



Universidad Nacional Autónoma de México

Posgrado en Ciencia e Ingeniería de Materiales

Estudio microestructural y mecánico en láminas de cobre con pureza comercial procesadas por corrugado – planchado repetitivo.

T E S I S

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:

MAESTRO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

PRESENTA:

Ing. Alan Raúl Gómez Rico

TUTOR PRINCIPAL

Dr. Gabriel Ángel Lara Rodríguez

Instituto de Investigaciones en Materiales

MIEMBROS DEL COMITÉ TUTOR

Dr. Gonzalo González Reyes

Instituto de Investigaciones en Materiales

Dr. Arturo Barba Pingarrón

Facultad de Ingeniería



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.

Agradecimientos

Quisiera agradecer a todas aquellas personas que fueron parte de este trabajo y de mi formación.

A mi madre Estela por siempre guiarme, motivarme, darme lo mejor y apoyarme en todas mis metas durante toda mi vida.

A mi madrina Raquel por ser una segunda madre para mí, guiarme y ser una incondicional en mi vida.

A mi padrino Manuel por su esfuerzo y motivación.

A mis hermanos Iván, Jaisiel, Fabián, Daniel y Manuel a quienes amo, sin ellos no sería quien soy ahora y espero estén orgullosos de mí.

A mi novia Sara Herrera por brindarme todo su amor, su comprensión, su motivación, su apoyo en las buenas y malas, y por siempre impulsarme a ser el mejor y soñar alto.

Al Dr. Omar Novelo por su invaluable tutoría, su tiempo y su apoyo que sin los cuales este trabajo no habría sido posible.

Al Dr. Gabriel Lara, por su apoyo y por brindarme toda la confianza.

Al Dr. Gonzalo González por sus consejos y por brindarme un poco de toda su gran experiencia y conocimientos.

A Eliezer Hernández, a Josue Esaú, al Dr. Julio Juárez, al Dr. Arturo Barba, al Dr. Ignacio Figueroa por ser parte importante también de este proyecto.

A mis amigos, Miguel González, Eduardo Gutiérrez, Raúl Vega, Diego Hernández, Juan Pablo, Elena Escalera por siempre brindarme una mano de ayuda o un consejo.

A la Universidad Nacional Autónoma de México por brindarme la posibilidad de seguir mi formación hacia un mejor futuro.

Al CONACYT por otorgarme un apoyo económico para realizar mis estudios.

Índice General

Agradecimientos.....	ii
Índice de figuras.....	v
Índices de tablas.....	ix
Introducción.....	1
Objetivo General:	2
Objetivos Específicos:	2
Capítulo 1. Antecedentes.....	3
1.1 El cobre.....	3
1.1.1 Características generales, fabricación y aplicaciones.....	3
➤ Introducción.....	3
➤ Facilidad de fabricación.....	4
➤ Tratamientos térmicos.....	4
1.1.2 Procesos convencionales de conformado mecánico en cobre.....	5
➤ Laminado.....	5
➤ Extrusión.....	6
1.2 Deformación plástica severa.....	6
1.2.1 Introducción.....	6
1.2.2. Métodos de deformación plástica severa.....	7
➤ ECAP.....	7
➤ Unión por laminación acumulada (ARB).....	9
➤ Torsión en alta presión.....	10
➤ Compresión y extrusión cíclica (CEC).....	11
➤ Corrugado y enderezado repetitivo (RCS).....	12
1.2.3 Investigaciones de deformación plástica severa en cobre.....	17
➤ ECAP.....	17
➤ ARB.....	20
➤ CEC.....	24
➤ RCS.....	25
Capítulo 2. Metodología.....	28
2.1 Materiales.....	28
Tratamiento térmico.....	29

2.2 Diseño del proceso	29
2.3 Microdureza Vickers.....	32
2.4 Pruebas de tracción uniaxial.....	34
2.5 Microscopía.....	35
2.5.1 Microscopía electrónica de barrido	36
2.6 Análisis mecánico dinámico.....	40
2.7 Microscopía electrónica de Transmisión	42
2.8.1 Caracterización de defectos.....	44
Capítulo 3. Resultados.....	46
3.1 Proceso de corrugado – planchado.....	46
3.2 Microdureza.....	48
3.2.1 Factor de inhomogeneidad.....	49
3.3 Ensayo de tracción uniaxial.....	51
3.4 Microscopía óptica.....	54
3.5 Microscopía electrónica de barrido.....	56
3.6 Análisis mecánico – dinámico.....	58
3.7 Microscopía electrónica de transmisión.....	60
Conclusiones.....	65
Recomendaciones.....	66
Referencias bibliográficas.....	67

Índice de figuras

Figura 1.1 Estructura cristalina del cobre a) Celda FCC vista frontal b) Celda FCC vista lateral.

Figura 1.2 Espacios tetragonales presentes en la estructura FCC del cobre. a) vista frontal b) vista lateral.

Figura 1.3 Extrusión por canal angular (ECAP).

Figura 1.4 Rutas de procesamiento de ECAP.

Figura 1.5 Ilustración del proceso ARB.

Figura 1.6 Dibujo esquemático de la técnica de presión en alta torsión.

Figura 1.7 Esquema del proceso de CEC.

Figura 1.8 Esquema del proceso de corrugado – enderezado repetitivo.

Figura 1.9 Ilustración esquemática de la secuencia de corrugado – enderezado repetitivo (RCS).

Figura 1.10 Geometría del dado RCS modificado, t es el ancho y la altura de las pirámides y el ángulo de la pirámide es de 45° .

Figura 1.11 Esquema de la muestra comprimida por los métodos RCS y RCS modificada, a) Región del surco tridimensional para el método RCS, b) Esquema tridimensional de la región del surco para el método RCS modificado, c) Esquema bidimensional de la muestra RCS, d) Esquema bidimensional de la muestra RCS modificado.

Figura 1.12 OM (a) y SEM (b, c) micrografías del refinamiento de granos grandes y bandas de corte de deformación después del primer Paso de ECAP.

Figura 1.13 Gráfico de aumento en la dureza por ECAP.

Figura 1.14 Microestructura con sublímites de grano (líneas blancas) y límites de grano de cobre recocido procesado por ECAP. (a) 0, (b) 1, (c) 4, (d) 8 y (e) 16 pasos.

Figura 1.15 Imágenes ópticas del plano TD en cobre puro a) recocido, b) dos, c) tres y d) cuatro ciclos de ARB, precalentadas a 400°C .

Figura 1.16 Micrografías de SEM en el plano TD de cobre puro, a) uno, b) dos, c) tres, y d) cuatro pasos de ARB, precalentado a 400°C .

Figura 1.17 Variación de microdurezas después de varios ciclos de ARB en cobre puro precalentado a 400°C .

Figura 1.18 Cambios en las propiedades mecánicas de cobre con el número de ciclos. Y distribución de la dureza Vickers.

Figura 1.19 Cambio en las propiedades de tensión de cobre respecto al número de ciclos de ARB.

Figura 1.20 Compresión y extrusión cíclica.

Figura 1.21 Microestructura después de 10 ciclos de CEC.

Figura 1.22 Microestructura después de 20 ciclos de CEC.

Figura 1.23 Microestructura después de 30 ciclos de CEC.

Figura 1.24 Comparación de propiedades mecánicas respecto al número de pasos de cobre procesado por RCS.

Figura 1.25 Propiedades de tensión de diferentes pasos en láminas de cobre.

Figura 1.26 Distribución de la microdureza respecto al número de pasos.

Figura 1.27 Micrografías ópticas de cobre puro comercial sujeto a RCS a) Cobre de referencia, b) después de un Paso, c) después de tres pasos.

Figura 2.1 Perfil sinusoidal a partir del cual se diseñaron las matrices para el proceso.

Figura 2.2 Geometría tridimensional propuesta para el dado del proceso.

Figura 2.3 Ruta para una repetición del proceso corrugado – planchado.

Figura 2.4 Máquina Instron 8802.

Figura 2.5 Matrices para el proceso RCS fabricadas con acero D2.

Figura 2.6 Lámina de cobre procesada por RCS con 1 paso.

Figura 2.7 Huella de HV.

Figura 2.8 Patrones de microindentación aplicados en este trabajo para medir HV.

Figura 2.9 Diseño de probeta para ensayo de tensión (acotaciones en cm).

Figura 2.10 Componentes que forman parte de la columna en un microscopio electrónico de barrido.

Figura 2.11 Esquema del volumen de interacción y las señales producidas.

Figura 2.12 Sistema U – Mo - Al (Uranio, Molibdeno, Aluminio). La imagen de la izquierda corresponde a una micrografía de electrones secundarios donde la información sobre la topografía se aprecia con detalle. La micrografía de la derecha fue obtenida con el detector

de electrones retrodifundidos donde la diferencia de contrastes está asociada a los diferentes pesos atómicos.

Figura 2.13 Esfuerzo sinusoidal aplicado a la muestra, el cual genera una onda sinusoidal de respuesta durante el ensayo de AMD. Midiendo tanto la amplitud de la deformación como el desfase entre la tensión y las ondas sinusoidales de tensión, se pueden calcular el módulo, la viscosidad y la amortiguación. F_d es la fuerza dinámica u oscilatoria y F_s es la fuerza estática o fija.

Figura 2.14 Relaciones AMD. AMD utiliza el ángulo de fase medido y la amplitud de la señal para calcular una constante de amortiguamiento (D) y una constante de resorte (K). A partir de estos valores, se calculan los módulos de almacenamiento y pérdida.

Figura 2.15 Esquema de un TEM.

Figura 2.16 Foto de TEM mostrando dislocaciones en GaAs.

Figura 2.17 Foto mostrando una fractura por corrosión intergranular.

Figura 3.1 Imagen del proceso RCS en láminas de cobre utilizando placas de teflón.

Figura 3.2 Lámina de cobre procesada con 5 pasos por RCS. En los círculos marcados se muestran las zonas de fractura.

Figura 3.3 Gráfico de la variación de la microdureza HV.

Figura 3.4 Microdureza promedio y factor de inhomogeneidad versus número de pasadas.

Figura 3.5 Curvas esfuerzo – deformación de las láminas de cobre procesadas por RCS.

Figura 3.6 Micrografías ópticas de láminas de cobre recocidas a 550°C durante 3 horas, a) 20X y b) 50X.

Figura 3.7 Micrografías ópticas de láminas de cobre procesadas con 4 pasos de RCS, a) 20X y b) 50X.

Figura 3.8 Micrografías de las zonas de fractura en láminas de cobre procesadas por RCS, a) recocido, b) 1P, c) 2P y d) 4P.

Figura 3.9 Análisis mecánico dinámico de láminas de cobre recocido y a 4 pasos de RCS. Gráfico del módulo de almacenamiento vs T.

Figura 3.10 Análisis mecánico dinámico de láminas de cobre recocido y a 4 pasos de RCS. Gráfico del módulo de pérdida vs T.

Figura 3.11 Análisis mecánico dinámico de láminas de cobre recocido y a 4 pasos de RCS. Gráfico de la capacidad amortiguadora vs T.

Figura 3.12 Microestructura obtenida por TEM de cobre laminado. Zona ampliada con arreglo de dislocaciones dispuestas de forma caótica.

Figura 3.13 Microestructura obtenida por TEM de cobre recocido s 550°C durante 3 horas. Zona ampliada con arreglo de dislocaciones en baja densidad.

Figura 3.14 Microestructura obtenida por TEM de cobre recocido s 550°C durante 3 horas. Zona ampliada que muestra un grano recocido.

Figura 3.15 Microestructura obtenida por TEM de cobre procesado con 4 pasos de RCS. Zona ampliada de la parte central donde se observa alta densidad de dislocaciones.

Figura 3.16 Microestructura obtenida por TEM de cobre procesado con 4 pasos de RCS. Zona ampliada donde se observan subgranos localizados.

Índices de tablas.

Tabla 1. Características mecánicas del cobre después de ECAP.

Tabla 3.1 Datos obtenidos de microdureza Vickers sobre láminas cobre procesadas por RCS.

Tabla 3.2 Comparación de microdureza Vickers de diferentes procesos de SPD.

Tabla 3.3 Comparación de Resistencia Máxima y % de elongación de diferentes procesos de SPD.

Tabla 3.4 Datos obtenidos del ensayo de tensión uniaxial sobre láminas de cobre procesadas por RCS.

Introducción

La importancia de los metales y aleaciones en la industria es muy amplia, por este motivo se busca constantemente modificar las propiedades de estos para mejorar su rendimiento para diversas aplicaciones. Actualmente, se ha puesto un gran interés en el mejoramiento de estas propiedades mediante la reducción del tamaño de grano hasta un tamaño nanométrico, debido a que esta reducción puede mejorar considerablemente propiedades tales como la superplasticidad, la resistencia a la fractura, la resistencia mecánica y la dureza.

Recientemente, se observó que, mediante la aplicación de procesos de deformación plástica severa, SPD (“Severe Plastic Deformation”) se pueden obtener tamaños de grano nanométricos. Se han desarrollado varias técnicas de SPD, entre las cuales están “Presión Angular de Canal Constante” (ECAP), “Torsión a Alta Presión” (HPT), “Aleación Mecánica” (MA/MM), “Molienda Mecánica de Alta Energía” (HEBM), corrugado – planchado repetitivo (RCS), la unión por laminación acumulada (ARB), la compresión y extrusión cíclica (CEC), siendo los últimos 3 procesos enfocados a la obtención de láminas. Una de las desventajas de los procesos de SPD es su gran dificultad para aplicarlos a escalas industriales. Los procesos de SPD para la obtención de láminas son los que han incrementado su estudio debido a que estos tienen mayores posibilidades de aplicarse en la industria.

Por otra parte, el cobre es un metal con estructura FCC, no ferroso y con una energía de falla de apilamiento media (78 mJ/m^2), el cual es usado ampliamente en la fabricación de máquinas, instrumentación y electrónica. Se ha observado que en Cu puro que al someterlo a un proceso de SPD [38] mediante la técnica de SPD “Constrained Groove Pressing (CGP)” hubo un incremento en la microdureza y en la resistencia mecánica, con una disminución en la ductilidad del 20%. No se reportaron cambios microestructurales significativos, sólo la obtención de estructuras de bloque celular con tamaño de $0.5 \mu\text{m}$ al aplicarse tres pasos de deformación.

En este estudio, se presenta la modificación de un método de SPD que es adecuado para la producción de láminas de metal con propiedades mecánicas mejoradas. Esta modificación se basa en el método RCS. La modificación propuesta se cree que puede mejorar el método tradicional de RCS, debido a la aplicación de una mayor deformación en un solo paso, determinado mediante ecuaciones aplicadas. El rendimiento de los métodos implementados en materiales laminados se comparó mediante los resultados de este trabajo y de investigaciones previas en cobre con pureza comercial, además se muestran las microestructuras y las propiedades de cada método investigado.

Dado lo anterior, en este trabajo se plantearon los siguientes objetivos:

Objetivo General:

Estudiar el efecto que tiene el proceso de corrugado–planchado repetitivo (RCS por sus siglas en inglés) modificado sobre la microestructura y propiedades mecánicas en láminas de cobre con pureza comercial.

Objetivos Específicos:

- Evaluar y comparar el comportamiento mecánico de lámina de cobre procesada por corrugado–planchado repetitivo modificado a distintos pasos del proceso.
- Evaluar la homogeneidad de la deformación impartida por el proceso RCS modificado apoyándose en la variación de la microdureza.
- Evaluar la capacidad del proceso para inducir un refinamiento de grano.
- Evaluar la influencia del proceso RCS modificado sobre las características de amortiguamiento de las láminas evaluado mediante Análisis Mecánico – Dinámico.

Para dar respuesta a los objetivos planteados, el presente trabajo se divide en tres secciones, en la primera se presentan los antecedentes correspondientes al cobre, sus características físicas y químicas, además de los tratamientos térmicos que se le aplican industrialmente, así como algunas de sus aplicaciones más importantes. También se abarcan antecedentes de los procesos de deformación plástica severa (SPD) actualmente estudiados en el campo de la ciencia de materiales, las generalidades del funcionamiento

de éstos, así como investigaciones realizadas de cada uno de estos métodos en cobre y algunos resultados interesantes son mostrados.

En la segunda sección se describen, los materiales utilizados, la descripción del proceso RCS utilizado, generalidades de las técnicas utilizadas, así como la forma en que se prepararon las muestras para su estudio.

En la última sección se describen y se discuten los principales resultados obtenidos de las diferentes técnicas de caracterización empleadas en este estudio.

Finalmente, con base en los resultados obtenidos, se concluye el efecto que tiene el proceso de RCS modificado sobre la microestructura y propiedades mecánicas.

Capítulo 1. Antecedentes.

1.1 El cobre.

1.1.1 Características generales, fabricación y aplicaciones.

➤ Introducción.

El cobre es un elemento químico de símbolo Cu muy abundante en la corteza terrestre, con una densidad de 8.93 g/cm^3 , con una estructura cristalina cúbica centrada en las caras (FCC) (Fig. 1.1), en la que se distinguen espacios tetraédricos (Fig. 1.2), con grupo espacial $Fm\bar{3}m$, los parámetros de red característicos son $a = b = c = 3.6151 \text{ \AA}$ y $\beta = 90^\circ$ [1], la simetría dominante es cúbica axial. Los planos de deslizamiento preferenciales en este tipo de estructura pertenecen a la familia de planos $\{111\}$ en las direcciones $\langle 110 \rangle$ que corresponde a la dirección más compacta en este tipo de empaquetamiento [1]. Posee un número atómico de 29 y masa atómica de 63.54 u. Tiene un punto de fusión de $1083 \text{ }^\circ\text{C}$ y un punto de ebullición de $2595 \text{ }^\circ\text{C}$. Tiene poca actividad química, se oxida lentamente en ambientes húmedos recubriéndose de una capa de carbonato anticorrosiva, además, su oxidación se favorece en medios ácidos.

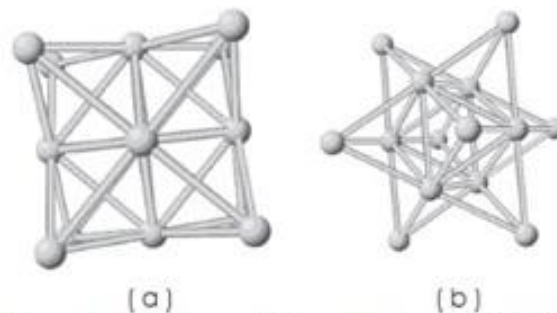


Figura 1.1 Estructura cristalina del cobre. (a) Celda FCC vista frontal (b) Celda FCC vista lateral

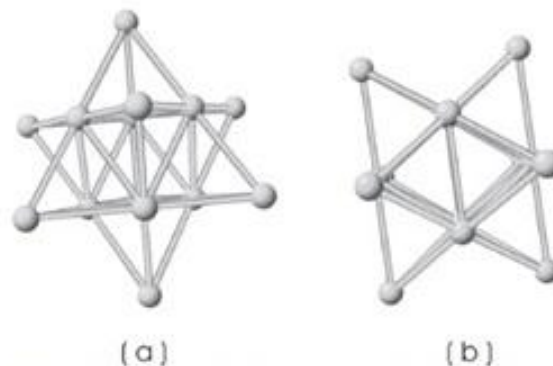


Figura 1.2 Espacios tetragonales presentes en la estructura FCC del cobre. (a) Vista frontal (b) Vista lateral

Este metal posee un color rojizo, es inerte, muy resistente a la corrosión y al desgaste, se caracteriza por una alta conductividad eléctrica y térmica, además de alta ductilidad y maleabilidad lo que lo hace el material más empleado en fabricación de cables eléctricos.

Después del hierro y el aluminio, el cobre es de los metales más consumidos en el mundo, fundamentalmente en los sectores de construcción como tuberías para agua y gas que representa el 40% del destino de la producción de cobre y en el sector eléctrico que representa el 27% [1].

Para mejorar sus propiedades mecánicas, el cobre suele alearse con otros elementos para aumentar su resistencia, aunque la conductividad original disminuye. En relación con estas propiedades, el cobre recocido posee una resistencia a la tracción de 21 – 24 kg/mm², un límite elástico de 9 kg/mm², un alargamiento a la rotura del 46 – 47% y un módulo de Young de 110 GPa [1].

➤ **Facilidad de fabricación.**

El conformado del cobre y sus aleaciones puede llevarse a cabo utilizando distintos procesos de manufactura, tanto a alta como a baja temperatura, como pueden ser el laminado, la extrusión, la forja, el estampado, el estirado, etc. Además, puede ensamblarse por diversos procesos mecánicos y soldarse por procesos tradicionales (tales como el “*soldering*” y “*brazing*”).

➤ **Tratamientos térmicos.**

El cobre y sus aleaciones permiten determinados tratamientos térmicos para fines específicos, los más utilizados son recocido, refinado y temple.

El recocido se refiere al tratamiento térmico de un material expuesto a elevada temperatura, generalmente al 70% de su temperatura de fusión (T_f), durante un periodo de tiempo (normalmente una hora) y, luego enfriado lentamente. El proceso de recocido se lleva a cabo para:

➤ **Eliminar tensiones**

- Incrementar la plasticidad, la ductilidad y la tenacidad.
- Producir una microestructura específica.

Todo proceso de recocido consta de tres etapas:

1. Calentamiento a la temperatura prevista.
2. Mantenimiento o “impregnación térmica” a esta temperatura.
3. Enfriamiento, generalmente hasta temperatura ambiente.

El tiempo es un parámetro importante en estos procedimientos. Durante el calentamiento y el enfriamiento existen gradientes de temperatura entre el interior y la superficie de la pieza; esta magnitud depende del tamaño y geometría de la pieza. Si la velocidad de cambio de temperatura es grande, se genera un gradiente de temperatura que induce tensiones internas que pueden conducir a deformaciones e incluso al agrietamiento. El tiempo de recocido debe ser suficientemente largo para permitir la necesaria reacción de transformación. La temperatura de recocido también es importante; el recocido se acelera al aumentar la temperatura, ya que representa un proceso de difusión [5].

El refinado es un proceso controlado de oxidación seguida de una reducción cuyo objetivo es volatilizar o reducir las impurezas contenidas en el cobre con el fin de obtener cobre de gran pureza.

1.1.2 Procesos convencionales de conformado mecánico en cobre.

- Laminado.

El laminado es un proceso de deformación volumétrica en el que se reduce el espesor inicial del material trabajado, mediante las fuerzas de compresión que ejercen dos rodillos sobre la pieza/material de trabajo. Los rodillos giran en sentidos opuestos para que fluya el material entre ellos, ejerciendo fuerzas de compresión y de cizallamiento, originadas por el rozamiento que se produce entre los rodillos y el metal. Los procesos de laminado requieren gran inversión de capital; debido a ello los molinos de laminado se usan para la producción de grandes cantidades de productos estándar.

Los procesos de laminado se realizan, en su gran mayoría, en caliente por la gran deformación ejercida sobre el material trabajado. Además, los materiales laminados en

caliente tienen propiedades isotrópicas y carecen de tensiones residuales. Los principales inconvenientes que presenta el laminado en caliente son que el producto no puede mantenerse dentro de tolerancias adecuadas, y que la superficie de la pieza queda cubierta por una capa de óxido característica.

➤ **Extrusión.**

La extrusión consiste en tener el material en estado plástico, contenido en una cámara de compresión; se ejerce presión sobre éste obligándolo a salir a través de un dado o boquilla con la forma del perfil que se quiere obtener. Por extrusión se entiende entonces la transformación que sufre un lingote normalmente cilíndrico, que es obligado a fluir a través de un dado con la forma requerida, de sección transversal constante.

1.2 Deformación plástica severa.

1.2.1 Introducción.

Los procesos de deformación plástica severa (SPD) se definen como procesos de formación de metal en los que se impone una gran deformación plástica en un proceso a granel con el fin de fabricar un metal de grano ultrafino [2]. El mecanismo responsable de este efecto todavía está bajo investigación, sin embargo, se cree que las bandas cortantes de corta y larga distancia producidas por deformación plástica juegan un papel importante en la subdivisión de granos y los procesos locales de recuperación dinámica y recristalización contribuyen al refinamiento del grano [3].

El tamaño tan pequeño de los granos y las altas densidades de defectos en el material, le otorgan una elevada resistencia en comparación con materiales de tamaño de grano mayor. Esta alta resistencia usualmente viene acompañada con una baja ductilidad lo cual representa un problema para ciertas aplicaciones [4].

En los procesos de deformación plástica severa se utilizan moldes o dados especiales con distintas geometrías que tiene como finalidad el redireccionar el flujo de material para que éste se encuentre bajo grandes presiones hidrostáticas. Uno de los requisitos más importantes para llevar a cabo este proceso es que el material experimente altas deformaciones sin alterar las dimensiones o morfología de la pieza.

Existe una gran variedad de procesos de deformación plástica severa entre los cuales se encuentran: la molienda mecánica (“*Ball Milling*”); ECAP, presión en canal angular constante (“*Equal Channel Angular Pressing*”); HPT, torsión a alta presión (“*High Pressure Torsion*”); TE, extrusión torsional (“*Twist Extrusion*”); ARB, unión por laminación acumulada (“*Accumulated Roll-Bond*”) y RCS, corrugado-planchado (“*Constrained Groove pressing*”) [4]. A diferencia de los procesos tradicionales ya mencionados anteriormente, en los cuales los bordes de grano formados poseen ángulos bajos¹; en las estructuras formadas por SPD estos ángulos pequeños en borde de grano no ocurren, ya que poseen un alto ángulo, y al mismo tiempo poseen tamaños muy pequeños. Por lo tanto, debido a que la energía de superficie es menor que la energía de borde normal, los bordes de grano de ángulo bajo no son tan eficaces para bloquear deslizamiento [5].

1.2.2. Métodos de deformación plástica severa.

➤ ECAP.

Una de las técnicas de deformación plástica severa mayormente utilizada en los últimos años es la presión en canal angular constante (ECAP). Como se muestra en la Figura 1.3, esta técnica consiste en hacer pasar una barra de material sólido a través de un dado diseñado con un canal de sección constante y un ángulo de intersección abrupto. La deformación se da en el momento en que la barra pasa a través del punto de intersección de las dos partes del canal. La ventaja de este método es que la barra no sufre cambios dimensionales considerables, por tanto, el proceso puede ser repetido varias veces hasta obtener una alta deformación.

¹ NOTA: Un borde de grano de ángulo bajo es un conjunto de dislocaciones que producen una pequeña desviación en la orientación cristalográfica entre redes adyacentes.

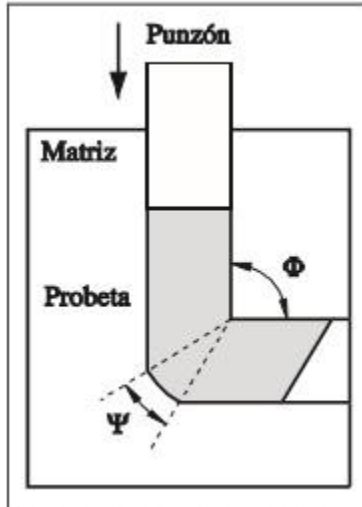


Figura 1.3. Extrusión por canal angular ECAP [6].

La deformación equivalente introducida por ECAP es determinada por la relación integrada del ángulo entre las dos partes del canal (Φ) y el ángulo representado por el arco externo de curvatura cuando las dos partes del canal intersectan (Ψ), en la figura 1.3 este ángulo es 0, debido a que el canal no presenta radio de curvatura. La relación está dada por (1.1):

$$\varepsilon = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left\{ \left(\frac{\Phi}{2} \right) + \left(\frac{\Psi}{2} \right) \right\} + \psi \operatorname{cosec} \left\{ \left(\frac{\Phi}{2} \right) + \left(\frac{\Psi}{2} \right) \right\} \right] \quad (1.1)$$

Donde N es el número de pasos a través del dado durante un proceso repetitivo. La ecuación (1.1) permite calcular la deformación en cualquier combinación de estos dos ángulos, aunque con un ángulo $\phi = 90^\circ$ la deformación introducida equivale aproximadamente a 1 en cada uno de los pasos a través de los dados [6].

Con base en investigaciones se revela la posibilidad de variaciones del comportamiento microestructural en los bordes de la muestra debido a los efectos de fricción entre la muestra y las paredes del dado. Durante el proceso las direcciones y/o rotaciones adquieren una importancia relevante pues mediante la modificación de éstas, pueden desarrollarse diferentes microestructuras y texturas a fin de cambiar los sistemas de deslizamiento activados en cada Paso.

De acuerdo con las investigaciones de Langdon [7], uno de los principales investigadores sobre las técnicas de SPD, se presentan las rutas óptimas para dotar a los materiales de las mejores propiedades mecánicas:

- Sin rotación de la barra, ruta A.
- Rotaciones de 90° con la misma dirección entre cada Paso, ruta B_A.
- Rotaciones de 90° alternadas entre cada Paso, ruta B_C.
- Rotaciones de 180° en la ruta C.

Generalmente la manera más rápida de desarrollar microestructuras de grano ultrafino, que consisten en granos homogéneos, equiaxiales y límites de grano de ángulo alto, es usando la ruta B_C. (Figura 1.4).

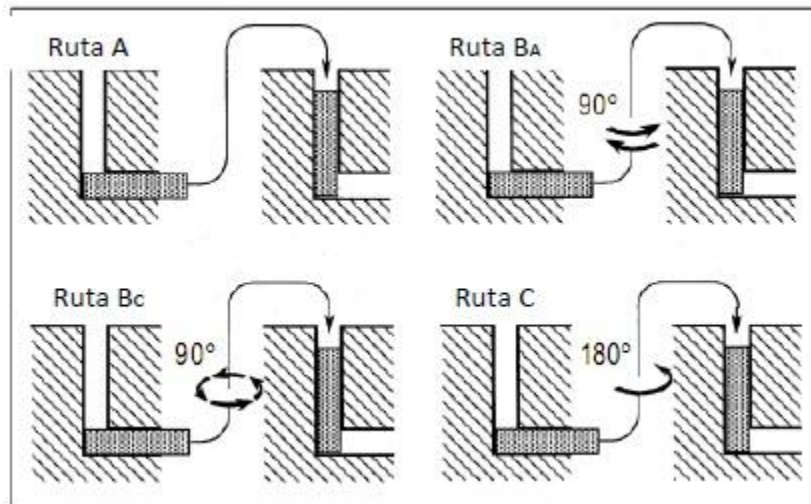


Figura 1.4. Rutas de procesamiento de ECAP [6]

- Unión por laminación acumulada (ARB).

La técnica de unión por laminación acumulada es un proceso que se lleva a cabo bajo la condición de una reducción del espesor del 50% por ciclo (tensión equivalente de 0.8) [8]. La hoja laminada es cortada en dos partes para ser apiladas. Con el fin de eliminar las capas de óxido en la superficie y además para aumentar la capacidad de unión, la superficie de las tiras es desengrasada y cepillada con alambre antes de colocarlas en contacto, posteriormente las hojas son laminadas hasta la mitad de su grosor y este proceso se repite hasta que finalmente se logra una alta deformación acumulada (figura 1.5).

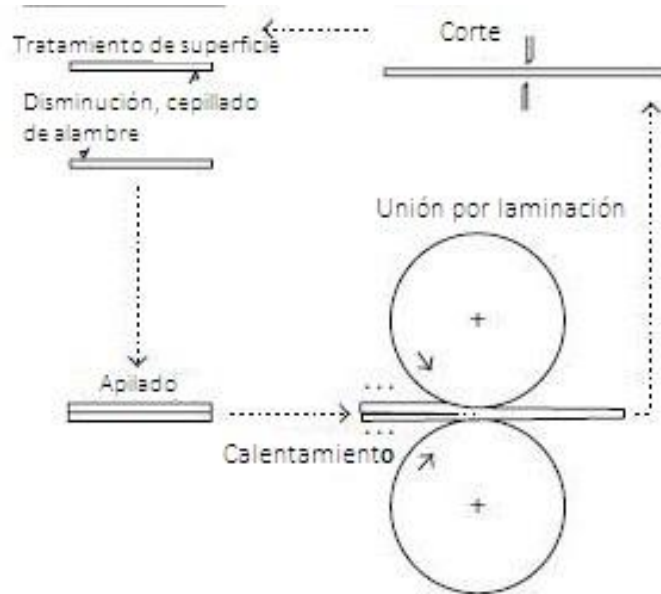


Figura 1.5. Ilustración del proceso ARB [7].

La unión por laminación acumulada a temperatura elevada puede llegar a ser ventajoso para la capacidad de unión, aunque una temperatura muy alta causaría recristalización y eliminaría los efectos de deformación del proceso de laminado.

Para el proceso ARB, la expresión para la deformación equivalente está dada por (1.2).

$$\varepsilon_N = 0.80N \quad (1.2)$$

Donde N es el número de ciclos. El proceso de unión por laminación acumulada puede ser también aplicada para producir materiales compuestos metal – matriz por el revestimiento de mezclado de polvos y sometiendo al compuesto al proceso ARB.

➤ Torsión en alta presión.

En este proceso se tiene un material, generalmente en forma de disco delgado, el cual es sometido a deformación por medio de torsión bajo una alta presión hidrostática. El disco es ubicado en una cavidad ajustada, al ser rotado uno de los bastidores se consigue la deformación rotacional plástica y la cavidad ajustada permite la presión hidrostática. Si el flujo de material debido al ajuste de la cavidad no está presente, el espesor del disco de mantiene constante y la deformación real torsional γ está dada por la siguiente expresión (1.3):

$$\gamma = \left(\frac{r}{h}\right) \varphi \quad (1.3)$$

Donde r es la distancia hacia el centro del disco, φ es el ángulo torsional en radianes y h el espesor de la muestra. La representación esquemática del proceso HTP se presenta en la figura 1.6.

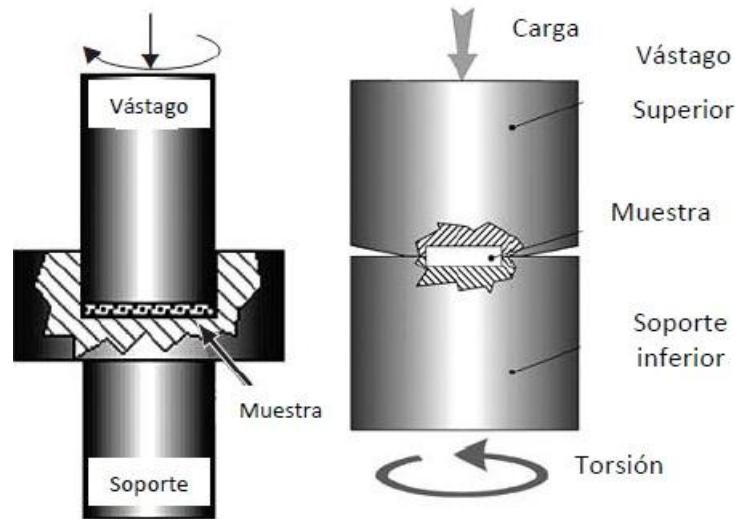


Figura 1.6. Dibujo esquemático de la técnica de presión en alta torsión [29].

La deformación equivalente ε que se introduce en la muestra por el procesamiento HTP está dada por la siguiente relación [29]:

$$\varepsilon = \frac{2\pi r N}{\sqrt{3}t} \quad (1.4)$$

Donde r es la distancia medida desde el centro del disco (o anillo), N es el número de vueltas de torsión y t es el espesor de la muestra.

➤ **Compresión y extrusión cíclica (CEC).**

La compresión y extrusión cíclica (figura 1.7) se desarrolla presionando el material en una cámara cilíndrica de diámetro d_0 con otra cámara con las mismas dimensiones a través del dado con diámetro d_m . De esta manera en el proceso se produce extrusión y las cámaras proveen compresión. Durante el ciclo el material experimenta compresión, posteriormente extrusión y finalmente compresión nuevamente.

La deformación verdadera producida en un ciclo está dada por la siguiente expresión (1.5):

$$\Delta\varepsilon = 4\ln\left(\frac{d_0}{d_m}\right) \quad (1.5)$$

El proceso puede ser repetido N cantidad de veces, generalmente alternando la dirección de aplicación de la carga para obtener $N\Delta\varepsilon$ de deformación requerida [4].

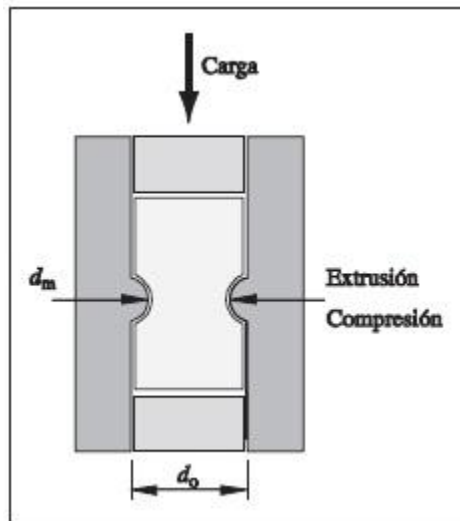


Figura 1.7. Esquema del proceso de CEC [5].

➤ **Corrugado y enderezado repetitivo (RCS).**

Este método tradicional de RCS (figura 1.8) consiste principalmente, como se muestra en la figura 8, en deformar el material utilizando una geometría corrugada y posteriormente enderezarlo por medio de dos planchas planas o por un tren de laminado; repitiendo el proceso se promoverá el refinado del tamaño de grano [4].

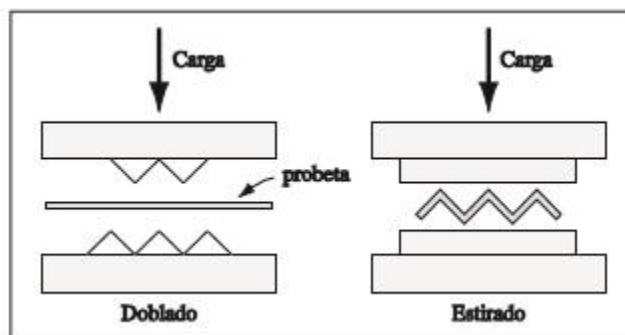


Figura 1.8. Esquema del proceso de corrugado – enderezado repetitivo [4].

Por medio de una adecuada simetría como herramienta de corrugado y la rotación de la zona deformada, puede obtenerse una tensión uniforme en todo el volumen que sufre ciclos de corrugado y enderezado. A medida que las partes del dado presionan la muestra a utilizar, las regiones con inclinación de la pieza se someten a deformación por cizallamiento mientras que las regiones planas permanecen sin cambios. Posteriormente,

la muestra se aplana mediante dos placas planas. Al presionar de manera plana, la región anteriormente deformada se somete a deformación de corte inversa, mientras que las zonas previamente deformadas permanecen sin deformar. Al repetir este proceso, se puede acumular una gran cantidad de tensión plástica en la muestra sin cambiar sus dimensiones iniciales [4].

El valor de la deformación plástica durante el proceso puede calcularse mediante las siguientes ecuaciones [26]:

$$\gamma = \gamma_{xy} = \frac{X}{t} = \frac{t}{t} = 1 \quad (6)$$

$$\varepsilon_{eff} = \sqrt{\frac{2}{9}[(\varepsilon_x - \varepsilon_y)^2 + (\varepsilon_y - \varepsilon_z)^2 + (\varepsilon_z - \varepsilon_x)^2] + \frac{4}{3}(\varepsilon_{xy}^2 + \varepsilon_{yz}^2 + \varepsilon_{zx}^2)} \quad (7)$$

$$\varepsilon_{xy} = \frac{\gamma_{xy}}{2} = \frac{\gamma}{2} \quad (8)$$

$$\varepsilon_x = \varepsilon_y = \varepsilon_z = \varepsilon_{yz} = \varepsilon_{zx} = 0 \quad (9)$$

$$(7), (8), (9) \Rightarrow \varepsilon_{eff} = \sqrt{\frac{4 \left(\frac{\gamma}{2}\right)^2}{3}} \quad (10)$$

$$\varepsilon_{eff} = \frac{\gamma}{\sqrt{3}}; \gamma = 1; \Rightarrow \varepsilon_{eff} = 0.58 \quad (11)$$

El parámetro geométrico, t , se muestra en la figura 1.9. Posterior al primer corrugado – planchado, o primera pasada de presión, el proceso puede seguir de dos maneras. En la primera aproximación, llamada “presión de orientación única”, las regiones inclinadas de la placa permanecen, después de cada pasada, paralelas a la pasada anterior. En el otro enfoque, “presión de orientación cruzada”, las regiones inclinadas de la placa, después de cada pasada, son perpendiculares a la pasada anterior [16].

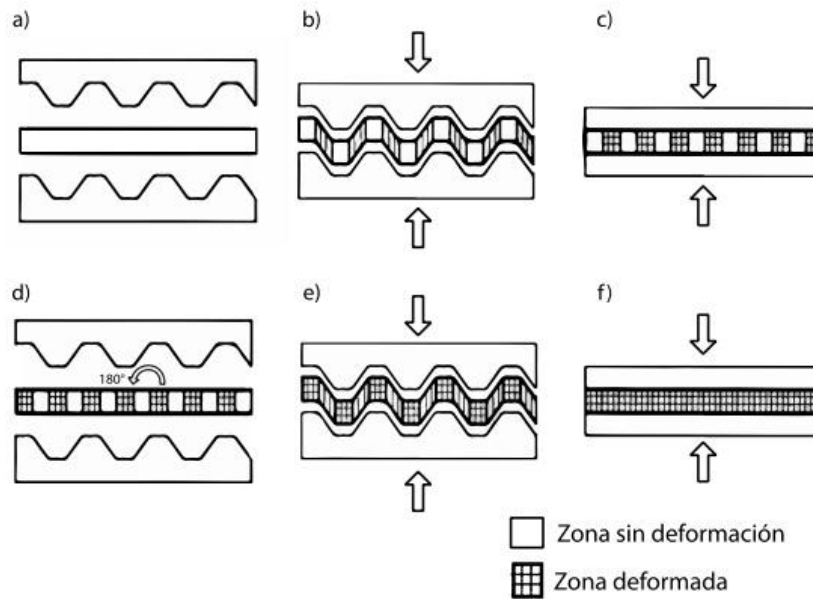


Figura 1.9. Ilustración esquemática de la secuencia de corrugado – enderezado repetitivo (RCS) [16].

Dicho de otra manera, después de cada pasada, la placa gira 90° alrededor del eje vertical. El segundo enfoque tiene como ventaja una tasa de refinamiento mayor a la primera ruta y una menor propensión al agrietamiento debido a una distribución más uniforme de las zonas de flexión y estiramiento, donde los materiales están sometidos a la sollicitación de carga más severa, por lo tanto, propensos a agrietamiento [16].

Este trabajo está enfocado en una modificación del método de deformación plástica severa que se presenta a continuación.

Este método consiste, como se muestra en la figura 1.10, al igual que el método RCS tradicional, en presionar entre dos dados conjugados una lámina, y luego la hoja deformada se comprime entre dos placas planas, sin embargo, este molde posee formas piramidales, en lugar de canales. La figura 1.11 muestra las configuraciones esquemáticas de las matrices del método RCS tradicional y RCS acanalado, comparativamente.

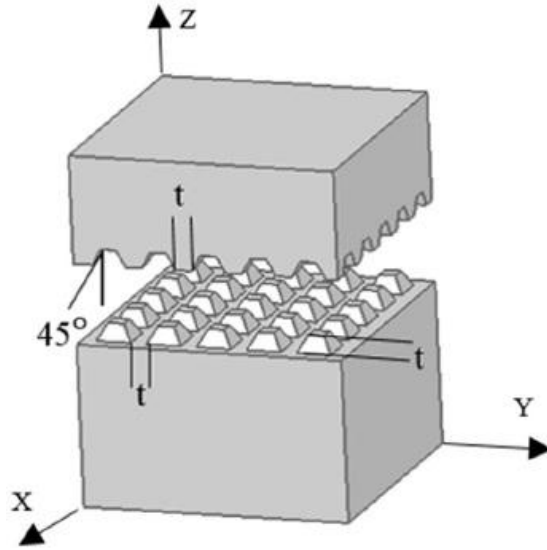


Figura 1.10. Geometría del dado RCS modificado, t es el ancho y la altura de las pirámides y el ángulo de la pirámide es de 45° [25].

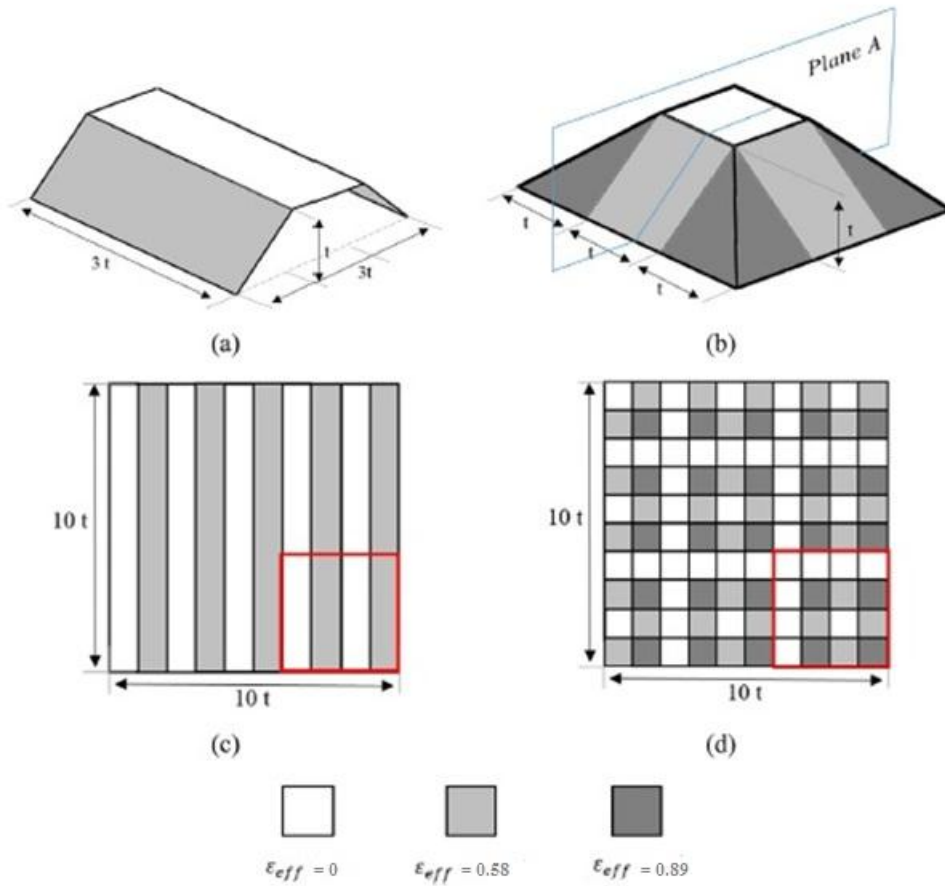


Figura 1.11. Esquema de la muestra comprimida por los métodos RCS y RCS modificada, a) Región del surco tridimensional para el método RCS, b) Esquema tridimensional de la región del surco para el método RCS modificado, c) Esquema bidimensional de la muestra RCS, d) Esquema bidimensional de la muestra RCS modificado [25].

Como puede observarse en la figura 1.11a y c, se muestran las regiones deformadas por RCS. Las zonas blancas representan las zonas no deformadas, y las zonas en gris claro señalan las zonas deformadas. Como es claro, la deformación en las zonas blancas es cero. Acorde con Shirdel [27], la deformación efectiva para un punto en la zona deformada de muestras procesadas por RCS es 0.58. En el método RCS acanalado (figura 1.11b y d), las diferentes zonas de deformación son marcadas con gris oscuro y claro. La deformación de las áreas grises claras incluye la deformación por cizallamiento en una dirección, que puede entenderse fácilmente al cortar la muestra del plano A, pero la deformación de las áreas gris oscuro incluye la deformación por cizallamiento en dos direcciones. La deformación no es uniforme en esta área y en los bordes de la pirámide es mayor. La deformación efectiva aplicada para un punto en los bordes de estas pirámides en la zona deformada para el primer paso de la RCS se calculó como [25]:

$$\gamma = \gamma_{xy} = \frac{X}{t} = \frac{t}{t} = 1 \quad (12)$$

$$\varepsilon_{eff} = \sqrt{\frac{2}{9} [(\varepsilon_x - \varepsilon_y)^2 + (\varepsilon_y - \varepsilon_z)^2 + (\varepsilon_z - \varepsilon_x)^2] + \frac{4}{3} (\varepsilon_{xy}^2 + \varepsilon_{yz}^2 + \varepsilon_{zx}^2)} \quad (13)$$

$$\varepsilon_{zx} = \frac{\gamma_{zx}}{2} y \quad \varepsilon_{zy} = \frac{\gamma_{zy}}{2} \quad (14)$$

$$\varepsilon_x = \varepsilon_y = \varepsilon_z = \varepsilon_{xy} = 0 \quad (15)$$

$$(7), (8), (9) \Rightarrow \varepsilon_{eff} = \sqrt{\frac{4(\varepsilon_{xz}^2 + \varepsilon_{yz}^2)}{3}} \quad (16)$$

$$\varepsilon_{eff} = \sqrt{\frac{2}{3}}; \Rightarrow \varepsilon_{eff} = 0.82 \quad (17)$$

donde γ es el esfuerzo cortante ingenieril, γ_{zx} es el esfuerzo cortante ingenieril en el plano zx, γ_{zy} es el esfuerzo cortante ingenieril en el plano zy, t es el ancho y la altura de la zona de corte de deformación, ε_{eff} es la deformación efectiva, ε_x , ε_y , ε_z , son las deformaciones normales en la dirección de x, y y z, ε_{xy} , ε_{xz} , ε_{yz} son los esfuerzos cortantes en los planos xy, xz e yz, respectivamente.

Como se puede ver en la Figura 1.11c y d, la tensión en el método RCS acanalado es más alta que la RCS, que puede ilustrarse usando la deformación promedio del área especificada. Es fácil calcular que la deformación promedio de la muestra de RCS acanalado es 20.7% más que la de RCS convencional.

La deformación efectiva para la configuración semi circular se puede calcular teóricamente mediante el radio y el espesor de la muestra mediante la siguiente ecuación [41]:

$$\varepsilon_{eff} = n \frac{4}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{r + t}{r + 0.5t} \right)$$

Si consideramos que el diseño del molde en este trabajo es una extrusión de una función sinusoidal en una sola dimensión y utilizando los parámetros establecidos en el diseño del actual trabajo ($r = 4 \text{ mm}$; $t = 0.8 \text{ mm}$) se obtiene una deformación efectiva de ~ 0.8 por cada paso (dos corrugados y dos planchados) lo que nos da una idea de la deformación plástica equivalente aplicada con el nuevo diseño.

$$\varepsilon_{eff} = 4 \cdot \frac{4}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{4 + 0.8}{4 + 0.5 \cdot (0.8)} \right) = 0.8$$

1.2.3 Investigaciones de deformación plástica severa en cobre.

En esta sección se mostrarán los principales resultados de investigaciones en SPD utilizando como material cobre, y así, se mostrarán las principales diferencias, ventajas y desventajas de cada uno de los métodos a comparación de los demás.

➤ ECAP

Como primera aproximación, en estudios de Kommel y colaboradores, sometieron una barra de cobre puro recocido a 11 pasos de ECAP por ruta Bc, la cual se definió en la sección anterior.

La examinación de microestructura reveló que después del primer Paso de ECAP, hubo una reducción en el tamaño de grano (figura 1.12 a y b) y la formación de líneas de deslizamiento. Los granos se alargaron en la dirección de extrusión de la muestra. El ancho del grano o ancho de las bandas de deformación media difiere de un grano a otro en gran medida y varía de 2 a 20 μm (figura 1.12a) [9].

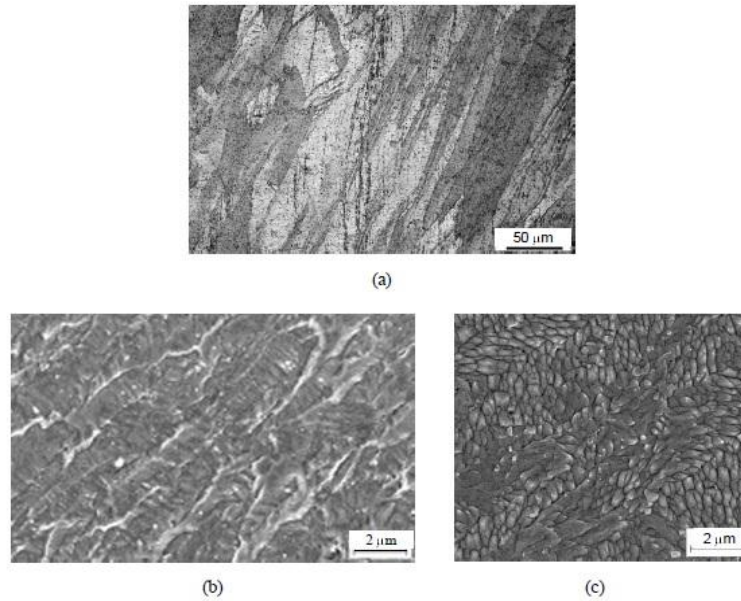


Figura 1.12. OM (a) y SEM (b, c) micrografías del refinamiento de granos grandes y bandas de corte de deformación después del primer Paso de ECAP [9].

Como resultado de una alta densidad de dislocaciones en los granos grandes, se formaron granos con un tamaño de grano aproximado de 200 nm.

Respecto al ensayo de tensión, la muestra recocida de grano grueso tiene la menor resistencia, con un valor de 215 MPa con un valor de alargamiento a la falla del 82%. El proceso por ECAP aumentó significativamente la resistencia a la tracción del material hasta un máximo de 430 MPa.

Además, se evaluó la microdureza y se mostró un aumento inmediato después del primer paso por ECAP y, por ejemplo, después del quinto paso, la dureza aumentó en un 220% en comparación con la inicial. Sin embargo, este incremento no se da de forma lineal, sino que el porcentaje de aumento en la dureza se da en menor medida después de varios pasos y es significativamente menor en comparación con los dos primeros. Esto se muestra en siguiente figura 1.13 [9]:

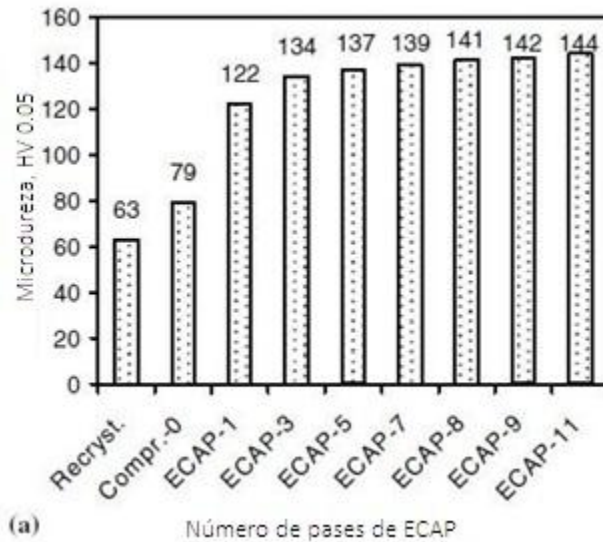


Figura 1.13. Gráfico de aumento en la dureza por ECAP [9].

En otros estudios de Rudskoi y colaboradores (2018), mostraron resultados de propiedades de cobre extrapuro después de un proceso de ECAP, la ruta que se utilizó fue Bc. La deformación total después del proceso fue $\epsilon \sim 6.3$ con un número de pasos $n = 9$. En la tabla 1.1 se muestran los resultados de las pruebas mecánicas realizadas en cobre [10].

Número de pases. n	Límite de fluencia $\sigma_{0.2}$, MPa	Resistencia a la tracción σ_b , MPa	Microdureza Vickers	Porcentaje de elongación δ , %	Contracción Ψ , %
0	98.4	299.4	54.4	47.4	96.3
1	321.7	349.9	93.1	17.4	50.9
2	379.3	390.4	101.6	14.1	45.7
3	398.2	413.8	106.8	12.9	44.4
4	399.5	415.4	108.3	12.9	44.4
5	405	418.3	107.2	12.8	45.1
6	408	419.1	111	12.8	44.6
7	410	420.2	111.5	12.7	43.4
8	409	419.9	107.6	12.6	42.8
9	410	420.4	108.6	12.6	41.7

Tabla 1.1. Características mecánicas del cobre después de ECAP [10].

En investigaciones de J.M. Cabrera (2013), se mostraron caracterizaciones de textura en donde se reporta el comportamiento de las muestras de cobre antes y después del proceso de ECAP. En la figura 1.14 se muestran en líneas negras los límites de grano de ángulo grande con una desorientación de alrededor de 15° , y como líneas blancas se muestran los límites de grano de bajo ángulo con una desorientación de entre 3° y 15° [11].

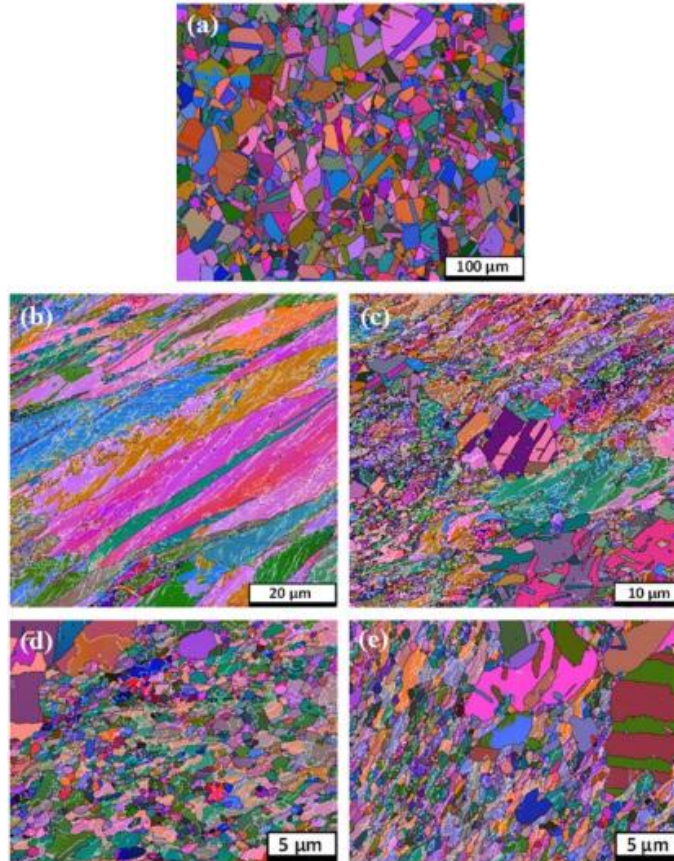


Figura 1.14. Microestructura con sublímites de grano (líneas blancas) y límites de grano de cobre recocido procesado por ECAP. (a) 0, (b) 1, (c) 4, (d) 8 y (e) 16 pasos [11].

Como puede observarse la microestructura del cobre recocido presenta granos equiaxiales con un tamaño de grano promedio de $5.55 \mu\text{m}$ (figura 1.14a). Posterior al primer paso de ECAP, el material muestra granos alargados con un tamaño de grano medio de $1 \mu\text{m}$ (figura 1.14b), mientras que después de 4, 8 y 16 pasos (figura 1.14c – e), se muestra una microestructura más heterogénea con granos alargados (varios micrómetros de diámetro), con un tamaño de grano promedio de 0.5 , 0.44 y $0.49 \mu\text{m}$, respectivamente [11].

➤ **ARB.**

En investigaciones de Tamimi [8], se utilizaron láminas de cobre y se colocaron a precalentar en un horno a una temperatura particular en cada caso ($400^\circ - 550^\circ$), posteriormente se procesaron por ARB a una velocidad circunferencial de 0.47 m/s .

En la figura 1.15 se muestra la evolución de la microestructura en microscopía óptica observando el plano TD de las muestras. La evolución microscópica del cobre puro muestra que, al aumentar el número de ciclos, los granos se vuelven alargados y finos.

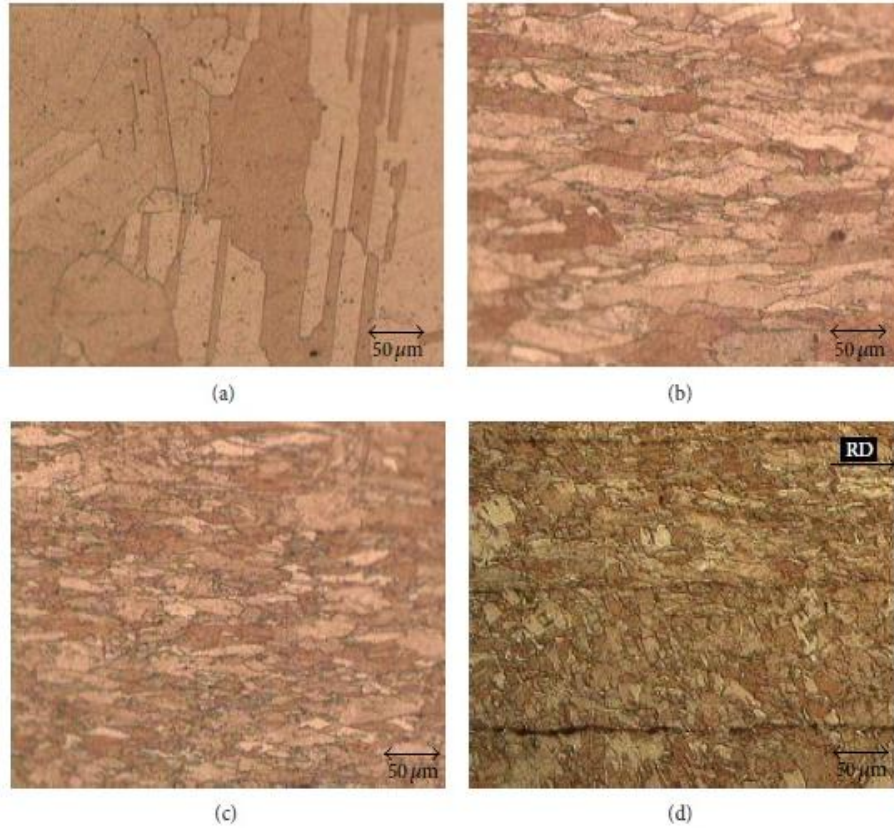


Figura 1.15. Imágenes ópticas del plano TD en cobre puro a) recocido, b) dos, c) tres y d) cuatro ciclos de ARB, precalentadas a 400°C [8].

En la figura 1.16 se presentan las micrografías de SEM de las láminas de cobre después del proceso ARB. Se muestran granos más finos y más complejos por el número de ciclos.

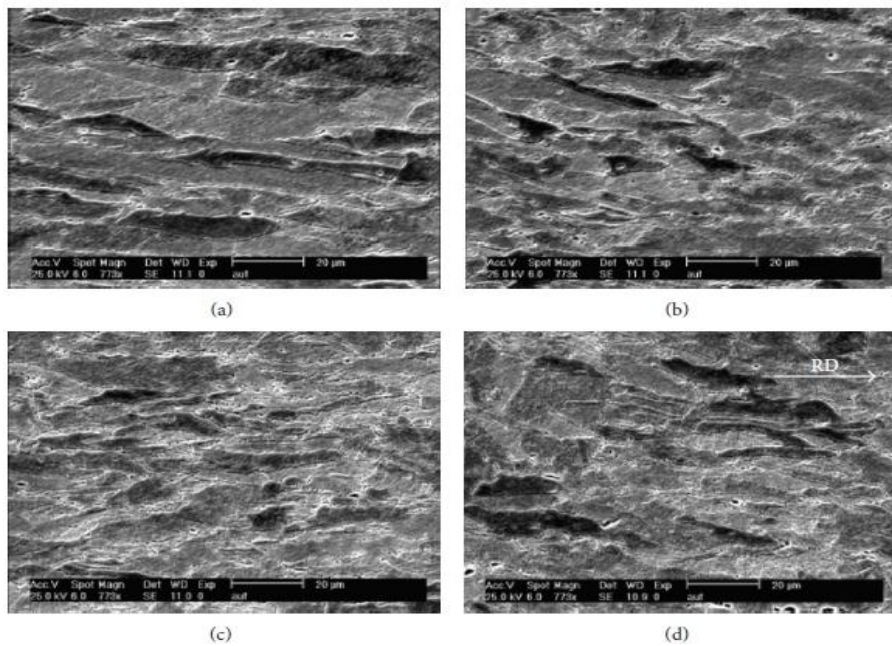


Figura 1.16. Micrografías de SEM en el plano TD de cobre puro, a) uno, b) dos, c) tres, y d) cuatro pasos de ARB, precalentado a 400°C [8].

Estos resultados muestran que la tasa de refinamiento de grano disminuye a ciclos más altos, la tasa de refinamiento más alta está relacionada con el primer ciclo.

Respecto a las propiedades mecánicas reportadas en esta técnica de SPD, en la figura 1.17 se muestran los cambios en la microdureza Vickers con ciclos de ARB. En las muestras de cobre puro la dureza aumentó considerablemente después del primer ciclo y disminuyó después del segundo Paso de ARB.

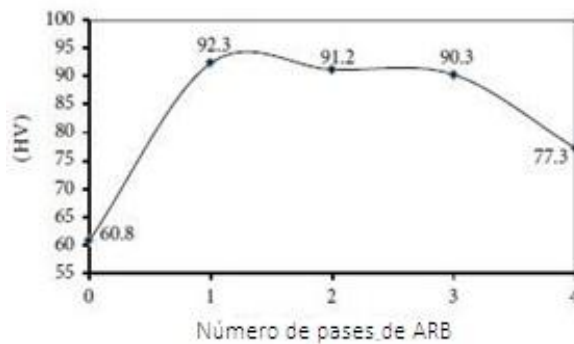


Figura 1.17. Variación de microdurezas después de varios ciclos de ARB en cobre puro precalentado a 400°C [8].

En investigaciones de S.H. Lee [12], se procesaron láminas de cobre puro por ARB, la tasa de deformación inicial fue de 10^{-3} s^{-1} , la variación de la dureza Vickers se midió con la carga 0.98 N.

Las propiedades mecánicas de las muestras procesadas por ARB se muestran en la figura 1.18 como una función de la tensión equivalente. La resistencia a la tracción de las muestras procesadas aumentó hasta una deformación de ≈ 2.4 . Después de 3 ciclos de ARB llegó a 381 MPa, que es aproximadamente 2 veces mayor que el valor inicial.

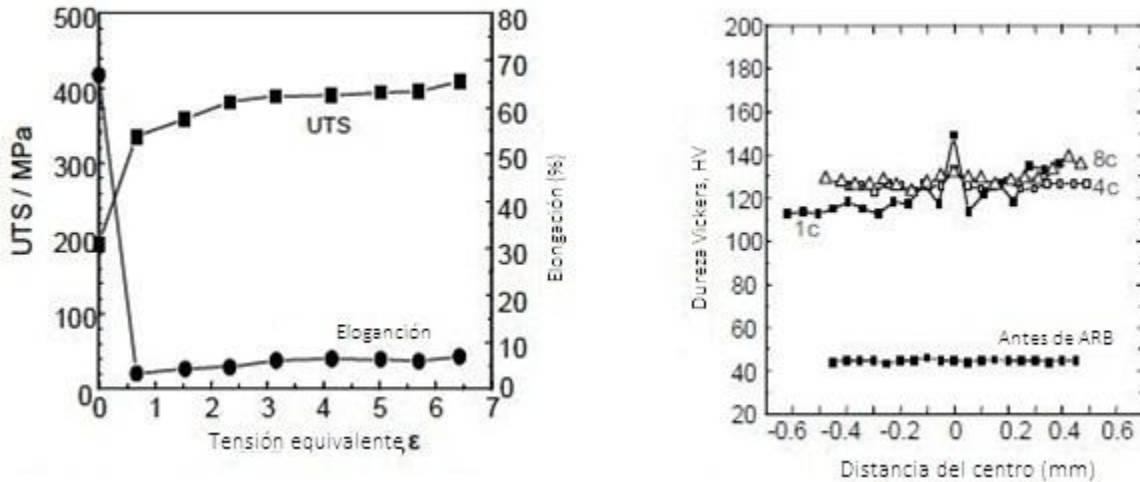


Figura 1.18. Cambios en las propiedades mecánicas de cobre con el número de ciclos. Y distribución de la dureza Vickers [12].

S. Z. Han estudió el comportamiento mecánico de cobre puro producido por ARB en relación con la evolución microestructural [12]. En la figura 1.19 se muestra el incremento en las propiedades de tracción del cobre con respecto al número de ciclos de proceso de SPD. Tanto el rendimiento como los valores de resistencia a la tracción aumentaron drásticamente en el primer y segundo ciclo del proceso SPD. Acompañado con el aumento en el nivel de resistencia, el valor de elongación disminuyó mayoritariamente en el primer ciclo del proceso de ARB [13].

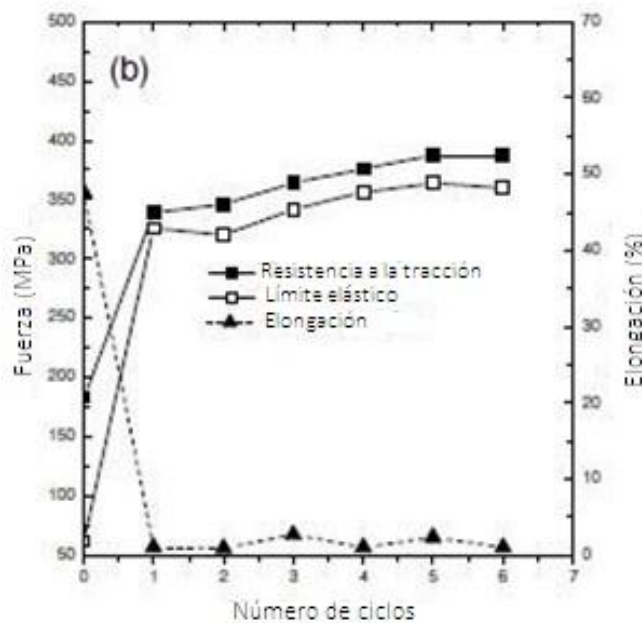


Figura 1.19. Cambio en las propiedades de tensión de cobre respecto al número de ciclos de ARB [13].

➤ CEC.

Por medio de compresión por extrusión cíclica (CEC) se estudió cobre policristalino Cu 99.99%. Estas investigaciones por CEC (figura 20), se llevaron a cabo con una deformación de $\epsilon = 0.65$ [14].

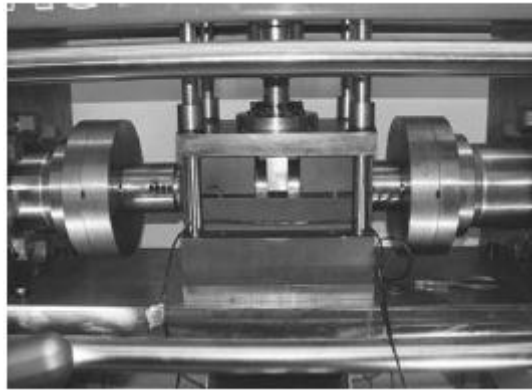


Figura 1.20. Compresión y extrusión cíclica [14].

En las micrografías tomadas por microscopía óptica (figura 1.21 a 1.23) se muestra la evolución de la microestructura de las muestras de cobre deformadas por CEC. Se encontró un aumento considerable de la densidad de bandas con el aumento de la deformación. En la etapa inicial de deformación, las bandas fueron detenidas dentro de los granos de cobre (figura 1.21) [14].

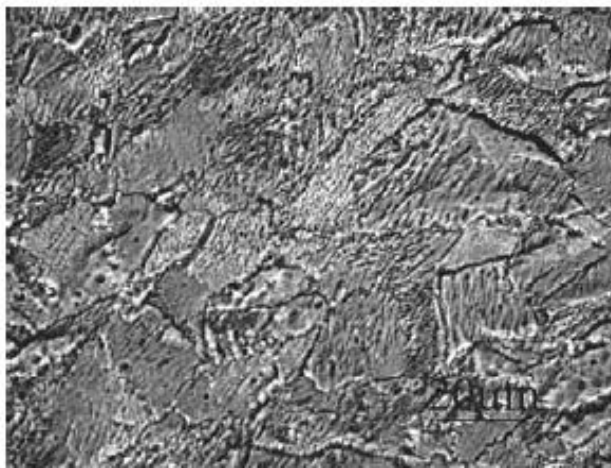


Figura 1.21. Microestructura después de 10 ciclos de CEC [14].



Figura 1.22. Microestructura después de 20 ciclos de CEC [14].

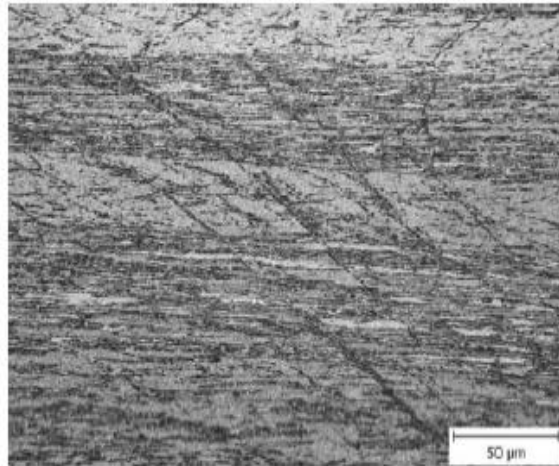


Figura 23. 1. Microestructura de cobre después de 30 ciclos de CEC [14].

Respecto a la microdureza las muestras de cobre procesadas por CEC llegaron a un valor máximo de 100 HV, aumentó un 10% de su valor inicial.

➤ RCS.

Estudios realizados bajo este método (RCS) en cobre con pureza comercial mostraron resultados similares a los que se han obtenido por ECAP igualmente en cobre.

Las láminas de cobre se deformaron plásticamente hasta un total de tres pasos a temperatura ambiente, impartiendo una deformación total de 3.48. Se detuvo la deformación pues se observaron microfisuras en la superficie de las láminas más allá del tercer paso [15].

En el análisis microestructural se mostró que el tamaño medio de grano disminuyó de 74 a 39 μm después del tercer paso, el cual es el tamaño promedio reportado en cobre por RCS.

Al igual que ocurrió por el método ECAP, la tasa de refinamiento de grano es muy alta durante las primeras etapas de la deformación, mientras que, durante las etapas siguientes, la tasa de refinamiento disminuye drásticamente y continúa así.

Respecto a su comportamiento mecánico el límite elástico aumenta significativamente hasta en nueve veces, desde 32 MPa a 292 MPa, por otro lado, la resistencia a la tracción aumenta en un 50%, de 207 MPa a 309 MPa. Todo esto después del primer paso y se resume en la siguiente figura:

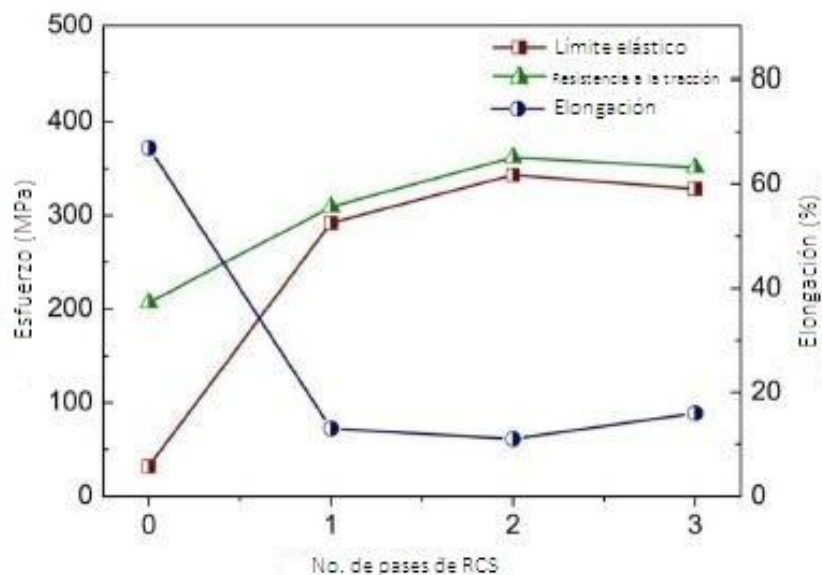


Figura 1.24. Comparación de propiedades mecánicas respecto al número de pasos de cobre procesado por RCS [15].

La elongación cae de un 67% hasta un 13% después del primer paso. Sin embargo, después del tercer paso, la ductilidad incrementa a un 16% y esto se asocia a procesos de recuperación dinámica [15].

Por otro lado, en estudios realizados en cobre puro por Mohammadi (2014), se observó que al aumentar el número de pasos el rendimiento y la resistencia a la tracción después de dos pasos llegó a un alto valor.

El porcentaje de la elongación disminuye al aumentar el número de pasos, alcanza un valor mínimo del 18% después de dos pasadas con un valor inicial del 43%.

Otra propiedad evaluada fue la dureza, se demostró que, después de una pasada la dureza aumenta alrededor del 160%. Sin embargo, en el segundo paso únicamente crece en un 10% en comparación con el primer paso (figura 1.25) [16].

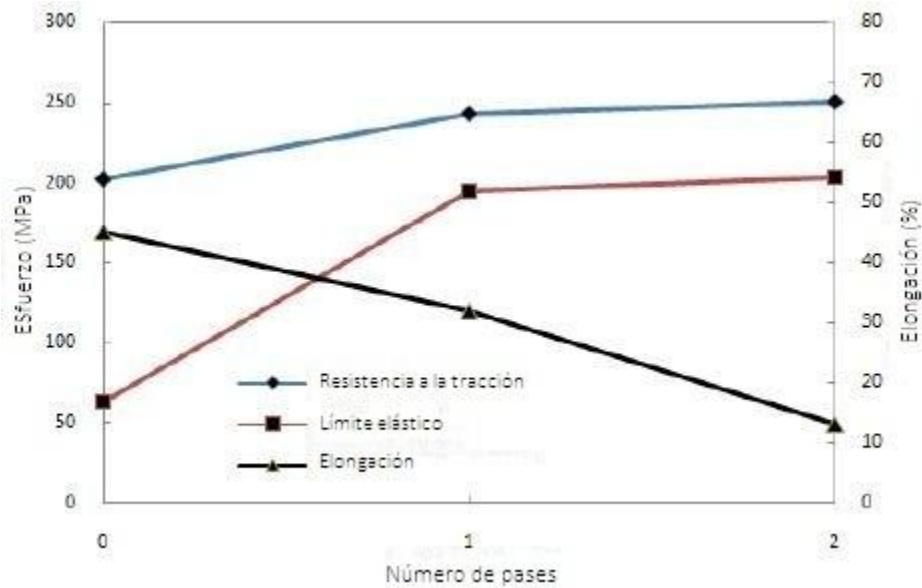


Figura 1.25. Propiedades de tensión de diferentes pasos en láminas de cobre [16].

En la figura 1.26 se muestran la distribución de microdurezas para cada Paso de RCS. En la imagen se muestra que, después del primer Paso, la dureza de las muestras se incrementó cerca del 160%. Pero en el segundo Paso, sólo incrementó el 10% comparado con el primer Paso de RCS.

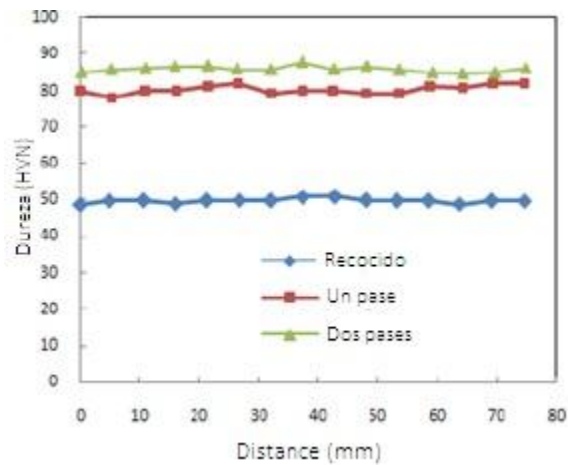


Figura 1.26. Distribución de la microdureza respecto al número de pasos [16].

Para validar la reducción del tamaño de grano y los cambios microestructurales durante el proceso de RCS fueron examinados por microscopía óptica (figura 27).

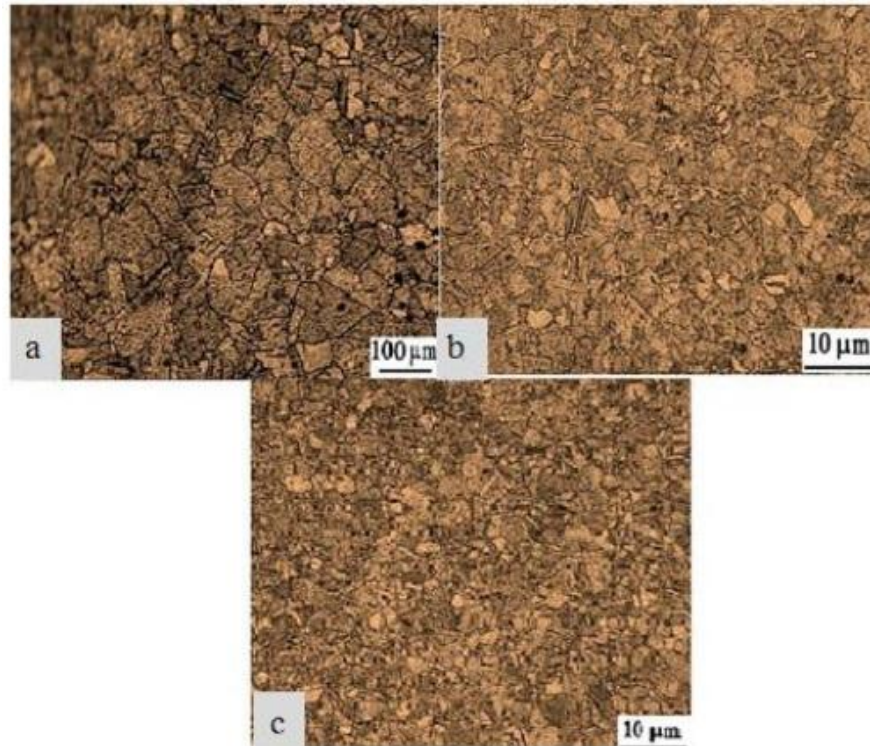


Figura 1.27. Micrografías ópticas de cobre puro comercial sujeto a RCS a) Cobre de referencia, b) después de un Paso, c) después de tres pasos.

El tamaño de grano original de la muestra sin deformación es de $60\ \mu\text{m}$, posterior a 4 pasos el tamaño de grano se redujo hasta $950\ \text{nm}$ [16].

Capítulo 2. Metodología.

En esta sección se describen los detalles de la parte experimental, las técnicas que se utilizaron. En cada caso se esquematizan las generalidades del funcionamiento.

2.1 Materiales

Se eligió utilizar cobre con una pureza del 99.9% (C1100) dado que posee una ductilidad alta por lo que se consideró que resistiría una gran cantidad de deformación, además de poder generar maclas y ser uno de los materiales mayormente utilizados en la industria.

Se partió de una placa de cobre de calibre 26 (espesor de $0.8\ \text{mm}$) y con medidas de $61 \times 30\ \text{cm}$. Para ser procesadas, las láminas fueron cortadas en cuadros de $12.5 \times 12.5\ \text{cm}$ empleando una cizalla.

Tratamiento térmico.

La placa de cobre comercial proviene de un proceso de laminado por lo que para mejorar su ductilidad es necesario aplicar un tratamiento térmico de recocido. Una vez dimensionadas las placas se realizó el tratamiento térmico de recocido. Las probetas se envolvieron en papel aluminio para disminuir la oxidación durante el tratamiento térmico y se llevaron a una temperatura de 550 °C, la temperatura se mantuvo durante tres horas, posteriormente se enfriaron en el horno hasta alcanzar la temperatura ambiente.

2.2 Diseño del proceso

Para la fabricación del dado a utilizar en el proceso RCSm, se optó por un diseño de perfiles sinusoidales que se intersectan perpendicularmente. Tal perfil se muestra en la figura 2.1 junto con la ecuación que lo compone [17].

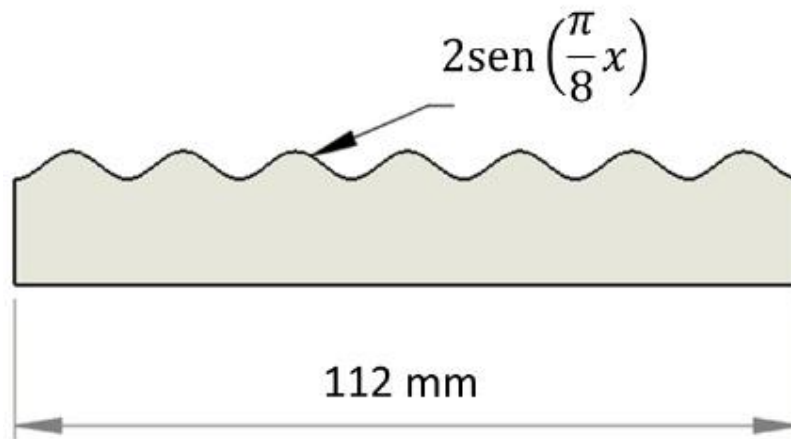


Figura 2.1. Perfil sinusoidal a partir del cual se diseñaron las matrices para el proceso [17].

Se eligió esta función para favorecer los esfuerzos de corte con los ángulos de 45° que se forman entre valles y crestas, mientras que la intersección perpendicular tiene por objetivo disminuir la anisotropía que generan otros tipos de matrices acanaladas. Los diseños tridimensionales resultantes del dado se muestran en la figura 2.2.

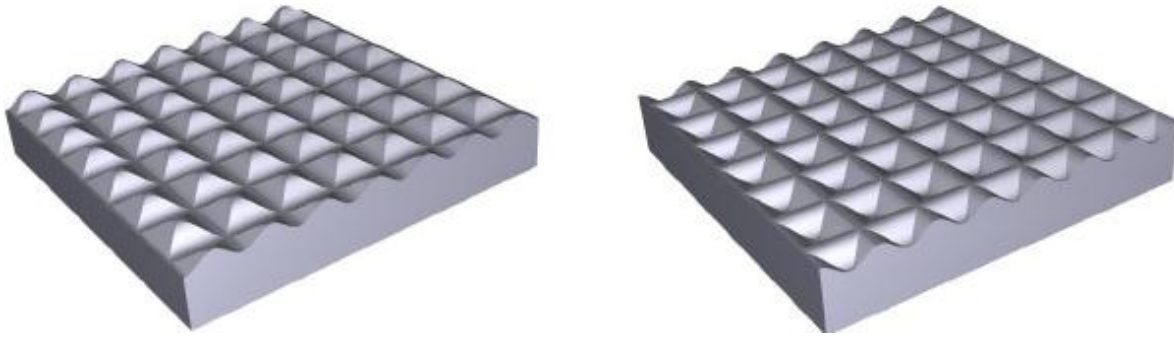


Figura 2.2. Geometría tridimensional propuesta para el dado del proceso [17].

Una de las características más relevantes de esta geometría es su capacidad de generar deformación heterogénea en la lámina, pues, esta propicia una mejora en la resistencia del material sin penalizar en gran cantidad la ductilidad.

Para lograr obtener heterogeneidad en la deformación, se planteó una geometría del dado que al girar 90° permite que los valles y las crestas se alternen, concentrando la deformación en los valles.

La ruta utilizada en el proceso se muestra en la figura 2.3. Así, se colocó la muestra entre las dos caras del dado asegurándose que permanezca bien alineado, además la lámina se colocó en medio de dos placas de teflón de 0.4 mm de espesor para reducir la fricción entre la lámina y dado, posteriormente se lleva la máquina a comprimir el dado hasta que cierre a su totalidad, terminado esto, se retira la carga y el dado, la placa deformada se coloca entre dos placas de acero e igualmente se comprime utilizando la misma carga para eliminar el deformado. Ya teniendo la placa sin deformación, se repite el mismo procedimiento girando la placa 90° sobre su mismo eje para obtener una deformación más homogénea. Esto se considera un paso completo.

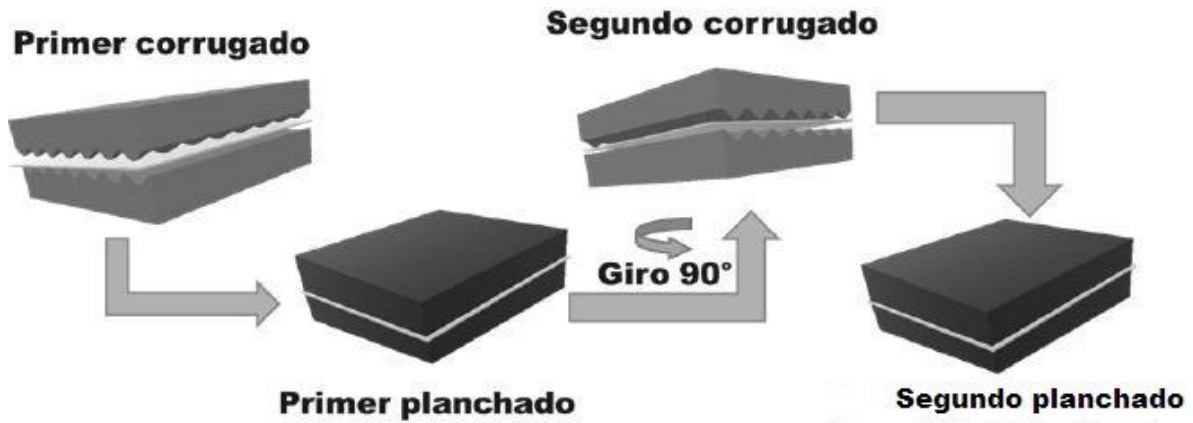


Figura 2.3. Ruta para una repetición del proceso RCSm [17].

Para realizar el proceso de deformación plástica severa se utilizó una máquina Instron modelo 8802 de 25 toneladas, como se muestra en la figura 2.4 y se utilizó una carga de 100 kN y una velocidad de deformación de 20 kN/min.



Figura 2.4- Máquina Instron 8802.

Las matrices utilizadas para el proceso RCSm se fabricaron en acero D2 mediante maquinado, tales matrices se muestran en la figura 2.5.

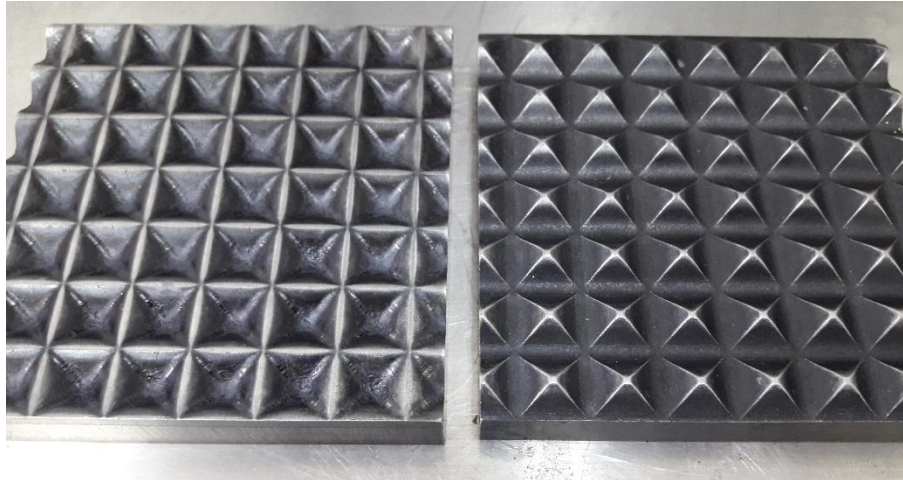


Figura 2.5. Matrices para el proceso RCS fabricadas con acero D2.

Se procesaron 3 láminas para cada condición, es decir, para 1, 2 y 4 pasos. La lámina con un Paso se muestra en la siguiente figura 2.6.

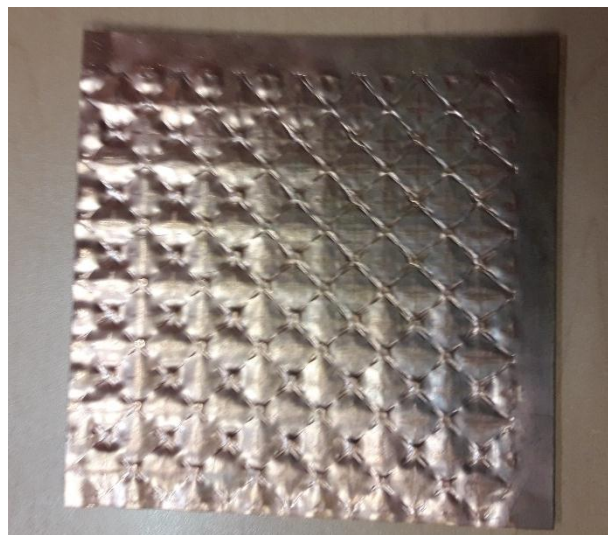


Figura 2.6. Lámina de cobre procesada por RCS con 1 paso.

Al finalizar con el procesamiento de las láminas de cobre por RCSm se procedió a evaluar la heterogeneidad de la deformación, pues es una de las variables más importantes y que caracterizan este método de SPD. Esto se hizo mediante la comparación local de la dureza por su fácil implementación y grado de exactitud.

2.3 Microdureza Vickers.

El ensayo de dureza Vickers (HV) emplea un indentador de diamante en forma de pirámide cuadrangular. Tal penetrador se aplica de manera lenta y perpendicularmente a la

superficie bajo la acción de una carga P. Esta carga se mantiene durante un tiempo determinado, posteriormente a carga se retira y se calcula partiendo de la fuerza en Newton y de la diagonal en mm² de la huella de la pirámide según la ecuación 2.1:

$$HV = 1.8544 \left(\frac{P}{d^2} \right) \quad (2.1)$$

Donde:

P: carga aplicada en N

d: Diagonal media de la huella en mm.

La diagonal (d) es el valor medio de las diagonales de la huella (d₁) y (d₂) figura 2.7.

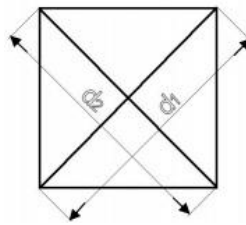


Figura 2.7. Huella de HV.

El valor que arroja la prueba se expresa en HV_x, donde x indica la masa en kg equivalente a la carga aplicada: cuando este valor de x se encuentra en el intervalo de 1 – 1000 g se considera que es una microindentación, por lo tanto, se conoce como microdureza.

Como ya se mencionó, este ensayo permite determinar la cantidad y distribución del endurecimiento que sufre el material después de ser procesado. Por esto se aplicaron 100 mediciones para 1, 2 y 4 pasos de corrugado – planchado modificado, para poder evaluar la homogeneidad de la deformación impartida en toda la lámina. Los patrones de los ensayos de microdureza se muestran en la figura 2.8.

Las mediciones en los ensayos de dureza se realizaron en un microdurómetro Shimadzu HMV-G aplicando una carga de 100 gramos (HV_{0.1}) durante 10 segundos.

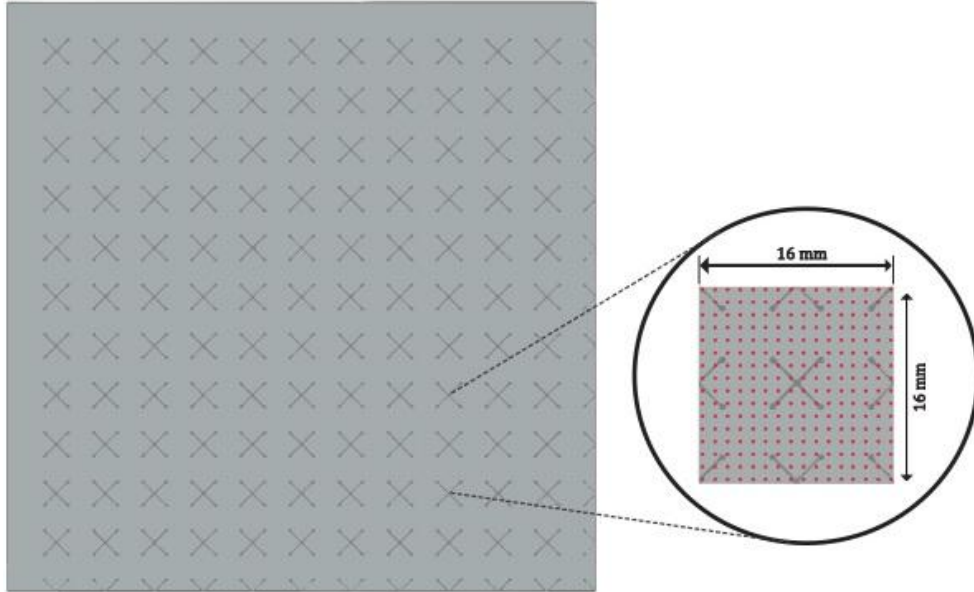


Figura 2.8. Patrones de microindentación aplicados en este trabajo para medir HV [49].

2.4 Pruebas de tracción uniaxial.

Una de las formas de evaluar la evolución en las propiedades mecánicas es por medio de un ensayo de tracción uniaxial. Esta prueba proporciona el cálculo de la curva esfuerzo – deformación real y de esta forma se pueden obtener otros valores como el límite de cedencia y el porcentaje de elongación del material.

Las probetas para el ensayo de tracción se cortaron basándose en la norma ASTM E8M, mediante un punzón y un dado de acero D2. Dichas probetas tienen las dimensiones mostradas en la figura 2.9. Los ensayos fueron realizados en una máquina universal Instron modelo 1125 de 10 toneladas, los parámetros para el ensayo de tensión fueron realizados a una velocidad de cabezal de 0.5 mm/min, además se utilizó un extensómetro de contacto instron G51-12MA.

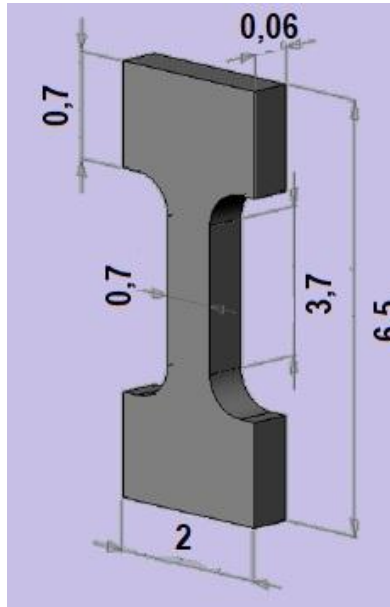


Figura 2.9. Diseño de probeta para ensayo de tracción (acotaciones en cm)

2.5 Microscopía

Desde hace décadas la microscopía ha sido una de las herramientas más utilizadas para el estudio microestructural de los materiales a grandes escalas. Una de ellas es la microscopía óptica, la cual nos permite observar la morfología de una superficie, y así, poder visualizar detalles de la muestra como la distribución de los granos, el tamaño de grano, inclusiones, oxidación, etc. Esto es posible debido a la interacción que existe entre un haz de fotones y el espécimen.

La preparación metalográfica para obtener un correcto acabado de las muestras de lámina de cobre y así poder visualizar a detalle la morfología superficial. La preparación se realizó mediante un desbaste utilizando lijas no. 400, 600, 800, 1200 y 1500. El pulido con paño se realizó empleando alcohol etílico y alúmina en suspensión con tamaño de 1 μm . Posteriormente, se preparó un reactivo para atacar la muestra con acabado espejo y revelar su microestructura, el reactivo utilizado consta de 95 ml de alcohol etílico, 3 ml de cloruro férrico y 2 ml de ácido clorhídrico. Se atacó cubriendo la superficie de la muestra con el reactivo por un tiempo aproximado de 3 minutos.

2.5.1 Microscopía electrónica de barrido

Además de la microscopía óptica, la microscopía electrónica es, actualmente, una de las herramientas más empleadas para el estudio microestructural de todo tipo de materiales, una de las ventajas que ofrece ésta sobre la microscopía óptica, es la alta resolución, además del poder conocer otro tipo de información, como lo es la orientación de los granos, tamaño, distribución, identificar imperfecciones cristalinas, entre otros.

Las imágenes de un microscopio electrónico se obtienen mediante la detección, procesamiento y visualización de las señales resultantes de las interacciones entre un haz de electrones de alta energía con la materia. Estas interacciones pueden proporcionar información sobre topografía, composición y estructura.

Todos los microscopios electrónicos de barrido constan de un cañón electrónico en una columna de alto vacío, del orden de 10^{-5} mm de Hg, en la cual se genera un haz de electrones de alta energía de entre 5 – 30 kV (Figura 2.10). Este haz es colimado por una serie de lentes electromagnéticas y focalizado sobre la muestra analizada. Los detectores registran las señales originadas por la interacción entre el haz de electrones y la muestra, que son procesadas y visualizadas en el sistema final de observación (monitor o pantalla de computadora). El cañón electrónico es el primer componente de la columna del microscopio y es el que produce el haz de electrones. Consta de un filamento emisor de electrones que son luego acelerados por un ánodo polarizado positivamente a una tensión variable entre unos 5 y 30 kV. Actualmente existen diferentes tipos de cañones electrónicos. El sistema original de filamento de tungsteno está siendo reemplazado por el cátodo de LaB_6 y el cátodo frío de emisión de campo (FEG) [32].

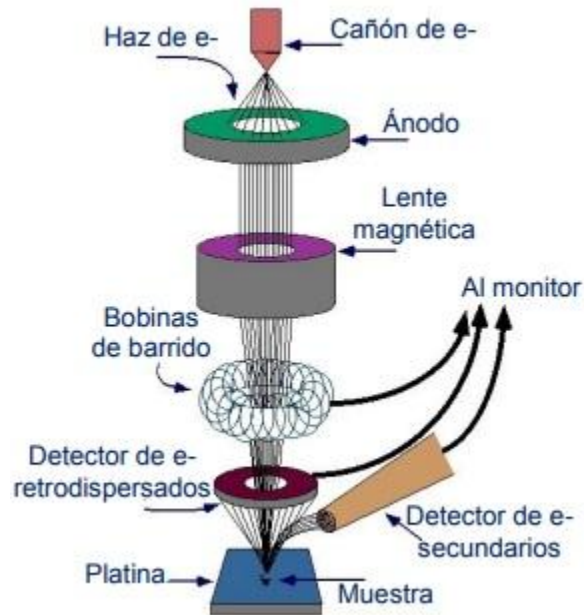


Figura 2.10. Componentes que forman parte de la columna en un microscopio electrónico de barrido [44].

La parte final de la columna del microscopio electrónico es la cámara con cierre de vacío que contiene la platina donde se coloca la muestra. Un conjunto de controles externos permite desplazar esta platina según los tres ejes xyz y variar su orientación según dos ejes de rotación. En esta cámara se colocan los detectores para registrar las distintas señales emitidas por la muestra.

Volumen de interacción

Las señales que se utilizan para la obtención de la imagen provienen de un cierto volumen debajo de la superficie de la muestra. El haz de electrones penetra una cierta distancia debajo de la superficie e interactúa con los átomos de la muestra a lo largo de su trayectoria. Las señales que se originan por estas interacciones provienen entonces del llamado volumen de interacción. La forma y dimensiones de este volumen son otros factores que determinan la resolución del microscopio. En la figura 2.11 se esquematiza la forma característica de este volumen y los tipos de señales generadas por la interacción electrón-muestra. Se puede ver que siendo las dimensiones de este volumen mayores que el diámetro del haz incidente son las que, finalmente, limitan el poder de resolución de un SEM.

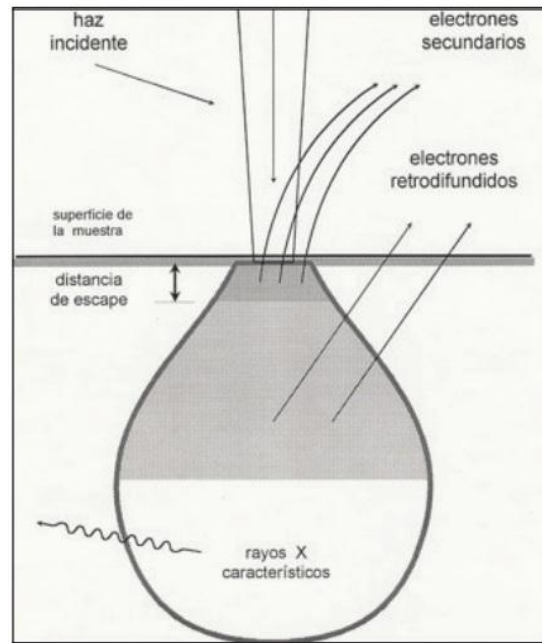


Figura 2.11. Esquema del volumen de interacción y las señales producidas [33].

Los electrones secundarios (Secondary Electrons) son electrones que han sido dispersados inelásticamente por la interacción de los electrones del haz incidente con la muestra. Están caracterizados por una energía baja del orden de los 20-50 eV. Dada esta baja energía, sólo pueden llegar a la superficie los originados en una pequeña zona contigua a la superficie de la muestra. Las pequeñas dimensiones de esta zona son las que permiten obtener las imágenes de máxima resolución. Los electrones retrodifundidos (Backscattered Electrons) son los electrones del haz incidente que han sido dispersados en forma elástica por los átomos de la muestra. Su energía es próxima a la del haz incidente: 10-30 keV. Se originan en zonas más profundas del volumen de interacción y la resolución espacial de las imágenes correspondientes es peor. Pero dada la fuerte dependencia de la emisión de electrones retrodifundidos con el número atómico Z , este modo de visualización permite detectar variaciones de la composición en distintos puntos de la muestra analizada. Zonas de mayor número atómico son más eficientes en la emisión de electrones retrodifundidos y aparecen por lo tanto más brillantes en la imagen [33].

Interpretación.

El contraste de una micrografía en el modo de electrones secundarios (modo emisivo) proviene de las variaciones en la topografía de la muestra. Más electrones secundarios pueden ser colectados de una saliente o escalón de la muestra que de una depresión o cavidad. Las salientes aparecen entonces más brillantes que las depresiones, hecho que hace que la interpretación de las micrografías sea inmediata. Las micrografías de SEM en el modo de electrones secundarios tienen entonces los mismos efectos de luz y sombra que una imagen óptica de la misma superficie (Figura 2.12). En el modo emisivo los electrones secundarios emitidos por la muestra son acelerados hacia el detector por un potencial positivo de 250 volts aplicado entre la muestra y la pantalla colocada frente al detector. El modo emisivo es el más utilizado puesto que en la mayoría de los casos interesa obtener imágenes definidas de detalles que no son visibles en un microscopio óptico.

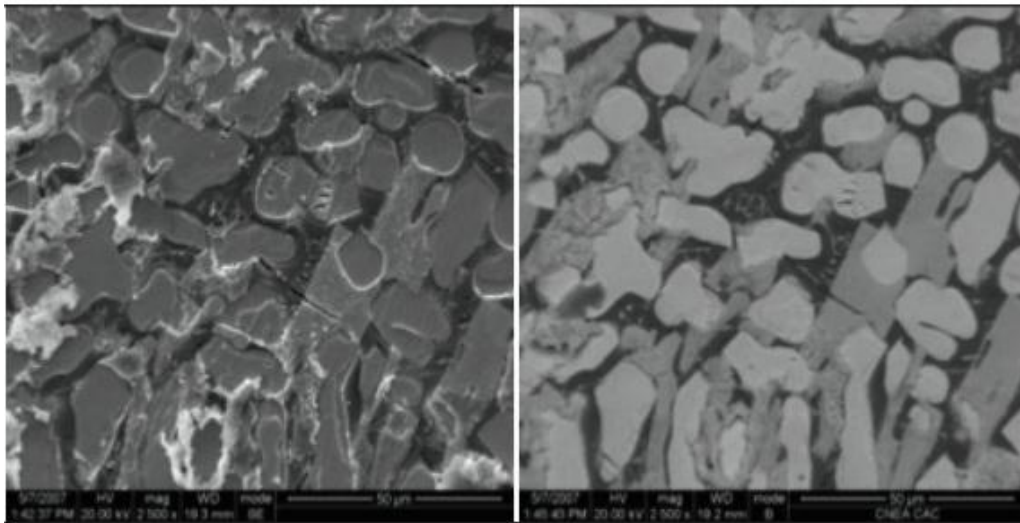


Figura 2.12. Sistema U – Mo - Al (Uranio, Molibdeno, Aluminio). La imagen de la izquierda corresponde a una micrografía de electrones secundarios donde la información sobre la topografía se aprecia con detalle. La micrografía de la derecha fue obtenida con el detector de electrones retrodispersados donde la diferencia de contrastes está asociada a los diferentes pesos atómicos [33].

En el modo de electrones retrodispersados (modo reflectivo) el potencial se lleva a cero y de esta manera sólo llegan al detector los electrones de alta energía retrodispersados por la muestra. Las imágenes obtenidas con electrones retrodispersados también aparecen como una micrografía óptica de la superficie, pero son más contrastadas y presentan efectos de luz y sombra más definidos. Una superficie rugosa, p.ej. una superficie de

fractura aparece más contrastada con efectos más definidos de luz y sombra (Figura II-12). Este modo de observación se utiliza para detectar pequeños escalones o depresiones. Conviene aclarar finalmente que ambos modos son sensibles a las variaciones de la topografía de la superficie [33].

En este trabajo se obtuvieron micrografías utilizando MEB de las zonas de fractura, las cuales corresponden a las probetas de tensión obtenidas anteriormente. Para observar las muestras se utilizó el microscopio JEOL 7600, estas imágenes se tomaron para evaluar el tipo de fractura, dúctil o frágil y para rastrear la influencia del método de deformación sobre la fractura.

2.6 Análisis mecánico dinámico.

El análisis mecánico dinámico (AMD) puede describirse como la aplicación de una fuerza oscilante a una muestra y analizar la respuesta del material a esa fuerza (figura 2.13). A partir de esto, se calculan propiedades como la tendencia a fluir (viscosidad) desde el retardo de fase, y la rigidez (módulo) desde la recuperación de la muestra. Estas propiedades a menudo se describen como la capacidad de perder energía como calor (amortiguación) y la capacidad de recuperarse de la deformación (elasticidad) [24]. Si el material evaluado es totalmente elástico, el retraso de fase entre el ciclo de esfuerzo y la deformación es cero (están en fase). Si el material es puramente viscoso, el retraso de fase es $\pi/2$. La magnitud de δ , junto con la magnitud de la amplitud de la onda del esfuerzo y la deformación, se usan para determinar el módulo complejo E^* , que se define como [24,30]:

$$E^* = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} (\cos(\delta) + i\sin(\delta)) = E' + E'' \quad (2.2)$$

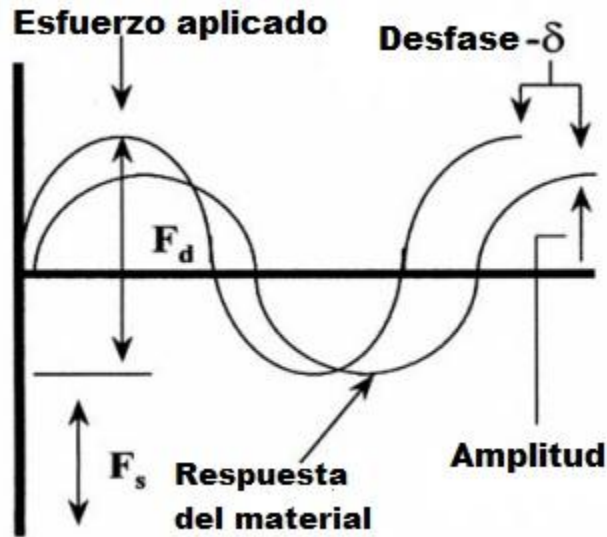


Figura 2.13. Esfuerzo sinusoidal aplicado a la muestra, el cual genera una onda sinusoidal de respuesta durante el ensayo de AMD. Midiendo tanto la amplitud de la deformación como el desfase entre la tensión y las ondas sinusoidales de tensión, se pueden calcular el módulo, la viscosidad y la amortiguación. F_d es la fuerza dinámica u oscilatoria y F_s es la fuerza estática o fija [24].

Donde:

$$E' = \left(\frac{\sigma_0}{\varepsilon_0}\right)(\cos(\delta)) \text{ que es el módulo de almacenamiento.}$$

$$E'' = \left(\frac{\sigma_0}{\varepsilon_0}\right)(\sin(\delta)) \text{ que es el módulo de pérdida}$$

$$\text{Y } \tan(\delta) = E''/E' \text{ que se define como la capacidad de amortiguamiento.}$$

Un aspecto importante relacionado a esta técnica es que el módulo medido en AMD no es exactamente el mismo que el módulo de Young de la curva esfuerzo – deformación clásica (figura 2.14). El módulo de Young es la pendiente de la curva esfuerzo – deformación en la región lineal inicial. En AMD, un módulo complejo (E^*), un módulo elástico (E') y un módulo (pérdida) imaginario (E'') se calculan a partir de la respuesta del material a la onda sinusoidal. Estos diferentes módulos permiten una mejor caracterización del material, pues ahora se puede examinar la capacidad del material para devolver o almacenar energía (E'), su capacidad para perder energía (E'') y la proporción de estos efectos ($\tan \delta$), que se denomina amortiguamiento.

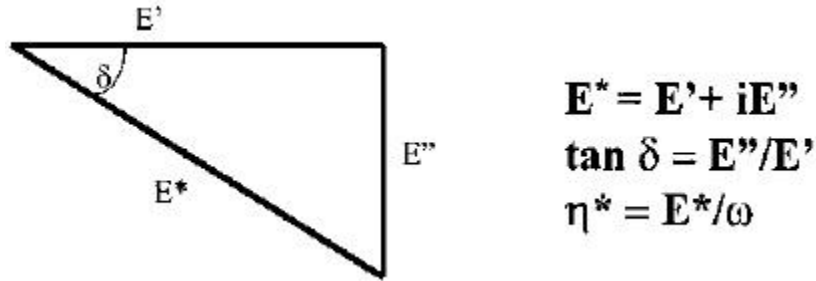


Figura 2.14. Relaciones AMD. AMD utiliza el ángulo de fase medido y la amplitud de la señal para calcular una constante de amortiguamiento (D) y una constante de resorte (K). A partir de estos valores, se calculan los módulos de almacenamiento y pérdida [24].

En esta técnica se aplica específicamente un esfuerzo sinusoidal variable $\sigma(\omega) = \sigma_0 + e^{i\omega t}$, y entonces se mide la deformación sinusoidal resultante $\varepsilon(\omega) = \varepsilon_0 + e^{i(\omega t - \delta)}$. Donde ω es la frecuencia de oscilación, t es el tiempo, δ es el retraso de fase, σ_0 es el máximo esfuerzo y ε_0 es la deformación al esfuerzo máximo [24,30].

La capacidad de amortiguamiento se ha relacionado con el incremento de dislocaciones, y puede proveer información sobre la efectividad del proceso de refinamiento. Además, la capacidad de amortiguamiento debería aumentar si el número de límites de grano aumenta, por lo que es una forma indirecta de saber si el proceso de deformación plástica produce refinado eficiente de grano [31].

De esta manera, la prueba se llevó a cabo en un equipo AMD – Q800, con muestras de dimensiones 35 mm x 5 mm x 0.8 mm cortadas en diferentes zonas de la placa sin deformación, con 2 y 4 pasos del proceso RCS modificado. El estudio se realizó a partir de la temperatura ambiente hasta los 473 K a una velocidad de calentamiento controlado de 10 °C/min. La frecuencia de carga y la amplitud de la deformación fue 1 Hz y 1×10^{-8} respectivamente. Se determinó el módulo elástico E' , el módulo de almacenamiento E' y el módulo de pérdida δ en función de la temperatura.

2.7 Microscopia electrónica de Transmisión

La interacción de los electrones con la materia es un fenómeno complejo de múltiples efectos, los cuales son controlados mediante las técnicas apropiadas y así aprovechados para conocer la estructura interna de los materiales. La técnica de microscopia electrónica

de transmisión se ocupa de la información contenida en aquellos electrones que traspasan una muestra sólida sobre la que se ha hecho incidir un haz electrónico coherente y a gran velocidad. La heterogénea distribución de densidad electrónica presente en la muestra provoca en la radiación transmitida la formación de imágenes de interferencia, que adecuadamente interpretadas, revelan sus características morfológicas y estructurales.

El esquema de los componentes correspondientes al microscopio electrónico de transmisión se muestra en la figura 2.15. Las imágenes de TEM están afectadas por el efecto óptico del microscopio. Las lentes que se utilizan en un TEM son lentes electromagnéticas, las cuales sufren defectos como la coma, el astigmatismo, las aberraciones cromáticas y esféricas. La lente objetivo es la más importante, ya que de ésta determina la resolución del microscopio.

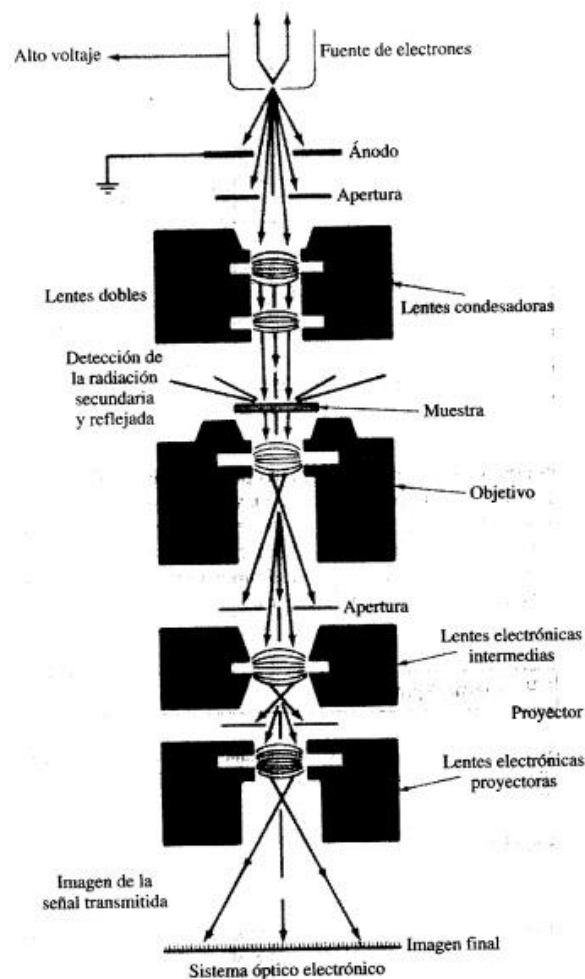


Figura 2.15. Esquema de un TEM.

El poder de resolución depende de la longitud de onda y de la calidad de las lentes del objetivo (la que producen la primera imagen) siendo $d_{\min} \propto C_s^{1/3} \lambda^{2/3}$, donde C_s es el coeficiente de aberración esférico de las lentes del objetivo. En las mejores condiciones con aparatos buenos se puede obtener una resolución de aproximadamente 1.5 Å.

2.8.1 Caracterización de defectos.

La microscopía electrónica es la técnica ideal para estudiar los defectos en los sólidos reales. No sólo las fronteras de grano y discriminar entre fases, sino para entender los defectos en un rango muy amplio desde el orden de μm hasta escala casi atómica (nm). Se emplea tanto las técnicas SEM como la TEM o STEM.

Mediante TEM se pueden visualizar defectos puntuales (Frenkel y Schottky). Así como los defectos lineales (o dislocaciones) siendo los más comunes las dislocaciones de borde y las dislocaciones de borde. El estudio de estos defectos lineales es muy importante para entender la respuesta de los materiales a esfuerzos mecánicos principalmente en el caso de metales y aleaciones. En la figura 2.16 se muestra una foto TEM donde se observan dislocaciones en GaAs.

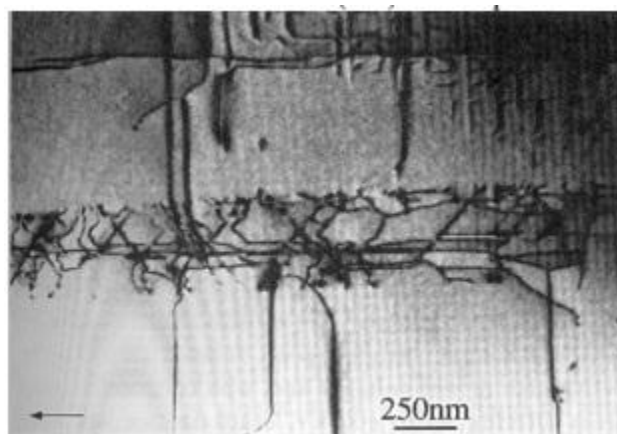


Figura 2.16. Foto de TEM mostrando dislocaciones en GaAs.

En la figura 2.17 se muestra una foto SEM de un tubo de acero inoxidable tipo 304 que ha sufrido una fractura cercana a una soldadura debido a corrosión intergranular. Las microgrietas (defectos) son claramente visibles en el estudio que analizó el fallo de la aleación. Se han dado dos ejemplos de observación de defectos (dislocaciones y

microgrietas) pero se pueden observar muchos más como límites de grano, entrecruzamiento de dislocaciones en espiral, maclas, etc.

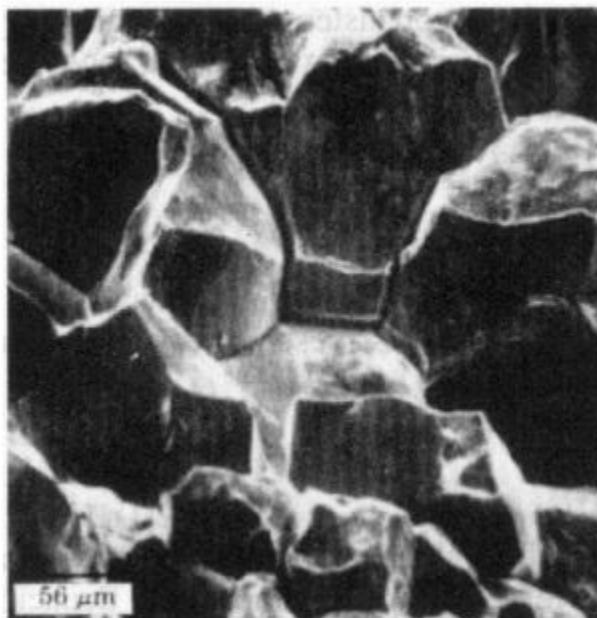


Figura 2.17. Foto mostrando una fractura por corrosión intergranular.

Para observar las muestras se utilizó un microscopio ARM-200F con emisor tipo schottky, con el cual se tomaron imágenes para evaluar el cambio en el tamaño y la morfología de los granos, además de observar el incremento en la densidad de dislocaciones, así como evaluar la formación de nuevos granos o subgranos.

Debido a la complejidad de la técnica, es necesario que la muestra posea un espesor cercano a los 100 nm, debido a esto, la preparación es crucial y debe ser de alta calidad. En este trabajo, se realizó un desbaste mecánico utilizando lijas 80, 120, 240, 360, 600, 800, 1000, 1200 y 1500, posteriormente se realizó un electropulido utilizando una solución de ácido perclórico al 40% y alcohol etílico al 60% anteriormente enfriada con nitrógeno líquido, para continuar adelgazando la muestra, siguiente a esto, se hizo un nuevo electropulido utilizando una solución de ácido clorhídrico al 33% y alcohol etílico al 67% para terminar con el adelgazamiento de la muestra.

Capítulo 3. Resultados.

En esta sección se presentan los resultados de las diferentes técnicas de caracterización empleadas de acuerdo con la metodología previamente expuesta.

3.1 Proceso de corrugado – planchado.

El proceso de corrugado planchado (figura 3.1) se realizó eficazmente sobre las láminas de cobre. Con el fin de analizar los efectos de la condición de fricción en RCS, se empleó como lubricante láminas de teflón ($\mu = 0.04 \sim 0.12$) de 1/64" de espesor para reducir el coeficiente de fricción entre la lámina de cobre y el dado, pues se ha visto en diversas investigaciones que la fricción es un factor importante al generar las microfracturas en la superficie del material, lo cual busca evitarse con la lubricación de la superficie [18].



Figura 3.1. Imagen del proceso RCS en láminas de cobre utilizando placas de teflón.

Aparentemente, según investigaciones previas, la fricción juega un papel clave en la evolución de la resistencia durante el proceso RCS. En general, el límite elástico disminuye con la mejora en la condición de contacto. Al usar capas de teflón como lubricante, la resistencia incrementa en menor medida a comparación del no usar lubricante en el paso 1, aunque se pueden imponer mayor número de pasos a las láminas sin ninguna grieta en la superficie. Además, la aparición de la resistencia máxima se pospone por la disminución del coeficiente de fricción [18].

De acuerdo con el modo de deformación, la muestra de RCSm se divide principalmente en regiones de corte (inclinadas), regiones sin deformar (planas) y regiones de interfaz. Durante el proceso, los dos tipos anteriores de regiones de deformación por cizallamiento alternativamente, mientras que las regiones de interfaz colocadas entre ellas solo experimentan deformación por flexión y estiramiento. Por lo tanto, las regiones de interfaz usualmente actúan como regiones débiles de acumulación de tensión y resultan en una falta de homogeneidad de la tensión [20].

Las láminas de cobre pudieron ser procesadas hasta 4 pasos, al aplicar la quinta repetición se produjeron grietas en la superficie del material como se puede observar en la figura 3.2, específicamente en las zonas de corte (inclinadas), esto refuerza la idea de que estas zonas funcionan como concentradores de esfuerzos.

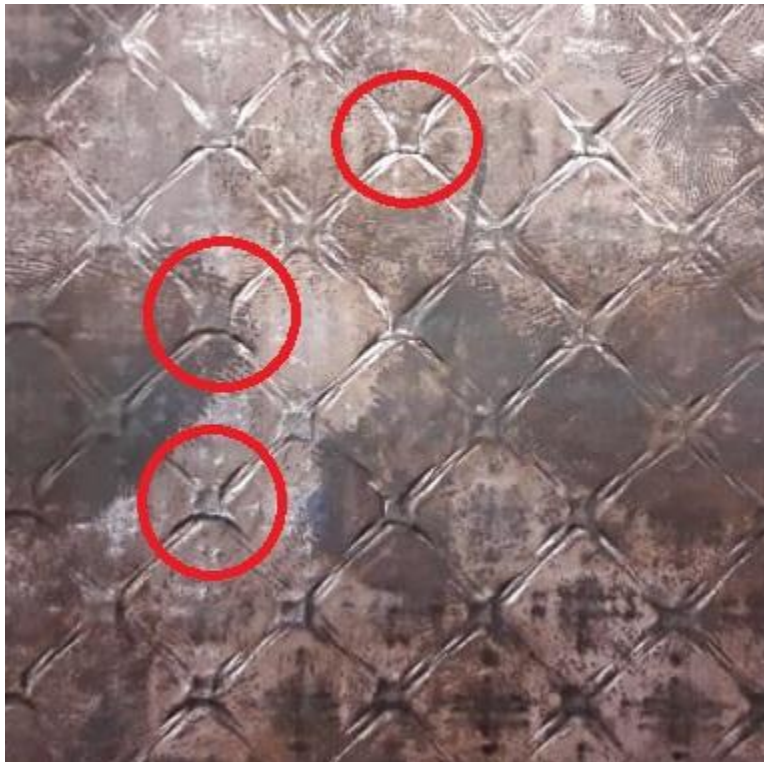


Figura 3.2. Lámina de cobre procesada con 5 pasos por RCSm. En los círculos marcados se muestran las zonas de fractura.

A partir de lo observado, se puede deducir que este proceso induce una deformación heterogénea en el material. Por lo tanto, es importante conocer la heterogeneidad de manera cuantitativa, por ello, se hicieron mediciones de microdureza.

3.2 Microdureza

Las mediciones obtenidas de microdureza se muestran en la tabla 3.1. Éstas además de evaluar la heterogeneidad de la deformación inducida en el proceso RCS, ayudaron a observar la evolución de su comportamiento mecánico en función al número de pasos aplicados y así poder correlacionar ambos aspectos.

Tabla 3.1. Datos obtenidos de microdureza Vickers sobre láminas cobre procesadas por RCS.

No. De Pasos	0P	1P	2P	4P
Promedio ($HV_{0.1}$)	50	89	95	104
Máximo ($HV_{0.1}$)	55	110	111	144
Mínimo ($HV_{0.1}$)	48	74	83	89
Desviación estándar ($HV_{0.1}$)	2.45	10.65	8.11	4.45

De los resultados obtenidos de microdureza se observa, considerando el promedio de cada uno de los pasos, que ésta incrementa más significativamente después del primer paso, con un aumento de 39 $HV_{0.1}$ mientras que entre 1 y 4 Pasos la microdureza crece en 15 $HV_{0.1}$. Estos resultados indican que el mayor cambio en las propiedades mecánicas que puede generarse utilizando el proceso RCS se da en el primer paso.

Además, si tomamos en cuenta los valores máximos de la microdureza, se observa también, un incremento significativo después del primer paso. Aumenta su valor en posteriores pasos, aunque en menor medida.

Por otro lado, la desviación estándar también da información importante, pues refleja el hecho de que las láminas antes de ser procesadas ya poseían cierta heterogeneidad de la deformación. Al aplicar el primer paso este valor se incrementa en aproximadamente 5 veces el valor inicial, lo que indica el alto nivel de heterogeneidad que se impuso sobre las propiedades mecánicas de las láminas a causa del proceso RCSm (figura 3.3).

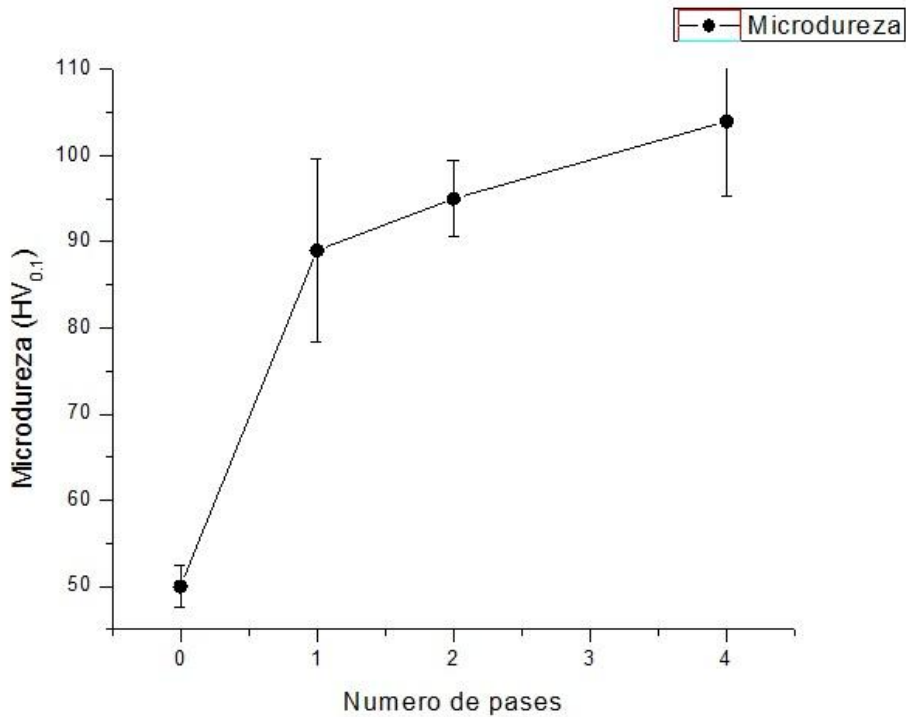


Figura 3.3. Perfil de la variación de la microdureza HV.

3.2.1 Factor de inhomogeneidad.

La homogeneidad de la deformación determina en gran medida el rendimiento de los materiales procesados por RCS. La eficiencia del procesamiento se promueve significativamente bajo la geometría del dado utilizado en este trabajo, por lo que el efecto del número de pasos en la homogeneidad aún debe ser estudiado.

Para evaluar cuantitativamente el efecto del proceso RCS modificado en la homogeneidad de la distribución de la microdureza se utilizó el factor de inhomogeneidad (FI) [35,36], el cual se puede calcular a partir de la ecuación 3.1.

$$FI = \frac{\sqrt{\sum_i^n (H_i - \bar{H})^2 / (n - 1)}}{\bar{H}} \times 100 \quad (3.1)$$

Donde n es el número de mediciones de dureza para cada muestra, H_i es la dureza de la i-ésima medición, y \bar{H} es el promedio de dureza. En general, un FI más bajo indica una mayor homogeneidad. Notoriamente, el FI elimina el efecto del aumento del valor promedio de los datos de la muestra en la homogeneidad y hace que la evaluación sea más confiable. La

figura 3.4 muestra la tendencia de variación del valor de FI de la distribución de dureza frente al número de pasos, el valor de FI más alto aparece en el paso 1 correspondiente a la fluctuación más severa del perfil de dureza, posteriormente, el FI disminuye con una caída entre el paso 1 y 2, finalizando con un decremento agudo hacia el paso 4. Esto indica que el proceso RCS modificado da una alta variación en la homogeneidad posterior al primer paso, sin embargo, al disminuir el valor del FI indica un aumento en la homogeneidad de la tensión.

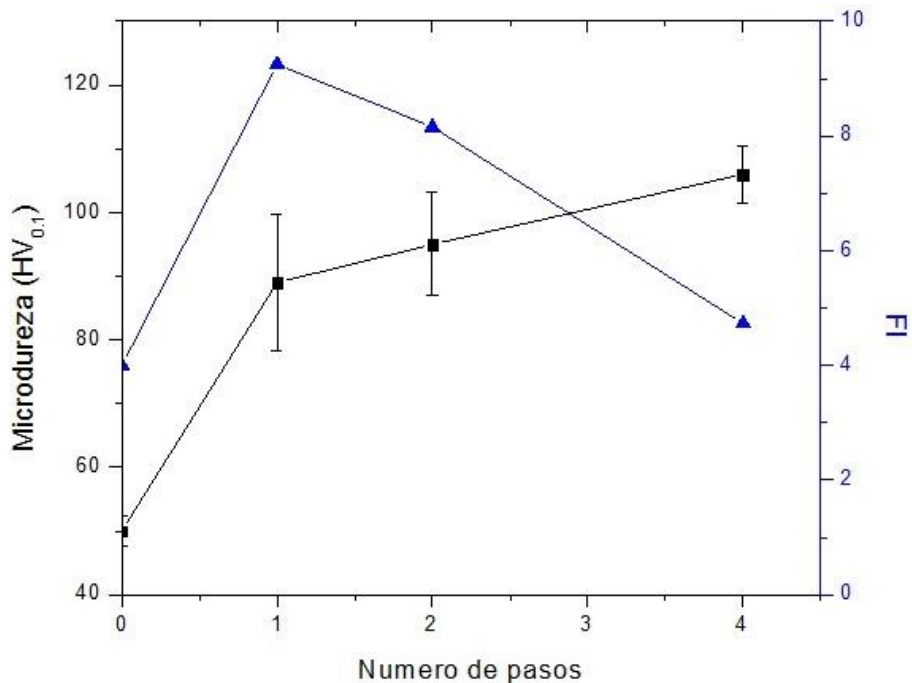


Figura 3.4 Microdureza promedio y factor de inhomogeneidad contra el número de pasos.

Comparando el valor máximo de dureza del presente trabajo con resultados previos obtenidos en otros procesos de deformación plástica severa realizados en láminas de cobre, puede observarse un valor intermedio de dureza teniendo una deformación menor en comparación a otros procesos (Tabla 3.2).

Tabla 3.2 Comparación de microdureza Vickers de diferentes procesos de SPD [10,12,14].

Proceso	HV	ϵ
ECAP	144	~6
ARB	93.2	~3
CEC	100	~0.7
RCSm	144	~3

La distribución de la dureza a lo largo de la superficie del material deformado está relacionada con la distribución de la deformación plástica equivalente acumulada. En la condición inicial se puede inferir que presenta una distribución de microdureza homogénea en el material debido a que el tratamiento térmico de recocido genera una microestructura donde los efectos de la deformación del laminado previo se relajan.

En la distribución de la microdureza a través de la superficie analizada, ésta se concentra en la zona central, que va aumentando en función de los pasos de RCSm.

3.3 Ensayo de tracción uniaxial.

A continuación, se muestran las curvas esfuerzo – deformación reales (figura 3.5) obtenidas del ensayo de tracción representativas de las láminas de cobre procesadas por corrugado – planchado, éstas fueron calculadas a partir de la información descrita en el capítulo 2.

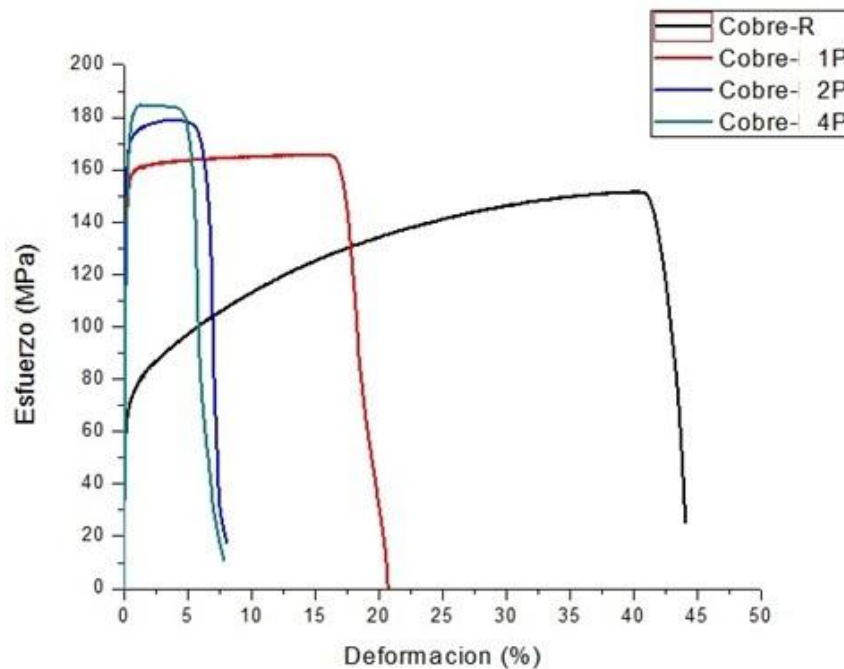


Figura 3.5. Curvas esfuerzo – deformación de las láminas de cobre procesadas por RCSm.

Como puede observarse, en las curvas esfuerzo – deformación, existe un cambio significativo en el comportamiento mecánico. Principalmente, se nota el hecho de la marcada diferencia en la zona plástica de cada una de las curvas después de ser procesado, lo que se explica por la gran cantidad de subgranos en la microestructura, generados

durante el proceso RCSm, que impiden el movimiento de las dislocaciones. Incrementando la densidad de éstas y, como ya se sabe, esto tiene como consecuencia el aumento en la resistencia y el endurecimiento que presentan este tipo de materiales.

Igualmente, comparando el valor máximo de la resistencia a la tracción obtenido en esta investigación con otros procesos de deformación plástica severa, se obtuvo un valor menor a los obtenidos por otros métodos de SPD (Tabla 3.3).

Tabla 3.3 Comparación de resistencia máxima y % de elongación de diferentes procesos de SPD [10,12,14].

<i>Proceso</i>	Resistencia máxima (MPa)	% de elongación final
<i>ECAP</i>	430	12.6
<i>ARB</i>	381	~9
<i>CEC</i>	210	~7
<i>RCSm</i>	190	6

Los valores obtenidos más representativos de este ensayo se muestran en la tabla 3.4. Se observa una evolución notoria en sus propiedades, comenzando por la resistencia máxima la cual aumentó alrededor de 15 MPa (~10%) en el primer paso de RCSm, hasta casi 40 MPa (~17%) en el último paso. Por otro lado, el límite de cedencia tuvo una diferencia más sustancial pues en el primer paso incrementó en hasta 75 MPa, lo que representa un incremento de ~48%, y en hasta un valor de aproximadamente 110 MPa (~57%) en el cuarto paso. Además, también se obtiene información sobre la elongación del material y ésta se ve afectada por el proceso RCSm al disminuir de un 49% al 19% después de aplicar el primer paso y, posterior a 4 pasos llegó hasta un 6%.

Existen tres aspectos importantes que vale la pena destacar en este estudio: el número uno es el punto máximo correspondiente al límite de cedencia, es interesante resaltarlo debido a la comparación entre el material deformado y el material recocido, debido al hecho de que el valor del límite elástico en la curva esfuerzo – deformación es mayor que el punto de esfuerzo máximo, es decir, el valor del esfuerzo último en las muestras deformadas por

RCSm siempre será mayor a cualquier valor de la curva correspondiente al paso anterior, como no ocurre en otros materiales procesados por otros métodos de SPD.

Otro aspecto importante que se debe resaltar es la ductilidad. A pesar de la gran pérdida de ésta, que se presenta en el primer paso de procesado por RCSm, industrialmente la ductilidad que muestran las probetas procesadas por 1 y 2 pasos de RCSm es aceptable en el sentido aplicativo, las cuales son del 19 y 8 % respectivamente.

Por último, puede darse una idea de la capacidad de conformado de este material procesado por RCSm, esto puede observarse en la zona plástica de la curva esfuerzo – deformación, ya que en las muestras procesadas por RCSm esta zona es prácticamente lineal, lo que indica que industrialmente se necesitaría la misma carga para deformar el material sin importar en qué punto de la zona plástica se encuentre; esto es muy útil pues significa un menor consumo de energía.

En cuanto a la capacidad de endurecimiento por deformación, la cual se puede analizar mediante la relación existente entre el esfuerzo a la fluencia / esfuerzo máximo (YS/UTS), para el cobre recocido con 0 pasos se tiene una relación de 0.51, tanto para el cobre con 1P y 2P del proceso RCSm se tiene una relación de 0.91, mientras que para el cobre con 4P una relación de 0.97. Un valor menor en esta relación representa una mayor capacidad de endurecimiento por deformación [34].

Tabla 3.4. Datos obtenidos del ensayo de tracción uniaxial sobre láminas de cobre procesadas por RCSm.

No. De Pasos	0P	1P	2P	4P
Resistencia máxima (MPa)	157	170	183	190
Límite de cedencia (MPa)	81	155	165	185
Elongación (%)	49	19	8	6

3.4 Microscopía óptica.

Una parte importante de este método es el efecto que tiene sobre el aspecto microestructural del material, por ello se utilizó la microscopía ya mencionada en el capítulo II, para poder observar el tamaño de grano y si hubo una generación de maclas por deformación inducida por dicho proceso. Por ello, se obtuvieron micrografías de las láminas de cobre recocidas sin deformación (figura 3.6), así como de cada uno de los pasos aplicados en el material. En ellas se visualizan las fronteras de grano, así como la distribución y morfología de estos.

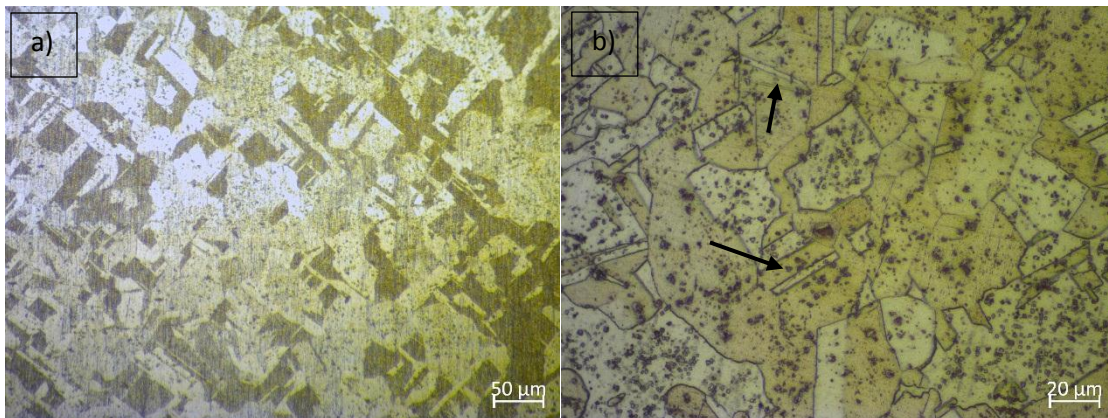


Figura 3.6. Micrografías ópticas de láminas de cobre recocidas a 550 °C durante 3 horas, a) 20X y b) 50X.

En la figura 3.6 puede observarse una distribución de granos de diferentes tamaños con dimensiones de entre 20 y 50 µm, además de la presencia de granos alargados, los cuales están asociados a límites de grano especiales del tipo macla, producto del proceso de recocido al que fueron sometidos (flechas negras). También pueden observarse puntos o manchas oscuras, las cuales se produjeron por una sobreexposición al ataque químico, realizado así, para revelar más claramente las fronteras de grano y apreciarlo de una mejor manera.

Por otro lado, en la figura 3.7 se muestran las micrografías ópticas de las muestras procesadas por 1 y 4 pasos de RCSm.

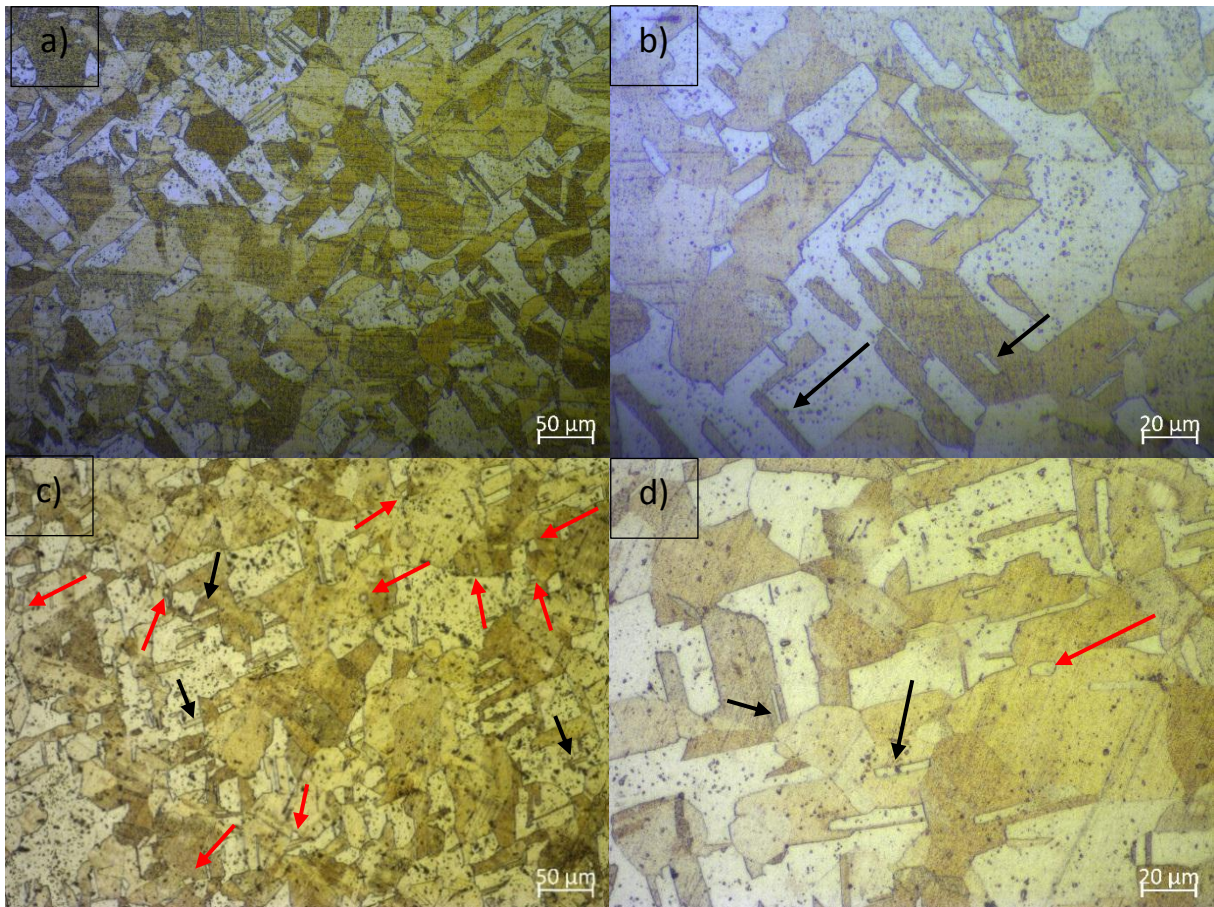


Figura 3.7. Micrografías ópticas de láminas de cobre procesadas con 1 y 4 pasos de RCS, a - b) 1P c - d) 4P.

En las micrografías de cobre procesado por RCS a 1 y 4 pasos pueden observarse granos tipo macla (flechas negras) consecuencia del proceso de recocido, además también pueden observarse granos pequeños (flechas rojas), consecuencia del proceso de deformación plástica severa, aunque de manera muy aislada, lo cual nos indica en primera instancia que el refinamiento de grano no ha sido muy efectivo y la deformación inducida en el material se ha dado de manera heterogénea.

El mecanismo por el cual se generaron estos nuevos granos más pequeños dentro de la microestructura del material es debido al incremento en la densidad de dislocaciones producida por la interacción y el anclaje que sufren éstas debido tanto a límites de grano y a límites de macla, como a las mismas dislocaciones pre – existentes, aunque en baja densidad resultado del tratamiento térmico de recocido. Posterior a la generación de las nuevas dislocaciones, éstas se reorganizaron y formaron sublímites de grano que se

convirtieron en nuevos límites de grano. Aunque como se mencionó anteriormente este refinamiento se presentó de manera muy aislada y sólo en las zonas de mayor deformación eficiente, por lo tanto, el endurecimiento del material se le adjudica principalmente a un trabajo en frío y no a un refinamiento de grano global.

3.5 Microscopía electrónica de barrido.

El comportamiento mecánico de los materiales está influenciado por diversos factores, por ello se utilizó la microscopía electrónica de barrido para identificar el tipo de material y su comportamiento a la fractura, específicamente en conocer de qué forma se ve afectada la ductilidad en el material y cómo es que el proceso corrugado – planchado modifica este comportamiento. En la figura 3.8 pueden observarse las micrografías tomadas en las zonas de fractura, correspondientes a las probetas utilizadas en el ensayo de tracción uniaxial.

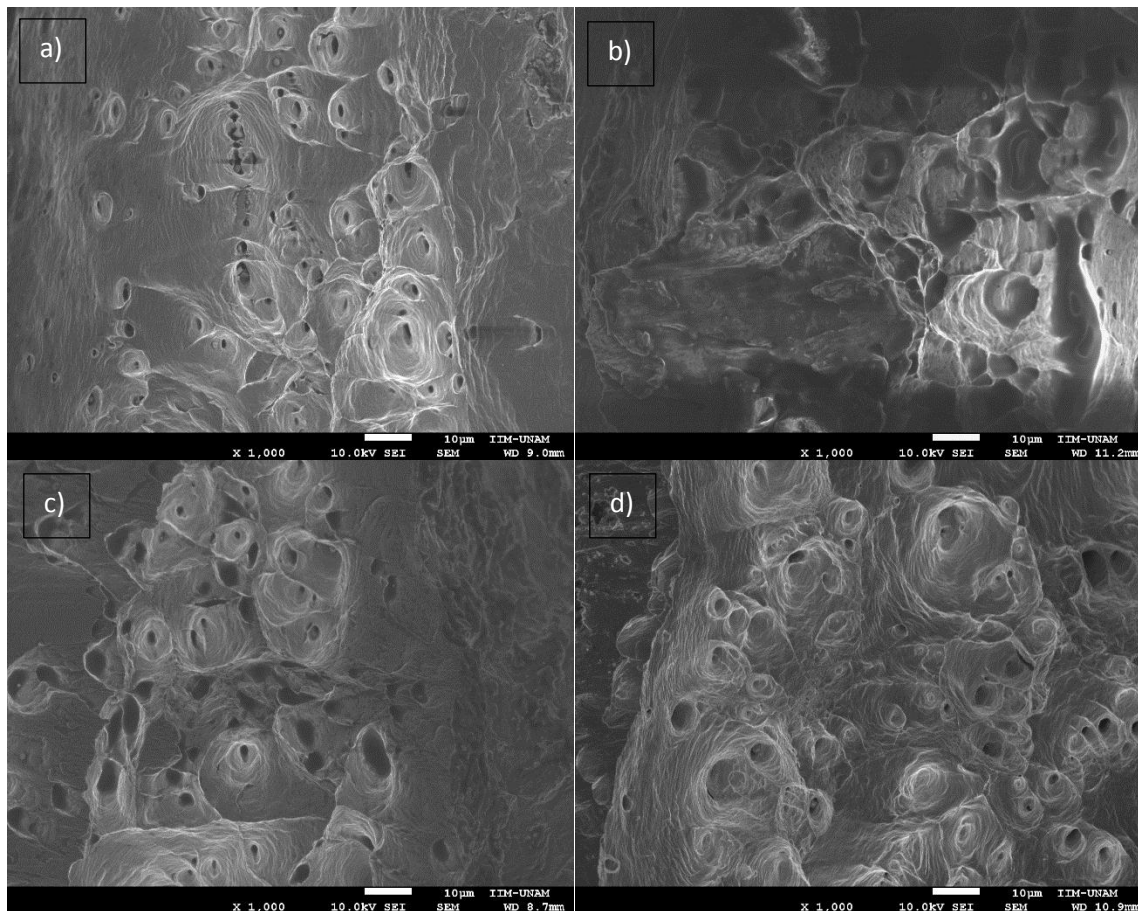


Figura 3.8. Micrografías de las zonas de fractura en láminas de cobre procesadas por RCS, a) recocido, b) 1P, c) 2P y d) 4P.

Como puede apreciarse, en las imágenes se identifica una fractura dúctil correspondiente a las láminas de cobre, este tipo de fractura se caracteriza por “desgarrarse” en lugar de agrietarse, generalmente dejando una superficie áspera, en este caso la fractura dúctil se produce por una propagación lenta y por la absorción de una gran cantidad de energía antes de la fractura. Puede afirmarse que este tipo de fractura suele ir precedida por una reducción localizada en el área de la sección transversal, llamada formación de cuello. Además, exhibe tres etapas: 1) después de la formación del cuello, las cavidades o “microhoyuelos” se forman en la región del cuello porque se inducen tensiones hidrostáticas, 2) las cavidades crecen y el crecimiento adicional conduce a su coalescencia que resulta en la formación de una grieta que crece hacia afuera en dirección perpendicular a la aplicación de la tensión, 3) la falla final implica una rápida propagación de la grieta a aproximadamente a 45° del eje de tracción. Este ángulo representa la dirección de la máxima tensión de corte que causa el deslizamiento de corte en la etapa final. Durante el deslizamiento de la cizalla, la grieta se propaga a una velocidad rápida alrededor del perímetro exterior del cuello, dejando una superficie en forma de copa y la otra en forma de cono, Esta región interior central tiene un aspecto irregular y fibroso, lo que significa deformación plástica [21 – 23].

En la figura 3.8a se muestra la morfología de la superficie de fractura de la muestra sin deformación, como pueden observarse, los hoyuelos comparten un tamaño y distribución muy similar entre sí, lo que nos indica una buena homogeneidad en la ductilidad y resistencia del material, además, se puede ver una cierta profundidad en los microhuecos. Caso contrario para las muestras de 1 y 2 pasos, diferentes tamaños de hoyuelos confirman la falta de homogeneidad de la tensión, por otro lado, se aprecia una baja profundidad en los microhuecos, lo que implica que la unión de los microhuecos fue por cizallamiento a lo largo de las bandas de deslizamiento. Respecto a la muestra de 4 pasos, se hace notar una disminución considerable en la cantidad de hoyuelos presentes en la muestra, así como su tamaño, además, los metales que sufren una considerable deformación plástica desarrollan con frecuencia marcas de deformación en las paredes de los hoyuelos, estas marcas se producen cuando los planos de deslizamiento en la superficie de los hoyuelos se orientan

favorablemente hacia la dirección principal de la tensión. Cuando se forman, las trazas de deslizamiento están bien definidas y forman un patrón entrelazado que generalmente se conoce como “deslizamiento en serpentina”. Considerando lo anterior se puede ver que el proceso RCS modificado provoca la reducción de estos microhuecos y así el comportamiento del material es menos dúctil conforme se aplican más pasos, por ello el porcentaje de elongación disminuye tan drásticamente.

3.6 Análisis mecánico – dinámico.

Tal como se vio en la sección 2.6, la técnica de AMD nos proporciona 3 módulos: de almacenamiento (E'), de pérdida (E'') y el módulo de amortiguamiento o capacidad amortiguadora ($\tan \delta$). El comportamiento de dichos módulos se presenta en las figuras 3.9, 3.10 y 3.11, respectivamente para 0 y 4 pasos de RCS modificado. El aumento de la temperatura provoca un descenso en el módulo de almacenamiento (E'), y un incremento tanto en el módulo de pérdida (E'') y la capacidad de amortiguamiento ($\tan(\delta) = \frac{E''}{E'}$).

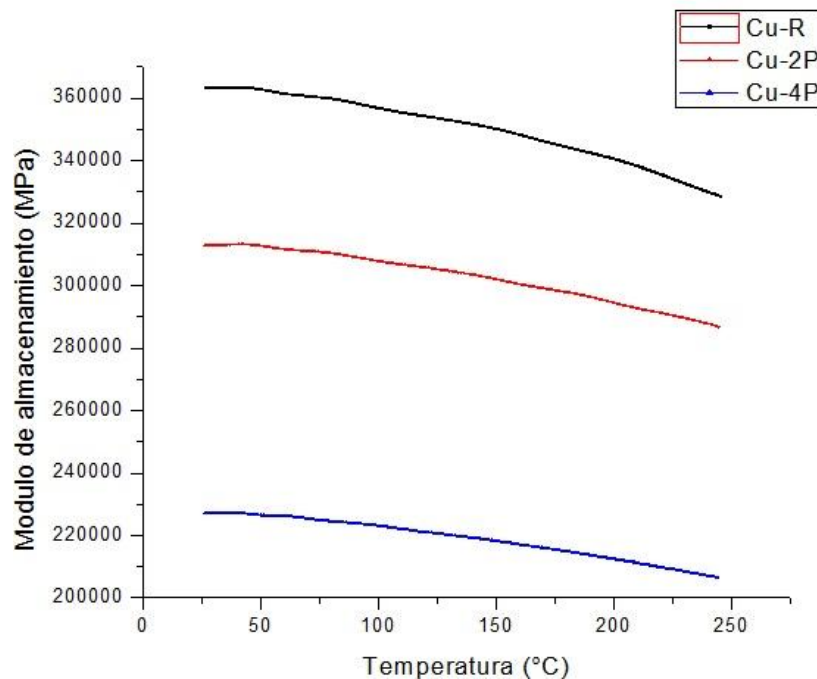


Figura 3.9 Análisis mecánico dinámico de láminas de cobre recocido y a 4 pasos de RCS. Gráfico del módulo de almacenamiento vs T.

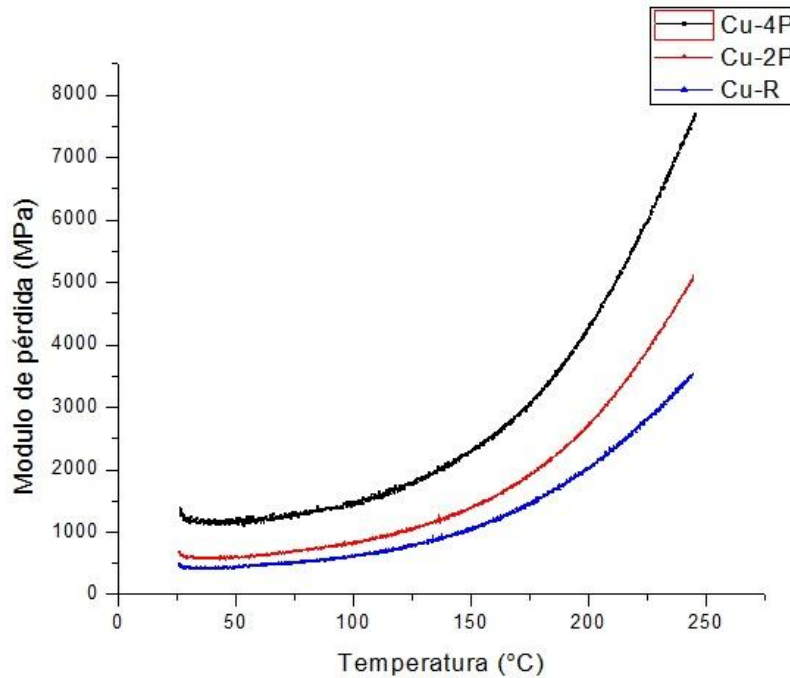


Figura 3.10 Análisis mecánico dinámico de láminas de cobre recocido y a 4 pasos de RCS. Gráfico del módulo de pérdida vs T.

Para el módulo de almacenamiento se observa que los valores disminuyen para la muestra de 4 pasos con respecto a la muestra sin procesar, esto nos indica que el proceso RCS modificado reduce las propiedades elásticas del material. Para E'' y para $\tan \delta$, se presenta un comportamiento similar para el cobre con 2 y 4 pasos los valores son mayores que para el cobre recocido, esto se explica o puede asociarse a un incremento en los defectos dentro de la microestructura, como es en este caso el aumento en la densidad de dislocaciones. La presencia de esta alta densidad de dislocaciones es uno de los principales mecanismos de amortiguamiento asociados a los defectos microestructurales [39], pues representan una barrera para la respuesta viscoelástica, además de provocar un incremento en los fenómenos de fricción interna lo cual incrementa la capacidad amortiguadora del material. Como puede observarse en las figuras 3.10 y 3.11 se sigue una tendencia conforme va aumentando el número de pasos de RCS modificado y por lo tanto la deformación impuesta, esta tendencia tanto en las curvas de módulo de pérdida como en el de amortiguamiento atribuyen al incremento de las celdas de dislocación de 2 a 4 pasos de RCS modificado; de acuerdo con Zhang et. Al. [39] en metales y aleaciones policristalinas los defectos, tal como las dislocaciones, son considerados la principal fuente de disipación de energía elástica de deformación.

A pesar de que C. Zener et. Al. [40] ha demostrado que una pequeña capacidad de amortiguación puede surgir por causas distintas a la deformación plástica, es probable que estos fenómenos no contribuyan a la capacidad de la amortiguación observada, por lo tanto, no se toman en cuenta debido a que no causan daño a la estructura del cristal como pueden ser centros de disipación, como imperfecciones, o pequeños grupos de átomos asumiendo posiciones alternativas sin modificar materialmente la estructura general. Aunque considerando la alta inhomogeneidad de la microestructura se puede afirmar que esto puede variar de zona en zona, lo cual complica el estudio.

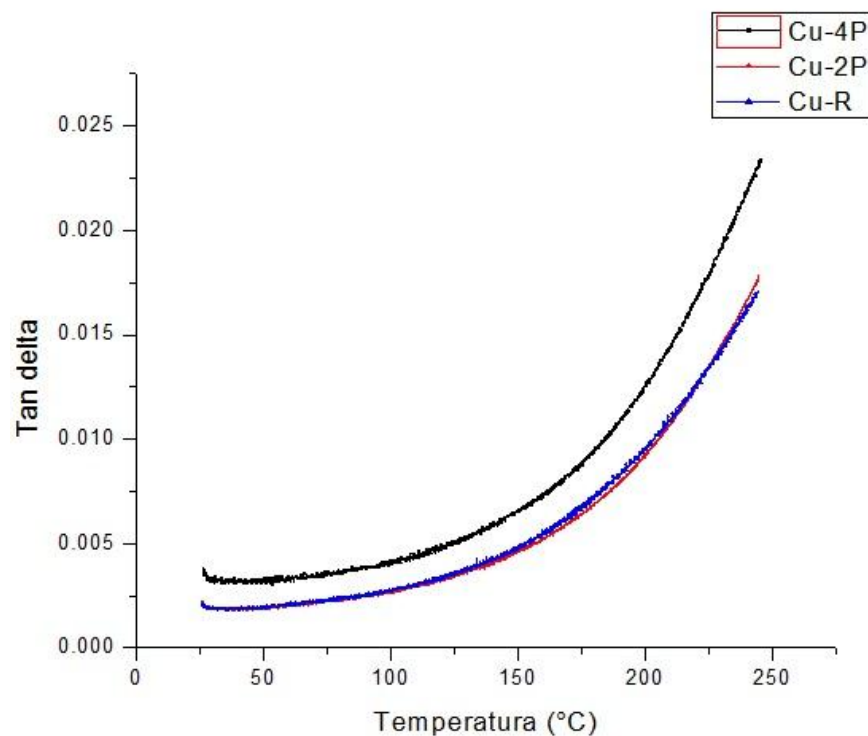


Figura 3.11 Análisis mecánico dinámico de láminas de cobre recocido y a 4 pasos de RCS. Gráfico de la capacidad amortiguadora vs T.

3.7 Microscopía electrónica de transmisión

En la figura 3.12 se presenta la microestructura evaluada por TEM convencional, efectuada en las muestras laminadas, esto para determinar la situación inicial de las láminas de cobre y así compararlas con las muestras con tratamiento térmico y, de esta manera corroborar que el estado inicial antes del proceso RCS es el deseado y eliminar cualquier efecto del proceso de conformado del que viene precedido el material.

En la figura 3.12 puede observarse una alta densidad de dislocaciones, además de zonas libres de deformación las cuales indican diferentes niveles de deformación. Esto nos dice que el proceso de conformado tuvo el efecto deseado. En las figuras 3.13-14 se muestra la microestructura obtenida por TEM correspondiente a las muestras sometidas a tratamiento térmico de recocido. En estas se observa una notoria disminución en la densidad de dislocaciones, además de la estructura de un grano con un tamaño aproximado de $10\ \mu\text{m}$, lo cual va acorde a las micrografías ópticas y significa que el proceso de recocido tuvo el efecto deseado y así se corrobora que el estado inicial es el adecuado para llevar a cabo el proceso de RCS.

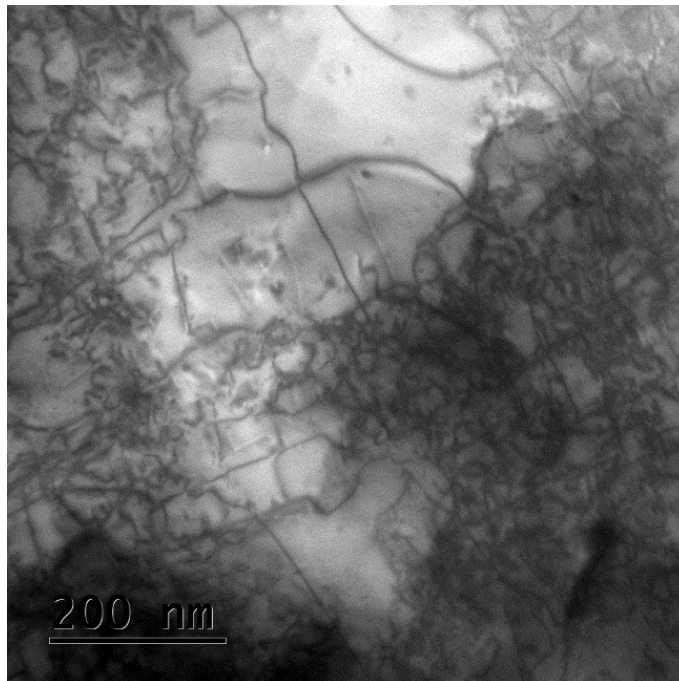


Figura 3.12 Microestructura obtenida por TEM de cobre laminado. Zona ampliada con arreglo de dislocaciones dispuestas de forma caótica.

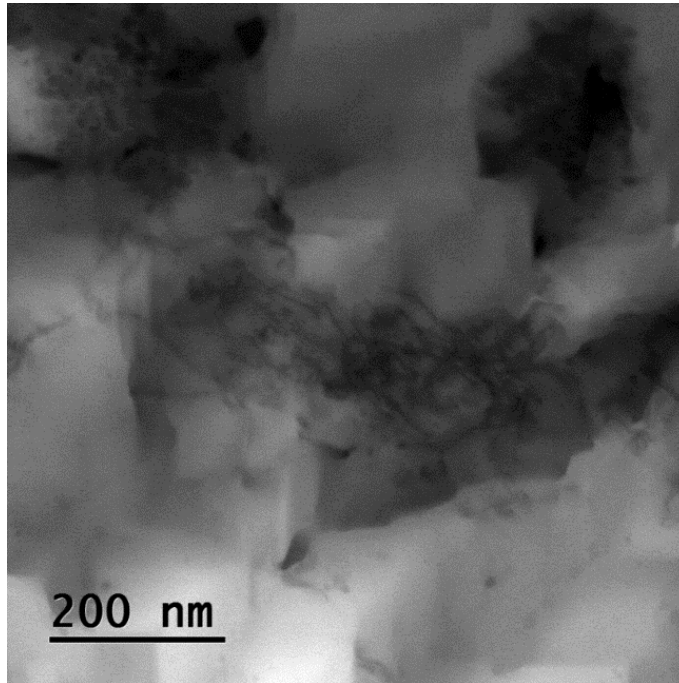


Figura 3.13 Microestructura obtenida por TEM de cobre recocido s 550°C durante 3 horas. Zona ampliada con arreglo de dislocaciones en baja densidad.

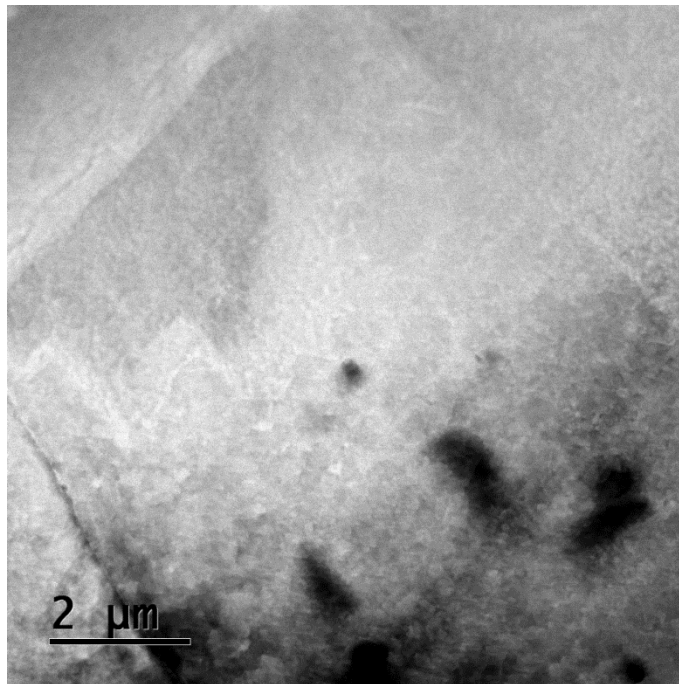


Figura 3.14 Microestructura obtenida por TEM de cobre recocido 550°C durante 3 horas. Zona ampliada que muestra un grano recocido.

En la figura 3.15 se observa una alta densidad de dislocaciones dispuestas en forma caótica y/o en forma reticular lo que implica un proceso de deformación en su etapa inicial, esto

explicaría el cambio en las propiedades mecánicas y la baja o casi nula formación de nuevos granos, dado que se debió únicamente a un incremento en la densidad de dislocaciones. En la figura 3.16 se identifica un arreglo distinto al observado en la figura anterior, indica un nivel distinto de deformación localizada, se observan posibles subgranos con límites de grano de ángulo bajo y prácticamente nula cantidad de dislocaciones en el interior. Esta evidencia demuestra la heterogeneidad de la deformación y que el refinamiento es muy localizado y en muy poca cantidad.

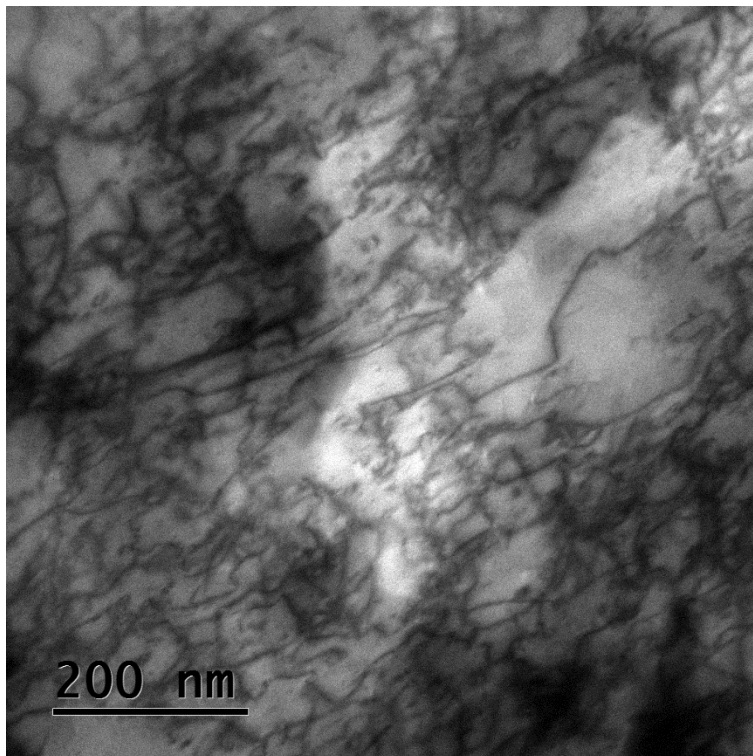


Figura 3.15 Microestructura obtenida por TEM de cobre procesado con 4 pasos de RCS. Zona ampliada de la parte central donde se observa alta densidad de dislocaciones.

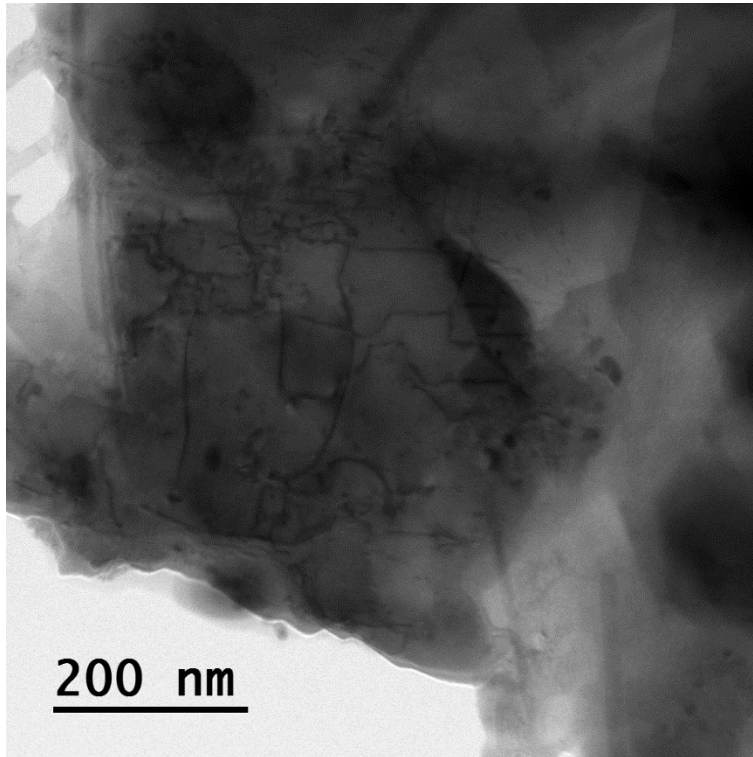


Figura 3.16 Microestructura obtenida por TEM de cobre procesado con 4 pasos de RCS. Zona ampliada donde se observan subgranos localizados.

Los resultados obtenidos por TEM corresponden con la prueba de microdureza y apoya la idea de que el método de RCS utilizando este molde genera una alta inhomogeneidad de la deformación, lo cual nos da una idea de las mejoras que se pueden realizar a este método de SPD.

Conclusiones.

1. Se lograron procesar las láminas de cobre hasta cuatro pasos a temperatura ambiente mediante el proceso RCS modificado, esto debido a las marcadas inclusiones que indujeron la fractura anticipada.
2. De acuerdo con la evaluación de la homogeneidad de la deformación impartida, el estudio de microdureza y el factor de inhomogeneidad indicó una alta heterogeneidad en la microestructura.
3. En cuanto al comportamiento mecánico de tracción se observó un aumento significativo en las láminas procesadas por RCSm, el mayor incremento se dio en la primera pasada representando un 48%.
4. La utilización de lubricación, en este caso teflón, disminuyó el coeficiente de fricción entre el dado y la lámina de cobre y por lo tanto las marcas generadas por el mismo molde, aumentando así el número de pasadas.
5. El tamaño de grano tuvo un refinamiento aislado en la microestructura después de la deformación de RCS, y el tamaño de los subgranos de aproximadamente 200 nm.
6. El proceso RCS modifica las propiedades elásticas y amortiguadoras del material, es decir, induce un aumento en la capacidad de disipación de energía elástica por deformación.
7. La tasa de procesamiento está determinada no sólo por el número de pasadas, sino también por la geometría del dado, como el ancho de ranura. Es decir, la condición del molde influirá en la cantidad de tensión efectiva acumulada en la muestra.
8. En general, RCS modificado tiene tasas de refinamiento de grano más bajas que otros métodos de SPD porque el campo de deformación de RCS modificado es relativamente simple, además debido a la restricción y la acumulación de tensión, el inicio y la propagación de micro – grietas ocurren mucho antes y, por lo tanto, el número de pasos efectivos es limitado.

Recomendaciones

Se considera que es importante para complementar la investigación, efectuar otros estudios prestando especial atención a aspectos como:

1. La lubricación, este aspecto debe tomarse en cuenta debido a que la reducción de la fricción disminuye las inclusiones, las cuales son las principales causantes del descenso en la ductilidad del material.
2. El parámetro t , el cual es el ancho y la altura de la zona de corte de deformación, debido a que en diversos estudios se ha demostrado que este parámetro es crucial para conseguir niveles altos de deformación y, por lo tanto, alto refinamiento de grano.
3. Además, el análisis de EBSD para el desarrollo de mapeos de distribución de orientación, así como tamaños de grano con el fin de comparar la evolución de fronteras de grano.
4. Continuar con el estudio de DMA para comparar la capacidad amortiguadora del material con otros materiales utilizados en la industria.

Referencias bibliográficas.

1. J. Duque, H. Villazon, L. Llano (2007). *“Estructura cristalina del cobre, propiedades microscópicas mecánicas y de procesamiento”*. Ciencia e ingeniería neogranadina, Vol. 16, No. 2, PP 96 – 103.
2. A. Azushima, R. Kopp, A. Korhonen, D.Y. Yang, F. Micari, G.D. Lahoti, P. Groche, J. Yanagimoto, N. Tsuji, A. Rosochowski, A. Yanagida (2008). *“Severe plastic deformation (SPD) processes for metals”*. CIRP annals, Vol. 57, issue 2, PP 716 – 735.
3. J. Zrník, S.V. Dobatkin, I. Mamuzic (2008). *“Processing of metals by severe plastic deformation (SPD) – structure and mechanical properties respond”*. Matabk 47, PP 211 – 206.
4. Rodríguez Baracaldo R., Benito Páramo J. B., Cabrera Marrero J. M. (2007). *“Procesos de severa deformación plástica para obtener materiales de grano nanométricos y ultrafinos”*. Ingeniería e investigación Vol. 27 No. 1, PP 101-105.
5. Donald R. Askeland, *“Ciencia y energía de los materiales”*.
6. Ortiz Cuellar E. A. (2010). *Efecto y comparación de técnicas de deformación plástica severa sobre la microestructura y propiedades mecánicas en una aleación de aluminio 6060 (tesis de maestría)*. Universidad Autónoma de Nuevo León, México.
7. M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, R.Z. Valiev, T.G. Langdon (1996). *“Acta mater”*. 44, PP. 4619 – 4629.
8. S. Tamimi, M. Ketabchi, N. Parvin, M. Sanjari, A. Lopes (2014). *“Accumulative roll bonding of pure copper and IF steel”*. International journal of metals, Vol. 2014, article ID 179723, 9 pages.
9. Lembit Kommel, Irina Hussainova, Olga Volobueva, Rünno Lõhmus (2005). *“Microstructural evolution and mechanical properties of nanostructured copper.”* Proc Estonian Acad. Sci., 11,3, PP 187 – 197.

10. A.I. Rudskoi, A.M. Zolotov, R.A. Parshikov (2018). *“Severe plastic deformation influence on engineering plasticity of copper”*, materials physics and mechanics 38, PP 64 – 68.
11. O.F. Higuera – Cobos, J.M. Cabrera (2013). *“Mechanical, microstructural and electrical evolution of commercially pure copper processed by equal channel angular extrusion”* materials science & engineering A 571, PP. 103 – 114.
12. S. H. Lee, S. Z. Han, C. Y. Lim (2006). *“Nano-structured high purity copper processed by accumulative roll-bonding”*. Key engineering materials, Vols. 317 – 318, PP 239 – 242.
13. S. Z. Han, C. Lim, C. J. Kim, S. Kim (2005). *“Mechanical properties of spd (severe plastic deformation) processed copper”*, materials science forum Vols 475 – 479, PP 3497 – 3500.
14. M. Richert, J. Richert, A. Hotłoś, W. Pachla, J. Skiba (2011). *“Structure and properties of copper deformed by severe plastic deformation methods”*, journal of achievements in materials and manufacturing engineering, Vol. 44, PP 50 – 56.
15. Satheesh Kumar S.S., Raghu T. (2012). *“Structural and mechanical behaviour of severe plastically deformed OFE copper processed by constrained groove pressing technique”*. Materials Science forum, Vol. 710, PP 229 – 234.
16. Mohammadi B., Tavoli M., Djavanroodi F. (2014). *“Effects of constrained groove pressing (CGP) on the plane stress fracture toughness of pure copper”*. Structural engineering and mechanics, Vol. 52, No. 5, PP 957 – 969.
17. Ezequiel Alvarado M.A. (2018). *“Estudio microestructural y mecánico en las aleaciones Al-5083 y Al-5754 procesadas por corrugado – planchado”* (tesis de maestría). Universidad Nacional Autónoma de México.
18. Z. Wang, Y. Guan, C. Zhong (2014). *“Effects of friction on constrained groove pressing of pure Al sheets”*. Advanced materials research Vols. 926 – 930, PP 81 – 84.
19. A. Shirdel, A. Khajeh, M.M. Moshksar (2010). Materials and design, Vol. 31 No. 2, PP 946 – 950.

20. S.C. Yoon, A. krishnaiah, U. Chakkingal, H.S. Kim (2008). Computational science, Vol. 43, No. 4, PP 641 – 645.
21. G.E. Dieter, *Mechanical metallurgy*, third edition, McGraw – Hill, New York, 1986.
22. R.W. Hertzberg, *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*, fourth edition, Wiley, New York, 1996.
23. A. Pineau, A.A. Benzerga, T. Pardoen (2016). “*Failure of metals I: Brittle and ductile fracture*”. Acta materialia 107, PP 424 – 483.
24. K. P. Menard, *Dynamic Mechanical Analysis A practical introduction*. CRC press, USA 1999.
25. A. Torkestani, M.R. Dashtbayazi (2018). “*A new method for severe plastic deformation of the copper sheets*”. Material science & engineering A 737, PP 236 – 244.
26. W. Gluchowski, J. Stobrawa, Z. Rdzawski (2011). “*Ultrafine grained copper alloys processed by continuous repetitive corrugation and straightening method*”. Materials Science Forum, Vol. 674, PP 177 – 188.
27. A. Shirdel, A. Khajeh, M.M. Moshksar (2010). “*Experimental and finite element investigation of semi-constrained groove pressing process*”. Mater. Des. 31, PP 946 – 950.
28. A.K. Gupta, T.S. Maddukuri, S.K. Singh (2016). “*Constrained groove pressing for sheet metal processing*”. Prog. Mater. Sci. 84, PP 403 – 462.
29. R. Z. Valiev, I.V. Alexandrov, Y.T. Zhu, T.C. Lowe (2002). “*Paradox of Strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation*”. Journal of Materials Research, Vol. 17, PP 5 – 8.
30. Y.X. Lu, C.S. Lee, R-K-Y-Li, J.K.L. Lai (1999). “*The effect of cold Rolling on the dynamic mechanical responses of SiCp/Al composites*”. Journal of materials processing technology 91, PP 215 – 218.
31. G. R. Gonzalo, B. Chedly, L. L. Jean, C. Yvan, S. Wilfrid, A. F. Ignacio (2012). “*Microstructure and texture of Al-2Si-xSn (x = 0, 4, 8 mass%) alloys processed by*

- equal channel angular pressing*". Materials transactions, Vol. 53, No 7, PP 1234 – 1239.
32. J. I. Goldstein, D. E. Newbury, D.C. Joy, C. E. Lyman, P. Echlin, E. Lifshin, L. Sawyer, J. Michael (2007). "*Scanning electron microscopy and X-Ray microanalysis*". Springer, New York, Third edition.
33. M. Ipohorski, P. B. Bozzano, R. A. Versaci (2008). "*Microscopía electrónica de barrido*". Instituto Sabato, Buenos Aires, Argentina.
34. L. J. Park, H. W. Kim, C. S. Lee, K. T. Park (2010). "*Factors influencing tensile ductility of OFHC Cu having different ultrafine grained structures*", Materials Transactions 51, PP 2049 – 2055.
35. F. Khodabakhshi, M. Kazeminezhad, AH. Kokabi (2010). "*Constrained groove pressing of low carbon steel: nano-structure and mechanical properties*". Mater Sci Eng A.; 527 (PP 16 – 17).
36. E. Rafizadeh, A. Mani, M. Kazeminezhad (2009). "*The effects of intermediate and post – annealing phenomena on the mechanical properties and microstructure of constrained groove pressed copper sheet*". Mater Sci Eng A.; 515 (1 – 2).
37. S. A. Elizalde Huitrón (2018). "*Estudio microestructural y mecánico de la aleación de aluminio 6061 procesado por corrugado y planchado (RCS)*" (tesis de maestría)". Universidad Nacional Autónoma de México.
38. A. Krishnaiah, U. Chakkingal, P. Venugopal (2005). "*Applicability of the groove pressing technique for grain refinement in commercial purity copper*". Materials Science and Engineering A 410 – 411, PP 337 – 340.
39. J. Zhang, J. Perez, E.J. Lavernia (1993). "*Dislocation – induced damping in metal matrix composites*". Journal of Materials Sciences 28, PP 835 – 846.
40. C. Zener (1940). Proc. Phys. Soc., 52, 152.