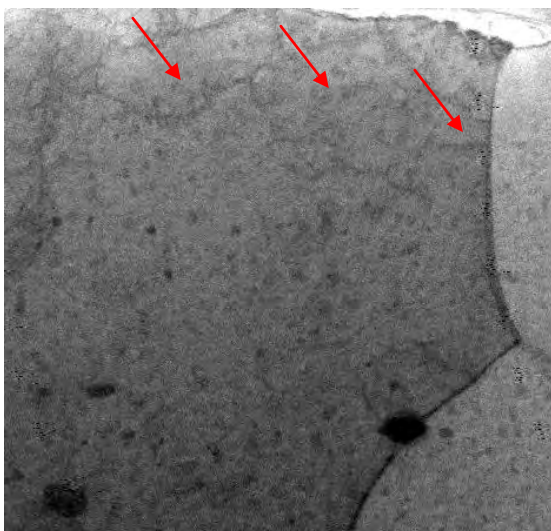


Figura 4.1 Formación de subgranos debido a las altas densidades de dislocaciones formadas por el proceso RCS. Esta imagen es una ampliación de la figura de 6 pasos (1 μm) (d).

Por otra parte, se puede observar en las siguientes imágenes la presencia de límites de grano a partir del paso 1 de deformación así como la presencia de precipitados. Tales precipitados corresponden a una fase rica en hierro, de acuerdo con el análisis químico realizado en tal precipitado mediante TEM (señalados con flecha azules).

Adicionalmente, se puede observar en las figuras c) y d) que al incrementar el número de pasos de deformación RCS, el tamaño de grano no disminuyó de manera significativa respecto al primer paso de deformación RCS.

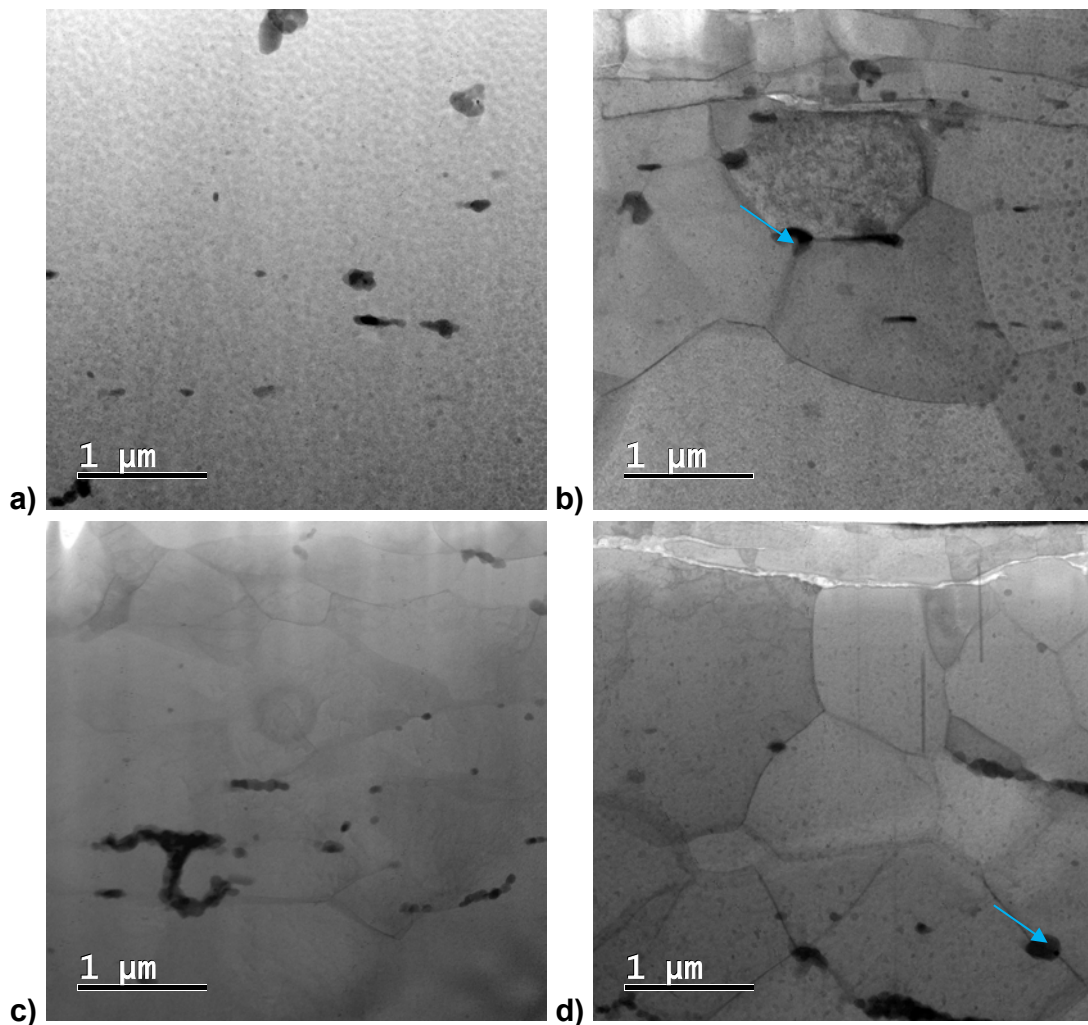


Figura 4.1.0 Micrográficas de aluminio 1100 con a) 0 b) 1 c) 3 y d) 6 pasos de deformación RCS.

Como fue discutido en la sección 2.4.1 la presencia de una alta densidad de dislocaciones tiende a promover la generación de celdas de dislocaciones, las cuales al incrementar la deformación acumulada pueden llegar a desarrollar sus propios sistemas de deslizamiento, dando como consecuencia la formación de nuevos subgranos.

Como se mencionó anteriormente, el estudio de la orientación de tales subgranos resulta complicada para ser estudiada por la técnica TEM. No obstante, la textura puede ser analizada fácilmente utilizando figuras de polo, lo cual da un resultado estadísticamente más válido. Los resultados obtenidos de tal herramienta se presentan a continuación.

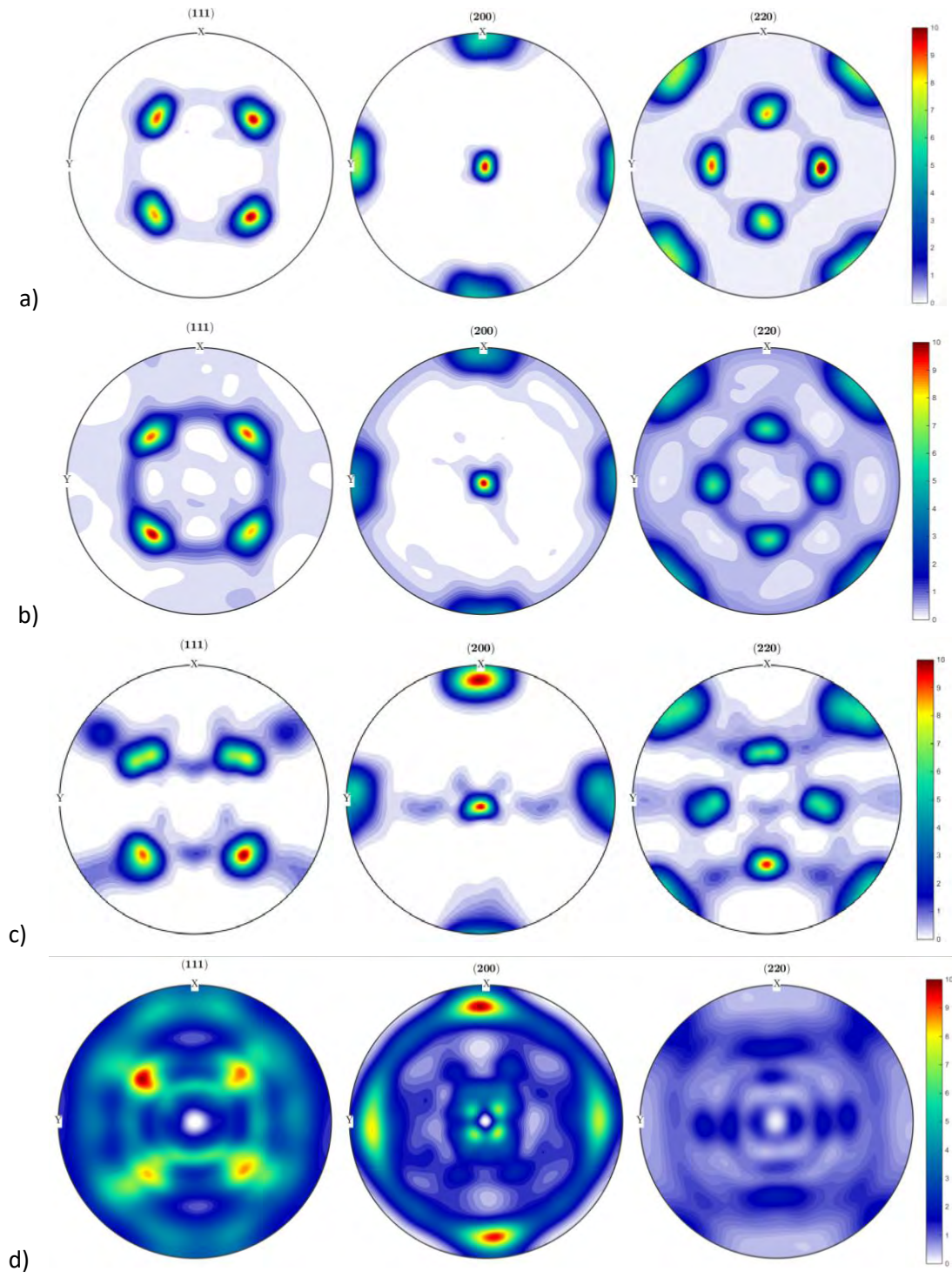
4.2. Análisis de textura mediante la técnica de difracción de rayos X.

Figuras de polo.

Debido a la deformación acumulada por el proceso RCS, la formación de subgranos o cristales tiende a ser más evidente al incrementar el número de pasos RCS. Esto puede ser atribuido al movimiento de límites de grano, los cuales, al alcanzar una tensión de corte crítica promueven la formación de tales subgranos. (Galindo-Nava, 2014) Estos nuevos subgranos tienden a presentar nuevas orientaciones preferenciales (textura), las cuales pueden ser estudiadas fácilmente utilizando figuras de polo. La figura 4.2 muestra los resultados obtenidos de tal análisis.

A partir de las imágenes de figura de polo mostradas en la figura 4.2 se puede observar una disminución en la intensidad de la textura inicial (textura cubo, marcada con la letra C) posterior al paso 0 y la formación de una nueva textura al incrementar el número de pasos de deformación RCS. Esta nueva textura (marcada con la letra G) fue calculada utilizando el software MATLAB, dicha textura se muestra en la figura 4.2 (posiciones teóricas), la cual, coincide con la nueva textura formada en las figuras de polo. Éste fue identificado utilizando el software Win Wulff, a partir del cual, se encontró que el nuevo componente de textura es $(110)[001]$ conocido como textura Goss.

Adicionalmente, en la figura 4.2 también se observa una disminución en la intensidad de la señal, ésto puede ser atribuido a la formación de subgranos en forma aleatoria, lo cual coincide con las imágenes obtenidas por TEM (sección anterior) y respalda la idea de la formación de subgranos como consecuencia de las altas densidades de dislocaciones y formación de celdas de dislocaciones. Ésta formación de subgranos, provoca que la orientación preferencial inicial de los granos se vea modificada, consecuentemente, la disminución de la señal en las imágenes mostradas toma sentido.



Posiciones teóricas:

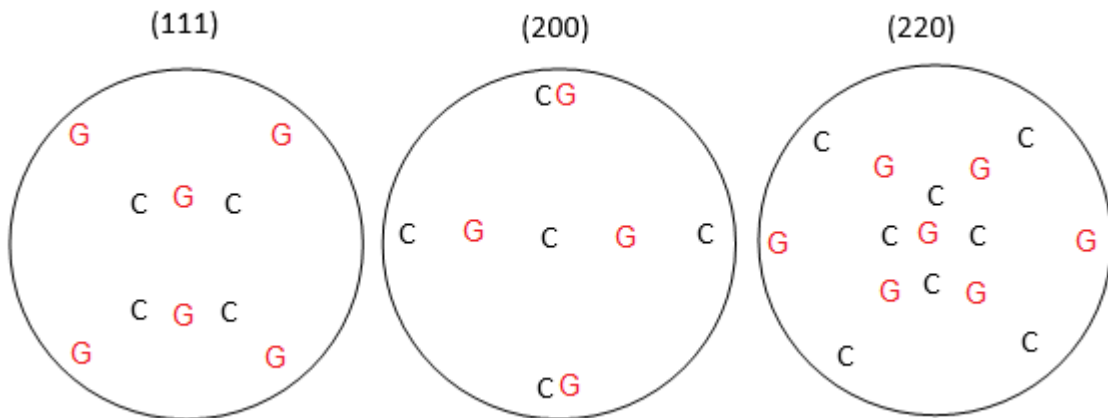


Figura 4.2 Imágenes de figuras de polo. Donde a) 0 paso b) 1 paso c) 3 pasos y d) 6 pasos de deformación RCS. La primer columna muestra la representación del plano (111), la segunda del plano (200) y la última columna muestra la representación del plano (220) con la escala de intensidad normalizada. Las posiciones teóricas muestran la textura Goss que se presume pueda coexistir con la textura cubo.

Como se mencionó en la sección 3.3.3.1, otra herramienta que resulta de mayor utilidad para la interpretación en la formación de textura, es la función de distribución de orientación, los resultados obtenidos a partir de esta herramienta se muestran a continuación.

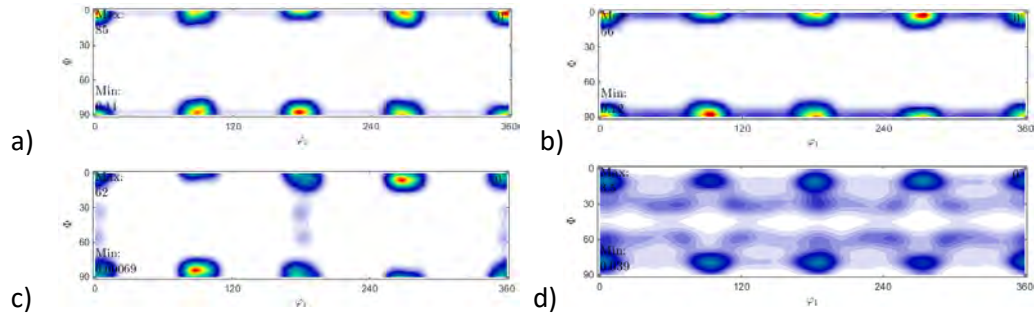
ODF's

Es importante mencionar que las ODF's son confirmaciones más claras de lo que muestran las figuras de polo, las ODF's fueron calculadas a partir de éstas. Los ángulos reportados corresponden a 0°, 45° y 65° tal como se muestra a continuación.

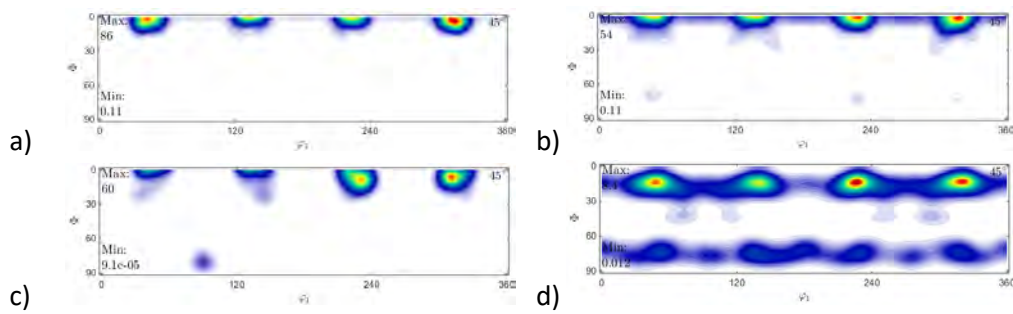
De acuerdo con la imágenes presentadas en la figura 4.2.0 se puede observar la desvanecimiento de la textura cubo al incrementar la deformación (número de pasos RCS).

En general, se puede observar el decaimiento en la intensidad de la textura, ésto como consecuencia de la formación de una nueva textura (cercana a Goss). Es importante mencionar que el desvanecimiento de la textura cubo y formación de una nueva textura es consecuencia únicamente del proceso de deformación RCS.

1.- 0°



2.- 45°



3.- 65°

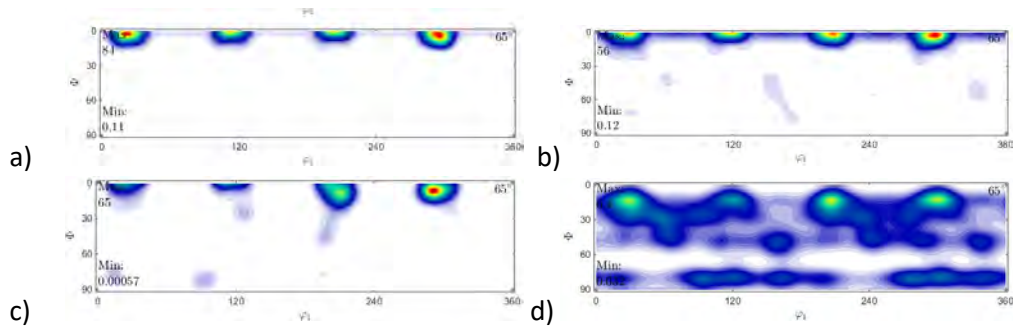


Figura 4.2.0 ODF's donde a) 0 paso b) 1 paso c) 3 pasos y d) 6 pasos de deformación RCS. El número indica el ángulo de la imagen mostrada. 1.- 0°, 2.- 45° y 3.- 65°.

Debido a la modificación en la orientación preferencial como consecuencia del proceso RCS, resulta necesario conocer el efecto de la textura sobre las propiedades mecánicas de la aleación 1100, debido a los cambios en la geometría de los diferentes sistemas de deslizamiento (Ley de Schmid) (Hirsch, 2005).

Los ensayos realizados para conocer el comportamiento mecánico del material posterior al proceso RCS, se muestran a continuación.

4.3. Propiedades mecánicas.

4.3.1. Ensayo de dureza.

De acuerdo al procedimiento experimental descrito en la sección 3.3.4.2 se presentan a continuación los resultados obtenidos del mapeo de microdureza Vickers para cada paso de deformación RCS.

La tabla 4.3.1 que se muestra a continuación, muestra los valores máximos y mínimos obtenidos del mapeo dureza en 49 puntos para cada paso de deformación. Un valor que resulta de gran interés, es el valor de la desviación estándar. Ésto es debido a que la desviación estándar puede ser analizada en términos de homogeneidad, dado el perfil de durezas analizado. Por tal motivo, éste valor también puede ser discutido en términos de distribución de deformación.

Con base en la Tabla 4.3.1, se puede observar (en general) un aumento de la dureza al incrementar en número de pasos RCS. Esto puede ser asociado a la generación de nuevas zonas con altas densidades de dislocaciones que interactúan con diversos planos de deslizamiento causando dificultad en el movimiento de éstos.

Tabla 4.3.1 Resultados obtenidos del mapeo de dureza realizado en la lámina de aluminio 1100 posterior a 0, 1, 3 y 6 pasos de deformación RCS.

	0 pasos	1 paso	3 pasos	6 pasos
Max.	38.16	44.22	45.81	54.58
Min.	31.95	33.95	31.31	38.58
Promedio	34.40	39.63	38.67	44.99
Desviación Estándar	1.34	2.29	2.76	3.76

Por otro lado, se puede observar que después de 6 pasos del proceso RCS, la dureza máxima obtenida fue de 54.58 con respecto a la del paso 0 de deformación, que fue de 38.16.

Adicionalmente, los valores de desviación estándar, tienden a incrementar en función del número de pasos RCS, desde el paso 0 hasta el paso número 6, en el cual, el valor de dureza alcanza un máximo de 3.76. Posteriormente, al incrementar a 6 el número de pasos de deformación RCS, él valor disminuye a 3.76.

4.3.2. Ensayo de resistencia a la tracción.

Los valores obtenidos del ensayo de tracción, se muestran a continuación en la tabla 4.3.2. donde se muestra la evolución del esfuerzo de cedencia en función del número de pasos RCS. En dicha tabla, se puede observar un incremento notable del esfuerzo de cedencia al aumentar el número de pasos RCS hasta el paso 3 (valor promedio), donde se obtiene un valor promedio de 49.0 MPa. Al aumentar a 6 el número de pasos RCS, se observa una ligera disminución en el valor del esfuerzo de cedencia. Es importante mencionar que debido al valor de la desviación estándar para los pasos 3 y 6 de deformación RCS, el valor promedio proporciona poca certeza del comportamiento final del material.

Tabla 4.3.2 Resultados del esfuerzo de cedencia, muestras de 0, 1, 3 y 6 pasos por deformación RCS.

ESFUERZO DE CEDENCIA				
Muestra	σ (MPa 0.2%)PASO 0	σ (MPa 0.2%)PASO 1	σ (MPa 0.2%) PASO 3	σ (MPa 0.2%) PASO 6
M1	31.8	45.9	47.2	45.5
M2	30.6	44.8	46.9	50.2
M3	36.6	46.9	51.2	49.4
M4	34.7	42.9	50.8	46.4
Promedio	33.4 (+/-2.7)	45.1 (+/- 1.7)	49.0 (+/- 2.3)	47.9 (+/- 2.3)

La figura 4.3.2 muestra la tendencia de las curvas esfuerzo-deformación para cada paso de deformación RCS. Tales curvas muestran el comportamiento elástico-plástico del material posterior al proceso SPD. Asimismo, se puede observar un aumento en el esfuerzo de cedencia hasta el paso 3 de deformación y posteriormente, una caída en el valor de cedencia para el paso 6 de deformación. Lo cual es atribuido a la aniquilación de dislocaciones debido a la acumulación de la deformación, tal y como fue discutido anteriormente.

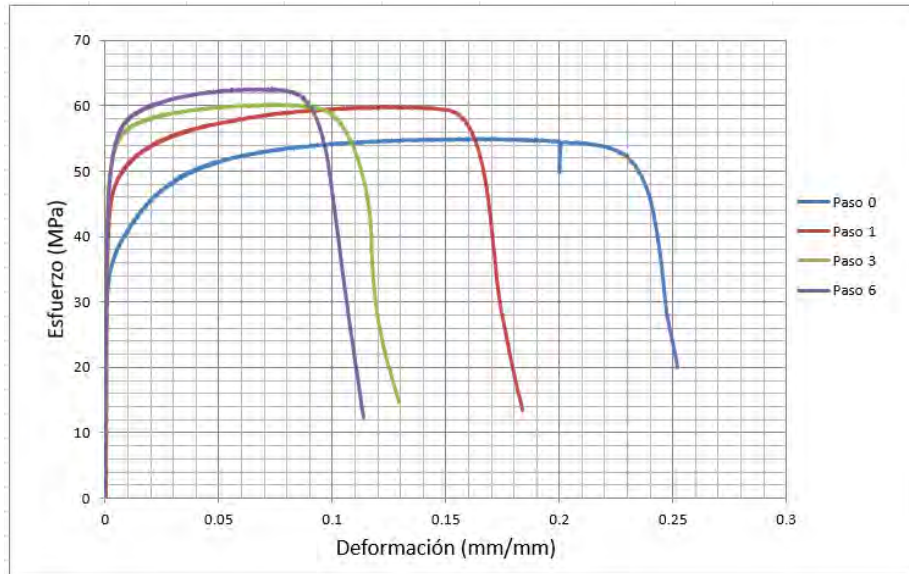


Figura 4.3.2 Representación gráfica de las curvas esfuerzo-deformación del aluminio 1100 posterior al proceso RCS.

La tendencia en los valores del esfuerzo de cedencia, de acuerdo a las curvas esfuerzo-deformación observadas en la figura 4.3.2 pueden ser visualizadas de manera más clara en la figura 4.3.3.

Tal y como se mostró en la tabla 4.3.2, el aumento del límite elástico es evidente para el paso 1 de deformación RCS con respecto al paso 0. No obstante, el comportamiento mecánico de la aleación de aluminio 1100 parece indicar un mecanismo de ablandamiento al acumular 6 pasos de deformación RCS. De igual manera, es importante mencionar que la figura 4.3.2 muestra de manera clara un aumento considerable en el primer paso de deformación RCS, lo cual tiene sentido si consideramos el efecto en la disminución del tamaño de grano en la figura 4.1 b) (TEM) de acuerdo a lo propuesto por Hall-Petch.



Figura 4.3.3 Representación gráfica de los resultados del esfuerzo de cedencia Vs número de pasos de deformación RCS para la aleación de aluminio 1100.

Como se mencionó en la sección 2.2.4, se determinó el tamaño de grano con base en la ecuación de Hall-Petch para cada paso de deformación RCS, utilizando los resultados del esfuerzo de cedencia (obtenidos del ensayo de tracción). Los valores de las constantes empleadas en tal ecuación, fueron: $\sigma_0 = 10$ MPa y $K = 0.06$ MPa $m^{1/2}$ (Thangaraju, 2012) Los resultados obtenidos de tal cálculo se muestran a continuación.

Como se observa en la tabla 4.3.3, hubo un considerable refinamiento de grano entre el paso 0 y 1 de deformación, no obstante, al aumentar el número de pasos de deformación RCS no hubo un refinamiento significativo en el tamaño de grano, tal y como se muestra en la tabla 4.3.3. Esto es atribuido a que al aumentar la cantidad de deformación, hay una nueva interacción de un gran número de dislocaciones (nuevo ordenamiento) a partir del cual, es posible la formación de nuevas microestructuras, tales como celdas dislocaciones, pero también la eliminación de un gran número de éstas. Por tal motivo, existe una ligera disminución en la resistencia del material.

Tabla 4.3.3 Resultados de tamaño de grano para cada paso de deformación RCS.

Paso	Esfuerzo de cedencia (Mpa)	diámetro (um)
0	33.44	6.55
1	45.12	2.92
3	49.04	2.36
6	47.91	2.50

Adicionalmente, es importante mencionar que en las imágenes mostradas por TEM, no se observa frontera de grano alguna para el paso 0, a partir de lo cual, inferimos que el tamaño de grano es “grande” (en comparación con los otros pasos). Tal idea es respaldada por el resultado obtenido por la relación de Hall-Petch. Por otro lado, de acuerdo a los resultados de tamaño de grano obtenidos por Hall-Petch, se observa que el valor de tamaño de grano para cada paso corresponde a un valor definido, el cual puede ser interpretado como un valor promedio. Sin embargo, en las imágenes obtenidas por TEM (sección 4.1) se observa un rango amplio en el tamaño de los granos para cada paso de deformación, por tal motivo, se debe tomar en cuenta aquellos que poseen un tamaño de grano similar al reportado en la tabla 4.3.3. Las microestructuras generadas al incrementar la deformación acumulada, se considerarán de bajo ángulo, muestra de ello es el fenómeno de reacomodo de dislocaciones antes mencionado. Sin embargo, se tendrían que realizar otros análisis, tal como lo es el Electron Backscatter Diffraction (EBSD, por sus siglas en inglés) para tener certeza en el tipo de límites de grano presentes en la microestructura.

Otro comportamiento que resulta de gran importancia en el material, posterior al proceso de deformación RCS, corresponde al comportamiento de ductilidad del aluminio 1100. La figura 4.3.4 muestra los valores calculados de ductilidad en cada paso de deformación.

Se calcula una pérdida en la ductilidad de 59.53% posterior a 6 pasos de deformación RCS con respecto al paso 0 de deformación, de acuerdo con los valores presentados en el gráfico 4.3.4.

Finalmente, se presentan los resultados obtenidos de esfuerzos residuales con la finalidad de conocer la integridad del material posterior al proceso RCS.

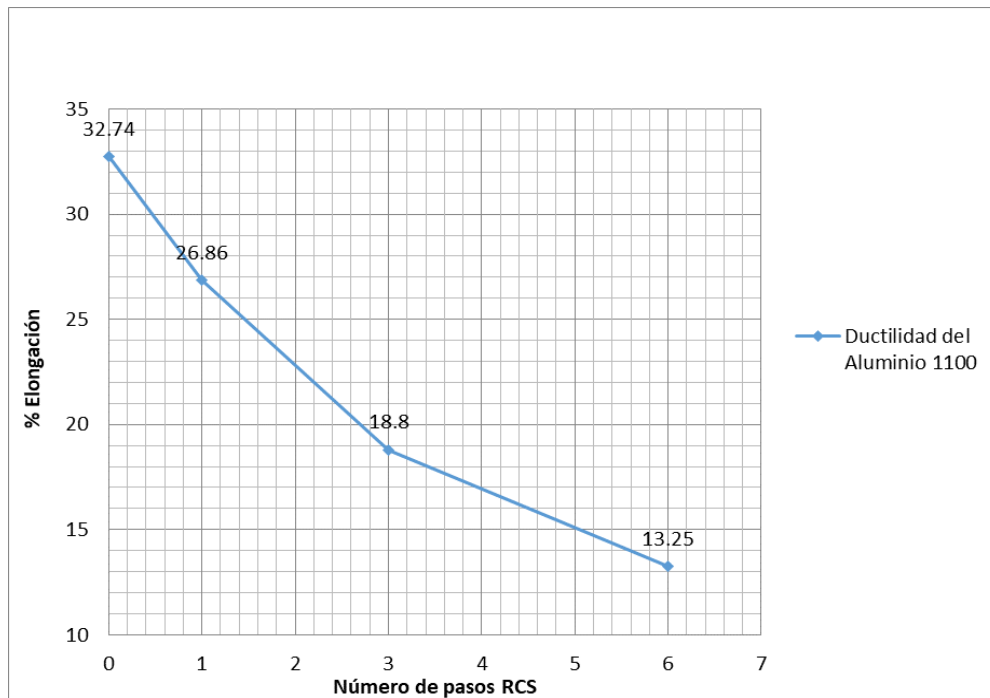


Figura 4.3.4 Gráfica de ductilidad del aluminio 1100 posterior a cada paso de deformación RCS.

4.4. Análisis de esfuerzos residuales mediante la técnica de difracción de rayos X.

Con base en la metodología experimental planteada en la sección 3.3.3.2 se muestran a continuación los resultados obtenidos de la medición de esfuerzos residuales para cada paso de deformación RCS.

La figura 4.4 muestra el comportamiento experimental para cada paso de deformación RCS. En ésta se observa que la pendiente del eje principal de la elipse tiende a variar para cada paso de deformación RCS, lo cual está íntimamente relacionado con el esfuerzo de corte. Es importante mencionar que para una correcta interpretación de los esfuerzos de corte, es necesario que la superficie de la muestra analizada sea completamente plana. No obstante, debido a las protuberancias generadas por el molde RCS, las muestras analizadas no fueron completamente planas, por lo cual la discusión del esfuerzo de corte (apertura de la elipse) es poco relevante.

Los valores de los esfuerzos principales para cada paso de deformación RCS de acuerdo al método $\sin^2 \psi$, son presentados en la Tabla 4.4, así como su error experimental.

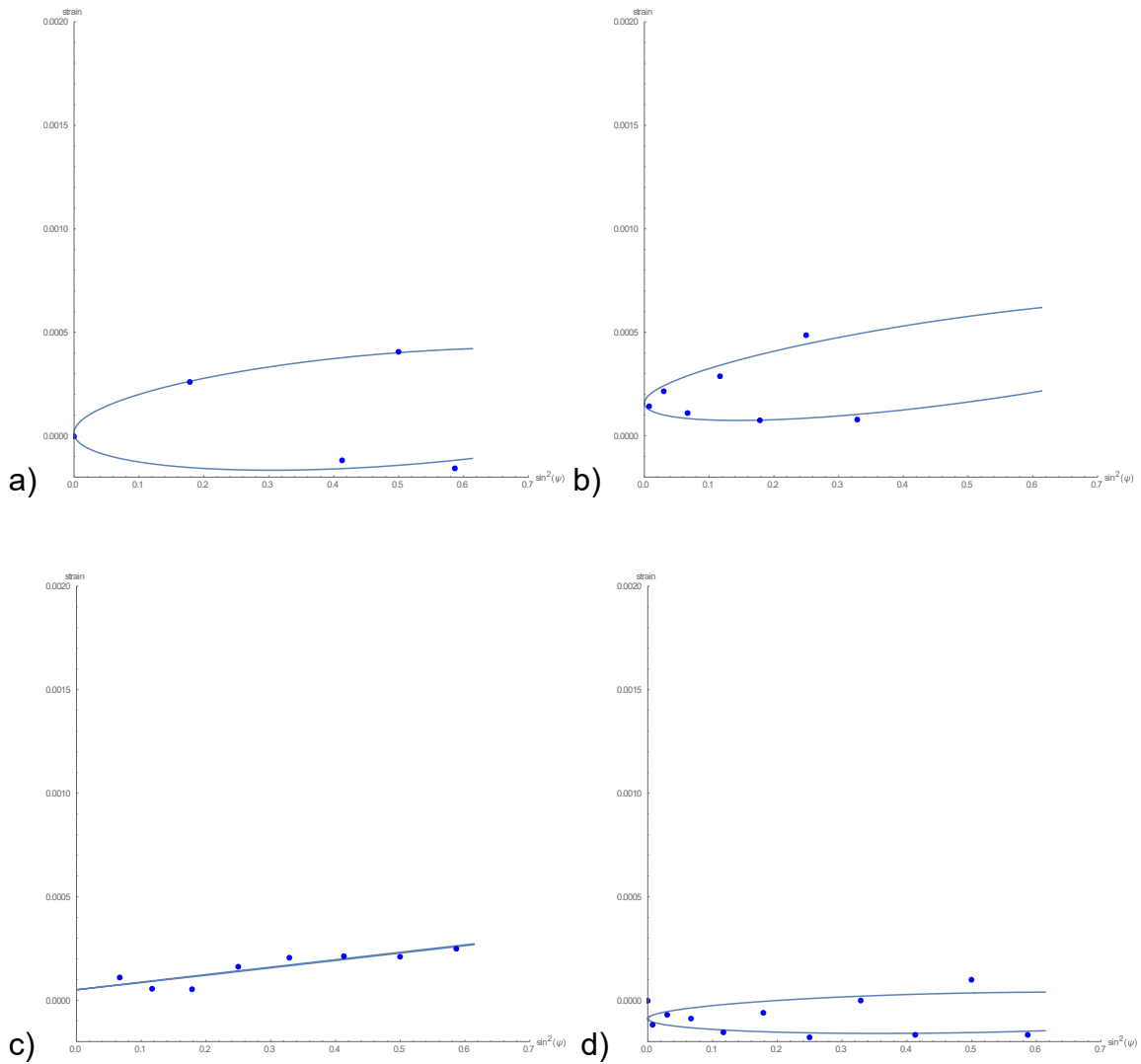


Figura 4.4 Representación gráfica del comportamiento experimental de esfuerzos residuales para cada paso RCS. Donde a) 0, b) 1, c) 3 y d) 6 pasos.

Tabla 4.4 Resultados de esfuerzos residuales para 1, 3 y 6 pasos de deformación RCS.

Paso	Esfuerzo Principal (MPa)	Esfuerzo principal (error) (MPa)
0	12.5	4.8
1	22.8	7.9
3	19.3	4.7
6	3.1	4.5

Este comportamiento puede ser explicado de la siguiente manera: al incrementar el valor de deformación de 0 a 1 paso, la energía acumulada como energía de deformación, permite que durante el movimiento de dislocaciones gran parte de éstas coincidan entre sí, dando el aniquilamiento de muchas de éstas. Sin embargo, al incrementar la deformación, también surgen nuevas zonas con altas densidades de dislocaciones, lo cual ocasiona una saturación del flujo de esfuerzo en diversos planos.

Al final, un balance entre mecanismos de generación y aniquilación de dislocaciones tiene lugar, tal como lo sugieren diversos estudios. (Kumar, 2015) (Hosseini, 2011)

Finalmente, el paso 6 de deformación muestra una significativa disminución en el esfuerzo principal, lo cual puede ser sólo atribuido a una severa relajación microestructural, como consecuencia de la posible generación de pequeñas microfisuras.

CAPÍTULO 5.

CONCLUSIONES

1.- El diseño del molde RCS fue exitoso en la formación de estructuras con tamaño de grano micrométrico en la aleación 1100, lo que fue apoyado por las imágenes obtenidas por la técnica TEM.

2.- De acuerdo con los resultados obtenidos del ensayo de tracción, el mayor incremento en el esfuerzo de cedencia fue alrededor de 47% con un detrimento en la ductilidad de 42.58% posterior a 3 pasos de deformación RCS. Por otro lado, existe una ligera disminución en el esfuerzo de cedencia, posterior a 6 pasos de deformación RCS, las causas probables son: un fenómeno de ablandamiento como consecuencia de un reacomodo de dislocaciones o la generación de microfisuras debido al proceso RCS.

3.- La dureza máxima obtenida fue de alrededor de 55 puntos HV. La cual varía con la posición de la placa, como consecuencia de la existencia de zonas ligeramente más deformadas que otras debido a la geometría del molde RCS empleado.

4.- De acuerdo con los resultados de las figuras de polo y ODF's obtenidos para los planos (111), (200) y (220) los resultados muestran la pérdida de intensidad de la textura cubo y la formación de una nueva textura. Dichos resultados sugieren que la nueva textura generada corresponde a la textura Goss. Por la técnica TEM se muestra evidencia de la formación de nuevos granos y subgranos que probablemente poseen esta textura.

5.- De acuerdo a los resultados obtenidos por el análisis de esfuerzos residuales, se observa un aumento importante entre el paso 0 y 1 del proceso RCS, donde se alcanzó un valor máximo de 22.8 MPa. Sin embargo, al alcanzar 3 pasos del proceso RCS, se muestra un ligero decaimiento, que puede ser atribuido a un reacomodo de dislocaciones. Finalmente, en 6 pasos de RCS se observa un decaimiento significativo en el valor del esfuerzo residual principal, lo cual está íntimamente relacionado con la generación de pequeñas microfisuras debido a la deformación acumulada.

Perspectivas.

Dado el interés de algunas de las conclusiones mencionadas, este trabajo podría continuarse en varias vertientes, se podrían analizar la evolución de las fronteras de grano en función del número de pasos de RCS por la técnica EBDS, se podría analizar el cambio de la conductividad eléctrica y su relación con un posible efecto de recuperación dinámica o estática, entre otros temas.

CAPÍTULO 6.

BIBLIOGRAFÍA.

1. Prabhakar, M.Bhovi and K. Venkateswarlu 2016 IOP Conf.Ser.:Mater. Sci. Eng 114012100.
2. T. G. Langdon "Processing by Severe Plastic Deformation: Historical Developments and Current Impact", Materials Science Forum, Vols. 667-669, pp. 9-14, 2011.
3. D.Callister. (2012). *Fundamentals of Materials Science and Engineering. Fourth edition.* USA: Wiley.
4. A. Azushima, R. K. (2008). Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, 716–735.
5. D.Pelaéz. (2013). Cambio del comportamiento mecánico de aluminio AA-1100 deformado usando un dispositivo ECASE. *Revista Colombiana de Materiales*, 138-144.
6. R.Askeland. (2006). *The Science and Engineering of Materials. Fifth edition.* USA. Thomson.
7. Read, F. a. (1950). Multiplication Processes for Slow Moving Dislocations. *Physical Review Journals Archive.*, 722-723.
8. Nazarov, A. (1994). On the nature of high internal stresses in ultrafine grained materials. *Nanostructured Materials*, 93-101.
9. Nazarov,A. (1995). Models of the defect structure and analysis of the mechanical behavior of nanocrystals. *Nanostructured Materials*, 775-778.
- 10.Krawitz, D. (2001). *Introduction to Diffraction in Materials Science and Engineering.* USA: Wiley.
- 11.Afifi. (2018). Characterization of precipitates in an Al-Zn-Mg alloy processed by ECAP and subsequent annealing. *Materials Science and Engineering A*, 146-156.
- 12.Khakbaz, F. (2012). Work hardening and mechanical properties of severely deformed AA3003 by constrained groove pressing. *Journal of Manufacturing Processes*, 20-25.

13. Hosseini, E. (2011). Implementation of a constitutive model in finite element method for intense deformation. . *Materials and Design*, 487-494.
14. H.S. Siddesha. (2012). Investigation of microstructure and mechanical properties of commercially pure aluminum produced by RCS process. *International Journal of Engineering Research and Applications*, 333-341.
15. Valiev, Z. (2006). Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation. *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*, 33-39.
16. Nieh, G. (1991). Hall-petch relation in nanocrystalline solids. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 955-958.
17. Rajinikanth, V. (2008). *Effect of repetitive corrugation and straightening on Al and Al-0.25 Sc alloys. Materials Letter* 62., 301-304.
18. Sunil, B. R. (2015). Repetitive Corrugation and Straightening of Sheet Metals. *Materials and Manufacturing Processes*, 1262-1271.
19. Thangapandian, N. (2017). Effect of Combined Repetitive Corrugation and Straightening and Rolling on the Microstructure and Mechanical Properties of Pure Aluminum. *Metallogr. Microstruct. Anal.*, 481-488.
20. Pandey, S. (2012). A theoretical and experimental evaluation of repetitive corrugation and straightening: Application to Al-Cu and Al-Cu-Sc alloys. *Materials Science and Engineering A*, 282-287.
21. M. Korn. (2011). Bimodal grain size distributions in UFG materials produced by SPD- their evolution and effect on the fatigue and monotonic strength properties. *Kovove Mater.* 49 , 51-63.
22. Kumar. (2015). Strain path effects on microstructural evolution and mechanical behavior of constrained groove pressed aluminum sheets. *Materials and Design*, 799-809.
23. Huang, J. (2001). Microstructures and dislocation configurations in nanostructured Cu processed by repetitive corrugation and straightening. *Acta Materialia* 49, 1497-1505.
24. Liu, F., Yuan, H., Yin, J., & Wang, J. T. (2016). Influence of stacking fault energy and temperature on microstructures and mechanical properties of fcc pure metals processed by equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering A*, 662, 578–587.

25. Mao, W. (1999). Formation of Recrystallization Cube Texture in High Purity Face-Centered Cubic Metal Sheets. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 556-560.
26. Clarke, R. (2002). *Microscopy Techniques for Materials Science*. Boca Raton FL: CRC.
27. Suwas, S. (2014). *Crystallographic Texture of Materials*. London: Springer.
28. Luo, Q. (2017). Uncertainty of the X-ray Diffraction (XRD) $\sin^2 \psi$ Technique in Measuring Residual Stresses of Physical Vapor Deposition (PVD) Hard Coatings. *Coatings*, 1-16.
29. Fitzpatrick, E. (2005). *Determination of Residual Stresses by X-Ray Diffraction*. UK: National Physical Laboratory .
30. Davis, J. R. (1993). *Aluminum and Aluminum Alloys*. USA: ASM International.
31. Murray, G. (2008). *Introduction to Engineering Materials Second edition*. USA: CRC Press.
32. Altan, S. (2006). *Severe Plastic Deformation*. New York: Nova.
33. Hirsch, J. (2005). Texture and Anisotropy in industrial applications of aluminum alloys. . *Archives of Metallurgy and Materials*. Vol.50., 22-33.
34. Thangaraju. (2012). On the Estimation of True Hall-Petch Constants and Their Role On the Superposition Law Exponent in Al Alloys. . *Advanced Engineering Materials*, 892-897.
35. Galindo-Nava, E. (2014). Grain size evolution during discontinuous dynamic recrystallization. *Scripta Materialia*, 1-4.
36. Ruiz, C. A. (2016). *Estudio microestructural y mecánico de una aleación de aluminio 6061-T6 sometida a un proceso de extrusión angular en canal de sección constante*. Ciudad de México: UNAM.

CAPÍTULO 7.

ANEXO 1

Series del aluminio.

Tabla 1. Clasificación de las aleaciones base aluminio.

Designación de las Aleaciones de Aluminio			
Aleaciones para Forja		Aleaciones para Fundición	
Serie	Composición	Serie	Composición
1xxx	Aluminio comercial (>99% Al)	1xx.x.	Aluminio comercial (>99% Al)
2xxx	Al-Cu y Al-Cu-Li	2xx.x.	Al-Cu
3xxx	Al-Mn	3xx.x.	Al-Si-Cu o Al-Mg-Si
4xxx	Al-Si	4xx.x.	Al-Si
5xxx	Al-Mg	5xx.x.	Al-Mg
6xxx	Al-Mg-Si	6xx.x.	Sin Especificación
7xxx	Al-Mg-Zn	7xx.x.	Al-Mg-Zn
8xxx	Al-Li, Sn, Zr o B.	8xx.x.	Al-Sn
9xxx	No utilizado actualmente	9xx.x.	No utilizado actualmente

Nota: Las aleaciones pueden tener diversos tratamientos térmicos o susceptibles de estos dependiendo del elemento de aleación presentes en cada una. Fuente: [Davis, 1993]

ANEXO 2

Clasificación de los defectos cristalinos.

Tabla 2. Defectos cristalinos en materiales metálicos.

Defectos Cristalinos	Defectos Puntuales.	Vacancia.
		Átomo intersticial.
		Átomo sustitucional.
		Defecto de Frenkel.
		Defecto de Schottky.
	Defecto Lineal o Unidimensional.	Dislocación.
	Defecto Planar o de Superficie.	Límite de grano.
		Maclado.
		Falla de Apilamiento.
	Defecto de Volumen.	Poros.
		Grietas.
		Inclusiones.
		Otras fases.

Fuente: [D.Callister, 2012]

ANEXO 3

Etapas del tratamiento térmico de recocido.

Recuperación

La recuperación consiste en reducir de manera significativa los esfuerzos residuales del proceso de deformación, sin embargo, las propiedades mecánicas no sufren modificaciones significativas puesto que la densidad de dislocaciones se ve reducida ligeramente. Por otro parte, no hay un cambio visible en la microestructura. Adicionalmente, otras propiedades físicas como la conductividad eléctrica o térmica tienden a incrementar durante esta etapa. (R.Askeland, 2006)

Recristalización

La recristalización consiste en la generación de nuevos granos, los cuales nuclean y crecen en zonas donde la deformación es menor (zonas energéticas más estables) con la finalidad de reducir las dislocaciones puesto que después de la etapa de recuperación, los granos aún tienen asociadas altas energías por la deformación.

La finalidad de este proceso es la recuperación de las propiedades originales previas al deformado en frío. Durante la recristalización, la dureza y resistencia a la tracción de los materiales metálicos tienden a disminuir, no obstante, la ductilidad de estos aumenta. (Murray, 2008)

El proceso de recristalización es conocido como un proceso de activación térmica debido a que generalmente, es llevado a cabo a temperaturas relativamente altas.

Comúnmente la temperatura de recristalización de un metal varía de $0.35-0.5 T_f$ y para un metal puro corresponde a $0.4 T_f$, donde T_f es la Temperatura de fusión de dicho metal. (R.Askeland, 2006)

La velocidad de recristalización en un metal puro es mayor que en una aleación, debido a que los elementos de aleación interactúan con los límites de grano, haciendo más complicado la movilidad de éstos, consecuentemente, la temperatura de recristalización aumenta.

Asimismo, otros procesos como la difusión pueden intervenir en el proceso de recristalización. Es posible calcular la energía necesaria para realizar un proceso de recristalización mediante la siguiente ecuación:

$$E_r = E_t + E_{tb} \quad (2.1)$$

Dónde:

E_r = Energía de recristalización.

E_t = Energía de la fuente térmica.

E_{tb} = Energía de la deformación (trabajo en frío).

Es posible observar de la ecuación 2.2 que, al incrementar la energía de la deformación en el material, la energía necesaria de la fuente térmica disminuye. (Murray, 2008)

En los procesos de deformación plástica severa, las grandes cantidades de deformación impuestas al material hacen posible que el proceso de recristalización pueda llevarse a cabo a temperatura ambiente (25°C) sin la necesidad de fuentes térmicas externas. Los granos, posterior al proceso de recristalización, presentan el tamaño de grano más pequeño del proceso de recocido y una morfología del tipo equiaxial. (Murray, 2008) Cuando toda la energía de la deformación ha sido liberada, el proceso de recristalización está completo.

Crecimiento de Grano.

El crecimiento de grano es la última etapa del proceso de recocido. Posterior a la etapa de recristalización y todavía a temperaturas elevadas, los pequeños núcleos comienzan a crecer, esta etapa es controlada por difusión de la base, a partir de la cual, los granos de mayor tamaño absorben a los granos de menor tamaño por

efecto de la reducción de la energía asociada a la relación área-volumen. (Murray, 2008)

Al inicio de esta etapa, las propiedades mecánicas no sufren cambio significativo, sin embargo, cuando los granos comienzan a crecer, el esfuerzo de cedencia y la dureza comienzan a disminuir.

El tratamiento térmico de recocido para relevado de esfuerzos es una excelente forma de modificar las propiedades mecánicas de los materiales metálicos posteriores a los procesos de deformación plástica. (R.Askeland, 2006)

En el presente trabajo, será empleado un tratamiento térmico de recocido con la finalidad de recuperar la microestructura obtenida después del proceso laminación.

ANEXO 4

Modelos de difusión de límites de grano en materiales nanoestructurados.

El mecanismo propuesto por Nazarov y Rybin consiste en el movimiento de EGBD's como consecuencia del deslizamiento en los granos, con vectores de Burgers normales a los planos de de los 2 límites de grano vecinos. Tal como se observa en la figura 6. (Nazarov, 1995)

Asimismo, el mecanismo plantea un modelo de difusión continua, en el cual los esfuerzos de EGBD's apiladas en los GB's son relajados por difusión de vacancias de zonas de límites de grano dilatadas (zonas de tensión) a zonas de compresión.

Estas dislocaciones fácilmente dejan las uniones por deslizamiento para aniquilarse con dislocaciones opuestas en algún lugar de los centros de los límites de grano correspondientes. Por lo tanto, el proceso de recuperación requiere difusión para escalar distancias con la longitud de límites de grano. (Nazarov, 1995)

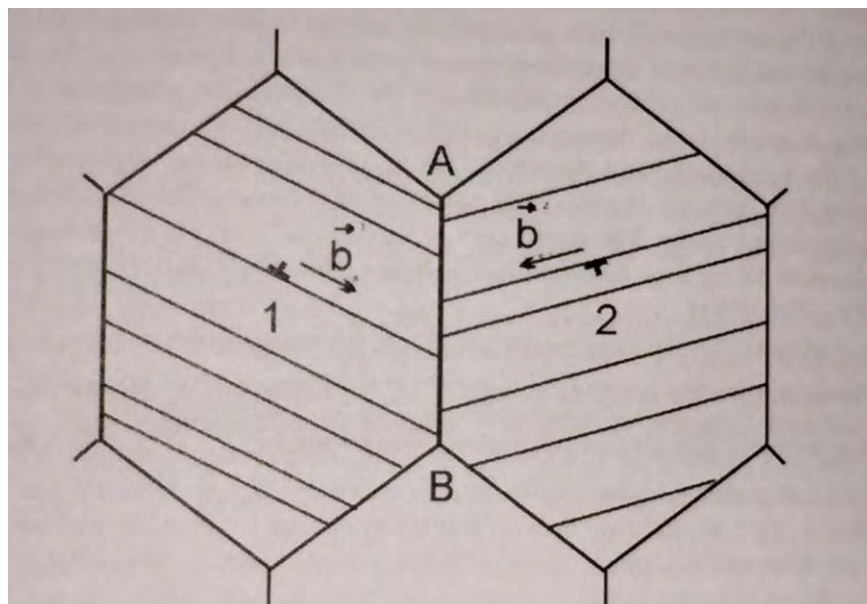


Figura 6 Acumulación de dislocaciones en los límites de grano debido al deslizamiento de planos en diferentes granos. [Fuente: Altan, 2006].

Otros estudios similares realizados por Nazarov en el año 2000, muestran que los valores de difusión de los límites de grano en no-equilibrio en materiales nanoestructurados son relativamente altos cuando se consideran esfuerzos asistidos. Aunado a esto, los límites de grano inducen esfuerzos internos altos, los cuales pueden afectar la difusión de los mismos límites de grano de dos maneras:

1.- Por esfuerzos hidrostáticos.

2.- Considerando la unión de defectos que inducen gradientes de esfuerzos, los cuales generan fuerzas impulsoras adicionales para la difusión de vacancias. En la presencia de gradientes de esfuerzos hidrostáticos $\frac{\partial \sigma}{\partial x}$.

ANEXO 5

Cálculos para el proceso de laminación.

Dimensiones de lámina:

- Largo: 24.8 cm
- Ancho: 11 cm
- Espesor inicial: 3.50 mm
- Espesor final: 1 mm

Cálculos para el proceso de laminación.

- Cálculo del tamaño de rodillo.

$$D = 2\pi R \quad (3.2.1)$$

Donde:

D: Circunferencia del rodillo (420 mm).

R: Radio del rodillo de la laminadora.

$$R = \frac{D}{2\pi}$$
$$R = \frac{420 \text{ mm}}{2\pi}$$
$$R = 66.84 \text{ mm}$$

- Cálculo de la altura máxima de reducción.

$$\Delta h_{max} = \mu^2 R \quad (3.2.2)$$

Donde:

Δh_{max} : Máximo espesor de adelgazamiento en 1 paso de laminación.

R: Radio del rodillo de la laminadora.

μ : Coeficiente de fricción de aluminio con acero inoxidable.

$$\begin{aligned}\Delta h_{max} &= \mu^2 R \\ \Delta h_{max} &= (0.08)^2 (66.84 \text{ mm}) \\ \Delta h_{max} &= 0.42 \text{ mm}\end{aligned}$$

Es necesario conocer el número de pasos de laminación para obtener el espesor requerido, como se muestra a continuación:

- Cálculo del número de pasos de laminación.

$$N = \frac{E - E_r}{\Delta h_{max}} \quad (3.2.3)$$

Donde:

N : Número de pasos de laminación

E : Espesor real del material.

E_r : Espesor requerido.

Δh_{max} : Máximo espesor de adelgazamiento.

$$N = \frac{E - E_r}{\Delta h_{max}}$$

$$N = \frac{3.5 \text{ mm} - 1 \text{ mm}}{0.42 \text{ mm}}$$

$$N = 6 \text{ pasos de laminación.}$$

Adicionalmente, se realizó el cálculo de la deformación total impuesta por el proceso de laminación. Esto con la finalidad de saber el valor de la deformación antes del proceso SPD.

Cálculo de deformación real:

$$\varepsilon = Ln \left(\frac{hi}{hf} \right) \quad (3.4)$$

Donde:

hi: Espesor inicial.

hf: Espesor final.

ε : Deformación real.

- espesor inicial (*hi*): 3.5 mm.
- espesor final (*hf*): 1 mm.

$$\varepsilon = Ln \left(\frac{hi}{hf} \right)$$

$$\varepsilon = Ln \left(\frac{3.5}{1} \right)$$

$$\varepsilon = 125.27\%$$

La deformación real impuesta a la lámina de aluminio 1100 posterior al proceso de laminación corresponde al 125.27%. Posterior al proceso de laminación, se obtuvo una lámina tal como se observa en la Figura 3.2.0 (b), la lámina fue dividida en secciones de 10 cm de largo x 10 cm de ancho, puesto que estas dimensiones son las requeridas por el molde RCS diseñado.

ANEXO 6

Cálculos de distancia interplanar y ángulos de Bragg.

Para ser empleada tal ecuación, es necesario definir primero la distancia interplanar, la cual está en función de los índices de Miller y el parámetro de red (inherentes al propio material) como se muestra a continuación:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (3.3.3.0)$$

Donde:

d_{hkl} = Distancia interplanar en función de los índices de Miller.

a = Parámetro de celda cúbica del material de interés.

h, k, l = Índices de Miller.

La ecuación 3.3.3.0 será empleada a continuación con la finalidad de determinar los ángulos de difracción (Ley de Bragg). Los planos empleados en el presente estudio corresponden a (111), (200) y (220) debido a que son los planos principales para materiales con estructura cristalina FCC.

Los valores de las constantes empleadas en las ecuaciones antes mencionadas se describen a continuación:

$$a_0 = 4.05 \text{ nm}$$

$$n = 1$$

$$\lambda = 1.5405 \text{ nm}$$

- Cálculo de ángulos de difracción para el plano (111).

1.- Empleando la ecuación 3.3.3.0 se tiene que:

$$d_{111} = \frac{4.05 \text{ nm}}{\sqrt{1^2 + 1^2 + 1^2}}$$
$$d_{111} = 2.3382 \text{ nm}$$

2.- Sustituyendo el valor de d_{111} en la ecuación 3.3.3 y despejando la variable θ de la misma, se obtiene que:

$$\sin^{-1} \theta = \frac{(1)(1.5405 \text{ nm})}{(2)(2.3382 \text{ nm})}$$
$$\theta = 19.23^\circ$$

3.- Se obtiene que en ángulo de Bragg en términos de 2θ para ser graficado, es:

$$2\theta = 38.46^\circ$$

Repetiendo el paso 1, 2 y 3 para los planos (200) y (220) obtenemos que:

$$2\theta = 44.71^\circ$$

$$2\theta = 65.08^\circ$$