



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

**“ESTUDIO MICROESTRUCTURAL Y MECÁNICO DE UNA ALEACIÓN
Al-20Sn (% en masa) SOMETIDA A UN PROCESO DE EXTRUSIÓN
ANGULAR EN CANAL DE SECCIÓN CONSTANTE (ECAP)”.**

TESIS
QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:
DOCTOR EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

PRESENTA:
M. EN C. CECILIO HERNÁNDEZ BETHANCOURT

TUTOR
DR. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ REYES
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

COMITÉ TUTOR:
DR. ARTURO BARBA PINGARRÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA
DR. ALEJANDRO GARCÍA HINOJOSA
FACULTAD DE QUÍMICA

MÉXICO, D.F.

JUNIO 2013



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

JURADO ASIGNADO:

Presidente	Dr. Gabriel Torres Villaseñor
Primer Vocal	Dr. José Gonzalo González Reyes
Segundo Vocal	Dr. Raúl Herrera Becerra
Tercer Vocal	Dr. Bernardo Hernández Morales
Secretario	Dr. Jesús Arenas Alatorre

Lugar donde se realizó la Tesis:

**INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES DE LA
UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO.**

TUTOR DE TESIS:

DR. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ REYES

FIRMA

Dedico este trabajo a toda mi familia, pero en especial, a dos ángeles que me acompañaron y ayudaron en la culminación de este importante logro de mi vida: Mi madre CARMENCITA y mi hermano NINO, quienes partieron a su encuentro con Dios durante la realización de este proyecto. Gracias por todo, por ser parte de mi vida y permitir ser parte de las suyas..... esto fue por y para ustedes.....ha sido un honor compartir con ustedes la vida terrenal y sé que estaremos por siempre unidos en la vida espiritual.....los amo inmensamente y los tengo presente por siempre.....

AGRADECIMIENTOS

Al Posgrado en Ciencia e Ingeniería de Materiales, del Instituto de Investigaciones de Materiales, UNAM, en especial a todas las autoridades y colaboradores, que me dieron la oportunidad de ser parte de esta prestigiosa entidad, y haberme ayudado y orientado a lo largo de mi programa Doctoral.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por haberme otorgado la beca 333674, del período de 2009 a 2012, y a los proyectos No. 166896 and 178828 de CONACYT y PAPIIT-UNAM 100712, que apoyaron igualmente al desarrollo del presente proyecto.

Al Dr. José Gonzalo González Reyes, que como Tutor me puso a disposición un inmenso caudal de conocimientos y siempre me brindó su apoyo, motivación y amistad, para culminar exitosamente este proyecto. Mi eterno agradecimiento, respecto y admiración por permitirme esta oportunidad y por su valiosa calidad humana.

Al Dr. Arturo Barba Pingarrón y al Dr. Alejandro García Hinojosa, que como parte de mi Comité Tutoral, me brindaron su decidido apoyo y orientación, durante las diversas etapas de mi programa de Doctorado.

Al Dr. Ignacio Figueroa por su amistad y toda la colaboración brindada al presente proyecto.

Al valioso cuerpo de técnicos del IIM: Dr. Gabriel Lara Rodríguez, M.C. Adriana Tejeda, Dr. Omar Novelo, Ing. Ernesto Sánchez, Ing. Carlos Flores y la Dra. Josefina M. Arellano, quienes siempre me brindaron su amistad, enseñanzas y contribuciones importantes para el desarrollo de los diversos ensayos del presente proyecto.

A C. Braham del Laboratoire Procédés et Ingénierie Mécanique et Matériaux ENSAM, Paris, France, por su apoyo en el desarrollo de las texturas cristalográficas.

Al Dr. Miguel Canseco por su apoyo en el desarrollo de los Análisis Mecánicos Dinámicos.

A Ingenieros G. Arámbulo y G. Ramos de la Facultad de Ingeniería por el apoyo en la realización de los ensayos de tracción.

Al Ing. José J. Camacho, a Joaquín Morales y Caín González por el apoyo brindado al proyecto.

A los técnicos del Taller del IIM por toda la colaboración brindada.

A mi Madre, Carmen (q.e.p.d) y mi Padre, Chilo, quienes siempre me han dado ejemplos de lucha y superación, y han sido mi principal fuente de energía y motivación para seguir adelante. Gracias por todo... este logro es de ustedes.

A mis hermanos: Magaly, Vicky, Rolando, Fátima, Nino (q.e.p.d), Carmen y Erika, quienes me ayudaron y motivaron de forma decidida para culminar este importante proyecto. Sin ustedes no lo hubiera logrado, gracias por todo, los amo inmensamente y de este proyecto, cada uno de ustedes tienen un pedacito. Sé que Carmen, Nino y Uva estarán felices por este logro, y por las metas que también ustedes alcanzarán, y a las cuales apoyaré y seré parte de las mismas.

A Delmira y su familia, que como pareja me distes todo el apoyo, sacrificio y comprensión durante este tiempo. Este logro también te lo debo a ti, mi eterno respeto, admiración y agradecimiento por todo.

A mis cuñados Juan, Charly y Ricardo y a mi cuñada Miriam, quienes también son parte de este logro, mi eterno aprecio y gratitud por todo el apoyo.

A todos mis sobrinos, para que tengan presente que nunca es tarde para superarse y siempre seguir adelante, no importan los obstáculos, hacia una mejor formación académica y calidad humana.

A mi tía Nuria y todos sus hijos, quienes sé que también estarán felices por este logro. A mi tío Pacho, por su comprensión y motivación durante esta larga ausencia. A Gladys por sus rezos. Se que Carmencita, Nino y Uva les agradecen por todo el apoyo moral....Mil gracias.

A todos mis amigos de Panamá por sus rezos y energías positivas, en especial a mi amiga Jane por su permanente motivación.

A todos los compañeros de la UTP, en especial del LABAICA, quienes siempre me motivaron para culminar mis estudios.

Un infinito agradecimiento a todas las autoridades y colaboradores de la Universidad Tecnológica de Panamá, que me brindaron un decidido apoyo para culminar este importante proyecto.

Al Dr. Juan Jaén de la UP por su motivación y porque siempre me ha brindado grandes enseñanzas, su amistad, su gran calidad humana, y un ejemplo a seguir.

A las autoridades y colaboradores de la SENACYT y del IFARHU por el apoyo recibido para la realización del presente proyecto.

A mis amigos y hermanos que he ganado en este bello país, México, por cambiar mi vida, y al cual siempre estaré ligado por ser mi segunda patria, a la que deseo la mayor paz y prosperidad, y que se merecen todos sus ciudadanos.

Un especial agradecimiento a Jorge Llanes, su esposa Lorena Gonzalez y sus hijos, por la gran amistad, por el apoyo fundamental y motivación permanente que siempre me brindaron. Les estoy eternamente agradecido y ya los considero parte de mi familia que gané en México.

A Alberto Flores y su familia, por su amistad, apoyo y los buenos momentos de aprendizaje que pasamos junto al Dr. Gonzalo.

A todos aquellos con los que compartí excelentes momentos académicos y personales, desde que inicié este largo camino de aprendizaje... gracias infinitas.

INDICE

INDICE.....	i
LISTA DE TABLAS	v
LISTA DE FIGURAS	vi
LISTA DE ABREVIATURAS Y SÍMBOLOS.....	xii
RESUMEN	xiv
ABSTRACT	xv
INTRODUCCIÓN	1
CAPITULO I	5
1. MARCO TEÓRICO	5
1.1 El proceso de Deformación Plástica Severa	5
1.2 El proceso de extrusión angular en canal de sección constante (ECAP)	9
1.2.1 Principio del ECAP.....	10
1.2.2 Deformación impuesta por el proceso de ECAP.....	12
1.2.3 Rutas de procesamiento en ECAP	14
1.2.4 Sistemas de deslizamiento y distorsiones macroscópicas del proceso de ECAP.....	15
1.2.5 Patrones de deformación a corte asociados al ECAP	17
1.2.6 Resumen de los factores experimentales que influyen en el proceso de ECAP.....	18
1.3 Influencia del ECAP sobre las propiedades microestructurales y mecánicas de las aleaciones metálicas	18
1.3.1 Efectos del ECAP sobre la microestructura	19
1.3.1.1 Refinamiento del tamaño de grano	19
1.3.1.2 Tipo de arreglos de los subgranos	20
1.3.1.3 Textura cristalográfica	20
1.3.2 Efectos del ECAP sobre las propiedades mecánicas.....	22
1.3.2.1 Límite de cedencia y ductilidad	22
1.3.2.2 Dureza.....	25
1.3.3 Efectos sobre otras propiedades.....	25
1.4 Mecanismos de deformación y refinamiento de grano.....	27
1.4.1 Mecanismos de DPS.....	27
1.4.2 Modelos de refinamiento de grano.....	31
1.5 Sistemas afines a la aleación Al-20%(masa)Sn procesadas con ECAP y/u otras técnicas de DPS.....	34

CAPÍTULO II.....	36
2 METODOLOGÍA CIENTÍFICA.....	36
2.1 Preparación de la aleación para el ensayo de ECAP.....	36
2.2 Características del ECAP utilizado	38
2.3 Cortes efectuados sobre las barras procesadas por ECAP, para su caracterización	42
2.4 El proceso de Extrusión	44
2.5 Caracterización microestructural y mecánica.....	45
2.5.1 Microestructura y morfología	45
2.5.1.1 Microscopía óptica.....	45
2.5.1.2 Microscopía electrónica de Barrido (MEB), con detector de electrones retrodispersados (BSE: Backscattered electrons)....	45
2.5.1.3 Microscopía Electrónica de Transmisión (MET)	46
2.5.1.4 Unidad de micromaquinado de haz de iones de galio (Focused Ion Beam)	47
2.5.2 Caracterización por difracción de rayos X	47
2.5.2.1 Método de Refinamiento Rietveld para la determinación de microdeformaciones	48
2.5.2.2 Esfuerzos residuales de Tipo I por el método de $\text{sen}^2\psi$	50
2.5.2.3 Texturas cristalográficas	53
2.5.3 Ensayos mecánicos y termomecánicos	55
2.5.3.1 Ensayo de microdureza	55
2.5.3.2 Ensayo de tracción	56
2.5.3.3 Análisis Mecánico Dinámico	56
CAPÍTULO III	59
3. RESULTADOS.....	59
3.1 Comparación de la condición inicial para $\Phi= 110^\circ$ (378 ± 2 K) y la condición definitiva con $\Phi= 120^\circ$ (298 ± 2 K), y su efecto sobre la microestructura y dureza del material, sometido al proceso ECAP...	60
3.1.1 Evaluación de la microestructura a través de MEB	60
3.1.2 Ensayo de microdureza Vickers.....	63
3.2 Distribución de las propiedades mecánicas y microestructurales, inducidos por el proceso ECAP a varias escalas, desde mm hasta un nivel submicrométrico.....	66
3.2.1 Distribución de la microdureza superficial	66
3.2.2 Distribución de la microestructura a nivel micrométrico evaluado por MEB	69
3.2.3 Distribución de la microestructura a nivel sub-micrométrico evaluado por MET.....	74
3.3 Evolución de los esfuerzos residuales generados por ECAP en las primeras etapas de la deformación.....	77

3.4	Cambios a nivel submicrométrico ocurridos en las primeras etapas de deformación (transición de 0-1 paso) y para deformaciones severas (3, 4 y 5 pasos).	80
3.4.1	Estructura inicial de la aleación – 0 pasos	81
3.4.2	Microestructura a 1 paso por MET Convencional-Tipo de fronteras	81
3.4.3	Orientación relativa de los subgranos- MET Convencional	92
3.4.4	Morfología y microestructura a alta deformación (5 pasos) por MET con el detector HAADF	93
3.4.5	Morfología y microestructura por HRTEM	94
3.4.6	Caracterización por Difracción de rayos X.	97
3.5	Refinamiento a nivel submicrométrico, tanto en las primeras etapas de deformación (1 paso) como para deformaciones severas (5 pasos)	101
3.5.1	Refinamiento por MET	101
3.5.2	Patrones de difracción de electrones (PDE) por MET Convencional	102
3.5.3	Textura cristalográfica.	104
3.6	Cambios que sufren las celdas de dislocación generadas por el proceso de ECAP en función de la temperatura.	107
3.7	Eficiencia del proceso ECAP para aumentar el límite de cedencia, resistencia a la tracción máxima (UTS) y la ductilidad, tanto en las primeras etapas (0 y 1 paso) como mayor deformación (5 pasos)....	111
CAPITULO IV.....		114
4.	DISCUSIÓN.....	114
4.1	Comparación de la condición inicial para $\Phi= 110^\circ$ (378 ± 2 K) y la condición definitiva con $\Phi= 120^\circ$ (298 ± 2 K), y su efecto sobre la microestructura y dureza del material, sometido al proceso ECAP...	115
4.2	Distribución de las propiedades mecánicas y microestructurales, inducidos por el proceso ECAP a varias escalas, desde mm hasta un nivel submicrométrico.....	118
4.3	Evolución de los esfuerzos residuales generados por ECAP en las primeras etapas de la deformación.....	119
4.4	Cambios a nivel submicrométrico ocurridos en las primeras etapas de deformación (transición de 0-1 paso) y para deformaciones severas (3, 4 y 5 pasos)	121
4.5	Refinamiento a nivel submicrométrico, tanto en las primeras etapas de deformación (1 paso) como para deformaciones severas (5 pasos)	123
4.6	Cambios que sufren las celdas de dislocación generadas por el proceso de ECAP en función de la temperatura	124
4.7	Eficiencia del proceso ECAP para aumentar el límite de cedencia, resistencia a la tracción máxima (UTS) y la ductilidad, tanto en las primeras etapas (0 y 1 paso) como mayor deformación (5 pasos)....	126

CONCLUSIONES.....	128
CONTRIBUCIONES ORIGINALES	131
RECOMENDACIONES	132
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	133
ANEXOS.....	147

LISTA DE TABLAS

Tabla 2.1	Resumen de las variables de las 2 condiciones de procesamiento por ECAP utilizadas	42
Tabla 3.1	Resultados de esfuerzos residuales para $\phi=0^\circ$, 45° , y 90°	78
Tabla 3.2	Parámetros ajustados por refinamiento Rietveld para $\Phi=120^\circ$	100
Tabla 4.1	Propiedades físicas de aleaciones antifriccionantes de metal blanco (white metal bearing) y la aleación Al-20Sn (% masa)	117
Tabla A5.1	Mediciones de microdureza Vickers para muestras procesadas por ECAP con $\Phi=110^\circ$	157
Tabla A5.2	Mediciones de microdureza Vickers para muestras procesadas por ECAP con $\Phi=120^\circ$	158
Tabla A5.3	Datos de indexación de los patrones de difracción de electrones (PDE) de las muestras procesadas a 0, 1, 3, 4 y 5 pasos de ECAP, determinados con el programa CARINE	159
Tabla A5.4	Límite de cedencia, resistencia a la tracción y elongación para 0, 1 y 5 pasos de ECAP.....	160

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1	Nivel de refinamiento de diversas técnicas de DPS [23] ...	8
Figura 1.2	Esquema descriptivo de algunas técnicas de DPS [23]	9
Figura 1.3	(a) Componentes del sistema de ECAP y (b) canal de extrusión con los ángulos Φ y Ψ [3]	10
Figura 1.4	Plano de deformación de corte simple producido por ECAP [3]	12
Figura 1.5	Canal de extrusión y ángulos interno, Φ , y externo, Ψ , y (b) Canal con ángulos interno, Φ , y externo, Ψ , con radio de curvatura, R [3, 30]	13
Figura 1.6	Cálculo de ϵ_N para diferentes valores de Φ y Ψ [3, 30]	14
Figura 1.7	Rutas de procesamiento de ECAP [31]	15
Figura 1.8	Sistemas de deslizamiento macroscópicos generados por la ruta C de ECAP [34] (Se modificó la identificación de los planos para los efectos de este trabajo)	16
Figura 1.9	Distorsiones macroscópicas generados por la ruta C en un elemento cúbico hipotético, constituido por los planos ortogonales de la muestra procesada por ECAP [35] (Se modificó la identificación de los planos para los efectos de este trabajo)	16
Figura 1.10	Patrones de deformación a corte sobre cada plano ortogonal para la ruta C de ECAP [36] (Se modificó la identificación de los planos para los efectos de este trabajo).....	17
Figura 1.11	Modelo de rotación de fronteras de grano, (a) posición inicial de los granos y (b) posición después de que la capa superior se ha deslizado a la derecha [82]	29
Figura 1.12	Evolución microestructural durante la deformación a velocidad de deformación alta. (a) dislocaciones distribuidas al azar, (b) formación de celdas de dislocación alargadas (recuperación dinámica), (c) formación de subgranos elongados (d) división inicial de subgranos elongados y (e) microestructura recristalizada [81]	30
Figura 1.13	Rotación de fronteras de grano que conducen a una configuración equiaxial: (a) rotura de subgranos y (b) rotación de fronteras [81]	31
Figura 1.14	Modelo de refinamiento durante carga monofónica y (b) carga entrecruzada [86] (Se modificó la identificación de los componentes para los efectos de este trabajo).....	32

Figura 1.15	Diagrama de la recristalización de los granos en una banda de deformación adiabática: (a) cristal inicial sin deformar, (b) formación de granos elongados, (c) rotación de granos equiaxiales, (d) algunos subgranos desorientados con FGAG y (e) estado final de fronteras con alto refinamiento durante el enfriamiento [88]	34
Figura 2.1	Proceso de fundición, vaciado y el molde empleado	37
Figura 2.2	Diagrama de fases del sistema Al-Sn [93]	38
Figura 2.3	Barras de la aleación Al-20%(masa)Sn maquinadas	38
Figura 2.4	Componentes del equipo de ECAP: (a) desarmado y (b) armado con el protector	39
Figura 2.5	(a) Parte interna del dado de extrusión y (b) punzón	40
Figura 2.6	(a) Direcciones observadas en la barra procesada por ECAP y (b) planos estudiados para las diferentes caracterizaciones	43
Figura 2.7	(a) Muestras obtenidas de la barra procesada con un número impar de pasos de ECAP y (b) muestra obtenida de la barra con pasos pares de ECAP	43
Figura 2.8	(a) Dado de ECAP y salida de la muestra durante el proceso de extrusión y (b) Cambios en la geometría y longitud de las barras procesadas por ECAP.....	44
Figura 2.9	Geometría de medición de esfuerzos residuales	51
Figura 2.10	Esfuerzo sinusoidal suplido a la muestra, que genera una onda sinusoidal de respuesta, durante el ensayo de AMD. δ es el desfase entre ambas ondas. F_d es la fuerza dinámica u oscilatoria y F_s es la fuerza estática o fija [121]	57
Figura 3.1	Zona central de barras procesadas por ECAP con $\Phi=110^\circ$: (a) 0 pasos, (b) 1 paso, (c) 2 pasos, (d) 3 pasos, (e) 4 pasos y (f) 5 pasos	61
Figura 3.2	Zona central de barras procesadas por ECAP con $\Phi=120^\circ$: (a) 0 pasos, (b) 1 paso, (c) 2 pasos, (d) 3 pasos, (e) 4 pasos y (f) 5 pasos	62
Figura 3.3	Gráfico de microdureza Vickers en función del número de pasos de ECAP para $\Phi=110^\circ$	64
Figura 3.4	Gráfico de microdureza Vickers en función del número de pasos de ECAP para $\Phi=120^\circ$	65
Figura 3.5	Mapa de microdureza (a) 0 pasos, (b) 1 paso y (c) 5 pasos de ECAP (carga de 200 g y tiempo de carga de 15 s)	67
Figura 3.6	Identificación de las zonas evaluadas en las muestras procesadas por ECAP	68
Figura 3.7	Diversas zonas de barras procesadas por ECAP con $\Phi=120^\circ$: (a) 1 paso-zona interna, (b) 1 paso zona externa (c) 1 paso zona lateral, (d) 5 pasos zonas externa y (e) 2 pasos zona externa	70

Figura 3.8	Estructura estratificada de muestras procesadas por ECAP con $\Phi=120^\circ$: (a) 1 paso-zona externa y (b) 5 pasos-zona externa	71
Figura 3.9	(a) Morfología fina de barra de 0 pasos por ECAP zona central y fragmentación en la zona estratificada de barras procesadas por ECAP con $\Phi=120^\circ$: (b) 1 paso, (c) 3 pasos, (d) 5 pasos y (e) 5 pasos-tamaño de fragmentos ..	73
Figura 3.10	Zona central de las barras procesadas por ECAP con $\Phi=120^\circ$, plano paralelo a la dirección de extrusión DE (plano 3, normal a DT, figura 2.6b); (a) 1 paso, (b) 2 pasos, (c) 5 pasos	74
Figura 3.11	Microestructura MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): (a) Granos alargados, (b) patrón de difracción de electrones (PDE) de la zona identificada como a-120 KV, L= 40 cm y diafragma medio (4 μm), y (c) zonas con subgranos con dislocaciones dispuestas de forma caótica (identificadas con flechas) y con celdas de dislocación poco organizadas (identificadas como a)	75
Figura 3.12	Microestructura MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 5 pasos de ECAP ($\Phi=120$): (a) Subgranos equiaxiales, (b) patrón de difracción de electrones (PDE)-120 KV, L= 40 cm y diafragma medio (4 μm), y (c) celdas de dislocación con arreglo más organizado dentro de subgranos	76
Figura 3.13	Perfiles de esfuerzo residual obtenidos por el método de $\text{sen}^2\psi$, para 1 paso de ECAP: a) esfuerzo normal, σ_ϕ , b) esfuerzo de corte, τ_ϕ	79
Figura 3.14	Microscopia óptica de la muestra procedente de la barra sin procesar por ECAP	81
Figura 3.15	Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): bandas de deformación	82
Figura 3.16	Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): subgranos alargados	82
Figura 3.17	Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): Zona ampliada con diferentes arreglos y defectos: a: subgrano libre de dislocaciones, b: subgrano con pocas dislocaciones, c: dislocaciones dispuestas de forma caótica o en forma reticular, d: subgranos con celdas de dislocaciones y e: fronteras con franjas	83

Figura 3.18	Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): zona ampliada con diferentes arreglos de dislocaciones: a: con paredes de dislocación con fronteras geométricamente necesaria, b: con paredes de dislocación con fronteras incidentales	84
Figura 3.19	Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): Zona ampliada con diferentes fronteras con franjas, identificadas con flechas	85
Figura 3.20	Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): (e) zona ampliada con diferentes subgranos: a: con paredes de dislocación con FGN, b: con paredes de dislocación con FI y c: con abundante celdas de dislocación	85
Figura 3.21	Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 3 pasos por ECAP ($\Phi=120$): (a) imagen completa, b) patrón de difracción de electrones (PDE) de (a) -120 KV, L= 40 cm y diafragma medio (4 μm), y (c) zona ampliada con diferentes subgranos: a : dislocaciones dispuestas de forma caótica o forma de red, y b : fronteras con franjas	86
Figura 3.22	Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 3 pasos por ECAP ($\Phi=120$): zona ampliada con diferentes subgranos: a: con paredes de dislocación con FGN y b: con paredes de dislocación con FI	87
Figura 3.23	Microestructura MET (BF) y 120KV de la zona central de la muestra de 3 pasos por ECAP ($\Phi=120$): Zona identificada como: a: Fronteras con paredes de alta densidad de dislocación, se encuentra virtualmente desplazada de su posición original, b: subgranos con dislocaciones dispuestas de forma caótica o en forma de red, c: fronteras con franjas y d: celda de dislocación con paredes de alta densidad de dislocaciones (con FGN y FI)	88
Figura 3.24	Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 4 pasos por ECAP ($\Phi=120$): imagen completa y b) patrón de difracción de electrones (PDE) de (a)-120 KV, L= 40 cm y diafragma medio (4 μm)	89
Figura 3.25	Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 4 pasos por ECAP ($\Phi=120$): zona ampliada con diferentes subgranos libres de dislocaciones	90

Figura 3.26	Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 5 pasos por ECAP ($\Phi=120$): subgranos equiaxiales	90
Figura 3.27	Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 5 pasos por ECAP ($\Phi=120$): donde se identifica los componentes: a: subgranos con pocas dislocaciones en su interior y paredes de alta densidad de dislocaciones (con flecha) y b: fronteras con franjas	91
Figura 3.28	Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central ampliada de la muestra de 5 pasos por ECAP ($\Phi=120$): Celdas de dislocación con un arreglo organizado dentro de un subgrano	91
Figura 3.29	Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): (a) 0° , (b) 1° , (c) 2° y (d) 3°	92
Figura 3.30	Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la muestra de 5 pasos por ECAP ($\Phi=120$): (a) 1° , (b) 2° , (c) 3° y (d) 4°	93
Figura 3.31	Imágenes de MET de la muestra de 5 pasos por ECAP ($\Phi=120$): (a) alta densidad de dislocaciones observada en el modo HAADF y (b) Contraste de dislocaciones y celdas de dislocación observados en el modo BF.....	94
Figura 3.32	Imagen de HRTEM de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$), donde 1 y 2 corresponden a dos subgranos	95
Figura 3.33	Imagen de HRTEM de la muestra de 5 pasos por ECAP ($\Phi=120$). (a) Muestra global, (b) PDE de la zona 1, (c) PDE zona 4, (d) PDE de zona 5 y (e) PDE de zona 6	96
Figura 3.34	Imagen de HRTEM de la muestra de 5 pasos por ECAP ($\Phi=120$)-zona adicional	97
Figura 3.35	Ensanchamiento del pico 311 del aluminio para 0, 1, 2, 3, 4 y 5 pasos de ECAP	98
Figura 3.36	Gráficos Williamson-Hall para 0, 1, 2, 3, 4 y 5 pasos de ECAP	99
Figura 3.37	Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): subgranos alargados	101
Figura 3.38	Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 5 pasos por ECAP ($\Phi=120$): subgranos equiaxiales	102
Figura 3.39	Patrones de difracción, tomados usando un diafragma de 4 micras (120 KV): (a) 0 pasos, (b) 1 paso, (c) 4 pasos y (d) 5 pasos de ECAP	103

Figura 3.40	Figura de polos para 1 paso de ECAP y $\Phi = 120^\circ$: (a) plano (111), (b) plano 200, (c) plano (220) y (d) plano (311). DE: dirección de extrusión y DN: dirección normal	105
Figura 3.41	Figura de polos para 5 pasos de ECAP y $\Phi = 120^\circ$: (a) plano (111), (b) plano 200, (c) plano (220) y (d) plano (311). DE: dirección de extrusión y DN: dirección normal	106
Figura 3.42	Simulación efectuada con el programa CARINE del plano (111) con los componentes: $\{111\} \langle -110 \rangle$ cuadros grises y $\{112\} \langle -110 \rangle$ cuadros con puntos	107
Figura 3.43	Análisis mecánico dinámico de la Al-20Sn (% masa) a 0, 1 y 5 pasos de ECAP. Gráfico del módulo de almacenamiento vs T	108
Figura 3.44	Análisis mecánico dinámico de la Al-20Sn (% masa) a 0, 1 y 5 pasos de ECAP. Gráfico del módulo de pérdida vs T	109
Figura 3.45	Análisis mecánico dinámico de la Al-20Sn (% masa) a 0, 1 y 5 pasos de ECAP. Gráfico de la capacidad amortiguadora vs T	110
Figura. 3.46	Curva esfuerzo ingenieril-deformación para 0, 1 y 5 pasos de ECAP. En la imagen inserta se presenta el gráfico de barras del límite de cedencia y UTS para 0, 1 y 5 pases por ECAP	112
Figura. 3.47	Elongación a falla para 0, 1 y 5 pases por ECAP	113
Figura A1.1	Sistemas de deslizamiento generados por las rutas A, B _A y B _C de ECAP [3]	147
Figura A1.2	Distorsiones macroscópicas en un hipotético elemento cúbico constituido por los planos ortogonales generados por las rutas de ECAP [3]	148
Figura A1.3	Patrones de deformación a corte sobre cada plano ortogonal para las rutas A, B _A y B _C de ECAP [3]	149
Figura A2.1	(a) Grúa para la colocación de la camisa protectora al dado de extrusión y (b) dado y camisa armados ya integrado y colocado en la base de la prensa, punzón, porta punzón y prensa hidráulica	150
Figura A2.2	(a) Dado previo al proceso de extrusión, (b) final de proceso de extrusión y (c) salida de muestra	151
Figura A2.3	(a) Sistema con resistencia para ensayo a 105 °C y (b) sistema en operación a 105 °C	151
Figura A4.1	Formas del gráfico $\epsilon_{\Phi\psi}^{\{hkl\}} - \sin^2\psi$	155

LISTA DE ABREVIATURAS Y SÍMBOLOS

- ECAP : equal-channel angular pressing
- ECAE: equal-channel angular extrusion
- DPS : deformación Plástica Severa
- FCC: Cúbico centrado en el cuerpo
- BCT: tetragonal centrado en el cuerpo
- TGUF: tamaño de grano ultrafino
- σ_y : resistencia a la fluencia
- UTS: resistencia a la tracción máxima
- HPT: High-pressure Torsion
- ABR: Accumulative Roll-Bonding
- PTMC: procesos termomecánicos convencionales
- FGAP: fronteras de grano de ángulo pequeño
- FGAG: fronteras de grano de ángulo pequeño
- DE: dirección de extrusión
- DT: dirección transversal
- DN: perpendicular a la dirección normal
- BDCs: bandas de deformación de corte
- DDC: dirección de deformación de corte principal
- γ : deformación de corte
- ϵ_N : deformación equivalente
- MEB: microscopía electrónica de barrido
- NA: número atómico
- MET: microscopía electrónica de transmisión

FIB: focused ion beam

T: temperatura

Φ : ángulo interno del dado de ECAP

Ψ : ángulo externo del dado de ECAP

FGN: fronteras geoméricamente necesarias,

FI: fronteras incidentales

RESUMEN

En esta investigación se presenta y discute la viabilidad para mejorar las propiedades mecánicas y microestructurales de la aleación Al-20Sn (% masa) a través del proceso de Extrusión Angular en canal de sección constante (ECAP: equal channel angular pressing). Se prepararon muestras de sección cuadrada de $16 \times 16 \text{ mm}^2$ y longitud de 100 mm, y se sometieron al proceso de ECAP, a través de la ruta C (rotación de 180 grados entre cada paso) y a temperatura ambiente. Se utilizaron las técnicas de microscopía electrónica de barrido y microscopía electrónica de transmisión para analizar la morfología y la evolución de la microestructura. Se hicieron estudios por difracción de rayos X, a través del método de $\sin^2(\psi)$ para evaluar los esfuerzos residuales, refinamiento Rietveld para determinar las microdeformaciones y textura cristalográfica. Se llevaron a cabo mediciones de microdureza Vickers para evaluar la uniformidad macroscópica de los estados de deformación, el ensayo de tracción para determinar el límite de cedencia, el límite de tracción y la elongación. Finalmente, se llevó a cabo un análisis mecánico dinámico para evaluar la estabilidad térmica de las dislocaciones y celdas.

Los resultados mostraron una microestructura con alta densidad de dislocaciones, celdas y subgranos, refinados a escala submicrométrica, que incrementa las propiedades viscoelásticas de la aleación, pero debido a su mejor organización, limita el incremento de las microdeformaciones. Se observaron los siguientes componentes de textura: $\{111\} \langle -110 \rangle$ and $\{112\} \langle -110 \rangle$. Los perfiles de esfuerzos residuales fueron influenciados por fenómenos de fricción, relajación y el proceso mismo. Los valores de microdureza mostraron un incremento significativo con respecto a la muestra sin procesar. Los ensayos de tracción mostraron un aumento de cerca del 140 % en el límite de cedencia después del primer paso, mientras que a 5 pasos se observó un incremento más modesto. La ductilidad permanece muy similar entre 1 y 5 pasos de ECAP.

ABSTRACT

In this investigation, the feasibility of an Al-20Sn (mass %) alloy to improve its mechanical and microstructural properties through the Equal Channel Angular Pressing (ECAP) process is presented and discussed. Samples with a square section of 16x16 mm² and a length of 100 mm were subjected to the ECAP process through route C (i.e. rotation of 180 degrees between each pass) and at room temperature. Scanning Electron Microscopy and Transmission Electron Microscopy were used to analyze the morphology, and the microstructural evolution. The characterization of the samples was carried out using X-ray diffraction through the $\sin^2(\psi)$ method for residual stresses, Rietveld refinement for microstrains and crystallographic texture. Vickers microhardness was carried out to analyze the macroscopic uniformity of the states of deformation, tensile testing to determine the yield strength, ultimate tensile strength and elongation, and additionally the dynamic mechanical analysis to evaluate the thermal stability of dislocations and cells.

The results showed a microstructure with high dislocation density, cells and subgrains, refined to a sub-micron scale to greater deformation, that increases the viscoelastic properties of the alloy, but because of its better organization, limited the increase of microstrains. It was observed the following texture components: $\{111\} \langle -110 \rangle$ and $\{112\} \langle -110 \rangle$. The residual stress profiles were influenced by friction, relaxation and the process itself. The microhardness values showed a significant increase when compared to the as-cast sample. The tensile tests showed an increase in the yield strength after the first pass, about 140% greater. A marginal increase in the yield strength after the fifth pass was observed; whilst the ductility remained very similar from 1 to 5 passes.

INTRODUCCIÓN

La **Extrusión en Canal Angular de sección Constante** o **ECAP** (equal-channel angular pressing, también conocido como **ECAE**, equal-channel angular extrusion) es una técnica de **Deformación Plástica Severa (DPS)**, que se ha aplicado en aleaciones convencionales, incorporándoles propiedades microestructurales y mecánicas superiores. Con ello, se ha logrado ampliar y potenciar nuevas aplicaciones a estas aleaciones, y a la vez, permitir el reemplazo de materiales costosos por más económicos, modificados por ECAP. En este sentido, eliminar adiciones y/o reemplazarlas por componentes más económicos, de mayor disponibilidad, pero procesados por ECAP (por ejemplo, reemplazar o eliminar el Zr o el Sc que son escasos y costosos, en aleaciones de aluminio superplásticas), resulta ser una alternativa viable, de gran impacto desde el punto de la optimización de los materiales, y evidentemente de interés industrial.

Para el presente proyecto se ha planificado trabajar con una aleación Al-20Sn (% masa), la cual será procesada por ECAP, cuyas posibles aplicaciones, son su uso como aleación antifricción para el revestimiento de cojinetes de deslizamiento. Sin embargo, esta parte del problema no será abordada y nos limitaremos a la caracterización microestructural y mecánica de esta aleación.

El problema de la investigación se enmarca en la necesidad de estudiar la conducta de la aleación Al-20Sn (%masa), ya que a la fecha no se tienen referencias de estudios previos por ECAP con este sistema, y son muy pocas las referencias con sistemas y procesos de deformación afines. Reconociendo todo el potencial que ofrece el ECAP en sistemas FCC tal como el Al y sus aleaciones, resulta interesante explorar los efectos del Sn, que es un sistema tetragonal centrado en el cuerpo, BCT, en el proceso de deformación, en virtud de sus excelentes propiedades antifriccionantes.

Además, es importante evaluar si conforme se incrementan los pasos de ECAP, la microestructura logra un refinamiento en su tamaño de grano y mejores propiedades mecánicas. Igualmente es necesario estudiar la evolución de los microesfuerzos y microdeformaciones que se puedan generar bajo las altas deformaciones impuestas.

Esta investigación se justifica ya que genera avances en el entendimiento de los fenómenos que acontecen en la Deformación Plástica Severa, y en particular del ECAP, sobre sistemas poco estudiados, como los del tipo FCC como el Al, con segunda fase BCT, como el Sn. El Sn no sufre modificación por los procesos de ECAP, no se combina con el aluminio y al no haber formación de fases binarias su microestructura es relativamente simple. El Sn no presenta solución sólida con el aluminio, por lo que no se espera corrimiento en sus picos de difracción con respecto a las posiciones de referencia ni ensanchamiento, debido a esfuerzos residuales, pues el Sn recristaliza a temperatura ambiente. El sistema estudiado, Al-20Sn (% masa), tiene una composición hipo-eutéctica (el punto eutéctico se encuentra a 501-502 K y a 99.5 % en masa de estaño), y como ya se mencionó, no hay fases intermedias ni compuestos presentes, por lo cual se evaluará únicamente el efecto progresivo del ECAP sobre la microestructura del aluminio, el grado de refinamiento que ejerce este proceso y la modificación de las propiedades mecánicas y microestructurales del material.

El objetivo general de esta investigación es evaluar la influencia del proceso de ECAP sobre la microestructura y propiedades mecánicas de la aleación Al-20Sn (% masa), examinando la uniformidad y los cambios a nivel submicrométrico, el refinamiento a nivel submicrométrico, la estabilidad térmica de las celdas de dislocación generadas por ECAP, la evolución del límite de cedencia, resistencia a la tracción y la ductilidad inducidos por ECAP, tanto en las primeras etapas del ECAP como a mayor deformación, así como los esfuerzos residuales generados en las primeras etapas de ECAP.

Los objetivos específicos son los siguientes:

- Determinar la distribución de las propiedades mecánicas y microestructurales, inducidos por el proceso ECAP a varias escalas, desde mm hasta un nivel submicrométrico.
- Analizar la evolución de los esfuerzos residuales generados por ECAP en las primeras etapas de la deformación (1 paso), tanto a nivel superficial como en las primeras decenas de micras al interior, para evaluar los efectos de fricción, relajación y el proceso de ECAP.
- Determinar los cambios a nivel submicrométrico ocurridos en el material sujeto a ECAP en las primeras etapas de deformación (transición de 0-1 paso) y para deformaciones severas (3, 4 y 5 pasos), en particular: la formación de subgranos y su orientación relativa, tipos de frontera y otros arreglos.
- Analizar el nivel de refinamiento submicrométrico generado por ECAP, tanto en las primeras etapas de deformación (1 paso) como para deformaciones severas (5 pasos).
- Evaluar los cambios que sufren las celdas de dislocación generadas por el proceso de ECAP en función de la temperatura .
- Determinar la eficiencia del proceso ECAP para aumentar el límite de cedencia, resistencia a la tracción máxima (UTS) y la ductilidad, tanto en las primeras etapas (0 y 1 paso) como mayor deformación (5 pasos).

Para el logro de los objetivos del proyecto, nos planteamos las siguientes hipótesis de trabajo:

- No hay calentamiento desmesurado que genere temperaturas (T) mayores a la temperaturas de recristalización ($T > 423 \text{ K}$ ($>150^\circ\text{C}$)) durante los ensayos de ECAP.
- El estaño se utilizará como trazador de los procesos de deformación que acontecen por efecto del ECAP.
- El estaño coadyuvará en la reducción de las microdeformaciones y esfuerzos residuales que se generen por ECAP.
- Se forman celdas de dislocación y subgranos desde los primeros pasos de ECAP, que conducirán en pasos sucesivos del ECAP, a un refinamiento de grano en la aleación.
- El refinamiento a nivel submicrométrico conducirá a un incremento de la dureza y del límite de cedencia, σ_y , de la aleación, sin pérdida significativa de ductilidad.

El presente trabajo está estructurado de la siguiente forma: En el capítulo I se presenta una visión general de las técnicas de deformación plástica severa, el marco teórico del proceso de ECAP, la influencia del ECAP sobre las propiedades microestructurales y mecánicas de los materiales, y los mecanismos de deformación y refinamiento de grano que operan durante el proceso de ECAP; en el capítulo II se presenta la metodología científica y las técnicas de caracterización utilizadas, en el capítulo III los resultados, en el capítulo IV la Discusión y luego de ello, las Conclusiones. Finalmente se presenta las contribuciones originales, las recomendaciones, las referencias bibliográficas utilizadas del proyecto y los anexos, con información adicional de interés.

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO

En el presente capítulo abordaremos aspectos importantes de las técnicas de Deformación Plástica Severa (DPS), en particular del ECAP, sus principios, los factores experimentales relevantes, la influencia sobre diversas propiedades microestructurales y mecánicas en aleaciones de Al, los mecanismos de deformación y refinamiento que teóricamente deben operar, y finalmente, los resultados previos más relevantes con otras aleaciones y sistemas de DPS afines al ECAP.

1.1 El proceso de Deformación Plástica Severa

En las últimas tres décadas se ha tenido un creciente interés en el desarrollo de nuevas técnicas, que permitan fabricar aleaciones metálicas con **tamaño de grano ultrafino**, es decir, en el orden de los submicrómetros incluso hasta los nanómetros. El tamaño de grano promedio de un material policristalino se puede relacionar a su resistencia a la fluencia (σ_y) a través de la relación de Hall Petch ($\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}$, donde σ_0 es el valor de la resistencia a la fluencia en ausencia de límites de grano y k_y una constante), que predice la posibilidad de obtener un alto límite de fluencia con reducciones significativas en el tamaño de grano del material. No obstante, los procesos convencionales de fabricación y procesamiento de las aleaciones comerciales, implican tratamientos termomecánicos preestablecidos, que producen materiales con tamaños de granos de pocos micrómetros, lo cual es una limitación intrínseca de estos procesos.

Para obtener materiales policristalinos de **tamaño de grano ultrafino (TGUF)**, es decir entre ~100 nm a 1000 nm, distribuidos a escala volumétrica, se requiere de la presencia de una microestructura relativamente homogénea, con granos equiaxiales y una alta fracción de fronteras de grano o subgranos desorientados con ángulo grande ($> 15^\circ$), que coadyuve en el desarrollo de dicha estructura [1-3].

Hay dos tipos de procedimientos o rutas para obtener materiales de TGUF: uno implica ir de abajo hacia arriba, o de menor a mayor escala y la otra, de arriba hacia abajo, o de mayor a menor escala [2, 3]. En el primer procedimiento se hace un **ensamblado individual** de los átomos y/o un proceso de consolidación de las nanopartículas en el sólido. Se incluyen métodos como: condensación de gases inertes, electrodeposición, molienda con bolas con posterior consolidación, etc. Se limita a materiales con dimensiones pequeñas, por ejemplo en componentes para la industria electrónica. Los productos obtenidos por esta ruta invariablemente tienen porosidad residual y contaminación en niveles bajos, incorporados durante su fabricación [4-9]. La segunda ruta implica procesar un sólido volumétrico, de tamaño de grano relativamente grande (100-1000 μm), imponiendo al mismo una intensa deformación de corte, o a través de la aplicación de impactos que modifiquen la superficie (shot peening). Esta última ruta, agrupa una serie de técnicas denominadas en su conjunto “procesamiento por **Deformación Plástica Severa (DPS)**”, y entre sus aspectos relevantes se pueden mencionar que: no modifican de forma significativa las dimensiones totales del sólido, incorporan un excepcional refinamiento de grano, generan una microestructura relativamente homogénea, con granos equiaxiales, y una alta fracción de fronteras de grano de ángulo grande ($> 15^\circ$). Otra característica de gran relevancia de la **DPS** en ciertos sistemas, es que con elevados niveles de deformación, se observan incrementos importantes de σ_y , pero **sin pérdida significativa en la ductilidad**, lo cual se reconoce como “**LA PARADOJA RESISTENCIA-DUCTILIDAD DE LA DPS**” [1, 3,10].

Los métodos convencionales de conformado de metales, como la extrusión y la laminación, tienen 2 limitaciones fundamentales para producir microestructuras de TGUF: la deformación total que se puede imponer se ve afectada por la reducción de las dimensiones de la sección transversal de la pieza que se procesa y además, las deformaciones impuestas son insuficientes, por efecto de la baja ductilidad de las aleaciones comerciales, tanto a temperatura ambiente, como a temperaturas relativamente bajas. Esto es una consecuencia de la microestructura que se genera por estos métodos, que usualmente presenta granos elongados y una alta fracción de fronteras de grano de ángulo pequeño ($< 15^\circ$) [3].

Diversas técnicas de DPS han sido propuestas y desarrolladas, entre las cuales se puede mencionar: **Extrusión Angular en Canal de sección constante** (ECAP: Equal-Channel Angular Pressing) [1-3,11-16], torsión a alta presión (HPT: High-pressure Torsion) [17, 18], forja multidireccional (multi-directional forging) [19, 20] y la unión por laminación acumulativa (ABR: Accumulative Roll-Bonding) [21, 22], que son las que se pueden considerar bien establecidas y reconocidas.

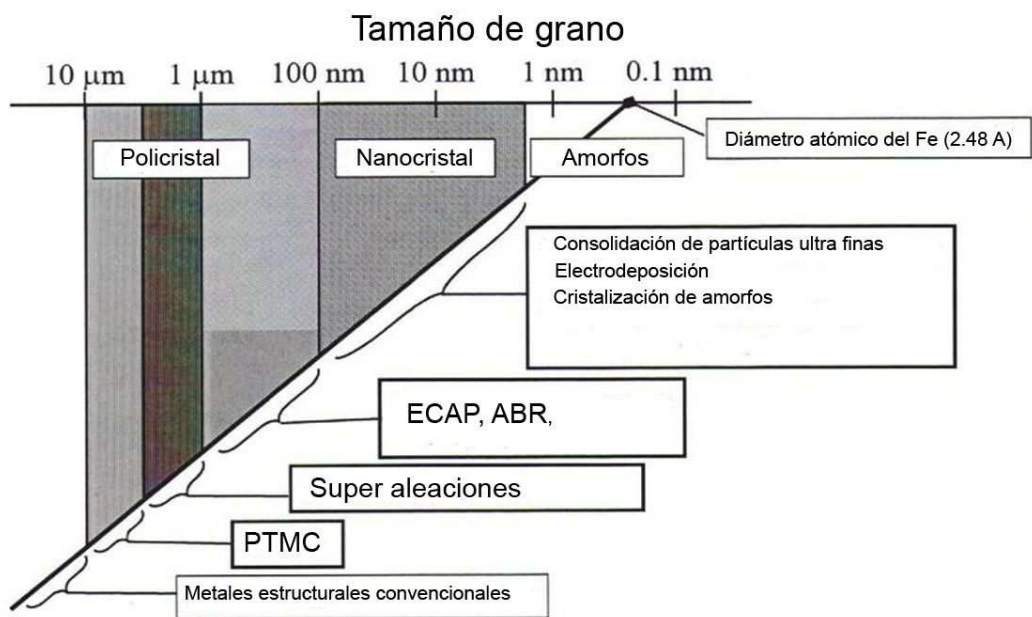
En la figura 1.1 se presenta un gráfico con diversas técnicas de DPS y el nivel de refinamiento que se logra con cada una. Con el ECAP se logran refinamientos máximo teóricos en el orden de 100 nm.

En la figura 1.2, se presenta una descripción de algunas técnicas de DPS, tales como molienda con bola, torsión a alta presión y shot peening .

De los procesos de DPS, el ECAP es una técnica de procesamiento de particular interés en la comunidad científica, y con la cual se decidió trabajar para el desarrollo del presente proyecto, debido a las siguientes razones:

- Posibilidad de aplicar la técnica en muestras volumétricas, relativamente grandes, que podrían ser usadas en aplicaciones industriales de piezas de algunos centímetros.

- Simplicidad en su funcionamiento.
- Posibilidad de obtención de gran refinamiento de grano y homogeneidad en la microestructura, a elevados procesos de deformación [3, 24, 25].
- Posibilidad de aplicarse a una amplia variedad de materiales con diferentes estructuras cristalinas, incluyendo aleaciones endurecibles por precipitación, con compuestos intermetálicos, eutécticas, composites de matriz metálica y otras [3].
- Potencial del ECAP de llevarse a escala industrial [1-3].



PTMC: procesos termomecánicos convencionales
ABR: Accumulative Roll-Bonding

Figura 1.1 Nivel de refinamiento de diversas técnicas de DPS [23].

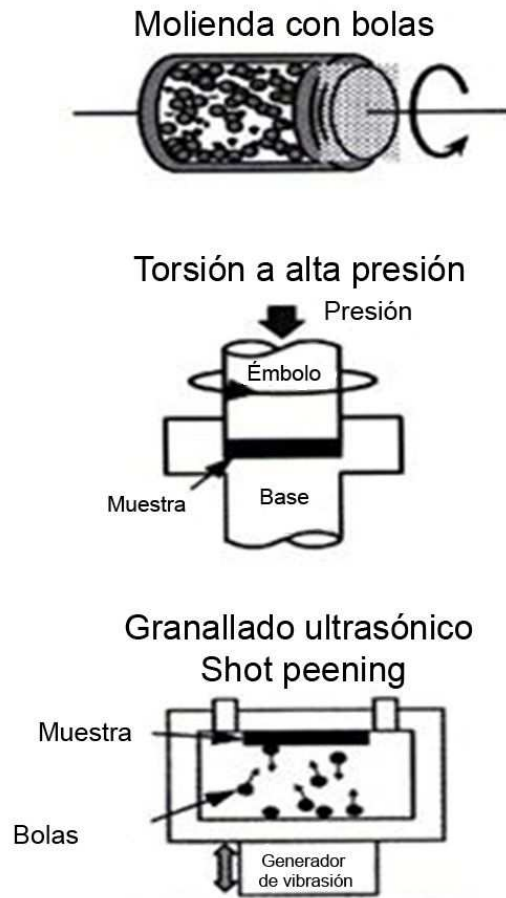


Figura 1.2 Esquema descriptivo de algunas técnicas de DPS [23].

1.2 El proceso de extrusión angular en canal de sección constante (ECAP)

La técnica de **ECAP** fue desarrollada por Segal y sus colaboradores entre los años 1970s y 1980s, en la antigua Unión Soviética [11,12], con el objetivo de evaluar los efectos de la introducción de altas deformaciones de corte simple en las propiedades mecánicas y microestructurales de muestras metálicas. En los años 1990s se reportó el uso potencial del ECAP para producir metales con TGUF y propiedades superiores [26-29]. A partir de entonces hasta el

presente se ha tenido un creciente interés y desarrollo de investigaciones sobre el proceso de ECAP, incluyendo sus aplicaciones industriales.

1.2.1 Principio del ECAP

El principio del ECAP se ilustra en la figura 1.3a. El componente fundamental es el dado de extrusión, que se fabrica con acero de herramienta H13 y/o D2 con el tratamiento térmico y templado adecuados. El dado posee un canal interno en forma de codo con sección constante. El codo o doblez del canal tiene un ángulo interno, Φ , que oscila usualmente entre 90° y 120° , y además un ángulo externo, Ψ , que está asociado al arco de curvatura de la sección externa del codo, y que varía entre 0° a 20° .

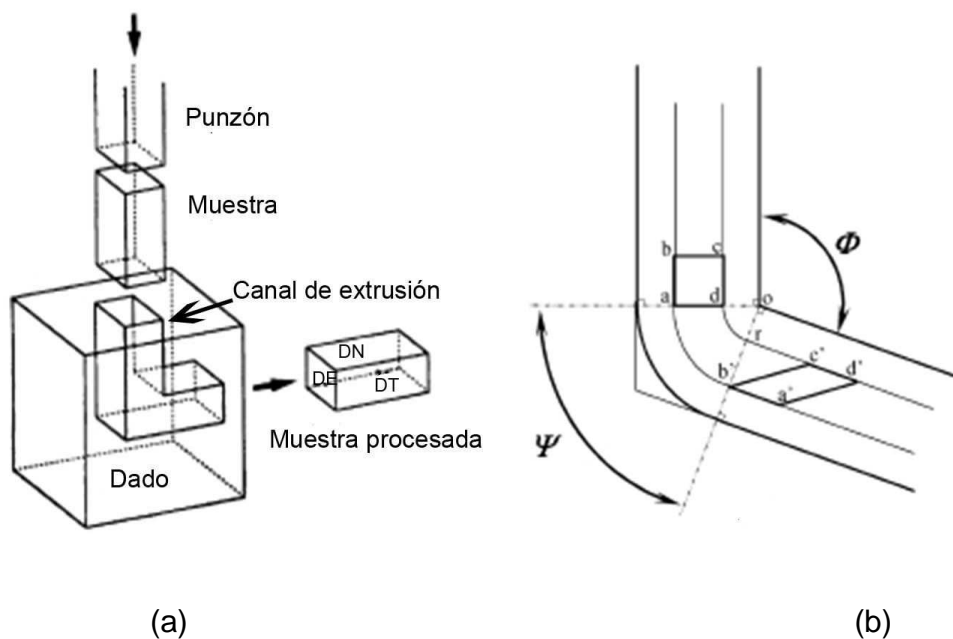


Figura 1.3 (a) Componentes del sistema de ECAP y (b) Canal de extrusión con los ángulos Φ y Ψ [3].

En la figura 1.3b se puede observar el canal de extrusión con la ubicación de ángulos Φ y Ψ . Durante el procesamiento a través del ECAP la muestra se

hace pasar de forma forzada a través del mismo con la ayuda de un punzón, que está adaptado a una prensa hidráulica, lo cual se ilustra en el esquema de la figura 1.3a.

No hay restricción sobre la forma o tamaño del dado, puede ser un elemento sólido único, pero por razones prácticas es más común fabricarlo en 2 partes. El canal de extrusión se maquina ya sea en ambas partes o en una de sus partes. Ambas secciones del dado se unen con la ayuda de tornillos que soporten una alta presión. Durante el proceso de ECAP el canal de extrusión se lubrica de forma exhaustiva (con MoS_2 por ejemplo), para minimizar los efectos friccionantes de las paredes del canal. Luego del procesamiento por ECAP, la muestra emerge prácticamente sin cambios en la sección transversal, lo cual permite su reintroducción para un nuevo procesamiento por ECAP, y puede efectuarse tantas veces como la ductilidad de la muestra lo permita, y es como se logra incorporar las elevadas deformaciones en dicho proceso.

A la muestra se le da forma de acuerdo a las dimensiones y geometría del canal. Usualmente el procesamiento por ECAP implica el uso de barras de sección transversal cuadrada y por ende, un dado con canal de sección cuadrada de igual dimensión. En vista que el ECAP permite la reintroducción de la muestra, luego de procesarla, surge la posibilidad de efectuar los siguientes procesos, ya sea sin giro o rotando la muestra entre pasos y paso, a 90° o 180° , con lo cual se logra activar diferentes sistemas de deslizamiento macroscópicos.

La naturaleza de la deformación impuesta es de corte simple y ocurre cuando la muestra pasa a través del codo del dado, como se observa en la figura 1.4, donde por simplicidad $\Phi = 90^\circ$ y $\Psi = 0^\circ$ [3]. El plano de corte teórico (paralelo al codo del canal de extrusión) se localiza entre los 2 elementos adyacentes dentro de la muestra, que se identifican como 1 y 2 en la figura 1.4 [3].

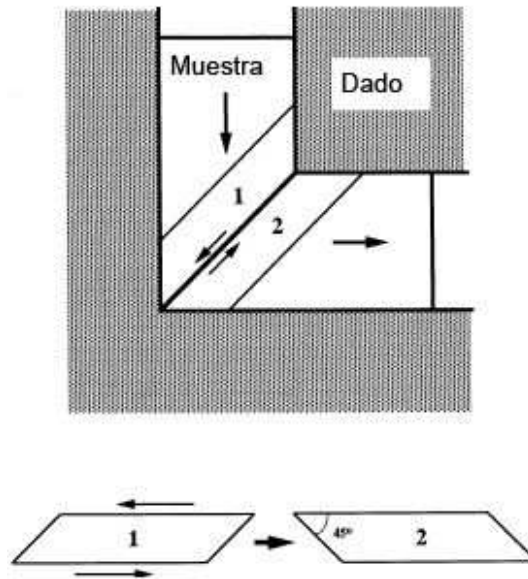


Figura 1.4 Plano de deformación de corte simple producido por ECAP [3].

1.2.2 Deformación impuesta por el proceso de ECAP

La magnitud de la deformación impuesta sobre la muestra en cada paso de ECAP, puede ser estimada usando una aproximación basada en la configuración de los ángulos Φ y Ψ del canal de extrusión. La deformación se determina asumiendo que la muestra y el canal están idealmente lubricados, de tal forma que cualquier efecto friccionante puede ser despreciado. Una situación hipotética del proceso de deformación se presenta en la figura 1.5a, en donde un pequeño elemento cuadrado localizado en la entrada del canal, etiquetado como **abcd**, pasa a través del plano de corte teórico, se distorsiona y adquiere la forma del paralelogramo etiquetado como **a'b'c'd'**, luego del proceso de deformación.

Se ha demostrado [3, 27], que la deformación de corte γ conduce a la solución general:

$$\gamma = 2 \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \Psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) \quad (1)$$

Y la **deformación equivalente** después de N pasos, ϵ_N , puede ser expresada en forma general a través de la siguiente relación [3, 27]:

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

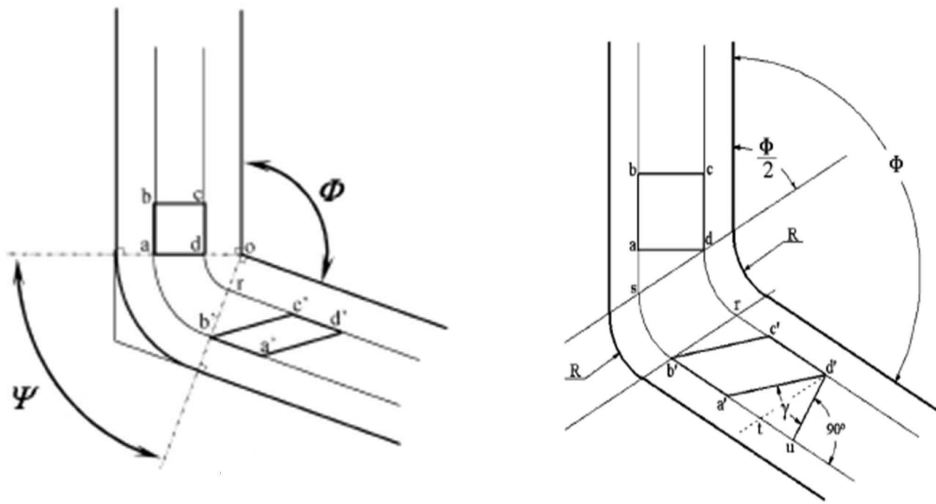


Figura 1.5 Canal de extrusión y ángulos interno, Φ , y externo, Ψ , y (b) Canal con ángulos interno, Φ , y externo, Ψ , con radio de curvatura, R [3, 30].

Para el caso de un canal de extrusión con un radio de curvatura interno R , tal como se puede observar en la figura 1.5b, las ecuaciones (1) y (2) siguen siendo válidas, y lo importante es establecer la configuración de los ángulos Φ y Ψ . El efecto de los ángulos Φ y Ψ , se puede observar en la figura 1.6 donde se presenta un gráfico de ϵ_N , determinado con la ecuación (2), en función de los ángulos Φ (que oscila entre 45° a 180°) y Ψ (0° a 90°). N es el número de pasos por ECAP y es igual a 1 en este caso..

Se observa que el ángulo asociado al arco de curvatura, Ψ , tiene una menor contribución sobre la deformación equivalente, excepto sólo cuando Φ es

menor de 90°. Se puede obtener altos niveles de deformación utilizando valores bajos de Φ y Ψ .

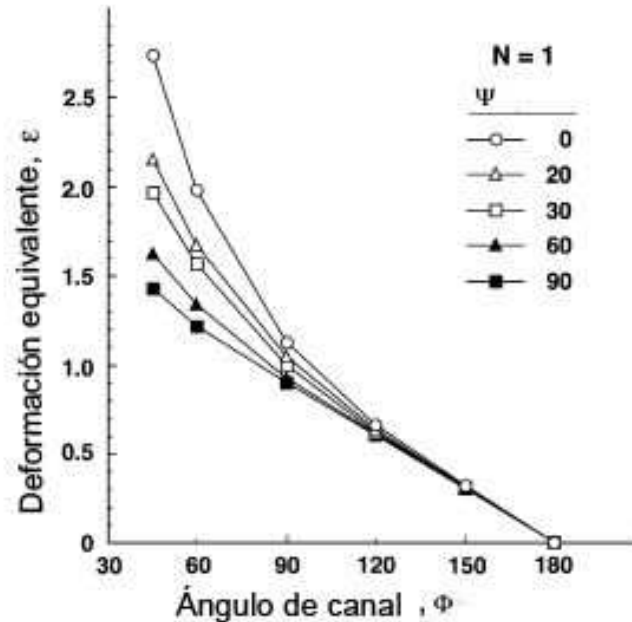


Figura 1.6 Cálculo de ϵ_N para diferentes valores de Φ y Ψ [3, 30].

Para valores convencionales de Φ , en el orden de 90°, la deformación equivalente es del orden de ~1 por paso de ECAP, y es independiente de valor de Ψ [3].

1.2.3 Rutas de procesamiento en ECAP

Hay 4 rutas básicas de procesamiento por ECAP, cada una introduce diferentes sistemas de deslizamiento durante el procesamiento por ECAP, y por ende generan microestructuras relativamente diferentes. Estas rutas se presentan en la figura 1.7: en la ruta A la muestra es procesada sin rotación, en la ruta B_A la muestra es rotada 90° en direcciones alternas (ya sea a favor o en contra de las manecillas del reloj) entre pasos consecutivos de ECAP, en la ruta B_c la muestra es rotada 90° en el mismo sentido y en la ruta C, la

muestra se gira 180° entre pasos sucesivos [31-33]. Esta última ruta fue seleccionada para el presente proyecto pues permite seguir de manera más sencilla el proceso de deformación, pues el plano de corte no gira, solamente se inclina y se restablece entre pasos impares y pares.

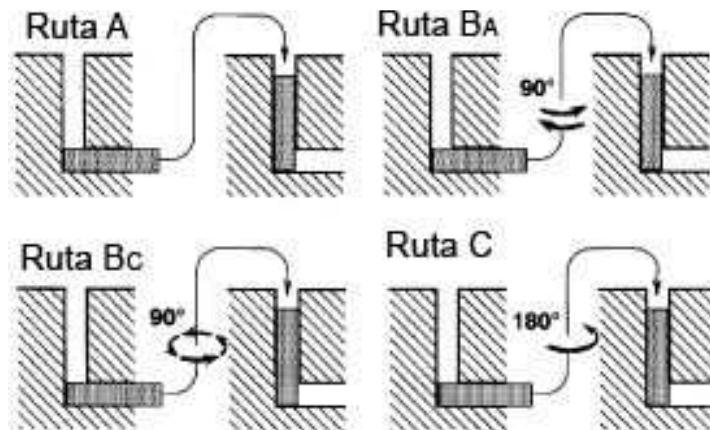


Figura 1.7 Rutas de procesamiento de ECAP [31].

Se puede combinar varias de estas rutas, por ejemplo la Bc y la C, alternando rotaciones de 90° y 180° después de cada paso de ECAP, no obstante no hay evidencia de una mejora en las propiedades mecánicas [3].

1.2.4 Sistemas de deslizamiento y distorsiones macroscópicas del proceso de ECAP

El sistema de deslizamiento macroscópico teórico para la ruta C, que es de interés para el proyecto, se presenta en la figura 1.8 (otras rutas de procesamiento se presentan en el anexo A1.1). Los planos indicados como 1 y 2 corresponden a los 2 primeros pasos de ECAP. En la ruta C la deformación de corte se desarrolla sobre el mismo plano en cada paso consecutivo a través del canal de extrusión, pero la dirección de corte se invierte en cada paso consecutivo. Por lo tanto, la ruta C se considera un proceso **redundante** y la deformación incorporada se restaura después de un número par de pasos de ECAP [34].

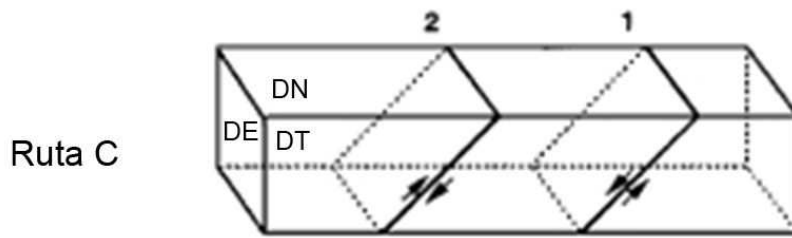


Figura 1.8 Sistemas de deslizamiento macroscópicos generados por la ruta C de ECAP [34] (Se modificó la identificación de los planos para los efectos de este trabajo).

Esta ruta de ECAP y los sistemas de deslizamientos macroscópicos generan distorsiones macroscópicas sobre un elemento cúbico hipotético, constituido por los tres planos ortogonales: DE (perpendicular a la dirección de extrusión), DT (perpendicular a la dirección transversal) y DN (perpendicular a la dirección normal), de la muestra procesada por ECAP. En la figura 1.9 se observa las distorsiones introducidas hasta un máximo de 8 pasos. Es evidente que para la ruta C, el cubo se restaura cada 2 pasos de ECAP en los planos DE y DT. No se observa de forma aparente, deformaciones en el plano DN cuando se usa la ruta C (en el anexo A1.1 se presenta el caso para otras rutas de procesamiento) [35].

C	DE	□	◻	□	◻	□	◻	□	◻
	DT	□	▱	□	▱	□	▱	□	▱
	DN	□	□	□	□	□	□	□	□

Figura 1.9 Distorsiones macroscópicas generados por la ruta C en un elemento cúbico hipotético, constituido por los planos ortogonales de la muestra procesada por ECAP [35] (Se modificó la identificación de los planos para los efectos de este trabajo).

1.2.5 Patrones de deformación a corte asociados al ECAP

El efecto del ECAP sobre los patrones de deformación a corte, sobre cada plano ortogonal para la ruta C de ECAP con $\Phi=90^\circ$, se presenta en la figura 1.10.

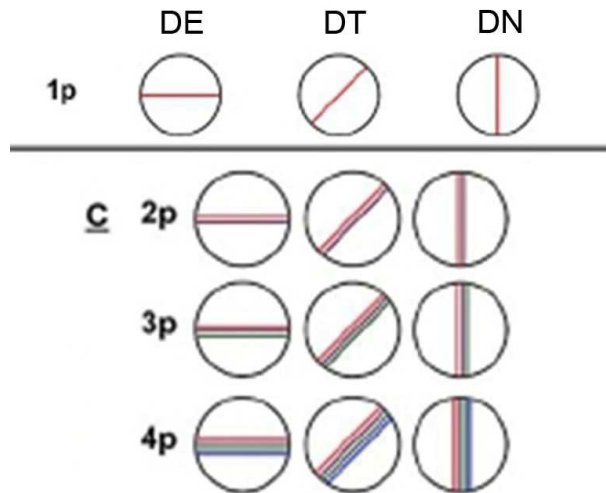


Figura 1.10 Patrones de deformación a corte sobre cada plano ortogonal para la ruta C de ECAP [36] (Se modificó la identificación de los planos para los efectos de este trabajo).

La línea superior muestra los patrones de deformaciones sobre los planos DE, DT y DN después de 1 paso (1p) y las restantes muestran el patrón para 2 (2p), 3 (3p) y 4 (4p) pasos, respectivamente. Las líneas de color rojo, morado, verde y azul corresponden al primer, segundo, tercero y cuarto paso, respectivamente. Para la ruta C se observa teóricamente muy poca variación con respecto a los pasos de ECAP en cada plano ortogonal (en el anexo A1.2 se presentan los patrones de deformación para las rutas A, B_A y B_C de ECAP) [3, 36].

1.2.6 Resumen de los factores experimentales que influyen en el proceso de ECAP

Cuando los materiales son procesados por ECAP, diferentes factores influyen sobre la trabajabilidad y las características microestructurales de la muestra procesada. Estos factores se pueden agrupar en 3 categorías:

- **Facilidad experimental del dado de ECAP:** que se asocia con la geometría del canal de extrusión y los ángulo Φ y Ψ , y cuya influencia ya se explicó previamente (ver sección 1.2.2).
- **Funcionalidad del proceso de ECAP:** en donde se incluye variables como la velocidad de extrusión, que debe estar idealmente entre 1-20 mms^{-1} ; la temperatura de operación del proceso (debe ser inferior a la temperatura de recristalización de la aleación) y la presencia o ausencia de contrapresión (back-pressure), que es utilizada en sistemas poco dúctiles para minimizar su fractura [3].
- **La microestructura inicial de la muestra:** la textura cristalográfica y la distribución de la desorientación de los granos, puede afectar el nivel de refinamiento de grano y la homogeneidad de la microestructura de la muestra procesada por ECAP. Es importante conducir una caracterización detallada del material previo al inicio del ensayo de ECAP, lo cual aunado a los otros factores, incluyendo las rutas de procesamiento (A, B_A, B_C ó C) y el total de pasos a efectuar, son considerados fundamentales para la viabilidad del proceso de ECAP [3].

1.3 Influencia del ECAP sobre las propiedades microestructurales y mecánicas de las aleaciones metálicas.

En la literatura especializada hay 2 fuentes sumamente valiosas sobre los efectos de la técnica de ECAP en **las propiedades microestructurales y mecánicas de las aleaciones metálicas:** una de ellas es el trabajo de R.Z. Valiev and T.G. Langdon [3], del año (2006), y la otra, es el libro que lleva por título: Severe Plastic Deformation toward bulk productions of nanostructured

materials [37], también del año 2006. Los aportes más importantes de ambas fuentes serán descritos, y complementados con otras contribuciones recientes igualmente valiosas.

1.3.1 Efectos del ECAP sobre la microestructura

1.3.1.1 Refinamiento del tamaño de grano

Uno de los principales efectos del ECAP sobre la microestructura es la posibilidad de **refinar su tamaño de grano**. Usualmente se parte de aleaciones con microestructura de tamaño de grano convencional, es decir entre 100 a 1000 μm y luego de su procesamiento por ECAP, se logran refinamientos en el rango submicrométrico, o sea de 100 a 1000 nm. Esto se ha observado en aleaciones diversas, con configuraciones de Φ y Ψ variable, pero en todos los casos se hace necesario incorporar altos niveles de deformación, es decir, más de 4 pasos de ECAP. Entre las investigaciones en las que se han observado altos refinamientos se pueden mencionar las siguientes: Iwahashi et. al. [38] reportaron en una aleación de Al-1%Mg refinamientos de grano de $\sim 0.45 \mu\text{m}$ después de 6 pasos de ECAP, y con Al-3%Mg de $\sim 0.27 \mu\text{m}$ con de 8 pasos de ECAP (ambas microestructuras presentaron una alta fracción de FGAG. Estos tamaños de grano muy pequeños se atribuyeron a la disminución de la velocidad de recuperación en el estado de solución sólida de ambas aleaciones). Furukawa et. al. [39] reportaron tamaños de grano de $\sim 0.70 \mu\text{m}$ en Al-0.2%Sc procesado a temperatura ambiente por ECAP, y que disminuyó a $\sim 0.20 \mu\text{m}$ con la adición de 3 % de Mg. Kopylov et. al. [40] en Al-1.5%Mg-0.22%Sc-0.15%Zr y Al-3%Mg-0.22%Sc-0.15%Zr, procesados por ECAP a 100°C, reportaron refinamientos de $\sim 0.33 \mu\text{m}$ y $\sim 0.38 \mu\text{m}$, respectivamente.

1.3.1.2 Tipo de arreglos de los subgranos

Otro efecto del ECAP sobre la microestructura, además del **refinamiento**, es la obtención de un **arreglo homogéneo de granos equiaxiales con TGUF**. Sin embargo, se trata de un proceso que es progresivo, es decir en los primeros pasos de ECAP, se observa una microestructura con un arreglo bien definido de celdas o subgranos en forma de bandas (sobre el plano perpendicular a la dirección de flujo), que con mayores pasos de ECAP (4 pasos), evoluciona a la microestructura equiaxial indicada. Esta conducta se ha observado en diversas rutas y configuraciones de Φ y Ψ variable, por lo cual no constituyen elementos críticos. No obstante, si es fundamental imponer altos niveles de deformación. Entre las contribuciones en las que se han observado estos efectos en la microestructura, podemos mencionar los trabajos de Iwahashi et. al. [41] (rutas de ECAP A, B_C y C) y Oh-ishi et. al. [42] (ruta de ECAP B_A), ambos sobre aluminio policristalino. Adicionalmente Sakai et. al. [43] evidenciaron homogeneidad microestructural, en aleaciones de Al-3%Mg-0,2%Sc procesado por ECAP, con el ensayo de tensión efectuado en las direcciones DE, DT y DN de la muestra, y en donde no se encontró evidencia de anisotropía, es decir el límite de cedencia en las tres direcciones y en el volumen evaluado, es homogéneo.

1.3.1.3 Textura cristalográfica

Otro efecto del efecto del ECAP, es la **generación de textura cristalográfica**. Sobre este tema no hay un consenso claro e incluso se ha detectado algo de confusión sobre los componentes y su génesis [44, 45]. No obstante, ni las rutas de ECAP ni la configuración de Φ y Ψ , parecen ser elementos críticos. Como primera contribución que sugiere la falta de consenso al respecto, se puede mencionar los trabajos de Gholinia et. al. [46] en aluminio procesado por ECAP, y quienes observaron texturas similares a las encontradas en procesos de deformación por torsión, con **componentes**

principales $\{001\} \langle 110 \rangle$ y $\{112\} \langle 110 \rangle$ a lo largo de la fibra parcial 'B' ($\{hkl\} \langle 110 \rangle$), pero la posición de los máximos de intensidad se encuentran rotados de 15-20° alrededor de la dirección transversal (DT) (en torsión se observa un fuerte textura sobre la fibra parcial 'B' y una textura menos fuerte, la fibra parcial denominada 'A' $\{111\} \langle uvw \rangle$). Se sugiere que la rotación alrededor de la DT no es causada por el alineamiento de la dirección de la fibra parcial 'B' con el plano de deformación de corte del dado, sino una consecuencia de la existencia de un plano adicional que se encuentra en un estado de compresión. No obstante, tales componentes no se han identificado en investigaciones como las de Signorelli et. al. [47] trabajando con Al 4%Cu procesada por ECAP ($\Phi=120^\circ$) y Suwas et. al. [48], en aluminio comercial de alta pureza procesado por ECAP ($\Phi=90^\circ$, hasta 5 pasos y rutas A, Bc y C), sólo observaron texturas con el componente $\{111\} \langle 110 \rangle$ es decir, la fibra parcial denominada 'A' $\{111\} \langle uvw \rangle$. Se puede mencionar además, los trabajos de Wang et. al. [44], en Al-Zn-Mg procesado con un paso de ECAP (473 K, $\Phi=90^\circ$ y $\Psi=20^\circ$), donde reportaron las componentes $\{111\} \langle 110 \rangle$ y $\{001\} \langle 110 \rangle$, es decir explican sus texturas en base a la presencia de un componente adicional a los reportados previamente. Sin embargo, Li [45], haciendo referencia a los resultados de Wang et. al. [46], sugiere la existencia de un error, tanto en la interpretación como en las conclusiones a las que se llegan. En base a la revisión que efectúa Li, se sugiere que la textura puede explicarse únicamente con el componente $\{111\} \langle 110 \rangle$, tal y como lo han reportado Signorelli et. al. [47] y Suwas et. al. [48]. Cabbibo et. al. [49], trabajando con Al 1200, reportó diversos componentes: textura tipo cubo, $\{001\} \langle 100 \rangle$ cuyas intensidades disminuyen a favor de la textura de cubo rotada en dirección normal a la dirección de presionado o extrusión, $\{001\} \langle 120 \rangle$; también reportó una textura tipo Goss $\{110\} \langle 001 \rangle$ y los componentes $\{110\} \langle 110 \rangle$ y $\{111\} \langle 112 \rangle$. Las texturas de tipo Goss y las de cubo son usualmente reportadas en procesos como la laminación [50].

1.3.2 Efectos del ECAP sobre las propiedades mecánicas

1.3.2.1 Límite de cedencia y ductilidad

El efecto del ECAP sobre el límite de cedencia y la ductilidad, se puede considerar que en algunos casos no hay consenso, pues hay reportes con incluso la misma aleación y conclusiones contrarias [51, 52], lo cual puede ser resultado en las diferencias de las variables y configuraciones utilizadas durante el proceso de ECAP. En términos generales, los resultados se pueden agrupar en tres categorías: uno en donde se ha observado altos incrementos de σ_y y de la ductilidad (elongaciones a falla iniciales de 30 % que se incrementan luego del ECAP); otra categoría, en la que se observan altos incrementos de σ_y y ductilidades aceptables (elongaciones a falla previo al ECAP de 30 %, que disminuye a 10 %, luego del ECAP) y finalmente una categoría en donde no se ha observado mejoras en σ_y ni en las ductilidad, ni representan ventajas con respecto a las aleaciones obtenidas por métodos convencionales. El efecto del ECAP sobre estas propiedades, en especial la ductilidad, aparenta estar más influenciado por los pasos de ECAP (más de 4) que las otras variables del proceso.

Ejemplos de la primera categoría fue observado por Valiev et. al. [10] en Cu de alta pureza (99.996 %) procesado a temperatura ambiente con 16 pasos de ECAP, donde lograron incrementos significativos tanto la resistencia como en la ductilidad. Esta fue la primera vez que se evidenció tal conducta en metales procesados por DPS, lo cual fue denominado: “*la paradoja resistencia-ductilidad en metales procesados por DPS*”. Una conducta similar observaron con Ti y Cu nanoestructurados procesados por DPS.

Entre ejemplos representativos de la segunda categoría, y que se puede considerar que es la más frecuente reportada, tenemos los trabajos de Horita et. al. [53] y Zhu et. al. [54] en Al 3004 procesado por ECAP, donde se reporta incrementos significativos en σ_y y ductilidades adecuadas. El alargamiento a falla decrece después del primer paso de ECAP, pero en pasos sucesivos no hubo una reducción adicional, lo cual es una conducta

diferente a la laminación en frío, donde a valores similares de deformación, la ductilidad siempre disminuye progresivamente. Höppel et. al. [55] y May et. al. [56] reportaron tendencias similares en Al procesado con diversas técnicas de DPS tal como el ECAP, torsión a alta presión y unión por laminación acumulada. Valiev [1] y Valiev et. al. [10] atribuyen este fenómeno al incremento de las FGAG al aumentar los procesos de deformación (pasos de ECAP), por efecto de un mecanismo de deslizamiento de fronteras de granos y rotación de granos, que es progresivo con la deformación. No obstante, Wang et. al. [57] trabajando con Cu nanoestructurado procesado por ECAP, observó un incremento en la ductilidad, atribuyendo tal conducta a la presencia de una microestructura denominada bimodal: granos con tamaño micrométricos con un volumen de ~25 %, embebidos en una matriz de granos nanocristalinos. Los granos nanométricos proporcionan altas resistencias, mientras que los granos micrométricos estabilizan la ductilidad en el ensayo de esfuerzo-deformación. Park et. al. [58] trabajando con Al y Valiev [59], con Cu nanoestructurado, procesados por ECAP, observaron evidencias de la presencia de esta estructura bimodal.

Roven et. al. [51] observaron en diversas aleaciones de la serie 6xxx, endurecibles térmicamente, incrementos significativos en el límite de cedencia (36 %) respecto a la muestra no procesada por ECAP, luego de efectuar un envejecimiento artificial en el rango de 90-130 °C. Las elongaciones a falla se consideran aceptables (12-18%). Tsai et.al. [52], estudiaron Al 5052 por ECAP a 473 K, encontrando un incremento 4 veces superior en el límite de cedencia respecto a la muestra sin procesar, y una elongación a falla de 10.5 %, que se considera razonablemente aceptable.

Markushev et. Al. [51] evaluaron los resultados de un número importante de aleaciones comerciales de aluminio procesadas por ECAP, y concluyen que las aleaciones no tratables térmicamente (serie 1xxx, 3xxx y 5xxx), si sólo son procesadas por DPS no presentan mayores ventajas en su resistencia y

ductilidad, con respecto a las propiedades obtenidas por procesos convencionales. Sin embargo, si se les proporciona un recocido a baja temperatura, se crea un balance único en la resistencia y la ductilidad. Si a su vez se les procesa por laminación, la combinación de resistencia y ductilidad resultante, es tan buena e incluso superior a las de las aleaciones tratables térmicamente, obtenidas por métodos convencionales.

Entre algunos ejemplos de la tercera categoría se puede mencionar el trabajo de Roven et. al. [52], quienes estudiaron por ECAP aleaciones no endurecibles térmicamente de la serie 3xxx y 5xxx, encontrando incrementos ligeros en el límite de cedencia ($R_{p0.2}$) y elongaciones a falla relativamente bajas (6-8%).

Markushev et. Al. [51], indican que en el caso de las aleaciones tratables térmicamente (serie 2xxx, 6xxx y 7xxx), el procesamiento por ECAP no es eficiente, pues no hay un incremento en la resistencia y ductilidad, comparadas a las propiedades de las aleaciones de grano grueso obtenidas por métodos térmicos y termomecánicos de endurecimiento convencionales.

Pese a esta falta de consenso, Percek et. al. [60] luego de una revisión de investigaciones de ECAP, resaltan de forma concluyente que el ECAP constituye hoy día un proceso simple y efectivo para mejorar la resistencia y ductilidad de aleaciones que tiene pocas aplicaciones comerciales (y que obtenidas por métodos convencionales, tienen usualmente baja resistencia y ductilidad), con lo cual se les puede proveer de nuevas posibilidades para ciertas aplicaciones industriales. Sin embargo, también indican que los mecanismos para obtener estas excelentes propiedades mecánicas, aún no son del todo claro y exigen un mayor nivel de investigación para su entendimiento.

1.3.2.2 Dureza

El efecto del ECAP sobre la dureza es muy característico, se observa altos incrementos de dureza al primer paso con respecto a la muestra sin procesar, y luego sigue un incremento de dureza pero de una manera más moderada, hasta llegar a un punto de saturación. Entre las investigaciones en donde se han observado tales efectos, tenemos los trabajos de Saravanan et. al. [62], con aluminio de alta pureza (99.5 %), luego de 6 pasos de ECAP (ruta B_C a temperatura ambiente) observaron que la dureza se duplicó (BHN=27-47). Saravanan et. al. [63], trabajando con composites de Al-5%vol de grafito, reportaron que tanto la dureza como el límite de cedencia, aproximadamente se duplicaron luego de 4 pasos de ECAP (ruta B_C a temperatura ambiente), con respecto a la muestra sin procesar. El refinamiento obtenido fue del orden de 490 nm. Venkatachalam et. al. [64], estudiaron Al 2014 y encontraron incrementos de ~50% en la dureza y el límite de cedencia con 5 pasos de ECAP (ruta B_C a temperatura ambiente), tanto en estado de solución sólida como envejecida. El refinamiento obtenido fue de ~159 nm y se observó una microestructura equiaxial.

1.3.3 Efectos sobre otras propiedades

Existe una serie de efectos del ECAP sobre algunas propiedades reportados en la literatura, que no han sido desarrollados ni considerados en la presente investigación. No obstante, serán presentados con el ánimo de ampliar el marco de posibilidades de uso y desarrollo futuro con esta técnica.

En este sentido podemos mencionar el efecto del ECAP sobre la **conducta a la fatiga**, la cual requiere una microestructura que provea altos límites de cedencia, para resistir el inicio de la grieta, y de una buena ductilidad, para tolerar el avance de la grieta, el ECAP proporciona una alternativa de procesamiento ideal. En términos generales se han observado conductas superiores en la fatiga, en los sistemas procesados pro ECAP. Podemos mencionar los trabajos de Hanlon et. al. [65], con Ni y la aleación Al-Mg

procesados por ECAP, los cuales presentan mejores conductas en el tiempo de vida a la fatiga, cuando la microestructura pasa de un tamaño microcristalino a TGUF e incluso nanométrico. Agnew et. al. [66] trabajando con Cu procesado por ECAP y Höpel et. al. [67], con Al y Al6061 de TGUF, procesados por ECAP seguido de un tratamiento térmico, igualmente reportaron incrementos en el tiempo de vida a la fatiga, con respecto a aleaciones similares de tamaño de grano convencional. Percek et. al. [60], en su recopilación, encontraron en Al 6001 procesado con 1 paso de ECAP, incrementos en el tiempo de vida a la fatiga, en un factor de ~10 comparada al Al 6001 comercial con tratamiento T6.

También se puede mencionar el **efecto sobre las propiedades superplásticas** de las aleaciones procesadas por ECAP. En primer lugar, en sistemas empleados para fines de superplasticidad, luego de su procesamiento por ECAP, se reporta propiedades superplásticas superiores: es decir mayores elongaciones a menores temperaturas y a altas velocidades de deformación. Y en segundo lugar, la microestructura generada por ECAP en ciertos sistemas no especificados para fines de superplasticidad, propician una conducta superplástica aceptable. Entre los ejemplos del primer caso, tenemos los trabajos de Cheng Xu et. al [68], quienes procesaron por ECAP aleaciones de Al-3%Mg-0,2%Sc y Al-5,5Mg-2,2%Li-0,12%Zc, y obtuvieron **excelentes propiedades superplásticas**: elongaciones que exceden el 1000% a velocidades de deformación muy altas (10^{-2} - 10^{-1} s⁻¹) y a una temperatura de 673 K. Las muestras sin ECAP presentan elongaciones inferiores, de ~200 %, a la misma temperatura y en todo el rango de superplasticidad. Valiev et. al. [69], reportaron en una aleación N₃Al nanocristalina obtenida por ECAP, elongaciones de 390 % a 650°C y velocidades de deformación de 10^{-3} y de 560 % a 725°C a 10^{-3} , los cuales son valores muy superiores a la muestra sin procesar por ECAP. Entre los ejemplos del segundo caso, se puede mencionar también a Cheng Xu et. al [68], con una aleación Al-2024 (Al-4,4%Cu-1,5Mg-0,6%Mn), procesada por ECAP (y que no presentan adiciones como Sc y Zc, que restringen el

crecimiento de los granos), y en donde se encontró elongaciones máximas de ~500 % a velocidades de deformación de 10^{-2} s^{-1} a 673 K, que son valores importantes para este tipo de aleación. Esta aleación no está especificada para fines de superplasticidad.

En estos sistemas se ha observado altos niveles de refinamiento, en el orden de **TGUF** y gran estabilidad térmica.

1.4 MECANISMOS DE DEFORMACIÓN Y REFINAMIENTO DE GRANO

1.4.1 Mecanismos de DPS

Los mecanismos de la DPS se asocian a intensos procesos de deformación simple, con deslizamiento, rotación y/o fragmentación de las fronteras de granos o subgranos a lo largo de la dirección de deformación, incremento de la densidad de dislocaciones, que evoluciona hacia fronteras de granos, subgranos y/o celdas de dislocación con microestructura homogénea, equiaxial, con **TGUF** y una alta fracción de fronteras de granos de ángulo grande (**FGAG**) [1-3, 24].

Los materiales de TGUF procesados por DPS, después de un número importante de procesos de deformación, presentan granos muy pequeños en el rango entre ~100-1000 nm y/o tamaños menores. El número de fronteras de granos por volumen se incrementa cuando el tamaño de grano se reduce, por lo cual un mecanismo asociado al **deslizamiento de fronteras** de granos puede explicar el proceso de deformación en este caso. La rotación de granos está muy ligada al deslizamiento de fronteras de grano, según Markmann et. al. [70], quienes sugirieron que la rotación a través del deslizamiento de fronteras de grano **homogeniza la distribución de las orientaciones de los granos**, evidenciado en experimentos con Pd nanocristalino deformado por laminación a temperatura ambiente (deformación verdadera de 0.6), donde la distribución de orientaciones de tamaños grano del material inicial es homogénea, y se mantiene sin cambios

luego del proceso de deformación, mientras que el Pd de grano grueso, deformado bajo idénticas condiciones, desarrolló una significativa textura de laminado.

Entre las contribuciones donde se ha observado evidencia del proceso de deslizamiento de fronteras de granos, como un mecanismo que explica la deformación en el proceso de ECAP, podemos mencionar los trabajos de Valiev et. al. [71] trabajando con Cu de TGUF (~210 nm) producido por ECAP. La contribución del deslizamiento de fronteras de granos a la deformación total, fue estimada en un 20%. Más recientemente, hay reportes en muestras de Cu [72], Ni [73] y Al [74] de TGUF, después del ensayo de tensión a temperatura ambiente, donde los resultados son consistentes con el modelo de deslizamiento de fronteras de grano [75].

El deslizamiento de frontera de granos en materiales TGUF producidos por DPS ocurre a temperaturas que son relativamente bajas en comparación con la temperatura de fusión absoluta de los materiales. Para el aluminio la temperatura ambiente corresponde a una temperatura de $\sim 0.32 T_m$, donde T_m es la temperatura absoluta de fusión. Kolobov et. al. [76] y Würschum et. al. [77] han sugerido en este caso, que la difusión es más rápida en metales producidos por DPS, por el alto nivel de fronteras de granos no equilibradas, que provocan un aumento de los coeficientes de difusión (del orden de 2 a 3 órdenes de magnitud). En consecuencia el deslizamiento de fronteras de grano es más fácil en materiales con TGUF producidos por DPS a baja temperatura, conduciendo incluso a la posibilidad de observar incrementos en la ductilidad [78]. Tanto Oh-ishi et. al. [79] como Nazarov [80] recopilan una serie de investigaciones donde se encontraron evidencias de la presencia de fronteras de grano no equilibradas con un exceso de dislocaciones, en materiales nanocristalinos producidos por DPS.

En la figura 1.11 se presenta un esquema de deslizamiento de granos y/o subgranos, en la que una capa de grano se desliza con respecto a la otra, por efecto del proceso de deformación. La deformación plástica toma lugar en

virtud de que la capa superior de subgranos se traslada a la derecha con respecto a la capa inferior de los subgranos.

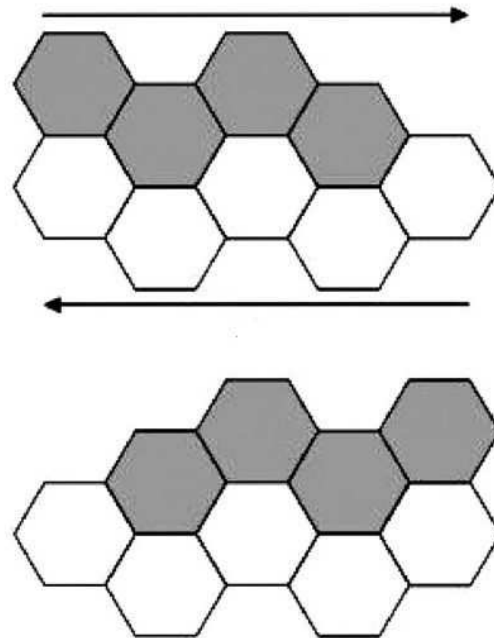


Figura 1.11 Modelo de deslizamiento de fronteras de subgrano, (a) posición inicial de los granos y (b) posición después de que la capa superior se ha desplazado a la derecha [82].

Se ha propuesto además un **mecanismo de recristalización dinámica rotacional**, para explicar la formación de la microestructura equiaxial típica de aleaciones procesadas por ECAP. Por ejemplo, Meyers et. al. [81] y Meyers et. al. [82] han propuesto que luego de los primeros pasos de deformación, existe una distribución homogénea de dislocaciones que se rearreglan en celdas de dislocación elongadas (recuperación dinámica), y que se puede observar en la figura 1.12. Cuando la deformación continúa y la desorientación aumenta, estas celdas se convierten en subgranos alargados, que eventualmente se dividen en microgranos aproximadamente equiaxiales.

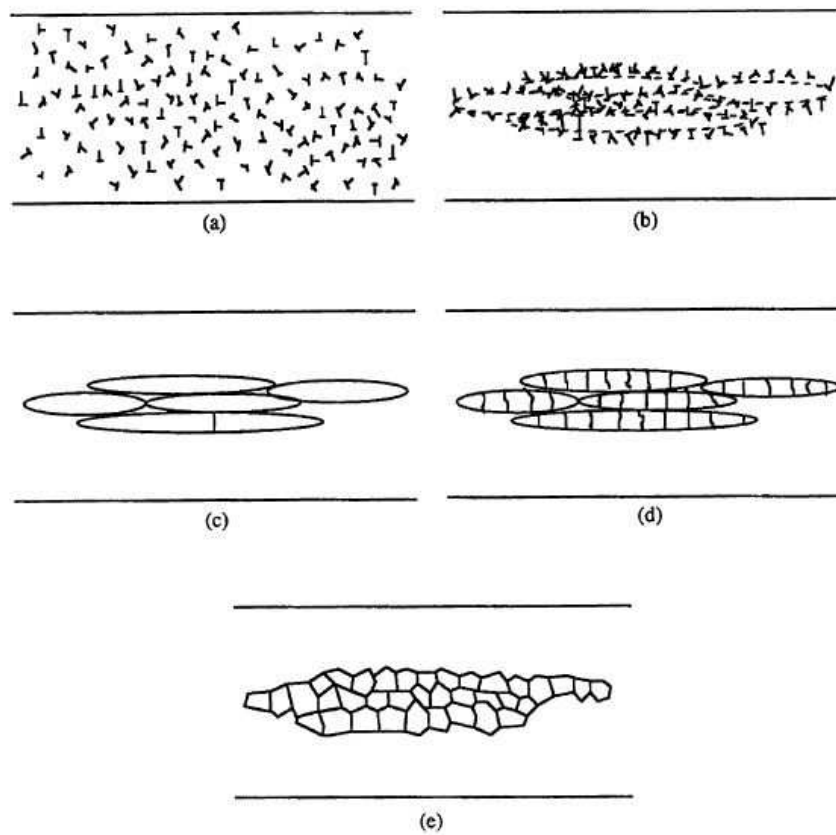


Figura 1.12 Evolución microestructural durante la deformación a velocidad de deformación alta. (a) dislocaciones distribuidas al azar, (b) formación de celdas de dislocación alargadas (recuperación dinámica), (c) formación de subgranos elongados (d) división inicial de subgranos elongados y (e) microestructura recristalizada [81].

Durante las primeras etapas de la deformación, los granos son elongados y/o en forma poligonal. El proceso de deformación provoca la relajación de estos subgranos elongados, hasta su ruptura, evolucionando eventualmente a una estructura microcristalina equiaxial. Esta relajación puede ocurrir a través de rotaciones coordinadas de segmentos a lo largo de las fronteras de grano originales, como se observa en la figura 1.13. Cada segmento AB de la frontera de grano rota a una posición A`B`, en un ángulo $\theta=30^\circ$, con lo cual se logra obtener formar una microestructura equiaxial [81].

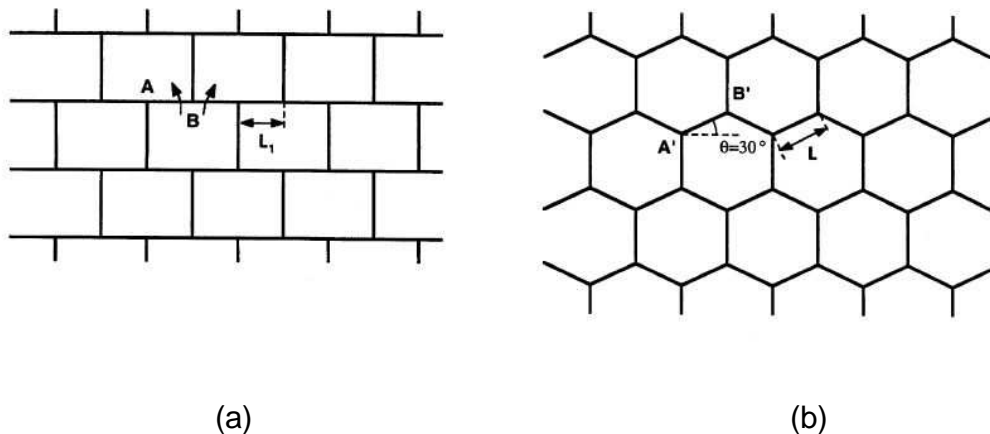


Figura 1.13 Rotación de fronteras de grano que conducen a una configuración equiaxial: (a) rotura de subgranos y (b) rotación de fronteras [81].

1.4.2. Modelos de refinamiento de grano

Para formar nuevos granos, las FGAG inducidas por deformación deben estar espacialmente organizadas en configuraciones estables y en equilibrio. En procesos como la laminación, donde a pesar de las altas deformaciones impuestas, el proceso acontece por un proceso de deformación de corte puro, por lo que las **bandas de deformación de corte** (BDCs) y la rotación de los fragmentos del material son suprimidos, y no conducen a un refinamiento de la estructura. Las BDCs se asocian a celdas y subgranos pero no a nuevos granos [83]. Sin embargo, durante el desarrollo de procesos de DPS como el ECAP y que acontece por deformación de corte simple, se ha observado la rápida aparición de FGAG y una intensa rotación de fragmentos del material procesado y TGUF [84]. Lo cual sugiere que el proceso de deformación de corte simple es más efectivo que el de corte puro [83, 85-86]. Yu et. al. [87] reportaron evidencia de FGAG, granos equiaxiales, TGUF y BDCs en Al 1050 procesado por ECAP.

Hay dos formas a través de la cual se logra refinar una estructura por la acción de las BDCs. Un proceso es definido como monotónico, [88] en donde se propone que la rotación de las fronteras de grano puede ocurrir de forma

paralela a la dirección de deformación a corte, la cual ejerce una carga monotónica en la misma dirección o paralela a las fronteras, ocasionando primero una densificación de las FGAG dentro de la **dirección de deformación de corte principal (DDC)**, luego, una división de las fronteras de grano formando celdas de dislocación, y finalmente, una intensa rotación de las celdas para formar las nuevas FGAG en la dirección perpendicular a la DDC, las cuales son de TGUF. Un esquema de este proceso se presenta en la figura 1.14a, el cual se observa en procesos de ECAP a través de la ruta A y C, donde la DDC es siempre la misma. Evidentemente con el modo de deformación de corte simple, las deformaciones necesarias para el refinamiento se incrementan teóricamente, en el orden de 8 a 12 [81].

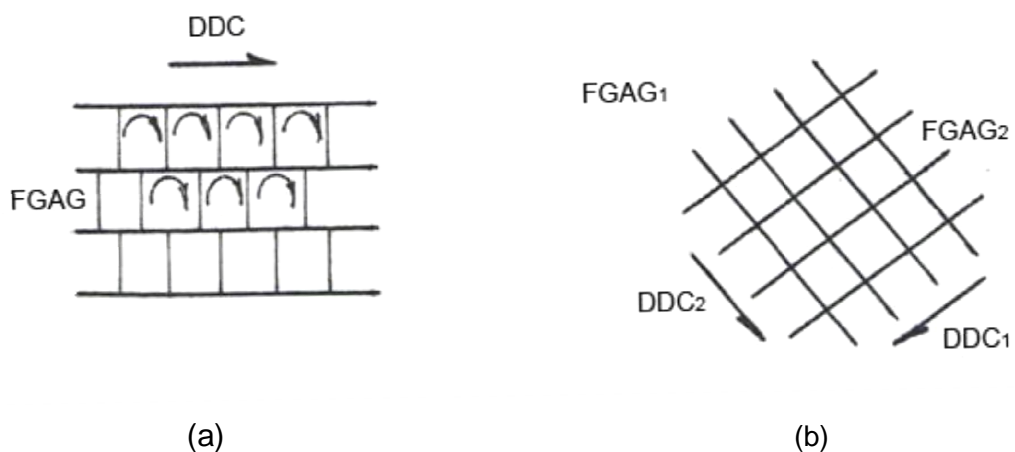


Figura 1.14 Modelo de refinamiento durante carga monotónica y (b) carga entrecruzada [86] (Se modificó la identificación de los componentes para los efectos de este trabajo).

Otra opción es el caso cuando se modifica la dirección de deformación de corte, ocasionando la intersección de diferentes BDCs [14], por ejemplo en las rutas B_A y B_C del ECAP, y se presenta de forma esquemática en la figura 1.14b, el cual se considera como un caso de un flujo plano. En una primera etapa, la deformación a corte simple se realiza en la dirección DDC₁, con suficiente intensidad para desarrollar la primera familia de FGAG₁. En un

segundo paso, la deformación de corte simple se realiza en una dirección transversal, DDC_2 , desarrollando una segunda familia de $FGAG_1$ y una microestructura con TGUF. En general, después de la transición a la localización, en este modelo se requiere un mínimo de tres entrecruzamientos en direcciones perpendiculares y con una deformación acumulada de 3 a 4 [89], para lograr los refinamientos esperados. Evidencias de este último mecanismo de intersección de bandas de deformación, ha sido presentado por Xu et. al. [24] en Al y Al6061 procesados con 8 y 6 pasos de ECAP, para explicar la obtención de una microestructura equiaxial con TGUF en estas aleaciones.

En la figura 1.15 se presenta la evolución microestructural dentro de las bandas de deformación [88]. El cristal original, una vez inicia el proceso de deformación, forma celdas y/o subgranos elongados, que rotan y emigran desde pocos subgranos con FGAG, a una microestructura final con FGAG y con TGUF.

Ambos modelos sugieren que las fronteras inducidas por deformación son originalmente rectangulares y dispersadas a través de las BDCs. Sin embargo, el incremento de la difusión en materiales con alta densidad de FGAG puede proveer la migración de fronteras a una forma equilátera en áreas localizadas de las intersecciones de las BDCs durante el proceso de DPS.

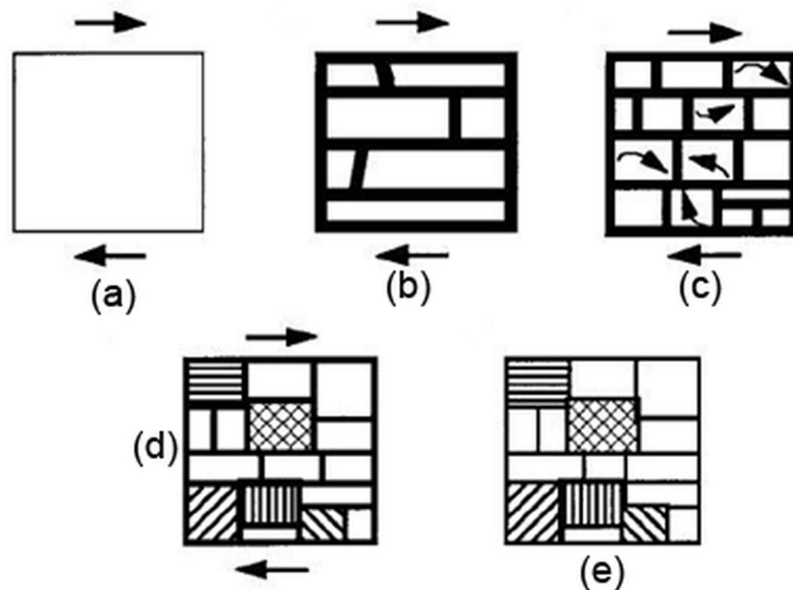


Figura 1.15 Diagrama de la recristalización de los granos en una banda de deformación adiabática: (a) cristal inicial sin deformar, (b) formación de granos elongados, (c) rotación de granos, (d) algunos subgranos desorientados con FGAG y (e) estado final de fronteras con alto refinamiento durante el enfriamiento [88].

Se puede lograr una estabilización adicional, así como fronteras más amplias y balanceadas efectuando una recuperación por recocido, ya sea durante el proceso de DPS a alta temperatura (recuperación dinámica) o durante un tratamiento térmico adicional después del proceso de DPS, o entre sucesivos pasos de procesamiento (recuperación estática).

1.5 Sistemas afines a la aleación Al-20Sn (% masa) procesadas con ECAP y/o otras técnicas de DPS

Luego de una revisión profunda se puede decir que no hay investigaciones previas reportadas con aleaciones de **Al-20Sn (% masa)** procesadas por ECAP. Hay pocos sistemas afines estudiados por ECAP y otras técnicas de

DPS afines. Podemos indicar los trabajos de Xu et. al. [90], quienes estudiaron una aleación Al-20%(vol)Sn (aproximadamente Al-40%(masa)Sn), procesada por extrusión convencional, encontrándose altos niveles de deformación verdadera ($\eta=7,41$) e incrementos en la resistencia a la tracción, pero no se informa sobre la conducta de la ductilidad de la aleación. También se puede mencionar los trabajos de Hernández et. al. [91], quienes trabajaron con aleaciones Al- X%(vol)Sn, donde X = 3.96, 16.32 y 20 (aproximadamente Al-X%(masa)Sn donde X= 10, 35 y 40%) sometidas a laminación en frío, obteniéndose una microestructura final laminar o celular. Entre las contribuciones recientes con ECAP, está el trabajo de González et. al. [92] en donde se trabajó con aleaciones Al-X%(masa)Sn-Si, donde X=0, 4, 8 % masa (con 2 % de silicio en masa). Se encontró niveles significativos de reducción de tamaño grano con 2 pasos por ECAP, formación de subgranos de forma muy localizada, y presencia de zonas con granos largos con pocas dislocaciones.

CAPITULO II

2. METODOLOGÍA CIENTÍFICA

A continuación presentaremos lo referente a la preparación de la muestra para su extrusión por ECAP, y para el desarrollo de los diversos análisis. Se presentará además, los principios básicos y los detalles técnicos específicos de los métodos de caracterización utilizados en el presente proyecto.

2.1 Preparación de la aleación para el ensayo de ECAP

Para la preparación de la aleación Al-20Sn (%masa), se empleó componentes de pureza comercial: aluminio de ~99 % y estaño de ~99 %. La fundición se efectuó en un horno de inducción y el vaciado se efectuó en un molde permanente metálico, por gravedad. En la figura 2.1 se observan imágenes del proceso de fundición, el vaciado y el molde empleado.

En la figura 2.2 se presenta el diagrama de fases del sistema Al-Sn. Se puede observar que la aleación Al-20Sn (%masa) corresponde a una composición hipoeutéctica. El Sn y Al forman un sistema eutéctico a baja temperatura, de 501-502 K, y revela una fuerte desviación del punto eutéctico hacia el extremo del diagrama, donde se localiza el estaño (99.5 % Sn). Como resultado de un bajo valor del coeficiente de distribución de ambas fases, aparece en el frente de la cristalización la difusión de altas cantidades de la mezcla de Sn. Este efecto ocasiona una cristalización aparente, como resultado de la concentración de la mezcla de Sn superenfriada, que no es durable y tiende a formar una superficie celular o dendrítica, que evoluciona luego a cristales celulares o dendríticos, al ocurrir una mayor segregación del líquido eutéctico solidificado. El resultado neto es una aleación con una estructura con cristales dendríticos de la fase α rica en Al, y precipitados de la

fase Sn eutéctica dentro de los espacios interdendríticos. Durante el proceso de solidificación de la aleación Al-Sn, la distribución homogénea del componente eutéctico rico en estaño en la estructura del material fundido, depende del proceso de crecimiento de la solución α [93].



Figura 2.1 Proceso de fundición, vaciado y el molde empleado.

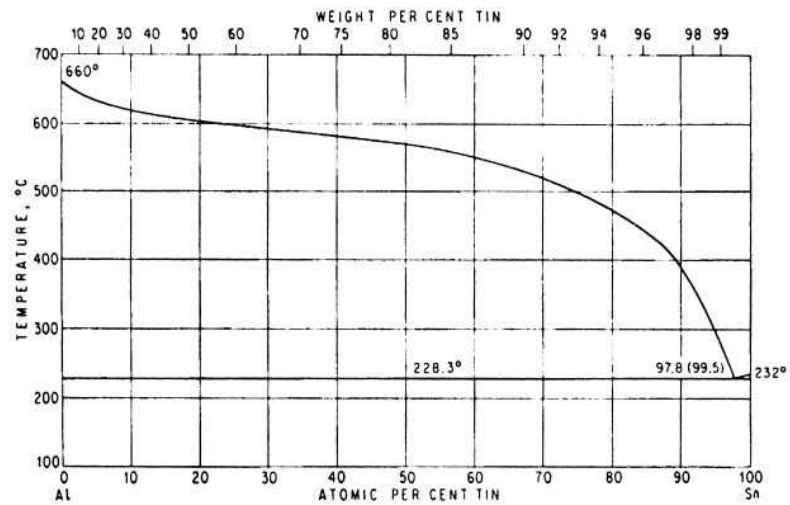


Figura 2.2 Diagrama de fases del sistema Al-Sn [93].

El lingote se desmoldó luego de llegar a temperatura ambiente, y fue maquinado en forma de barras de sección cuadrada, con dimensiones de $16 \times 16 \times 100 \text{ mm}^3$, para su procesamiento por ECAP. En la figura 2.3 se observa las barras maquinadas.



Figura 2.3 Barras de la aleación Al-20Sn (% masa) maquinadas

2.2 Características del ECAP utilizado

El equipo de ECAP consiste de un dado de extrusión, una camisa para proteger el dado, un punzón y una prensa hidráulica. Durante el ensayo de extrusión se coloca un protector que cuenta con una ventana transparente (polímero acrílico) de 3 cm de espesor, para la seguridad en caso de proyecciones por fallas del punzón o algún componente. A través de esta

ventana se puede visualizar la realización del ensayo de extrusión. En la figura 2.4 se observan los componentes del sistema de ECAP.

El dado de ECAP y su camisa protectora se fabricaron con acero D2 y H13 respectivamente (con el tratamiento térmico según especificación) y tienen una masa combinada superior a los 250 kg, por lo que su manipulación debe hacerse con la ayuda de una grúa (ver figura A2.1a del anexo A2 el proceso de colocación de la camisa protectora en el dado de extrusión con la ayuda de la grúa). Una vez armado el dado y la camisa operan como una sola unidad (ver figura A2.1b del anexo A2).

El dado de extrusión es cónico, construido en dos partes que se unen con tornillos de alta resistencia. En la parte interna de ambos componentes del dado, se colocan placas móviles para dar forma al canal de extrusión.



(a)

(b)

Figura 2.4 Componentes del equipo de ECAP: (a) desarmado y (b) armado con el protector.

Se trabajó con placas internas y desmontables, que permite trabajar con un ángulo interno, Φ , de 120° y con un ángulo externo, Ψ , es de 20° (figura 2.5a). La sección cuadrada del canal tiene una dimensión de 16x16 mm. En la

figura 2.5a se observa el dado de extrusión dividido en sus 2 mitades, las placas móviles y los sitios donde se colocan los tornillos para la unión de ambas mitades.



(a)



(b)

Figura 2.5 (a) Parte interna del dado de extrusión y (b) punzón

En la figura 2.5b se presenta el punzón de extrusión, el cual está construido con acero de herramienta D2 (con el tratamiento térmico según especificación), tiene una sección cuadrada de 16x16 mm y un largo de 20 cm. La sección cónica tiene una altura de 4 cm y un diámetro máximo de ~62.5 mm. La cuerda tiene una longitud de 4 cm y se enrosca firmemente a un portapunzón (ver figuras A2.1b y A2.2a del anexo A2). El portapunzón también está fabricado con acero de herramienta H13 (con el tratamiento térmico según especificación) y se une a la prensa con tornillos de alta presión. La prensa utilizada tiene 240 toneladas de capacidad y cuenta con un control de presión que permite visualizar el nivel de intensidad del proceso de extrusión. Se trabajó por debajo del 50 % de su capacidad máxima de presión a fin de evitar llevar al límite al equipo.

El ensayo de ECAP se efectuó a temperatura ambiente: 298 ± 2 K (25 ± 2 °C) se empleó un ángulo interno $\Phi=120^\circ$. No obstante, es importante indicar que los ensayos iniciales se efectuaron a 378 ± 5 K (105 ± 2 °C) con un ángulo interno $\Phi=110^\circ$. Se partió de una condición más ideal, a decir a mayor

temperatura para garantizar la viabilidad de proceso de extrusión, lo cual se logró, y luego se efectuó a temperatura ambiente, ampliando el ángulo de extrusión para compensar la menor temperatura de procesamiento, e igualmente resultó factible. Para el ensayo inicial a 378 ± 5 K se utilizó una resistencia, fabricada especialmente para su colocación a lo externo de la camisa protectora del dado de ECAP. El control de la temperatura se efectuó con un termopar (ver figura A2.3a del anexo A2, donde se observa la resistencia colocada en la camisa y la figura A2.3b del mismo anexo, el sistema ya en operación). La obtención de la temperatura de trabajo se logra en aproximadamente 24 horas.

Para el desarrollo del proceso de ECAP se utilizó la ruta C, es decir haciendo giros de 180° entre pasos sucesivos de ECAP, y se optimizó la velocidad de extrusión a $\sim 2 \text{ mms}^{-1}$ (rango típico reportado $\sim 1\text{-}20 \text{ mms}^{-1}$ [3]).

Se efectuaron un máximo 5 de pasos de ECAP. Para minimizar la fricción entre las paredes del canal de extrusión y las barras procesadas por ECAP, se recubrió de forma exhaustiva todas las superficies con un aceite lubricante con MoS_2 .

En base a la ec. 1 de la sección 1.2.2 se determinó la **deformación de corte**, γ , por paso de ECAP y con la ec. 2 de la sección 1.2.2, se estimó la **deformación equivalente**, ϵ_M , para 1 y 5 pasos de ECAP con los valores de Φ y Ψ previamente indicados. Los valores respectivos se presentan en la Tabla 2.1. En esta misma tabla se presenta un resumen de las variables y condiciones de operación, desarrollados en el presente trabajo.

En la sección 3.1 de los resultados se presentará los ensayos comparativos efectuados para ambas condiciones de procesamiento, así como los argumentos de carácter teórico involucrados, pero sólo con el ánimo de constatar las similitudes teóricas, ya como se ha indicado la condición de trabajo definitiva fue a temperatura ambiente y con el ángulo interno $\Phi=120^\circ$.

Tabla 2.1 Resumen de las variables de las 2 condiciones de procesamiento por ECAP utilizadas.

Variables y condiciones de operación	Evaluación inicial con $\Phi=110^\circ$	Condición definitiva con $\Phi=120^\circ$
Ángulo asociado al arco de curvatura, Ψ	20°	20°
Deformación de corte, γ , por paso de ECAP	1.32	1.10
Deformación equivalente, ϵ_N , para 1 paso de ECAP	0.76	0.63
Deformación equivalente, ϵ_N , para 5 pasos de ECAP	3.80	3.17
Dimensiones de sección cuadrada de canal (mm)	16x16	16x16
Temperatura de proceso (K)	378 ± 5	298 ± 2
Ruta de procesamiento	C*	C*
Velocidad de extrusión (mms ⁻¹)	2	2
Total de pasos por ECAP	5	5

* (giros de 180° entre pasos sucesivos)

2.3 Cortes efectuados sobre las barras procesadas por ECAP, para su caracterización.

Una vez que se obtienen las diferentes barras procesadas por ECAP, se procede a efectuar algunos cortes sobre la barra para su caracterización microestructural y mecánica. En la sección cuadrada de la barra procesada por ECAP, se pueden identificar 3 direcciones, definidas como: DE: dirección de extrusión, DN: dirección normal y DT: dirección transversal, como se puede observar en la figura 2.6a. En la figura 2.6b se dibujan cuatro diferentes planos con el fin de señalar las zonas de la barra procesada por ECAP, donde se efectuaron las caracterizaciones. El plano 1 se usó en los ensayos de caracterización de las muestras procesadas por ECAP con pasos impares (1, 3 y 5), y el plano 2, para los pasos pares (2 y 4), todo ello con el propósito de respetar el plano de deformación.

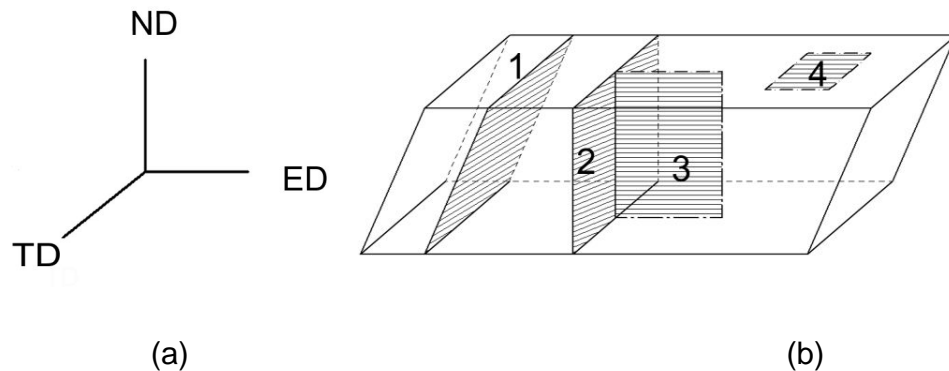


Figura 2.6 (a) Direcciones observadas en la barra procesada por ECAP y (b) planos estudiados para las diferentes caracterizaciones.

Los planos señalados en la figura 2.6b se obtienen por corte con disco de diamante, y tienen secciones longitudinales de ~12-16 mm, y espesores en el rango de 3-5 mm, dependiendo de los ensayos. En las figuras 2.7a y 2.7b se observan las muestras o cortes obtenidos para pasos impares y pares de procesamiento por ECAP, respectivamente.

Luego del proceso de obtención de las muestras procedentes de las barras, se someten a procesos de pulido convencional con papel abrasivo No. 600, 1000, 1500 y 2000, y luego a pulido mecánico con alúmina de 0,04 μm , hasta alcanzar un pulido espejo.

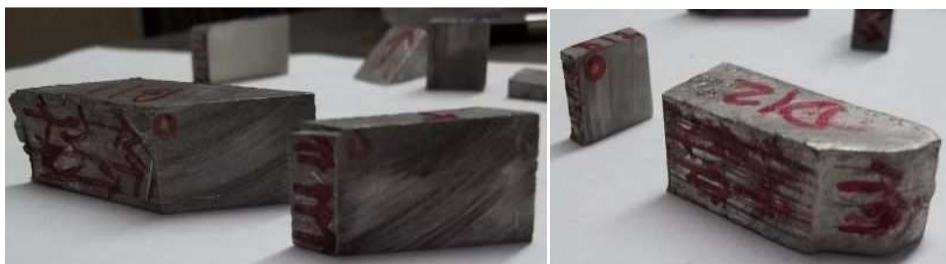


Figura 2.7 (a) Muestras obtenidas de la barra procesada con un número impar de pasos de ECAP y (b) muestra obtenida de la barra con pasos pares de ECAP

2.4 El proceso de Extrusión

En la figura 2.8a se presenta una imagen donde se observa la salida de la muestra del dado de extrusión, luego del proceso de ECAP. En la figura 2.8b se presenta las dimensiones de la barra sin procesar (0 pasos), así como la de 1 y 5 pasos de ECAP, en donde se puede apreciar los cambios que experimentan en la geometría, estas dos últimas.

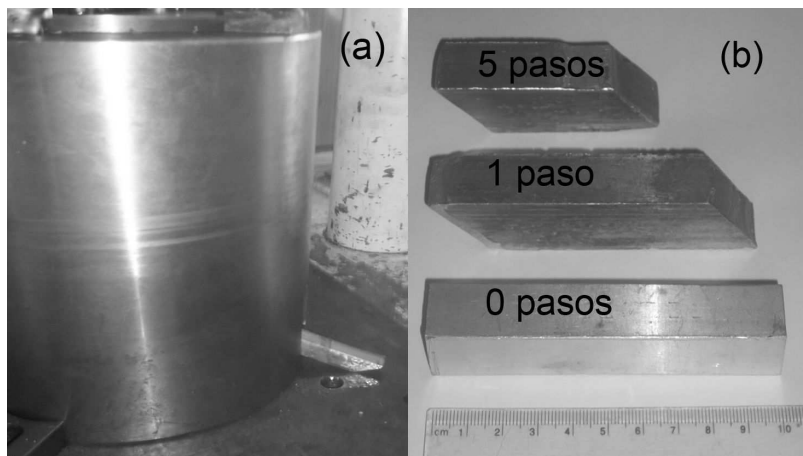


Figura 2.8 (a) Dado de ECAP y salida de la muestra durante el proceso de extrusión y (b) Cambios en la geometría y longitud de las barras procesadas por ECAP.

Durante el proceso de ECAP los extremos de la barra cambian de forma cuadrada a rectangular. Para mantener una presión homogénea durante el proceso de extrusión, previo a la reintroducción de la muestra (2, 3, 4 y 5 pasos) se les corta estos extremos, a fin de tener una muestra plana, similar a la muestra de 0 pasos, y por ende un proceso homogéneo. **Este corte efectuado, ocasiona una reducción progresiva en la longitud de la barra, que limita un mayor número de pasos de ECAP y por ende, mayor deformación.**

2.5 Caracterización microestructural y mecánica

2.5.1 Microestructura y morfología

2.5.1.1 Microscopía óptica

A través de esta técnica se evaluó la morfología y el tamaño de grano inicial de la aleación procedente de la fundición.

Para su determinación se empleó un **microscopio metalográfico Olympus**. De cada aleación maquinada en forma de barras (16x16x100 mm³, sección 2.1), se obtuvieron muestras del plano 2 de la figura 2.6b, que fueron electropulidas para revelar las fronteras de grano (solución de ácido nítrico al 20 %, en metanol, a la temperatura del nitrógeno líquido y a 25 V).

La morfología y microestructura de las muestras procesadas por ECAP serán evaluadas por las técnicas de microscopía electrónica de barrido y transmisión según se explica en las secciones 2.5.1.2 y 2.5.1.3, respectivamente.

2.5.1.2 Microscopía electrónica de Barrido (MEB), con detector de electrones retrodispersados (BSE: Backscattered electrons)

El uso de MEB y en particular del detector BSE, presenta ciertas ventajas, ya que la producción de electrones retrodispersados es proporcional al número atómico promedio de los elementos de la aleación. De esta forma, los elementos con mayor número atómico (NA) producen mayor cantidad de electrones retrodispersados, que los de menor número atómico. Los electrones retrodispersados son mucho más energéticos que los electrones secundarios y escapan desde mayor profundidad dentro de la muestra, y por ello no proporcionan información topográfica. Sin embargo, pueden ser usados para detectar contraste entre áreas de diferente composición química, especialmente cuando el número atómico promedio de tales regiones es diferente, de tal forma que el brillo de la imagen BSE tiende a incrementarse

con el número atómico [94]. Esta técnica resulta ideal para la aleación Al-20Sn (%masa), en donde el Al tiene un número NA de 13 mientras que el Sn tiene un NA de 50, por lo cual las imágenes de la aleación Al-20Sn (% masa) deben presentar **zonas claras**, que corresponden al **Sn** y **zonas oscuras** que corresponde al **Al**. Este contraste permite a su vez obtener información sobre la morfología, y la conducta que experimenta la microestructura luego de cada proceso de ECAP.

Para su determinación se empleo un **MEB JEOL 7600FEG mode BSE** (back-scattered electrons), que permite además, obtener imágenes de alta resolución para el estudio de detalles finos de la microestructura. Las muestras estudiadas se tomaron del plano 1 para pasos impares y del plano 2 para pasos pares de ECAP, de acuerdo a la figura 2.6b, con el pulido indicado en la sección 2.3.

2.5.1.3 Microscopía Electrónica de Transmisión (MET)

Con esta técnica se estudió los detalles finos de las interfases, tipos de fronteras, la formación de subgranos, celdas y/o paredes de dislocaciones, que permitan inferir sobre los mecanismos de deformación involucrados en el procesamiento por ECAP. Con el acceso a la técnica de microscopía electrónica de alta resolución. (HRTEM), se estudiará los detalles finos de las dislocaciones y la microestructura a escala nanométrica [94-97].

La observaciones a través del MET, se efectuaron con un **Microscopio JEOL 120EX** convencional, con el que se obtuvo imágenes en el modo de campo claro, y además, patrones de difracción de electrones (PDE). Los equipos de alta resolución utilizados son: un **JEOL ARM 200 KV** que cuenta con un detector de HAADF (High angle anular dark field) para obtener imágenes con contraste Z, para una mejor visualización de las dislocaciones en la microestructura. Con este equipo se obtuvieron imágenes de alta resolución en el modo de campo oscuro; el otro MET es un **Jeol 2100F-Field Emission**

Electron Microscopy, para el estudio de la microestructura a escala nanométrica.

Las muestras para MET corresponden a láminas delgadas (lamelas) de aproximadamente 100-200 nm de espesor, procedentes de los planos 1 y 2 (para las muestras de pasos impares y pares de ECAP, respectivamente), de la figura 2.6b, preparadas con la técnica de haz de iones focalizados de galio (equipo **JEOL JEM-9320**). Estos planos se evaluaron, ya que son perpendiculares a la dirección de flujo.

2.5.1.4 Unidad de micromaquinado por haz de iones de galio (FIB: Focused Ion Beam)

Se trata de un equipo de micromaquinado asistido por un haz de iones de Ga, en el cual se pueden obtener imágenes de una resolución de hasta 6 nm, que permite la visualización de granos sin ataque químico y puede ser complementario a la información del MEB, sin embargo en el presente estudio, fundamentalmente se utilizó para la obtención de láminas delgadas (lamelas) para su observación a través de las técnicas MET [95, 98]. Para minimizar los efectos de haz de galio sobre las propiedades de la muestra, se efectúa previo al desbaste, la colocación de un depósito de platino, que protege al área de trabajo durante el proceso. Además, conforme disminuye el diámetro de la película delgada, se utiliza un tamaño de haz cada vez más fino, de menor energía y por pocos segundos, hasta llegar a 200 nm, con lo cual se garantiza el menor impacto a la zona bajo estudio.

2.5.2 Caracterización por difracción de rayos X

La técnica de difracción de rayos X se utilizó para la determinación de las microdeformaciones por **refinamiento Rietveld**, los esfuerzos residuales de tipo I (macroesfuerzos) por el **método $\text{sen}^2\psi$** y las **texturas cristalográficas**.

2.5.2.1 Método de Refinamiento Rietveld para la determinación de microdeformaciones

La técnica de Rietveld para el refinamiento de estructuras cristalinas, se basa en los trabajos de H. Rietveld [99, 100] efectuados a mediados de los años 1960s, en donde los datos experimentales de un ensayo de difracción de polvos, son utilizados sin la extracción de las intensidades integradas individuales y todos los parámetros estructurales e instrumentales, son refinados ajustando un perfil calculado a los datos observados. El refinamiento completo del perfil emplea el método de mínimos cuadrados no lineales, que requiere una aproximación inicial de diversas variables libres, tales como: parámetros de forma del pico, dimensiones de la celda unitaria y coordenadas de todos los átomos en el modelo de la estructura del cristal. Otras variables no conocidas son: parámetros del fondo, factor de escala, parámetros de desplazamiento atómico total, que pueden ser estimados al principio y entonces efectivamente refinados cuando el ajuste por mínimos cuadrados converge a un mínimo global [101-103].

Una primera aproximación para estimar las microdeformaciones y el tamaño de los cristalitos de la microestructura, generados durante el proceso de ECAP, es evaluar el ensanchamiento de los picos de difracción, a través del método de Williamson-Hall [104,105]. En esta aproximación se asume que la contribución del tamaño del cristalito D y de microdeformaciones (ϵ) son de tipo lorentziano, y el ancho integral (β) corresponde a la contribución de ambos factores, por lo que es posible su evaluación a través de la siguiente ecuación [104,105]:

$$\frac{\beta \cos(\theta)}{\lambda} = \frac{1}{D} + 4\epsilon \left(\frac{\sin(\theta)}{\lambda} \right) \quad (1)$$

Con el programa Fullprof [106] se efectúa el gráfico de $\frac{\beta \cos(\theta)}{\lambda}$ en función de $\left(\frac{\sin(\theta)}{\lambda} \right)$, con el cual se puede calcular D , a través del inverso de la ordenada en el origen y ϵ , que corresponde a la pendiente dividida entre 4 ($\epsilon = m/4$).

Un análisis más preciso de ε y D , se puede efectuar a través de un refinamiento Rietveld, con el programa Fullprof. Para lo cual se usa un modelo pseudo-Voigt-TCH para describir el ancho del pico experimental y se asume que los anchos FWHM, son tanto lorentziano H_l , como Gaussiano H_g , y se modelan con las siguientes ecuaciones [101-103]:

$$H_g^2 = U \tan^2(\theta) + \frac{I_g}{\cos^2(\theta)} \quad (2)$$

$$H_l = X \tan(\theta) + \frac{Y}{\cos(\theta)} \quad (3)$$

Donde U , X , Y , I_g son parámetros refinables y θ es el ángulo de difracción. Para un perfil pseudo-Voigt el ancho integral β se relaciona a con el ancho integral, H y η (factor de mezcla Gauss-Lorentz), a través de la siguiente relación:

$$\beta = \frac{\pi}{180} \frac{\pi}{2} \frac{H}{\eta + (1-\eta)\sqrt{\pi \ln(2)}} \quad (4)$$

Una forma más conveniente para separar las contribuciones Lorentzianas y Gaussianas, asume una aproximación de Thompson-Cox-Hastings (TCH) [101-103, 107], para un perfil pseudo-Voigt, que se describe a continuación:

$$H^5 = H_g^5 + 2.69269H_g^4H_l + 2.42843H_g^3H_l^2 + 4.47163H_g^2H_l^3 + 0.07842H_gH_l^4 + H_l^5$$

Los anchos integrales Gaussianos and Lorentzianos son reemplazados en la ecuación de **Stokes-Wilson** [101], $\varepsilon = \frac{\beta}{4 \tan(\theta)}$, para el cálculo de las microdeformaciones, y en la ecuación de **Scherrer** [101], $D = \frac{\lambda}{\beta \cos(\theta)}$ para el tamaño del cristalito.

Los criterios de ajuste durante el refinamiento indican el avance del mismo y ayudan a decidir si el modelo propuesto es correcto. Entre los cuales que se utilizarán en el presente proyecto tenemos: el residuo del patrón pesado (R_{wp}) y el residuo del factor de Bragg (R_B) [101,102]. Ambos se describen en el apéndice A3.

Para el desarrollo de estos ensayos se utilizó un difractómetro de rayos X Bruker D8 Advance, usando la longitud de $\text{Cu-K}\alpha$, que cuenta con un monocromador de germanio $\text{K}\alpha_2$ y un detector lineal VANTEC 2000.

Los ensayos se efectuaron a la muestra sin procesar y las de 1, 2, 3, 4 y 5 pasos de ECAP, para $\Phi = 120^\circ$.

Se utilizó el programa Fullprof para determinar los gráficos de Williamson-Hall y los refinamientos Rietveld. La función instrumental se estimó con un patrón estándar de hexaboruro de lantano (LaB_6), que por ser un polvo, está libre de microdeformaciones [108]. Dicho programa requiere información sobre el patrón de difracción teórico, la estructura cristalina, grupo espacial, parámetros de red, sitios de Wycoft, etc. (para el LaB_6 : ficha cristalográfica JCPDS 34-0427).

2.5.2.2 Esfuerzos residuales de Tipo I por el método de $\text{sen}^2\psi$

Los **esfuerzos residuales de tipo I**, son macroscópicos y corresponden a una medición sobre un amplio número de granos, en rango de 1 mm a varios mm. Se mide a través del desplazamiento del pico de difracción de Bragg. El análisis del esfuerzo residual por difracción de rayos X hace uso de la teoría de la elasticidad y la ley de Bragg [109-113]. En la figura 2.9 se describe la geometría de medición de esfuerzos residuales por DRX, en donde se indica la dirección de la deformación, $\epsilon_{\phi\psi}$, y las coordenadas de la muestra (DE: dirección de extrusión, DT: dirección transversal y DN: dirección normal).

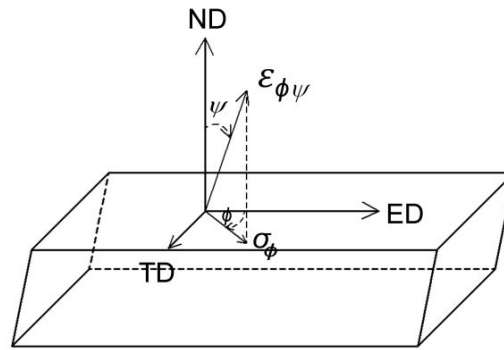


Figura 2.9 Geometría de medición de esfuerzos residuales

Los esfuerzos residuales pueden ser determinados a partir de la medición de las deformaciones, con la siguiente ecuación [109-112, 114].

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\phi\psi} = & S_1(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) + \frac{1}{2} S_2(\sigma_{11}\cos^2\phi + \sigma_{12}\sin 2\phi + \sigma_{22}\sin^2\phi)\sin^2\psi \\ & + \frac{1}{2} S_2(\sigma_{13}\cos\phi + \sigma_{23}\sin\phi)\sin 2\psi + \frac{1}{2} S_2(\sigma_{33}\cos^2\psi) \quad (5) \end{aligned}$$

Donde ψ corresponde a la inclinación de la muestra con respecto a ND y ϕ es el ángulo de rotación a lo largo de la cual se mide σ_ϕ (ver figura 2.9). Los componentes del esfuerzo a lo largo de la dirección ϕ son el esfuerzo normal, σ_ϕ , y el esfuerzo de corte, τ_ϕ , y se obtienen a partir de los componentes del tensor de esfuerzos en las coordenadas de la muestra, de acuerdo a las siguientes ecuaciones [109-112]:

$$\sigma_\phi = \sigma_{11}\cos^2\phi + \sigma_{22}\sin^2\phi + \sigma_{12}\sin 2\phi \quad (6)$$

$$\tau_\phi = \sigma_{13}\cos\phi + \sigma_{23}\sin\phi \quad (7)$$

Asumiendo que $\sigma_{33}=0$ y $\tau_\phi=0$, entonces la expresión (5) predice una relación lineal entre la microdeformación y el $\sin^2\psi$. El esfuerzo residual puede ser calculado a partir de la pendiente del gráfico de $\varepsilon_{\phi\psi}$ vs $\sin^2\psi$. Los términos $S_1=-\nu/E$ y $\frac{1}{2}S_2=(1+\nu)/E$ dependen de las ctes elásticas del material, en donde, E es el módulo de Young, ν es la constante de Poisson, e incluye la corrección del efecto de la anisotropía de los planos evaluados, pues las

constantes elásticas en difracción son ligeramente distintas a las reportadas para materiales masivos.

Los componentes del esfuerzo normal (σ_ϕ): σ_{11} y σ_{22} , pueden ser determinados efectuando el ensayo de esfuerzo residual en $\phi = 0^\circ$ y $\phi = 90^\circ$, respectivamente. Este procedimiento se denomina **método del $\text{sen}^2\psi$** . El intercepto del gráfico $\varepsilon_{\phi\psi=0}^{\{hkl\}} - \text{sen}^2\psi$, corresponde a la deformación para un ángulo de inclinación $\psi = 0$,

$$\varepsilon_{\phi\psi=0}^{\{hkl\}} = S_1^{\{hkl\}} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (8)$$

Idealmente el gráfico $\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} - \text{sen}^2\psi$ debe ser una línea recta en ausencias de esfuerzos de corte, en caso contrario, se observa un comportamiento elíptico, pero otros comportamientos son posibles, por la presencia de texturas, gradiente de esfuerzos o de composición [109-112] y que se puede observar en la figura A4.1 del anexo A4.

Durante la medición del esfuerzo residual, se colecta un gran número de patrones de difracción en torno a un plano $\{hkl\}$ en particular, que para el aluminio es el plano $\{422\}$, 2θ de alrededor 137° , variando el ángulo ψ para estimar los valores de $\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$ en las 3 orientaciones: $\phi = 0^\circ$, 45° y 90° , con lo cual se puede calcular el tensor de esfuerzos completo.

El equipo utilizado, el Difractómetro RX, Bruker D8 Avance, descrito previamente en la sección 2.5.2.1, tiene un software especializado llamado **Stress**, que reduce el tiempo de cálculo, ya que cargando a dicho programa la data de los perfiles de los patrones de difracción, se efectúa automáticamente los gráficos de $\varepsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$ vs $\text{sen}^2\psi$ y además, el cálculo del esfuerzo normal, σ_ϕ y el esfuerzo de corte, τ_ϕ , para cada valor ϕ .

Los esfuerzos residuales se determinaron directamente sobre el plano 4 de la figura 2.6b (zona interna de la barra procesada por ECAP), sin efectuar cortes en la muestra ni ningún tratamiento, a fin de evitar la relajación de los

esfuerzos residuales.

La medición de los esfuerzos residuales es de carácter superficial, razón por la cual se procedió a efectuar sobre el plano 4, la medición de un perfil de esfuerzos residuales en función de la profundidad a partir de la superficie de la muestra. Para ello, la muestra se atacó con una solución de H_3PO_4 80% y HNO_3 5%, de acuerdo a la metodología descrita por Fontanari et. al. [117]. Los esfuerzos residuales se miden inicialmente a nivel de la superficie, se procede al ataque químico y luego se determina nuevamente el esfuerzo residual, y así sucesivamente. El ataque químico se efectuó a 55 °C y previamente se hizo una calibración para estimar la remoción de material por tiempo, la cual fue de ~ 30 μm /hora. Los valores de esfuerzos residuales después de cada desbaste químico se corrigen tomando en cuenta la redistribución de los esfuerzos inducido por la remoción de las capas más externa a través de la siguiente ecuación [117, 118, 119]:

$$\sigma(z_i) = \sigma_m(z_i) + 2 \int_{z_i}^H \frac{\sigma_m}{z} dz + 6z_i \int_{z_i}^H \frac{\sigma_m}{z^2} dz \quad (9)$$

Donde H es el espesor de la barra, z_i es el espesor después de la remoción de la i –ésima capa, σ_m es la medida del esfuerzo.

Este método está normalizado (Residual stress measurements by X-ray diffraction, SAE J784a. SAE information Report, 2nd edition, August 1971) y de acuerdo a Fontanari y otros investigadores [117, 118, 119], se garantiza en principio que los efecto de relajación de los esfuerzos son mínimos, e incluso son compensados con la ecuación (9).

2.5.2.3 Texturas cristalográficas

La textura, u orientación preferencial, es la distribución de las orientaciones de los granos de la muestra en el espacio [111,112, 118] y afecta las propiedades

físicas de los materiales cristalinos, tales como las propiedades mecánicas, pues presentan anisotropía cristalográfica. Hay dos fuentes principales que generan textura: la deformación plástica (textura de deformación) y la nucleación y crecimiento de granos y fases (textura de recristalización). La deformación plástica es anisotrópica, por lo cual incorpora generalmente una distribución anisotrópica en la orientación de los granos en un material policristalino. En el caso del ECAP se ha considerado que bajo condiciones ideales, la deformación acontece por corte simple a largo del plano de intersección del canal del ECAP, figura 1.4 sección 1.2.1. Un material policristalino responde al esfuerzo de corte macroscópico deformando los granos individuales a través del movimiento de dislocaciones sobre uno o más planos de deslizamiento cristalográficos $\{uvw\}$, que son favorablemente orientados, combinado con la rotación de los granos en las direcciones a las cuales conducen los planos cristalográficos principales de deslizamiento, paralelos a la dirección de corte macroscópica y las direcciones de deslizamiento cristalográfico $\langle uvw \rangle$ paralelo a la dirección de corte principal. El balance entre estos dos procesos depende de varios factores, incluyendo el flujo de esfuerzo sobre los sistemas de deslizamiento, la resistencia a la rotación y el tamaño de grano [46]. El sistema de planos y direcciones, permite establecer el sistema $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ específico, donde los $\{hkl\}$ pueden corresponder a planos paralelos a la dirección de deformación de corte del ECAP y $\langle uvw \rangle$ es la dirección perpendicular al mismo, y puede darse igualmente la situación contraria. Todo plano (hkl) debe satisfacer la regla de zona $hu+kv+lw = 0$ para ser miembro de la zona [106, 107, 112].

Las texturas cristalográficas fueron determinadas en un difractómetro Panalytical XPert MRD de 4 círculos, usando la longitud de $\text{Cu-K}\alpha$ a 40 KV y 40 mA. El equipo cuenta con un detector puntual con un monocromador $\text{K}\alpha$ en la posición secundaria. La textura fue determinada a la muestra de 1 paso y 5 pasos de ECAP. Para 0 pasos la muestra presenta un tamaño de grano en el orden de 50 μm que hace imposible su análisis. Las muestras para textura

corresponden al plano 3 de la figura 2.6b. Para la determinación de los componentes de textura se estudiaron las familias de planos (111), (200), (220) y (311). Se efectuó una corrección de la línea de fondo y del desenfoque, previo al recálculo de las figuras de polos.

2.5.3 Ensayos mecánicos y termomecánicos

2.5.3.1 Ensayo de Microdureza.

La dureza de un material es una medida de su capacidad de resistir la deformación plástica localizada, y permite inferir sobre su resistencia y ductilidad. El durómetro consiste de un indentador el cual ejerce una presión sobre la superficie, produciendo una huella cuyo diámetro o profundidad es una medida de la dureza. En el caso de un microdurómetro Vickers (Hv), que se utilizó en el presente trabajo, emplea un indentador con punta de diamante y forma de pirámide de base cuadrada. La dureza se calcula conociendo la carga aplicada en Newton o Kg y la medida de la diagonal en mm de la huella de la pirámide, aplicando la siguiente ecuación [119-120]:

$$Hv = 1,8544 \times (P/d^2)$$

Donde: **P** es la carga aplicada en N o Kg, **d** es el valor medio de las diagonales de las huellas d1 y d2, en mm.

La microdureza Vickers (HV) fue medida usando un **microdurómetro Vickers Shimadzu HMV-2000** con una carga de 200 g y tiempo de carga de 15 s. La muestra para microdureza fue tomada de la zona central de los planos 1 (pasos impares) y 2 (pasos pares) de la figura 2.6b (pulida hasta acabado espejo con alúmina de 0,04 μm). Se evaluó las muestras de 0, 1, 2, 3, 4 y 5 pasos de ECAP, con Φ=110° y 120°. Se efectuó un mínimo de 12 medidas para fines estadísticos. Se preparó además, **mapas de dureza superficial**, para muestras seleccionadas, para evaluar la distribución de dureza en diversas zonas, sobre el plano perpendicular a dirección de extrusión (plano

DE), efectuando para ello un mínimo de 100 mediciones de dureza sobre la superficie, con una distancia entre puntos de medición de 1 mm. Se preparó gráficos en donde se asignó una escala de colores en base al rango de dureza, que permite apreciar la distribución de la dureza a nivel superficial.

2.5.3.2 Ensayo de tracción

Permite obtener información sobre el límite de cedencia aparente (y convencional al 0.1 o 0.2 % de deformación) nominal y verdadero, la resistencia a la tracción y la ductilidad. La ductilidad se estimó a través de la determinación del alargamiento a falla de la probeta de ensayo [119-120].

Se utilizó una máquina universal Shimadzu modelo AG-X, con una velocidad de deformación constante de $1.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Se efectuó a las muestras con 0, 1 y 5 pasos de ECAP, con $\Phi=120^\circ$. Las probetas se tomaron de la zona central del plano 3 de la figura 2.6b. Sus dimensiones son: longitud calibrada 10 mm, ancho de 3 mm y espesor de 2 mm. Es importante mencionar que para evitar los efectos de la fricción del proceso de ECAP sobre las superficies de la barra, la probeta se maquinó a 3 mm de estas superficies de la zona interna y externa. Se efectuaron tres mediciones por probeta para fines estadísticos.

2.5.3.3 Análisis Mecánico Dinámico

El análisis mecánico dinámico (AMD) es una técnica de análisis térmico, que mide las propiedades del material cuando es deformado bajo una fuerza periódica. Específicamente se aplica 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 retraso de fase, σ_0 es el máximo esfuerzo y ε_0 es la deformación al esfuerzo máximo [121, 122]. En la figura 2.10 se presentan el esfuerzo sinusoidal aplicado y su respuesta. 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 [121, 122]:

$$E^* = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{\sigma_o}{\varepsilon_o} (\cos(\delta) + i \sin(\delta)) = E' + E'' \quad (4)$$

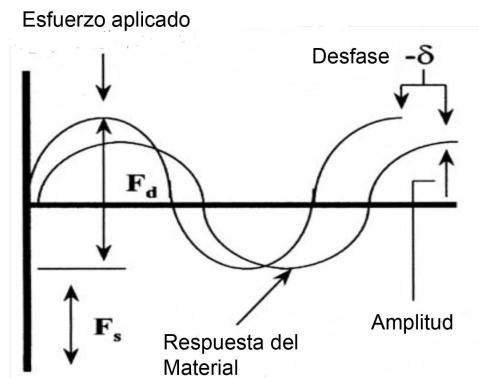


Figura 2.10 Esfuerzo sinusoidal suplido a la muestra, que genera una onda sinusoidal de respuesta, durante el ensayo de AMD. δ es el desfase entre ambas ondas. F_d es la fuerza dinámica u oscilatoria y F_s es la fuerza estática o fija [121].

Donde $E' = (\sigma_o/\varepsilon_o) (\cos(\delta))$ es el modulo de almacenamiento,

$E'' = (\sigma_o/\varepsilon_o) (i \sin(\delta))$ es el modulo de pérdida

y $\tan(\delta) = E''/E'$ se define como la capacidad de amortiguamiento.

La capacidad de amortiguamiento se ha relacionado con el incremento de dislocaciones, y puede proveer información sobre la efectividad del proceso de refinamiento [120, 123].

Se efectuó a través del equipo **DMA Q-800, TA Instruments**, y a muestras de dimensiones de 35 mm x 5 mm x 1 mm, cortadas a lo largo de la dirección de flujo y en la zona central de la barra procesada por ECAP (plano 3 figura

2.6b). Se estudió las muestras de 0, 1 y 5 pasos procesadas con $\Phi=120^\circ$. La respuesta dinámica de las muestras fue medida a partir de la temperatura ambiente hasta 473 ± 2 K a una velocidad de calentamiento controlado 3 K/s. La frecuencia de carga y la amplitud de la deformación fue 1 Hz y 1×10^{-4} , respectivamente, las cuales fueron optimizadas en trabajos previos [92] y son típicas para aleaciones de aluminio [122]. Se determinó el módulo elástico E'' , el módulo de almacenamiento E' y el módulo de pérdida δ , en función de la temperatura.

CAPÍTULO III

3. RESULTADOS

En el presente capítulo presentaremos los resultados referentes a los siguientes aspectos:

- *Comparación de la condición inicial para $\Phi= 110^\circ$ (378 ± 2 K) y la condición definitiva con $\Phi= 120^\circ$ (298 ± 2 K), y su efecto sobre la microestructura y dureza del material, sometido al proceso ECAP.*
- *La Distribución de las propiedades mecánicas y microestructurales, inducidos por el proceso ECAP a varias escalas, desde mm hasta un nivel submicrométrico.*
- *La evolución de los esfuerzos residuales generados por ECAP en las primeras etapas de la deformación, tanto a nivel superficial como en las primeras decenas de micras al interior.*
- *Los cambios a nivel submicrométrico ocurridos en el material sujeto a ECAP en las primeras etapas de deformación (transición de 0-1 paso) y para deformaciones severas (3, 4 y 5 pasos).*
- *El Refinamiento a nivel submicrométrico, tanto en las primeras etapas de deformación (1 paso) como para deformaciones severas (5 pasos).*
- *Los cambios que sufren las celdas de dislocación generadas por el proceso de ECAP en función de la temperatura.*
- *La eficiencia del proceso ECAP para aumentar el límite de cedencia, resistencia a la tracción máxima (UTS) y la ductilidad, tanto en las primeras etapas (0 y 1 paso) como mayor deformación (5 pasos).*

3.1 Comparación de la condición inicial para $\Phi = 110^\circ$ (378 ± 2 K) y la condición definitiva con $\Phi = 120^\circ$ (298 ± 2 K), y su efecto sobre la microestructura y dureza del material, sometido al proceso ECAP.

Para abordar este tema, se debe recordar que en la sección 2.2 se indicó que se trabajó con una condición inicial de procesamiento a una temperatura T de 378 ± 2 K (105 ± 2 °C) con un ángulo interno $\Phi = 110^\circ$ y luego, la condición final a T ambiente, 298 ± 2 K (25 ± 2 °C), con un valor de $\Phi = 120^\circ$.

Para ambas condiciones se evaluaron las diferencias en la microestructura y la microdureza sobre la zona central, hasta 5 pasos de ECAP.

3.1.1 Evaluación de la microestructura a través de MEB

En las figuras 3.1 y 3.2 se presenta la microestructura de la aleación Al-20Sn (%masa) evaluada por MEB con el detector BSE, para los dos procesos de extrusión efectuados: a $\Phi = 110^\circ$ a y a $\Phi = 120^\circ$, respectivamente. En las muestras sin procesar por ECAP, figuras 3.1a y 3.2a, se observa una estructura con **celdas dendríticas** que corresponde a la fase α rica en Al, y las zonas ricas en Sn, distribuida a lo largo de la región interdendrítica [93, 124, 125], que se visualiza mejor por MEB, por el potencial que ofrece el detector utilizado (BSE), ya explicado en la sección 2.5.1.2.

En las muestras procesadas de 1 a 5 pasos por ECAP, figuras 3.1b a 3.1f ($\Phi = 110^\circ$) y 3.2b a 3.2f ($\Phi = 120^\circ$), la dirección de extrusión (DE) es perpendicular a la zona de observación de la imagen, mientras que las direcciones normal (DN) y transversal (DT), se indican en la imagen.

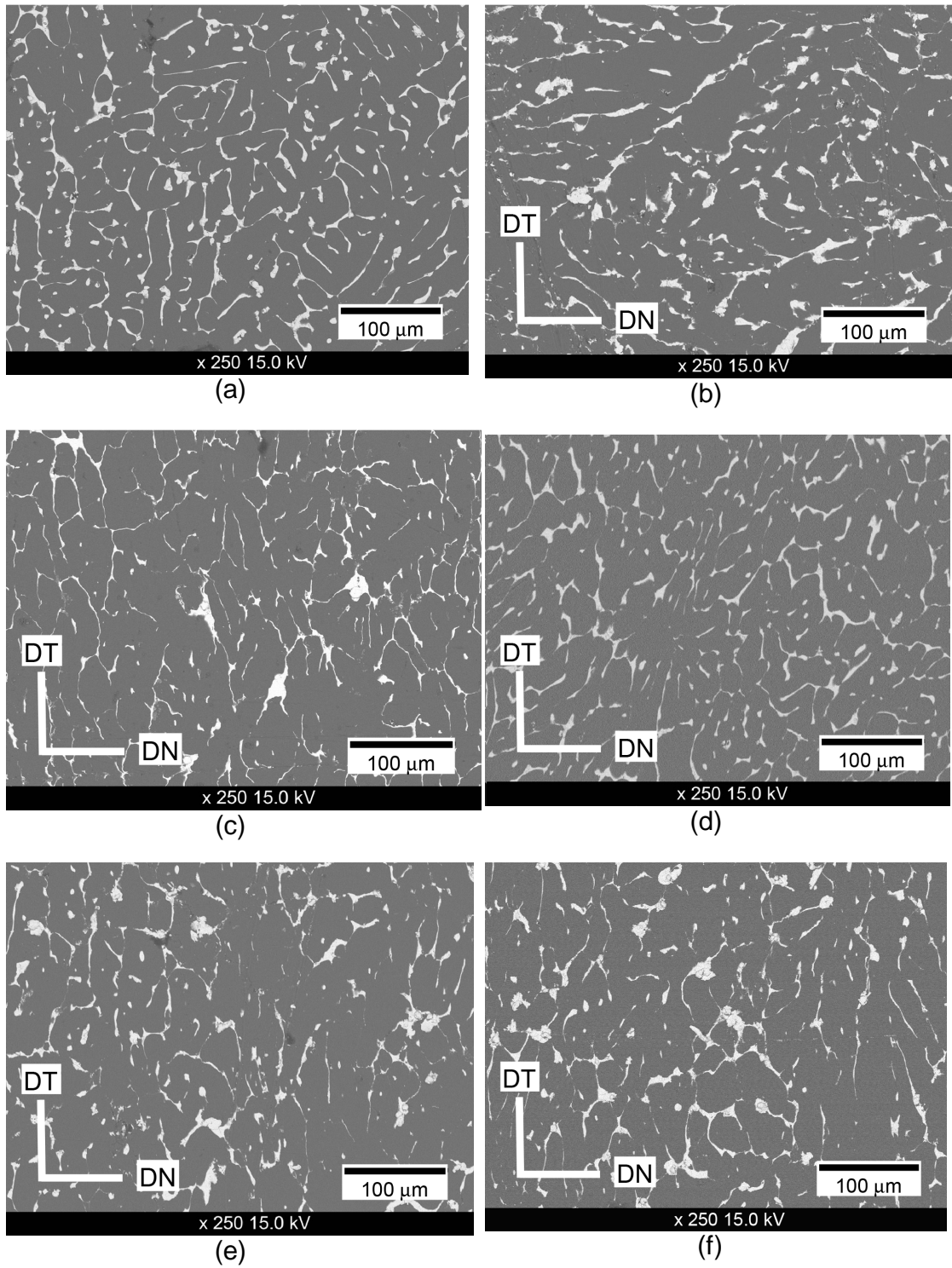


Figura 3.1 Zona central de barras procesadas por ECAP con $\Phi=110^\circ$: (a) 0 pasos, (b) 1 paso, (c) 2 pasos, (d) 3 pasos, (e) 4 pasos y (f) 5 pasos.

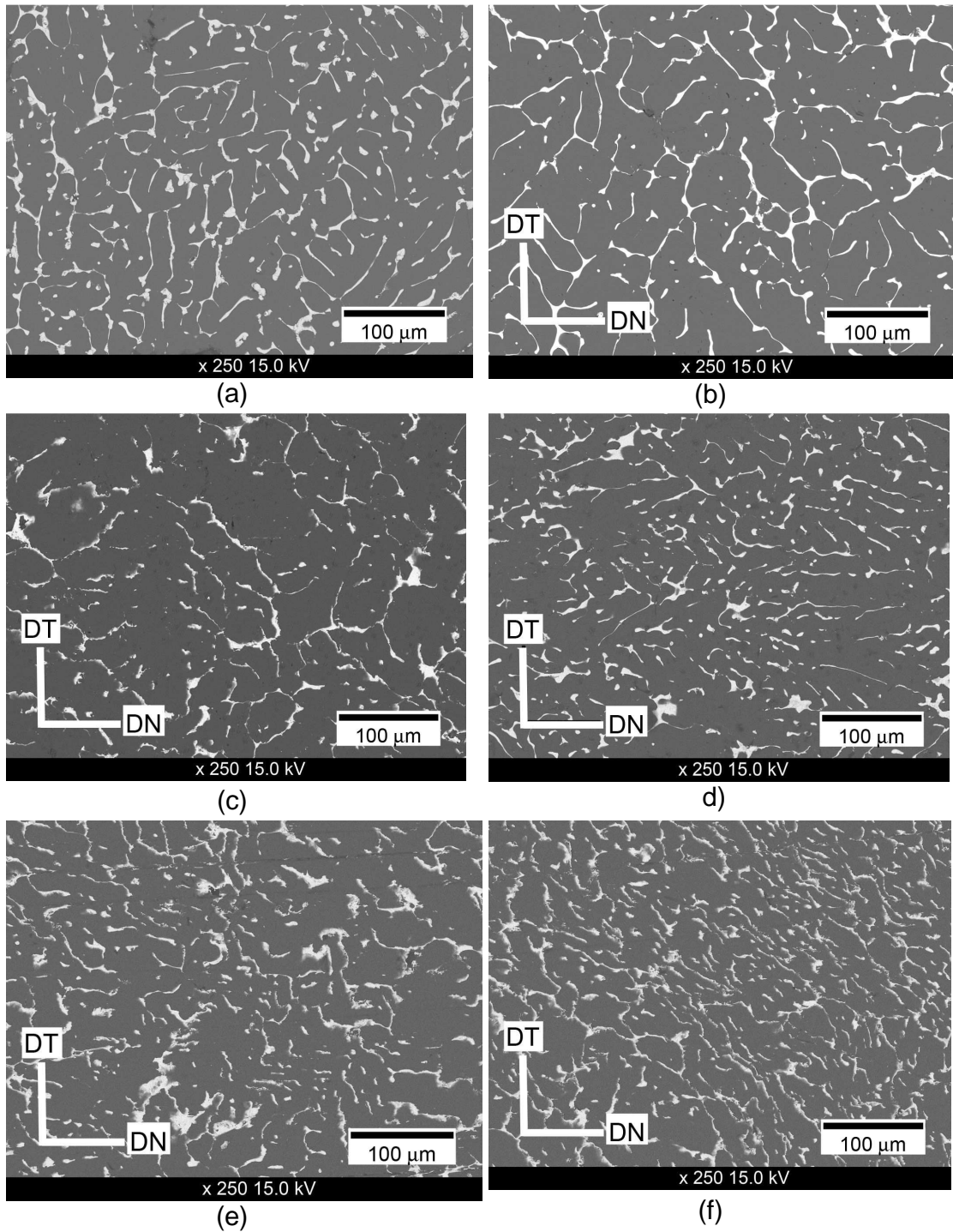


Figura 3.2 Zona central de barras procesadas por ECAP con $\Phi=120^\circ$: (a) 0 pasos, (b) 1 paso, (c) 2 pasos, (d) 3 pasos, (e) 4 pasos y (f) 5 pasos.

En el área central de estas muestras se observa una microestructura con aparente menor deformación, pues se conserva parcialmente la microestructura mostrada en la muestra sin procesar por ECAP (figuras 3.1a y 3.2a), aunque hay evidencia de cambios en esta zona conforme se incrementan los pasos de ECAP, por el proceso de deformación, en especial en la muestra de 5 pasos para $\Phi = 120^\circ$.

Por lo que se puede decir que las morfologías observadas en ambos procesos de extrusión son muy similares.

3.1.2 Ensayo de microdureza Vickers

Los resultados de las mediciones de la microdureza Vickers desde 0 a 5 pasos de ECAP, se presentan en las tablas A5.1 y A5.2 del anexo A5, para $\Phi = 110^\circ$ (a 105° C) y $\Phi = 120^\circ$ (temperatura ambiente), respectivamente. Se incluye además, los valores promedios de las mediciones, la desviación estándar y el incremento porcentual en la microdureza, con respecto a la muestra sin procesar.

Se preparó una serie de gráficos de la evolución de la microdureza promedio (de la zona central) en función del número de pasos de ECAP, y que se presentan en las figuras 3.3 y 3.4 para $\Phi = 110^\circ$ y $\Phi = 120^\circ$, respectivamente.

En base a los resultados anteriores, es evidente el efecto del proceso de ECAP en el incremento de la microdureza de la aleación para ambas condiciones.

En términos generales, la evolución de la microdureza de 0 a 5 pasos de ECAP en ambos procesos ($\Phi = 110^\circ$ y 120°), presenta una conducta que permite un ajuste logarítmico, cuya ecuación de regresión y el coeficiente respectivo, se presentan también en cada gráfico respectivo (figura 3.3 y 3.4).

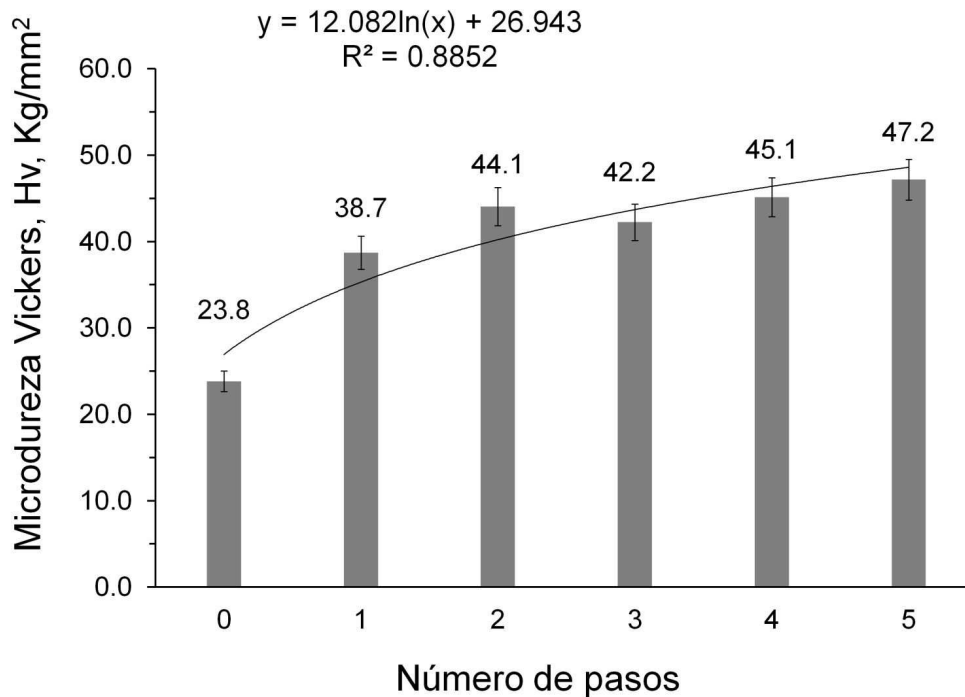


Figura 3.3. Gráfico de microdureza Vickers en función del número de pasos de ECAP para $\Phi=110^\circ$ (Carga de 200 g y tiempo de carga de 15 s).

Se observa una conducta similar en ambos procesos: un incremento importante al primer paso (de 84 % para $\Phi=120^\circ$, mientras que para $\Phi=110^\circ$ es 62.4%), e incrementos y cambios menores en 2, 3 y 4 pasos, mientras que al quinto paso se obtiene el mayor incremento (de 115 % para $\Phi=120^\circ$ y 97.9% para $\Phi=110^\circ$, respectivamente, tablas A5.1 y A5.2 del anexo A5).

Es evidente que desde el punto de vista de los órdenes de magnitud de los datos obtenidos en ambas condiciones, las diferencias observadas se pueden considerar como poco significativas.

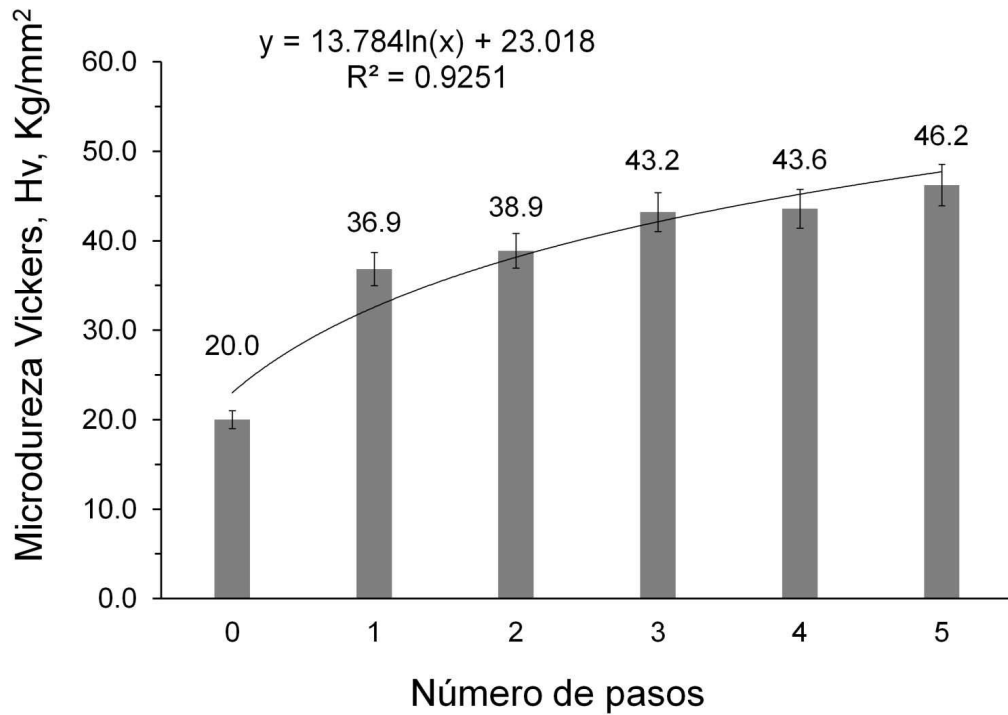


Figura 3.4. Gráfico de microdureza Vickers en función del número de pasos de ECAP para $\Phi=120^\circ$ (Carga de 200 g y tiempo de carga de 15 s).

De estos resultados, es evidente que el uso de ángulo interno $\Phi=110^\circ$ ó 120° , y una T inferior a la T de recristalización, representa condiciones muy similares, que se refleja por las conductas observadas por MEB y en especial en las microdurezas. No obstante, estas apreciaciones serán ampliadas en la sección 4.1 de la discusión.

En vista de ello, se enfocó el resto del trabajo, principalmente con la condición de procesamiento a temperatura ambiente y $\Phi=120^\circ$.

3.2 Distribución de las propiedades mecánicas y microestructurales, inducidos por el proceso ECAP a varias escalas, desde mm hasta un nivel submicrométrico.

Ya se ha indicado en la sección 1.3.1 que uno de los efectos que induce el ECAP es la homogeneidad mecánica y microestructural progresiva en las propiedades de la aleación [41-43]. Las evidencias para evaluar este efecto, se ubicarán a través de tres escalas: a nivel macro (mm) con la determinación de mapas de microdureza superficial a 0, 1 y 5 pasos de ECAP; a nivel micro (μm) con el desarrollo de observaciones por MEB en diversas zonas de las muestras procesadas con 1 y 5 pasos; y a nivel submicrométrico a través de observaciones de MET a 1 y 5 pasos de ECAP. En todos los casos se evaluó la muestra procesada con $\Phi=120^\circ$.

3.2.1 Distribución de la microdureza superficial

En la figura 3.5 se presentan los mapas de microdureza superficial para las muestras de 0, 1 y 5 pasos de ECAP, (efectuado sobre el plano 1 de la figura 2.5b). En los mapas de 1 y 5 pasos, se identifican tres zonas: interna, externa y lateral, que corresponden a las tres zonas de deformación identificadas en las barras procesadas por ECAP, y que se pueden observar en la figura 3.6.

Para la muestra de 0 pasos de ECAP, figura 3.5a, el mapa presenta un solo color, violeta, lo cual indica, una microdureza homogénea en toda la superficie (23 Hv). La muestra de 1 paso de ECAP, figura 3.5b, presenta áreas de color azul y verde que reflejan 2 rangos de microdureza diferentes ($Hv = 26-33$ y $37-42$). Las áreas de mayor dureza, con tono verde más intenso ($Hv=42$), se localizan mayormente hacia la zona de la barra identificada como interna, mientras que las áreas de color azul, con menor dureza (26), se localizan hacia la zona identificada como externa.

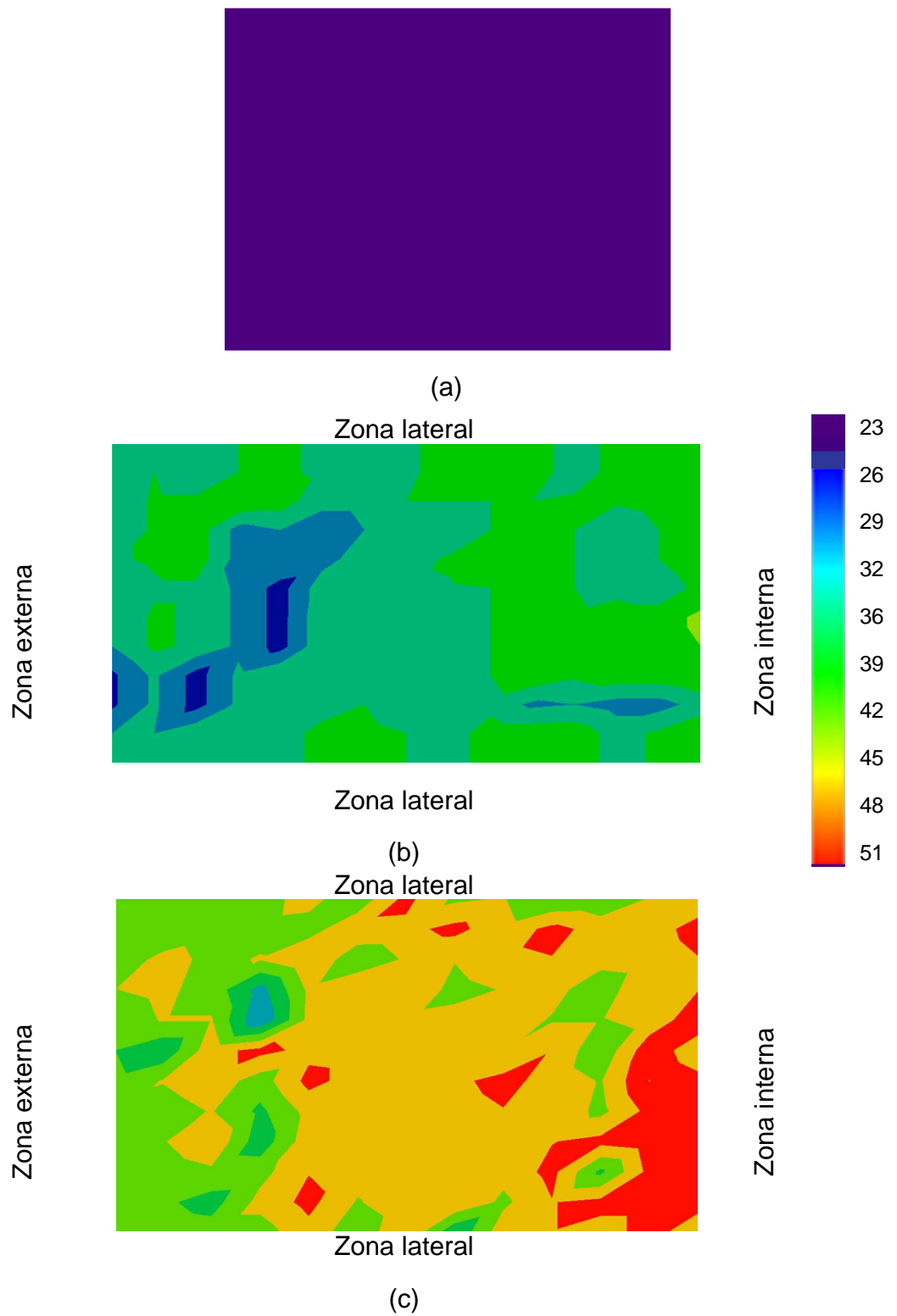


Figura 3.5 Mapa de microdureza (a) 0 pasos, (b) 1 paso y (c) 5 pasos de ECAP (Carga de 200 g y tiempo de carga de 15 s).

La muestra procesada de 5 pasos de ECAP, figura 3.5c, presenta tres áreas principales de color: verde, anaranjado y rojo, que indican zonas de menor a mayor microdurezas ($H_v = 42, 47$ y 51 , respectivamente).

El área de mayor microdureza, la de color rojo, se localiza mayormente hacia la zona interna de la barra, el área anaranjado, que es el de mayor área relativa, se localiza hacia el centro de la muestra, mientras que las zonas verdes, de menor microdureza, se localizan hacia el extremo de la zona identificada como externa.

Es evidente que tanto a 1 paso como 5 pasos, el ECAP induce una distribución de microdurezas sobre la superficie que no es homogénea.

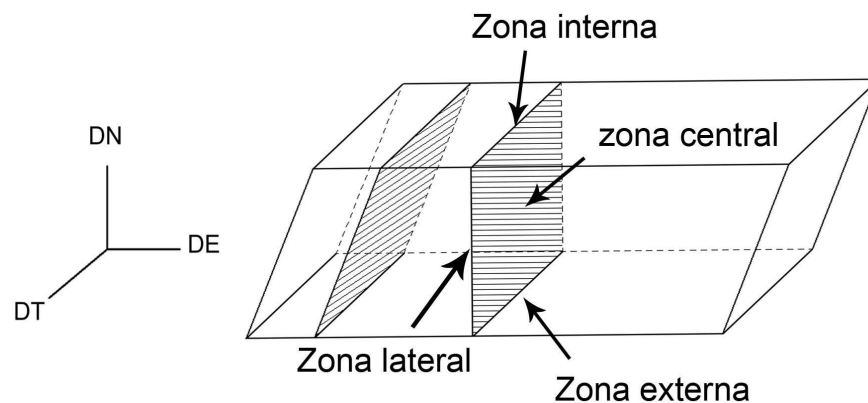


Figura 3.6 Identificación de las zonas evaluadas en las muestras procesadas por ECAP.

3.2.2 Distribución de la microestructura a nivel micrométrico evaluado por MEB

La microestructura de las zonas alejadas del centro de la muestra, cerca a las superficies interna, externa y lateral (ver figura 3.6), presenta cambios significativos, que se pueden observar en la figura 3.7.

En las figura 3.7a se presenta la microestructura de la zona central para un 1 paso de ECAP, donde como se había indicado los cambios no son significativo. Sin embargo próximo a las zonas interna y externa, se advierte la formación de un patrón de capas o estratos de Sn, que se pueden observar en las figuras 3.7b-d. El espesor total de esta estructura estratificada aumenta conforme se incrementan los pasos de ECAP y evoluciona aproximadamente perpendicular a la dirección de extrusión.

Para el paso 1 de ECAP, el espesor de la estructura estratificada tiene un ancho inferior a 50 μm (figuras 3.7b), en 2 pasos se incrementa a $\sim 100 \mu\text{m}$ (figura 3.7c) y en 5 pasos es mayor a 500 μm (figura 3.7d). En la figura 3.7e se presenta una imagen de la zona lateral donde se observa que también se forma la estructura de capas, pero tiene un espesor inferior a $\sim 25 \mu\text{m}$ y no muestra un incremento con el proceso de deformación por ECAP.

Un examen a mayor magnificación de la estructura del Sn en forma de estratos, se presenta en la figura 3.8, donde se indica las distancias entre capas, cuyos valores son inferiores a $\sim 2 \mu\text{m}$ en su gran mayoría, tanto a 1 paso como hasta 5 pasos de ECAP.

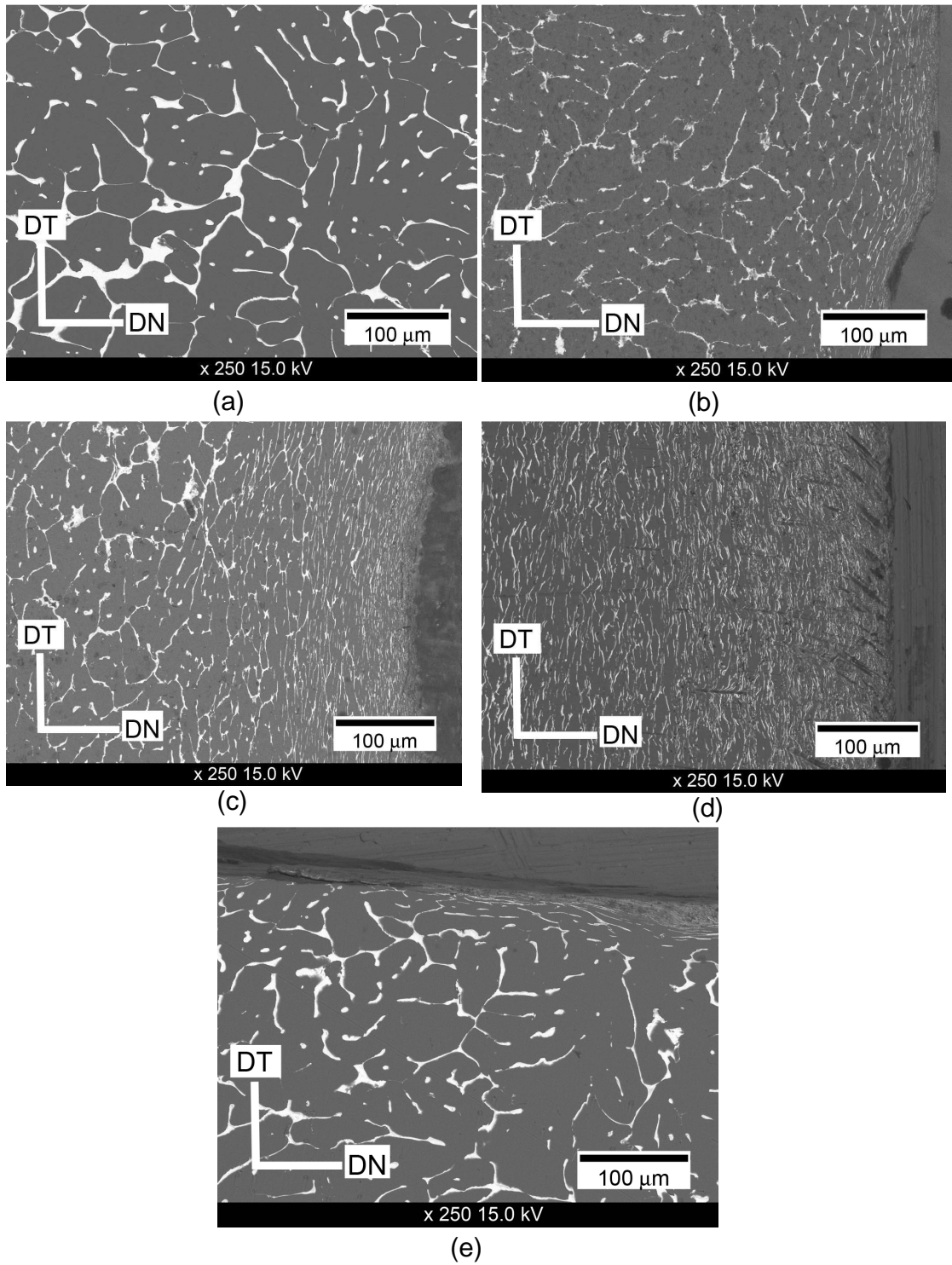
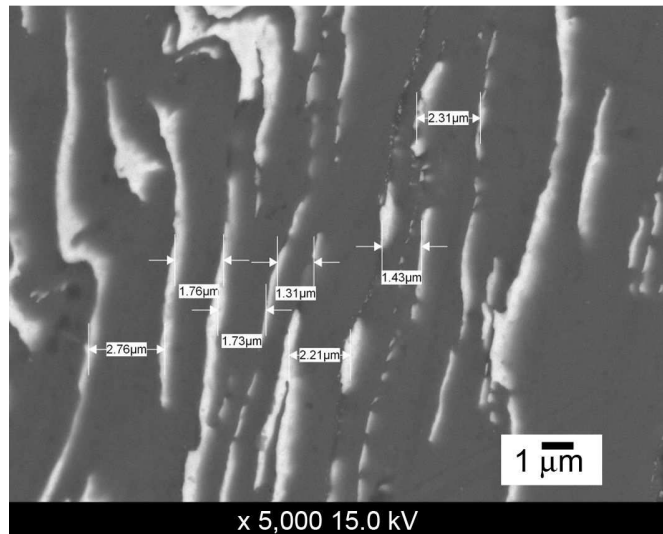
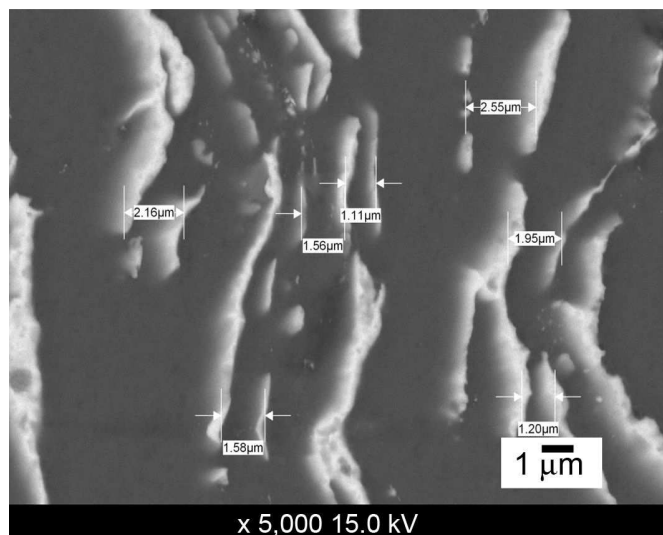


Figura 3.7 Diversas zonas de barras procesadas por ECAP con $\Phi=120^\circ$: (a) 1 paso zona central, (b) 1 paso zona externa, (c) 2 pasos zona externa, (d) 5 pasos zona externa y (e) 1 paso zona lateral.



(a)



(b)

Figura 3.8 Estructura estratificada de muestras procesadas por ECAP con $\Phi=120^\circ$: (a) 1 paso-zona externa y (b) 5 pasos-zona externa.

La figura 3.9 presenta diversas imágenes de la estructura estratificada de Sn, a mayor aumento. Para fines de comparación en la figura 3.9a se observa la estructura típica de la interface aluminio-estaño en la muestra sin procesar, donde no hay defectos evidentes.

En las muestras procesada por ECAP (3.9b-d), se observa la estructura estratificada del estaño, ya señalada previamente, pero además se observa la presencia de un conglomerado de partículas pequeñas de Sn fragmentadas, lo cual no es evidente a baja magnificación. Tales fragmentos tienen tamaños nanométricos incluso, como se puede observar en la figura 3.9e y da evidencia de la intensidad del proceso de deformación en estas zonas.

Se efectuó una evaluación adicional del plano 3 figura 2.6b, que es paralelo a la dirección de extrusión, para las muestras de 1, 2 y 5 pasos de ECAP para $\Phi=120^\circ$. La muestra se obtuvo en la zona central, alejada de las superficies interna, externa y lateral (ver figura 3.6) y se presenta en la figura 3.10 (la microestructura y morfología por MEB de la muestra de 0 pasos de este plano es similar a la de la figura 3.2a). Para las muestras procesadas por ECAP, se advierte en este plano, la formación progresiva de una estructura elongada, alineada a lo largo de la dirección de deformación, con una inclinación próxima a 60° , evidente a 5 pasos (figura 3.10c). Las distancias entre las líneas elongadas de Sn es de $\sim 10\text{-}20\ \mu\text{m}$.

Las observaciones por MEB sobre el plano 1 y 2 de la figura 2.6b, reflejan gran inhomogeneidad a 1 y 5 pasos de ECAP, con pocos cambios en la zona central, como se indicó en la sección 3.1.1, mientras que en las zonas interna y externa es evidente la formación de una estructura estratificada, con presencia de fragmentos de Sn. Sobre el plano 3 de la figura 2.6b se observó una estructura elongada consistente con el patrón de deformación macroscópico esperado, y que es consistente con lo reportado en trabajos previos [3].

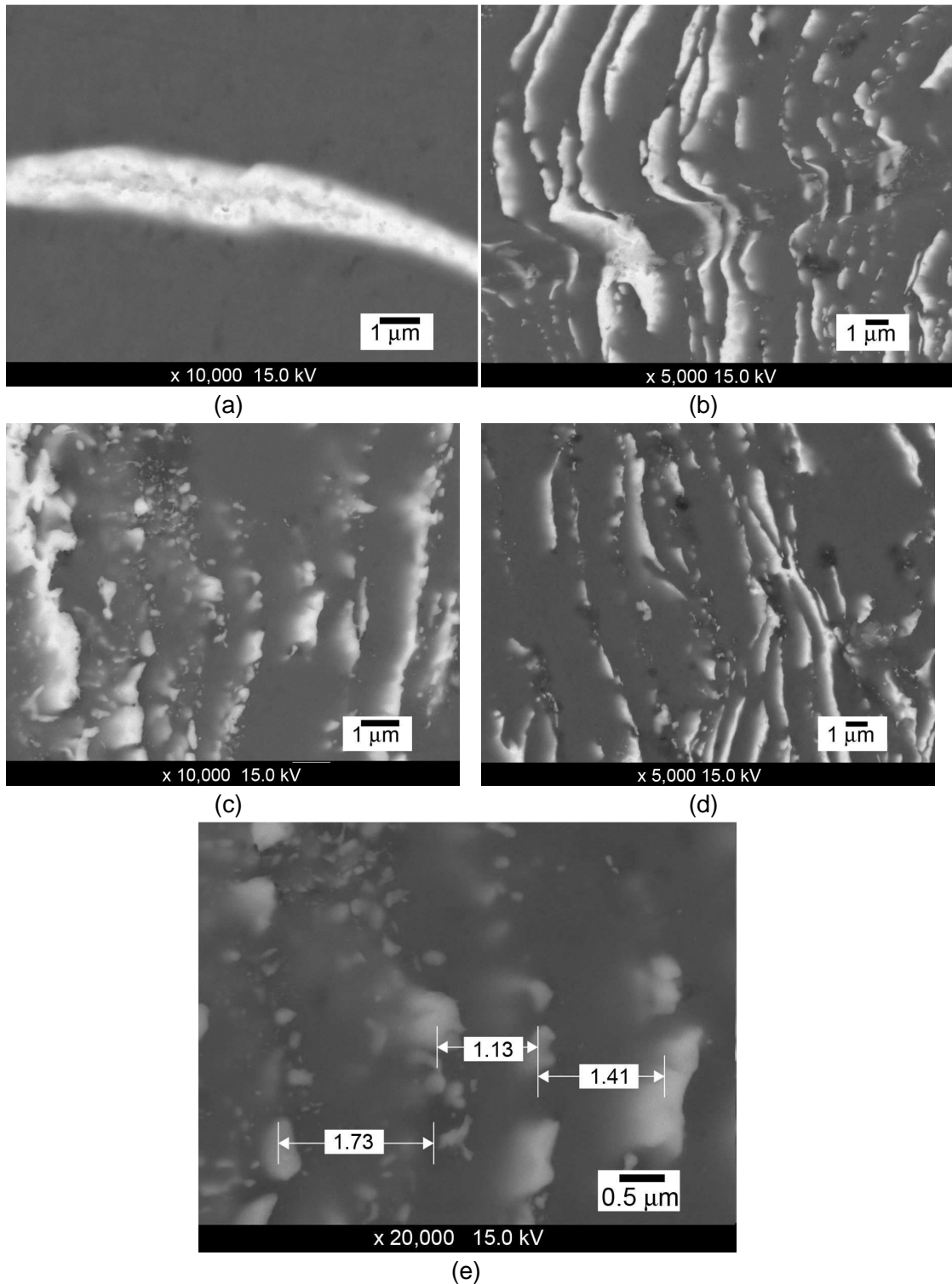
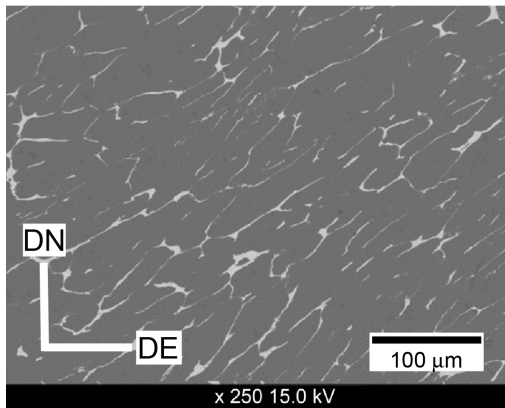
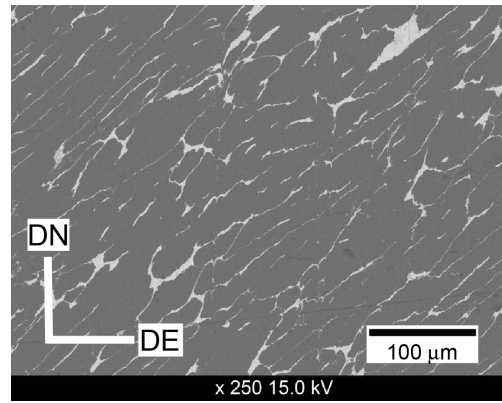


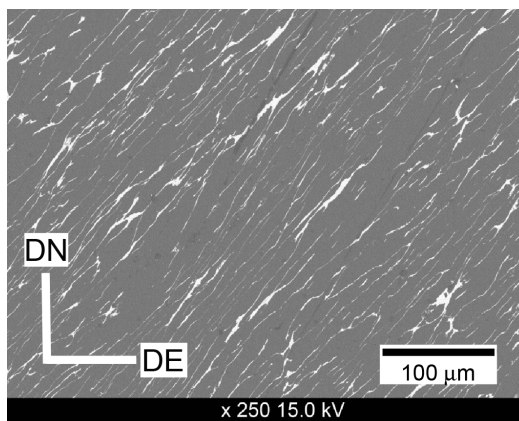
Figura 3.9 (a) Morfología fina de barra de 0 pasos por ECAP zona central y fragmentación en la zona estratificada de barras procesadas por ECAP con $\Phi=120^\circ$: (b) 1 paso, (c) 3 pasos, (d) 5 pasos y (e) 5 pasos-tamaño de fragmentos



(a)



(b)

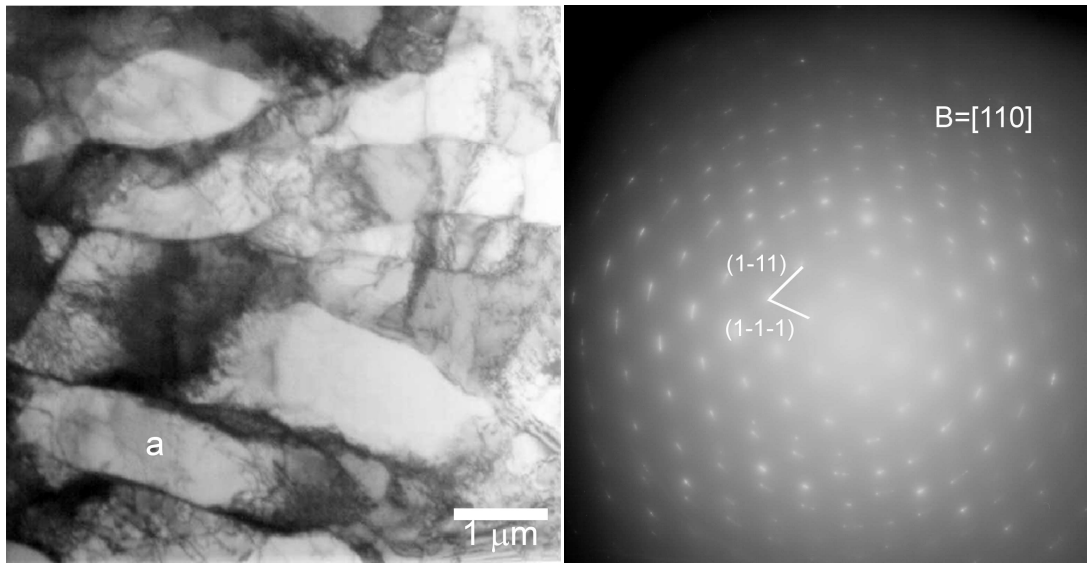


(c)

Figura 3.10 Zona central de las barras procesadas por ECAP con $\Phi=120^\circ$, plano paralelo a la dirección de extrusión DE (plano 3, normal a DT, figura 2.6b); (a) 1 paso, (b) 2 pasos, (c) 5 pasos

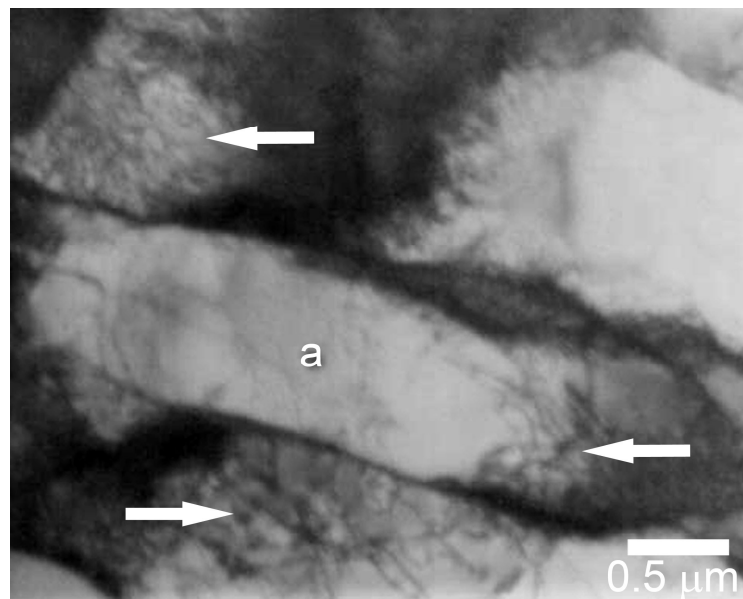
3.2.3 Distribución de la microestructura a nivel sub-micrométrico evaluado por MET

La microestructura de la zona central de las muestras de 1 y 5 pasos de ECAP, se presenta en las figuras 3.11 y 3.12, respectivamente. A 1 paso, figura 3.11a, se observan sub-granos alargados con longitudes entre $\sim 3 \mu\text{m}$ y anchos de $\sim 1 \mu\text{m}$. Estos sub-granos contienen una alta densidad de dislocaciones, que en su mayoría se disponen de forma caótica y celdas de dislocación poco organizadas (figura 3.11c). En la figura 3.11b se presenta el patrón de difracción de electrones (PDE), que corresponde a los planos (1-11) y (1-1-1) y la dirección $B=[110]$ del aluminio.



(a)

(b)



(c)

Figura 3.11 Microestructura MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): (a) Granos alargados, (b) patrón de difracción de electrones (PDE) de la zona identificada como a-120 KV, L= 40 cm y diafragma medio (4 μm), y (c) zonas con subgranos con dislocaciones dispuestas de forma caótica (identificadas con flechas) y con celdas de dislocación poco organizadas (identificadas como a).

A 5 pasos, ya no se observan subgranos alargados, pero si la presencia de forma localizada de subgranos con tamaños de ~200-500 nm, que se aprecia en la figura 3.12a. Algunos de estos subgranos tienen forma equiaxial. También se observan subgranos libres de dislocaciones y otros, en zonas localizadas, con abundante celdas de dislocación, pero organizadas de una forma más ordenada, y que se presenta en la figura 3.12c.

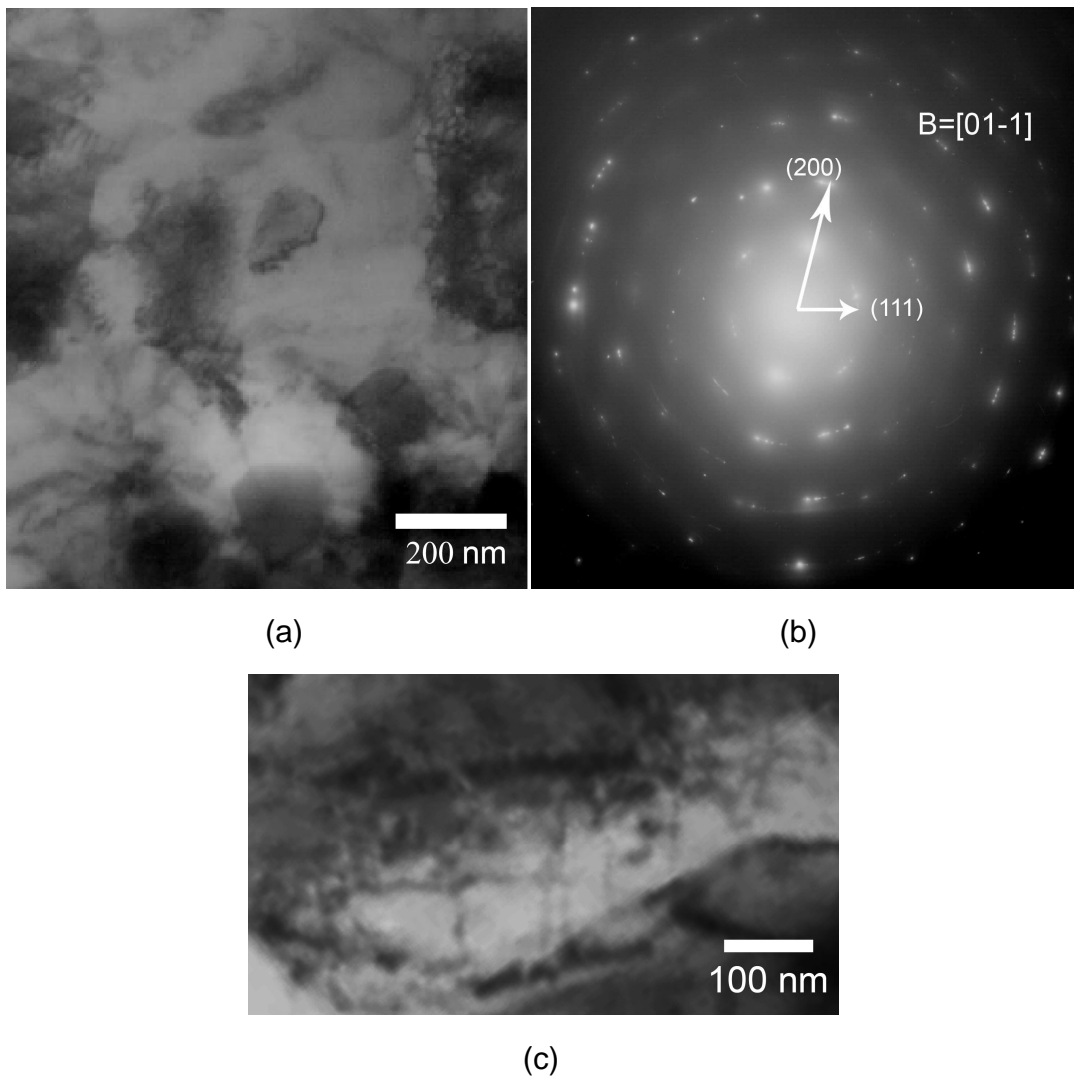


Figura 3.12 Microestructura MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 5 pasos de ECAP ($\Phi=120$): (a) Subgranos equiaxiales, (b) patrón de difracción de electrones (PDE)-120 KV, $L= 40$ cm y diafragma medio ($4 \mu\text{m}$), y (c) celdas de dislocación con arreglo más organizado dentro de subgranos.

En la figura 3.12b se presenta el patrón de difracción de electrones (PDE) en forma de anillos, que corresponde a los planos (200) y (111) y la dirección $B=[01-1]$ del aluminio.

Por MET es evidente que la microestructura a 5 pasos, a nivel intragranular, presenta un arreglo con celdas de dislocación mejor organizadas, que a 1 paso, en donde los arreglos tienen forma caótica en gran medida.

A nivel de las tres escalas evaluadas se puede indicar que el ECAP, es un proceso que induce cambios de forma progresiva, y en donde los eventos locales observados en las primeras etapas evolucionan a mayor deformación. Este tema será abordado con mayor profundidad en la sección 4.2 de la discusión.

3.3 Evolución de los esfuerzos residuales generados por ECAP en las primeras etapas de la deformación.

En la sección 3.1 se presentó los resultados de microdureza, donde se observó que al primer paso de ECAP, se presenta el mayor incremento de dureza (figura 3.3 y 3.4). En el mapa de microdureza a 1 paso de ECAP, hacia la zona interna se observó los mayores niveles de dureza (al igual que a 5 pasos). En la figura 3.7b, a 1 paso de ECAP se observó la presencia de una estructura estratificada con distancias entre capas de Sn entre 1-2 μm figura 3.8a, la cual se atribuyó a los efectos de fricción con la paredes de la zona interna del canal de extrusión. Por estas razones los esfuerzos residuales se determinaron únicamente a la muestra de 1 paso y con $\Phi=120^\circ$, y además, pues se ha reportado en la literatura [24, 49] que los cambios más significativos en el proceso de ECAP, ocurren precisamente al primer paso.

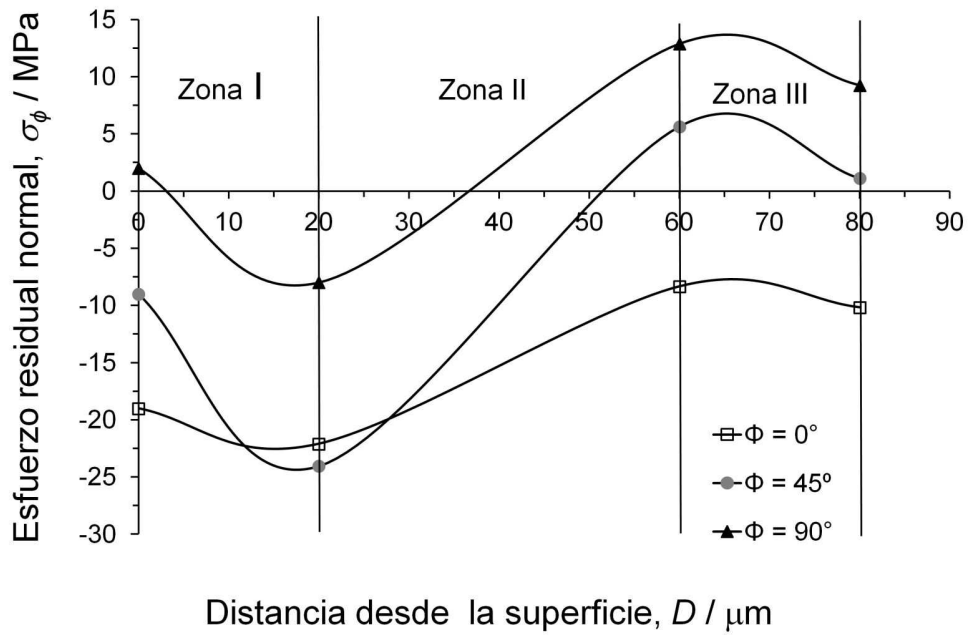
En la Figura 2.9 de la sección 2.5.2.2, se presentó el esquema del ensayo de esfuerzo residual donde se definió los ángulos ϕ y ψ , con respecto a DE y DN, respectivamente. En la tabla 3.3 se presenta los resultados de los esfuerzos residuales, normal σ_ϕ , y de corte τ_ϕ , para los ángulos $\phi = 0^\circ, 45^\circ$ y 90° , y en la

figura 3.13 se presentan los perfiles de esfuerzos residuales desde la superficie de la cara interna o plano 4 (figura 2.6b), respectivos. Se advierte que los valores son relativamente bajos en todos los casos. Los resultados de esfuerzo residual normal σ_ϕ , figura 3.13a, muestran una tendencia similar en los 3 ángulos estudiados ($\phi = 0^\circ, 45^\circ$ y 90°).

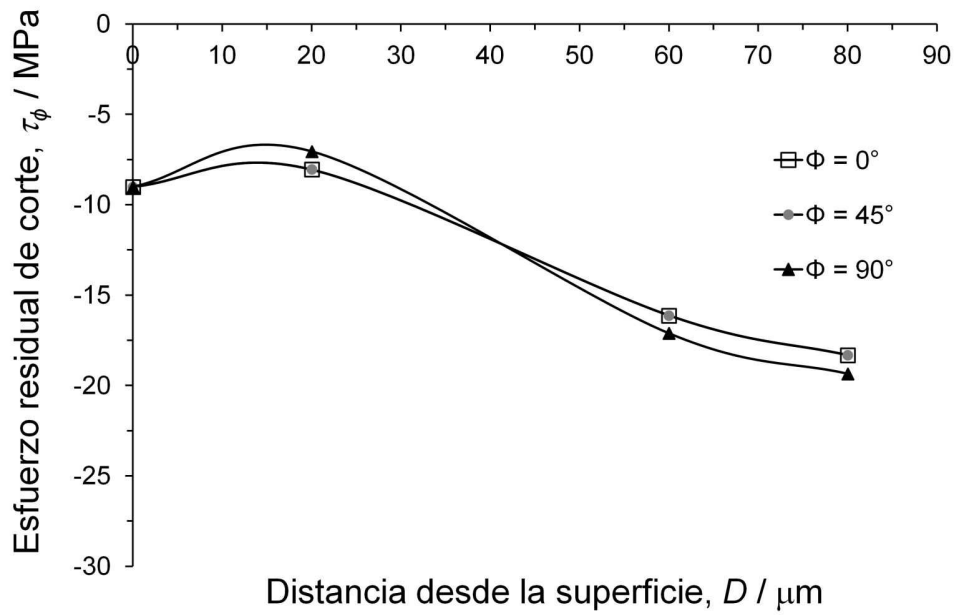
Tabla 3.1 Resultados de esfuerzos residuales para $\phi=0^\circ, 45^\circ$, y 90°

Distancia desde la superficie D(μm)	Esfuerzos residuales normal, MPa		
	$\phi=0^\circ$	$\phi=45^\circ$	$\phi=90^\circ$
0	-19	-9	2
20	-30	-28	-7
60	-18	-5	9
80	-14	4	15
Distancia desde la superficie D(μm)	Esfuerzos residuales de corte, MPa		
	$\phi=0^\circ$	$\phi=45^\circ$	$\phi=90^\circ$
0	-9	-9	-9
20	-12	-12	-11
60	-20	-20	-20
80	-25	-25	-27

Como se puede observar, esta figura ha sido dividida en tres zonas distintas cuya conducta refleja la naturaleza del proceso de deformación que ha experimentado la muestra. La Zona I (0-20 μm) es el resultado de la combinación de tres factores principales: a) la fricción entre el molde y la muestra, b) la deformación plástica debida al proceso de ECAP y c) el alivio de esfuerzos cerca a la superficie. En la Zona II (20-60 μm) el efecto del alivio de esfuerzos no tiene mayor influencia y el efecto de la fricción es el evento que se impone. Esto da lugar a la evolución de un estado de compresión que tiende hacia valores positivos o cercanos a cero.



(a)



(b)

Fig. 3.13 Perfiles de esfuerzos residuales obtenidos por el método de $\sin^2 \psi$, para 1 paso de ECAP: a) esfuerzo normal, σ_ϕ , b) esfuerzo de corte, τ_ϕ

La Zona III (60–80 μm) muestra claramente la formación de una meseta. Se considera que los valores mostrados en esta zona son exclusivamente relacionados al proceso de ECAP y que la tendencia hacia valores constantes, podría corresponder al estado de esfuerzos de todo el volumen del material deformado.

En la figura 3.13b se presenta el perfil de esfuerzo residual a corte, τ_ϕ , a $\phi = 0^\circ, 45^\circ$ y 90° . Estos resultados también mostraron una similar conducta en las tres direcciones estudiadas. Un estado de compresión a nivel superficial, que luego de $\sim 20 \mu\text{m}$ tiende a incrementarse gradualmente hasta $\sim 80 \mu\text{m}$. Las similitudes en las tres direcciones de ϕ , sugieren un cierto grado de isotropía en las propiedades del material.

De estos resultados se puede decir que el ECAP, en las primeras etapas de la deformación, genera esfuerzos residuales compresivos desde la superficie, cuya conducta a mayor profundidad está vinculada a eventos como: la fricción, relajación y el propio proceso de ECAP. En la sección 4.3 de la discusión, se profundizará al respecto.

3.4 Cambios a nivel submicrométrico ocurridos en las primeras etapas de deformación (transición de 0-1 paso) y para deformaciones severas (3, 4 y 5 pasos).

Los cambios a nivel submicrométrico se evaluaron con respecto a la estructura inicial de la muestra si procesar, para lo cual se obtendrán imágenes por MET convencional, se efectuará un estudio de orientación relativa de los subgranos, y con la técnica de HAADF para un mejor contraste de las dislocaciones y las celdas de dislocaciones, y finalmente por HRTEM se observará los detalles a nivel nanométrico.

3.4.1 Estructura inicial de la aleación – 0 pasos

En la figura 3.14 se observa la microestructura de la fundición de la aleación Al-20Sn (% masa), obtenida por Microscopía óptica, la cual es similar a la microestructura obtenida por MEB en las figuras 3.1a y 3.2a, y tal como se indicó, está constituida por **celdas dendríticas** primarias de morfología equiaxial, que corresponde a la fase α rica en Al, y una **mezcla eutéctica** rica en Sn, distribuida a lo largo de la región interdendrítica [93, 124, 125].

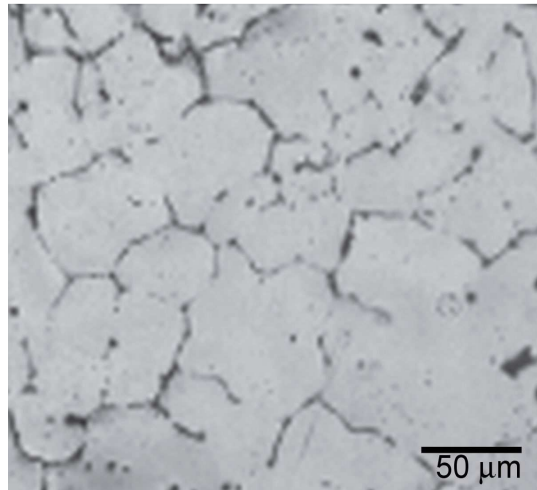


Figura 3.14 Microscopía óptica de la muestra procedente de la barra sin procesar por ECAP.

3.4.2 Microestructura a 1 paso por MET Convencional-Tipo de fronteras

En las figuras 3.15-3.28 se presenta la microestructura evaluada por MET convencional por el modo de campo claro, a 120 KV, efectuada en la zona central de las muestras de 1, 3, 4 y 5 pasos por ECAP.

En la muestra de 1 paso de ECAP, figura 3.15, se observa una microestructura con bandas de deformación de corte dentro de los cuales existe una gran cantidad de dislocaciones formando celdas, y subgranos, y que usualmente se han identificado en trabajos previos con DPS en sistemas

diferentes al de este estudio [81-87]. En la figura 3.11b se presentó el patrón de difracción de electrones (PDE) de esta zona, que corresponde a los planos (1-11) y (1-1-1) y la dirección $B=[110]$ del aluminio.

En la figura 3.16, se observan 2 subgranos, uno formado por paredes de dislocación, al interior de los cuales ya no existen prácticamente dislocaciones (superior), y otro con un arreglo de celdas de dislocación en su interior (inferior).

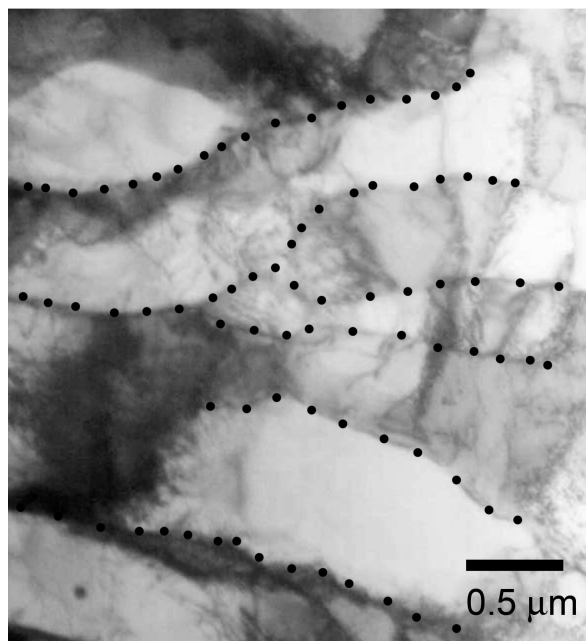


Figura 3.15 Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): bandas de deformación

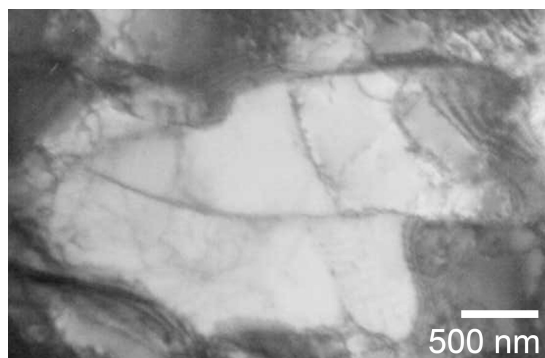


Figura 3.16 Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): subgranos alargados.

Ambos tiene dimensiones de $\sim 3 \mu\text{m}$ de longitud y de $\sim 1 \mu\text{m}$ de ancho. Sin embargo, también se distinguen zonas con alta densidad de dislocaciones y arreglo caótico.

En la figura 3.17 es una imagen ampliada de una zona donde se puede observar subgranos con diferentes arreglos y defectos, usualmente reportados en aleaciones procesadas por DPS [81-87, 126-128].

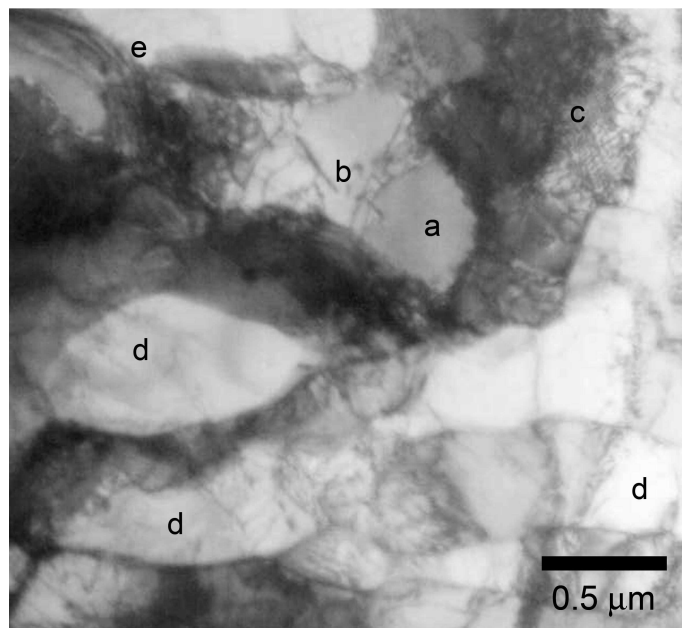


Figura 3.17 Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): Zona ampliada con diferentes arreglos y defectos: a: subgrano libre de dislocaciones, b: subgrano con pocas dislocaciones, c: dislocaciones dispuestas de forma caótica o en forma reticular, d: subgranos con celdas de dislocaciones y e: fronteras con franjas.

Todos los arreglos identificados en la figura 3.17 indican diferentes niveles de deformación localizada [126-129]; los subgranos con alta densidad de dislocaciones dispuestas en forma caótica y/o en forma reticular implican un proceso de deformación en su etapa inicial; subgranos con celdas de dislocaciones y fronteras con paredes de dislocación, sugieren un avance en

el proceso de deformación hacia una estructura más ordenada, mientras que los subgranos libres de dislocación en su interior, indican una microestructura estable. Las fronteras con franjas irregulares claras y oscuras, que indican la variación de la inclinación de las fronteras en la superficie de la muestra, sugiere la presencia de fronteras irregulares y de una configuración de alta energía, que ha sido reportada por Oh-ishi [3, 79] en procesos DPS con otras aleaciones.

En la figura 3.18, se presenta otra imagen ampliada, donde se describen otros arreglos adicionales a los anteriores.

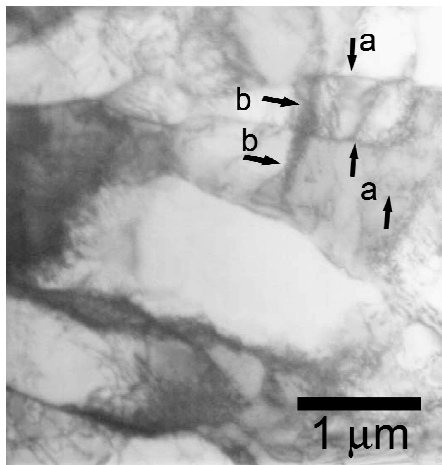


Figura 3.18 Microestructura MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): zona ampliada con diferentes arreglos de dislocaciones: a: con paredes de dislocación con fronteras geométricamente necesarias, b: con paredes de dislocación con fronteras incidentales

Las **fronteras geométricamente necesarias**, **FGN** [128,130] agrupan una alta densidad de dislocaciones a lo largo de las bandas de deformación, mientras que las dislocaciones ordenadas en dirección perpendicular a las FGN, se identifican como **fronteras incidentales**, **FI** [128,130], y permiten la conformación de las celdas de dislocación de paredes de alta densidad de dislocaciones.

En la figura 3.19, se observa otras zonas ampliadas con fronteras con franjas, ya descritas previamente.

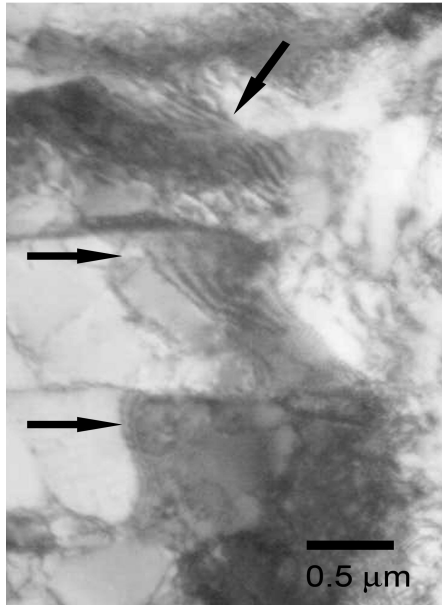


Figura 3.19 Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): Zona ampliada con diferentes fronteras con franjas, identificadas con flechas.

En la figura 3.20 se presenta otra zona ampliada con diferentes componentes, ya identificados como **FGN**, **FI** y un subgrano con abundantes celdas de dislocación.

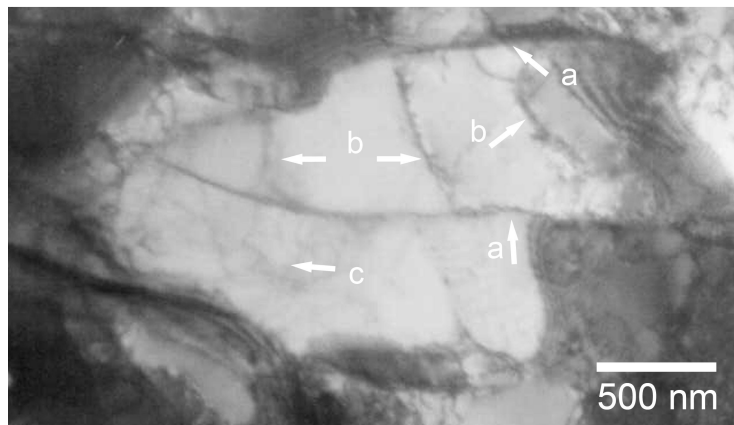


Figura 3.20 Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): Zona ampliada con diferentes arreglos: **a**: con paredes de dislocación con **FGN**, **b**: con paredes de dislocación con **FI** y **c**: con abundante celdas de dislocación.

En la muestra de 3 pasos de ECAP, figura 3.21a, se observa una microestructura con granos fundamentalmente equiaxiales y muy pocos alargados. No es evidente la presencia de bandas de deformación de corte.

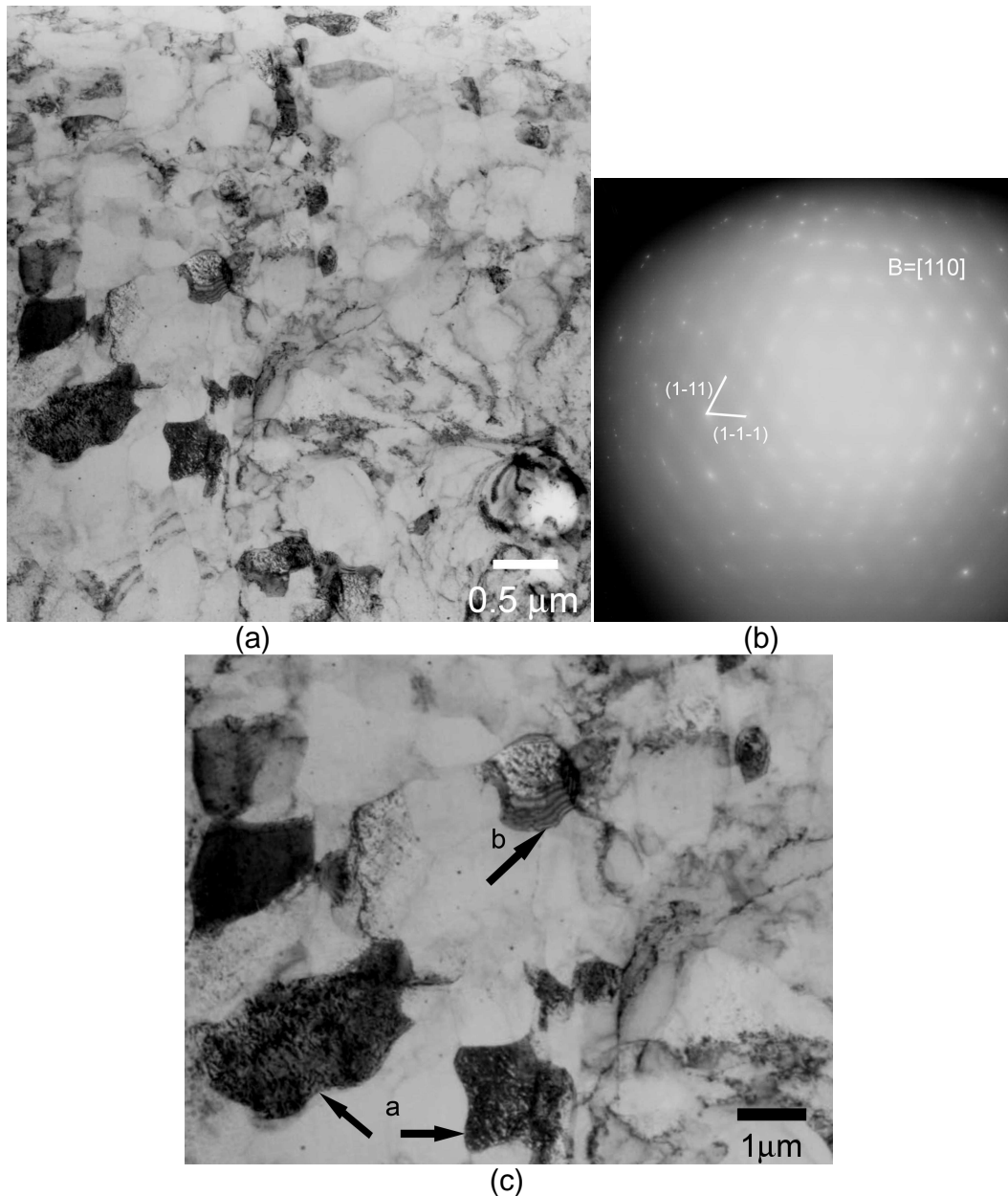


Figura 3.21 Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 3 pasos por ECAP ($\Phi=120$): (a) imagen completa, b) patrón de difracción de electrones (PDE) de (a) -120 KV, L= 40 cm y diafragma medio (4 μm), y (c) zona ampliada con diferentes subgranos: **a**: dislocaciones dispuestas de forma caótica o forma de red, y **b**: fronteras con franjas.

En cuanto a las dimensiones de los granos, en su gran mayoría están entre ~ 500 nm y ~ 1 μm . Se observa pocos subgranos fuera de este rango. En su gran mayoría los subgranos están libres de dislocaciones en su interior y sus paredes son delgadas [127-129]. En la figura 3.21b se presenta el patrón de difracción de electrones (PDE) de esta zona, que corresponde a los planos (1-11) y (1-1-1) y la dirección $B=[110]$ del aluminio.

La figura 3.21c es una imagen ampliada donde se puede observar subgranos con alta densidad de dislocaciones dispuestos de forma caótica y fronteras con franjas, ambos ya descritos previamente.

En la figura 3.22, presenta otra imagen ampliada de la muestra de 3 pasos, donde se observa paredes de alta densidad de dislocaciones con **FGN** y **FI** [128,130].

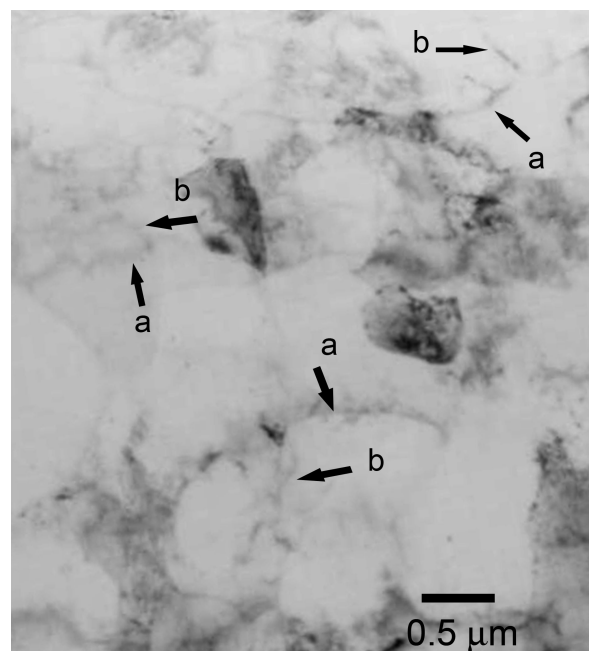


Figura 3.22 Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 3 pasos por ECAP ($\Phi=120$): zona ampliada con diferentes subgranos: **a**: con paredes de dislocación con **FGN** y **b**: con paredes de dislocación con **FI**

En la figura 3.23, se puede observar una zona que ha experimentado deformación a corte, que se identifica como **a**. En dicha zona se observa como dos fronteras con paredes de alta densidad de dislocación, se encuentran virtualmente desplazadas de su arreglo original, por el proceso de deformación de un subgrano con respecto a otro en su proximidad. También se observa subgranos con dislocaciones dispuestas de forma caótica o en forma de red, frontera con franjas y celda de dislocación con paredes de alta densidad de dislocaciones, con **FGN** y **FI**.

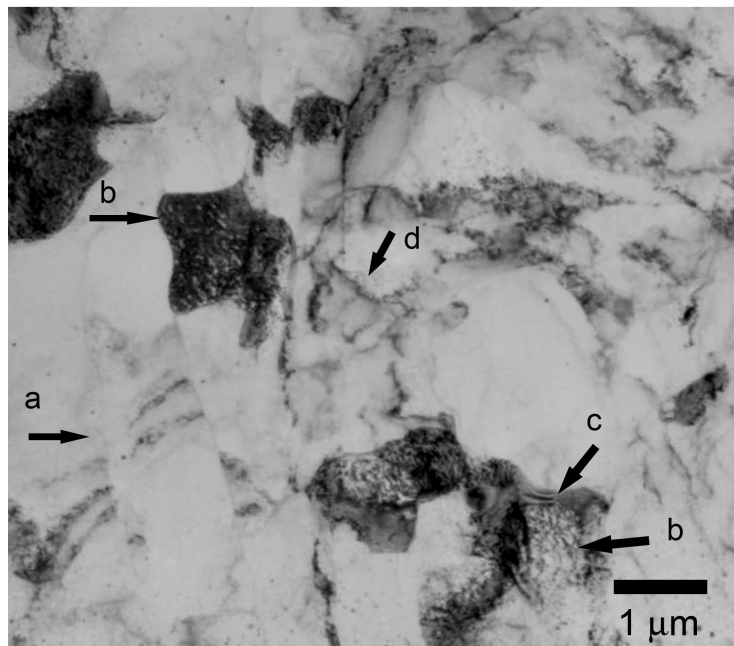
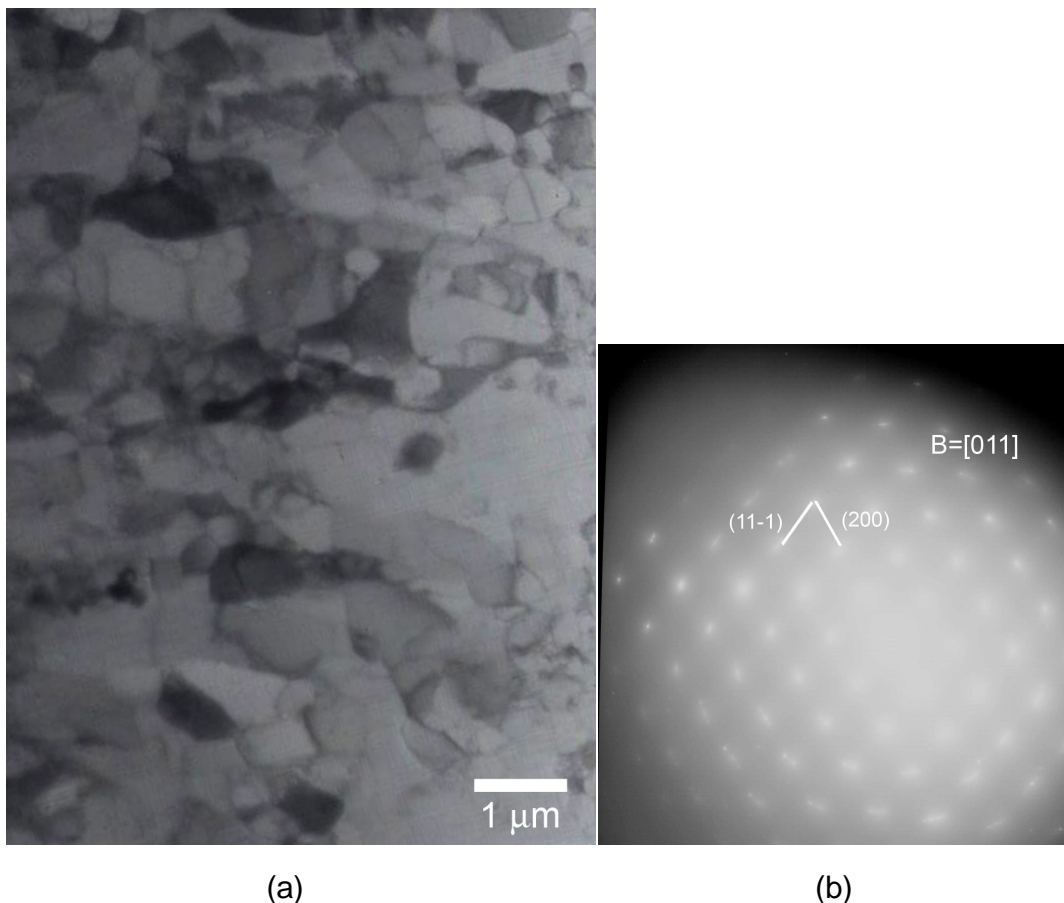


Figura 3.23 Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 3 pasos por ECAP ($\Phi=120$): Zona identificada como: **a**: Fronteras con paredes de alta densidad de dislocación, se encuentra virtualmente desplazada de su posición original, **b**: subgranos con dislocaciones dispuestas de forma caótica o en forma de red, **c**: fronteras con franjas y **d**: celda de dislocación con paredes de alta densidad de dislocaciones (con **FGN** y **FI**).

La muestra de 4 pasos de ECAP, figura 3.24a, presenta una microestructura relativamente homogénea, con granos y/o subgranos poligonales, con tamaños mixtos, pero en su gran mayoría inferiores a $1\ \mu\text{m}$. Se observa que los subgranos están libres de dislocaciones y no hay fronteras con franjas.



(a) (b)
Figura 3.24 Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 4 pasos por ECAP ($\Phi=120$): imagen completa y b) patrón de difracción de electrones (PDE) de (a)-120 KV, $L= 40\ \text{cm}$ y diafragma medio ($4\ \mu\text{m}$).

En la figura 3.24b se presenta el patrón de difracción de electrones (PDE) de esta zona, que corresponde a los planos (11-1) y (200) y la dirección $B=[011]$ del aluminio.

En la figura 3.25 se observa una zona ampliada donde se observa subgranos con tamaños próximos a $500\ \text{nm}$ en su gran mayoría, libres de dislocaciones en su interior.

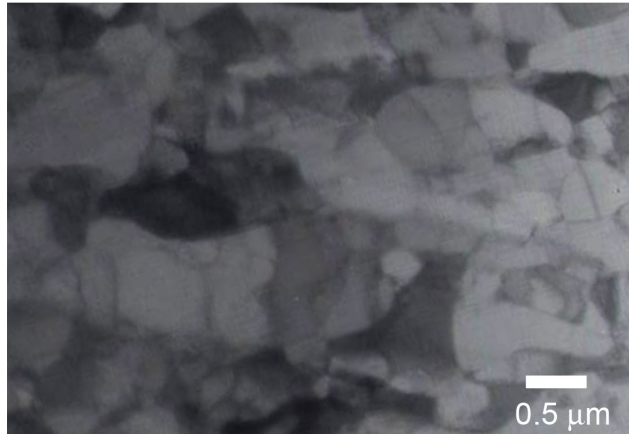


Figura 3.25 Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 4 pasos por ECAP ($\Phi=120$): zona ampliada con diferentes subgranos libres de dislocaciones

La muestra de 5 pasos de ECAP, figura 3.26, presenta una microestructura con una mezcla de subgranos poligonales y equiaxiales. El tamaño de los subgranos, que es lo que en su mayoría se observa, está en el orden 200-500 nm. En la figura 3.12b se presentó el patrón de difracción de electrones (PDE) de esta muestra, la cual tiene forma de anillos, y corresponde a los planos (200) y (111) y la dirección $B=[01-1]$ del aluminio.



Figura 3.26 Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 5 pasos por ECAP ($\Phi=120$): subgranos equiaxiales.

En la imagen ampliada de la figura 3.27 se identifica subgranos equiaxiales con pocas dislocaciones en su interior, lo cual indica que la zona está en una etapa avanzada de deformación, pero algunas paredes presentan alta densidad de dislocaciones. Aunque menos evidente que en el paso 1, se observó fronteras con franjas.

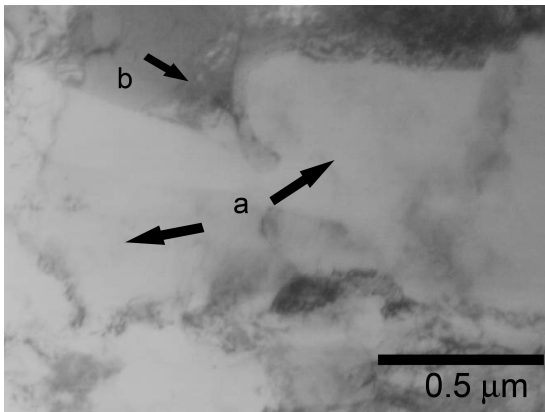


Figura 3.27 Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 5 pasos por ECAP ($\Phi=120$): donde se identifica los componentes: **a**: subgranos con pocas dislocaciones en su interior y paredes de alta densidad de dislocaciones (marcadas con flecha) y **b**: fronteras con franjas.

En la figura 3.28 se observa un subgrano con un arreglo organizado de las celdas de dislocación.

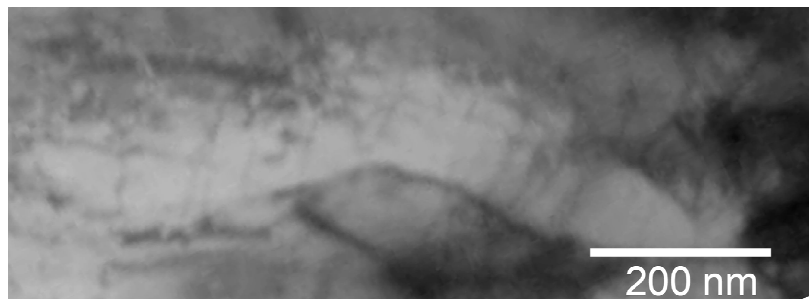


Figura 3.28 Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central ampliada de la muestra de 5 pasos por ECAP ($\Phi=120$): Celdas de dislocación con un arreglo organizado dentro de un subgrano.

3.4.3 Orientación relativa de los subgranos- MET Convencional

Para detectar la presencia de subgranos con diferente inclinación relativa, tanto en muestras de 1 paso como de 5 pasos de ECAP, se procedió a obtener imágenes por MET (BF) de zonas selectas orientadas hasta 3°. En la figura 3.29 se observa las 4 imágenes que corresponden al proceso de inclinación para la muestra de 1 paso de ECAP. La zona bajo estudio se identifica con una flecha.

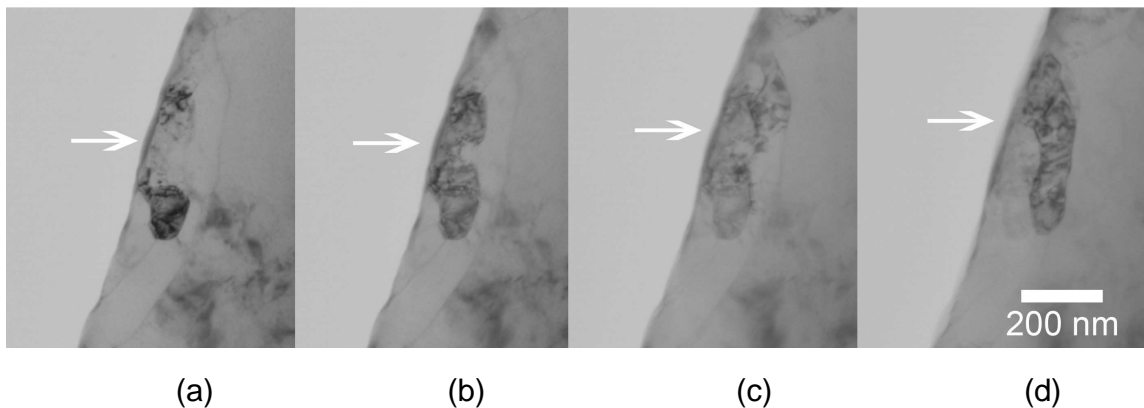


Figura 3.29 Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): (a) 0°, (b) 1°, (c) 2° y (d) 3°.

Dentro de la zona seleccionada se puede observar subgranos alargados de tamaños submicrométricos, con longitudes de 100 nm de espesor y 300 nm de longitud. Con la inclinación, algunos subgranos desaparecen y otros aparecen o se activan, lo cual confirma que se trata de subgranos. El subgrano (d) está desorientado al menos en 3° con respecto al subgranos (a).

En la figura 3.30 para 5 pasos de ECAP, en la zona seleccionada bajo estudio, se observa la misma tendencia, pero en este caso se trata de subgranos poligonales y algunos equiaxiales. Los tamaños son inferiores a 500 nm y se observan incluso algunos subgranos de ~200 nm

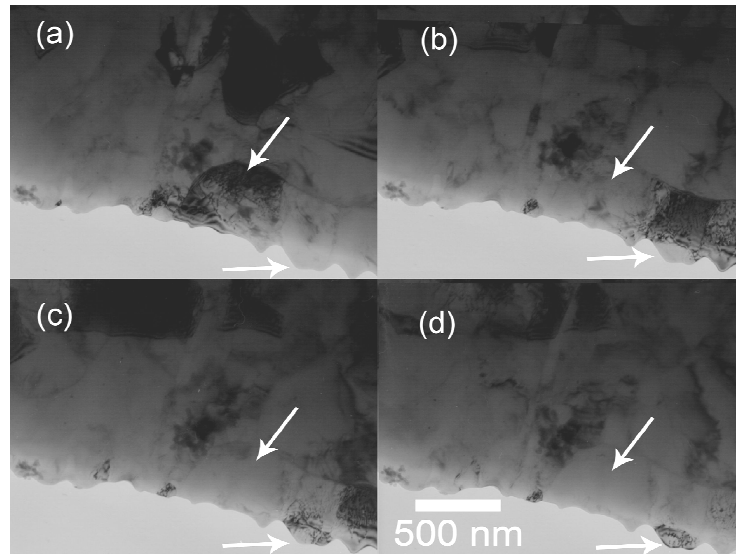


Figura 3.30 Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la muestra de 5 pasos por ECAP ($\Phi=120$): (a) 1^o, (b) 2^o, (c) 3^o y (d) 4^o.

También es evidente la presencia de celdas de dislocación inferiores a 200 nm y franjas de deformación ya descritas previamente. En vista de la presencia de esta estructura submicrométrica se procedió a desarrollar dos estudios adicionales, donde se utilizó un detector HAADF y HRTEM.

3.4.4 Morfología y microestructura a alta deformación (5 pasos) evaluada por MET con el detector HAADF

En la figura 3.31a se observa una imagen de MET de la muestra de 5 pasos de ECAP, donde se muestra una zona con alta densidad de dislocaciones, que son precursores de celdas de dislocación y fronteras de subgranos. En la figura 3.31b se presenta la misma zona a mayor magnificación y con el modo BF, donde se observa la presencia de dislocaciones en forma de celdas con dimensiones de ~ 50 nm, localizadas dentro de paredes de dislocaciones espaciadas a ~ 200 nm.

Las imágenes tomadas con el modo HAADF (high angle annular dark field), permiten visualizar las dislocaciones como líneas blancas sobre fondo gris (el contraste no se polariza como en la técnica convencional de DF).

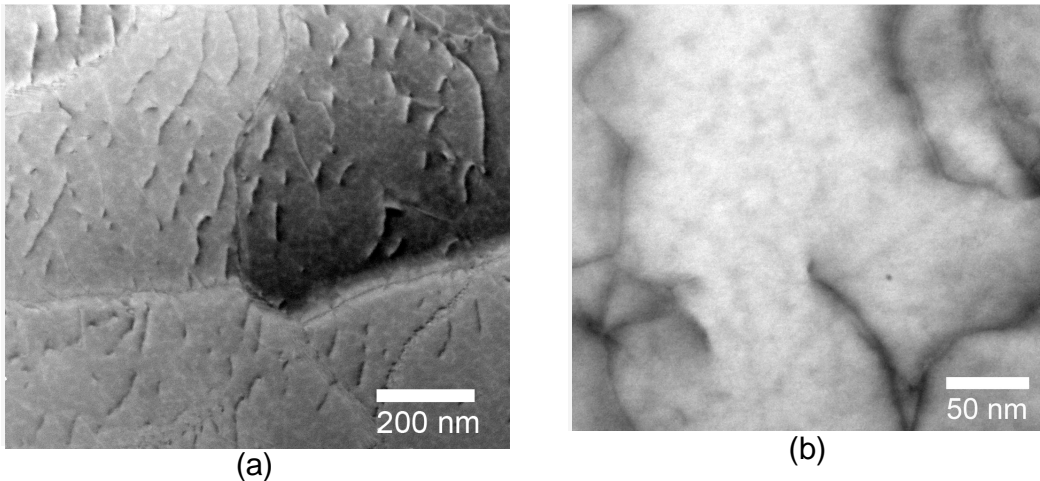


Figura 3.31 Imágenes de MET de la muestra de 5 pasos por ECAP ($\Phi=120$): (a) alta densidad de dislocaciones observada en el modo HAADF y (b) Contraste de dislocaciones y celdas de dislocación observados en el modo BF.

Esta imagen muestra una mezcla de grises pero el gris claro es el tono que prevalece en la imagen. En la figura 3.31b fue tomada en modo BF, las dislocaciones aparecen como líneas negras sobre fondo gris.

3.4.5 Morfología y microestructura por HRTEM

Esta técnica permite detectar componentes a escala nanométrica. En la figura 3.32 se observa la imagen HRTEM de la muestra de 1 paso.

Hay dos zonas identificadas como 1 y 2, que corresponden a subgranos con longitudes de ~ 20 nm. A esta zona no se logró obtener un PD adecuado.

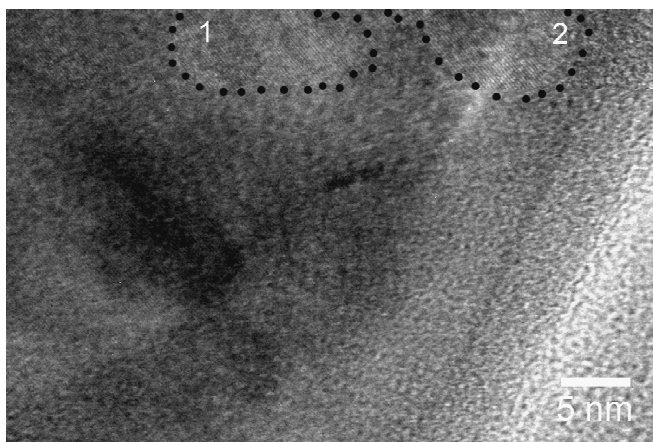
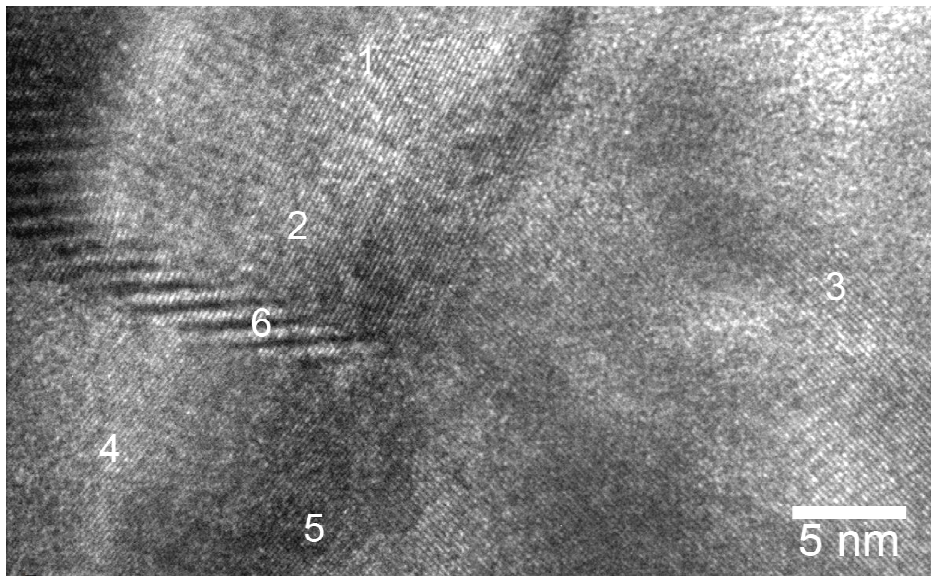


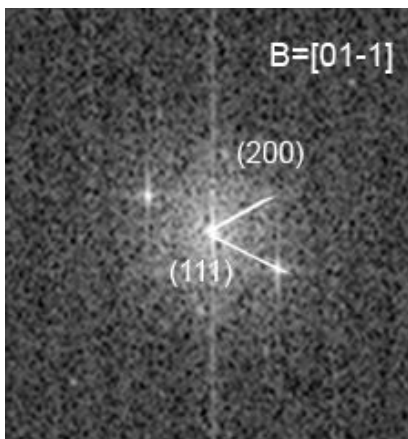
Figura 3.32 Imagen de HRTEM de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$), donde 1 y 2 corresponden a dos subgranos.

En la figura 3.33a se presenta la imagen de HRTEM de la muestra de 5 pasos, donde se observa 6 zonas que se identifican como: 1, 2, 3, 4, 5 y 6. Los PDE de las zonas 1, 2 y 4, son similares (figura 3.33b-c), igual que los de las zonas 3 y 5 (figura 3.33d), mientras que el PDE de la zona 6, no puede indexarse (figura 3.33e). Las zonas 1, 2 y 4, corresponden a los planos (111) y (200) (ángulo entre planos de 54.7°) y dirección [1-11] del aluminio. Las zonas 3 y 5 son subgranos adicionales y corresponden a los planos (200) y (202) (ángulo entre planos de 45°) y dirección [010] del aluminio. La zona 6 parece corresponder a un arreglo de dislocaciones localizados en la frontera de subgranos o por el PDE (figura 3.33e), franjas de Moiré que corresponde a planos ligeramente desorientados [97].

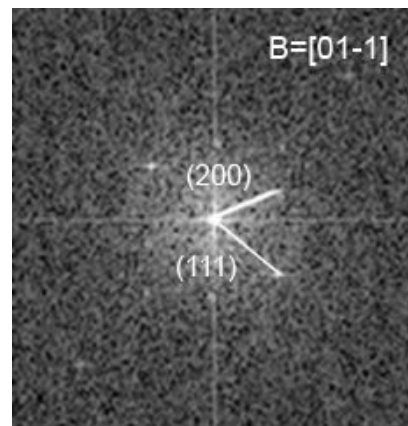
En la figura 3.34a se observa la imagen de HRTEM de la muestra de 5 pasos en otro punto de la lamela. En la zona identificada como 1 se observa un subgrano al cual se determinó su patrón de difracción y se presenta en la figura 3.34b. La zona corresponde a aluminio, el PDE corresponden a los planos (111) y (200), (ángulo entre planos de 54.7°) y dirección [1-11]. La dimensión máxima del subgrano 1 es de ~ 20 nm.



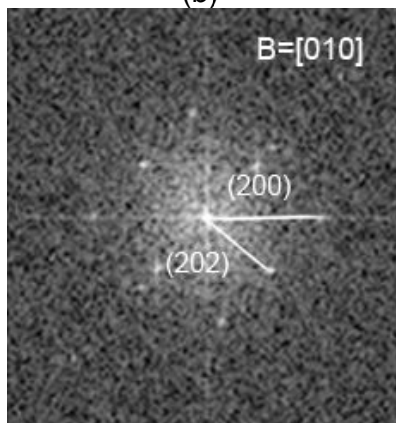
(a)



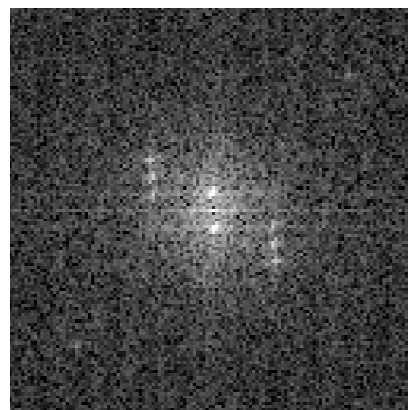
(b)



(c)

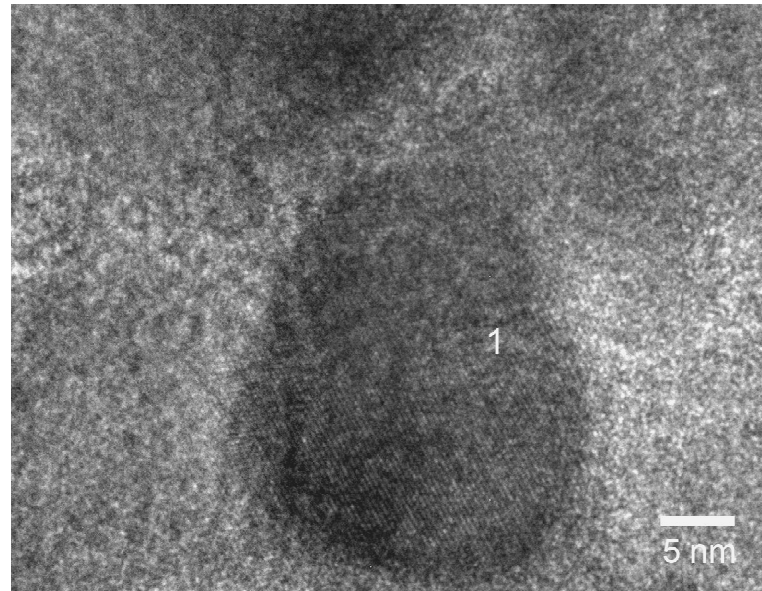


(d)

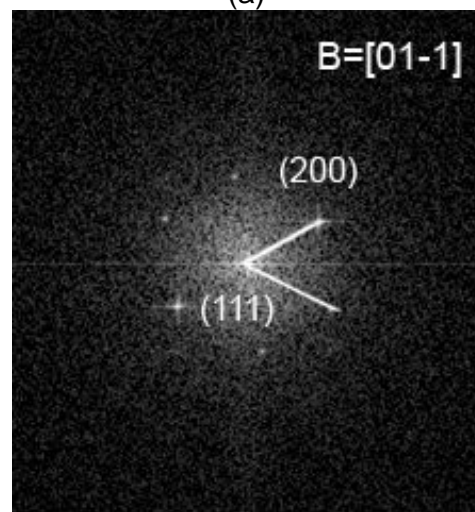


(e)

Figura 3.33 Imagen de HRTEM de la muestra de 5 pasos por ECAP ($\Phi=120$). (a) Muestra global, (b) PDE de la zona 1, (c) PDE zona 4, (d) PDE de zona 5 y (e) PDE de zona 6.



(a)



(b)

Figura 3.34 Imagen de HRTEM de la muestra de 5 pasos por ECAP ($\Phi=120$)-zona adicional: (a) Subgrano y (b) PDE de la zona 1

3.4.6 Caracterización por Difracción de rayos X

La difracción de rayos X nos permite confirmar los cambios a nivel microestructural determinados por MET. A través de los estudios por MET se concluyó que la microestructura presenta tamaños de granos en el orden de ~500 nm (4-5 pasos de ECAP), que son superiores al ancho instrumental de 100 nm de la calibración con LaB₆, por lo cual en los análisis por DRX se excluyó la contribución del tamaño de grano en el ensanchamiento de los picos de difracción y sólo se considera el efecto de las microdeformaciones.

La presencia de microdeformaciones, que se relacionan con microesfuerzos del tipo II y III, ocasionan el ensanchamiento de los picos de difracción. En la figura 3.35 se presenta un gráfico donde se observa el ancho del pico correspondiente al plano (311) del aluminio, de la muestra sin procesar (0 pasos) y de las muestras de 1 a 5 pasos de ECAP. Es claro el cambio de 0 pasos a 1 paso de ECAP, por efecto del incremento en las microdeformaciones, mientras que de 1 a 5 pasos el cambio en el ancho de pico no es evidente, es decir no hay un incremento en las microdeformaciones.

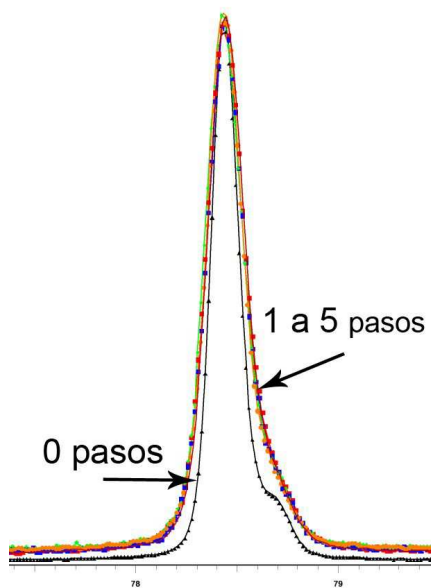


Figura 3.35 Ensanchamiento del pico 311 del aluminio para 0, 1, 2, 3, 4 y 5 pasos de ECAP.

Una primera aproximación para evaluar el efecto de las microdeformaciones en el ensanchamiento de los picos de difracción, es a través de los gráficos de Williamson-Hall, los cuales se presentan en la figura 3.36. De 1 a 5 pasos de ECAP las pendientes son muy parecidas, pero mayores a la de la muestra sin procesar (0 pasos), con lo cual se puede señalar que el proceso de ECAP incrementa las microdeformaciones al primer paso pero este proceso varía ligeramente con mayores pasos de ECAP.

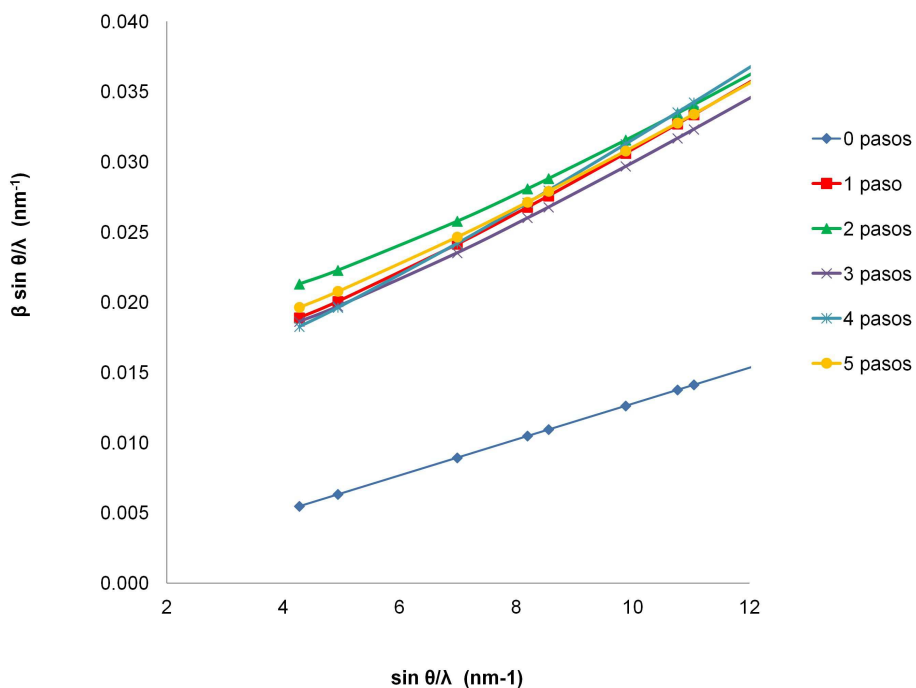


Figura 3.36 Gráficos Williamson-Hall para 0, 1, 2, 3, 4 y 5 pasos de ECAP.

Los resultados del refinamiento Rietveld, que es una medición mucho más precisa del nivel de las microdeformaciones, se presentan en la Tabla 3.4. Al primer paso del ECAP ($\Phi=120^\circ$), las microdeformaciones en el aluminio se incrementan casi al doble (0.0013) con respecto a 0 pasos (0.0007), mientras

que de 1 a 5 pasos los cambios se pueden considerar como en el mismo orden de magnitud.

Tabla 3.2 Parámetros ajustados por refinamiento Rietveld para $\Phi=120^\circ$

$\Phi=120^\circ$	PASOS DE ECAP					
Aluminio	0	1	2	3	4	5
Microdeformaciones	0.0007	0.0013	0.0013	0.0012	0.0010	0.0013
Bragg R	4.35	4.14	3.90	4.29	3.18	2.10
RF	2.21	2.09	1.96	2.16	1.58	1.06
Parámetro de red	0.4050	0.4052	0.4051	0.4051	0.4051	0.4051

Los parámetros de red permanecen casi constantes. Los criterios de ajuste RF y R-Bragg presenta niveles aceptables.

Los resultados del método ensanchamiento de pico, los gráficos de Williamson-Hall y el refinamiento Rietveld son consistentes: ocurren cambios importantes de 0 a 1 paso, y luego de 1 a 5 pasos no hay mayores cambios. Los resultados de 1 a 5 pasos de ECAP, se pueden atribuir a un arreglo más organizado de las dislocaciones, las cuales tienen una configuración caótica al primer paso de ECAP, y evolucionan a celdas de dislocación y subgranos con un arreglo más ordenado a mayor deformación. Estos aspectos serán ampliados en la sección 4.4 de la discusión.

Se puede indicar que el ECAP induce notables cambios a nivel submicrométrico (y que son igualmente observados en otras aleaciones y técnicas DPS), en especial por la presencia de una diversidad de arreglos de dislocaciones observados por TEM, y cuya evolución con la deformación, permite inferir sobre los mecanismos de deformación y refinamiento que

operan en el proceso. Estos aspectos serán ampliados en la sección 4.4 de la discusión.

3.5 Refinamiento a nivel submicrométrico, tanto en las primeras etapas de deformación (1 paso) como para deformaciones severas (5 pasos).

Para abordar este tema, se analizará la microestructura por MET a 1 y 5 pasos, evaluando la formación de subgranos, así como el patrón de difracción obtenido por MET, para observar el tipo de frontera (de ángulo pequeño o de ángulo grande) de los subgranos, y finalmente evaluaremos la textura cristalográfica y la orientación estadística de todos los granos.

3.5.1 Refinamiento por MET

Por MET se ha recopilado suficiente evidencia sobre el nivel refinamiento que genera el proceso de ECAP, y que ha sido presentado en la sección 3.4. Al primer paso de ECAP la estructura típica es la de granos alargados de $\sim 3 \mu\text{m}$ de longitud y $\sim 1 \mu\text{m}$ de ancho, la cual se puede observar en la figura 3.37, mientras que a 5 pasos de ECAP es recurrente la presencia de subgranos entre $\sim 200\text{-}500 \text{ nm}$, tal como se observa en la figura 3.38 y es el nivel de refinamiento que, razonablemente se considera se alcanza.

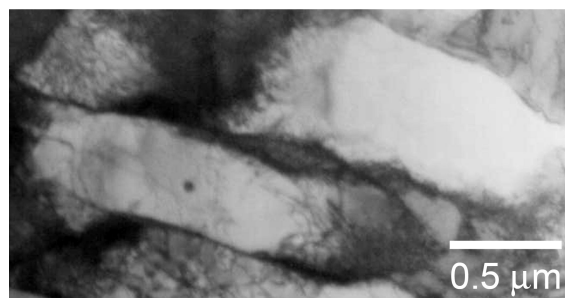


Figura 3.37 Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 1 paso por ECAP ($\Phi=120$): subgranos alargados.

No obstante, a nivel de las celdas de dislocación se pudo observar hasta 5 pasos de ECAP, de forma localizada, celdas equiaxiales de dimensiones de ~50 nm (ver figura 3.31 sección 3.4.4) y subgranos ~20 nm (ver figuras 3.32-3.34 sección 3.4.5).

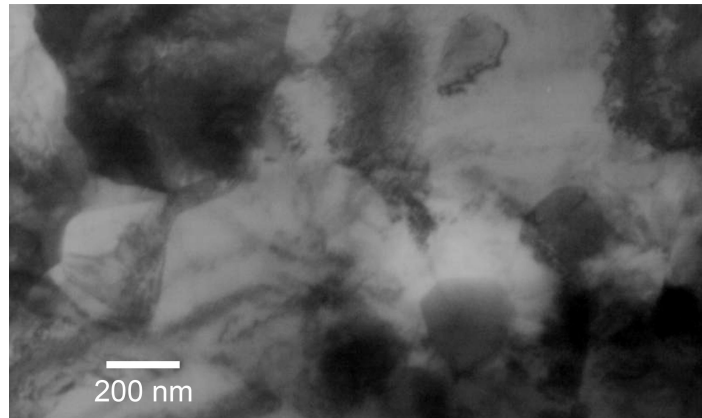


Figura 3.38 Microestructura obtenida por MET (BF) y 120 KV de la zona central de la muestra de 5 pasos por ECAP ($\Phi=120$): subgranos equiaxiales

3.5.2 Patrones de difracción de electrones (PDE) por MET Convencional

Aunque estamos interesados en la conducta a 1 y 5 pasos, presentaremos los patrones de difracción de electrones (PDE) de 0, 1, 3, 4 y 5 pasos de ECAP. Los PDE de las muestras de 3 y 4 pasos son similares. En la figura 3.39 se presenta los PDE de la muestra de 0, 1, 4 y 5 pasos. El PDE de la muestra de 0 pasos corresponde a un solo grano (tamaño de grano $> 12 \mu\text{m}$). Los PDE de las muestras de 1, 3 y 4 pasos de ECAP (figuras 3.39 b-c), corresponden a una microestructura con tamaños de grano con una mayor fracción de fronteras de grano de ángulo pequeño ($< 15^\circ$) y menor refinamiento de grano, mientras que en el caso de la muestra de 5 pasos, figura 3.39d, se obtuvo un PDE de anillos concéntricos, lo cual sugiere una microestructura con una alta

fracción de fronteras de grano de ángulo grande ($>15^\circ$) y un mayor nivel de refinamiento [3].

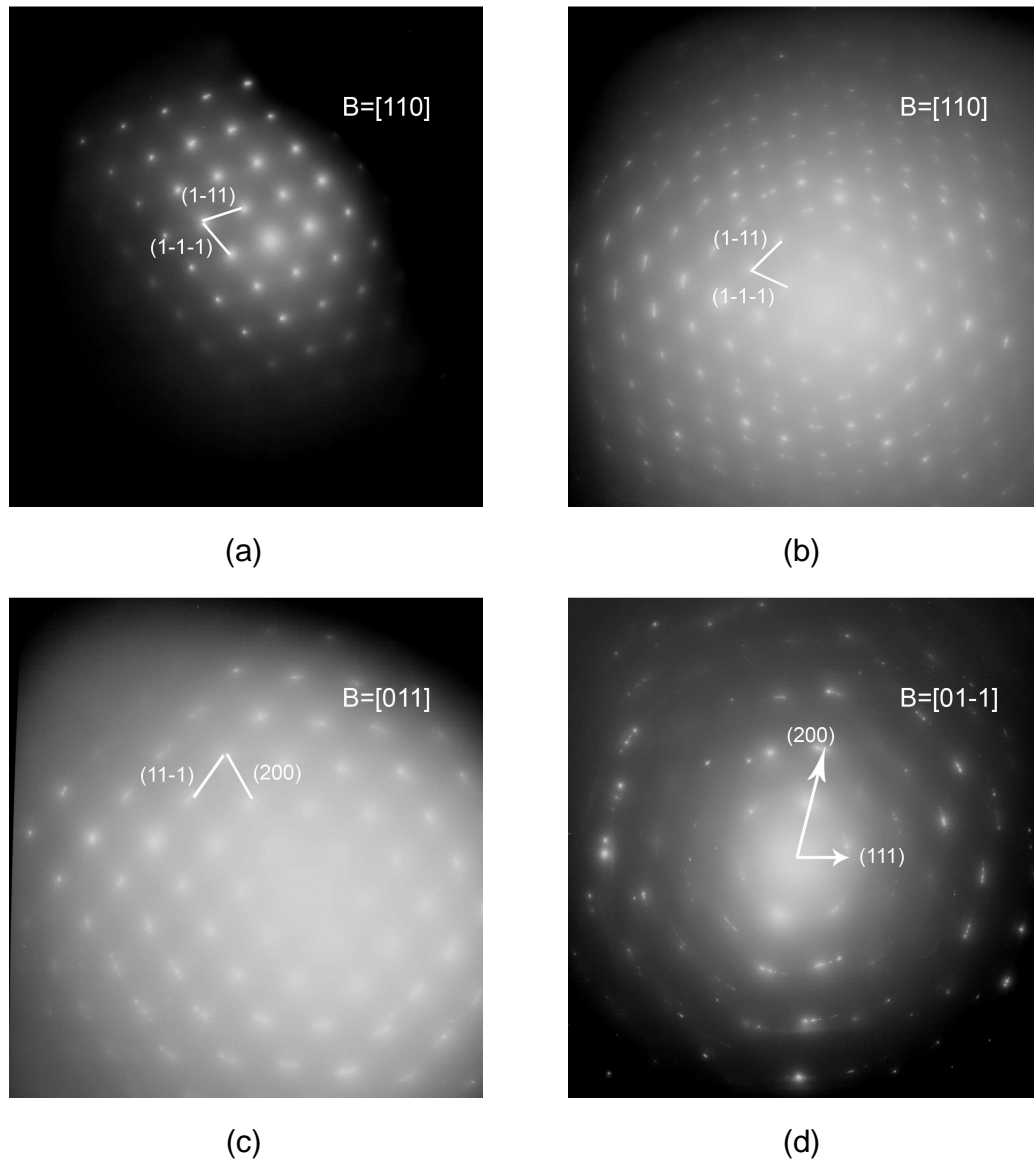


Figura 3.39 Patrones de difracción, tomados usando un diafragma de 4 micras (120 KV): (a) 0 pasos, (b) 1 paso, (c) 4 pasos y (d) 5 pasos de ECAP.

Los datos requeridos para la indexación de los PD se presentan en la Tabla A5.3 del anexo A5 (para la muestra de 5 pasos se midió el radio de los círculos concéntricos). La indexación se efectuó con el programa CARINE.

Los patrones de difracción muestran puntos distorsionados que dificultaron una mejor indexación y que son consecuencia de la ligera desorientación entre los cristales. No obstante, como se indicó en las secciones 3.2.3 y 3.4.2, se logró indexar para 0, 1, 3 pasos de ECAP los siguientes planos del aluminio (1-11) y (1-1-1), y la dirección [110], para la muestra de 4 pasos, se indexó los planos del aluminio: (11-1) y (200) y la dirección [011], mientras que para 5 pasos, los anillos corresponden a los planos del aluminio: (200) y (111) y dirección [01-1].

3.5.3 Textura cristalográfica

La textura sólo se determinó a la muestra de 1 y 5 pasos para el proceso con $\Phi=120^\circ$. La figura de polos de la muestra de 0 pasos de ECAP, es característica de un muestreo de orientaciones muy pequeño, lo cual sugiere que el tamaño de grano es demasiado grande (20-50 μm), en este caso la textura no puede ser determinada.

En las figuras 3.40 y 3.41 se presentan las figuras de polos de las muestras de 1 y 5 pasos de ECAP, para los planos (111), (200), (220) y (311) evaluados, respectivamente. Las figuras de polos, tanto para 1 y 5 pasos, son compatibles con una textura con los siguientes componentes: $\{111\} \langle -110 \rangle$ y $\{112\} \langle -110 \rangle$. Las intensidades relativas observadas al primer de ECAP paso permiten evidenciar que el número de granos en el volumen analizado es lo suficiente grande para su evaluación, con lo cual se demuestra que el tamaño de grano del material ha sido reducido de forma significativa. Al paso 5 de ECAP, las intensidades relativas se incrementan, lo cual indica que la fracción de cristales y la reducción del tamaño son aún mayores.

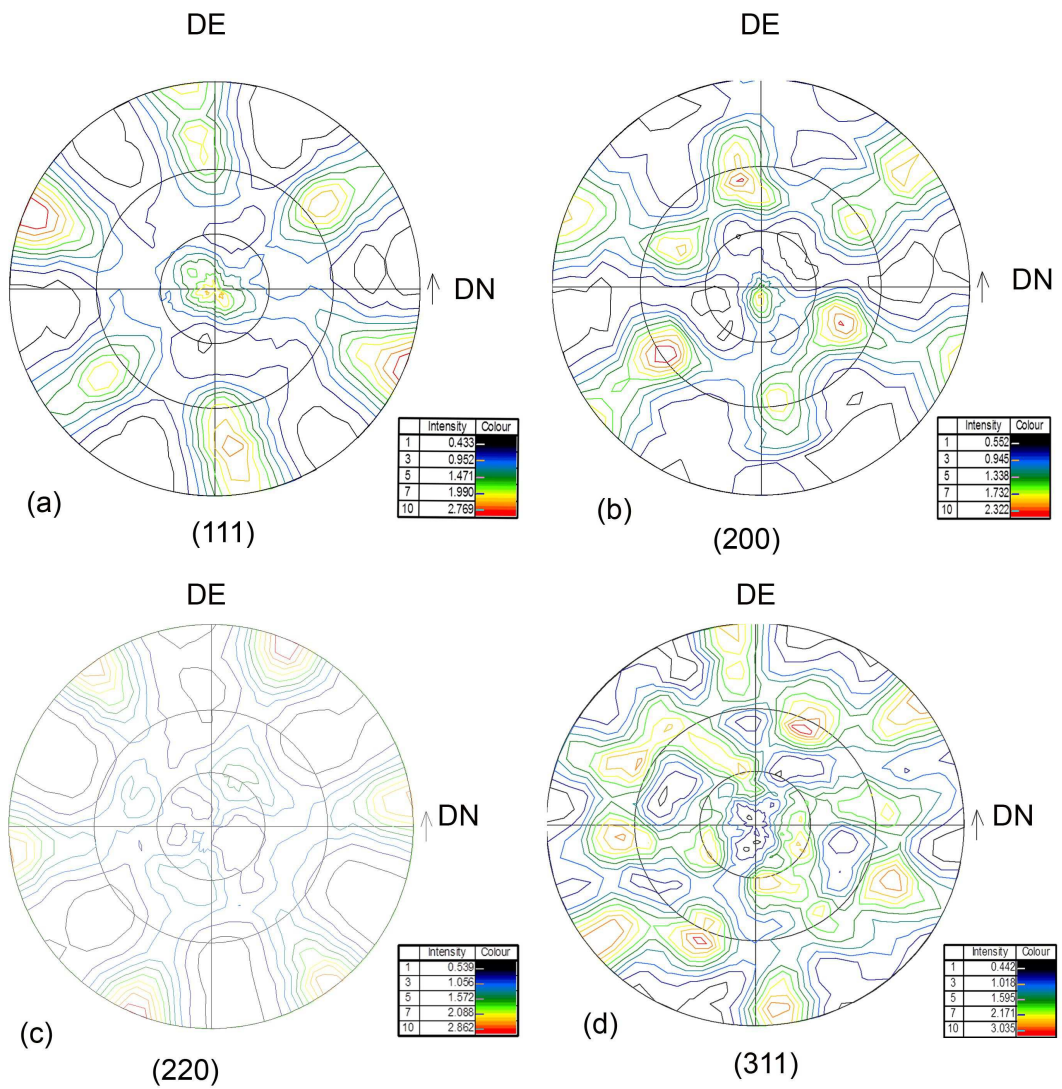


Fig. 3.40 Figura de polos para 1 paso de ECAP y $\Phi = 120^\circ$: (a) plano (111), (b) plano 200, (c) plano (220) y (d) plano (311). DE: dirección de extrusión y DN: dirección normal.

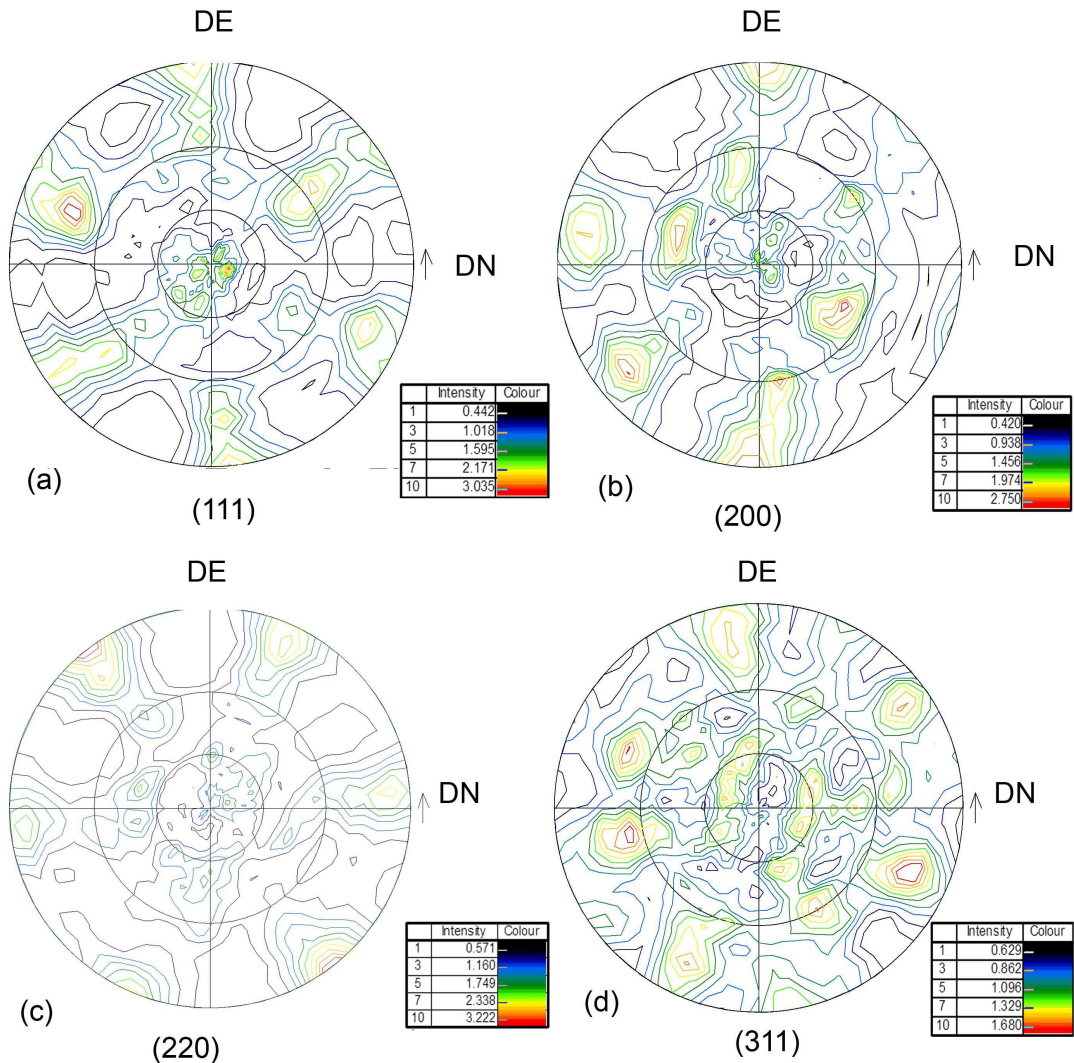


Fig. 3.41 Figura de polos para 5 pasos de ECAP y $\Phi= 120^\circ$: (a) plano (111), (b) plano 200, (c) plano (220) y (d) plano (311). DE: dirección de extrusión y DN: dirección normal.

En la figura 3.42 se observa una simulación para el plano (111) obtenida para con el programa CARINE con los 2 componentes identificados. El resto de las

simulaciones resultan ser más complejas, por la mayor cantidad de polos presentes.

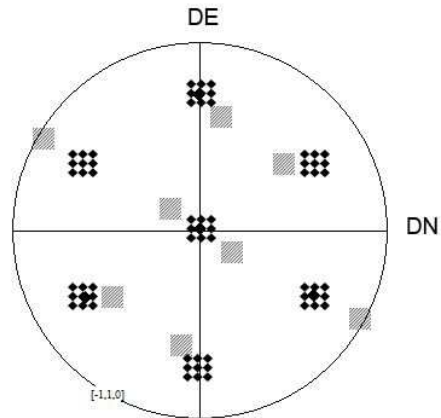


Fig. 3.42 Simulación efectuada con el programa CARINE del plano (111) con los componentes: $\{111\} \langle -110 \rangle$, cuadros grises y $\{112\} \langle -110 \rangle$, cuadros con puntos.

Sobre estos resultados se puede decir que el ECAP induce un refinamiento a nivel submicrométrico, tal como se esperaba, y el mismo se incrementa a mayor deformación. Además, el arreglo de los subgranos y/o celdas de dislocación a mayor deformación poseen FGAG, con lo cual se posibilita una mayor deformación. Se efectuará una mayor profundidad al respecto en la sección 4.5 de la discusión.

3.6 Cambios que sufren las celdas de dislocación generadas por el proceso de ECAP en función de la temperatura.

Tal como indicamos en la sección 2.5.3.3., con la técnica de AMD se generan 3 módulos: de almacenamiento, de pérdida y el módulo de amortiguamiento o

capacidad amortiguadora, cuya conducta en función de la temperatura se presentan en las figuras 3.43, 3.44 y 3.45, respectivamente, para 0, 1 y 5 pasos de ECAP. 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 ($\tan(\delta) = \frac{E''}{E'}$).

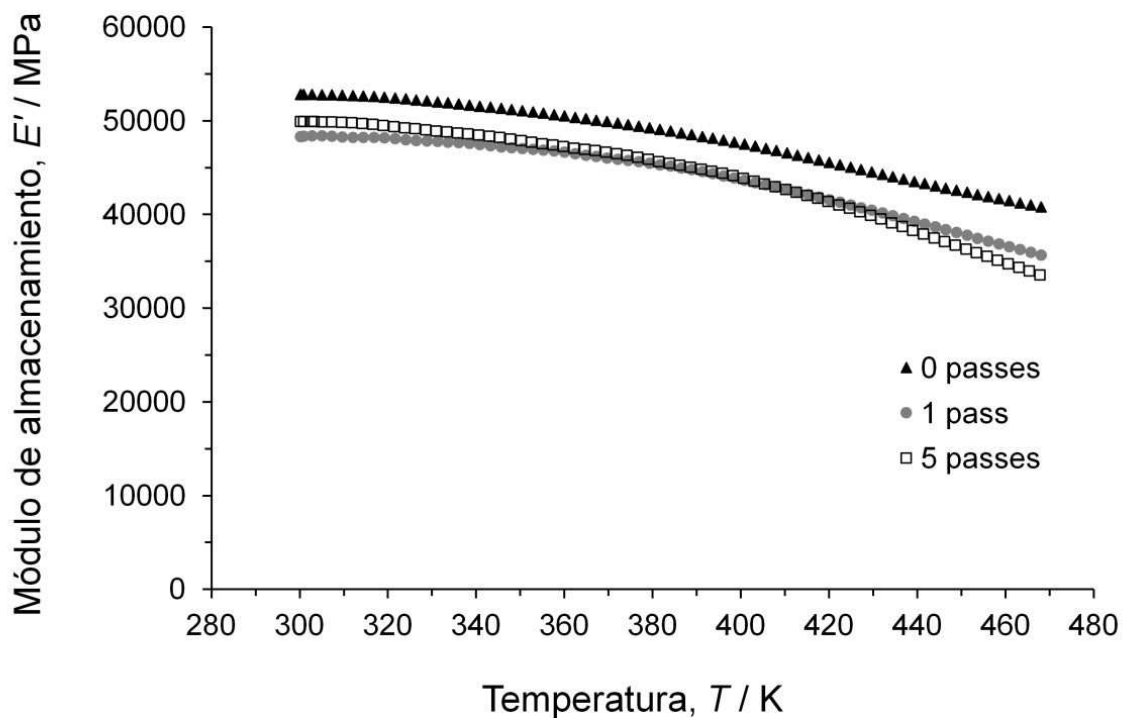


Figura 3.43 Análisis mecánico dinámico de la Al-20Sn (% masa) a 0, 1 y 5 pasos de ECAP. Gráfico del módulo de almacenamiento vs T.

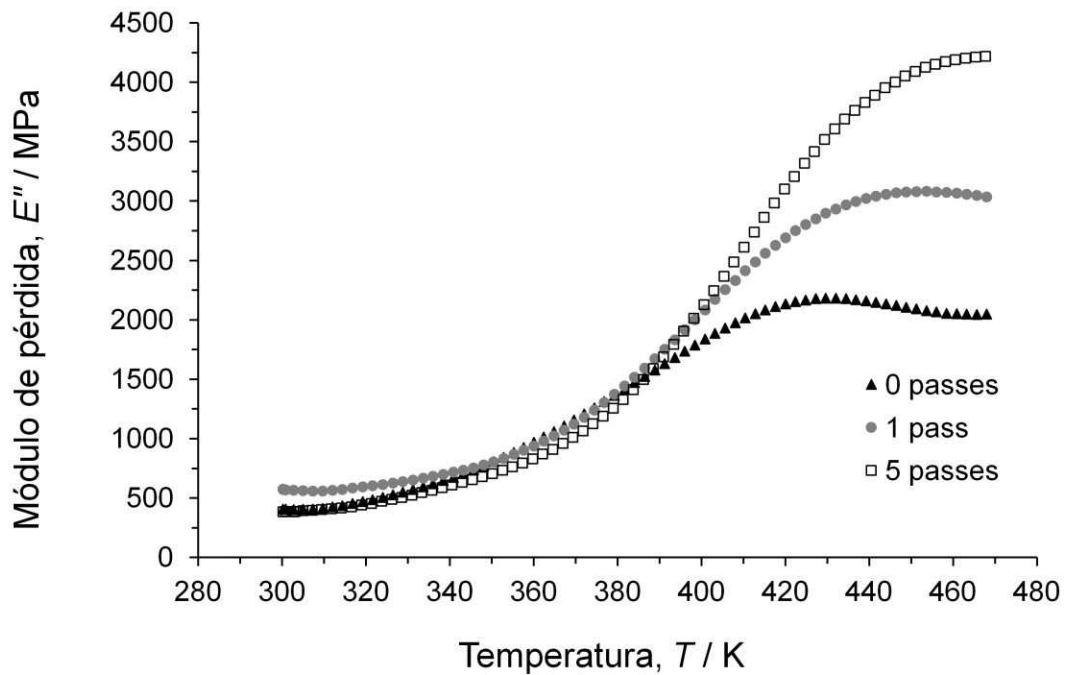


Figura 3.44 Análisis mecánico dinámico de la Al-20Sn (% masa) a 0, 1 y 5 pasos de ECAP. Gráfico del módulo de pérdida vs T

Para E'' se observa que los valores son menores para 1 y 5 pasos con respecto a la muestra sin procesar, lo cual implica que el ECAP reduce las propiedades elásticas de la aleación. Para E' y para $\tan(\delta)$, hay una conducta similar en ambos módulos: hasta aproximadamente 400 K no hay una diferencia significativa entre 0, 1 y 5 pasos de ECAP, y a partir de esta temperatura hay un incremento significativo de ambos módulos, pero marcadamente mayor a 1 paso (con respecto a 0 pasos) y a su vez mayor a 5 pasos. Esta última observación refleja un incremento significativa de las propiedades viscoelásticas de la aleación que es consecuencia del proceso de ECAP.

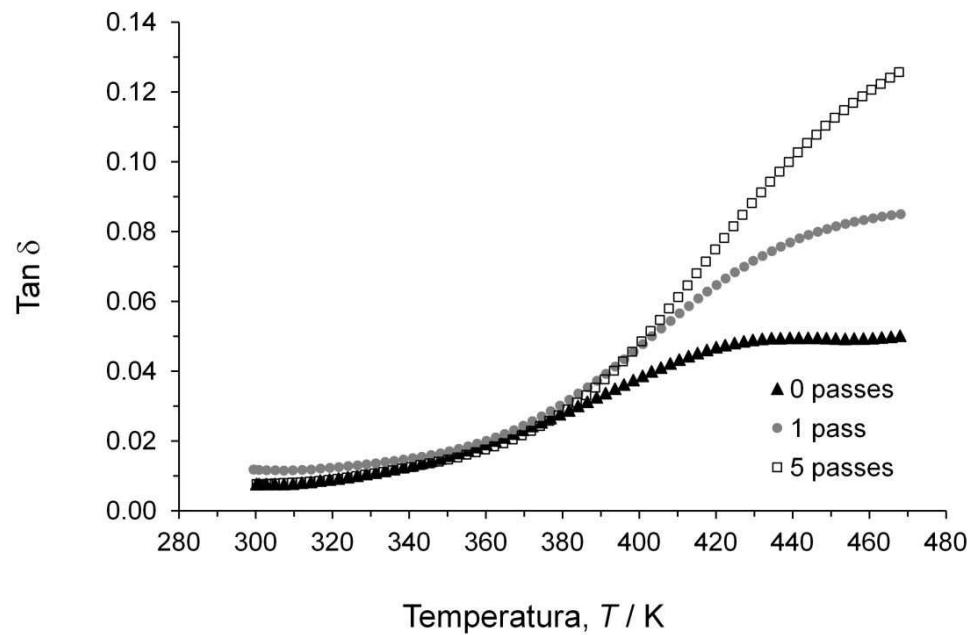


Figura 3.45 Análisis mecánico dinámico de la Al-20Sn (% masa) a 0, 1 y 5 pasos de ECAP. Gráfico de la capacidad amortiguadora vs T

En estudios previos [92], con niveles menores de Sn (8 %), se reportó igualmente un punto de inflexión, pero a una menor temperatura y con menores niveles de tan (δ), que a 0, 1 y 5 pasos de ECAP.

Estos resultados permiten constatar el incremento en la densidad de dislocaciones y/o las celdas de dislocación, a mayor deformación, que propician además, el incremento de las propiedades viscoelásticas de la aleación. Este tema será ampliado en la sección 4.6 de la discusión.

3.7 Eficiencia del proceso ECAP para aumentar el límite de cedencia, resistencia a la tracción máxima (UTS) y la ductilidad, tanto en las primeras etapas (0 y 1 paso) como mayor deformación (5 pasos)

El ensayo de tracción es ampliamente utilizado para evaluar la evolución del límite de cedencia en función del tamaño de grano. Por tal razón, el ensayo de tracción se efectuó a las muestras de 0, 1 (primeras etapas de la deformación) y 5 pasos (mayor deformación) de ECAP ($\epsilon_{ECAP} = 0, 0.63$ y 3.17 , respectivamente), a fin de evaluar como la formación de las celdas de dislocación y/o fronteras de granos y la adición de Sn podría jugar un papel importante en la conducta plástica de la aleación, hasta 5 pasos de ECAP ($\Phi=120^\circ$).

En la Tabla A5.4 del anexo 5, se presentan los resultados del límite de cedencia, σ_y , resistencia a la tracción y elongación, con su respectiva información estadística. La curva de esfuerzo ingenieril vs deformación ingenieril se presenta en la figura 3.46.

Para la muestra sin procesar por ECAP, σ_y fue 47 MPa, pero luego del primer paso, σ_y se incrementa hasta 112 MPa (139 % de incremento porcentual), mientras que para la muestra de 5 pasos se observa un incremento pero no tan significativo si se compara al primer paso, de 130 MPa (177 % de incremento porcentual). La conducta en la resistencia a la tracción muestra una tendencia similar al σ_y pero más moderada en los incrementos porcentuales. Un gráfico de barras comparativo de σ_y y UTS se presenta en el inserto de la figura 3.46 para 0, 1 y 5 pasos de ECAP.

Los resultados del σ_y son consistentes con las tendencias observadas en los ensayos de dureza, en donde los incrementos mayores se logran al primer paso de ECAP (ver sección 3.1.2).

Los resultados del σ_y se pueden asociar directamente a un incremento de la densidad de dislocaciones y la presencia de abundantes celdas de dislocación, a 1 y 5 pasos de ECAP.

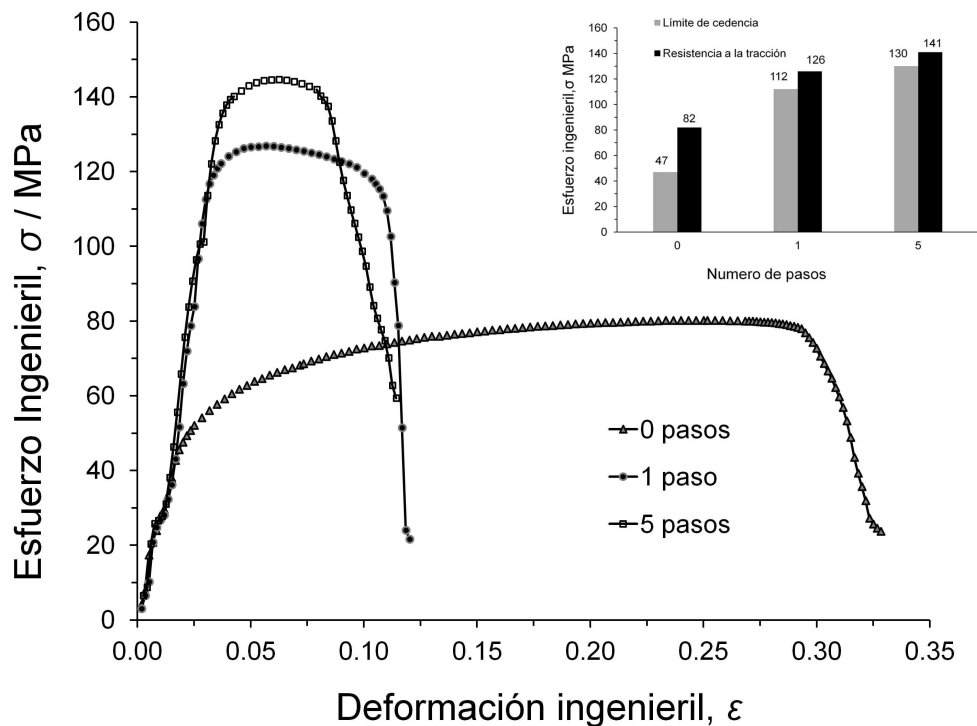


Figura. 3.46 Curva esfuerzo ingenieril-deformación para 0, 1 y 5 pasos de ECAP. En la imagen inserta se presenta el gráfico de barras del límite de cedencia y UTS para 0, 1 y 5 pases por ECAP

Un gráfico de elongación a falla se presenta en la Figura 3.47. Se observa que la elongación de la muestra a 0 pasos de ECAP es de 33 %, y se reduce a un 12 % con el primer paso, sin embargo a 5 pasos de ECAP se logra una

ligera recuperación en la ductilidad, que se refleja con el valor obtenido de 15 %.

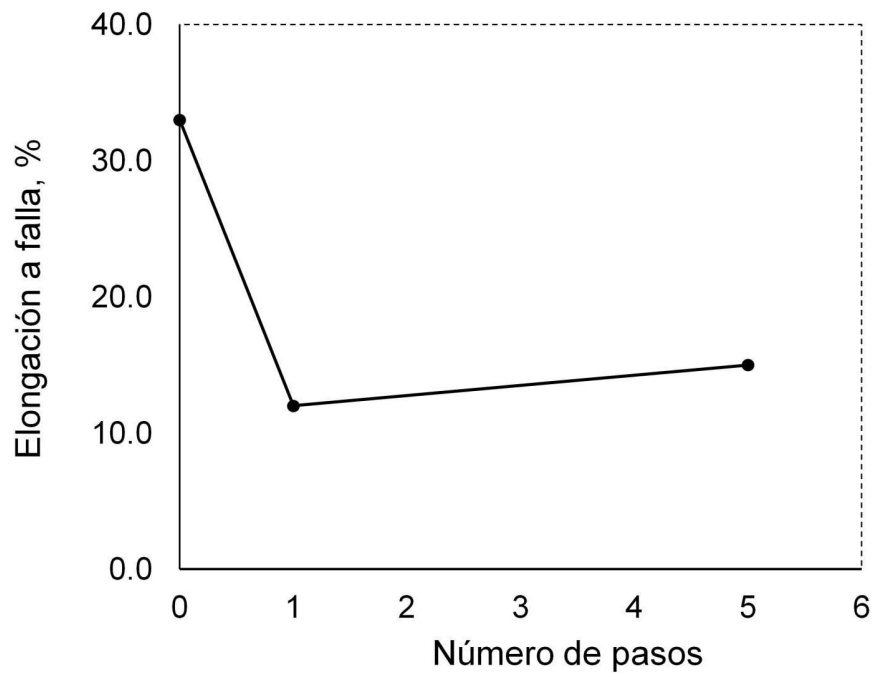


Figura. 3.47 Elongación a falla para 0, 1 y 5 pases por ECAP

De estos resultados, es evidente que el ECAP induce a una mejora substancial en las propiedades mecánicas de la aleación, lo cual se puede asociar incremento de la densidad de dislocaciones y/o las celdas de dislocación, y al refinamiento de grano, tal como se ha constatado en los resultados previos. En la sección 4.7 de la discusión será ampliado este tema.

CAPITULO IV

4. DISCUSIÓN

En el presente capítulo efectuaremos una discusión de los resultados abordando los siguientes aspectos:

- *Comparación de la condición inicial para $\Phi= 110^\circ$ (378 ± 2 K) y la condición definitiva con $\Phi= 120^\circ$ (298 ± 2 K), y su efecto sobre la microestructura y dureza del material, sometido al proceso ECAP.*
- *La distribución de las propiedades mecánicas y microestructurales, inducidos por el proceso ECAP a varias escalas, desde mm hasta un nivel submicrométrico.*
- *La evolución de los esfuerzos residuales generados por ECAP en las primeras etapas de la deformación, tanto a nivel superficial como en las primeras decenas de micras al interior.*
- *Los cambios a nivel submicrométrico ocurridos en el material sujeto a ECAP en las primeras etapas de deformación (transición de 0-1 paso) y para deformaciones severas (3, 4 y 5 pasos).*
- *El Refinamiento a nivel submicrométrico, tanto en las primeras etapas de deformación (1 paso) como para deformaciones severas (5 pasos).*
- *Los cambios que sufren las celdas de dislocación generadas por el proceso de ECAP en función de la temperatura, para evaluar la estabilidad.*
- *La eficiencia del proceso ECAP para aumentar el límite de cedencia, resistencia a la tracción máxima (UTS) y la ductilidad, tanto en las primeras etapas (0 y 1 paso) como mayor deformación (5 pasos).*

4.1 Comparación de la condición inicial para $\Phi = 110^\circ$ (378 ± 2 K) y la condición definitiva con $\Phi = 120^\circ$ (298 ± 2 K), y su efecto sobre la microestructura y dureza del material, sometido al proceso ECAP.

El ángulo de extrusión de ECAP, Φ , utilizado usualmente es de 90° , no obstante se reconoce que no es fácil procesar algunas aleaciones con esta configuración, sobre todo las poco dúctiles [1-3]. En tal sentido se ha reportado fractura del material y fallas en el sistema, lo cual se logra solventar aumentando el valor de Φ e incrementando la temperatura de procesamiento. Aunado a esto, el uso de equipos de ECAP con componentes internos móviles, como es el caso del presente proyecto, con el objeto de utilizar diversas configuraciones de Φ , presenta una desventaja adicional, la cual es la pérdida de aleación entre las paredes de los componentes móviles del ECAP, cuando es muy intenso el proceso de deformación, y que ha sido reportado en la literatura [3]. Por ello se optó por trabajar inicialmente con un $\Phi = 110^\circ$ y a 378 K (105°C), ante el desconocimiento de la conducta del sistema Al-20(%masa)Sn por ECAP. Luego de observar la viabilidad bajo esta configuración, se decidió entonces efectuar el proceso de ECAP a temperatura ambiente pero aumentando ligeramente Φ a 120° , lo cual también resultó igualmente ser viable.

Desde el punto de vista teórico, las diferencias en el ángulo Φ , 110° y 120° , se pueden evaluar con la ec. 2 de la sección 1.2.2, determinando la **deformación equivalente**, ϵ_M , para 1 y 5 pasos, que corresponden a 0.8 y 3.8 para $\Phi = 110^\circ$, y 0.6 y 3.2 para $\Phi = 120^\circ$, respectivamente, los cuales son valores muy próximos, y por lo cual no constituye un factor crítico. En cuanto a la temperatura de extrusión, que es un factor importante, cuyo efecto depende del tipo de aleación. Para el aluminio puro, Yamashita et. al [131], reportó un incremento en el tamaño de grano en el equilibrio a una temperatura de transición de 473 K (200°C), a la cual observó un incremento en la fracción de FGAP sugiriendo una mayor velocidad de recuperación, que conduce a una aniquilación de dislocaciones dentro de los granos y

disminución de las dislocaciones absorbidas dentro de las paredes de subgranos. La temperatura del proceso a $\Phi=110^\circ$ de 398 K (105 °C), está por debajo de este límite. En cuanto el estaño, con una temperatura de fusión de 232 °C (605 K), es decir, recristaliza a temperatura ambiente, se encuentra encapsulada en la matriz de aluminio que no experimenta cambio alguno a 378 K (105 °C), por lo cual no debe jugar un papel determinante. Un aspecto importante es el tiempo de procesamiento a 378 K (105°C), el cual es como máximo es de 20 minutos, e incluye uno 10 minutos de precalentamiento de la barra y otros 10 minutos dentro del dado de ECAP. En este último caso, se incluye el ajuste final de los componentes de ECAP, alineamiento y verificación previa antes de la extrusión, pero que tampoco afecta de forma significativa.

Estas consideraciones indicadas, permiten entender las conductas muy similares observadas en las 2 configuraciones estudiadas aunque, era necesario demostrar experimentalmente lo anterior para tomar la decisión sobre cual configuración utilizar en el resto del estudio.

Por MEB en ambas opciones de procesamiento, de 1 a 3 pasos de ECAP se observa sobre la zona central de la muestra, una microestructura que cambia poco respecto a la muestra de 0 pasos, conservándose la morfología de la estructura dendrítica en su mayor parte. Sin embargo, a mayor deformación, en especial a 5 pasos y $\Phi=120^\circ$, la microestructura comienza a modificarse mostrando zonas donde se localiza el flujo de material en ciertas direcciones en particular. Mientras que con los ensayos de microdureza, se observa una evolución de 0 a 5 pasos muy similar para ambos Φ , y que corresponde a un ajuste logarítmico. Los incrementos más importante son de 0 a 1 paso de ECAP, lo cual es consistente con la literatura en otros sistemas, donde se señala que los cambios de mayor significancia en procesos de ECAP se dan al primer paso [24,49].

Adicionalmente se puede indicar que resulta interesante la reducción leve en la microdureza que se observa del paso 2 al 3 para $\Phi=110^\circ$, y que también,

aparentemente se observa para $\Phi=120^\circ$ del paso 3 al 4, pero esta vez, con valores casi similares (no se incrementa la dureza), lo cual también se ha observado en estudios de ECAP en otros sistemas a temperatura ambiente y que se asocian a procesos de recuperación y recristalización dinámica en el aluminio, que acontecen durante las etapas o pasos intermedios de la deformación, y que ha sido reportado en trabajos previos [24]. Los subgranos y celdas de dislocación con alta densidad de dislocaciones (con alta energía interna), se organizan en nuevas celdas de dislocación o subgranos estables, que corresponde a un arreglo de menor energía.

Es importante señalar que las microdurezas obtenidas al primer paso de ECAP de ($Hv=38.7$ para $\Phi=110^\circ$ y $Hv=36.9$ $\Phi=120^\circ$) son superiores a los valores promedios ($Hv=27$) de las aleaciones comerciales utilizadas en sistemas antifricción, cuyas propiedades físicas se presentan en la Tabla 4.1 [132].

Tabla 4.1 Propiedades físicas de aleaciones antifriccionantes de metal blanco (white metal bearing) y la aleación Al-20Sn (% masa).

Propiedades	ASTM B 23 [132]	Aleaciones comerciales	Al-20Sn 1 paso**	Al-20Sn 5 pasos**
Gravedad específica	7.34 -10.05	7.34 - 9.9	3.62	3.62
Límite de cedencia, MPa (293 K)	23.4 - 45.5	No especificado	47	130
Límite de cedencia, MPa, 0.2 %	No especificado	43 - 84	-	-
Resistencia a la tensión última, MPa (293 K)	No especificado	78 - 102	82	141
Elongación (%)	No especificado	1 - 8.4	12	15
Dureza Brinell*, MPa (293 K)	17.0 - 27.0	21.2 - 35.0	-	-
Dureza Vickers*, MPa (293 K)	No especificado	No especificado	36.8 (38.7^{&})	46.2 (47.2^{&})

*La dureza Vickers es ligeramente mayor que la dureza Brinell; **resultados para $\Phi=120^\circ$; & resultado para $\Phi=110^\circ$.

4.2 Distribución de las propiedades mecánicas y microestructurales, inducidos por el proceso ECAP a varias escalas, desde mm hasta un nivel submicrométrico.

A escala macro, con los mapas de microdureza, es evidente que el proceso de ECAP induce diferentes conductas relativas: es más intenso en la zona identificada como interna (figura 3.6), y menos intenso en las otras zonas, en especial la exterior. Sin embargo, estos efectos son menos importantes al avanzar la deformación, al paso 5, donde se observa un tono principal (el anaranjado), que ocupa una mayor área, lo cual sugiere que con mayor deformación la distribución de la microdureza debe alcanzar un estado macroscópico de mayor homogeneidad. Estos resultados son consistentes con los trabajos de Xu et. al. [24] en mapeos de microdureza en Al puro y Al de la serie 6XXX, así como con Leo et. al. [133, 134] en Al de la serie 6XXX, donde observaron similares conductas. Xu et. al. [24] además sugiere que a mayor deformación debe evolucionarse hacia una mayor homogeneidad relativa, reflejado por mapas con pocas diferencias en los tonos.

Para lograr una microestructura de subgranos equiaxiales por ECAP, con propiedades anisotrópicas, se requiere de procesos de deformación progresivos e intensos (de 4, 8, 12 o más pasos de ECAP, dependiendo de la aleación). Esta condición ha sido observada en aluminio policristalino por Iwahashi et. al. [41] (rutas de ECAP A, B_C y C) y Oh-ishi et. al. [42] (ruta de ECAP B_A), así como por Sakai et. al. [43] en aleaciones de Al-3%Mg-0,2%Sc.

La información generada por MEB es de gran valía pues permite detectar una diversidad de efectos sobre la microestructura. Primero, la zona central, tal como se indicó en la sección 3.1.1, presenta cambios ligeros de 1 a 5 pasos, con respecto a la muestra sin procesar, conservándose parcialmente la estructura dendrítica de Al-Sn. Esta conducta es muy diferente en la proximidad de las zonas interna y externa (figuras 3.7b-d), donde se observó la formación de la estructura en forma de estratos o capas de Sn, cuyo espesor se incrementa conforme avanza el proceso de deformación (pasos de ECAP). En esta estructura de capas, además se detectó intensos procesos

de fragmentación del Sn, con tamaños nanométricos, y que sólo se observó en esta microestructura. Es importante señalar que los cambios observados en la microestructura estratificada no solo son debidos al proceso de ECAP, sino también al efecto de la fricción superficial (visible dentro de las primeras capas, por ejemplo a $100 \pm 50 \mu\text{m}$ desde la superficie de la muestra). Adicional, sobre el plano 3 (figura 2.6b), se observó la formación progresiva de la estructura elongada, con una inclinación $\sim 60^\circ$ y con anchos de 10-20 μm a 5 pasos, es una conducta diferente a las antes descritas, pero es consistente con el patrón de deformación que se predice para este plano, para la ruta C [3].

Por MET es evidente que la microestructura de 5 pasos, a nivel intragranular, presenta una distribución mejor organizada de celdas de dislocación que a 1 paso, hay más subgranos libres de dislocaciones, son equiaxiales, y aquellos en donde se observó celdas de dislocaciones, aparentan tener un arreglo más ordenado.

4.3 Evolución de los esfuerzos residuales generados por ECAP en las primeras etapas de la deformación.

La conducta de los esfuerzos residuales de la zona interna (figura 3.6), está íntimamente ligada a la estructura estratificada observada por MEB en la figura 3.7b, la cual tiene un espesor de $\sim 50 \mu\text{m}$ al primer paso de ECAP. Se advierte que las capas de Sn están más unidas en la proximidad a la superficie y tiene una zona de transición donde las distancias entre estas capas van aumentando. Se puede considerar que la naturaleza de esta estructura estratificada, generada por los efectos friccionantes entre el canal de extrusión y las barra procesada, y el proceso de ECAP, es la responsable directa de las conductas de los esfuerzos residuales y su división en las 3 zonas descritas en la figura 3.13a para σ_ϕ : una zona relajada a nivel superficial y en un estado de compresión hasta 20 μm ; relajación del estado de compresión entre 20 a 60 μm y finalmente entre 60-80 μm , tiende a llegar a

una meseta próximo a cero, donde el efecto del ECAP debe tener mayor contribución. Esta tendencia es similar para las tres direcciones de ϕ , pero a nivel superficial σ_ϕ (en compresión) es mayor para $\phi=0^\circ > 45^\circ > 90^\circ$, es decir es más intenso el proceso paralelo a la dirección de extrusión. Con otras técnicas se ha observado igualmente diferencias en σ_ϕ con los ángulos ϕ , en trabajos previos y otros sistemas estudiados [135]. Para τ_ϕ (figura 3.13b) se observa una conducta totalmente isotrópica, independiente el valor de ϕ : desde la superficie hasta 20 μm presenta un valor constante y en estado de compresión, el cual se incrementa a mayor profundidad (80 μm).

El efecto del ECAP se refleja conforme se hace la medición a mayor profundidad, lejos de la superficie, y los efectos de relajación y fricción van disminuyendo con la profundidad.

Estos perfiles guardan una gran similitud con los obtenidos con otras aleaciones sometidos y otras técnicas de DPS, tales como laser shock peening, en donde a nivel superficial se observa esfuerzos residuales en estado de compresión [136-140], luego dentro de las primeras micras se incrementa, luego se relaja este estado hasta llegar a un estado de tensión, que tiende a equilibrarse [115, 116, 139, 140]. En el caso de la laminación, se observa un estado de compresión a nivel de las fibras superficiales, que se relajan a mayor profundidad donde las fibras internas se encuentran en un estado de tensión [120].

Se ha observado usualmente que el orden de magnitud de los esfuerzos residuales dependen del σ_y de la aleación, y su valor máximo corresponde a este límite [115,116, 139 140]. Los esfuerzos residuales máximos, $\sigma_\phi = -30$ MPa, de la aleación Al-20Sn (%masa) son inferiores al σ_y de la aleación (116 MPa) al primer paso de ECAP.

4.4 Cambios a nivel submicrométrico ocurridos en las primeras etapas de deformación (transición de 0-1 paso) y para deformaciones severas (3, 4 y 5 pasos).

La microestructura **dendrítica** de la aleación a 0 pasos, con brazos de 20 a 50 μm y morfología poligonal, se modifica al primer paso de ECAP y presenta abundante subgranos alargados con longitudes de $\sim 3 \mu\text{m}$ y ancho de $\sim 1 \mu\text{m}$, luego al paso 3 y 4, se adquiere una morfología poligonal y equiaxial, con subgranos en el orden de 500 a 1000 nm, que aparenta tener menor densidad de dislocaciones, y finalmente a los 5 pasos, la microestructura se distorsiona, pero se observan abundantes granos equiaxiales, con tamaño en el orden 200-500 nm, incluso de forma localizada, se observó subgranos con celdas de dislocación con tamaño de $\sim 50 \text{ nm}$ y subgranos de $\sim 20 \text{ nm}$ en el aluminio.

Por MET se observan bandas de deformación, la cuales han sido reportadas en trabajos previos con otros sistemas [83-88], y que permiten inferir que los mecanismos de deformación y refinamiento están asociados a su presencia.

Dentro de estas bandas de deformación, al primer paso de ECAP, se observó diversos arreglos y defectos: zonas con alta densidad de dislocaciones en forma caótica, altamente deformadas; zonas con FGN y FI [128,130] que organizan las zonas con alta densidad de dislocaciones en celdas de dislocación; celdas de dislocación con paredes densas y otras con paredes delgadas, ambas con menor densidad de dislocaciones en su interior; y subgranos formales, que corresponden a celdas de dislocación mejor organizadas y sin dislocaciones en su interior [83, 86 y 90].

Conforme avanza la deformación (3 y 4 pasos de ECAP) son menos evidentes estos arreglos, pues la microestructura evoluciona a un estado más ordenado. No obstante, se observó que al paso 5 la microestructura es compleja y se distorsiona un poco, pero se observa una mezcla de subgranos poligonales y equiaxiales, con celdas mejor organizadas que las observadas en el paso 1, y también subgranos de tamaño entre 200-500 nm. Este cambio a mayor deformación, ha sido descrito en trabajos previos por ECAP y otros sistemas,

y se atribuye a procesos de recuperación y recristalización dinámica, en donde las celdas se ordenan y/o recristalizan, y permiten continuar el proceso de deformación [24, 49]. Sin embargo creemos que se trata de un evento localizado pues la estructura presenta aún subgranos poligonales y equiaxiales de tamaño inferior entre 200-500 nm.

Se observan además fronteras con franjas irregulares claras y oscuras, aunque menos frecuentes hasta 5 pasos de ECAP. Estas franjas han sido identificadas como fronteras irregulares y de una configuración de alta energía, por Oh-ishi [3,79], y que permiten explicar los altos niveles de deformación y refinamiento observados por las técnicas de DPS [128].

El estudio de orientación relativa de subgranos, tanto a 1 y 5 pasos de ECAP, permite detectar la abundante presencia de subgranos, orientados en más de 3°. Al primer paso son alargados y al quinto, poligonales y equiaxiales. En el caso de 5 pasos, se pudo evidenciar una alta densidad de dislocaciones y celdas de dislocación con dimensiones de ~50 nm. Por HRTEM de forma localizada se observó a 1 paso, subgranos de tamaño nanométrico de ~20 nm, mientras que a 5 pasos son aún más recurrentes, e incluso con diferentes orientaciones relativas.

La conducta observada por DRX en el aluminio, tanto del ensanchamiento del pico (311) del aluminio, los gráficos de Williamson-Hall y los niveles de microdeformaciones obtenidas por Rietveld son consistentes entre sí, y confirman que los eventos de mayor significancia ocurren al primer paso de ECAP, lo cual ha sido observado en trabajos previos con otras aleaciones [24,49]. Es decir se observan cambios notables de 0 a 1 paso de ECAP y luego de allí, la conducta no varía de forma significativa. Estos resultados se pueden atribuir al hecho que al primer paso de ECAP se introduce una alta densidad de dislocaciones que en su mayoría tienen una configuración caótica, y a medida que se incrementa los pasos de ECAP y la deformación, estas dislocaciones se ordenan en celdas de dislocación y eventualmente en subgranos. A mayores pasos de ECAP el proceso de deformación es lo que

permite este ordenamiento de las celdas y una microestructura más estable. Estos eventos han sido asociados a procesos de recuperación y recristalización dinámica [24,49]. Este constituye un patrón cíclico por lo cual la microestructura puede admitir mayor deformación.

4.5 Refinamiento a nivel submicrométrico tanto en las primeras etapas de deformación (1 paso) como para deformaciones severas (5 pasos).

A través de MET se pudo evidenciar que la estructura inicial dendrítica (con brazos de 20-50 μm), al primer paso de ECAP, se refina a subgranos alargados de $\sim 3 \mu\text{m}$ de longitud y 1 μm de ancho, mientras que a 5 pasos el refinamiento genera subgranos en el orden de 200-500 nm, y se observa subgranos equiaxiales localizados. Los niveles de refinamientos obtenidos hasta 5 pasos son consistentes a los reportados en la literatura en otros sistemas [38-41].

En cuanto a la información que se obtuvo con los PDE de MET, se puede indicar que los subgranos hasta 4 pasos de ECAP, tiene una alta fracción de FGAP. En este caso, el PDE corresponde a una microestructura similar a un monocristal, pues la orientación entre subgranos es muy próxima entre sí. No obstante, a 5 pasos de ECAP, se observa un PDE en forma de anillos concéntricos, que sugiere que la microestructura presenta subgranos con alta fracción de FGAG, es decir mayor a 15° , y que ha sido reportada en la literatura en otras aleaciones de aluminio [3, 38,41].

En cuanto a la textura cristalográfica, se observa una textura con los mismos componentes tanto a 1 paso como a 5 pasos, la cual corresponde a los siguientes componentes: $\{111\} \langle -110 \rangle$ y $\{112\} \langle -110 \rangle$. El primer componente es frecuentemente reportado en la literatura por ECAP en otros sistemas [44-49], mientras que el segundo, es menos frecuente, no obstante, también se ha reportado previamente [92]. La intensidad relativa de todos los componentes

se incrementan del paso 1 al paso 5, con lo cual se puede indicar que en el volumen analizado, se incrementa la cantidad de cristalitos con la textura indicada y por ende confirma que la microestructura incrementa su nivel de refinamiento.

4.6 Cambios que sufren las celdas de dislocación generadas por el proceso de ECAP en función de la temperatura

El proceso de ECAP incrementa las propiedades viscoelásticas de la aleación, lo cual se evidenció por el incremento de los módulos de pérdida y amortiguamiento con la temperatura. Los niveles de $\tan(\delta)$ (aproximadamente de $\tan(\delta) = 0.04$ a 400 K) son superiores a los reportados previamente [92] para aleaciones Al-Sn (de aproximadamente $\tan(\delta) = 0.02$ a 400 K) con menor contenido de Sn (8%), tanto a 0 como a 1 y 5 pasos de ECAP. Esto refleja un papel importante tanto del Sn, así como el incremento de las dislocaciones y diferentes tipos de celdas de dislocación.

En la sección 4.4 se demostró la presencia de una alta densidad de dislocaciones en una diversidad de arreglos localizados, desde caóticos hasta su disposición en abundantes celdas de dislocación, algunas libres de dislocaciones en su interior, que evolucionan hacia subgranos y celdas mejor organizadas. Y en la sección 4.5 se presentó la evolución de la estructura dendrítica inicial (con tamaños de brazos entre 20-50 μm), hasta un refinamiento microestructural entre 200-500 nm, con 5 pasos de ECAP.

La conducta del amortiguamiento se puede asociar a la presencia de dislocaciones, dispuestas en celdas de dislocación de tamaños entre 200-500 nm. La presencia de alta densidad de dislocaciones y la presencia de celdas de dislocación, es uno de los principales mecanismos de amortiguamiento asociados a los defectos microestructurales [123], pues constituyen una barrera para la respuesta viscoelástica de los materiales. Se consideran de naturaleza intrínseca, y se derivan de la fricción interna de la resistencia del movimiento atómico en las regiones donde se localizan los defectos

microestructurales en metales y aleaciones cristalinas. Hasta cierto punto estas imperfecciones alteran la simetría y uniformidad de la estructura cristalina de los metales. Estas discontinuidades gobiernan la conducta de un material bajo carga aplicada a nivel de los procesos de deformación microestructural, y por ende, dominan la conducta macromecánica del material bajo servicio [123].

Se sugiere además un mecanismo relacionado a la disipación parcial por parte del Sn de la energía inducida por el AMD. Simultáneamente, la energía adicionada al sistema es también disipada durante el re-arreglo de las dislocaciones para formar celdas de dislocación, y el movimiento de las mismas con el incremento de la deformación. Al respecto se puede indicar que, considerando ambos efectos, la energía requerida para mover las celdas de dislocación de la aleación, será parcialmente absorbida por el Sn y en consecuencia será necesaria más energía para este proceso.

La dinámica de las celdas de dislocación nuevas generadas por el ECAP en función de la temperatura, permiten estimar el rango de temperatura de utilización de este tipo de material, el cual corresponde a un valor inferior a 400 K.

Una explicación para el desdoblamiento observado tanto en las curvas del módulo de pérdida como en el de amortiguamiento, se puede atribuir al incremento de las dislocaciones y las celdas de dislocación de 1 a 5 pasos de ECAP. De acuerdo a J. Zhang et. Al. [123], un mecanismo de disipación de energía elástica, es decir de la capacidad de amortiguamiento, es el amortiguamiento por la presencia de defectos. En metales y aleaciones policristalinas los defectos, tal como las dislocaciones, son considerados generalmente la principal fuente de disipación de energía elástica de deformación. Como se indicó en la sección 2.5.3.3, la capacidad de amortiguamiento de un metal es una medida del desfase entre la función sinusoidal de un esfuerzo aplicado y la respuesta de la deformación. Debido a que el desfase depende de las características de deformación en función del

tiempo, el amortiguamiento corresponde a una atenuación de la onda de propagación, y en donde tanto la atenuación como la propagación de la onda mecánica se relacionan al grado de uniformidad del medio estudiado. El tiempo de relajación es mayor en materiales policristalinos, que contienen defectos, que en aquellos con menos defectos.

La presencia de defectos en los cristales rompe la uniformidad del medio, y hace dificultoso para la deformación (función sinusoidal de respuesta) estar de forma precisa en fase con la carga aplicada (función sinusoidal aplicada).

4.7 Eficiencia del proceso ECAP para aumentar el límite de cedencia, resistencia a la tracción máxima (UTS) y la ductilidad, tanto en las primeras etapas (0 y 1 paso) como mayor deformación (5 pasos)

El ECAP induce al primer paso un incremento significativo, de 139 %, en el σ_y de la aleación Al-(20%masa)Sn, y a mayor deformación, 5 pasos, un incremento más moderado, de 177 %, pero que no deja de ser importante.

La conducta del σ_y se puede atribuir a la presencia de una alta densidad de dislocaciones y celdas de dislocación, que se observaron en la sección 3.4 al primer paso de ECAP, las cuales tienen diversos arreglos, mientras que al incrementarse la deformación hasta 5 pasos de ECAP, la microestructura se ordena en celdas y subgranos de menor tamaño 200-500 nm que explican el incremento del σ_y más moderado, a este nivel de deformación.

Las elongación a falla muestra cierto grado de recuperación al paso 5 de ECAP, la cual es una conducta que es consistente con lo reportado en la literatura [10, 53-57], en cuanto a que el ECAP es un proceso en donde la pérdida de la ductilidad no es progresiva luego del primer paso, y por el contrario, tiende a recuperarse conforme se incrementan los pasos de ECAP, tal y como se ha empezado a evidenciar hasta cinco pasos de ECAP. Como se ha mencionado previamente (sección 2.4), el tamaño de la barra luego de su proceso por ECAP, limitó que se efectuara un mayor número de pasos de

ECAP (Figura 2.8) y observar probablemente, una mayor recuperación en la ductilidad. No obstante, la ductilidad hasta 5 pasos de ECAP, 15 %, se considera como aceptable en trabajos previos reportados [51, 52].

Un hecho notable, es que este σ_y al primer paso de ECAP, de 112 MPa, es superior a los valores promedios de las aleaciones comerciales (23.4 - 45.5 MPa, ASTM B 23, Tabla 4.1) que son normalmente usadas en sistemas antifricción [132].

CONCLUSIONES

Una vez concluida la evaluación de los resultados, presentamos las siguientes conclusiones:

- El proceso de ECAP induce en la aleación Al-20%Sn (% masa) cambios en la microestructura del material debido a una alta generación de dislocaciones y a su reacomodo posterior, formando además, estructuras de subgranos submicrométricos. Por ello, se ven beneficiadas algunas propiedades mecánicas tales como la dureza, y el límite de cedencia y la resistencia a la tracción.
- En base a los resultados de MEB y microdureza, se puede concluir que no existe una influencia crítica del cambio del ángulo interno de extrusión Φ de 110° a 120° , por la similitud en las deformaciones equivalente, y además, porque el proceso a 378 K (105°C) está por debajo de la temperatura crítica de transición que incremento el tamaño de grano para el sistema Al-20Sn (% masa). Las microdurezas obtenidas para ambas configuraciones son superiores con respecto a las utilizadas en sistemas antifricción comerciales.
- EL ECAP induce cambios en la microestructura, conforme avanza el proceso de deformación, en especial por la presencia de celdas de dislocación y subgranos mejor organizados (equiaxiales). El Sn funciona como trazador de deformaciones, pues permite visualizar los efectos locales del proceso de deformación y los cambios en la morfología de la microestructura. Las diferencias locales del contenido de Sn y las zonas con intensidades de deformación variables, explican la conducta de la distribución de las microdurezas superficiales. Mientras que los efectos de fricción son evidentes a nivel de la morfología en forma de estratos observada en las zonas internas y externas. No obstante, se trata de un evento localizado y el efecto

dominante se refleja más bien en la conducta de la morfología de la zona central, que empieza a evidenciar los efectos del ECAP a mayor deformación, y en la conducta del plano transversal que adquiere una morfología elongada.

- Se puede afirmar que los esfuerzos residuales generados por ECAP en esta aleación, y probablemente en cualquier sistema Al-Sn, son relativamente bajos cuando se comparan a otras aleaciones de aluminio, lo cual podría sugerir, que el Sn, presente en forma intergranular, actúa como relajador de esfuerzos internos. Cabe recordar, que la misma aleación sin estaño tiene valores de esfuerzos más altos y por otro lado el estaño no puede contribuir de ninguna manera a incrementar los esfuerzos internos de la aleación pues a temperatura ambiente recrystaliza.
- Los resultados de MET permiten inferir sobre la existencia de un mecanismo de deformación asociado a bandas de deformación, dentro de los cuales los subgranos y/o celdas evolucionan a arreglos con paredes de dislocación de diferentes naturaleza, con morfología elongada inicial, y que finalmente, se ordena en subgranos y celdas de dislocación equiaxiales de tamaño submicrométrico (4 pasos). No obstante, a mayor deformación (5 pasos) se observó la aparente desorganización de esta estructura, que se atribuye a la intensidad de proceso de deformación y que se puede asociar a mecanismos de recuperación y recrystalización dinámica. Se puede considerar que este evento es de naturaleza local, pues por DRX se hizo evidente que los cambios substanciales del proceso de deformación ocurren al primer paso de ECAP, y no hay variaciones significativas a nivel de las microdeformaciones a mayor deformación, ya que la microestructura se reacomoda en una mejor organización.

- El ECAP logra un refinamiento a nivel submicrométrico dentro de los límites esperados y además, se incrementa a mayor deformación (~500 nm). Se confirma además que el mecanismo de refinamiento es acorde a la rotación de celdas y subgranos en las bandas de deformación, en donde se evoluciona de FGAP a FGAG y mayormente con morfología equiaxial, tal como hemos constatado en este trabajo. Un aspecto adicional es que las FGAG sugieren la posibilidad que la aleación Al-20Sn (% masa) permita mayor deformación, y por ende un mayor refinamiento, y propiedades superiores a las obtenidas en la presente investigación.
- El ECAP genera dislocaciones y celdas de dislocación que incrementan las propiedades viscoelásticas y es el principal mecanismo de amortiguamiento que experimenta la aleación. No obstante, los altos niveles de Sn, también podrían contribuir al incremento de la capacidad de amortiguamiento, a través de la disipación parcial de la energía que se incorpora por el AMD, y por lo tanto, hace que se requiera una mayor energía para la movilidad de las celdas de dislocación y subgranos.
- Se observa un incremento substancial en el valor de σ_y de la aleación al primer paso de ECAP, ocasionado por la presencia de una alta densidad de dislocaciones, las cuales se ordenan en celdas de dislocación más estables a mayor deformación, y ocasionan un incremento adicional de σ_y . La recuperación de la ductilidad obtenida a mayor deformación, 15 %, se considera aceptable, pero con seguridad se requiere mayor nivel de deformación a fin de lograr una microestructura con celdas de dislocación que evolucionen a subgranos, mayormente con morfología equiaxial y con FGAG, para una mayor recuperación en la ductilidad.

CONTRIBUCIONES ORIGINALES

Las contribuciones originales se enmarcan en los siguientes puntos:

- El ECAP es una técnica de DPS que no se aplicó al sistema Al-Sn en general, siendo que éste es una aleación de características industriales, por lo cual toda la información aquí expuesta representa una contribución original, tanto para entender los mecanismos de deformación y refinamiento de grano como para encontrar los mejores parámetros de proceso para sus aplicaciones futuras.
- Se puede destacar además, el interés de las técnicas de esfuerzos residuales y Análisis Mecánico Dinámico, en el entendimiento del proceso de ECAP, y de lo cual existen contados estudios en la literatura especializada incluso en otros sistemas [92, 136].

RECOMENDACIONES

- Consideramos que es importante como complemento al presente proyecto, efectuar otras investigaciones vinculadas a aspectos como: las propiedades antifriccionantes de la aleación, así como su conducta a la fatiga, pensando en posibles desarrollos industriales de la misma.
- Además, con el advenimiento de equipamiento especializado al IIM (EBSD), el desarrollo de mapeos de distribución de orientación y tamaño de granos, a fin de constatar la evolución de las fronteras de granos con los pasos de ECAP.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. R.Z. Valiev, Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties. *Nature Materials*, Vol. 3 (0), 511-516 (2004).
2. Y. T Zhu, T.C. Lowe and T.G. Langdon, *Scripta Materialia*, Vol. 51 (0), 825-830 (2004).
3. R.Z. Valiev and T.G. Langdon, Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, Vol. 51 (0), 881-981 (2006).
4. H. Gleiter, Deformation of polycrystal: Mechanisms and microstructures, 1981, Risø National Laboratory, Roskilde, Denmark.
5. H. Gleiter, Nanocrystalline materials, *Progress in Materials Science* Vol. 33, 223-315 (1989).
6. Erb U, El-Sherik AM, Palumbo G, Aust KT. Synthesis, structure and properties of electroplated nanocrystalline materials, *Nanostruct Mater* Vol. 2, 383-390 (1993). (solo abstract)
7. C.C. Koch and Y.S. Cho, Nanocrystals by high energy ball milling, *Nanostructured Materials*, Vol. 1 207-212 (1992). (solo abstract)
8. M.J. Luton, C.S. Jayanth, M.M. Disko, S. Matras and J. Vallone. Cryomilling of nano-phase dispersion strengthened aluminum. *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* Vol. 132 79-86 (1989) Materials Research Society.
9. D.B. Witkin and E.J. Lavernia. Synthesis and mechanical behavior of nanostructured materials via cryomilling. *Progress in Materials Science* 51 1-60 (2006).
10. R. Z. Valiev, I.V. Alexandrov, Y.T. Zhu and T.C. Lowe, Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation. *J. Mater. Res.* Vol. 17. No. 1, 5-8 (2002).
11. V.M. Segal, V.I. Reznikov, A.E. Drobyshevskiy and V.I. Kopylov. Plastic Metal Working by Simple Shear, *Russian Metall* Vol. 1, 115-123 (1981).

12. V.M. Segal, USSR Patent No. 575892, 1977.
13. V.M. Segal Materials processing by simple shear. *Materials Science and Engineering A* 197 157-164 (1995)
14. V.M. Segal, Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation, *Materials Science and Engineering A* 271 322-333 (1999).
15. V.M. Segal, Slip line solutions, deformations mode and loading history during equal channel angular extrusion, *Materials Science and Engineering A* 345 36-46 (2003).
16. V.M. Segal Engineering and commercialization of equal channel angular extrusion (ECAE), *Materials Science and Engineering A* 386 269-276 (2004).
17. N. A. Smirnova, V. I. Levit, V. P. Pilyugin, *et al.*, "Evolution of the Structure of FCC Single Crystals upon Large Plastic Deformations," *Fiz. Met. Metalloved.* **61**, 1170–1177 (1986).
18. A.P. Zhilyaev, G.V. Nurislamova, B. Kim, M.D. Baró, J.A. Szpunar and T.G. Langdon. Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion. *Acta Materialia* 51 753-765 (2003).
19. G. A. Salishchev, O. R. Valiakhmetov and R. M. Galeev: *J. Mater. Sci.* **28** 2898-2903 (1993).
20. O. Sitdikov, T. Sakai, A. Goloborodko, H. Miura and R. Kaibyshev. Effect of pass strain on grain refinement in 7475 Al Alloy during Hot Multidirectional forging. *Materials Transactions*, Vol. 45, No. 7 2232-2238 (2004).
21. Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai and R.G.Hong. Ultra-fine grained bulk aluminum produced by accumulative roll-bonding (ARB) process. *Scripta materialia*, Vol. 39, No. 9 1221-1227 (1998)
22. Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji and T. Sakai. Novel ultra-high straining process for bulk materials-development of the accumulative roll-bonding (ARB) process. *Scripta materialia*, Vol. 47, No. 2 579-583 (1999)

23. U. Umemoto and Y. Todaka, nanograined structured in steels prepared by severe plastic deformation. Editor: Burhanettin S. Altan, Nova Science Publishers, Inc., pp. 509-531 (2006).
24. C. Xu, M. Furukawa, Z. Horita and T.G. Langdon, The evolution of homogeneity and grain refinement during equal-channel angular pressing: A model for grain refinement in ECAP. *Materials Science and Engineering A* 398, 66–76 (2005)
25. W. Skrotzki, N. Scheerbaum, C.G. Oertel, H.G. Borkmeier, S. Suwas and L.S. Toth. Recrystallization of high-purity aluminium during equal channel angular pressing. *Acta Materialia* 55, 2211-2218, (2007).
26. R.Z. Valiev, N.A., Krasilnikov y N.K Tsenev. Plastic Deformation of Alloys with Submicro-Grained Structure. *Mater. Sci. Eng. A137*, 35-40 (1991).
27. R.Z.Valiev, N.K.Tsenev. In: T.G. Langdon, H.D. Merchant , JG Morris , M.A.Zaid, editors. Hot deformation of aluminum alloys. Warrendale (PA): The Minerals, Metals and Materials Society; 1991. p. 319.
28. R.Z. Valiev, A.V. Korznikov & R.R. Mulyukov. Structure and Properties of Ultrafine-Grained Materials Produced by Severe Plastic Deformation. *Mater. Sci. Eng. A168*, 141-148 (1993).
29. R.Z.Valiev , editor. Ultrafinegrained materials prepared by severe plastic deformation: Special issue. *Annales de Chimie, Sci Mater* 1996; 21:369.
30. Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto and T.G. Langdon. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials. *Scripta Materialia* Vol. 35 No. 2 143-146 (1996).
31. Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto and T.G. Langdon. An investigation of microstructural evolution during equal-channel angular pressing. *Acta Mater.* Vol. 45, No. 11 4733-4741 (1997).
32. K. Furuno, H. Akamatsu, K. Oh-ishi, M. Furukawa, Z, Horita and T.G. Langdon. Microstructural development in equal channel angular pressing using a 60° die. *Acta Materialia* Vol. 52 2497-2507 (2004).
33. Nakashima, K., Horita, Z., Nemoto, M., and Langdon, T. G., "Development of a multi-pass facility for equal-channel angular pressing

- to high total strains," *Materials Science and Engineering A* Vol. 281, No. 1-2, 82-87 (2000).
34. S. Lee and T.G. Langdon. *Mater Res Soc Symp Proc*, 601, 359 (2000).
 35. M. Furukawa, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, The shear characteristics associated with equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, vol 257, No. 2 328-332 (1998).
 36. M. Furukawa, Z. Horita and T.G. Langdon. Factors influencing the shear patterns in equal-channel angular pressing. *Materials science and Engineering: A*, Vol 332, No. 1-2, 97-109 (2002) *Sci Eng A332*, 97 (2002).
 37. Severe Plastic Deformation toward bulk productions of nanostructured materials. Editor: Burhanettin S, Altan, Nova Science Publishers, Inc., New York, 2006.
 38. Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon. Factor influencing the equilibrium grain size in equal-channel angular pressing: role of Mg additions to aluminum. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 29A 2503-2510 (1998).
 39. M. Furukawa, A. Utsunomiya, K. Matsubara, Z. Horita, T.G. Langdon. Influence of magnesium on grain refinement and ductility in a dilute Al-Sc alloys. *Acta Materialia* 49, 3829-3828 (2001).
 40. V. I. Kopylov and V. N. Chuvil`deev, The limit of grain refinement during ECAP deformation. Editor: Burhanettin S. Altan, Nova Science Publishers, Inc., pp. 37-58 (2006).
 41. Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto and T.G. Langdon. The process of grain refinement in equal-channel angular pressing. *Acta Materialia*, Vol. 46, No. 9 3317-3331 (1998).
 42. K. Oh-ishi, Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, T.G. Langdon. Optimizing the rotation conditions for grain refinement in equal-channel angular pressing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 29A 2011-2013 (1998).

43. G. Sakai, Z. Horita and T.G. Langdon. An Evaluation of superplastic anisotropy after processing by equal-channel angular pressing. *Materials Transactions*, Vol. 45, No. 10 3079-3081 (2004).
44. S.C. Wang, M. J. Starink, N. Gao, X.G. Qiao, C. Xu and T.G. Langdon. Texture evolution by Shear on two planes during ECAP of a high-strength aluminum alloy. *Acta Materialia* 56 3800-3809 (2008).
45. S. Li, Comments on "Texture evolution by shear on two planes during ECAP of a high-strength aluminum alloy". *Scripta Materialia* 60 356-358 (2009).
46. A. Gholinia, P. Bate and P.B. Prangnell. Modelling texture development during equal channel angular extrusion of aluminium. *Acta Materialia* 50 2121-2136 (2002).
47. J.W. Signorelli, P.A. Turner, V. Sordi, M. Ferrante, E.A. Vieira and R.E. Bolmaro. Computational modeling of texture and microstructure evolution in Al alloys deformed by ECAE, *Scripta Materialia* 55 1099-1102 (2006)
48. S. Suwas, R. A. Massion, L.S. Tóth, J.J. Fundenberger and B. Beausir. Evolution of texture during equal channel angular extrusion of commercially pure aluminum: Experiments and simulations. *Materials Science and Engineering A* 520, 134-146 (2009).
49. M. Cabibbo, E. Evangelista y C. Scalabroni. EBSD FEG-SEM, TEM and XRD techniques applied to grain study of a commercially pure 1200 aluminum subjected to equal-channel angular-pressing. *Micron* 36 401-414 (2006).
50. M. Kuroda y V. Tvergaard. Effects of texture on shear band formation in plane strain tension/compression and bending. *International Journal of Plasticity* 23 244-272 (2007).
51. M.V. Markushev and A. Vinogradov, Room temperature mechanical properties of submicrocrystalline commercial aluminum alloys processed by severe plastic deformation. Editor: Burhanettin S. Altan, Nova Science Publishers, Inc., pp. 233-247 (2006).

52. H.J. Roven, H. Nesboe, J.C. Werenshiold and T. Seibert, Mechanical properties of aluminium alloys processed by SPD: Comparison of different alloy systems and possible product areas, *Materials Science and Engineering A* 410-411,426-429 (2005)
53. Z. Horita, T. Fujinami, M. Nemoto and T.G. Langdon. Equal-channel angular pressing of commercial aluminum alloys: grain refinement, thermal stability and tensile properties. *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 31 691-701 (2000). 48-51
54. Y.T. Zhu and T.G. Langdon. Materials Processed by severe Plastic deformation. *JOM* 56 (10) 58-63 (2004)
55. Höpel HW, May J, Eisenlohr P, Göken M. *Z Metallkd* 2005;96:566.
56. J. May, H.W. Höpel and M. Göken M., Strain rate sensitivity of ultrafine-grained aluminium processed by severe plastic deformation. *Scripta Materialia* 53 189-194 (2005).
57. Y. Wang, M. Chen, F. Zhou, E. Ma. High tensile ductility in a nanostructured metal. *Nature* 419 912-915 (2002).
58. Park YS, Chung KH, Kim NJ, Lavernia EJ. *Mater Sci Eng* 2004; A374:211.
59. R. Valiev, Nanomaterial advantage. *Nature*, Vol. 419, 887-889 (2002)
60. G. Percek, B.S. Altan, and I. Miskioglu. A novel method for the production of bulk nanostructured materials. Equal-channel angular extrusion (ECAE). Editor: Burhanettin S. Altan, Nova Science Publishers, Inc., pp. 483-507 (2006).
61. T.L. Tsai, P.L. Sun, P.W. Kao and C.P. Chag. Microstructure and tensile properties of a commercial 5052 aluminum alloy processed by equal channel angular extrusion. *Materials Science and Engineering* 144-151 (2003).
62. M. Saravanan, R.M. Pillai, B.C. Pai, M. Brahmakumar and K.R. Ravi. Equal channel angular pressing of pure aluminium-an analysis. *Bull. Mater. Sci.*, Vol. 29, No. 7 679-684 (2006).

63. M. Saravanan, R.M. Pillai, K.R. Ravi, B.C. Pai, M. Brahmakumar. Development of ultrafine grain aluminium-graphite metal matrix composite by equal channel angular pressing. *Composites Sciences and Technology*, Vol. 67, 1275-1279 (2007).
64. P. Venkatachalam, S. Ramesh Kumar, B. Ravisanker, V. Thomas Paul and M. Vijayalakshmi, Effect of processing routes on microstructure and mechanical properties of 2014 Al alloy processed by equal channel angular pressing. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, Vol. 20, 1822-1828 (2010)
65. T. Hanlon, Y.N. Kwon and S. Suresh. Grain size effect on the fatigue response of nanocrystalline metals. *Scripta Materialia* 49 675-680 (2003).
66. S.R. Agnew, A. Yu. Vinogradov, S. Hashimoto and J.R. Weertman. Overview of fatigue performance of Cu processed by severe plastic deformation. *Journal of Electronic Materials*, Vol. 28, No. 9 1038-1044 (1999).
67. H.W. Höppel, M. Kautz, C. Xu, M. Murashkin, T.G. Langdon, R-Z. Valiev and H. Mughrabi, An overview: Fatigue behavior of ultrafine-grained metals and alloys. *International Journal of fatigue* 28 1001-1010 (2006)
68. C. Xu, M. Furukawa, Z. Horita and T. G. Langdon. Severe plastic deformation as processing tool for developing superplastic metals. *Journal of Alloys and Compounds* 378, 27-34 (2004).
69. R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev and I.P. Semenova. Superplasticity in nanostructured material: New challenges. *Materials Science and Engineering A* 463 2-7 (2007).
70. J. Markmann, P. Bunzel, H. Rosner, K.W. Liu, K.A. Padmanabhan, R. Birringer, et al. . Microstructure evolution during rolling of inert-gas condensed palladium, *Scripta Materialia* 49 637-644 (2003).
71. R.Z. Valiev, E.V. Kozlov, Yu.F. Ivanov, J. Lian, A.A. Nazarov, B. Baudelet. *Acta Metall Mater* 42 2467 (1994)
72. A. Vinogradov, S. Hashimoto, V. Patlan, K. Kitagawa. *Mater Sci Eng* A319–321 862 (2001).

73. Y. Huang and T.G. Langdon. Using atomic force microscopy to evaluate the development of mesoscopic shear planes in materials processed by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering A* 358 114-121 (2003).
74. H. Hahn y K .Padmanabhan. *Philos Mag B* 71 1652 (1997).
75. N.Q. Chinh , P. Szommer , Z. Horita, T.G. Langdon. *Adv Mater* 18-34 (2006).
76. Y.R. Kolobov, G.P. Grabovetskaya, M.B. Ivanov, A.P. Zhilyaev and R.Z. Valiev. Grain boundary diffusion characteristics of nanostructured nickel. *Scripta Mater.* 44 873-878 (2001).
77. R. Würschum, S. Herth and U. Brossman Diffusion in nanocrystalline metals and alloys A status Report. *Advanced Engineering Mayerials*, Vol. 5, No. 5 366-372 (2003).
78. S.X. McFadden, R.S. Mishra, R.Z. Valiev, A.P. Zhilyaev and A.K. Mukherjee. Low-temperature superplasticity in nanostructured nickel and metal alloys. *Nature*, Vol. 398, 684-686 (1999).
79. K. Oh-ishi, Z. Horita, D.J. Smith y T.G. jangdon. *J. mater. Res.* 16, 583 (2001).
80. A. A. Nazarov, Modeling of grain boundary structure in nanostructured materials. Editor: Burhanettin S. Altan, Nova Science Publishers, Inc., pp. 59-72 (2006).
81. M.A. Meyers, V.F. Nesterenko, J. C. La Salvia and Q. Xue, Shear localization in dynamic deformation of materials: microstructural evolution and self-organization, *Materials Science and Engineering A* 317 204-225 (2001).
82. M.A. Meyers, A. Mishra, D.J. Benson, Mechanical properties of nanocrystalline materials, *Progress in Materials Science* 51 427-556 (2006)
83. D.A. Hughes and N. Hansen, High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. *Acta Materialia*, Vol 45 , No. 9, 3871-3886 (1997).

84. P.L. Sun, P.W. Kao and C.P. Chang. High angle boundary formation by grain subdivision in equal channel angular extrusion, *Scripta Materialia* Vol 51 565-570 (2004).
85. M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto and T.G. Langdon, The use of severe deformation for microstructural control, *Materials Science and Engineering A* 324 82-89 (2002).
86. V. Segal, *Processing mechanics and Structure formation during SPD. Severe Plastic Deformation.* Nova Science Publishers Inc., New York (2006), pp. 3-22.
87. C.Y. Yu. P.L. Sun, P.W. Kao and C.P. Chang, Mechanical properties of submicron-grained aluminum. *Scripta Materialia* 52 359-363 (2005).
88. J. A. Hines, K. S. Vecchio and S. Ahzi, A model for microstructure evolution in adiabatic shear bands, *Metallurgical and Materials Transactions A.*, Vol 29A, 191-203 (1998).
89. S. Ferrase, V.M. Segal, K.T. Hardwig, and R.E. Goforth, Microstructure and properties of copper and aluminum alloy 3003 heavily worked by equal channel angular extrusion, *Metallurgical and Materials Transactions* 28A 1047-1056 (1997).
90. K. Xu, Russell, A.M., Chumbley, L.S. and Laabs, F.C., A deformation processed Al20%Sn In Situ Composite. *Scripta Materialia* 44 (2001) 935-940
91. O. Hernandez, G. Gonzalez. Microstructural and mechanical behavior of Al-Sn alloys highly deformed. *Mater Charact* 59 (2008) 534-541.
92. G. González, C. Braham, J.L. Lebrun, W. Seiler, Microstructure and texture of Al-Si₂-XSn (x=0,4,8, wt %) alloys processed by ECP. *Materials Science and Engineering.*
93. Zlateva and Z. Martinova. *Microstructure of Metals and Alloys An Atlas of Transmission Electron Microscopy Images.* CRC Press, Taylor & Francis Group. United States of America (2008).
94. M. H. Loreto, *Electron Beam analysis of Materials.* Segunda edición. Chapman & Hall. London. 1994.

95. D. B. Williams y C. B. Carter. Transmission Electron Microscopy A textbook for materials Science. Part 1: Basics. Springer. United States of America (2009).
96. D. B. Williams y C. B. Carter. Transmission Electron Microscopy A textbook for materials Science. Part 2: Diffraction. Springer. United States of America (2009).
97. D. B. Williams y C. B. Carter. Transmission Electron Microscopy A textbook for materials Science. Part 3: Imagen. Springer. United States of America (2009).
98. C. A. Volkert y A.M. Minor. Focused Ion Beam, Microscopy and Micromachining. MRS Bulletin. Volumen 32 389-399 (2007).
99. H. M. Rietveld. Line profiles of neutron power-diffraction peaks for structure refinement. Acta Cryst. 22, 151-152 (1967).
100. H. M. Rietveld. A Profile Refinement Methods for Nuclear and Magnetic Structures. J. Appl. Cryst. 2, 65 (1969).
101. V. P. Pecharsky y P. Y. Zavalij. Fundamentals of Power Diffraction and Structural Characterization of Materials. Springer. United States of America (2009)
102. R. A. Young. The Rietveld Methods. Oxford University press United States of America (1995).
103. R. E. Dinnebier y S. J. L. Billinge. Power Diffraction Theory and Practice. RSCPublishing Union Kindong (2009)
104. R. Guinebretiere. X-ray Diffraction by Polycrystalline Materials. ISTE Ltd. Great Britain and the United States (2007)
105. V. Martínez, J. Marín, S. Ordoñez y C. Aguilar. Evolución del tamaño nanocristalino en aleaciones Cu-Mo por medio de aleado mecánico. Congreso CONAMET/SAM 2004.
106. J. Rodriguez-Carvajal. An Introduction to program Fullprof 2000 (Version July 2001). Laboratoire Léon Brillouin (CEA-CNRS) France.

107. P. Thompson, D.E. Cox and J.B. Hasting. Tietveld Refinement of Dybye-Scherrer Synchrotron X-ray Data from Al_2O_3 . *J. Appl. Cryst.* 20 79-83 (1987).
108. Datos técnicos patrón LaB_6 -NIST.
109. H. Dölle. The Influence of Multiaxial Stress, Stress Gradients and Elastic Anisotropy on the Evaluation of Residual Stresses by X-rays. *J. Appl. Cryst.* 12, 489-501 (1979).
110. I. C. Noyan y J. B. Cohen. *Residual Stress Measurement by Diffraction and Interpretation*. Springer-Verlag, Alemania (1987).
111. A. D. Krawitz. *Introduction to Diffraction in materials science and engineering*. John Wiley & Sons, Inc. Canada y United States of America (2001).
112. B. B. He. *Two-Dimensional X ray Diffraction*. John Wiley & Sons, Inc. Canada y United States of America (2001).
113. G. Requena, G. Garcés, R. Fernandez y M. Schöbel. *Determination of Internal Stresses in Lightweight Metal matrix Composites*. *Neutron Diffraction In Tech*, Croatia (2012).
114. M. Belassel, J. Pineault y M. E. Brauss. *Review of Residual Stress Determination and Exploitation Techniques Using X-ray Diffraction Methods*. *Materials Science Forum Vols. 524-525*, 229-234 (2006)
115. V. Fontanari, F. Frenzo, T. Bortolamedi y P. Scardi. Comparison of the hole-drilling and X-ray diffraction methods for measuring the residual stresses in shot-peened aluminium alloys. *Journal of Strain Analysis for Engineering design* Vol 40 No. 2, 199-209, (2005).
116. C. L. Azances Ricardo, M. D'Incau y P Scardi. *Sub-Surface Residual Stress Gradients: Advances in Laboratory XRD Methods*. *Materials Science Forum Vols. 524-525*, 25-30 (2006)
117. T Fry. *Residual Stress Measurement: XRD Depth Profiling Using Successive Material Removal*. MATC(MN)034, 1-8. NPL Materials Center UK (2002)

118. V. Randle and O. Engler. Introduction to texture analysis macrotexture, microtexture and orientation mapping. Gordon and Breach science publishers The Netherlands (2000).
119. M. F. Ashby and D. R. H. Jones. Materiales para Ingeniería I Introducción a las propiedades, las aplicaciones y el diseño. Editorial Reverté, S.A. España (2008)
120. G. E. Dieter Jr., Metalurgia Mecánica. Aguilar. España (1976).
121. K. P. Menard. Dynamic Mechanical Analysis A practical Introduction. CRC Press, USA 1999.
122. Y.X. Lu, C.S. Lee, R-K-Y- Li y J.K.L. Lai. The effect of cold rolling on the dynamic mechanical responses of SiCp/Al composites. Journal of Materials Processing Technology 91 215-218 (1999)
123. J. Zhang, J. Perez y E.J. Lavernia. Dislocation-induced damping in metal matrix composites. Journal of Materials Sciences 28 835-846 (1993).
124. K.S. Cruz, J. E. Spinelli, I. L. Ferreira, N. Cheung y A. García. Microstructural development in Al-Sn Alloys directionally solidified under transient heat flow conditions. Materials Chemistry and Physics 109, 87-98 (2008)
125. J.M. García-Infanta, S. Swaminathan, F. Carreño, O.A. Ruano y T.R. McNelley. Grain shape and microstructural evolution during equal channel angular pressing. Scripta materialia 58, 17-20 (2008).
126. T. Stuczyński. Metallurgical problems associated with the production of aluminium-tin alloys. Materials & Design, Vol. 18, No. 4/6, 1997, 369-372
127. G. Zlateva and Z. Martinova. Microstructure of Metals and Alloys An Atlas of Transmission Electron Microscopy Images. CRC Press, Taylor & Francis Group. United States of America (2008).
128. N. A. Koneva, Internal Long-Range Stress Fields in Ultrafine Grained materials. Processing mechanics and Structure formation during SPD. Severe Plastic Deformation. Nova Science Publishers Inc., New York, pp. 249-274. (2006).

129. W. Wei, K.X. Wei y G.J. Fan. A new constitutive equation strain hardening and softening of fcc metals during severe plastic deformation. *Acta Materialia* 56, 4771-4779 (2008).
130. J. A. Wert, X. Huang, G. Winter, W. Pantleon y H. F. Poulsen. Wert Revealing deformation microstructures. *Materials today* Vol. 10 No. 9, 24-32 (2007)
131. A. Yamashita, D. Yamaguchi, Z. Horita y L.G. Langdon. *Mater. Sci. Eng. A* 287, 100 (2000)
132. White metal bearing alloys (known commercially as "Babbitt metal"). ASTM B23-94 (2000) Volume 02.04, Issued June 2000
133. P. Leo, E. Cerri, P. P. De Marco y H. J. Roven. Properties and deformation behaviours of severe plastic deformed aluminium alloys. *Journal of Materials Processing Technology*. 182, 207-214, (2007).
134. P. Leo, E. Cerri, H. McQueen y P. P. De marco. Analysis of hardness maps on aluminium alloy processed by ECAP. *Materials Science Forum*. Vol. 519-521, 1415-1420 (2006).
135. U. Trdan, J. Grum y M. R. Hill. Generation of residual stresses and improvement of surface integrity characteristics by Laser Shock processing. *Materials Science Forum*. Vol. 681 480-485 (2011).
136. L. Tarkowski. J. Bonarski y I. Alexandrov. Planar irregularities of texture and stress field detected by X ray diffraction technique. *Archives of metallurgy and materials*. Vol. 53, 243-246 (2008).
137. M. Mahmodi, M. Sedighi and D.A. Tanner. Investigation of through thickness residual stress distribution in equal channel angular rolled Al 5083 alloy by layer removal technique. *Materials and Design* 40 516-520 (2012)
138. L. Lefebvre, M. Francois, J. Cacot, C. Hemery, P. Le-bec, et. al., External reference samples for residual stress analysis by X-ray diffraction. *Materials Science Forum*. Vol. 681 215-222 (2011).
139. N. Hfaiedh, P. Peyre, I. Popa, V. Vignal, W. Seiler y V. Ji, Experimental and numerical analysis of the distribution of residual stresses induced by

laser shock peening in a 2050-T8 aluminium alloy. *Materials Science Forum*. Vol. 681 296-302 (2011).

140. Y. Akiniwa, H. Kimura y T. Sasaki. Effect of residual stresses on fatigue strength of severely surface deformed steels by shot peening. *JCPDS-International Centre for Diffraction Data*, 493-500 (2009).

ANEXO 1

A1. Aspectos adicionales de interés del proceso de ECAP

A1.1 Sistemas de deslizamiento - rutas A, B_A y B_C.

La ruta B_C es aparentemente redundante, debido a que el deslizamiento en el primer paso es cancelado en el tercero y el deslizamiento del segundo paso se cancela por el cuarto paso. Por contraste las rutas A y B_A no son procesos de deformación redundante. Y hay dos planos de corte separados que se interceptan a un ángulo de 90° en la ruta A y hay 4 que se interceptan a 120° en la ruta B_A.

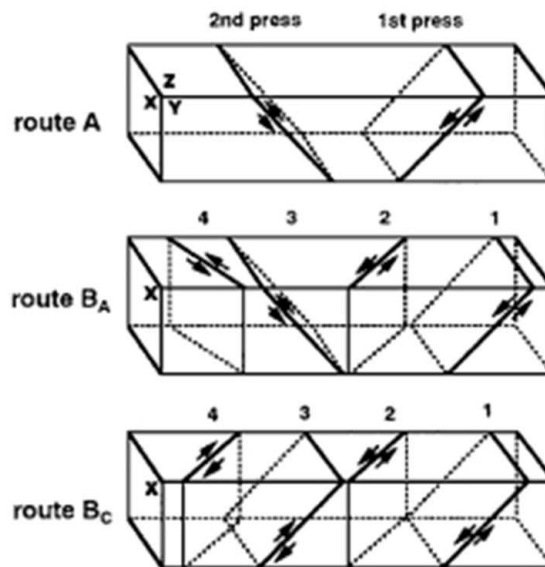


Figura A1.1 Sistemas de deslizamiento generados por las rutas A, B_A y B_C de ECAP [3].

En la figura A1.2 se observan las distorsiones macroscópicas introducidas hasta un máximo de 8 pasos de ECAP, en un hipotético elemento cúbico constituido por los planos ortogonales X, Y y Z. Para la la ruta B_C, el cubo se restaura cada 4 pasos, mientras que las distorsiones se vuelven más

acuciantes y complejas en las rutas A y B_A. No se observa aparente deformaciones en el elemento cúbico del plano Z cuando se usa la ruta A.

Route	Plane	Number of pressings								
		0	1	2	3	4	5	6	7	8
A	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Z	□	□	□	□	□	□	□	□	□
B _A	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Z	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
B _C	X	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Y	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭
	Z	□	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭	▭

Figura A1.2 Distorsiones macroscópicas en un hipotético elemento cúbico constituido por los planos ortogonales generados por las rutas de ECAP [3].

A1.2 Patrones de deformación a corte asociados al ECAP para las rutas A, B_A y B_C

El efecto del ECAP sobre los patrones de deformación a corte sobre cada plano ortogonal para las rutas A, B_A y B_C de ECAP se presenta en la figura A1.3, para un proceso de ECAP convencional, usando un Φ de 90° con rotación alrededor del eje X.

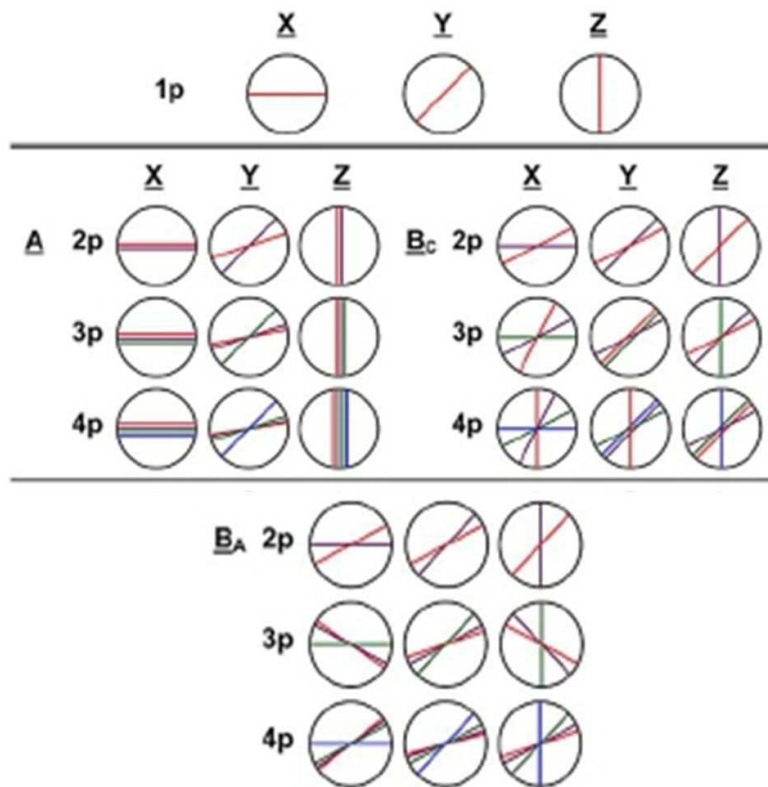


Figura A1.3 Patrones de deformación a corte sobre cada plano ortogonal para las rutas A, B_A y B_C de ECAP [3].

La línea superior muestra los deslizamientos visibles sobre los plano X, Y y Z después de 1 paso (1p) y las restantes muestran el patrón para las rutas A, B_A y B_C, después de 2 (2p), 3 (3p) y 4 (4p) pasos, respectivamente; las líneas de color son un código de colores de tal forma que el color rojo, morado, verde y azul corresponden al primer, segundo, tercero y cuarto paso, respectivamente. Se observa una considerable variación en el rango total angular del deslizamiento en un plano dado.

ANEXO 2

A2. Aspectos adicionales de la metodología

A2.1 Componentes del equipo de ECAP



(a)

(b)

Figura A2.1 (a) Grúa para la colocación de la camisa protectora al dado de extrusión y (b) dado y camisa armados ya integrado y colocado en la base de la prensa, punzón, porta punzón y prensa hidráulica.

Durante el proceso de ECAP se utilizan 3 soportes metálicos de forma cilíndrica que se colocan a presión entre la camisa protectora (del dado), y la base superior de la prensa (ver figuras A2.1b, A2.2a y A2.2b, apéndice A2.1), para evitar movimientos con respecto a la dirección vertical. En la base de la prensa, donde se coloca la camisa protectora (y el dado), se colocan 3 soportes rectangulares atornillados a la base, para evitar movimientos laterales (ver figura A2.1b apéndice A2). Todos los soportes se colocan y ajustan luego de efectuar la alineación del punzón con el canal de extrusión

del dado. Los soportes limitan la movilidad del sistema durante el proceso de extrusión y ayudan a preservar la integridad de los componentes.



Figura A2.2 (a) Dado previo al proceso de extrusión, (b) final de proceso de extrusión y (c) salida de muestra



Figura A2.3 (a) Sistema con resistencia para ensayo a 105 °C (b) sistema en operación a 105 °C

ANEXO A3

A3.1 Información complementaria de la técnica Rietveld

A3.1.1 Criterios de ajuste para el refinamiento

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

a) El residuo del patrón pesado (R_{wp}). Este criterio muestra el progreso del refinamiento, ya que el numerador contiene la función residuo que esta siendo minimizada durante el refinamiento Rietveld. El residuo del patrón pesado se calcula de la siguiente manera:

$$R_{wp} = [(\sum w_i (y_{i(obs)} - y_{i(cal)})^2) / (\sum w_i (y_{i(obs)})^2)]^{1/2}$$

Donde:

$y_{i(obs)}$ es la intensidad observada en el paso i

$y_{i(cal)}$ es la intensidad calculada en el punto i

w_i es el peso asignado.

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

$$R_{exp} = [(N-P)^2 / (\sum w_i (y_{i(obs)})^2)]^{1/2}$$

Donde

N es el número de datos observados

P el número de parámetros a refinar.

w_i es el peso asignado

$y_{i(\text{obs})}$ es la intensidad observada en el paso i

c) El ajuste de “bondad” (χ^2). Si el tiempo de toma de los datos fue suficientemente grande, no dominarán los errores estadísticos, R_{exp} podría ser muy pequeña y la χ^2 para una estructura cristalina refinada podría ser mayor que 1. Si los datos son obtenidos pobremente, R_{exp} podría ser grande y χ^2 podría ser menor que 1, el valor de χ^2 debe estar entre 1 a 1,3.

El ajuste de “bondad” se define como

$$\chi^2 = R_{\text{wp}} / R_{\text{exp}}$$

Donde:

R_{wp} es el residuo del patrón pesado

R_{exp} es el residuo del valor esperado

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

$$R_B = \sum |y_{k(\text{obs})} - y_{k(\text{cal})}| / \sum y_{k(\text{obs})}$$

Donde:

$y_{k(\text{obs})}$ es la intensidad observada de la k-ésima reflexión

$y_{k(\text{cal})}$ es la intensidad calculada de la k-ésima reflexión

Los valores del residuo, ya sea R_{wp} , R_{exp} , χ^2 o R_B son indicadores útiles para la evaluación de un refinamiento, especialmente en el caso de pequeños mejoramientos en el modelo, pero no debe de ser sobre interpretado.

ANEXO 4

A4.1 Información adicional de esfuerzos residuales

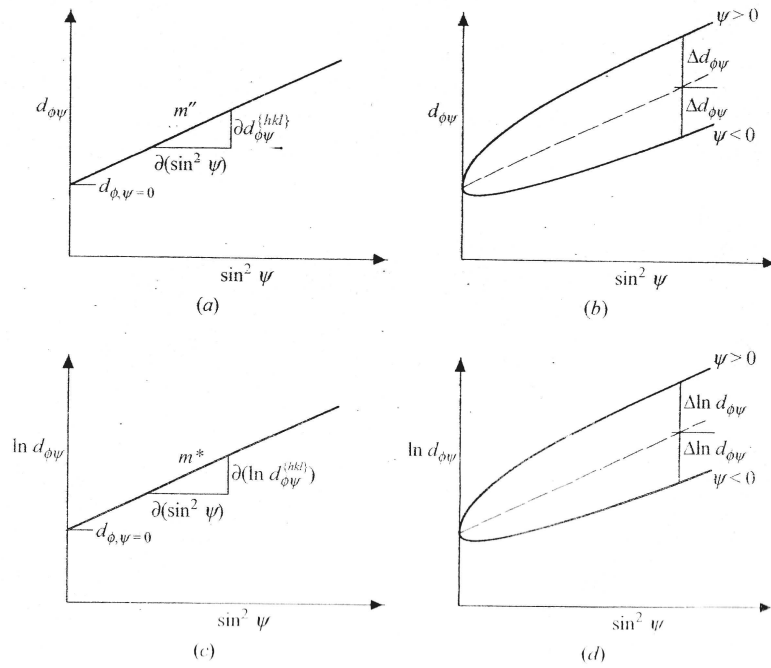


Figura A4.1 Formas del gráfico $\epsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} - \text{sen}^2\psi$.

Idealmente el gráfico $\epsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} - \text{sen}^2\psi$ debe ser una línea recta, tal como se describe en la figura A4.1a, pero si el estado de esfuerzo biaxial ($\sigma_{33} = 0$) incluye esfuerzos de corte, entonces hay desviaciones, entonces el gráfico adopta la forma de de la figura A4.1b. Las desviaciones de la relación lineal pueden ser positivas o negativas dependiendo del signo del ángulo de inclinación. Por lo tanto, también se refiere a desdoblamiento o escisión de ψ . Entonces τ_{ϕ} puede ser medido a partir de $\epsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}}$ con valores ψ^+ y de ψ^- . Se sustrae la ecuación x para ψ^+ y ψ^- , y asumiendo que el $\text{sen } 2\psi^+ = -\text{sen } 2\psi^-$, con lo cual obtenemos

$$\Delta\epsilon_{\phi\psi} = (\epsilon_{\phi\psi^+}^{\{hkl\}} - \epsilon_{\phi\psi^-}^{\{hkl\}}) / 2 = [(1/2)S_2^{\{hkl\}} \tau_{\phi} (\text{sen}2\psi^+ - \text{sen}2\psi^-)] / 2$$

$$\Delta\epsilon_{\phi\psi} = (1/2)S_2^{\{hkl\}} \tau_{\phi} (\text{sen}2\psi^+)$$

En donde se puede observar una relación lineal $\Delta\epsilon_{\phi\psi}$ y $\text{sen}2\psi^+$, cuya pendiente nos permite τ_{ϕ} ,

$$\tau_{\phi} = \frac{\partial(\Delta\epsilon_{\phi\psi})}{\partial(\text{sen}2\psi^+)} = m / (1/2)S_2^{\{hkl\}}$$

El gráfico se presenta en la figura A4.1c. El valor de $\text{sen}2\psi^+$ alcanza un máximo a $\psi^+ = 45^\circ$. Los componentes de τ_{ϕ} , σ_{13} y σ_{23} , puede ser determinado midiendo $\Phi = 0^\circ$ y $\Phi = 90^\circ$, respectivamente.

El gráfico $\epsilon_{\phi\psi}^{\{hkl\}} - \text{sen}^2\psi$. Puede desviarse de la línea recta, debido a otras razones, tales como, texturas, gradiente de esfuerzos, o gradiente de composición, con lo cual el gráfico presenta formas como las descritas en la figura A4.1d.

ANEXO A5

A5.1 Datos complementarios de los resultados

Tabla A5.1 Mediciones de microdureza Vickers para muestras procesadas por ECAP con $\Phi=110^\circ$.

Medición	Medición de Microdureza Vickers, Hv					
	Pasos de ECAP a $\Phi=110^\circ$					
	0	1	2	3	4	5
1	23.0	38.0	44.0	42.0	46.4	46.0
2	23.0	38.9	45.0	41.0	45.0	46.0
3	23.9	39.2	43.9	41.0	46.0	46.0
4	24.0	38.0	43.9	42.6	45.3	47.0
5	24.0	38.0	46.0	43.9	46.4	48.0
6	25.0	37.8	45.0	42.0	45.3	48.0
7	23.9	40.7	43.0	42.0	45.3	48.0
8	23.6	39.5	43.9	42.3	45.0	48.0
9	23.0	36.8	42.6	42.6	44.0	49.0
10	24.5	38.0	42.9	41.6	44.2	47.0
11	23.0	40.0	44.9	43.0	45.0	46.0
12	25.0	39.5	43.6	43.0	44.0	47.0
Promedio	23.8	38.7	44.1	42.2	45.1	47.2
Desviación estándar	0.7	1.1	1.0	0.8	0.8	1.0
Incremento porcentual en la Dureza (%)	-	62.4	84.8	77.2	89.4	97.9

Tabla A5.2 Mediciones de microdureza Vickers para muestras procesadas por ECAP con $\Phi=120^\circ$.

Medición	Medición de Microdureza Vickers, Hv					
	Pasos de ECAP a $\Phi=120^\circ$					
	0	1	2	3	4	5
1	19.8	37.1	38.6	42.9	43.8	45.8
2	20.1	37.8	39.4	42.0	42.9	46.8
3	20.1	37.1	39.4	41.1	42.9	45.8
4	20.1	37.1	39.4	42.9	42.9	45.8
5	19.5	37.8	38.6	42.9	43.8	44.8
6	19.5	37.1	37.8	43.8	43.8	47.9
7	20.4	35.6	37.8	44.8	43.8	46.8
8	20.4	37.1	38.6	43.8	43.8	45.8
9	19.8	36.4	38.6	43.8	44.8	45.8
10	20.1	35.6	39.4	44.8	43.8	47.9
11	20.7	37.1	39.4	42.9	43.8	45.8
12	20.4	36.4	39.4	42.9	42.9	45.8
Promedio	20.0	36.9	38.9	43.2	43.6	46.2
Desviación estándar	0.3	0.7	0.6	1.0	0.6	0.9
Incremento porcentual en la	-	84.0	94.1	115.7	117.6	130.8

Tabla A5.3 Datos de indexación de los patrones de difracción (PD) de las muestras procesadas a 0, 1, 3, 4 y 5 pasos de ECAP, determinados con el programa CARINE.

1. Muestra de 0 pasos por ECAP L= 40 cm y diafragma medio (4 μm)			
Distancias de planos (cm)	Ángulo entre planos (°)	Índices propuestos	Eje de zona
D1=0.5686	70.4987	(1-11) y (1-1-1)	[110]
D2= 0.5611			
2. Muestra de 1 paso por ECAP L= 40 cm y diafragma medio (4 μm)			
D1=0.5583	67.3548	(1-11) y (1-1-1)	[110]
D2= 0.5619			
3. Muestra de 3 pasos por ECAP L= 40 cm y diafragma medio (4 μm)			
D1=0.5760	67.3548	(1-11) y (1-1-1)	[110]
D2= 0.5664			
4. Muestra de 4 pasos por ECAP L= 50 cm y diafragma medio (4 μm)			
D1=0.7289	54.0654	(11-1) y (200)	[011]
D2=0.8210			
5. Muestra de 5 pasos por ECAP L= 50 cm y diafragma medio (4 μm)			
D1=0.8760	-	(200) y (111)	[01-1]
D2= 0.8664			

Tabla A5.4 Límite de cedencia, resistencia a la tracción y elongación para 0, 1 y 5 pasos de ECAP.

Propiedad	Pasos de ECAP		
	0	1	5
Límite de cedencia, σ_y, MPa			
Ensayo 1	48	113	131
Ensayo 2	47	111	132
Ensayo 3	46	114	129
Promedio	47	112	130
Desviación estándar	1	2	1
Incremento porcentual, %	-	139	177
Resistencia a la tracción, UTS, MPa			
Ensayo 1	80	122	136
Ensayo 2	84	130	143
Ensayo 3	83	126	143
Promedio	82	126	141
Desviación estándar	2	4	4
Incremento porcentual, %		53	71
Elongación a falla, %			
Ensayo 1	33	13	16
Ensayo 2	32	12	16
Ensayo 3	34	11	14
Promedio	33	12	15
Desviación estándar	1	1	1