



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

FACULTAD DE INGENIERÍA

**MODIFICACIÓN ESTRUCTURAL POR CONTACTO DESLIZANTE EN
MATERIALES DÚCTILES: EFECTOS DE COMPOSICIÓN Y DUCTILIDAD**

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

**PRESENTA:
CARLOS GABRIEL FIGUEROA ALCÁNTARA**

**TUTOR PRINCIPAL:
DR. RAFAEL SCHOUWENAARS
FACULTAD DE INGENIERÍA, UNAM**

COMITÉ TUTOR:

**DR. VÍCTOR HUGO JACOBO ARMENDÁRIZ
FACULTAD DE INGENIERÍA, UNAM**

**DR. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ REYES
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES, UNAM**

CIUDAD DE MÉXICO, 2016



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

Agradecimientos

Agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, que a través del programa de becas nacionales y becas mixtas me apoyó durante mis estudios de doctorado, otorgándome la beca 234606.

A la Coordinación de Estudios de Posgrado de la Universidad Nacional Autónoma de México, que mediante el Programa de Apoyo a Estudios de Posgrado (PAEP) otorgó recursos financieros para la asistencia a congresos y compra de consumibles relacionados con mi proyecto doctoral.

Al Department of Materials Science and Engineering de la Universidad de Gante, por el espacio e infraestructura facilitados para la presente investigación.

A la Universidad Nacional Autónoma de México, de manera particular a la Facultad de Ingeniería, porque gracias a ella me he podido desarrollar mucho más allá del ámbito académico.

Agradezco los apoyos brindados mediante los proyectos DGAPA IN114215, "Simulación física y numérica del contacto entre superficies con rugosidad aleatoria" y CONACYT-SEP 148061: "Compatibilidad tribológica: micromecánica y termodinámica".

De manera muy especial agradezco al Dr. Víctor Hugo Jacobo Armendáriz y al Dr. José Gonzalo González Reyes por formar parte de mi comité tutorial, así como por sus consejos y observaciones.

A los miembros de mi sínodo: Dr. Armando Ortiz Prado, Dr. Omar Novelo Peralta, Dr. Dariusz Szwedowicz Wasik y Dr. Jacinto Cortés Pérez; por sus valiosas observaciones y aportaciones.

Al personal de la Unidad de Investigación y Asistencia Técnica en Materiales, de manera muy especial al Dr. Armando Ortiz Prado; por todo el apoyo brindado a lo largo de estos años y por la gran labor formadora que realizan en nuestra Universidad.

A los profesores: Dr. Leo Kestens y Dr. Roumen Petrov de la Universidad de Gante por compartir desinteresadamente sus amplios conocimientos.

Finalmente y de manera muy especial, agradezco a mi tutor principal, Dr. Rafael Schouwenaars; por haber despertado en mí el interés por la investigación científica y por mostrarme un modo diferente de ver la ingeniería.

Dedicatoria

Dedico el presente trabajo a mi familia:

A mi madre María Alcántara, a quien recuerdo día con día desde hace once años que dejó de estar físicamente con nosotros

A mi papá por siempre buscar la mejor manera de apoyarme

A Héctor y Hugo por ser un ejemplo a seguir

A Ana, Elena y Rosita por hacerme sonreír día con día

A todas las personas que de alguna u otra manera han estado conmigo

Índice

1	Introducción	17
1.1	Esquema general del desarrollo de la tesis	19
1.2	Objetivos	20
2	Antecedentes	21
2.1	Conceptos particulares de tribología	21
2.1.1	Compatibilidad tribológica	21
2.1.2	Tribocapas	24
2.2	Superficies en sólidos	26
2.2.1	Energía de superficie	26
2.2.2	Adhesión	27
2.2.3	Rugosidad de una superficie	29
2.2.4	Parámetros de medición de rugosidad	30
2.3	Teoría de contacto de Hertz	33
2.4	Modelo de Greenwood-Williamson	36
2.5	Plasticidad	37
2.5.1	Plasticidad de un medio continuo	38
2.5.2	Plasticidad cristalina	40
2.5.3	Plasticidad en materiales policristalinos	43
2.6	Endurecimiento por deformación	44
2.6.1	Energía almacenada durante la deformación plástica	44
2.7	Orientación de límites de grano	46
2.8	Orientación cristalográfica	47
2.8.1	Sistemas de referencia de la muestra y del cristal	47
2.8.2	La matriz de orientación	48
2.9	Descripción de datos de difracción de electrones retrodispersados (EBSD)	49
2.9.1	Mapas de figura de polo inversa (IPFM)	50

2.9.2 Función de distribución de orientaciones (ODF)	50
2.10 Deformación plástica severa	54
2.11 Materiales con estructura ultrafina y nanoestructurados	58
3 Diseño experimental, materiales y técnicas de caracterización	60
3.1 Tribometría coaxial	60
3.1.1 Descripción del tribómetro coaxial	61
3.1.2 Descripción del ensayo de tribometría coaxial	63
3.1.3 Ventajas del ensayo de tribometría coaxial	65
3.2 Materiales	66
3.2.1 Selección de los materiales	66
3.2.2 Obtención y procesamiento de los materiales previo al ensayo de tribometría coaxial	68
3.3. Caracterización de los materiales	70
3.3.1 Medición de masa	70
3.3.2 Medición de diámetros de huellas	70
3.3.3 Medición de rugosidad	71
3.3.4 Microscopia electrónica de barrido	73
3.3.5 Microscopia de fuerza atómica	74
3.3.6 Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)	77
4 Comportamiento tribológico y modificación estructural en materiales base aluminio	81
4.1 Tribometría coaxial en materiales base aluminio	81
4.2 Medición de masa en materiales base aluminio	82
4.3 Diámetro de huellas de desgaste en materiales base aluminio	84
4.4 Modificación superficial en materiales base aluminio	85
4.4.1 Medición de rugosidad en materiales base aluminio	85
4.4.2 Observación de las superficies de materiales base aluminio mediante microscopia electrónica de barrido	87

4.4.3 Microscopia de fuerza atómica (AFM) en superficies de materiales base aluminio	92
4.5 Tribocapas en la aleación SAE783	96
4.6 Discusión sobre materiales base aluminio	99
4.6.1 Efectos del tratamiento térmico en el comportamiento tribológico	99
4.6.2 Efectos de la composición en el comportamiento tribológico	101
4.6.3 Efecto y formación de tribocapas	102
4.6.4 Mecanismo de desgaste adhesivo	104
4.6.5 Patrones obtenidos mediante AFM	104
5 Comportamiento tribológico y modificación estructural en Cu C11000	106
5.1 Tribometría coaxial en Cu C11000	106
5.2 Cambio de masa en Cu C11000	106
5.3 Diámetro de huellas en Cu C11000	108
5.4 Modificación en las superficies desgastadas de Cu C11000	109
5.4.1 Medición de rugosidad en Cu C11000	109
5.4.2 Observación de las superficies de Cu C11000 mediante SEM	111
5.4.3 AFM en superficies de Cu C11000	113
5.5 Modificación de la microestructura en Cu C11000	116
5.5.1 Microestructura de Cu C11000 antes del ensayo de tribometría coaxial	117
5.5.2 Microestructura de Cu C11000 después del ensayo de tribometría coaxial	121
5.6 Evolución de textura a lo largo de la sección transversal	129
5.7 Discusión sobre Cu C11000	132
5.7.1 Comportamiento tribológico y mecanismo de desgaste	132
5.7.2 Relación entre dureza, ductilidad y resistencia al desgaste	133
5.7.3 Análisis microestructural en Cu C11000	134
5.7.4 Análisis de la modificación de textura en Cu C11000	136

6 Síntesis y conclusiones	139
6.1 Tribometría coaxial	139
6.2 Relación entre tamaño de huella, rugosidad y torque	140
6.3 Evolución de microestructura y textura	141
6.4 Tribometría coaxial como método de SPD	142
7 Referencias	143
Anexo. Lista de trabajos publicados durante el doctorado	152

Índice de figuras

Figura 2.1. Tabla que Rabinowicz tomó como base para establecer la relación entre compatibilidad tribológica y compatibilidad metalúrgica	23
Figura 2.2. Esquema de la auto-afinidad presente en superficies rugosas	30
Figura 2.3. Esquema de un perfil de rugosidad	30
Figura 2.4. Ilustración esquemática de una superficie rugosa	33
Figura 2.5. Geometría a partir de la cual se genera el modelo de Hertz para contacto sobre un punto	34
Figura 2.6. Esquema de la geometría de contacto entre superficies nominalmente planas	36
Figura 2.7. Representación del lugar geométrico de la cedencia en el espacio definido por los esfuerzos principales	40
Figura 2.8. Descripción gráfica de la geometría del deslizamiento en un monocristal	41
Figura 2.9. Variables que definen un límite de grano	46
Figura 2.10. Relación entre el sistema coordenado asociado a la muestra de un producto laminado	48
Figura 2.11. Representación de orientaciones en los IPFM	50
Figura 2.12. Secciones de cada 5° en $\phi 2$ de ODF correspondiente Cu laminado en frío	53
Figura 2.13. Principales métodos de deformación plástica severa	57
Figura 2.14. Esquema de la técnica SMAT	58
Figura 3.1. Esquema del sistema de aplicación de carga del tribómetro coaxial	61
Figura 3.2. Ensamble final del tribómetro coaxial	62
Figura 3.3. Esquema de la geometría y dimensiones del perno utilizado durante los ensayos tribológicos y fotografía de la zona de contacto del tribómetro coaxial	63
Figura 3.4. Esquema de las fuerzas involucradas en el ensayo de tribometría coaxial	64
Figura 3.5. Distribución de la presión de contacto durante el ensayo de tribometría coaxial	65
Figura 3.6. Esquema de las direcciones de medición de diámetros	71
Figura 3.7. Esquema del principio de funcionamiento de la técnica de cromática confocal	72

Figura 3.8. Esquema de la sección transversal obtenida mediante preparación metalográfica	73
Figura 3.9. Esquema de la zona de interacción entre punta y muestra en un AFM	75
Figura 3.10. Esquema de la configuración física del AFM	76
Figura 3.11. Patrón de Kikuchi obtenido de una superficie de cadmio utilizando un voltaje de aceleración de 20 kV y una cámara analógica	77
Figura 3.12. Esquema de la configuración interna en un sistema de obtención de patrones de electrones retrodispersados	78
Figura 3.13. Formación de EBSP	79
Figura 4.1. Señales de torque obtenidas durante el ensayo de tribometría coaxial en materiales base aluminio	82
Figura 4.2. Perfiles de las superficies desgastadas de los materiales base aluminio obtenidos mediante perfilometría óptica	87
Figura 4.3. Perfiles de las superficies desgastadas de los materiales base aluminio obtenidos mediante perfilometría óptica	88
Figura 4.4. Observación mediante microscopia electrónica de barrido de la superficie desgastada de AA1100RX	89
Figura 4.5. Observación mediante microscopia electrónica de barrido de la superficie desgastada de SAE783CR	90
Figura 4.6. Observación mediante microscopia electrónica de barrido de la superficie desgastada de SAE783RX	91
Figura 4.7. Observación mediante microscopia electrónica de barrido de la superficie desgastada de AA1100RX	92
Figura 4.8. Mapas de las señales de deflexión y alturas obtenidos en modo contacto mediante AFM en AA11000CR	93
Figura 4.9. Mapas de las señales de deflexión y alturas obtenidos en modo contacto mediante AFM en AA11000RX	93
Figura 4.10. Mapas de las señales de deflexión y alturas obtenidos en modo contacto mediante AFM en SAE783CR	94
Figura 4.11. Mapas de las señales de deflexión y alturas obtenidos en modo contacto en superficies desgastadas de SAE783RX a diferentes escalas	95
Figura 4.12. Mapas de la superficie de SAE783RX	96
Figura 4.13. Sección transversal de la aleación SAE 783CR justo debajo de la zona desgastada	97

Figura 4.14. Sección transversal de la aleación SAE 783RX justo debajo de la zona desgastada	97
Figura 4.15. IPFM de SAE783CR	98
Figura 4.16. ODF de SAE783CR	99
Figura 4.17. Comparación del daño generado a partir del proceso de desgaste en SAE783 CR y SAE783 ReX	101
Figura 5.1. Señales de torque obtenidas durante el ensayo de tribometría coaxial en CuC11000	106
Figura 5.2. Porcentaje de cambio de masa con respecto al tiempo de recocido en Cu C11000	108
Figura 5.3. Perfiles de las superficies desgastadas de Cu C11000 obtenidas mediante perfilometría óptica	111
Figura 5.4. Observación mediante microscopia electrónica de barrido de la superficie desgastada de Cu C11000CR	112
Figura 5.5. Observación mediante microscopia electrónica de barrido de las superficies desgastadas de Cu C11000RX	113
Figura 5.6. Mapas de deflexión y alturas obtenidos en modo contacto mediante AFM: Cu C11000 CR, Cu C11000 15RX	115
Figura 5.7. Mapas de deflexión y alturas obtenidos en modo contacto mediante AFM: Cu C11000 30RX, Cu C11000 45RX	116
Figura 5.8. IPFs de Cu C11000 antes del ensayo tribológico	118
Figura 5.9. ODF de CuC11000 CR antes del ensayo de tribometría coaxial	118
Figura 5.10. Mapa de desorientación de límite de grano en Cu C11000 RX	119
Figura 5.11. Histogramas de la desorientación de límites de grano en Cu C11000 RX	120
Figura 5.12. ODF de CuC11000 RX antes del ensayo de tribometría coaxial	121
Figura 5.13. Esquema de la división de zonas de la sección transversal	122
Figura 5.14. IPFM de la zona E en CuC11000 RX	123
Figura 5.15. IPFM y mapas de desorientación de límites de grano en Cu C11000 CR	125
Figura 5.16. Histogramas de desorientación de límites de grano en Cu C11000 CR	126
Figura 5.17. Tamaño de grano promedio a lo largo de la sección transversal de CuC11000CR	126
Figura 5.18. IPFM y mapas de desorientación de límites de grano en Cu C11000 45RX	128

Figura 5.19. Histogramas de desorientación de límites de grano en Cu C11000 45RX	129
Figura 5.20. Tamaño de grano promedio a lo largo de la sección transversal de Cu C11000RX	129
Figura 5.21. Secciones de ODF a 45° y 90° de la textura medida en Cu C11000 CR en la zona D y zona B	131
Figura 5.22. Secciones de ODF a 45° y 90° de la textura medida en Cu C11000 45RX en la zona D y zona B	132
Figura 5.23. Comparación entre el refinamiento de grano en Cu C11000 CR y Cu C11000 RX a lo largo de la sección transversal	135
Figura 5.24. Comparación entre la distribución de orientación de límite de grano obtenida a partir del ensayo de tribometría coaxial y la orientación aleatoria ideal	136
Figura 5.25. IPFM de Cu C11000 CR obtenida de la zona externa de la huella de desgaste. Las flechas indican la dirección de flujo de material	137
Figura 5.26. Cambio del porcentaje de la fracción de volumen de la componente Cube a lo largo de la sección transversal	137

Índice de tablas

Tabla 2.1. Componentes de textura en metales FCC laminados en frío. Se presentan ángulos de Euler en notación de Bunge	54
Tabla 2.2. Componentes de textura en metales FCC recristalizados. Se presentan ángulos de Euler en notación de Bunge	54
Tabla 3.1. Materiales ensayados durante la primera etapa del proyecto	67
Tabla 3.2. Materiales ensayados durante la segunda etapa del proyecto	67
Tabla 3.3. Descripción de las condiciones del ensayo tribológico correspondientes a la etapa 1	69
Tabla 3.4. Descripción de las condiciones del ensayo tribológico correspondientes a la etapa 2	69
Tabla 4.1. Valores de masa medidos antes y después del ensayo de tribometría coaxial en AA1100 CR y AA1100 RX	83
Tabla 4.2. Valores de masa medidos antes y después del ensayo de tribometría coaxial en SAE783 CR y SAE783RX	83
Tabla 4.3. Diámetro de huellas medido y desviación estándar en materiales base aluminio	84
Tabla 4.4. Rugosidad máxima y rugosidad media cuadrática de los materiales base aluminio a lo largo de una línea de 2 mm antes de realizarse el ensayo tribológico	85
Tabla 4.5. Rugosidad máxima y rugosidad media cuadrática de los materiales base aluminio a lo largo de una línea de 2 mm que pasa por el centro de la huella de desgaste producida durante el ensayo tribológico	85
Tabla 5.1. Valores de masa medidos antes y después del ensayo de tribometría coaxial en CuC11000	107
Tabla 5.2. Diámetro de huellas medido y desviación estándar en Cu C11000	108
Tabla 5.3. Rugosidad máxima y rugosidad media cuadrática de Cu C11000 a lo largo de una línea de 2 mm antes de realizarse el ensayo tribológico	109
Tabla 5.4. Rugosidad máxima y rugosidad media cuadrática de Cu C11000 a lo largo de una línea de 2 mm que pasa por el centro de la huella de desgaste producida durante el ensayo tribológico	109
Tabla 5.5. Orientaciones ideales para un estado de deformación cortante puro en materiales FCC. Se presentan ángulos de Euler en notación de Bunge	130

Resumen

En los últimos años se ha observado que una de las características de los materiales cristalinos que exhiben un desempeño superior en aplicaciones que involucran condiciones de contacto deslizante es que muestran una reducción gradual en el tamaño de grano, llegándose a tener estructuras ultra-finas o nanométricas en las zonas más cercanas a la superficie. Las técnicas que han mostrado mayores ventajas para la obtención de este tipo de materiales son aquellas que involucran deformación plástica severa a través de procesos tribológicos.

Para el desarrollo de la presente tesis se ha diseñado y construido un sistema automatizado de tribometría coaxial, que además de permitir la modificación superficial y microestructural del material sometido a estudio, también permite establecer parámetros cualitativos de compatibilidad tribológica.

Los materiales analizados fueron en una primera etapa aleaciones base aluminio y en una segunda, cobre electrolítico; en todos los casos los materiales fueron sometidos a diferentes condiciones de procesamiento termomecánico. La caracterización consistió en mediciones de cambio de masa, tamaños de huella de desgaste, perfilometría óptica, observación microestructural y superficial mediante microscopía electrónica de barrido, análisis superficial con microscopía de fuerza atómica y obtención de patrones de electrones retrodispersados.

La instrumentación con la que cuenta el tribómetro coaxial mostró gran sensibilidad a la compatibilidad tribológica en los materiales base aluminio, esto mostró que tanto la adición de estaño como el incremento en la ductilidad inducido a partir del recocido contribuyeron a un menor daño superficial. La caracterización de las superficies permitió concluir que el mecanismo de desgaste dominante es adhesivo, mientras que el análisis microestructural mostró un refinamiento de grano gradual que en el caso de los materiales sin recocer involucró un proceso de recristalización.

Abstract

Over the last years there has been observed that one characteristic in the crystalline materials with good performance during sliding contact is their gradual grain refinement, which near to the contact surface reaches to ultrafine or nanometric structures. Some techniques to get this kind of materials involve severe plastic deformation by tribological processes.

It was designed and built an automatized coaxial tribometer, which lets to modify the surface and microstructure of the analyzed materials; It also gave the possibility to rank the tribological compatibility between the elements of the tested tribopairs.

The tested materials were Al-based materials and Cu, each subjected to different thermomechanical processes. The characterization consisted on the measure of the change of mass, measure of the wear track diameter, optical profilometry, superficial and microstructural observation by means of scanning electron microscopy, surface analysis by means of atomic force microscopy and microstructural analysis with electron backscatter diffraction.

The coaxial tribometer's instrumentation allowed ranking the tribological compatibility in Al-based materials; this showed that both, the addition of Sn and the increase of ductility promoted by the annealing contribute to a minor damage. The surface characterization allowed identify the dominant wear mechanism as adhesive and the microstructural analysis showed a gradual grain refinement, which for the cold rolled materials involved a recrystallization process.

1. Introducción

La implementación de mejoras en los sistemas que involucran contacto deslizante entre superficies ha permitido un mayor aprovechamiento de la energía utilizada en el funcionamiento de maquinaria. Debido a lo anterior, hoy en día se destina una gran cantidad de recursos a nivel mundial para disminuir las pérdidas energéticas producidas por efectos de fricción. Es por ello que la tribología se ha vuelto un campo de estudio sumamente relevante tanto en la ingeniería mecánica como en la ciencia de materiales, ya que estas disciplinas involucran aspectos relevantes que se asocian de manera directa con la composición y propiedades mecánicas, mismas que influyen directamente en el desempeño de materiales sometidos a condiciones de contacto deslizante.

Se considera hoy en día a la tribología como la ciencia que estudia el comportamiento de superficies que interactúan con movimiento relativo entre sí y se centra en el estudio de los fenómenos relativos a la fricción, lubricación y desgaste [1]. La tribología es crucial en el desarrollo y aplicación de maquinaria, ya que invariablemente ésta se constituye de componentes sometidos a contacto y movimiento relativo, cuyo comportamiento es de suma importancia para la rentabilidad y eficiencia de algunos elementos de máquinas [2].

Uno de los principales fenómenos estudiados por la tribología es el desgaste, mismos que se ha definido como el daño progresivo y la posterior remoción de material de una superficie debido a una acción mecánica durante la interacción con otra superficie de acoplamiento [3, 4]. Casi todos los elementos de máquina ven afectada su durabilidad y rentabilidad debido al desgaste, además de que la posibilidad de diseñar maquinaria avanzada se ve muchas veces limitada debido a las consecuencias de este fenómeno [5].

La resistencia al desgaste no es una característica de un material, sino la respuesta a las condiciones y componentes de un sistema. Es decir, el mismo tribopar sufrirá diferente tipo de desgaste bajo diferentes condiciones y diferentes tribopares se desgastarán de manera diferente aún bajo las mismas condiciones de operación [5-8], esto como consecuencia de que en el fenómeno de desgaste se involucran un gran número de parámetros, algunos de los cuales son las propiedades de los materiales que constituyen el tribopar y las condiciones mecánicas a las que las superficies están expuestas durante el contacto [3, 4].

La identificación de los mecanismos que intervienen en el proceso de desgaste en superficies es parte fundamental de la caracterización de materiales que han sido sometidos a pruebas tribológicas y es conveniente que sea complementada con la estimación y/o medición de valores que permitan establecer el nivel de compatibilidad tribológica entre los elementos que conforman el tribopar, por esto es que la utilización de técnicas microscópicas y topográficas se vuelve parte fundamental del proceso de caracterización de superficies.

A pesar de que la mayoría de los esfuerzos para incrementar la eficiencia de sistemas tribológicos se han enfocado en la mejora de sistemas de lubricación y obtención de lubricantes que permiten trabajar bajo un régimen de frontera, también se han llevado a cabo importantes estudios enfocados a la obtención de materiales cuyas propiedades dan la posibilidad de un mejor desempeño bajo condiciones de contacto deslizante.

En los últimos años se ha observado que una de las características de los materiales cristalinos que exhiben un desempeño superior en aplicaciones que involucran condiciones de contacto deslizante, es que muestran un tamaño de grano ultra-fino o nanométrico, el cual puede ser obtenido mediante diversas técnicas como: condensación y consolidación de gas inerte, electrodeposición, molienda con bolas, cristalización de sólidos amorfos o deformación plástica. Cada una de estas técnicas muestra limitaciones para la obtención de un material óptimo. Es decir; que sea libre de contaminantes, presente mínima porosidad y estructura homogénea, además de que sea posible producirlo a escalas industriales.

Uno de los procesos que presentan mayores ventajas para la obtención de este tipo de materiales es la deformación plástica severa (SPD), ya que permite la obtención de materiales con tamaño de grano ultra-fino o nanométrico, logrando superar algunas de las limitaciones antes mencionadas. Sin embargo, los procesos de SPD siguen presentando el inconveniente de mostrar limitaciones en cuanto al volumen de material que es posible procesar, ya que la cantidad de material que actualmente se puede obtener mediante SPD aún se encuentra dentro de escalas de laboratorio; superar esta limitante es uno de los principales retos en el estudio de SPD.

Los principales métodos de SPD que hoy en día son utilizados inducen una deformación a lo largo de todo el volumen del material, lo cual puede ser una situación deseable en algunos casos. Sin embargo, en ciertas aplicaciones es conveniente que las propiedades mecánicas de la superficie difieran de las del resto del volumen, un ejemplo de ello son los materiales que se someten a condiciones de contacto deslizante, donde una mayor dureza en la superficie en

combinación con la ductilidad que se presenta en la mayoría de metales con tamaño de grano “grande” mejora substancialmente el comportamiento tribológico del material.

1.1. Esquema general del desarrollo de la tesis

Para el desarrollo de la presente tesis se ha diseñado y construido un sistema automatizado de tribometría coaxial, que además de permitir la modificación de la superficie del material sometido a estudio, también permite establecer parámetros de compatibilidad tribológica.

Los materiales que se han analizado fueron seleccionados con base en la compatibilidad tribológica que presentan cuando son sometidos a condiciones de contacto deslizante con una contraparte de aleación ferrosa.

De manera general, el proyecto se dividió en las siguientes 5 etapas:

1. Rediseño del prototipo de tribómetro coaxial existente, mejorando sus sistemas de control e instrumentación.
2. Obtención de los materiales base aluminio mediante procesos tradicionales de manufactura, para posteriormente ser ensayados en el tribómetro coaxial.
3. Caracterización superficial y microestructural de los materiales base aluminio.
4. Preparación mediante un proceso termomecánico del cobre que posteriormente fue ensayado en el tribómetro coaxial.
5. Caracterización superficial y microestructural del cobre previamente ensayado.

El trabajo consiste de seis capítulos cuyo contenido se describe a continuación:

En el primer capítulo se exponen a manera de introducción algunos conceptos fundamentales relacionados con la presente investigación, se enumeran las etapas que conformaron el proyecto y se presentan los objetivos.

El segundo capítulo corresponde a los antecedentes teóricos. Se exponen algunos conceptos particulares de la tribología, mismos que tienen gran importancia en esta tesis, como lo son la compatibilidad tribológica y las tribocapas. Posteriormente se hace una breve descripción de las superficies en sólidos, haciendo énfasis en adhesión, rugosidad y área de contacto, mencionando los principales modelos para describir ésta última. Finalmente, debido a la importancia que tiene la deformación plástica en la obtención de materiales con

gradientes de microestructura; se describen los mecanismos básicos de deformación plástica y de SPD.

En el tercer capítulo se describe el procedimiento experimental. Se comienza describiendo de manera detallada el tribómetro coaxial y los diferentes sistemas que lo componen. Posteriormente se presentan los materiales analizados, así como los procesos térmicos y mecánicos aplicados para modificar sus propiedades mecánicas. Finalmente, se describen las técnicas de caracterización que fueron utilizadas y sus bases teóricas, para las técnicas más avanzadas.

En el capítulo cuatro se exponen los resultados más representativos obtenidos de la caracterización tribológica, superficial y microestructural de los materiales base aluminio que se analizaron, así como una discusión al respecto.

De manera análoga al capítulo cuatro, en el capítulo cinco se muestran y discuten los resultados obtenidos a partir del análisis de cobre.

En el capítulo seis se muestra una síntesis general de los resultados y las conclusiones que en base a estos se han obtenido.

1.2. Objetivos

El objetivo general de la presente tesis es establecer un método de modificación superficial y microestructural que permita relacionar el comportamiento tribológico de materiales con propiedades asociadas a composición y procesamiento.

Para lograr el objetivo general de la tesis se han planteado los siguientes objetivos particulares:

- Establecer una metodología de caracterización tribológica que sea capaz de replicar condiciones de contacto deslizante continuo.
- Relacionar cualitativamente la compatibilidad tribológica con la composición y propiedades mecánicas.
- Caracterizar la modificación superficial que el material ha sufrido como producto del ensayo de tribometría coaxial, incorporando tanto el análisis de la rugosidad generada como las modificaciones microestructurales dentro de la tribocapa.

2. Antecedentes

En este capítulo se abordan de manera general aspectos relacionados con contacto deslizante, modificación en superficies y en microestructuras a partir de deformación plástica. Se definen fenómenos particulares de la tribología como compatibilidad tribológica y tribocapas. Finalmente, se presentan conceptos fundamentales para el análisis de superficies y microestructuras, haciendo énfasis en análisis de rugosidad y mecanismos de deformación plástica respectivamente.

2.1. Conceptos particulares de tribología

2.1.1. Compatibilidad tribológica

El término “compatibilidad tribológica” ha sido la causa de múltiples confusiones para personas que no son expertos en el área. Aun dentro de la comunidad tribológica el término no está definido con suficiente precisión ya que a pesar de que los fundamentos de la tribología han sido estudiados de manera profunda durante los últimos años no se ha llegado a un consenso que permita la adecuada relación entre los principios básicos de las ciencias naturales y el comportamiento tribológico de materiales a diferentes escalas. El término compatibilidad tribológica se refiere al nivel de adhesión que presentan dos superficies cuando son sometidas a condiciones de contacto deslizante. De manera general se dice que un tribopar es tribológicamente compatible si, cuando ocurre un contacto sólido-sólido en un sistema, se presenta un nivel bajo de adhesión [9]. Considerando la teoría básica de la atracción interatómica, esta adhesión siempre se debería de manifestar hasta un cierto nivel, ya que la energía del enlace en estado estable siempre es igual o menor a cero [10].

El fenómeno de adhesión se puede analizar desde el punto de vista de las propiedades de las superficies en contacto, haciendo énfasis en la energía superficial y en las propiedades mecánicas [11]. Por otro lado, el papel que juega la energía superficial es fundamental, ya que a partir de ella se obtiene el trabajo por adhesión entre superficies, el cual es una medida de la energía necesaria para romper la unión generada [12].

De manera cualitativa y limitándose al contacto entre dos metales sujetos a condiciones de contacto deslizante se observa que ciertos pares de aleaciones (tribopares) muestran un comportamiento asociado con un alto nivel de adhesión que da como resultado que la superficie presente una modificación relacionada con un mecanismo de desgaste adhesivo.

Un escenario diferente se observa en combinaciones de materiales donde el nivel de adhesión es bajo y se tiene un deslizamiento asociado a una fricción baja que simplemente genera un ligero “pulimento” de las superficies en contacto. Se dice que esta última combinación corresponde a un tribopar “compatible”. En este punto es apropiado mencionar que la compatibilidad tribológica, el coeficiente de fricción y la resistencia al desgaste de ninguna manera son propiedades de un material, sino que se asocian a las propiedades de pares de materiales y dependen de las condiciones de contacto en el sistema [4, 13, 14].

En el fenómeno de adhesión, además de las superficies en contacto y sus propiedades, pueden verse involucradas otras variables como las relacionadas con la compatibilidad metalúrgica, tal como lo planteó Rabinowicz [9] en 1971, donde mediante la obtención de coeficientes de fricción estática para diversos tribopares metal-metal se establecen parámetros para la definición de compatibilidad tribológica, tomando como base la compatibilidad metalúrgica observada en los diagramas de fase binarios para cada uno de los tribopares sometidos a estudio. Rabinowicz propuso que si la solubilidad en estado líquido de dos metales es limitada, la fricción es baja. Si existe solubilidad líquida completa y la solubilidad en estado sólido es muy limitada; la fricción es mediana. Finalmente, dos metales que muestran amplia solubilidad sólida no son tribológicamente compatibles, es decir; compatibilidad tribológica y compatibilidad metalúrgica son dos conceptos opuestos.

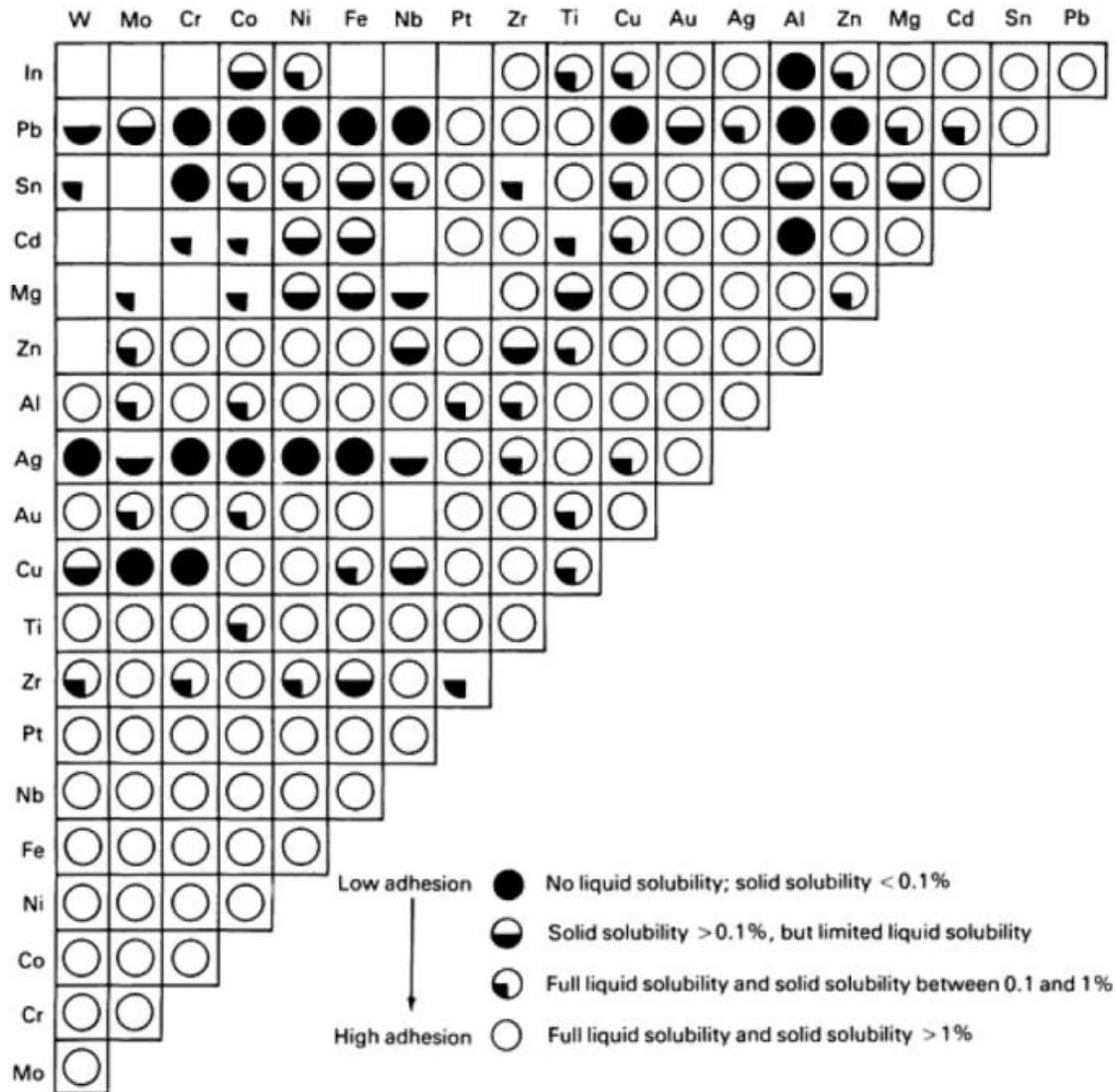


Figura 2.1. Tabla que Rabinowicz tomó como base para establecer la relación entre compatibilidad tribológica y compatibilidad metalúrgica [20]

Los resultados expuestos por Rabinowicz muestran tendencias consistentes con su hipótesis. Sin embargo, la dispersión en sus resultados es considerable, además de que en el modelo obtenido a partir del análisis estadístico el cálculo de los coeficientes de fricción, los valores de dureza y de energía superficial juegan un papel determinante. Lo anterior sugiere que en la compatibilidad tribológica se ven involucradas tanto las propiedades de la superficie como variables termodinámicas relacionadas directamente con la solubilidad de un material en otro.

2.1.2. Tribocapas

En aplicaciones tecnológicas, la primera medida para prevenir la adhesión entre los elementos que conforman un tribopar es tratar que los átomos no lleguen a acercarse a una distancia donde su atracción alcance valores significativos, es decir, prevenir la activación del mecanismo de desgaste adhesivo, esto se lleva a cabo mediante lubricación. La disipación viscosa en la película lubricante implica una pérdida de energía importante en sistemas mecánicos [15], esta pérdida disminuye conforme el espesor de la película se hace menor, hasta llegar al caso de lubricación de frontera en la cual las superficies metálicas están separadas por una capa molecular que consiste de los óxidos superficiales y una monocapa orgánica adherida [14-17]. En teoría, la monocapa adherida así como los óxidos formados en la superficie de los metales, son elementos suficientes para prevenir la adhesión entre los elementos que conforman al tribopar. Sin embargo, en el caso de metales, cuando ocurre deformación plástica en las asperezas que se encuentran en la zona de contacto, por efecto de la formación y ruptura de enlaces químicos se exponen zonas metálicas vírgenes de alta reactividad. Bajo estas condiciones, además de la deformación plástica local se forma una capa superficial altamente modificada usualmente conocida como tribocapa [18-23].

Los principales medios de disipación de energía en los elementos de máquina sometidos a contacto y fricción son: incremento de la temperatura, desgaste y en algunas ocasiones un cambio en la estructura del material cercano a la superficie dando origen a tribocapas cuyo espesor va desde algunos cientos de nanómetros hasta decenas de micrómetros [24], dicho espesor depende de las condiciones del proceso de deformación, así como de la estructura del material sin deformar [20]. En términos generales, una tribocapa es una capa de transferencia o auto transferencia que se genera a partir de un proceso de deformación plástica severa.

La formación de tribocapas desde el punto de vista sub-estructural es claramente consecuencia de un proceso de deformación plástica severa (SPD). Estos procesos se caracterizan por la rápida acumulación de dislocaciones que disminuyen su energía acomodándose dentro de los límites de sub-grano. A grandes deformaciones, el diámetro del sub-grano disminuye, la desorientación de los sub-granos se incrementa y el espesor del límite de sub-grano se reduce. A cierto nivel de deformación, la desorientación de los sub-granos es tal que aparecen límites de grano de ángulo grande marcando la transición continua entre un material altamente deformado y un material nanoestructurado. Para metales cúbicos centrados en la cara esta transición ocurre a deformaciones equivalentes de entre 4 y 6, lo

cual lleva a la formación de la tribocapa [23]. Desde un punto de vista termodinámico, la deformación del material y la excesiva energía superficial generan una fuerza impulsora que altera la microestructura a través de procesos difusivos provocando la formación de un estado que generalmente está fuera de equilibrio [25].

En el caso de materiales dúctiles sometidos a condiciones de contacto deslizante, se han observado fuertes modificaciones estructurales en zonas cercanas a la superficie de contacto; en 1984 Rigney [18, 26, 27] fue el pionero en el estudio de estas modificaciones que dan origen a las tribocapas, describiéndolas como la conjunción de procesos de deformación plástica, transferencia de material y mezcla mecánica. Por otro lado, el proceso de deformación plástica severa involucrado en la formación de tribocapas fue descrito por Kapoor [21, 28, 29] como la acumulación de pequeñas deformaciones plásticas que son consecuencia de cargas cíclicas que ocurren bajo condiciones de contacto local intermitente y que, al llegar a un determinado valor de esfuerzo, producen partículas de desgaste en la mayor parte de la capa superficial del material, cuando dicha capa superficial se fractura, la siguiente es expuesta y así sucesivamente. El endurecimiento y la acumulación de deformaciones en la superficie, provocados por el proceso anteriormente descrito, dan como resultado cambios en la tasa de desgaste a lo largo del proceso.

Es importante señalar que este modo de deformación plástica severa, contrasta con lo observado en procesos tradicionales de SPD como la extrusión en canal angular constante (ECAP) o torsión a altas presiones (HPT), donde la deformación total se aplica en pocos ciclos, cada uno de los cuales produce elevadas deformaciones [30-32].

Recientes estudios en el campo de tribocapas se han enfocado en el análisis del proceso de SPD observado durante la formación de las mismas [33, 34] y en los vórtices que en ocasiones son generados en zonas por debajo de las tribocapas [23, 25, 35-37]. La mezcla mecánica involucrada en la formación de tribocapas ha sido descrita como la combinación de remoción y reincorporación de material, junto con un proceso de acumulación, compactación, fragmentación y oxidación provocados por las reacciones químicas generadas durante la interacción con el medio [38, 39]. Por otro lado, Zhu [40, 41] ha encontrado que esta mezcla mecánica es una forma efectiva de producir microestructuras refinadas y homogéneas. La transferencia de material que se presenta cuando dos cuerpos están sometidos a contacto deslizante ha sido ampliamente estudiada por Heilmann y Rigney [42], quienes han propuesto que dicha transferencia es producto de la acumulación y mezcla de

pequeños elementos transferidos entre ambos cuerpos durante las primeras etapas del proceso de deslizamiento.

Es importante destacar que la formación de tribocapas no es un fenómeno exclusivo de materiales dúctiles ya que éstas han sido identificadas en cerámicos tales como cermets o alúmina [43-45].

2.2. Superficies en sólidos

Las superficies en sólidos a cualquier escala dimensional presentan características que influyen en su comportamiento tribológico y que difieren de aquellas que se presentan en el volumen del material. Por ello es que la superficie de un material puede ser considerada como una imperfección en una red cristalina tridimensional, ya que el rompimiento de la periodicidad en dicha red provoca un cambio en el número de coordinación de los átomos, además de una hibridación en sus enlaces. Como resultado de lo anterior, el arreglo atómico y su espaciamiento se ven alterados, haciéndose esto evidente en la diferencia entre el número de coordinación de los átomos del sustrato y de la superficie, donde de manera general se tiene que:

$$Z_V > Z_s \quad (2.1)$$

Donde Z_V es el número de coordinación de los átomos en el sustrato y Z_s es el número de coordinación de los átomos en la superficie.

2.2.1. Energía de superficie

Otra consecuencia del cambio en el arreglo y espaciamiento atómico en las superficies es la diferencia en las interacciones atómicas, lo cual es la principal causa del exceso de energía que se tiene en las mismas, a esta energía se le conoce como energía de superficie y depende de la naturaleza de la estructura del sólido; puede ser expresada a partir del equilibrio termodinámico de la energía interna total de una capa en la superficie:

$$U^{(s)} = TS^s + \gamma S + \sum_i \mu_i n_i^{(s)} \quad (2.2)$$

Donde U^s es la energía interna de la superficie, T es la temperatura de la capa, S^s la entropía en la capa, γ es la energía de superficie en la capa, s el área de la superficie, μ_i es el potencial químico del componente i y $n_i^{(s)}$ es el exceso del componente i en la capa superficial.

La energía superficial o de superficie γ forma parte de la expresión para el exceso de energía libre en la superficie $G^{(s)}$:

$$G^s = U^s - TS^s = \gamma s + \sum_i \mu_i n_i^{(s)} \quad (2.3)$$

por lo que la energía superficial definida en términos de la energía libre por unidad de superficie a temperatura y composición constantes se puede expresar de la siguiente manera:

$$\gamma = \left(\frac{\partial G^s}{\partial s} \right)_{T, n_i^s, \dots} \quad (2.4)$$

La diferencia entre la energía libre en la superficie G^s y la energía superficial γ radica en que la primera es el trabajo necesario por unidad de área para la formación una nueva superficie, mientras que la segunda es el trabajo por unidad de área requerido para incrementar la superficie existente, es decir; la energía necesaria para la formación de un número determinado de enlaces que conforman una unidad de área. En el caso de un sólido sometido a una sollicitación mecánica, el promedio del espaciamiento atómico en la superficie varía de acuerdo con las condiciones de interacción y por ende tanto la energía superficial como la energía libre en la superficie cambian.

2.2.2. Adhesión

Desde el punto de vista de la mecánica de contacto, el trabajo de adhesión se define como la energía necesaria para separar una unidad de área en una superficie de un sólido, cualquiera sea el origen de esta última [46, 47].

La adhesión y la energía de superficie son dos conceptos íntimamente ligados. La adhesión se define como la fuerza necesaria para separar dos superficies, mientras que la energía de superficie es el trabajo necesario para separar cada una de las superficies que la componen. A la energía de adhesión también se le conoce como trabajo de adhesión. En 1951 Tabor planteó una relación entre ambos conceptos:

$$W_{ad} = F_{ad}x \quad (2.5)$$

Donde W_{ad} es el trabajo o energía de adhesión. Se asume que para romper las uniones adhesivas entre ambas superficies es necesario aplicar una carga F a lo largo de una distancia x , es decir; F_{ad} es la fuerza de adhesión[48, 49].

En términos de la energía de superficie, el trabajo de adhesión correspondiente al contacto entre un sólido α y otro sólido β , se define como:

$$W_{\alpha\beta} = \gamma_{\alpha} + \gamma_{\beta} - \gamma_{\alpha\beta} \quad (2.6)$$

Donde γ_{α} y γ_{β} son las energías superficiales de cada uno de los sólidos, mientras que el término $\gamma_{\alpha\beta}$ es la energía superficial en la zona de capa donde se presenta el contacto [50].

La condición para el rompimiento de una unión adhesiva puede ser derivada a partir de la consideración del total de energía en el sistema. Si el total de energía en una unión de área a es U_T , entonces la separación de las superficies es posible cuando:

$$\frac{dU_T}{da} \geq 0 \quad (2.7)$$

La ecuación (2.7) se establece a partir de que la energía total del sistema no puede ser mayor a la de fractura, es decir que cuando:

$$\frac{dU_T}{da} > 0 \quad (2.8)$$

el exceso de energía se debe al rompimiento de las uniones adhesivas. Esta energía puede generar efectos dinámicos a escala macroscópica (vibraciones) y microscópica (fonones) y se disipa mediante procesos viscosos a nivel de la red cristalina.

Mientras que cuando:

$$\frac{dU_T}{da} = 0 \quad (2.9)$$

La energía suministrada para separar las superficies se compensa mediante una ganancia en la energía superficial del sistema. Para satisfacer esta condición no debe perderse energía en procesos viscosos, lo cual implica que la separación debe realizarse a bajas velocidades, en cuyo caso se dice que la separación ocurre en equilibrio[51].

2.2.3. Rugosidad de una superficie

La rugosidad de una superficie es la desviación consecutiva o aleatoria de un valor de altura nominal que forma la topografía tridimensional de una superficie. En la topografía de una superficie se incluyen:

- Macro-rugosidad. Es el resultado de factores tales como ondulaciones de maquinado, vibraciones excesivas y tratamientos térmicos que generan deformaciones en la superficie.
- Rugosidad (nano-rugosidad y micro-rugosidad). Se refiere a fluctuaciones en la altura de las superficies, las cuales se caracterizan por ser mayores que escalas moleculares. La rugosidad en una superficie es una característica intrínseca de los procesos de producción.

En la mayoría de los casos, la topografía de las superficies ingenieriles es aleatoria y, dependiendo del método de procesamiento, se pueden presentar diferentes tipos de distribución de alturas. Las superficies obtenidas mediante procesos incrementales tales como pulido o electro-pulido, usualmente presentan una distribución de alturas gaussiana, lo cual no sucede en las superficies obtenidas mediante remoción de material [52, 53].

La rugosidad de las superficies implica que el área de contacto real es mucho más pequeña que el área nominal o aparente [54, 55]; aun si las superficies son cuidadosamente preparadas, se tendrán irregularidades que pueden ser analizadas hasta llegar a niveles moleculares o atómicos [56]. A cada una de dichas irregularidades se le conoce como asperezas, las cuales en conjunto, definen la rugosidad de la superficie [57-59].

En superficies ingenieriles, la altura de las asperezas es grande si se toman como referencia escalas moleculares, típicamente la amplitud de rugosidad en superficies ingenieriles es de aproximadamente un micrómetro y la distribución del perfil de alturas usualmente es aleatorio, a menos que de manera deliberada se introduzcan patrones específicos. La

distribución aleatoria en la rugosidad de una superficie se puede apreciar sin importar la escala dimensional a la que se analice la superficie ya que es independiente de ésta.

Otra propiedad de las superficies rugosas es que, conforme se observan zonas a mayor detalle, incluso hasta escalas nanométricas, la apariencia del perfil de rugosidad es el mismo [57, 60, 61]. Esta propiedad de auto-afinidad fue propuesta en 1957 por Archard [55] y se puede apreciar de manera esquemática en la Figura 2.2.

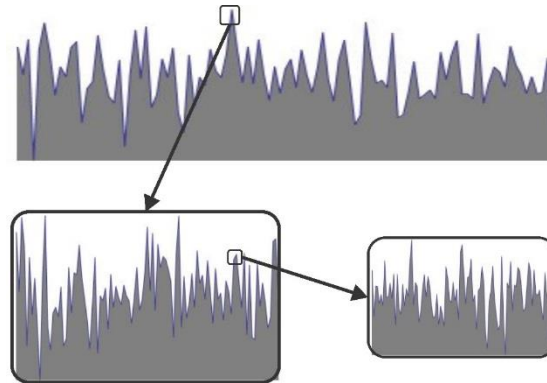


Figura 2.2. Esquema de la auto-afinidad presente en superficies rugosas

2.2.4. Parámetros de medición de rugosidad

Si se considera un perfil de rugosidad $z(x)$ cuyas alturas han sido medidas a partir de una línea de referencia y sin considerar el carácter auto-afín de una superficie, se conoce como línea central o línea media a aquella que pasa por arriba de la línea de referencia y que divide por la mitad al área definida por el perfil, tal como se muestra en la Figura 2.3.

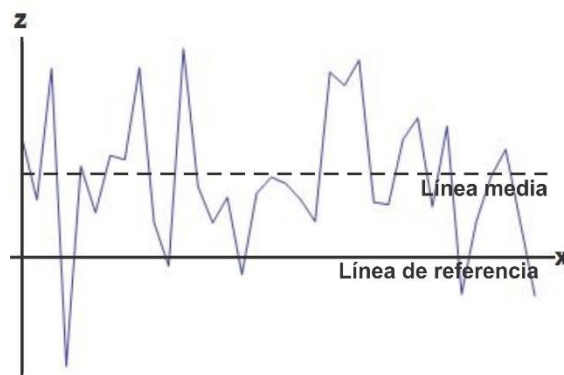


Figura 2.3. Esquema de un perfil de rugosidad $z(x)$

Comúnmente cuando se menciona la rugosidad de una superficie se refiere a las variaciones de altura a lo largo de la misma con respecto a la línea de referencia. Las mediciones de rugosidad pueden realizarse a lo largo de una sola línea o de un grupo de líneas paralelas que en conjunto definen el mapa de la superficie. Los parámetros de rugosidad más utilizados tanto por el American National Standards Institute (ANSI) y la International Standardization Organization (ISO) son:

- R_a o CLA (Promedio de línea central) o AA (Promedio aritmético). Es la media aritmética de los valores absolutos de la desviación vertical desde la línea media a lo largo del perfil.
- R_q o rugosidad media cuadrática. Es la desviación estándar de la media aritmética de la desviación vertical desde la línea media.

Estos parámetros pueden ser definidos a partir de las siguientes ecuaciones:

$$R_a = CLA = AA = \frac{1}{L} \int_0^L |z - m| dx \quad (2.10)$$

Donde:

$$m = \frac{1}{L} \int_0^L z dx \quad (2.11)$$

Considerando que L es la longitud total del perfil medido, la varianza se define a partir de:

$$\sigma^2 = \frac{1}{L} \int_0^L (z - m)^2 dx = R_q^2 - m^2 \quad (2.12)$$

Donde, σ es la desviación estándar y R_q es la media cuadrática de la media aritmética de la desviación vertical tomada a partir de la línea de referencia, o expresado matemáticamente:

$$R_q^2 = RMS^2 = \frac{1}{L} \int_0^L (z^2) dx \quad (2.13)$$

Para el caso especial donde m es cero:

$$R_q = \sigma \quad (2.14)$$

Aunque muy poco utilizados, existen otros parámetros para la descripción de perfiles de rugosidad, los más comunes son la rugosidad máxima (R_y o R_{max}), asimetría (Sk) y la curtosis (K) [52, 53, 62].

Los parámetros de rugosidad previamente definidos (R_a y R_q) no son suficientes para la adecuada caracterización de superficies ingenieriles ya que sólo proveen datos en dirección vertical y no consideran el tamaño y la regularidad con la que las asperezas están presentes en la superficie. Para complementar el estudio de la superficie es necesario llevar a cabo un análisis estadístico más profundo de la topografía de la superficie. En 1933 Abbott y Firestone [63] propusieron una representación estadística del perfil de rugosidad para determinar el área real de contacto en una superficie rugosa mediante la hoy conocida como curva de Abbott-Firestone. La curva de Abbott-Firestone representa la fracción del perfil de la superficie que interseca con un plano de espesor infinitesimal colocado por arriba de un plano de referencia; para su obtención se mide la longitud de una línea a lo largo de la superficie sometida a estudio que interseca con el plano de referencia para posteriormente ser graficada como la proporción de la longitud total. El procedimiento se repite para un determinado número de líneas y se suman, la proporción del resultado de esta suma con respecto a la longitud total representa la proporción del área real de contacto con respecto al área de contacto aparente [57, 64].

De manera analítica la curva de Abbott-Firestone puede ser obtenida calculando la integral de la función de densidad de probabilidad, definida como la probabilidad de que se presente el evento $z(x) \leq h$, es decir:

$$P(Z) = \text{Prob}(z \leq h) \quad (2.15)$$

Con $P(-\infty) = 0$ y $P(\infty) = 1$, con lo que la función de densidad de probabilidad se puede expresar como:

$$p(z) = \frac{dP(z)}{dz} \quad (2.16)$$

En estadística clásica esto implica que la integral de la función de densidad de probabilidad es la acumulada de la función de distribución de alturas:

$$P(z) = \int_{-\infty}^z p(z) dz \quad (2.17)$$

Como el área bajo la curva de la función de densidad de probabilidad es unitaria, se asegura que cualquier valor de $z(x)$ se encuentra dentro los límites definidos por z_{min} y z_{max} [65, 66]. En la Figura 2.4 se ilustra esquemáticamente el método para obtener la curva de Abbott-Firestone para una superficie gaussiana que obedece la siguiente distribución de alturas:

$$p(z) = \frac{1}{(2\pi)^{\frac{1}{2}} \sigma} \exp\left(-\frac{(z-m)^2}{2\sigma^2}\right) \quad (2.18)$$

Donde σ es la desviación estándar y m es la media aritmética.

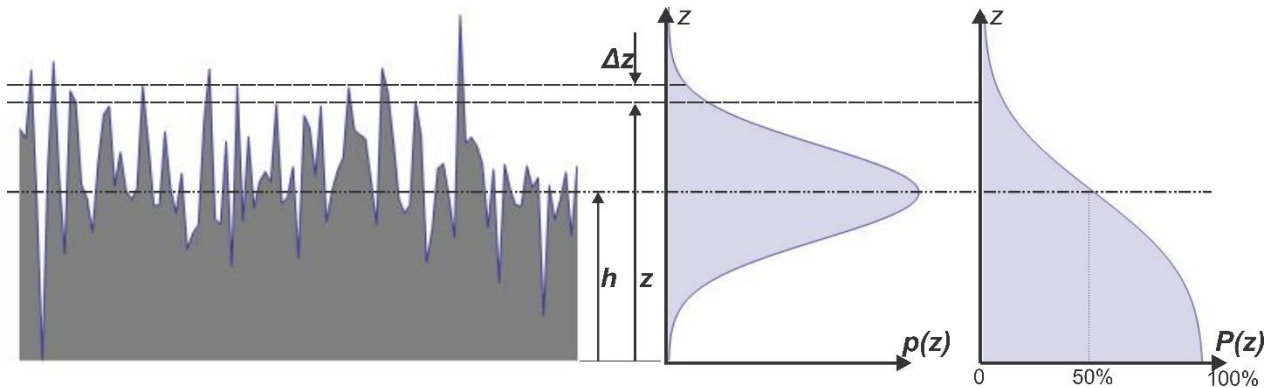


Figura 2.4. Ilustración esquemática de una superficie rugosa; z es la distancia perpendicular al plano de referencia, Δz es la distancia entre dos valores de altura cualesquiera, h es la distancia del plano de referencia al plano medio, $p(z)$ es la función de densidad de probabilidad de alturas y $P(z)$ es la acumulada de la función de densidad de probabilidad

2.3. Teoría de contacto de Hertz

El cálculo del área real de contacto o la predicción de su variación con respecto a la carga aplicada no es intuitivo. Las primeras aproximaciones en este campo son las contenidas en la teoría de contacto de Hertz donde se asumen las siguientes consideraciones.

- Superficies continuas, no conformes y curvas.
- Deformaciones dentro del rango elástico.
- Cada sólido se debe considerar como un semi - espacio elástico.
- No se consideran efectos de fricción [67].

Para el presente trabajo el caso de mayor interés de los abordados en la Teoría de Contacto de Hertz es en el que se analizan dos superficies esféricas bajo el efecto de una carga normal F .

Considerando dos superficies con geometría esférica y de radio R_1 y R_2 puestas en contacto sobre un punto y sometidas a una carga normal F tal como se muestra en la Figura 2.5, se tiene que, debido a la deformación elástica de las superficies, el punto de contacto crece adoptando una geometría bidimensional definida por una circunferencia de diámetro $2a$ donde a es el radio del área de contacto entre las superficies el cual es posible calcular a partir de la ecuación (2.19).

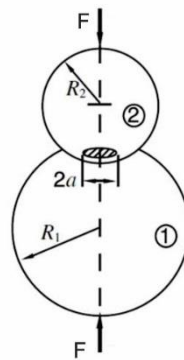


Figura 2.5. Geometría a partir de la cual se genera el modelo de Hertz para contacto sobre un punto

Se tiene que, debido a la deformación elástica de las superficies, el punto de contacto crece adoptando una geometría bidimensional definida por una circunferencia de diámetro $2a$ donde a es el radio del área de contacto entre las superficies el cual es posible calcular a partir de la ecuación (2.19):

$$a = \left\{ \frac{3FR}{4E^*} \right\}^{\frac{1}{3}} \quad (2.19)$$

E^* es el módulo elástico reducido y se obtiene con la siguiente ecuación:

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2} \quad (2.20)$$

Donde E_1 y E_2 son los módulos elásticos de las superficies en contacto, de manera análoga ν_1 y ν_2 son las relaciones de Poisson correspondientes.

Es posible calcular el radio reducido R con la ecuación (2.21):

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \quad (2.21)$$

Donde R_1 y R_2 son los radios de curvatura de cada una de las superficies [3, 67].

La máxima presión de contacto p_0 se presenta en el punto de contacto inicial y está dada por la ecuación (2.22):

$$p_0 = \frac{3F}{2\pi a^2} = \left\{ \frac{6FE^{*2}}{R^2 \pi^3} \right\}^{\frac{1}{3}} \quad (2.22)$$

Mientras que la distribución de presiones es una función de la distancia desde el punto de contacto inicial hasta el punto donde se desea estimar el valor de la presión y es posible expresarla mediante la ecuación (2.23):

$$p(r) = p_0 \left\{ 1 - \left(\frac{r}{a} \right)^2 \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (2.23)$$

El máximo esfuerzo cortante τ_1 se presenta por debajo del punto de contacto inicial, es decir, cuando $r=0$ y a una profundidad equivalente a $0.48a$, $z=0.48a$:

$$\tau_1 = 0.31p_0 \quad (2.24)$$

Finalmente, el máximo esfuerzo normal σ_r se presenta en la zona más externa del área de contacto y sobre la superficie, es decir cuando $r=a$ y $z=0$:

$$\sigma_r = \frac{1}{3}(1 - 2\nu)p_0 \quad (2.25)$$

2.4. Modelo de Greenwood-Williamson

Habiendo definido de manera general la rugosidad de una superficie y mostrado el modelo propuesto por Hertz para describir el comportamiento de superficies esféricas en contacto, es posible extender el análisis a dos superficies reales, es decir; aquellas que se conforman por gran cantidad de asperezas.

La mayoría de los modelos de contacto entre superficies rugosas están basados en el modelo planteado por Greenwood y Williamson en 1966 [54], en el cual se considera contacto entre superficies nominalmente planas, las cuales se definen como aquellas en las que el área aparente de contacto es mucho mayor al área real de contacto. Otra consideración del modelo de Greenwood-Williamson es que se asume que todas las asperezas son esféricas y tienen un radio de curvatura a , además de que sus alturas varían de manera aleatoria con una distribución gaussiana, es decir; la probabilidad de que una aspereza en particular tenga una altura entre z y $z+\Delta z$ sobre un plano de referencia obedece a una función $p(z)$, definida por la ecuación (2.18).

Si, como se muestra en la Figura 2.6, d es la distancia entre ambas superficies, cualquier aspereza cuya altura z sea mayor que d entrará en contacto con la superficie opuesta y la penetración s será:

$$s = z - d \quad (2.26)$$

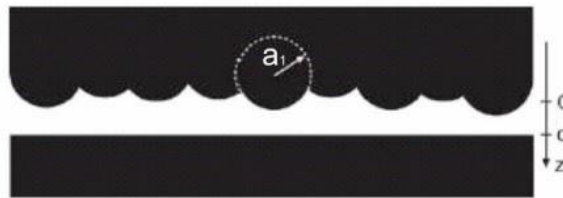


Figura 2.6. Esquema de la geometría de contacto entre superficies nominalmente planas: a es el radio de curvatura de las asperezas y d es la distancia de separación entre superficies

Con base en lo anterior se deduce que la probabilidad de que cualquier aspereza de altura h entre en contacto con la superficie opuesta es:

$$prob(z > d) = \int_d^{\infty} p(z) dz \quad (2.27)$$

Considerando N número de asperezas a lo largo de la superficie, el número esperado de puntos de contacto n será:

$$n = N \int_d^{\infty} p(z) dz \quad (2.28)$$

A partir de la ecuación (2.26) se puede expresar el área de contacto por aspereza como:

$$A_1 = \pi a s \quad (2.29)$$

Por lo que el área de contacto real es:

$$A = \pi n a \int_d^{\infty} (z-d) p(z) dz \quad (2.30)$$

Despejando la carga F de la ecuación (2.19) obtenida mediante la teoría de contacto de Hertz es posible obtener una expresión para la carga normal aplicada[68]:

$$F = \frac{4}{3} n E^* a^2 \int_d^{\infty} (z-d)^{\frac{3}{2}} p(z) dz \quad (2.31)$$

Como se puede observar, el modelo de Greenwood-Williamson establece las siguientes condiciones para poder ser aplicado:

- Las asperezas deben ser consideradas esféricas con un radio de curvatura a .
- La altura de las asperezas debe obedecer una distribución de tipo gaussiana.
- Una aspereza debe ser definida como el pico más alto en una vecindad lo suficientemente amplia para no interferir en el análisis de otra aspereza.

2.5. Plasticidad

El fenómeno de plasticidad se observa cuando al retirar la carga que ha producido deformación en un material, éste no se regresa a su geometría original y solamente se presenta una recuperación parcial que se asocia con el comportamiento elástico.

A diferencia de la elasticidad, donde la deformación depende solamente del estado final e inicial del material, en la plasticidad es importante conocer el historial de la carga que ha generado dicha deformación, ya que el fenómeno de plasticidad es de naturaleza incremental,

lo cual implica que la distorsión final del material es la suma del total de distorsiones que se presentaron durante la aplicación de la carga [69].

2.5.1. Plasticidad en un medio continuo

El estudio de la deformación plástica en un medio continuo se ha basado en la observación del comportamiento de materiales a los que se les han aplicado sistemas de fuerzas que derivan en estados de deformación permanente. Los resultados obtenidos a partir de dichas observaciones se representan de manera matemática mediante ecuaciones que describen los fenómenos observados.

Cuando al deformar un material se rebasa el esfuerzo de cedencia σ_c , se considera que se ha pasado de un estado de deformación elástica a un estado de deformación elasto-plástica y por lo tanto se tiene un componente elástico que se recupera por completo al retirar la carga, mientras que el componente plástico es permanente. Lo anterior se puede describir de la siguiente manera:

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}^p + \boldsymbol{\varepsilon}^e \quad (2.32)$$

Donde $\boldsymbol{\varepsilon}$ corresponde al tensor de deformación total, mientras que $\boldsymbol{\varepsilon}^e$ y $\boldsymbol{\varepsilon}^p$ corresponden a los tensores de deformación elástica y plástica respectivamente.

El componente elástico de la deformación se describe mediante la ley de Hooke, mientras que para el análisis del componente plástico es necesario establecer funciones dependientes del estado de esfuerzos, a partir de las cuales sea posible predecir el inicio de la deformación plástica, dichas funciones son conocidas como criterios de cedencia.

Debido a que la deformación plástica no se asocia con un cambio de volumen, se cumple que:

$$tr(\boldsymbol{\varepsilon}^p) = \varepsilon_{ii}^p = 0 \quad (2.33)$$

Lo cual implica que la deformación plástica no depende de los esfuerzos hidrostáticos, y por lo tanto los criterios de cedencia sólo dependen del desviador del tensor de esfuerzos $\boldsymbol{\sigma}^D$ definido como:

$$\boldsymbol{\sigma}^D = \boldsymbol{\sigma} - \frac{1}{3} \text{tr}(\boldsymbol{\sigma})\mathbf{I} \quad (2.34)$$

Donde $\boldsymbol{\sigma}$ es el tensor de esfuerzos e \mathbf{I} es la matriz identidad.

Una representación geométrica de la función que define el criterio de cedencia se puede plantear a partir un sistema de referencia ortogonal cuyos ejes coordenados son coincidentes con las direcciones principales del tensor de esfuerzos $(\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3)$, tal como se muestra en la Figura 2.7. Si se considera que la recta OH tiene la misma inclinación con respecto a los tres ejes coordenados, se puede deducir que su vector de cosenos directores es $\mathbf{n} = (1/\sqrt{3}, 1/\sqrt{3}, 1/\sqrt{3})$ y es normal al plano Π , el cual se define a partir de $\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3 = 0$.

Con base en lo anterior se ha propuesto que el estado de esfuerzos en cualquier punto de un sólido puede ser representado mediante un vector \mathbf{OQ} cuya proyección en el plano Π es el vector \mathbf{OP} , el cual representa al desviador de esfuerzos cuyos componentes son σ_1^D, σ_2^D y σ_3^D . Por otro lado, la proyección de \mathbf{OQ} en dirección del vector unitario \mathbf{n} corresponde al vector \mathbf{OG} y tiene la misma dirección que la componente hidrostática del esfuerzo.

Debido a que la componente hidrostática del esfuerzo no tiene incidencia en la transición del comportamiento elástico a elasto-plástico, se puede afirmar que la cedencia depende únicamente de la magnitud del vector \mathbf{OP} , mientras que la superficie del cilindro cuyos vectores generadores son perpendiculares al plano Π , coincide con la cedencia del material.

Bajo este razonamiento se tiene que cualquier estado de esfuerzos cuyo vector interseque con la superficie del cilindro, produce deformación elasto-plástica, mientras que los vectores que no llegan a la superficie del cilindro producen únicamente deformación elástica [69].

La curva Λ definida por la intersección del plano Π con la superficie del cilindro es conocida como lugar geométrico de la cedencia y en la Figura 2.7 se puede apreciar que es coincidente con el lugar geométrico definido por el criterio de cedencia de von Mises. En la misma figura también se representa en lugar geométrico del criterio de Tresca. La razón de representar gráficamente ambos criterios es que éstos han mostrado amplias coincidencias con lo observado experimentalmente y por ello son ampliamente utilizados.

El desarrollo detallado para la obtención de los criterios de cedencia de Tresca y de von Mises no se muestra en la presente tesis debido a que no se relaciona de manera directa con los objetivos de la misma, además de que dichos desarrollos han sido plasmados en numerosa obras relacionadas con plasticidad, a las que se refiere al lector [69-73].

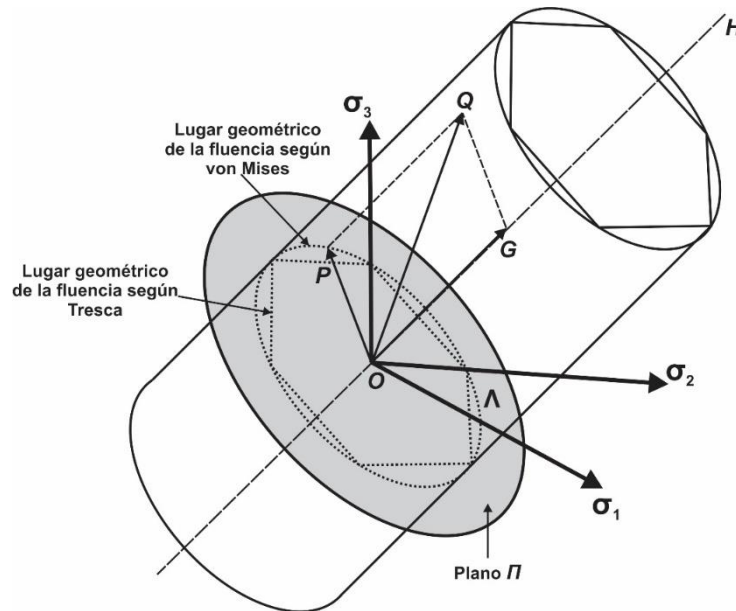


Figura 2.7. Representación del lugar geométrico de la cedencia en el espacio definido por los esfuerzos principales

2.5.2. Plasticidad cristalina

En la mayoría de los materiales con estructura cristalina, la plasticidad se atribuye a la existencia de sistemas de deslizamiento que se definen a partir de las direcciones compactas contenidas en planos compactos. En el caso de los materiales con estructura cúbica centrada en las caras (FCC), las direcciones compactas son las $\langle 110 \rangle$ y los planos compactos son los de la familia $\{111\}$. En materiales cúbicos centrados en el cuerpo (b.c.c.), las direcciones son $\langle 111 \rangle$ y los planos los $\{110\}$.

Bajo condiciones isotérmicas y cuasiestáticas, el análisis cinemático de la deformación plástica en un monocristal se puede analizar como resultado del deslizamiento de planos cristalográficos que ocurre cuando el esfuerzo cortante resuelto en un plano de deslizamiento llega a un valor crítico.

Los sistemas de deslizamiento que se activan a partir de la aplicación de una carga pueden ser determinados al considerar deformaciones infinitesimales y descomponiendo el tensor de velocidad de deformación de la siguiente manera:

$$\dot{\boldsymbol{\epsilon}} = \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^p + \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^e \quad (2.35)$$

Donde la componente elástica se relaciona con la deformación de la red cristalina, mientras que la parte plástica se asocia con el deslizamiento en los planos.

En la Figura 2.8 se muestra el esquema del deslizamiento en un plano, donde $\mathbf{n}^{(\beta)}$ es el vector unitario normal al plano, $\mathbf{m}^{(\beta)}$ es la dirección de deslizamiento y $\dot{\gamma}^{(\beta)}$ es la magnitud de la velocidad de deslizamiento del plano; todos referidos al sistema de deslizamiento β . Con base en lo anterior, se tiene que la velocidad en la dirección del deslizamiento puede ser descrita mediante la ecuación (2.36):

$$\mathbf{v}^{(\beta)} = \dot{\gamma}^{(\beta)} (\mathbf{x} \cdot \mathbf{n}^{(\beta)}) \mathbf{m}^{(\beta)} \quad (2.36)$$

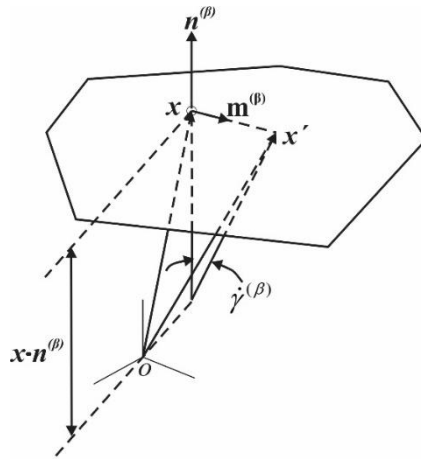


Figura 2.8. Descripción gráfica de la geometría del deslizamiento en un monocristal. Nótese que $\dot{\gamma}^{(\beta)}$ se ha exagerado para fines ilustrativos

El gradiente de velocidad asociado al sistema de deslizamiento β puede ser expresado mediante la ecuación (2.37):

$$\nabla \mathbf{v}^{(\beta)} = \dot{\gamma}^{(\beta)} \mathbf{m}^{(\beta)} \otimes \mathbf{n}^{(\beta)} \quad (2.37)$$

Donde $\mathbf{m}^{(\beta)} \otimes \mathbf{n}^{(\beta)}$ es el tensor de Schmid, el cual representa la parte simétrica del producto tensorial del vector de dirección de deslizamiento por el vector normal al plano de deslizamiento, ambos referidos al sistema de deslizamiento β , es decir:

$$\mathbf{m}^{(\beta)} \otimes \mathbf{n}^{(\beta)} = \frac{1}{2} \left(\mathbf{m}^{(\beta)} \mathbf{n}^{(\beta)} + \mathbf{n}^{(\beta)} \mathbf{m}^{(\beta)} \right) \quad (2.38)$$

En la ecuación (2.39) se muestra el tensor de velocidad de deformación del sistema de deslizamiento β , el cual corresponde a la parte simétrica del gradiente de velocidad:

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\mathbf{p}(\beta)} = \frac{1}{2} \dot{\gamma}^{(\beta)} \left(\mathbf{m}^{(\beta)} \otimes \mathbf{n}^{(\beta)} + \mathbf{n}^{(\beta)} \otimes \mathbf{m}^{(\beta)} \right) \quad (2.39)$$

Finalmente se tiene que la velocidad de deformación en el cristal $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\mathbf{p}}$ corresponde a la suma de las velocidades de deformación en cada uno de los sistemas de deslizamiento activos, lo cual se muestra en la ecuación (2.40):

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\mathbf{p}} = \sum_{\beta\text{-activos}} \dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\mathbf{p}(\beta)} \quad (2.40)$$

En 1934 Taylor [74] sugirió que el deslizamiento es producido por el movimiento de dislocaciones que separan las zonas deslizadas del cristal de las no deslizadas se asocia con la deformación cortante en el sistema β , mediante la ecuación (2.41) la cual es conocida como la ecuación de Orowan:

$$\gamma^{(\beta)} = \rho^{(\beta)} b \bar{\lambda} \quad (2.41)$$

donde $\gamma^{(\beta)}$ es la deformación cortante, $\rho^{(\beta)}$ representa la densidad de dislocaciones, b es la magnitud del vector de Burgers que representa el desplazamiento de cada dislocación y $\bar{\lambda}$ es la distancia promedio recorrida por las dislocaciones a lo largo del volumen.

Peierls y Nabarro [75, 76] demostraron que el esfuerzo necesario para mover una dislocación a través de un cristal es muy bajo en los materiales FCC (y en los BCC por arriba de una temperatura crítica), lo cual implica que la resistencia de los materiales metálicos se deriva de la presencia de múltiples obstáculos adicionales que se oponen al deslizamiento de los planos, además de que el esfuerzo crítico para mover las dislocaciones es menor conforme la distancia entre planos es menor y la longitud b sea menor, lo cual sirvió como fundamento

para establecer que los sistemas de deslizamiento consisten de las direcciones compactas que estén contenidas en los planos compactos.

2.5.3. Plasticidad en materiales policristalinos

En el caso de policristales, como lo son la mayoría de los productos metálicos utilizados en la ingeniería, la deformación de un grano (monocristal) está restringida por los granos vecinos, por lo que existe una relación entre la deformación de cada uno de ellos.

En 1938, Taylor propuso una aproximación en la cual la velocidad de deformación en cada uno de los granos del policristal $\dot{\boldsymbol{\epsilon}}_g$ es la misma y ésta a su vez corresponde a la velocidad de deformación inducida mediante el proceso de conformado a la pieza macroscópica $\dot{\boldsymbol{\epsilon}}_0$, es decir:

$$\dot{\boldsymbol{\epsilon}}_g = \dot{\boldsymbol{\epsilon}}_0 \quad (2.42)$$

La ecuación (2.42) es conocida como la primera hipótesis de Taylor.

A partir de la Figura 2.8 y de la ecuación (2.39) se puede apreciar que el tensor de velocidad de deformación es simétrico y que $tr(\dot{\boldsymbol{\epsilon}}_g) = tr(\dot{\boldsymbol{\epsilon}}_0) = 0$, lo cual implica que no se tiene cambio de volumen durante la deformación plástica. Lo anterior da como resultado que de los nueve componentes del tensor de rango dos, cinco se pueden determinar de manera independiente, con lo cual es posible reescribir la ecuación (2.40) de la siguiente manera:

$$\dot{\boldsymbol{\epsilon}}^p = \sum_{\beta=1}^5 \dot{\boldsymbol{\epsilon}}^{p(\beta)} \quad (2.43)$$

Debido a que de los doce sistemas de deslizamiento disponibles sólo se requieren cinco, la cantidad de soluciones es grande por lo que Taylor planteó una segunda hipótesis en la cual se postula que la combinación de sistemas a elegir es aquella en la cual se minimiza el trabajo plástico necesario para llevar a cabo el proceso de deformación, es decir:

$$Min\{\dot{W}_C\} = Min\left\{\sum_{\beta} \tau_{CRSS}^{(\beta)} \dot{\gamma}^{(\beta)}\right\} \quad (2.44)$$

Donde \dot{W}_C es el trabajo plástico y $\tau_{CRSS}^{(\beta)}$ es el esfuerzo cortante crítico correspondiente al sistema de deslizamiento β , el cual puede ser calculado mediante técnicas de programación lineal. Cabe mencionar que la mayor parte del trabajo plástico se disipa en forma de calor, mientras que sólo una pequeña parte (alrededor de 1%) se retiene en el material en forma de energía almacenada [77], más específicamente, en la subestructura formada por la acumulación de dislocaciones.

2.6. Endurecimiento por deformación

Cuando un material es deformado plásticamente, su microestructura sufre una serie de modificaciones entre las cuales destaca el cambio en la forma de los granos y el incremento del área de límite de los mismos. Este fenómeno se da como consecuencia del deslizamiento de planos durante el movimiento de dislocaciones e incremento en la densidad de las mismas, ya que parte de las dislocaciones generadas de manera continua durante la deformación plástica se desplazan hacia los límites de grano provocando un incremento en el área total de estos últimos.

Otra consecuencia de la deformación plástica es que se genera una estructura dentro de los granos, ya que parte de las nuevas dislocaciones se agrupan en los límites de los subgranos que conforman la estructura interna mencionada.

2.6.1. Energía almacenada durante la deformación plástica

La energía almacenada en el material durante la deformación plástica se asocia con el incremento en el área de límites de grano y con la formación de la nueva subestructura, por lo que dicha energía a su vez se relaciona con la densidad de dislocaciones y el desplazamiento de las mismas.

A pesar de que la energía almacenada durante la deformación representa sólo una pequeña fracción del trabajo plástico, dicha energía es la fuente para el movimiento de dislocaciones y el incremento de las mismas, lo cual produce el endurecimiento que se presenta durante la deformación plástica.

Cuando la deformación plástica es baja se puede determinar la densidad de dislocaciones de manera directa mediante microscopía electrónica de transmisión y de esta manera estimar la energía almacenada. Sin embargo, cuando la deformación plástica es moderadamente

elevada o severa no es posible cuantificar la densidad de dislocaciones con precisión y es entonces que se requiere estimarla estableciendo una relación con las propiedades mecánicas del material, un ejemplo de ello se muestra en la ecuación (2.45):

$$\sigma = \alpha_1 G b \rho^{\frac{1}{2}} \quad (2.45)$$

Donde σ es el esfuerzo de fluencia, α_1 es una constante cuyo valor aproximado es de 0.5 y G es el módulo de rigidez a corte.

Para representar la energía de las dislocaciones de manera precisa es necesario tomar en cuenta su geometría y el medio en el que se encuentran, esto implica un análisis detallado de la teoría de dislocaciones, el cual no cabe dentro del contexto de esta tesis. Sin embargo, se ha encontrado que si se omite la energía del núcleo de dislocaciones y se considera que el material presenta un comportamiento elástico isotrópico, la energía de las dislocaciones puede ser aproximada de manera simplificada mediante la ecuación (2.46):

$$E_{dis} = \alpha_2 G b^2 \quad (2.46)$$

Donde α_2 es una constante cuyo valor aproximado es 0.5.

Como la energía almacenada se relaciona con la densidad de dislocaciones y el desplazamiento de éstas, se puede plantear la siguiente relación:

$$E_D = \rho E_{dis} \quad (2.47)$$

Por lo que la energía almacenada se puede expresar mediante la ecuación (2.48):

$$E_D = \alpha_2 \rho G b^2 \quad (2.48)$$

En casos donde la microestructura deformada presenta subgranos, entonces la energía almacenada puede ser estimada a partir del diámetro de los subgranos (D) y de la energía (γ_s) de los límites de grano de ángulo bajo que han comprimido las paredes de los subgranos. Por otro lado, el área de los límites de grano de ángulo bajo es proporcional a $3/D$, por lo tanto, la energía almacenada por unidad de volumen (E_D) se puede aproximar mediante la ecuación (2.49):

$$E_D \approx \frac{3\gamma_s}{D} \quad (2.49)$$

Lo expuesto en el párrafo anterior es consecuencia de que γ_s se relaciona de manera directa con la desorientación de los límites de grano (θ), por lo que la ecuación (2.49) puede ser expresada en términos de D y θ de la siguiente manera:

$$E_D \approx \frac{K\theta}{D} \quad (2.50)$$

Donde K es una constante.

2.7. Orientación de límites de grano

Un límite de grano en un sólido cristalino es una región que separa dos cristales (granos), que tienen orientaciones diferentes.

Generalmente, un límite de grano puede ser descrito mediante cinco parámetros independientes, dos de los cuales dependen de la orientación del plano de frontera con respecto a uno de los cristales, mientras que los tres restantes dependen de la desorientación entre ambos granos, la cual puede representarse mediante una rotación θ con respecto al eje O . De manera general, la orientación del límite de grano entre los dos granos desorientados se define mediante la normal al plano del límite de grano (n).

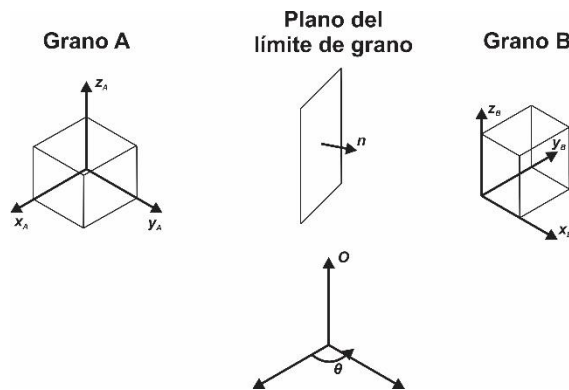


Figura 2.9. Variables que definen un límite de grano. O representa al eje de rotación, θ al ángulo de desorientación entre ambos granos y n el vector normal al plano que separa los granos [78]

Los límites de grano se dividen en dos tipos, dependiendo del ángulo de desorientación θ que existe entre los dos granos, teniéndose que para ángulos por arriba de cierto valor se consideran límites de grano de ángulo grande (HAGB), mientras que por debajo de ese valor se les considera límites de grano de ángulo bajo (LAGB). Usualmente el valor de transición mencionado se encuentra entre 10° y 15° .

De manera general los LAGB se componen de arreglos de dislocaciones y su estructura y propiedades dependen del grado de desorientación. Por otro lado, en los HAGB, al no poderse distinguir dislocaciones de manera individual, su estructura y propiedades no dependen del grado de desorientación [78].

2.8. Orientación cristalográfica

2.8.1. Sistemas de referencia de la muestra y del cristal

Para especificar una orientación cristalográfica es necesario determinar dos sistemas de referencia, uno de los cuales se relaciona con la muestra del material analizado, mientras que el otro se relaciona con el cristal.

Los ejes coordenados del sistema de referencia correspondiente a la muestra se determinan de tal manera que coincidan con direcciones asociadas a la forma externa del material y así poder relacionarlo con el método de procesamiento al que éste fue sometido. Un ejemplo de sistema de referencia de la muestra es el utilizado para la descripción de productos laminados como los que se han estudiado en la presente tesis donde RD es la dirección en la que el material fue laminado, ND es la dirección normal al plano de laminado y TD es la dirección transversal.

La elección del sistema de referencia del cristal es en principio arbitraria. Sin embargo, es conveniente que se adapte a la simetría del cristal, ya que los ejes [100], [010] y [001] pueden adaptarse a cristales ortogonales como los correspondientes a los sistemas cúbico, tetragonal u ortorrómbico.

En la Figura 2.10 se muestra la relación que existe entre el sistema de referencia de un producto laminado y un cristal al que se le puede asociar un sistema de referencia ortogonal.

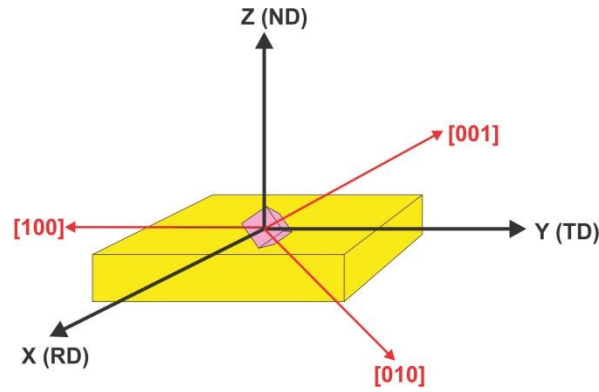


Figura 2.10. Relación entre el sistema coordenado asociado a la muestra de un producto laminado XYZ (o RD, TD, ND) y el sistema coordenado de un cristal [100], [010], [001]

2.8.2. La matriz de orientación

Existen diversas formas de describir la orientación de un sistema de referencia con respecto a otro. En el presente trabajo se muestra la correspondiente a ángulos de Euler que es la más utilizada en el análisis de textura y que fue mediante la cual se procesaron los datos en la presente tesis.

Se parte considerando que los ejes del sistema coordenado del cristal y de la muestra son paralelos, entonces se realizan tres rotaciones del sistema coordenado del cristal con respecto al sistema de la muestra. Primero se rota un ángulo ϕ_1 con respecto al eje Z, posteriormente un ángulo Φ con respecto al eje X' (eje X con la nueva orientación) y finalmente un ángulo ϕ_2 con respecto al eje Z' (eje Z con la nueva orientación). De esta manera la rotación \mathbf{g} puede ser representada mediante los tres ángulos de Euler de la siguiente manera:

$$\mathbf{g} = (\phi_1, \Phi, \phi_2) \quad (2.51)$$

se puede obtener mediante la ecuación (2.57):

Considerando los ejes Z de ambos sistemas coordenados y sus respectivos planos XY se llega a que los ángulos de Euler son simétricos con respecto a ambos sistemas. El ángulo Φ es el ángulo entre ambos ejes Z, mientras que ϕ_1 y ϕ_2 representan la distancia entre los dos ejes X a partir de la línea en que intersecan los XY, por lo que es posible describir a la rotación \mathbf{g} mediante la ecuación (2.52):

$$\mathbf{g} = \mathbf{g}_{\varphi_2}^{Z'} \cdot \mathbf{g}_{\Phi}^{X'} \cdot \mathbf{g}_{\varphi_1}^{Z'} \quad (2.52)$$

Donde cada una de las matrices \mathbf{g} representan las rotaciones previamente mencionadas y pueden expresarse de la siguiente manera [79]:

$$\mathbf{g}_{\varphi_1}^{Z'} = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 & \sin \varphi_1 & 0 \\ -\sin \varphi_1 & \cos \varphi_1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (2.53)$$

$$\mathbf{g}_{\Phi}^{X'} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \Phi & \sin \Phi \\ 0 & -\sin \Phi & \cos \Phi \end{bmatrix} \quad (2.54)$$

$$\mathbf{g}_{\varphi_2}^{Z'} = \begin{bmatrix} \cos \varphi_2 & \sin \varphi_2 & 0 \\ -\sin \varphi_2 & \cos \varphi_2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (2.55)$$

Al realizar el producto de las tres matrices se llega a:

$$\mathbf{g} = (\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi & \sin \varphi_2 \sin \Phi \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi & \cos \varphi_2 \sin \Phi \\ \sin \varphi_1 \sin \Phi & -\cos \varphi_1 \sin \Phi & \cos \Phi \end{bmatrix} \quad (2.56)$$

Con base en lo anterior, se puede representar la rotación de un sistema coordenado correspondiente a un cristal con respecto a la muestra mediante la ecuación (2.57):

$$\mathbf{C}_c = \mathbf{g} \cdot \mathbf{C}_s \quad (2.57)$$

Donde \mathbf{C}_c y \mathbf{C}_s son los sistemas coordenados asociados al cristal y a la muestra respectivamente.

2.9. Descripción de datos de difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

Parte importante del desarrollo experimental de la presente tesis fue el análisis mediante EBSD, dicha técnica se explica de manera general en el capítulo 3. Sin embargo, aquí se describen algunos de los datos que es posible obtener a partir de dicha técnica.

2.9.1. Mapas de figura de polo inversa (IPFM)

De igual forma que con SEM convencionales o con microscopía óptica, la técnica de EBSD puede ser utilizada para visualizar características básicas de la microestructura de los materiales analizados.

Los IPFM son esquemas que mediante colores representan la orientación de cada uno de los granos u orientación interna de estos y se generan a partir de la orientación de grupos locales de píxeles obtenidos.

A cada orientación cristalina se le asigna un color basado en la escala de colores de ángulos de Euler, la cual se compone de tres colores en escala RGB. De manera general, colores similares indican orientaciones similares, las cuales se asocian con las figuras de polo inversa donde para un cristal cúbico se asigna el color rojo a las direcciones $\langle 001 \rangle$, el verde para $\langle 101 \rangle$ y azul para $\langle 111 \rangle$ [80]. Esto se muestra de manera gráfica en la Figura 2.11.

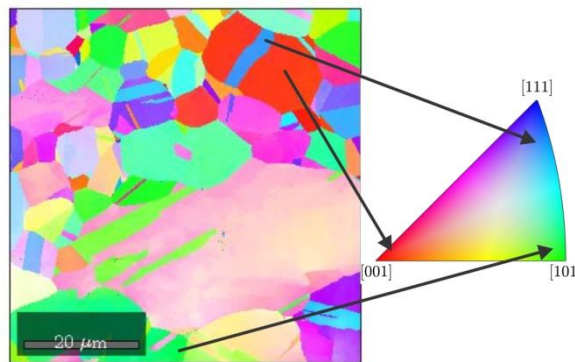


Figura 2.11. Representación de orientaciones en los IPFM

2.9.2. Función de distribución de orientaciones (ODF)

Para llevar a cabo el análisis de las texturas es necesario describir las orientaciones en un policristal mediante una representación tridimensional conocida como función de densidad de orientaciones (ODF).

Una ODF es una función mediante la cual se calcula la densidad de probabilidad de orientaciones \mathbf{g} en un cristal. Generalmente se expresa en términos de ángulos de Euler $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$.

Si se considera una microestructura con i granos de volumen V_i con diferentes orientaciones. La ODF se define mediante las siguientes relaciones:

$$\frac{dV}{V} = f(\mathbf{g}) \quad (2.58)$$

Mientras que:

$$d\mathbf{g} = \frac{1}{8\pi^2} \sin \Phi d\varphi_1 d\Phi d\varphi_2 \quad (2.59)$$

Finalmente:

$$\oint f(\mathbf{g}) d\mathbf{g} = 1 \quad (2.60)$$

Donde V es el volumen de la muestra, dV es el volumen de los cristales con orientación \mathbf{g} dentro de un elemento diferencial del espacio de Euler $d\mathbf{g}$.

Para definir las orientaciones dentro de un cristal, se requiere de proyecciones bidimensionales (figuras de polo) asociadas al sistema cristalino utilizado; estas se pueden definir matemáticamente mediante la fracción de volumen dV/V de cristales que tienen dirección h paralela a la dirección y de la muestra:

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{4\pi} P_h(y) dy \quad (2.61)$$

Debido a que las figuras de polo usualmente son normalizadas, se pueden expresar mediante la ecuación (2.62):

$$\frac{1}{4\pi} \oint P_h(y) dy = 1 \quad (2.62)$$

De esta manera, una figura de polo $P_h(y)$ definida en 2D, corresponde a una región 3D en la ODF $f(\mathbf{g})$ que contiene todas las posibles rotaciones γ con respecto a la dirección y , lo cual se expresa en la ecuación (2.63) [81]:

$$P_h(y) = \frac{1}{2\pi} \int_{\gamma=0}^{2\pi} f(\mathbf{g}) d\gamma \quad (2.63)$$

Debido a que no es posible obtener una solución analítica para la ecuación anterior, es necesario recurrir al método de expansión de series de funciones armónicas esféricas generalizadas, para mayor detalle respecto a dichas soluciones se refiere al lector a [79].

Una vez obtenida la función $f(g)$ y después de haber corregido algunos errores inherentes a su cálculo, es posible construir mapa de contornos que abarcan de manera uniforme el espacio de Euler, en el cual se encuentran definidas las orientaciones del cristal analizado.

En los mapas de la ODF se muestran secciones constantes del ángulo φ_2 con valores de φ_1 , y Φ que dependen de la simetría de la muestra. Cada contorno adopta valores en escala logarítmica, teniéndose que el contorno más intenso corresponde a la dirección cristalográfica en la que se encuentran orientados la mayor fracción de volumen de granos en el cristal.

Un ejemplo de mapa de ODF correspondiente a Cu laminado en frío se muestra en la Figura 2.12, donde el espacio de Euler se ha seccionado de 5° en 5° . Sin embargo, es importante mencionar que para algunos materiales laminados en frío o recristalizados basta con mostrar secciones de $\varphi_2=45^\circ$, $\varphi_2=65^\circ$ y $\varphi_2=90^\circ$, ya que los componentes característicos de estos materiales se presentan en dichas secciones.

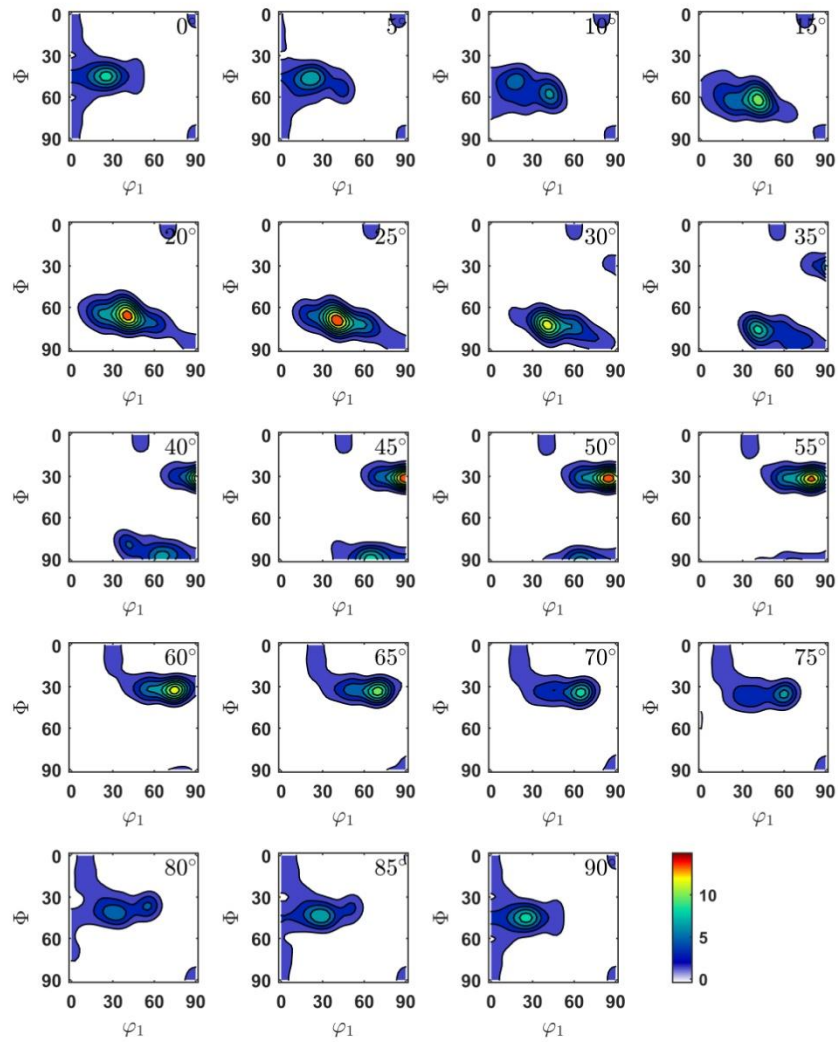


Figura 2.12. Secciones de cada 5° en φ_2 de ODF correspondiente Cu laminado en frio

En la Tabla 2.1 y Tabla 2.2, se muestran los componentes característicos de materiales FCC laminados en frio y recristalizados respectivamente.

Tabla 2.1. Componentes de textura en metales FCC laminados en frío. Se presentan ángulos de Euler en notación de Bunge

Componente	Plano/dirección	φ_1	Φ	φ_2
Copper	$\{112\}\langle 111\rangle$	0	35.	45
S	$\{123\}\langle 634\rangle$	59	37	63
Gross	$\{011\}\langle 100\rangle$	0	45	90
Brass	$\{011\}\langle 211\rangle$	35	45	90
Dillamore	$\{4411\}\langle 11118\rangle$	90	27	45
Cube	$\{001\}\langle 100\rangle$	0	0	0

Tabla 2.2. Componentes de textura en metales FCC recristalizados. Se presentan ángulos de Euler en notación de Bunge

Componente	Plano/dirección	φ_1	Φ	φ_2
Cube	$\{001\}\langle 100\rangle$	0	0	0
Gross	$\{011\}\langle 100\rangle$	0	45	0
S	$\{123\}\langle 634\rangle$	59	37	63
P	$\{011\}\langle 122\rangle$	70	45	0
Q	$\{013\}\langle 231\rangle$	58	18	0
R	$\{124\}\langle 211\rangle$	57	29	63

2.10. Deformación plástica severa

Métodos comunes de conformado de materiales como el estirado de alambre, forja, extrusión o laminado, se implementan con la finalidad de modificar la forma del producto y de manera adicional dichos procesos traen consigo un incremento en la resistencia mecánica de metales y aleaciones debido a la modificación microestructural inducida a partir de la deformación plástica involucrada en el proceso de manufactura.

Comúnmente, cuando alguno de los procesos de conformado antes mencionados se realiza por debajo de 0.4 veces la temperatura de fusión y la deformación equivalente de von Mises es superior a 0.5, se considera que la deformación plástica es elevada, lo cual es un escenario bastante común.

Una forma de expresar el nivel de deformación plástica aplicada es mediante deformaciones equivalentes de von Mises, mismas que para un proceso de laminado se pueden calcular a partir de la ecuación (2.64):

$$\varepsilon_{VM} = 1.15 \ln \left[\frac{h_0}{h_f} \right] \quad (2.64)$$

Donde h_0 y h_f son los espesores inicial y final respectivamente.

Experimentalmente se ha encontrado que el límite de deformaciones equivalentes de von Mises en procesos de manufactura comunes se encuentra entre 4 y 4.5, esto implica que si se desean deformaciones más elevadas es necesario implementar procesos de manufactura diferentes, para lo cual se han sugerido procesos que combinan compresión y deformación cortante al mismo tiempo, lo cual permite deformar el material sin modificar su forma. Una manera de lograr lo anterior es llevar a cabo el proceso de deformación bajo condiciones de presión hidrostática.

Otra limitante que se presenta cuando se desean grandes deformaciones es que si éstas se aplican a temperatura ambiente, el material suele llegar a la fractura aún en las primeras etapas del proceso. Sin embargo, si la deformación se realiza bajo un régimen de presión hidrostática, es posible incrementar la deformabilidad del material. Hay que mencionar el estirado de alambre, donde desde hace más de 50 años se alcanzan deformaciones hasta de 10.

En el año 1979, Erbel [82] diseñó un arreglo experimental con el cual fue posible la aplicación de cargas a torsión y compresión bajo un régimen de presión hidrostática, logrando deformaciones equivalentes mayores a 10. Lo anterior dio como resultado un fuerte refinamiento de grano que posteriormente fue analizado a detalle, demostrando que se había logrado la obtención de un material con grano ultra fino y con HAGB [83]. Hoy en día, el proceso de refinamiento de grano mediante la aplicación de deformaciones muy grandes, es decir, mayores a 6 y bajo altas presiones es conocido como deformación plástica severa [32].

El procesamiento de materiales con tamaño de grano ultrafino o nanoestructurados utilizando métodos de deformación plástica severa es un campo de estudio muy prometedor que genera gran interés en la comunidad científica debido al amplio campo de aplicaciones funcionales y estructurales en los que estos materiales pueden ser utilizados [30]. Actualmente existe una amplia variedad de técnicas de deformación plástica severa, entre las cuales destacan dos de manera muy particular: torsión a altas presiones y presión en canal angular constante.

En el método de torsión a altas presiones (HPT) que se muestra en la Figura 2.13a, el material se coloca entre un émbolo y un soporte para posteriormente ser comprimido por el efecto de la fuerza P . Posteriormente, el soporte gira y la fuerza de fricción induce deformación cortante en la muestra. Debido a que la magnitud de la fuerza P es elevada, la presión generada no permite que el material se fracture, lo cual permite la aplicación de elevadas deformaciones, dando como resultado la posibilidad de obtener un marcado refinamiento de grano aún durante el primer giro. Sin embargo, para lograr un material nanoestructurado se necesita que el soporte gire un número considerable de veces.

En la Figura 2.13b se muestra de manera esquemática el proceso de presión en canal angular constante (ECAP). El proceso consiste en introducir una muestra del material cuyas dimensiones de sección transversal se ajustan a las de un canal dentro de un dado que presenta un ángulo (en este caso de 90°) y presionar hasta que el material salga por el otro extremo del canal. Debido a que la sección transversal del material de trabajo permanece constante, es posible repetir la operación varias veces. La deformación aplicada en cada paso de ECAP depende principalmente del ángulo Φ entre cada una de las direcciones del canal y en menor medida del ángulo Ψ que es el arco de curvatura en la intersección inferior entre ambas direcciones del canal (en la Figura 2.13b $\Psi=0$).

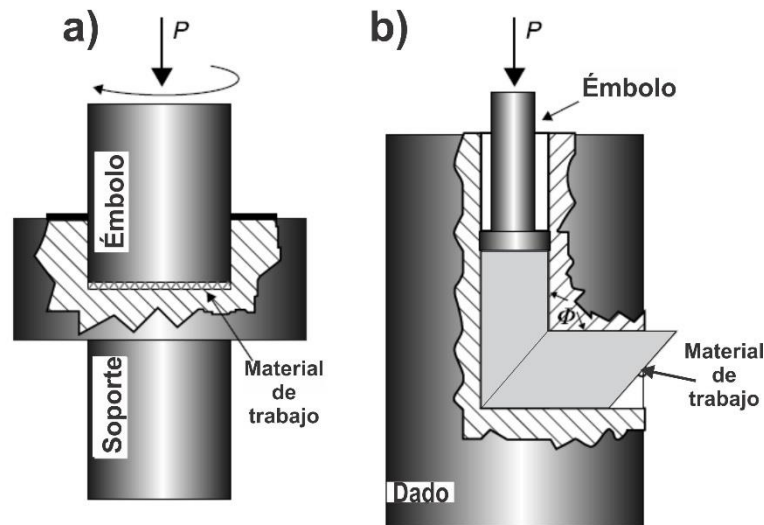


Figura 2.13. Principales métodos de deformación plástica severa. a) Torsión a altas presiones (HPT), b) Extrusión en canal angular constante (ECAP) [65]

La mayoría de los métodos de SPD, incluyendo los aquí mencionados, son técnicas donde el refinamiento de grano producido a partir de la deformación se realiza a través de todo el volumen del material, dando como resultado una estructura homogénea cuyas propiedades son muy similares en cualquier zona del material.

En los últimos años, el desarrollo y aplicación de procesos para generar microestructuras donde el refinamiento de grano obtenido a partir de deformación plástica sea gradual ha adquirido gran interés, esto motivado por el hecho de que en muchas aplicaciones es deseable que algunas propiedades en la superficie, tales como dureza o resistencia al desgaste sean diferentes a las del resto del material, ya que éstas pueden determinar la vida útil del elemento [84]. Recientemente se ha demostrado que introducir un gradiente de refinamiento de grano hacia la superficie del material permite incrementar la dureza del mismo sin sacrificar ductilidad [85].

Para lograr este tipo de microestructuras se han desarrollado diversas técnicas basadas en fricción y deslizamiento, entre la que destaca el tratamiento mediante desgaste mecánico en superficies (SMAT).

El SMAT consiste en colocar esferas sobre una mesa vibratoria, cuando dichas esferas entran en resonancia impactan la muestra y modifican su superficie. Cada impacto de las esferas tiene dirección aleatoria, por lo que se induce una elevada deformación plástica y un

refinamiento de grano progresivo. Un esquema de esta técnica se muestra en la Figura 2.14 [86].

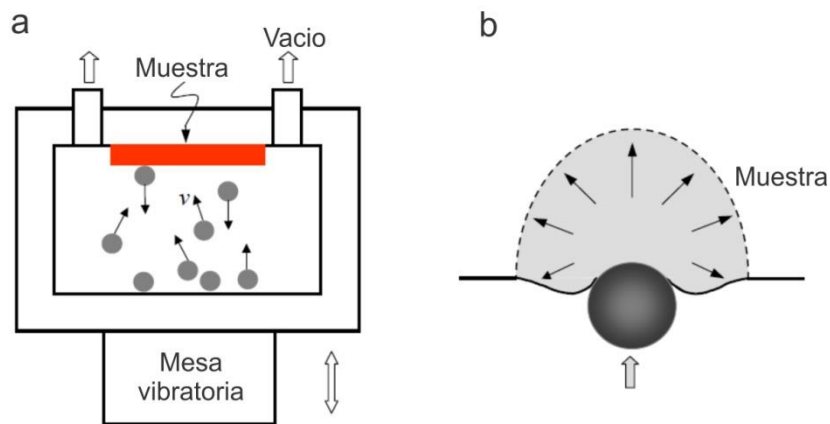


Figura 2.14 Esquema de la técnica SMAT. a) Esquema del dispositivo, esferas y muestra, b) Esquema de la muestra siendo impactada por una esfera [86]

2.11. Materiales con estructura ultrafina y nanoestructurados

Los materiales con estructura ultrafina y nanoestructurados son sólidos cuyo tamaño de grano se encuentra en el caso de los primeros por debajo de $1 \mu\text{m}$, mientras que los materiales nanoestructurados presentan un tamaño de grano menor a 100 nm . Estos materiales se caracterizan por exhibir extraordinarias propiedades mecánicas tales como elevadas resistencia y ductilidad, las cuales son de gran relevancia y determinan el comportamiento durante la deformación plástica.

La relación entre el esfuerzo de fluencia y el tamaño de grano en un material policristalino usualmente se describe mediante la conocida relación de Hall-Petch que se muestra en la ecuación (2.65):

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (2.65)$$

Donde σ_y es el esfuerzo de fluencia de un material con tamaño de grano d , σ_0 es el esfuerzo de fluencia para un grano grande (monocristal) y k es una constante del material.

A temperatura ambiente, el comportamiento durante la deformación plástica en materiales cristalinos con tamaño de grano mayor a $1 \mu\text{m}$ se asocia con el movimiento e incremento en

la densidad de dislocaciones, lo cual lleva a una modificación de la geometría de los granos. Para garantizar la continuidad de la estructura se requiere un incremento del área del límite de grano, el cual se da a partir de la incorporación de dislocaciones en los límites de la estructura interna generada durante el proceso de deformación, dando lugar a granos más pequeños con LAGB y por lo tanto a materiales con un esfuerzo de fluencia mayor [77].

En el caso de los materiales con grano ultrafino o nanoestructurados obtenidos mediante procesos de deformación plástica severa, el incremento en la resistencia mecánica se da de manera similar. Sin embargo, gracias a la presión hidrostática impuesta es posible seguir deformando el material hasta llegar a un tamaño de grano donde el elevado número de límites de grano dificulta el movimiento de dislocaciones, ya que dichos límites actúan como un obstáculo dentro de la red.

Ante la imposibilidad de continuar desplazándose, las dislocaciones se apilan y se produce un exceso de energía libre en los límites de grano, lo cual da paso a otros mecanismos de deformación, tales como rotación de los granos y deslizamiento de los mismos.

La combinación del aumento en la resistencia mecánica obtenido gracias al refinamiento de grano y el incremento en la ductilidad producido por el deslizamiento de los límites de los mismos, da como resultado que los materiales con tamaño de grano ultra-fino y nanoestructurados obtenidos mediante deformación plástica severa presenten un elevado nivel de resistencia [30, 87, 88].

3. Diseño experimental, materiales y técnicas de caracterización

Con base en teorías existentes y experimentos bien seleccionados, se ha investigado cuáles son los principales factores asociados con composición y ductilidad que influyen en el comportamiento tribológico entre dos materiales metálicos cuando éstos se someten a condiciones de contacto deslizando sin que se incluya un medio lubricante.

En la primera parte de este capítulo se describe el ensayo de tribometría coaxial que ha sido diseñado e implementado durante el desarrollo de la investigación asociada a la tesis. Posteriormente, se presentan los materiales y métodos de procesamiento al que éstos fueron sometidos antes de ser ensayados tribológicamente, además de mostrar los parámetros y condiciones específicas de los ensayos realizados. Finalmente, se describe cada una de las técnicas de caracterización que han permitido asociar las condiciones iniciales de cada material con la modificación superficial y estructural generada a partir del proceso de desgaste.

3.1. Tribometría coaxial

Para llevar a cabo el proceso de desgaste, se ha optado por el diseño y fabricación de un equipo pensado ex profeso para la obtención de datos específicos que permitan establecer parámetros relacionados con la fricción y el desgaste en tribopares que cumplan con determinadas geometrías. De esta manera se abre la posibilidad de dar una descripción cualitativa de la compatibilidad tribológica entre los materiales ensayados.

En la Unidad de Investigación y Asistencia Técnica en Materiales (UDIATEM) de la Facultad de Ingeniería de la UNAM se han desarrollado diversos prototipos de tribómetro coaxial [89-91] que han tenido como finalidad la realización de ensayos donde el contacto entre superficies sea continuo a lo largo de todo el proceso y de esta manera establecer las bases para un ensayo tribológico que permita reproducir las condiciones de contacto que se presentan en algunos elementos de máquina bajo condiciones de operación extremas, así como la modificación superficial y estructural que ha sido observada en los mismos [23].

Debido a que los resultados obtenidos a partir de las modificaciones implementadas en cada uno de los prototipos del tribómetro coaxial fueron satisfactorios, se decidió invertir en

mejoras sustantivas que dotaran al sistema de un mayor control en el proceso de aplicación de carga normal y de la velocidad de giro del perno, también se optó por modificar la estructura del sistema para dotarlo de mayor rigidez. En conjunto, estas modificaciones permitieron disminuir la dispersión de datos durante el ensayo y se ven reflejadas en el sistema automatizado con el que actualmente se cuenta [92].

Es importante mencionar que la versión actual del equipo ya ha llevado a varios resultados publicados, lo que indica que el concepto fue aceptado por la comunidad tribológica internacional [93-95].

3.1.1. Descripción del tribómetro coaxial

El más reciente prototipo de tribómetro coaxial se compone de un sistema automatizado de control de carga, un sistema para la aplicación de par torsional y giro del perno y un sistema de adquisición de datos. Cada uno de estos sistemas funciona de manera independiente y se componen de los elementos que a continuación se mencionan.

1. Sistema de aplicación de carga normal. Se compone de un controlador Galil DMC-1425® adaptado a un módulo de interconexión Galil ICM-1460®, la señal de salida es enviada a un servoamplificador EMERSON EN-204® y posteriormente a un servomotor EXLAR SL-M060®. Todo el sistema es controlado desde un equipo de cómputo equipado con paquetería Galiltools y DMC Smart Terminal, con lo cual es posible la variación de modos de desplazamiento mediante programación de parámetros específicos para cada uno de los ensayos. El esquema de este sistema se muestra en la Figura 3.1.

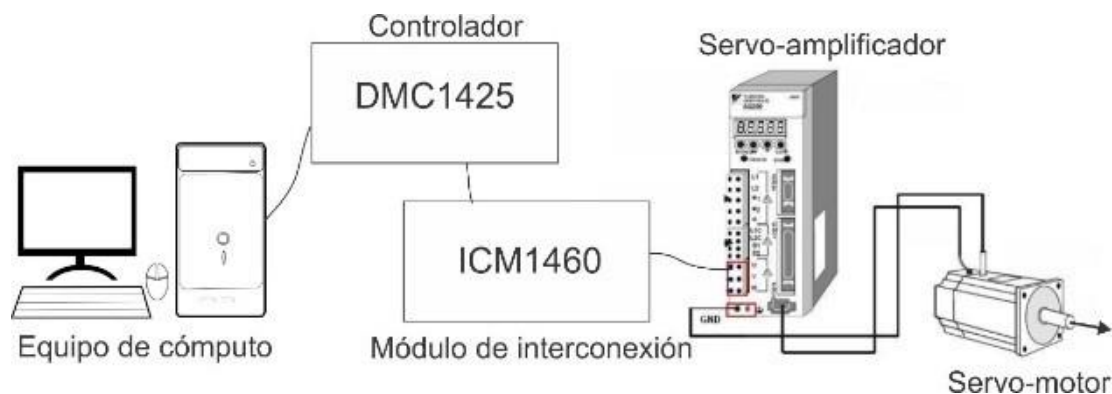


Figura 3.1. Esquema del sistema de aplicación de carga del tribómetro coaxial

2. Sistema de aplicación de par torsional y giro. Se compone de un motor eléctrico de corriente directa de 0.5 hp controlado mediante un variador de velocidad, el motor se encuentra acoplado a una flecha conectada a un sistema de transmisión que permite el giro de un perno con geometría específica. Es posible variar la velocidad de giro en un rango de 30 a 1750 rpm dependiendo de los requerimientos del ensayo.
3. Sistema de adquisición de datos. La instrumentación del equipo consta de un sensor de torque Futek TRS300® y una celda de carga Burster 8524® los cuales al ser puestos en operación generan señales de voltaje que son interpretadas por una tarjeta de adquisición de datos NI-SCXI-1102 conectada a un módulo NI-SCXI-1000, ambos de la marca National Instruments. La medición de velocidad de giro del perno se realiza utilizando como tacómetro un sensor óptico el cual registra los pulsos eléctricos provenientes de la obstrucción de un haz de luz, dicho sensor se encuentra conectado a una tarjeta ArduinoUNO. Los datos entregados por el módulo National Instruments SCXI1000® y la tarjeta ArduinoUNO se registran en un equipo de cómputo a través de conexiones USB y pueden ser visualizados utilizando software LabView y Serial Monitor de Arduino, respectivamente.

En la Figura 3.2 se muestra un dibujo del ensamble final del tribómetro coaxial señalando algunos de los elementos que conforman los sistemas anteriormente descritos.

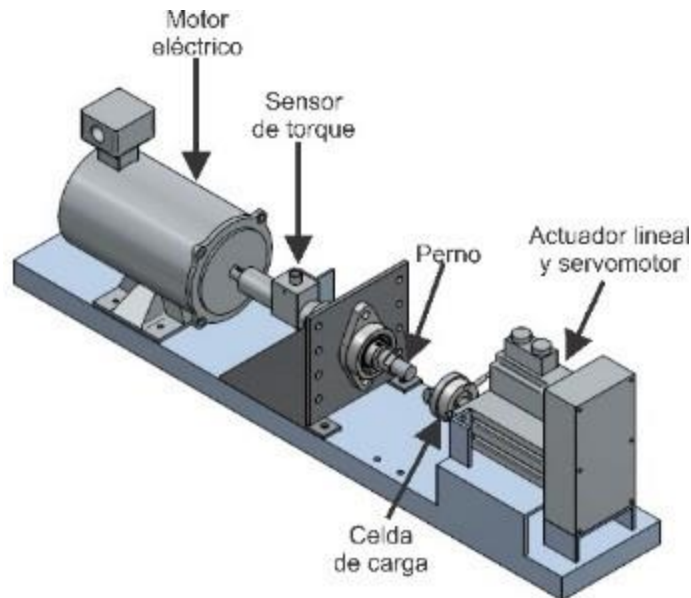


Figura 3.2. Ensamble final del tribómetro coaxial utilizado

3.1.2. Descripción del ensayo de tribometría coaxial

El ensayo de tribometría coaxial consiste en la aplicación de una carga normal a una superficie plana utilizando un perno con un casquete esférico, cuyas dimensiones se muestran en la Figura 3.3a. Posteriormente el perno se hace girar sobre su propio eje a una velocidad angular constante durante un determinado periodo de tiempo. La zona de contacto se muestra en la Figura 3.3b.

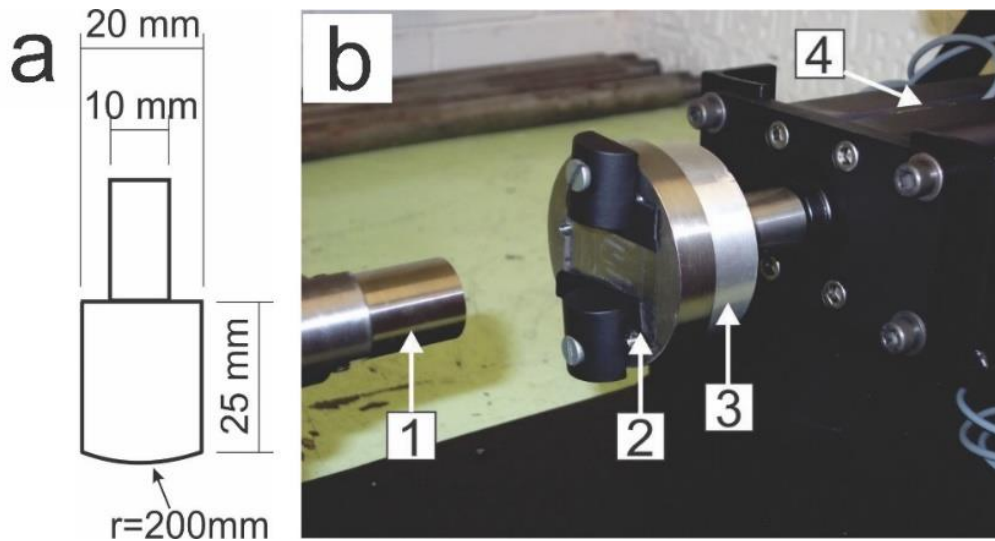


Figura 3.3. a) Esquema de la geometría y dimensiones del perno utilizado durante los ensayos tribológicos, b) Fotografía de la zona de contacto del tribómetro coaxial. El perno con casquete esférico (1) entra en contacto con el material dúctil que se encuentra montado sobre el portamuestras (2). La celda de carga (3) permite la adecuada medición de la carga normal aplicada mediante el desplazamiento generado por del servo-motor sobre el actuador lineal (4)

Gracias a la instrumentación implementada es posible obtener datos sincronizados de la carga normal aplicada y del torque, a partir de estos datos y basándose en el esquema mostrado en la Figura 3.4, se puede obtener una relación entre las variables mencionadas.

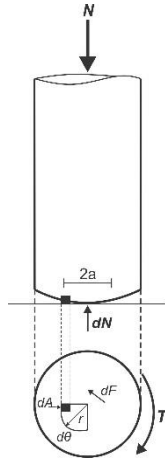


Figura 3.4. Esquema de las fuerzas involucradas en el ensayo de tribometría coaxial

El torque T generado mediante la aplicación de una fuerza de fricción F se define a partir de la siguiente integral:

$$T = \int r dF \quad (3.1)$$

Donde r es el radio del elemento diferencial de área.

Considerando que el esfuerzo en dirección normal es definido como el cociente de la carga normal entre el área de contacto, además de que la diferencial de área en coordenadas cilíndricas es definida como:

$$dA = r d\theta dr \quad (3.2)$$

Desarrollando cada uno de los términos se tiene:

$$T = \int_0^a \int_0^{2\pi} \mu \frac{N}{\pi a_p^2} r^2 d\theta dr \quad (3.3)$$

Resolviendo la integral se tiene que:

$$T = \frac{2\mu Na}{3} \quad (3.4)$$

Debido a que los valores de carga normal aplicada durante el ensayo de tribometría coaxial implican que la superficie plana será deformada plásticamente, no es posible obtener el radio del área de contacto utilizando las ecuaciones que describen el modelo de contacto de Hertz. Otro punto a tomar en cuenta es que al resolver la integral (3.3) se considera que la distribución de presión a lo largo del área de contacto es constante, lo cual como se puede observar en la Figura 3.5 no sucede. Sin embargo, gracias a la instrumentación del dispositivo, es posible obtener valores de torque generado durante el giro del perno sobre la superficie plana, lo cual permite establecer cualitativamente el nivel de compatibilidad tribológica que se presenta entre el perno de acero y los diversos materiales que se han analizado.

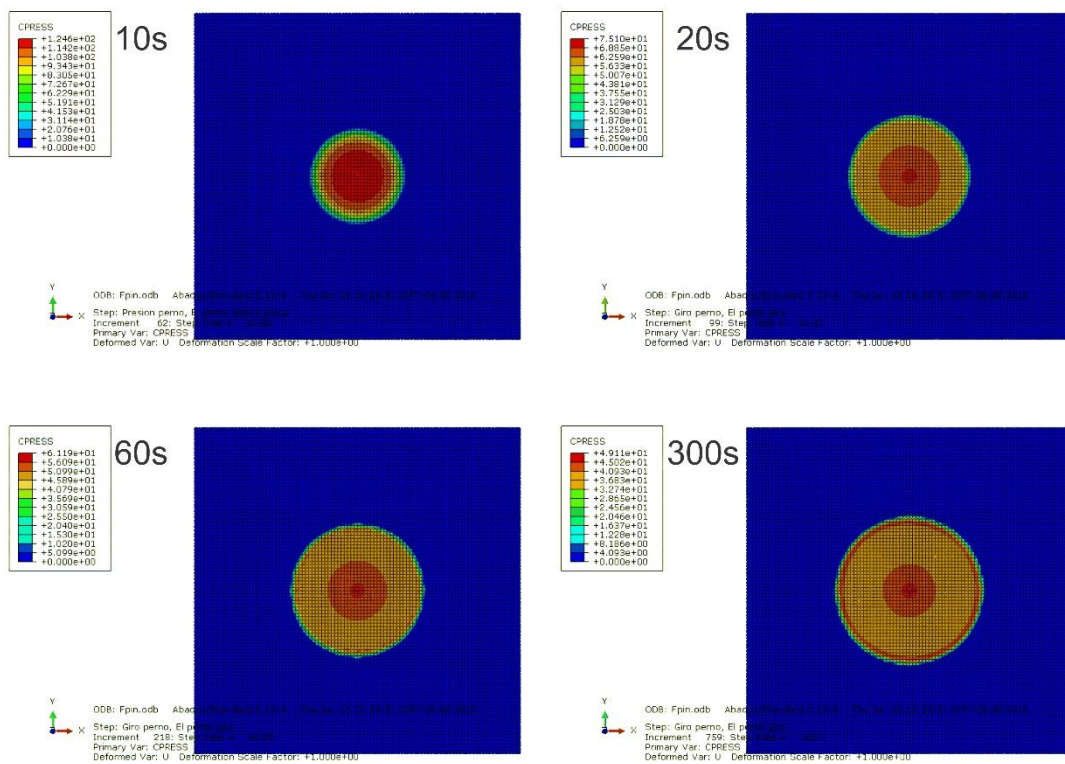


Figura 3.5. Distribución de la presión de contacto durante el ensayo de tribometría coaxial [93]

3.1.3. Ventajas del ensayo de tribometría coaxial

A diferencia de las pruebas estandarizadas que actualmente son utilizadas como referente en la caracterización del comportamiento tribológico de materiales, la configuración planteada en el ensayo de tribometría coaxial permite que durante periodos en los cuales dos superficies son sujetas a condiciones de contacto deslizante, éste se lleve a cabo de manera

continúa sin cambiar de zona de contacto, es decir, sin que cambie la posición de un elemento del tribopar con respecto al otro.

Lo anterior permite reproducir mediante una configuración relativamente simple las condiciones de contacto que se presentan en algunos elementos de máquina, tales como cojinetes de deslizamiento cuando son sujetos a condiciones de operación límite, lo cual invariablemente sucede durante la puesta en marcha del motor o durante el periodo previo a la interrupción del movimiento, donde como efecto de la baja velocidad, se pasa de un régimen de lubricación hidrodinámico a lubricación de frontera, en el cual las asperezas en contacto se deforman plásticamente.

Otro punto a favor de la simplicidad en la configuración del ensayo, es la posibilidad de establecer parámetros de compatibilidad tribológica en gran variedad de tribopares, ya que tanto el perno como la placa poseen una geometría relativamente simple, la cual es fácilmente reproducible mediante métodos de manufactura comunes y aplicables a una amplia gama de materiales en los cuales sea necesario establecer de manera cualitativa la compatibilidad tribológica.

3.2. Materiales

Los materiales utilizados durante la presente investigación fueron: Aluminio 1100, Cobre C11000 y aleación SAE783 (Al 20%Sn 1%Cu).

3.2.1. Selección de los materiales

La selección de los materiales se fundamenta en el deseo de comparar tres diferentes tipos de comportamientos tribológicos.

La elección del aluminio 1100 y cobre C11000 se basó en la tabla de compatibilidades metalúrgicas reportada por Rabinowicz [9] que se muestra en la Figura 2.1, donde se puede observar que el aluminio es considerado como no compatible, mientras que el cobre es parcialmente compatible, esto tomando en cuenta que la contraparte en el tribopar es Fe. La selección del Cu C11000 también se fundamenta en el hecho de que es un material de referencia bien conocido que ha sido utilizado ampliamente en los estudios de deformación plástica y endurecimiento durante los últimos 75 años.

Por otra parte, la aleación SAE783 se utiliza actualmente en motores compactos de combustión interna como material funcional en cojinetes de deslizamiento y se ha observado que su comportamiento bajo condiciones de contacto deslizante depende en gran medida del procesamiento termomecánico que se le ha aplicado [93].

En todos los casos, la contraparte del tribopar fue Acero AISI9840, ya que su dureza es considerablemente superior a la de los materiales analizados y su maquinabilidad permite la obtención de los pernos utilizados en el ensayo.

La realización de los ensayos se dividió en dos etapas las cuales son esquematizadas en la Tabla 3.1 y Tabla 3.2. La primera etapa corresponde a los materiales base aluminio, es decir, Al 1100 y la aleación SAE783, mientras que la segunda etapa corresponde al Cobre C11000.

Tabla 3.1. Materiales ensayados durante la primera etapa del proyecto

Etapas 1	
Material 1	Material 2
Aluminio 1100 laminado en frio	Acero AISI9840
Aluminio 1100 recocido	Acero AISI9840
SAE 783 laminado en frio	Acero AISI9840
SAE783 recocido	Acero AISI9840

Tabla 3.2. Materiales ensayados durante la segunda etapa del proyecto

Etapas 2	
Material 1	Material 2
Cu C11000 laminado en frio	Acero AISI9840
Cu C11000 recocido durante 15 minutos	Acero AISI9840
Cu C11000 recocido durante 30 minutos	Acero AISI9840
Cu C11000 recocido durante 45 minutos	Acero AISI9840

3.2.2. Obtención y procesamiento de los materiales previo al ensayo de tribometría coaxial

El material de la aleación SAE783 fue obtenido a partir de un proceso de fundición, mientras que el aluminio 1100 es de producción comercial. Ambos materiales fueron cortados y “careados” hasta obtener planchones delgados, los cuales se laminaron en frío hasta llegar a una reducción final de 95%, correspondiente a una deformación equivalente de Von Mises de $\epsilon_{VM}= 3.5$. Posteriormente, el material fue recocido a 300°C durante 30 minutos. El Cu C11000 utilizado en la presente investigación, fue cobre electrolítico comercial con una pureza de 99.9%, el cual fue laminado hasta una reducción final de 88% ($\epsilon_{VM}= 2.5$).

En ambos casos (base Al y Cu), el material fue cortado para obtener pequeñas láminas que se ajustaron a las dimensiones necesarias y poder ser montadas en el portamuestras del tribómetro coaxial.

Los pernos fueron obtenidos a partir de barras con sección circular de acero AISI9840 de 20mm de diámetro, las cuales fueron cortadas y maquinadas utilizando tornos de control numérico.

Previo a cada uno de los ensayos, se prepararon tanto los pernos de acero como las probetas. Los pernos fueron pulidos hasta lograr un acabado espejo cuya rugosidad promedio fue de 0.05 μm . Posterior a cada uno de los ensayos, se pulieron nuevamente los pernos ya montados en el tribómetro a un 50% de la velocidad máxima del motor eléctrico (850 rpm) utilizando lijas con tamaño de malla 1200 para finalmente pulir con paño Microcloth® de uso general. Lo anterior se realizó con la finalidad de remover el material que pudiese haber sido transferido durante el ensayo. Las probetas se pulieron con lija de tamaño de malla 300, 600 y 1200, posteriormente se limpiaron con agua destilada y se secaron con aire caliente.

El resumen de los parámetros del proceso termomecánico aplicado a cada material, así como de los parámetros del ensayo tribológico se encuentran esquematizados en la Tabla 3.3 para los materiales base aluminio y en la Tabla 3.4. para el Cu C11000.

Tabla 3.3 Descripción de las condiciones del ensayo tribológico correspondientes a la Etapa 1.
(CR=Sin recocido, ReX=Recocido durante 30 minutos)

Material	Parámetros de preparación del material			Parámetros del ensayo tribológico			
	Temperatura de recocido [°C]	Tiempo de recocido [s]	ϵ_{VM}	Velocidad angular del perno [RPM]	Carga normal aplicada [N]	Tiempo de ensayo [s]	Contraparte en el tribopar
Al 1100 CR	N/A	N/A	3.5	60	100	300	Acero AISI9840
Al 1100 ReX	300	1800	3.5				
SAE 783 CR	N/A	N/A	3.5				
SAE 783 ReX	300	1800	3.5				

Tabla 3.4 Descripción de las condiciones del ensayo tribológico correspondientes a la Etapa 2.
(CR=Sin recocido, 15ReX=Recocido durante 15 minutos, 30ReX=Recocido durante 30 minutos, 45ReX=Recocido durante 45 minutos)

Material	Parámetros de preparación del material			Parámetros del ensayo tribológico			
	Temperatura de recocido [°C]	Tiempo de recocido [s]	ϵ_{VM}	Velocidad angular del perno [RPM]	Carga normal aplicada [N]	Tiempo de ensayo [s]	Contraparte en el tribopar
Cu C11000 CR	N/A	N/A	2.5	60	100	300	Acero AISI9840
Cu C11000 15ReX	600	900	2.5				
Cu C11000 30ReX	600	1800	2.5				
Cu C11000 45ReX	600	2700	2.5				

3.3. Caracterización de los materiales

Posterior a la realización de los ensayos de tribometría coaxial, se llevó a cabo la caracterización de los materiales previamente ensayados, la cual consistió en lo siguiente:

- Medición de masa (antes y después de cada ensayo).
- Medición de los diámetros de las huellas generadas durante el ensayo.
- Medición de rugosidad utilizando un perfilómetro óptico.
- Análisis de la superficie desgastada mediante microscopía de fuerza atómica.
- Análisis de la superficie desgastada mediante microscopía electrónica de barrido utilizando electrones secundarios.
- Análisis de las secciones transversales a las superficies desgastadas mediante microscopía electrónica de barrido utilizando electrones retrodispersados.
- Obtención de patrones de difracción de electrones retrodispersados.

3.3.1. Medición de masa

Con la finalidad de establecer si se tuvo transferencia o pérdida de material durante el ensayo, se ha medido la masa de cada una de las probetas antes y después de cada uno de los ensayos tribológicos, para esto se ha utilizado una balanza cuya precisión alcanza 0.0001 g.

3.3.2. Medición de diámetros de huellas

Utilizando un microscopio óptico acoplado a un perfilómetro óptico se midieron los diámetros de las huellas generadas durante el ensayo tribológico, esto se realizó en dos direcciones a partir de los ejes X_1 y X_2 que se muestran en la Figura 3.6.

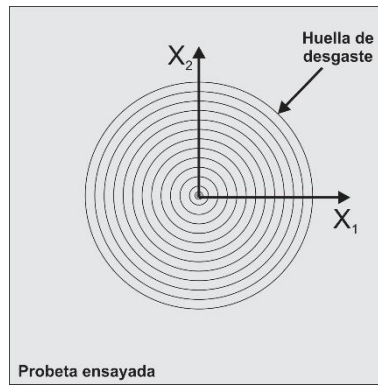


Figura 3.6. Esquema de las direcciones de medición de diámetros

3.3.3. Medición de rugosidad

A diferencia de los métodos de contacto para medición de rugosidad, los métodos ópticos permiten obtener datos tridimensionales que dan la posibilidad de analizar a mayor detalle las irregularidades que se presentan en superficies

Durante la primera mitad del siglo XX, se desarrollaron gran variedad de instrumentos para medición de rugosidad, la mayoría de los cuales se basaban en métodos ópticos fundamentados en diversas técnicas de interferometría. Sin embargo, hoy en día, el éxito de los instrumentos fundamentados en interferometría ha sido igualado por aquellos basados la técnica de cromática confocal, tal como el que se utilizó a lo largo de la presente investigación.

En la técnica de cromática confocal, un haz de luz blanca que pasa a través de circuitos de fibra óptica y un acoplador, se dirige hacia una serie de lentes que tienen alto grado de aberración cromática. El índice de refracción de los lentes provoca variaciones en la distancia focal de cada longitud de onda de los fotones que componen la luz blanca. Lo anterior da como resultado que al descomponerse la luz blanca, la longitud de onda correspondiente a cada color se dirija a zonas que se encuentran a diferentes distancias de los lentes, lo que da como resultado un rango de medición.

Cuando la superficie de interés se encuentra dentro del rango de medición, sólo una longitud de onda está enfocada, misma que se presenta mayor intensidad y se refleja hacia un detector que se encuentra a la altura de los lentes, no sin antes haber sido filtrada para asegurar que sólo la luz enfocada será registrada. Posteriormente, el detector de cromática

confocal indica la longitud de onda registrada, la cual corresponde a un punto en la topografía de la superficie que se encuentra a una determinada distancia los lentes.

En la Figura 3.7 se muestra de manera esquemática el modo de funcionamiento de la técnica de cromática confocal.

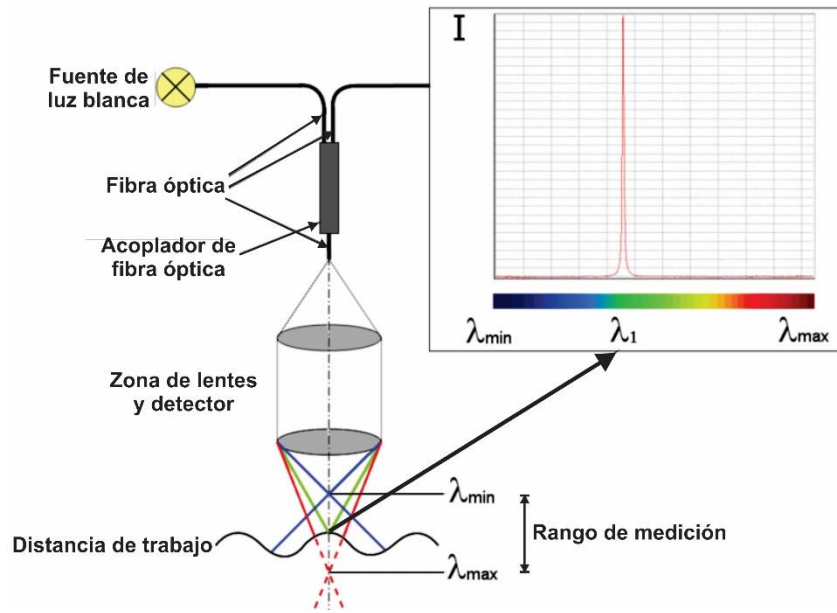


Figura 3.7. Esquema del principio de funcionamiento de la técnica de cromática confocal. Nótese que la mayor intensidad corresponde a la longitud de onda de la luz focalizada en el punto de interés

Para la obtención de datos de rugosidad en las superficies antes y después de los ensayos de tribometría coaxial se utilizó un perfilómetro óptico marca Nanovea modelo ST400S cuyo principio de operación se basa en la técnica de cromática confocal.

En cada una de las áreas analizadas se obtuvieron 1 millón de datos distribuidos en 1000 puntos en dirección del eje X_1 y 1000 puntos en dirección del eje X_2 , el tamaño de paso se planteó en función del área analizada, con excepción del A11100 sin recocer, donde sólo se obtuvieron 1000 en dirección X_1 y 333 en dirección X_2 . La razón de esta diferencia se debe al tamaño de la huella de desgaste, como se explica en el capítulo correspondiente a los resultados en materiales base aluminio.

Se obtuvieron datos de altura de asperezas para cada una de las probetas antes y después de cada ensayo de tribometría coaxial, esto en conjunto con el correspondiente análisis de los datos mediante el software Mountains® de DigitalSurf permitió la obtención de valores de

rugosidad máxima, rugosidad promedio y rugosidad media cuadrática en perfiles y áreas, además de permitir el cálculo de dimensión de perfiles, topografías y datos relacionados con el área real de contacto.

3.3.4. Microscopia electrónica de barrido

Para distinguir entre las características metalográficas del material base y la tribocapa formada debido al proceso de deformación plástica severa, se analizaron mediante microscopia electrónica de barrido cada una de las probetas previamente ensayadas.

En primer lugar se observaron las superficies desgastadas y se midieron nuevamente los diámetros de las huellas generadas y posteriormente se prepararon las superficies de la sección transversal a la huella de desgaste para observar la modificación estructural producida a partir del ensayo.

Con la finalidad de realizar un análisis cualitativo de los mecanismos de desgaste implicados y de la severidad de los mismos, se observaron las superficies desgastadas con un microscopio electrónico de barrido marca Phillips modelo XL20 equipado con filamento de tungsteno, un detector convencional Eberhart-Thornley de electrones secundarios y un detector de electrones retrodispersados de estado sólido. Posteriormente, se obtuvieron probetas metalográficas, cortando en la dirección de laminado, procurando que el corte se realice dentro de la zona en la que se encuentra la superficie desgastada. Después de realizar el corte, las láminas se montaron en resina de curado en frío y se prepararon mediante técnicas metalográficas estándares para observar las diferencias microestructurales generadas a partir del desgaste aplicado a la superficie, así como la posible generación de tribocapas. En la Figura 3.8 se muestra un esquema de las probetas utilizadas.

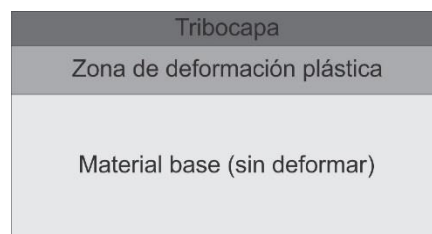


Figura 3.8. Esquema de la sección transversal obtenida mediante preparación metalográfica

3.3.5. Microscopia de fuerza atómica

Pocos años después de la invención del microscopio de efecto túnel (STM) fue desarrollada la microscopia de fuerza atómica (AFM)[96]. Su modo de operación es una combinación de los principios de funcionamiento del microscopio de efecto túnel y de la perfilometría de contacto, donde en lugar de medir la corriente de tunelaje se mide la fuerza de la interacción entre la superficie de interés y una punta cuyo radio usualmente se encuentra entre los 10 y 100 nm. Debido que dicha punta se encuentra sujeta a un cantiléver cuyas propiedades mecánicas se conocen y que durante la interacción con la superficie el cantiléver se deforma elásticamente, es posible medir los valores de la fuerza necesaria para realizar dicha deformación [97].

El AFM puede ser utilizado en un modo de operación estático (modo contacto) o dinámico (modo tapping).

En el modo de operación estático, la punta entra en contacto con la superficie de la muestra por lo que, al desplazar la muestra con respecto a la punta en dirección X o Y, se generan fuerzas que provocan la deflexión del cantiléver, mismas que se relacionan con el cambio en la distancia Z que se ha desplazado la punta.

En el modo de operación dinámico, la punta se acerca a unos cuantos nanómetros de la muestra y se hace oscilar el cantiléver con amplitud o frecuencia controladas. Debido a la proximidad entre la punta y la superficie, se presentan fuerzas de van der Waals que varían al desplazar la muestra con respecto a la punta en dirección X o Y. Las fuerzas de van der Waals provocan cambios en la frecuencia de resonancia del cantiléver, mismos que se pueden relacionar con el desplazamiento en dirección Z de la punta.

Un esquema de la zona que involucra la muestra, cantiléver y punta se muestra en la Figura 3.9.

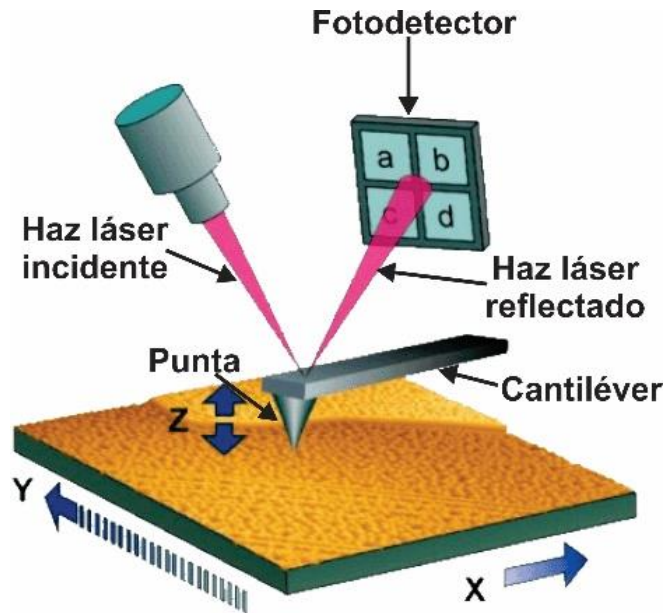


Figura 3.9. Esquema de la zona de interacción entre punta y muestra en un AFM

La deflexión o el cambio en la frecuencia de resonancia del cantiléver es una respuesta a las fuerzas de atracción o repulsión generadas durante la interacción de la punta con la superficie del material analizado. Para poder medir dichos cambios se hace incidir un haz láser sobre la superficie del cantiléver; la señal reflejada de dicho haz se dirige hacia un fotodetector (QPD) para posteriormente ser interpretada mediante algoritmos que involucran tanto las propiedades del cantiléver como las condiciones de la oscilación en modo tapping.

En la Figura 3.10 se muestra un esquema de la configuración física de un microscopio de fuerza atómica. Tanto el haz láser que incide sobre el cantiléver como el que incide sobre el fotodetector son dirigidos mediante espejos ajustables, una vez que el fotodetector ha obtenido la señal del haz reflejado, se genera un ciclo de retroalimentación que permite el ajuste de los parámetros del sensor de posición en el escáner para de esta manera obtener imágenes de mejor calidad.

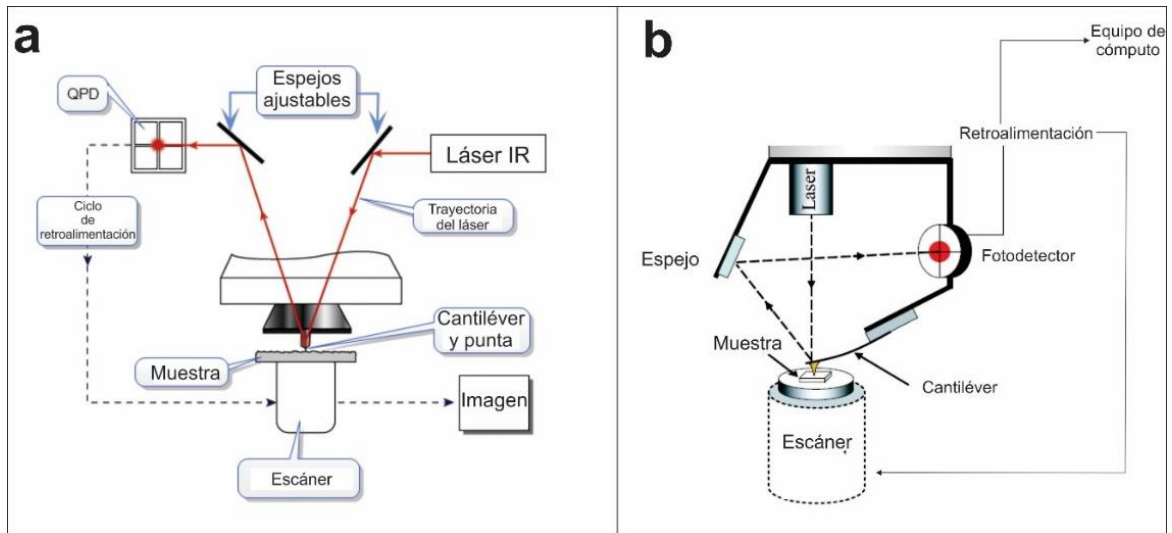


Figura 3.10. Esquema de la configuración física del AFM. a) Vista frontal, b) Vista lateral

Hoy en día la microscopía de fuerza atómica se ha consolidado como una técnica que ofrece gran versatilidad en el análisis de superficies a niveles sub-micrométricos y nanométricos, ya que permite el estudio de gran variedad de materiales, además de que es posible realizar el análisis bajo diferentes condiciones ambientales [98].

Para el desarrollo de la presente tesis, el análisis de microscopía de fuerza atómica se realizó utilizando un equipo marca Bruker modelo Innova equipado con un scanner de 90 μm con ciclo de retroalimentación. Las mediciones se hicieron tanto en modo tapping como en contacto utilizando en cada caso puntas con la misma geometría y tipo de cantiléver.

Para cada uno de los materiales se seleccionaron zonas tanto fuera como dentro del área desgastada y se realizaron escaneos a diferentes escalas, todos a la máxima resolución permitida por el equipo (1024 puntos por 1024 líneas a 0.5 Hertz de frecuencia).

El postprocesamiento de los datos se llevó a cabo utilizando el software Nanoscope Analysis® de Bruker, obteniéndose para modo contacto imágenes de la señal de alturas y deflexión, mientras que para los datos correspondientes a modo tapping se obtuvieron imágenes de la señal de alturas y amplitud.

3.3.6. Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

La difracción de electrones retrodispersados, como una técnica del microscopio electrónico de barrido, es una poderosa herramienta que brinda la posibilidad de obtener de manera automatizada datos cuantitativos relacionados con aspectos cristalográficos de materiales. Algunos de los datos que es posible obtener mediante EBSD son: orientación cristalográfica, identificación de tamaño y orientación de granos o subgranos, texturas cristalográficas, correlación de orientaciones punto a punto e identificación de fases en materiales policristalinos [80].

Los primeros patrones de difracción de electrones retrodispersados fueron observados en 1928 por Shoji Nishikawa y Seishi Kikuchi; su experimento consistió en hacer incidir un haz de electrones sobre una superficie de calcita y registrar los patrones obtenidos en una película fotográfica colocada detrás del material (transmisión) y posteriormente frente a él (retrodispersión). Los patrones obtenidos fueron descritos como “pares de líneas negras y blancas producidas por múltiples difracciones”. Hoy en día dichos patrones de difracción son conocidos como patrones Kikuchi. Un ejemplo de un patrón de Kikuchi se muestra en la Figura 3.11.

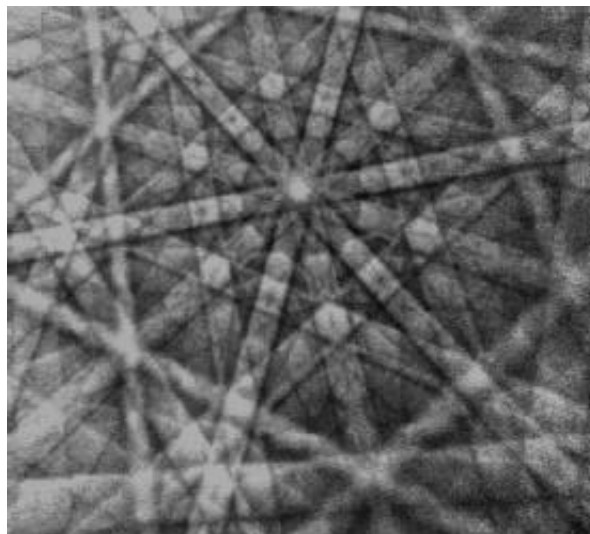


Figura 3.11. Patrón de Kikuchi obtenido de una superficie de cadmio utilizando un voltaje de aceleración de 20 kV y una cámara analógica [80]. El patrón de difracción muestra de una manera muy evidente la simetría del sistema cúbico

En la difracción de electrones retrodispersados un haz de electrones cuyo voltaje de aceleración varía entre 10 y 30 kV se hace incidir sobre la superficie de la muestra por analizar. Usualmente el ángulo entre el haz incidente y la muestra es de 20°, por lo que la inclinación de la muestra con respecto al plano horizontal del microscopio es de 70°.

Los electrones retrodispersados difractados se proyectan en una pantalla fluorescente de fósforo donde forman los patrones de Kikuchi, mismos que son digitalizados y resueltos mediante la identificación de las direcciones cristalográficas de los planos de difracción. Un esquema de la configuración de un dispositivo para la adquisición de patrones de electrones retrodispersados se muestra en la Figura 3.12.

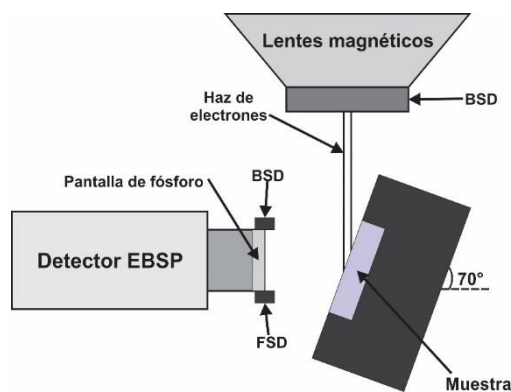


Figura 3.12. Esquema de la configuración interna en un sistema de obtención de patrones de electrones retrodispersados. (EBSP=Patrón de electrones retrodispersados, BSD=Detector de electrones retrodispersados, FSD=Detector de electrones dispersados hacia el frente (Forward Scattered Detector))

A continuación se describe brevemente el mecanismo físico mediante el cual se generan los patrones de electrones retrodispersados (EBSP).

Cuando el haz de electrones es dirigido sobre la muestra, parte de dichos electrones se propagan incoherentemente por debajo de la superficie del material incidiendo sobre planos atómicos a ángulos que satisfacen la Ley de Bragg:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (3.5)$$

Donde n es un entero, λ es la longitud de onda de los electrones incidentes, d es la distancia entre los planos difractados y θ es el ángulo al cual incide el electrón sobre el plano de difracción. Cuando los electrones difractan forman conos (conos de Kossel) cuyo ángulo

medio en el vértice es de $90^\circ - \theta$, es decir, se forma un cono para cada uno de los planos difractados.

Cuando los electrones retrodispersados se proyectan en la pantalla de fósforo, la intersección entre ambos describe una hipérbola que se aproxima a una recta debido a que θ es relativamente pequeño (generalmente menor a 2°). Al conjunto de rectas o bandas formadas en la pantalla de fosforo se les conoce como EBSP o patrones Kikuchi, cada uno de los cuales representa una familia de planos cristalográficos.

El espesor de las bandas que conforman los EBSP es inversamente proporcional a la distancia d , mientras que el ángulo entre cada una de las bandas se relaciona de manera directa con el ángulo entre los planos de la red cristalina.

En Figura 3.13 se muestra de manera esquemática el proceso de formación de los EBSP.

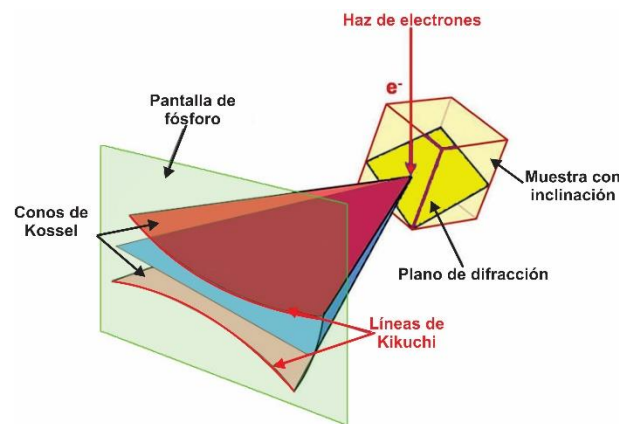


Figura 3.13. Formación de EBSP. Un haz de electrones incide en planos del cristal, los electrones difractan en forma de conos para posteriormente formar bandas de Kikuchi en una pantalla de fósforo

La técnica de EBSD, al utilizarse en combinación con un microscopio electrónico de barrido de emisión de campo (FEGSEM), permite que la obtención de patrones de difracción se realice a altas resoluciones y con elevada eficiencia, pudiéndose llegar a la identificación de granos o subgranos cuyo tamaño es de algunas decenas de nanómetros y con una resolución angular de hasta 0.5° . Es importante destacar que la resolución espacial y de profundidad en EBSD, dependen de la inclinación y densidad de la muestra, así como del voltaje de aceleración. [99, 100].

La difracción de electrones retrodispersados es una técnica de caracterización muy útil en materiales con tamaño de grano ultra-fino y nanoestructurados, ya que permite la obtención de datos cuantitativos relacionados con la microestructura del material, esto a pesar de que la preparación de las superficies es complicada. La presencia de imperfecciones cristalinas, específicamente dislocaciones y límites de grano (tanto LAGB como HAGB), perturba los patrones limitando su intensidad. La deformación plástica inducida por un pulido mecánico de baja calidad o la presencia de una capa desordenada de óxidos metálicos formada durante un electropulido inadecuado puede impedir la detección de los patrones. Asimismo, la medición de dichos patrones en materiales severamente deformados requiere de una meticulosa optimización del proceso de preparación de la muestra y de los parámetros de observación en el SEM.

En la presente tesis la obtención de EBSP se realizó utilizando un microscopio electrónico de barrido FEI Quanta 450-FEGSEM, operando a 20kV con tamaño de haz 5, lo cual corresponde a una corriente de haz de 2.4nA. La adquisición de datos se realizó utilizando el software TSL-OIM Data Collection versión 6.2. Los EBSP se obtuvieron con tamaños de paso de 0.1 μ m para las muestras de material sin desgastar, mientras que para el material desgastado el tamaño de paso fue de 55 nm, ambos en un modo de escaneo hexagonal. En el caso del material desgastado, las mediciones se realizaron desde una zona lo suficientemente alejada de la superficie ensayada, de tal manera que ésta no mostrara signos de modificación microestructural y a partir de ese punto, se realizaron una serie de mediciones cada vez más cercanas a la superficie hasta llegar a ésta.

Los datos de orientaciones obtenidos a partir del análisis mediante difracción de electrones retrodispersados fueron post-procesados utilizando el software de medición de textura MTEXT versión 4.2.1, los datos se filtraron utilizando el método de correlación de índices de confianza.

4. Comportamiento tribológico y modificación estructural en materiales base aluminio

En este capítulo se muestran los resultados obtenidos del ensayo de tribometría coaxial y de la posterior caracterización realizada en los materiales base aluminio. Posteriormente, se presenta una discusión donde se analizan los efectos que la composición y el proceso termomecánico tienen en la compatibilidad tribológica.

4.1. Tribometría coaxial en materiales base aluminio

En la Figura 4.1 se muestran las señales de torque correspondientes a los materiales base aluminio. Debido a la evidente diferencia entre los valores obtenidos en AA1100 con respecto a SAE783, se ha optado por presentar en la Figura 4.1b un mayor detalle de las curvas correspondientes a la aleación SAE783.

En todos los casos es importante destacar que al inicio del ensayo se tiene un periodo de elevada adhesión que propicia el inicio de la deformación plástica. Las marcadas fluctuaciones que se observan en los materiales sin recocer y que generan inestabilidad en el sistema, corresponden a episodios de alta adhesión durante los cuales se tiene un elevado nivel de deformación plástica. Posteriormente a cada uno de estos episodios, el perno desliza sobre la superficie deformada. Aunque de menor intensidad y sólo durante los primeros minutos del ensayo, dichas fluctuaciones también se presentan en los materiales recocidos.

Es evidente que la adición de estaño modifica considerablemente el comportamiento tribológico del aluminio cuando éste se somete a condiciones de contacto deslizante contra acero, dando como resultado que en SAE783 los valores de torque fueron más de diez veces menores a los registrados para AA1100.

Un aspecto a destacar en el comportamiento de SAE783 sin recocer, es la disminución gradual tanto de las fluctuaciones asociadas a los altos niveles de adhesión como del nivel de torque registrado a lo largo del ensayo. Ambos eventos se pueden relacionar con la formación de la tribocapa, la cual, como se ha mencionado en la sección de antecedentes, se genera a partir de un proceso de mezcla mecánica en combinación con deformación plástica.

Por otra parte, en la aleación SAE783 recocida, se registraron desde el inicio del ensayo bajos valores de torque, lo cual indica un menor nivel de adhesión entre los elementos que conforman el tribopar.

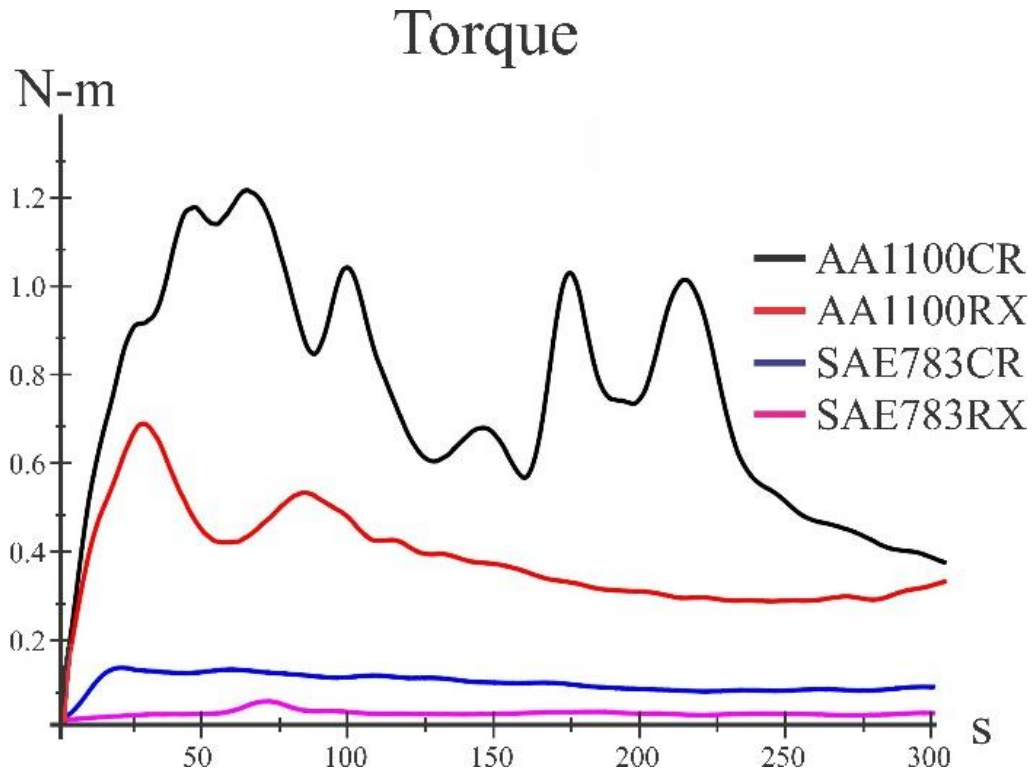


Figura 4.1. Señales de torque obtenidas durante el ensayo de tribometría coaxial en materiales base aluminio

4.2. Medición de masa en materiales base aluminio

En la Tabla 4.1 se muestran los valores de masa medidos antes y después del ensayo de tribometría coaxial en AA1100 laminado en frío y AA1100 recocido. Se puede observar que en algunos casos se presentan cambios de masa negativos que implican un aumento de la misma, esta situación también se puede observar en la Tabla 4.2 que corresponde a los valores de masa registrados para la aleación SAE783.

Es importante indicar que para los cuatro materiales base aluminio, los cambios de masa registrados, ya sean positivos o negativos, se encuentran en el límite de la resolución del instrumento de medición. Es por ello que no se considera que dichos cambios sean representativos.

Tabla 4.1. Valores de masa medidos antes y después del ensayo de tribometría coaxial en AA1100 CR y AA1100 RX

AA1100 CR				AA1100 RX			
Número de Muestra	Masa Inicial [g]	Masa Final [g]	Cambio de masa [g]	Número de Muestra	Masa Inicial [g]	Masa Final [g]	Cambio de masa [g]
1	1.3883	1.3884	-1.00E-04	1	1.4101	1.4109	-8.00E-04
2	1.3761	1.3758	3.00E-04	2	1.327	1.3258	1.20E-03
3	1.351	1.352	-1.00E-03	3	1.3214	1.3206	8.00E-04
4	1.3552	1.3549	3.00E-04	4	1.3052	1.3053	-1.00E-04
5	1.3051	1.3051	0.00E+00	5	1.3932	1.3929	3.00E-04
6	1.3552	1.3549	3.00E-04	6	1.3826	1.3821	5.00E-04
7	1.3871	1.3871	0.00E+00	7	1.4476	1.4469	7.00E-04
8	1.3977	1.3975	2.00E-04	8	1.3526	1.3529	-3.00E-04

Tabla 4.2. Valores de masa medidos antes y después del ensayo de tribometría coaxial en SAE783 CR y SAE783RX

SAE783 Cold Rolled				SAE783 Recocido			
Número de Muestra	Masa Inicial [g]	Masa Final [g]	Cambio de masa [g]	Número de Muestra	Masa Inicial [g]	Masa Final [g]	Cambio de masa [g]
1	1.6749	1.6753	-4.00E-04	1	1.6331	1.633	1.00E-04
2	1.5839	1.5836	3.00E-04	2	1.6982	1.698	2.00E-04
3	1.6843	1.6846	-3.00E-04	3	1.7018	1.702	-2.00E-04
4	1.6524	1.6526	-2.00E-04	4	1.6221	1.6221	0.00E+00
5	1.6305	1.6301	4.00E-04	5	1.5832	1.5831	1.00E-04
6	1.5793	1.5796	-3.00E-04	6	1.6412	1.6409	3.00E-04
7	1.5381	1.5382	-1.00E-04	7	1.631	1.6308	2.00E-04
8	1.5503	1.5504	-1.00E-04	8	1.6281	1.6282	-1.00E-04

Tanto en el caso del AA1100 y la aleación SAE783, el análisis de los datos obtenidos a partir de la medición de masa no permite establecer si se presentaron cambios que puedan estar relacionados con la pérdida o transferencia de material durante el proceso de desgaste, esto debido a que la variación en los valores de masas es mínima y como se ha mencionado, se encuentra en el límite de la resolución del instrumento de medición, además de que dichos cambios no muestra un patrón o tendencia definida, ya que en algunos casos la masa aumenta y en otros disminuye, por lo que dichas variaciones se pueden atribuir a factores aleatorios.

4.3. Diámetro de huellas de desgaste en materiales base aluminio

En la Tabla 4.3 se muestra el promedio y desviación estándar del diámetro de las huellas de desgaste en cada uno de los materiales base aluminio. Es evidente la gran diferencia que se tiene entre el tamaño de las huellas en AA1100 y las correspondientes a SAE783.

Se puede observar una relación entre las mediciones de torque y el tamaño de las huellas, haciéndose evidente que a mayores valores de torque se presentan huellas de mayor tamaño. Esta relación también se presenta con los valores de rugosidad, lo cual se muestra más adelante.

El mayor tamaño de huella se tuvo en el AA1100 sin recocer, seguido por el mismo material recocado, en ambos casos la dispersión en los datos es considerable. En el caso de SAE783, el tamaño de las huellas y la desviación estándar es mucho menor, teniéndose que los valores más bajos corresponden al material recocado.

Las huellas de menor tamaño en SAE783 pueden explicarse a partir de la adición de estaño, ya que de esta manera se disminuye la adhesión entre ambos miembros del tribopar y el perno desliza con mayor facilidad, lo cual provoca que la deformación sea menor y por lo tanto disminuya la cantidad de material desplazado hacia la zona externa de la huella. Por otro lado, los materiales recocidos que durante el ensayo de tribometría coaxial exhibieron menor adhesión, muestran huellas más pequeñas, lo cual puede ser consecuencia de su mayor ductilidad ya que al permitirse mayores deformaciones en la superficie se llega a un punto en el que el perno desliza y por lo tanto el material desplazado hacia la parte externa de la huella es menor.

Tabla 4.3. Diámetro de huellas medido y desviación estándar en materiales base aluminio

Material	AA1100 CR	AA1100 ReX	SAE783 CR	SAE783 ReX
Diámetro (mm)	11.3 ± 1	7.9 ± 2	2.1 ± 0.3	1.8 ± 0.3

4.4. Modificación superficial en materiales base aluminio

El análisis de las superficies en materiales base aluminio consistió en medición y cálculo de parámetros de rugosidad, observación mediante microscopía electrónica de barrido y análisis mediante microscopía de fuerza atómica.

4.4.1. Medición de rugosidad en materiales base aluminio

Los valores de rugosidad máxima y rugosidad media cuadrática medidos a lo largo de una línea recta cuya longitud es 2 mm antes de realizarse el ensayo de tribometría coaxial en los materiales base aluminio se muestran en la Tabla 4.4. Se observa que en lo general los valores de rugosidad media cuadrática son muy similares entre sí y se encuentran dentro del rango considerado “aceptable” para superficies utilizadas en aplicaciones ingenieriles [2, 52], lo cual fue posible gracias a que el método de preparación de cada una de las probetas fue el mismo.

Tabla 4.4. Rugosidad máxima y rugosidad media cuadrática de los materiales base aluminio a lo largo de una línea de 2 mm antes de realizarse el ensayo tribológico

Material	AA1100 CR	AA1100 RX	SAE783 CR	SAE783 RX
R_{max} (μm)	2.56	2.88	2.79	2.68
R_q (μm)	0.49	0.48	0.45	0.48

En la Tabla 4.5 se muestran los valores de rugosidad máxima y rugosidad media cuadrática de los materiales base aluminio después de haberse realizado el ensayo de tribometría coaxial. Se observa que la diferencia entre los valores obtenidos para cada uno de los materiales es considerable, haciéndose evidente una relación directa entre los datos de rugosidad, tamaño de huella y torque medido durante el ensayo.

Tabla 4.5. Rugosidad máxima y rugosidad media cuadrática de los materiales base aluminio a lo largo de una línea de 2 mm que pasa por el centro de la huella de desgaste producida durante el ensayo tribológico

Material	AA1100 CR	AA1100 RX	SAE783 CR	SAE783 RX
R_{max} (μm)	45.135	29.61	19.132	14.341
R_q (μm)	9.723	6.79	3.863	2.966

La Figura 4.2 se muestra el nivel de rugosidad obtenido mediante perfilometría óptica dentro de las huellas de desgaste en las superficies de los cuatro materiales base aluminio. Es evidente que a pesar de que el ensayo se realizó bajo las mismas condiciones, la modificación de las superficies es sustancialmente diferente en cada uno de los materiales.

Se puede notar que la diferencia de alturas entre las asperezas dentro de las huellas de desgaste en AA1100 es sumamente marcada, lo cual es producto de la elevada adhesión que se presenta entre ambos elementos del tribopar. En la Figura 4.2a se puede observar que el nivel de daño en la superficie de AA1100 laminado en frío es tan alto que en algunas zonas dentro de la parte escaneada la diferencia entre las alturas medidas excede el rango de medición del perfilómetro, además de que el tamaño de las huellas en dicho material es tan grande que por limitaciones de tiempo no se escaneó la huella completa. El daño en el AA1100 recocido también es severo, como se aprecia en la Figura 4.2b, donde al centro de la huella se tienen alturas muy por debajo de la zona no dañada, mientras que en la zona externa las alturas son mayores, esto es indicativo de un flujo de material hacia la parte externa de la huella.

Para el caso de la aleación SAE783 el daño es considerablemente menor, esto se puede constatar a partir de la profundidad de los surcos generados en la superficie y del tamaño de la huella de desgaste. En la Figura 4.2c, se aprecia que para la aleación SAE783 sin recocer la zona de mayor profundidad se localiza alrededor del centro de la huella, mientras que en el centro de la huella el cambio de alturas fue mínimo.

Un comportamiento similar se muestra en la Figura 4.2d que corresponde a la aleación SAE783 recocida, en la cual se aprecian zonas donde evidentemente el material ha sido desplazado hacia la zona externa de la huella, también es posible observar que en el centro de ésta el daño ha sido mínimo, lo cual se puede asociar a que en esta zona el perno ha deslizado libremente durante la mayor parte del ensayo.

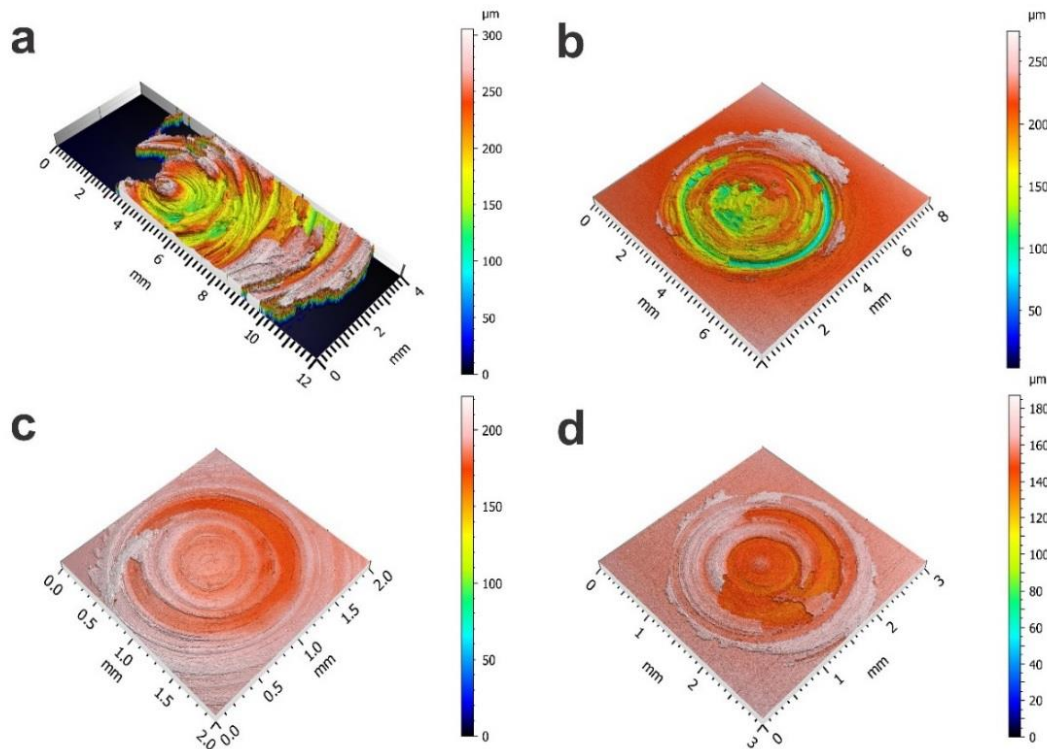


Figura 4.2. Perfiles de las superficies desgastadas de los materiales base aluminio obtenidas mediante perfilometría óptica. a) AA1100 laminado en frío, b) AA1100 recocido, c) SAE783 laminado en frío, d) SAE783 recocido. Nótese la diferencia en la escala de colores

4.4.2. Observación de las superficies de materiales base aluminio mediante microscopía electrónica de barrido

En la Figura 4.3 se muestra la superficie desgastada de AA1100CR. Se pueden observar abundantes signos de desgaste adhesivo, uno de los cuales se señala con (1), mientras que con (2) se indica una zona donde el material ha sido deformado a tal grado que adoptó un “patrón de flujo” en la dirección de giro del perno. Con (3) se indica una partícula que ha sido deformada adoptando una geometría en forma de “hojuela”. Los fenómenos mencionados son indicativos de que el mecanismo de desgaste dominante es el adhesivo.

Como consecuencia de la elevada adhesión, se tiene que durante el ensayo de tribometría coaxial se inducen muy altas deformaciones, mismas que pueden seguirse incrementando, ya que el perno impone una condición de alta presión hidrostática que facilita el flujo plástico del material sin conducir a fracturas en la superficie, tal como sucede en métodos comunes de SPD.

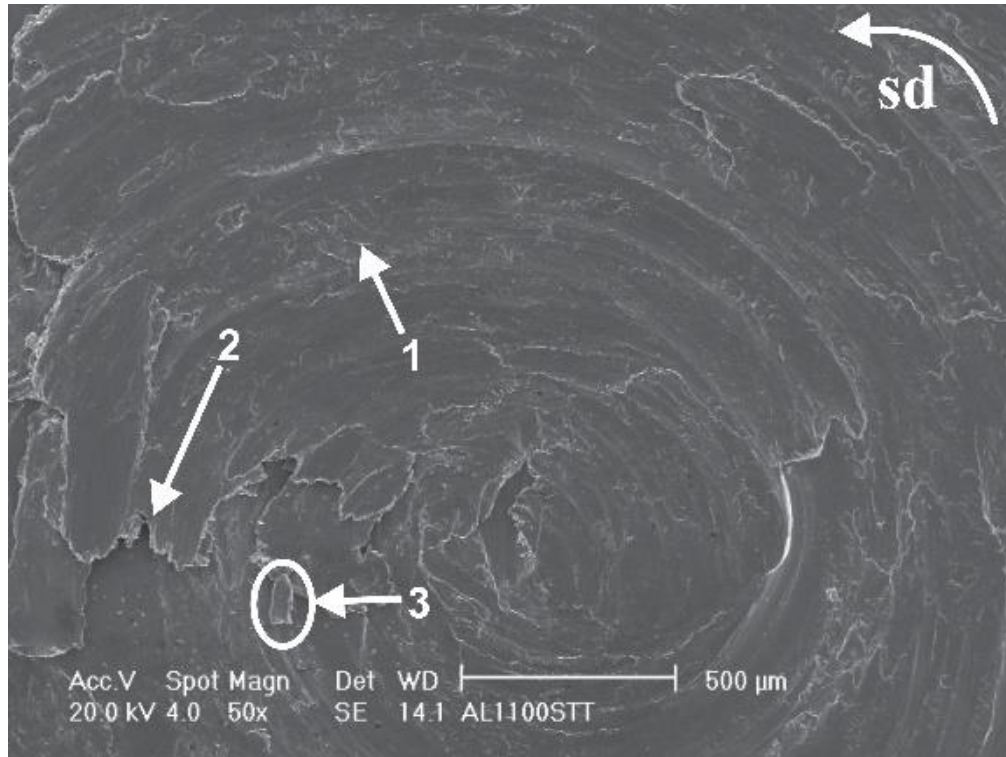


Figura 4.3. Observación mediante microscopía electrónica de barrido de la superficie desgastada de AA1100CR. (1=Signos de desgaste adhesivo, 2= Patrón de flujo en la dirección del giro del perno, 3=Partícula desprendida, sd=dirección de giro del perno)

En la superficie desgastada de AA1100RX que se muestra en la Figura 4.4, también se han podido observar signos de desgaste adhesivo distribuidos a lo largo de la superficie, lo cual da pauta para plantear que el mecanismo dominante en el proceso de desgaste en AA1100 es el adhesivo. En la Figura 4.4a se muestra una vista general de la huella y con (1) se indica una de las zonas que muestran los signos de desgaste adhesivo. En la Figura 4.4b, se muestran a mayor detalle las evidencias del desgaste adhesivo (1), mientras que con (2) se indica una zona donde el material altamente deformado se ha alargado en la dirección de giro del perno y por lo tanto ha formado “escalones” en la superficie, mismos que se pueden identificar en el perfil de rugosidad 3D mostrado en la Figura 4.2b.

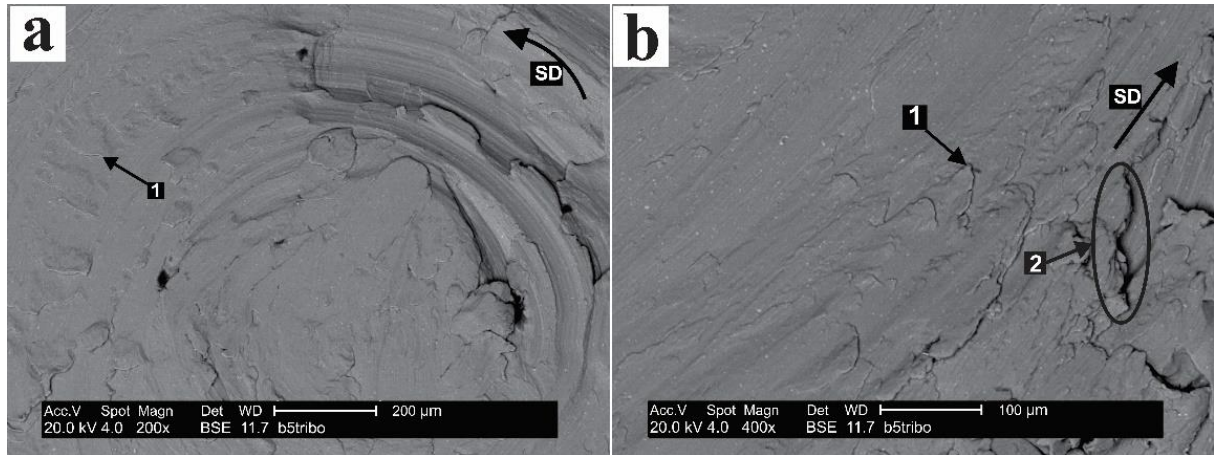


Figura 4.4. Observación mediante microscopía electrónica de barrido de la superficie desgastada de AA1100RX. a) Signos del evidente desgaste adhesivo, b) Detalle de una zona con signos de desgaste adhesivo y de intensa deformación plástica. (1=Signos de desgaste adhesivo, 2=Zona altamente deformada en la dirección de giro del perno, sd=dirección de giro del perno)

En la Figura 4.5 se muestran imágenes de la superficie de SAE783CR obtenidas mediante SEM. En la Figura 4.5(a) se puede observar la huella y parte de la zona que no fue deformada (a1), en la que se pueden distinguir las dos fases que componen la aleación, (estaño en color blanco y aluminio en color gris oscuro); dentro de la zona desgastada (a2) no es posible distinguir claramente ambas fases, en lugar de ello se observa un tono de gris intermedio que hace suponer que el proceso de desgaste además de modificar la geometría de la superficie, también ha provocado un cambio estructural que se asocia con mezcla mecánica del material.

La zona (a3) se muestra en mayor detalle en la Figura 4.5b, donde (b1) indica una zona en la cual se distinguen las dos fases originales dentro de la huella, también es posible apreciar que por efecto de la deformación plástica, los “listones” de estaño han adoptado la trayectoria trazada por el perno. Lo anterior indica que la mezcla mecánica no se realiza de manera homogénea. La dirección de los listones da también una impresión con respecto al mecanismo fundamental de deformación, ya que los listones están paralelos con la dirección de deslizamiento del perno y perpendiculares a la de laminado.

La misma zona (a3) se muestra en la Figura 4.5c utilizando el detector de electrones secundarios, gracias a lo cual es posible distinguir los signos de desgaste adhesivo (c1), estos presentan una deformación tan severa que su alargamiento evidentemente coincide con la dirección de giro del perno.

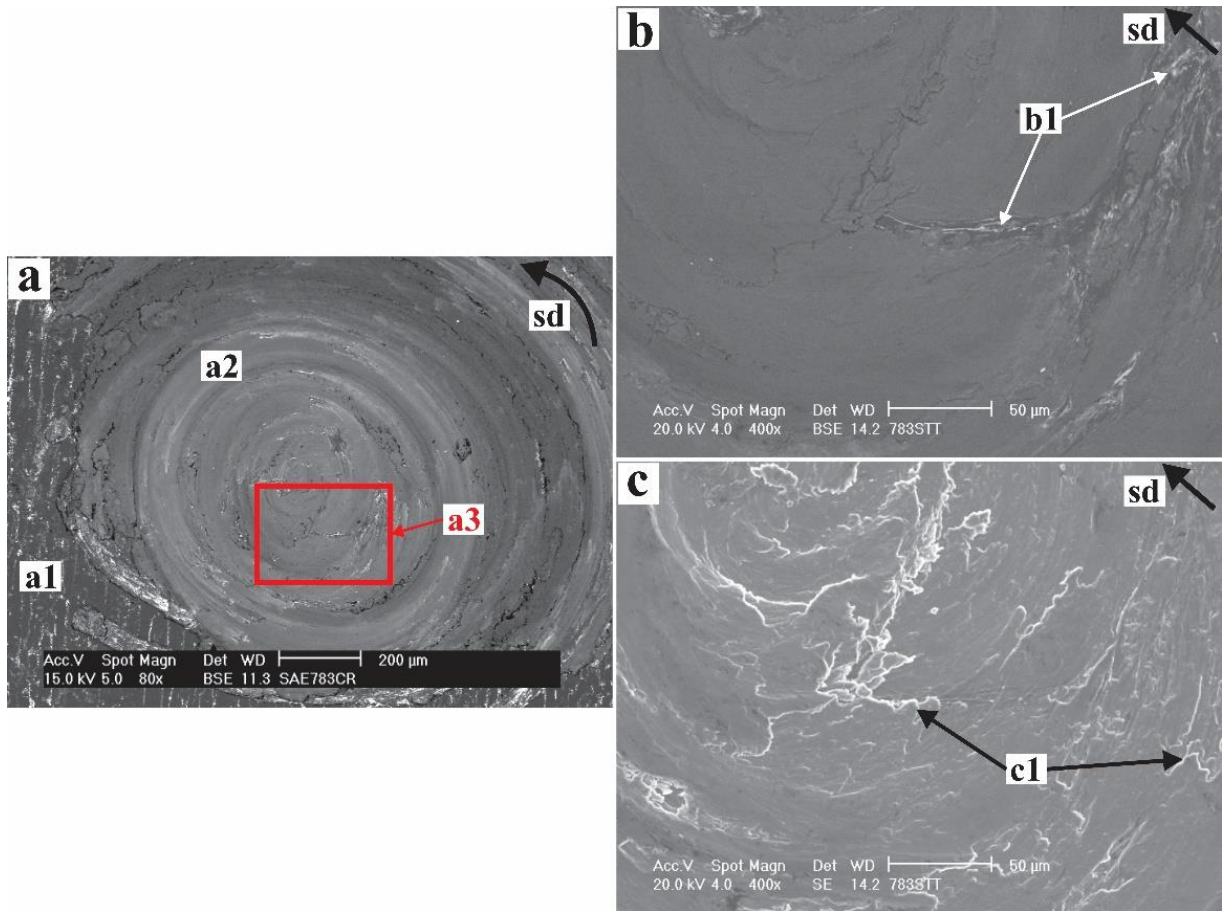


Figura 4.5. Observación mediante microscopía electrónica de barrido de la superficie desgastada de SAE783CR. a) Área que involucra zonas dentro y fuera de la huella, b) Mayor detalle de la zona indicada con a3 observada utilizando el detector de electrones retrodispersados, c) Mayor detalle de a3 observada utilizando el detector de electrones secundarios (a1=zona sin deformar, a2=zona deformada donde no es posible distinguir las fases originales, b1=zona dentro de la huella donde es posible distinguir Sn, c1=signos de desgaste adhesivo)

La superficie de la aleación SAE783RX se muestra en la Figura 4.6. A primera vista se puede apreciar que el daño producido durante el ensayo tribológico es menor que en la superficie de SAE783CR. Es evidente que, en la zona que ha sido desgastada, no es posible identificar las dos fases originales, mientras que en el centro de la huella (1), el desgaste es menor, pudiéndose distinguir las fases originales. En la parte externa del centro de la huella (2) se aprecia un patrón de deformación plástica marcado por la distorsión del estaño, el cual adoptó la dirección de giro del perno.

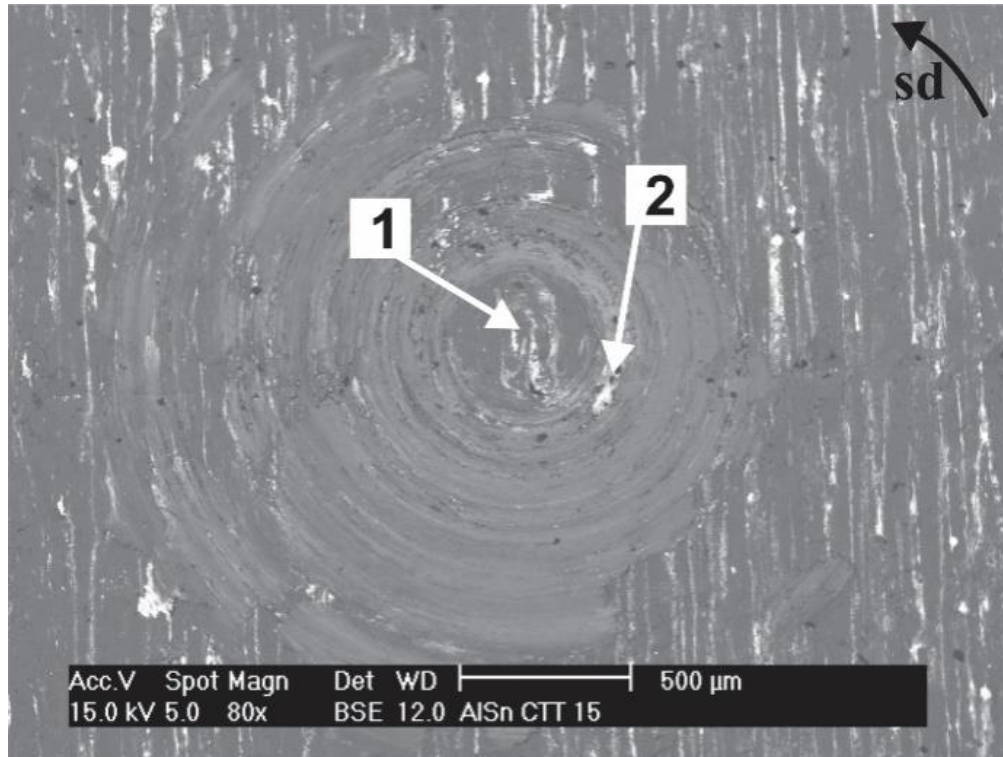


Figura 4.6. Observación mediante microscopía electrónica de barrido de la superficie desgastada de SAE783RX (1=centro de la huella donde se distingue el Sn alineado con la dirección de laminado, 2=Sn alineado en la dirección de giro del perno)

En la Figura 4.7a se muestran tres zonas características del límite entre el material sin deformar y el material deformado. Con (1) se señala la zona del material sin deformar, se pueden apreciar las fases originales que se distinguen porque el estaño forma “listones” en la dirección del laminado, con (2) se indica la superficie que delimita el material deformado y el material con estructura original. En esta zona se aprecia que el estaño ha adoptado una morfología y orientación diferente, siguiendo esta última la dirección de deslizamiento del perno. En (3) se muestra la parte interna de la huella de desgaste donde no es posible distinguir entre ambas fases.

La Figura 4.7b muestra a mayor detalle la zona interna de la huella donde los signos de desgaste adhesivo son evidentes y se identifican con (1), mientras que pequeñas zonas dentro de la huella de desgaste donde las fases originales pueden distinguirse se señalan con (2).

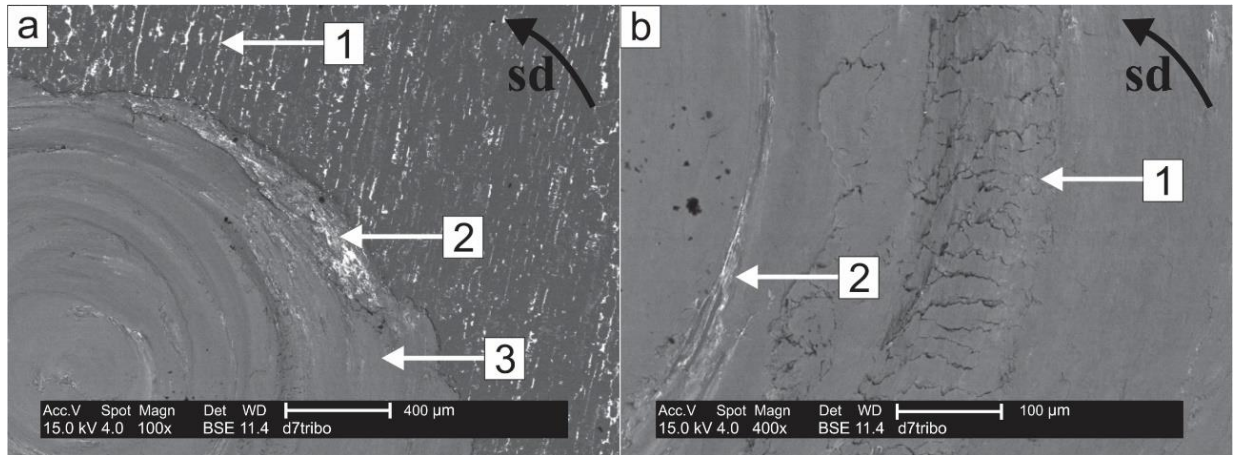


Figura 4.7. Observación mediante microscopía electrónica de barrido de la superficie desgastada de AA1100RX. a) Se muestran tres zonas características en la frontera entre la zona desgastada y la superficie original a1=zona sin deformar, a2=zona externa de la huella de desgaste donde es posible distinguir al Sn, a3= interior de la huella de desgaste donde no es posible distinguir las fases originales, b1) material no mezclado dentro de la huella, b2) signos de desgaste adhesivo

4.4.3. Microscopía de fuerza atómica (AFM) en superficies de materiales base aluminio

Los mapas de señal de deflexión y alturas correspondientes a la superficie desgastada en AA1100CR se muestran en la Figura 4.8, a esta escala son evidentes los signos de desgaste adhesivo que es posible apreciar a lo largo de toda la superficie de manera homogénea, también es posible apreciar partículas alargadas que debido a la deformación superficial han adoptado una geometría tipo “hojuela” (1).

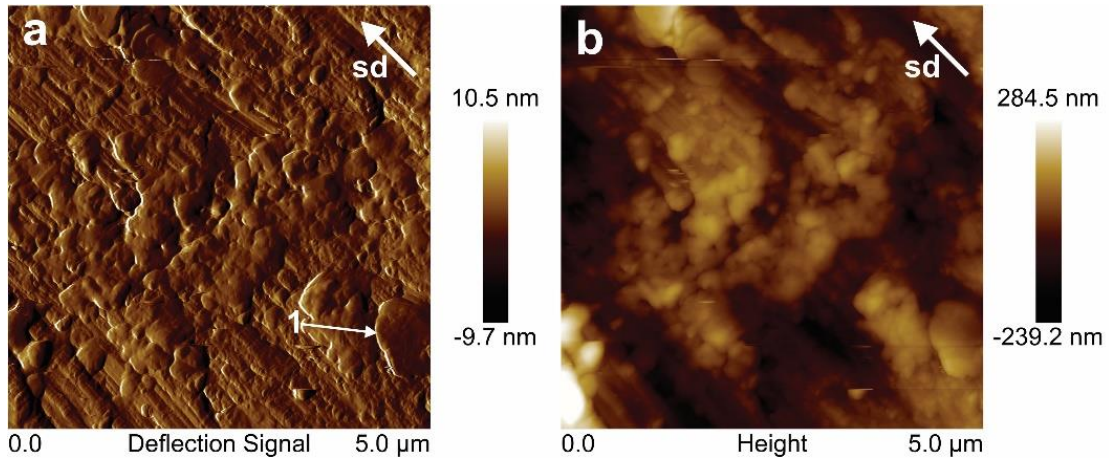


Figura 4.8. Mapas de las señales de deflexión (a) y alturas (b) obtenidos en modo contacto mediante AFM en AA11000CR (1= partícula deformada con geometría característica del desgaste adhesivo, sd= sliding direction o dirección de deslizamiento)

Los mapas correspondientes a AA1100RX se muestran en la Figura 4.9. Es evidente que existe una clara diferencia con respecto al material sin tratamiento térmico, pues mientras en este último se pueden apreciar claros signos de desgaste adhesivo, en el material recocido se observa un patrón que forma cúmulos de tipo “celular” alineados con la dirección de giro del perno y cuyas dimensiones no son coincidentes con las correspondientes de los patrones relacionados con el mecanismo de desgaste adhesivo. Las “celdas” generadas en la superficie presentan un tamaño que puede ir desde algunos cientos de nanómetros hasta un micrómetro de diámetro.

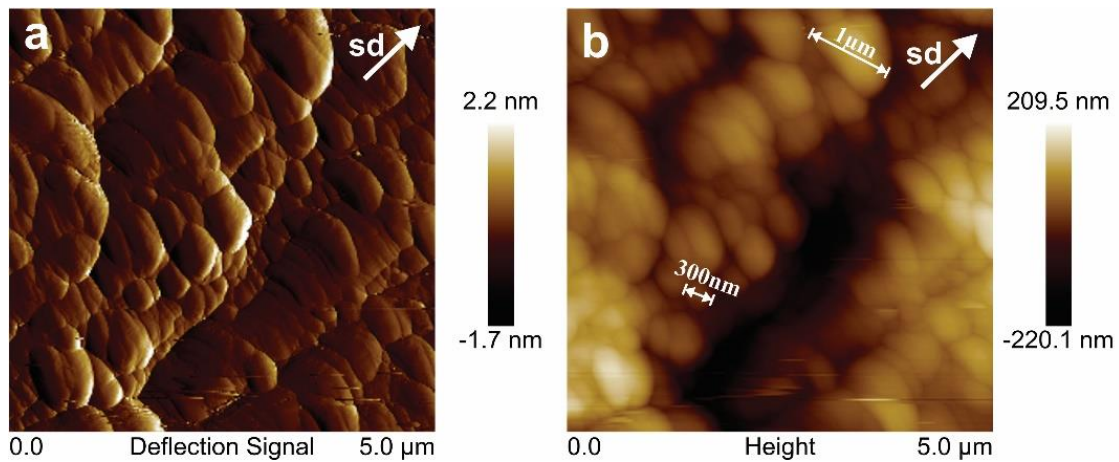


Figura 4.9. Mapas de las señales de deflexión (a) y alturas (b) obtenidos en modo contacto mediante AFM en AA11000RX

Los mapas de deflexión y alturas de la superficie desgastada de la aleación SAE783CR se pueden observar en la Figura 4.10. Se aprecia un patrón similar al mostrado en el material AA1100RX, donde el arreglo de tipo “celular” se alinea en la dirección de giro del perno. La modificación de la estructura en la superficie produce un arreglo de “celdas” de tamaño relativamente homogéneo. Sin embargo, también se pueden apreciar grupos de celdas cuyo diámetro es mayor a 500 nm como el indicado con (1) la Figura 4.10a o cúmulos de celdas de diámetro menor a 200 nm como el indicado con (1) la Figura 4.10b.

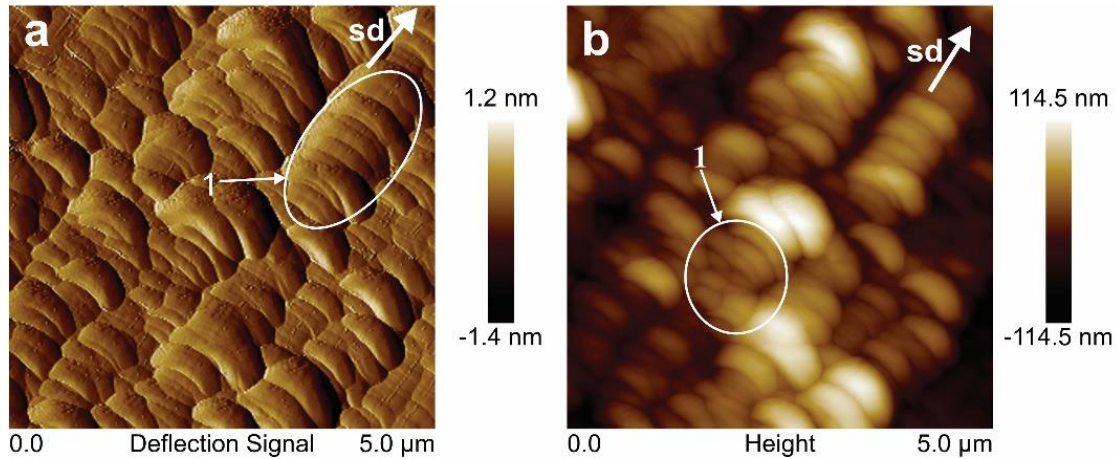


Figura 4.10. Mapas de las señales de deflexión (a) y alturas (b) obtenidos en modo contacto mediante AFM en SAE783CR. (1=celdas de diámetro mayor a 500nm, b=celdas con tamaño menor a 200nm)

Las celdas que se han observado en las superficies de AA1100RX y SAE783CR se presentan a diferentes escalas dimensionales, lo cual hace evidente el carácter autoafín de las superficies. Esto se muestra en la Figura 4.11 que corresponde a la superficie desgastada de SAE783RX medida en modo contacto.

Es evidente que los arreglos “celulares” se pueden apreciar en áreas de $12\ \mu\text{m} \times 12\ \mu\text{m}$. Sin embargo, en algunos casos se han podido apreciar a partir de áreas de $25\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$ y llegan a ser observables en áreas incluso menores a $800\ \text{nm} \times 800\ \text{nm}$.

En el caso de áreas de menor tamaño como la mostrada en la Figura 4.11c, se puede notar que las estructuras formadas son similares a las observadas con diferentes técnicas de caracterización en materiales sometidos a procesos de deformación plástica severa, ya que se observa una estructura de granos cuyo tamaño entra en el rango de materiales con estructura ultra-fina. Lo anterior hace suponer que el grado de deformación plástica es tal que se ha

producido un refinamiento de grano similar al producido en materiales que han sido sometidos a procesos de SPD.

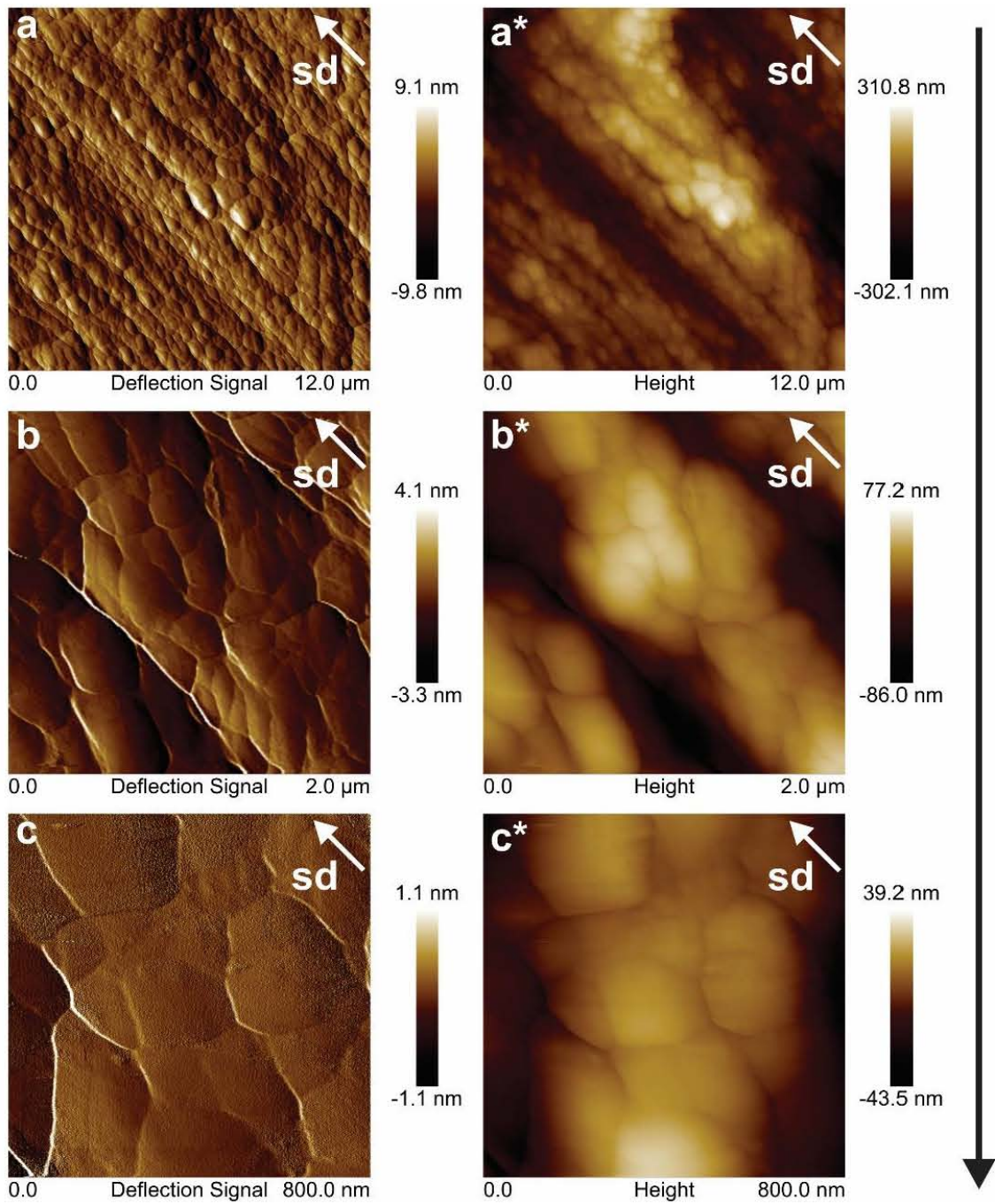


Figura 4.11. Mapas de las señales de deflexión y alturas () obtenidos en modo contacto en superficies desgastadas de SAE783RX a diferentes escalas*

Un aspecto interesante que se observó durante la medición de las superficies usando AFM se muestra en la Figura 4.12. Se pueden apreciar claras diferencias entre las imágenes obtenidas en modos de operación contacto y tapping, observándose en el primero el acomodo “celular” al que se hizo referencia en el párrafo anterior, mientras que en modo tapping se aprecia claramente la topografía de la superficie desgastada, indicándose con (1) una zona con signos de desgaste adhesivo. También es posible distinguir surcos generados en el sentido de giro del perno.

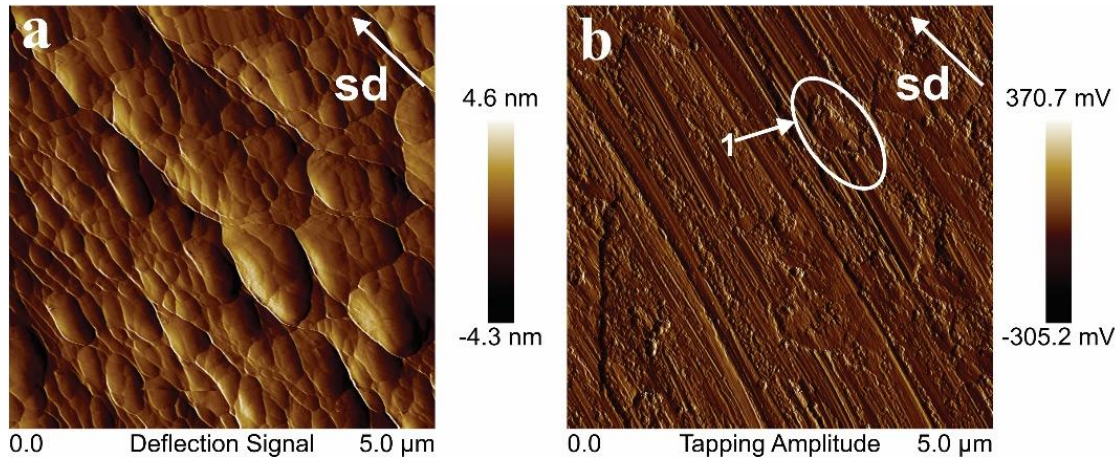


Figura 4.12. Mapas de la superficie de SAE783RX. (a) Señal de deflexión en modo contacto, (b) Señal de amplitud en modo tapping. (1=signos de desgaste adhesivo)

4.5. Tribocapas en la aleación SAE783

Las microestructuras de las secciones que corresponden a la zona desgastada en la aleación SAE783CR y SAE783RX se muestran en la Figura 4.13 y Figura 4.14 respectivamente. En ambos casos es evidente que se pueden distinguir tres zonas, las cuales se señalan en las imágenes identificadas con (a).

Con (1) se indica una zona donde no es posible distinguir entre las dos fases originales de la aleación SAE783. La generación de esta zona, también conocida como tribocapa, se debe al proceso de SPD que ha tenido lugar en la superficie del material, mismo que ha inducido un fuerte refinamiento de grano, llegando a niveles sub-micrométricos, lo cual impide distinguir entre ambas fases.

Con el número dos se señalan zonas de deformación plástica, donde los listones de estaño han adoptado la morfología descrita por el contorno de la tribocapa. Finalmente, con el

número tres se indica la zona del material original, la cual presenta la microestructura característica de este tipo de aleaciones, donde prácticamente existe nula solubilidad entre ambos elementos, por lo que es posible distinguir los listones de estaño en color blanco que se alargan en dirección de laminado.

En las figuras indicadas con (b) se muestran zonas donde por efecto de la deformación plástica, el material por debajo de la tribocapa fluye hacia la superficie, lo cual hace posible que en algunas zonas de la superficie se puedan distinguir las dos fases del material original.

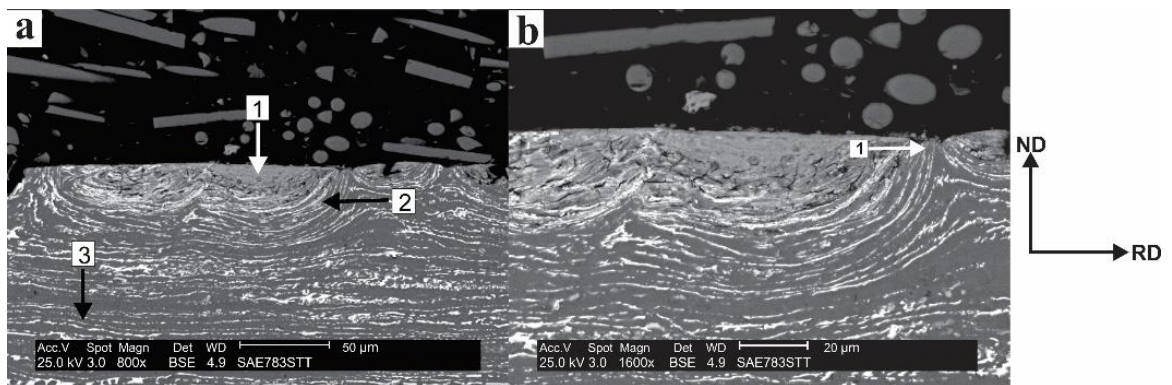


Figura 4.13. Sección transversal de la aleación SAE 783CR justo debajo de la zona desgastada. a1) Zona de tribocapa, a2) zona deformada plásticamente, a3) material original, b1) zona deformada plásticamente que no se ha mezclado y que llega a la superficie. (ND=Dirección normal a la superficie, RD=dirección de laminado, la dirección de deslizamiento del perno es perpendicular a la figura)

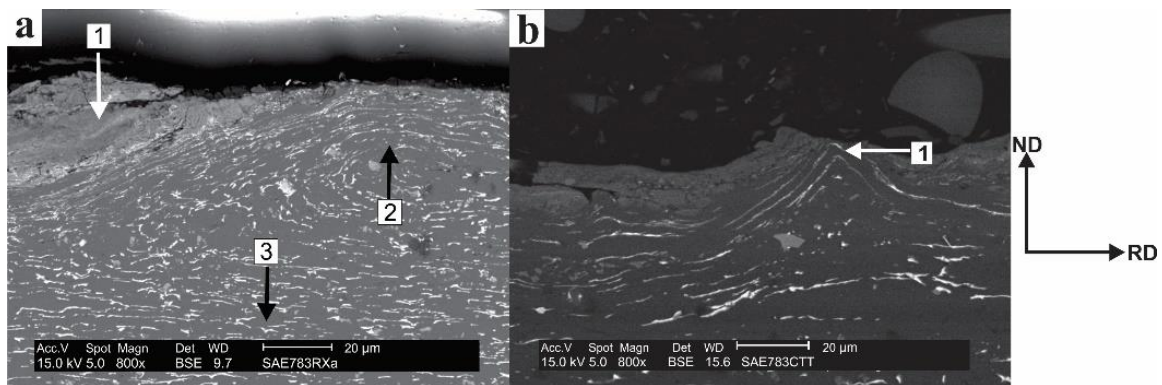


Figura 4.14. Sección transversal de la aleación SAE 783RX justo debajo de la zona desgastada. a1) Zona de tribocapa, a2) zona deformada plásticamente, a3) material original, b1) zona deformada plásticamente que no se ha mezclado y que llega a la superficie. La dirección de deslizamiento es perpendicular a la figura

La diferencia entre las microestructuras del material sin recocer y recocido se puede apreciar a partir de que los listones de estaño en SAE783CR están alargados, son continuos

y siguen la dirección del laminado, mientras que en el caso de SAE783RX se puede observar que dichos listones son más cortos y discontinuos, lo cual es indicativo de que se ha llevado a cabo un proceso de recristalización.

En la Figura 4.15 se muestra el IPFM de SAE783CR, se pueden observar tres zonas; a) corresponde a la zona justo debajo de la tribocapa, b) es una zona donde se presenta una evidente deformación plástica, c) corresponde al material original. Es evidente que el proceso de desgaste generó cambios en la orientación cristalina, además de un fuerte refinamiento de grano en zonas cercanas a la superficie.

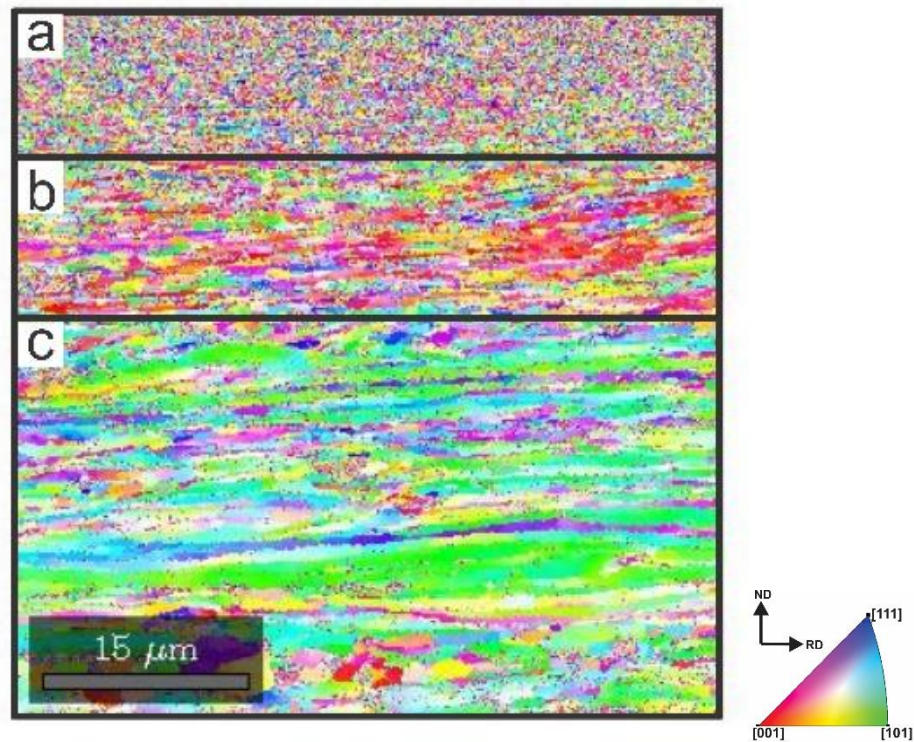


Figura 4.15. IPFM de SAE783CR. a) Zona cercana a la superficie desgastada, b) Zona de elevada deformación plástica, c) Zona sin deformar

Los ODF correspondientes a las zonas mostradas en la figura anterior se presentan en la Figura 4.16. Es evidente que la textura de la zona sin deformar es completamente coincidente con un material FCC laminado en frío, mientras que en las zonas más cercanas a la superficie se pueden observar componentes de cortante simple, cuyas orientaciones se distribuyen a lo largo de dos fibras (A y B), donde la primera tiene dirección de deslizamiento paralela a la

dirección cortante, mientras que la segunda tiene plano de deslizamiento paralelo al plano cortante. Las orientaciones mencionadas se presentan en la Tabla 5.5.

Un aspecto interesante es el incremento de la fracción de volumen del componente Cube, el cual en la zona sin deformar representa un 0.33%, mientras que en la zona más cercana a la superficie representa 2.97%, lo anterior hace plausible inferir que a partir del incremento de temperatura inducido por el proceso de desgaste se ha llevado a cabo un proceso de recristalización.

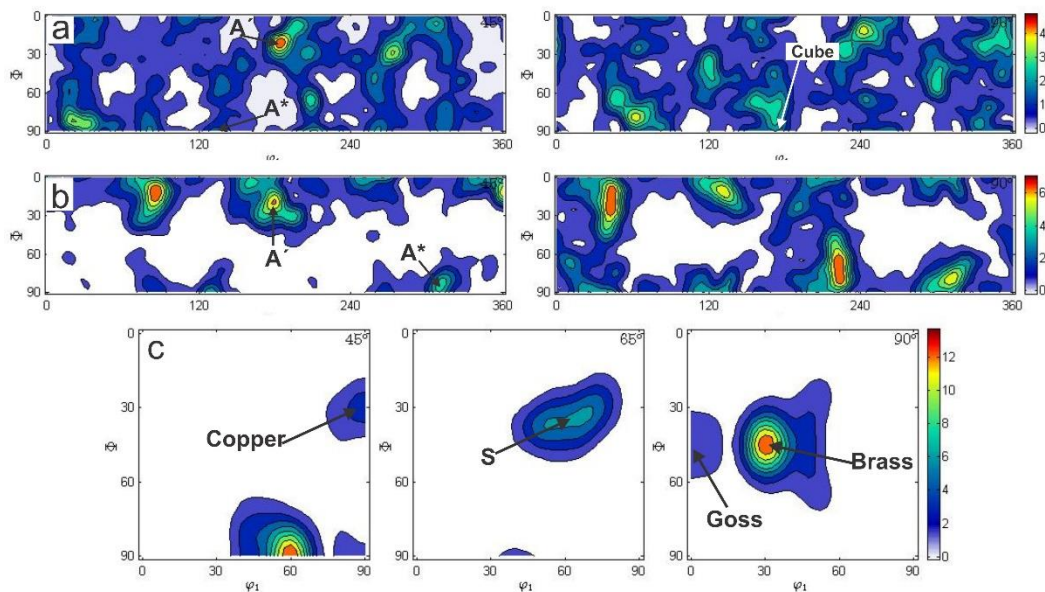


Figura 4.16. Secciones de ODF a 45° y 90° de SAE783CR. a) Zona justo por debajo de la tribocapa, b) Zona de elevada deformación plástica, c) Material sin deformar

4.6. Discusión sobre materiales base aluminio

4.6.1. Efectos del tratamiento térmico en el comportamiento tribológico

Los periodos intermitentes en los cuales se pudo observar un incremento de torque fueron más evidentes en los materiales sin tratamiento térmico, mientras que en los materiales recocidos, estos periodos se pudieron observar sólo durante los primeros segundos de la prueba.

Otra consecuencia del endurecimiento por trabajo en frio es que la ductilidad del material disminuye, esto lleva a menores deformaciones previas a la fractura, lo que facilita el proceso

de delaminación en la superficie haciendo que el material desplazado se “apile” y por lo tanto además de tener mayor rugosidad, las huellas sean de mayor tamaño.

En el caso de los materiales recocidos, el esfuerzo necesario para iniciar la deformación plástica es menor, ya que el incremento de temperatura durante el recocido proporciona la energía suficiente para promover la recrystalización y activar los procesos necesarios para disminuir la energía libre del material. Esto sucede mediante la reducción de la densidad de dislocaciones, el reacomodo de las mismas, así como el crecimiento de los granos, cuyos límites adquieren una configuración de menor energía. Lo anterior en conjunto permite un incremento en la ductilidad del material, lo cual se ve reflejado en que las fluctuaciones de los valores de torque sean menos evidentes y se presenten únicamente al inicio del ensayo, que es el periodo durante el cual las zonas de la superficie que están en contacto inmediato con el perno se deforman de manera considerable, lo cual se relaciona de manera directa con la adhesión entre ambas superficies.

En general, se ha podido observar que el ensayo de tribometría coaxial no ha producido cambio en la masa de los materiales base aluminio, lo cual refuerza la hipótesis de que el material ha estado sujeto a un proceso de desgaste adhesivo, en el cual las partículas deformadas y posteriormente desplazadas se adhieren nuevamente a la superficie. El proceso de desgaste adhesivo al que se hace referencia inicia con la deformación de la superficie en el centro de la muestra para posteriormente fluir y colocarse sobre las capas previamente removidas en la parte externa de la huella.

Una comparación de las superficies de SAE783 CR y SAE783 ReX después del ensayo de tribometría coaxial se muestra en la Figura 4.17. La diferencia en el daño de cada superficie es evidente, ya que mientras en el material sin tratamiento térmico la huella de desgaste presenta un mayor tamaño y severos agrietamientos, la superficie del material recocido sólo presenta un ligero daño.

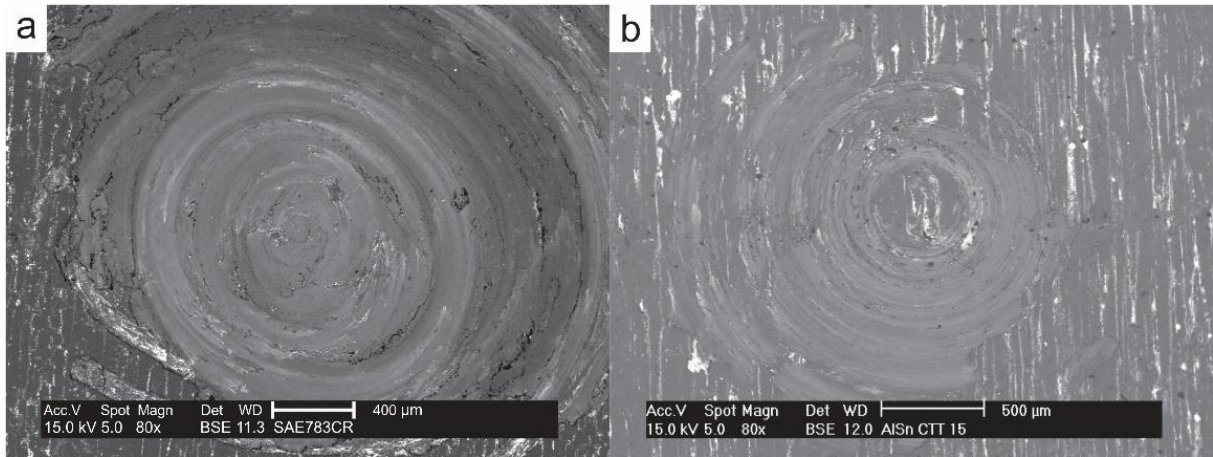


Figura 4.17. Comparación del daño generado a partir del proceso de desgaste en a) SAE783 CR, b) SAE783 ReX

4.6.2. Efectos de la composición en el comportamiento tribológico

Como es de suponerse, la composición de los materiales es un parámetro fundamental en su comportamiento al ser sometidos a condiciones de contacto deslizante.

En el caso del aluminio, se ha sabido por años que la incorporación de Sn como elemento aleante juega un papel fundamental en el desempeño tribológico de este material [101-104] cuando es sometido a contacto deslizante contra una superficie de acero.

La adición de una fase dúctil como el estaño en una matriz de aluminio, promueve una mejora sustancial en el desempeño tribológico de los materiales gracias a la combinación de las propiedades mecánicas involucradas. Además de lo anterior, el estaño proporciona una disminución en el nivel de adhesión cuando el material es puesto en contacto con acero, lo cual es consistente con lo descrito por Rabinowicz [9], ya que la solubilidad entre hierro y estaño es menor que entre hierro y aluminio.

Aunque la caracterización realizada por Rabinowicz para plantear su propuesta de estimación de compatibilidad tribológica se limitó al contacto deslizante en un plano inclinado (en el cual la deformación plástica del material únicamente se presentó a nivel de asperezas), sus resultados sirven como guía en sistemas donde la deformación plástica modifica la geometría de la superficie, ya que las asperezas en contacto se deforman por efecto de la elevada adhesión, induciendo una modificación inicial en el área real de contacto, misma que como ha sido descrito en la literatura [105], se relaciona de manera directa con la

fricción. Lo anterior se ve reflejado en el incremento del torque necesario para continuar el giro del perno durante el ensayo de tribometría coaxial.

4.6.3. Efecto y formación de tribocapas

Una explicación plausible para la menor adhesión entre el perno y el material SAE783 es la formación de tribocapas, las cuales, tal como se ha mencionado en el capítulo de antecedentes, son capas superficiales que por efecto de la deformación plástica y la consecuente exposición de material en su estado original, presentan una microestructura altamente modificada, la cual favorece la disminución de niveles de adhesión.

El estudio de tribocapas y su formación en materiales dúctiles, así como su efecto en el comportamiento de tribopares, ha sido tema de análisis durante los últimos 30 años, a partir de que Rigney [26, 27] describió su proceso de formación y lo relacionó con la modificación estructural y comportamiento de los materiales durante contacto deslizando.

En el caso de las aleaciones SAE783, el proceso de formación de tribocapas puede ser parcialmente descrito mediante los mecanismos propuestos por Rigney y Kapoor [18, 21, 22, 28, 29, 106], en los cuales se presenta un refinamiento de grano producto de elevadas deformaciones y mezcla mecánica.

En la zona más cercana a la superficie desgastada, el elevado nivel de deformación inducida por el proceso de desgaste ha generado un refinamiento de grano que no permite distinguir entre los granos de estaño y los de aluminio, lo anterior se puso en evidencia al tratar de obtener EBSP, ya que se llegó a un punto donde no fue posible indexar en las zonas más cercanas a la superficie, lo cual es un indicativo de que el tamaño de grano es tan pequeño en esta zona que aun realizando escaneos con pasos en el límite de la resolución del instrumento, no fue posible obtener patrones correspondientes a las fases que fueron definidas. Este resultado también se debe en parte a la gran distorsión de la red cristalina en esta zona, sea por la alta densidad de dislocaciones, sea por la presencia de átomos de Sn en solución sólida o cúmulos del mismo en la matriz de aluminio, así como la posible incorporación de oxígeno en la zona superficial.

Bajo estas condiciones, es posible que por efecto de la excesiva deformación plástica se haya producido una mezcla mecánica que ha incrementado la energía superficial del material a tal punto que se logra alcanzar el nivel de la fuerza impulsora necesaria para generar una

fase en solución sólida fuera de equilibrio, lo cual ya ha sido reportado en la literatura correspondiente [107]. Lo anterior implica que para poder definir de manera fiable el material y la estructura que constituyen la tribocapa formada en la superficie de la aleación SAE783, es necesario realizar la caracterización correspondiente mediante microscopía electrónica de transmisión. Sin embargo, debido a la geometría de la zona por investigar y la presencia de daño estructural y discontinuidades en forma de capas extruidas de Sn dentro de la microestructura, la preparación de muestras para TEM se hace virtualmente imposible. La aplicación de técnicas electroquímicas en la producción de las muestras también se dificulta por la gran diferencia en propiedades químicas del Sn y el Al. Por lo tanto, la obtención de este tipo de resultados no está prevista en un futuro cercano.

La formación de tribocapas durante el ensayo de tribometría coaxial es un proceso gradual. Sin embargo, se ha observado que bajo las condiciones de carga normal y velocidad angular que fueron utilizadas para el desarrollo de la presente investigación, las tres zonas que caracterizan la presencia de tribocapas ya están presentes a partir de 30 segundos de ensayo, además de que conforme se incrementa el tiempo de ensayo, estas zonas se hacen más evidentes hasta que en general, después de 300 segundos, se dejan de apreciar cambios significativos en la microestructura y superficie del material [89].

Lo anterior, además de proporcionar un fundamento para establecer el tiempo de ensayo, ha dado la pauta para explicar la reducción gradual del valor de torque, ya que como se ha mencionado, la presencia de la tribocapa en la superficie del material dúctil favorece el desempeño del tribopar bajo condiciones de contacto deslizante, teniéndose que durante los primeros segundos del ensayo, se lleva a cabo un proceso de deformación plástica que contribuye al inicio de la formación de la tribocapa, mientras que a partir de 30 segundos, la tribocapa que se ha generado contribuye a la disminución del torque hasta llegar a valores estables después de aproximadamente 250 segundos, es decir, después de haberse formado de manera homogénea.

En este punto es importante mencionar que para visualizar la microestructura de AA1100 mediante SEM, es necesaria la aplicación de un ataque químico o electroquímico, lo cual se ha descartado de la presente investigación, ya que se trató de manipular lo menos posible el material después de los ensayos de tribometría coaxial.

Por otro lado, en la presente investigación, el AA1100 se ha utilizado como referencia para la caracterización del comportamiento tribológico de la aleación SAE783 y ha sido

evidente su pobre desempeño al ser sometido a condiciones de contacto deslizante, es por ello que su análisis se ha limitado al estudio de la superficie desgastada e identificación del mecanismo de desgaste; omitiéndose el análisis de EBSD, ya que para materiales de una sola fase, dicho análisis se ha realizado en Cu C11000.

4.6.4. Mecanismo de desgaste adhesivo

Las imágenes de SEM en las superficies desgastadas, las mediciones en modo tapping de AFM y los gráficos de rugosidad tridimensionales mostrados en la Figura 4.2, han permitido determinar que el mecanismo de desgaste dominante durante el ensayo de tribometría coaxial involucra una interacción compleja entre efectos mecánicos y adhesivos, ya que por un lado la mayor ductilidad del material recocido ha contribuido de manera evidente a la disminución del torque durante el ensayo, mientras que la adición de Sn, sin duda ha sido fundamental para lograr un menor daño en la superficie.

Otro aspecto que permite proponer al desgaste adhesivo como el mecanismo dominante, es la energía de adhesión, la cual juega un papel fundamental en el desempeño de los tribopares en condiciones de desgaste adhesivo, ya que se ha demostrado que el área de contacto real se ve modificada por efectos de la energía de superficie [47], misma que como se muestra en la ecuación (2.4), depende directamente de la energía libre del sistema.

Lo anterior también explica desde una perspectiva termodinámica que la adhesión entre el Al y el Fe sea mayor que entre el Sn y el Fe.

4.6.5. Patrones obtenidos mediante AFM

La estructura celular a la que se hace referencia en el apartado de resultados de AFM se pudo observar a diferentes escalas utilizando el modo contacto del microscopio de fuerza atómica, esto sólo se pudo apreciar en las zonas desgastadas de los materiales base aluminio que no presentan grandes valores de rugosidad, razón por la cual no fueron visibles en AA1100 CR.

Como se ha mencionado, la estructura celular observada puede ser equiparada con granos que conforman la estructura del material, ya que el tamaño es comparable, además de que al haber aplicado un proceso de SPD, se espera una estructura con granos en escala sub-micrométrica. Al observar a mayor detalle la superficie, fue posible percatarse de que la

geometría de las “células” es similar a la de los granos que conforman la microestructura de materiales cristalinos severamente deformados, tal como los que han podido observarse en el IPFM de SAE783CR.

5. Comportamiento tribológico y modificación estructural en CuC11000

A continuación se presentan resultados y la correspondiente discusión relacionada con el comportamiento tribológico y la modificación superficial y microestructural observados en CuC11000.

5.1. Tribometría coaxial en Cu C11000

Las curvas de la señal de torque obtenidas para Cu C11000 se muestran en la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia..** A diferencia de los materiales base aluminio no se ha observado una tendencia que permita relacionar el tratamiento térmico con el valor de torque medido durante el ensayo.

En general, se pueden observar fluctuaciones asociadas a periodos de alta adhesión, durante los cuales el material se deforma plásticamente.

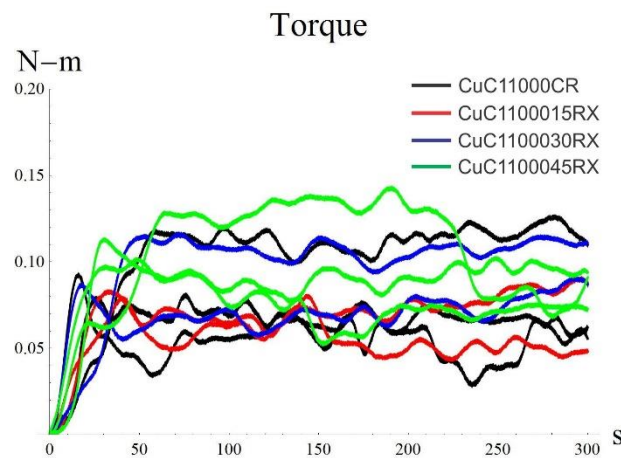


Figura 5.1. Señales de torque obtenidas durante el ensayo de tribometría coaxial en CuC11000. A diferencia de los materiales base aluminio, en Cu C11000 no se observa una tendencia que permita relacionar el tratamiento térmico con la medición de torque

5.2. Cambio de masa en Cu C11000

En la Tabla 5.1 se presentan los valores de masa medidos antes y después del ensayo de tribometría coaxial para el Cu C11000. A diferencia que en los materiales base aluminio,

para todas las condiciones de este material se presenta un cambio de masa positivo, el cual implica pérdida de material, producto del proceso de desgaste.

Es evidente que el mayor cambio de masa se presentó en el material que no fue recocido, esto se puede explicar a partir la baja ductilidad que comúnmente se presenta en materiales que han sido endurecidos mediante procesos de deformación plástica comunes, ya que al ser menos dúctiles que los materiales recocidos, la deformación plástica que es posible inducir es menor y por lo tanto la fractura se presenta más fácilmente y se remueve mayor cantidad de material.

Tabla 5.1. Valores de masa medidos antes y después del ensayo de tribometría coaxial en CuC11000

CuC11000CR				CuC1100015RX			
Número de Muestra	Masa Inicial [g]	Masa Final [g]	Cambio de masa [g]	Número de Muestra	Masa Inicial [g]	Masa Final [g]	Cambio de masa [g]
1	3.3822	3.3661	0.0161	1	3.2954	3.2838	0.0116
2	3.3584	3.3418	0.0166	2	3.2835	3.2718	0.0117
3	3.4022	3.3854	0.0168	3	3.2904	3.2791	0.0113
4	3.3693	3.3522	0.0171	4	3.2351	3.2244	0.0107
CuC1100030RX				CuC1100045RX			
Número de Muestra	Masa Inicial [g]	Masa Final [g]	Cambio de masa [g]	Número de Muestra	Masa Inicial [g]	Masa Final [g]	Cambio de masa [g]
1	3.4218	3.4114	0.0104	1	3.1702	3.1611	0.0091
2	3.3144	3.3038	0.0106	2	3.253	3.2435	0.0095
3	3.0088	2.9991	0.0097	3	3.2758	3.2659	0.0099
4	3.2257	3.2156	0.0101	4	3.5478	3.5379	0.0099

En la Figura 5.2, se muestra porcentaje de cambio de masa con respecto al tiempo de recocido, se puede apreciar de manera clara que a mayores tiempos de recocido, la pérdida de masa es menor, esto debido a que se tiene una mayor ductilidad y por lo tanto se le pueden inducir mayores deformaciones al material, lo cual retrasa la formación de grietas por lo que en algunos casos no se llega a la fractura.

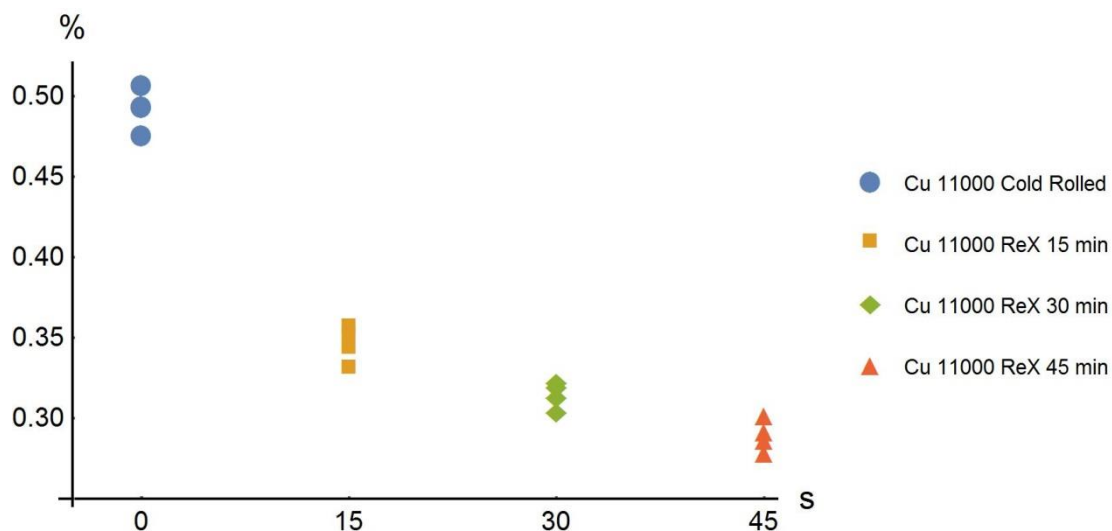


Figura 5.2. Porcentaje de cambio de masa con respecto al tiempo de recocido en Cu C11000

5.3. Diámetro de huellas en Cu C11000

En la Tabla 5.2 se presenta el diámetro de huellas y desviación estándar en Cu C11000. En relación con el tratamiento térmico, se puede observar que los diámetros de las huellas de desgaste son mayores en las probetas recocidas durante periodos de tiempo más largo, es decir, el material que no fue tratado térmicamente presenta los diámetros de menor tamaño y se incrementa conforme el tiempo de recocido aumenta.

Tabla 5.2. Diámetro de huellas medido y desviación estándar en Cu C11000

Material	CuC11000CR	CuC1100015RX	CuC1100030RX	CuC1100045RX
Diámetro (mm)	2.3 ±0.1	3.1 ±0.2	4 ± 0.2	5.4 ±0.3

Este comportamiento se puede relacionar con la diferencia de ductilidad producto del tratamiento térmico, pues en el material más dúctil al desprenderse menor cantidad de material, este “fluye” hacia la zona externa de la huella incrementando su tamaño.

5.4. Modificación en las superficies desgastadas de CuC11000

5.4.1. Medición de rugosidad en Cu C11000

Los valores de rugosidad máxima y rugosidad media cuadrática medidos antes del ensayo a lo largo de una recta de longitud de 2 mm se muestran en la Tabla 5.3. De igual forma que en los materiales base aluminio, los valores de rugosidad son muy similares entre sí debido a que el modo de preparación de la superficie fue similar.

Tabla 5.3. Rugosidad máxima y rugosidad media cuadrática de Cu C11000 a lo largo de una línea de 2 mm antes de realizarse el ensayo tribológico

Material	Cu C11000 CR	CuC1100015RX	Cu C1100030RX	Cu C1100045RX
R_{max} (μm)	4.5	4.38	4.63	4.65
R_q (μm)	0.62	0.68	0.66	0.64

En la Tabla 5.4 se muestran los valores de rugosidad máxima y de rugosidad media cuadrática medidos a lo largo de una línea recta de 2 mm de longitud que pasa por el centro de la huella de desgaste.

En el caso de la rugosidad media cuadrática que es el parámetro más representativo de los aquí mostrados, es evidente que el máximo valor corresponde al material sin tratamiento térmico, esto puede ser producto de la menor ductilidad que presenta el material endurecido por deformación, ya que al aplicarse el proceso de desgaste, gran cantidad de las partículas removidas no se reincorporan, pues tanto éstas como la superficie presentan poca ductilidad. Al haberse desprendido gran cantidad de partículas de manera no homogénea, las irregularidades en la superficie aumentan y por ello es que se tiene un elevado nivel de rugosidad. El material Cu C11000 recocido durante 15 minutos muestra valores de rugosidad menores a los obtenidos en el material sin recocer pero superiores a los obtenidos en la superficie del material recocido durante 30 minutos, a su vez este último presenta valores de rugosidad mayores a los que se tienen en el material recocido durante 45 minutos.

Tabla 5.4. Rugosidad máxima y rugosidad media cuadrática de Cu C11000 a lo largo de una línea de 2 mm que pasa por el centro de la huella de desgaste producida durante el ensayo tribológico

Material	CuC11000CR	CuC1100015RX	CuC11000 30RX	CuC1100045RX
R_{max} (μm)	17.3	9.27	10.7	10.31
R_q (μm)	4.7	2.09	1.64	1.34

En la Figura 5.3a se aprecia que el daño generado en la superficie del material sin tratamiento térmico se concentra en el centro de la huella y corresponde principalmente a desplazamiento de material, el cual por efecto de la presión ejercida por el perno sobre la superficie se reincorporó nuevamente en zonas cercanas al centro de la huella, esto es evidente al ver que hay una pequeña zona donde las alturas son mayores a las de la zona no desgastada. Alrededor del centro de la huella se puede observar una zona donde la altura es menor, lo cual corresponde a desprendimiento de material, del cual una porción ha sido desplazada hacia el centro de la huella para reincorporarse a la superficie, mientras que el restante material desprendido, por efecto de la baja ductilidad de la superficie endurecida no se ha reincorporado, lo cual provocó la pérdida de masa mencionada en el apartado correspondiente.

Las superficies de Cu C11000 recocido a 15, 30 y 45 minutos se muestran en las Figura 5.3b, 5.3c y 5.3d respectivamente. En todos los casos se aprecia menor altura en el centro de la huella y un ligero incremento en la zona externa, lo cual indica flujo del material hacia esta última. Otra característica que se ha podido apreciar en estos materiales, es la formación de surcos producidos por el perno, mismos que pueden asociarse con la disminución de masa.

Aunque más evidente en CuC11000CR y en CuC1100030RX, en las cuatro superficies se puede apreciar la dirección de flujo de materia que obedece al sentido de giro del perno.

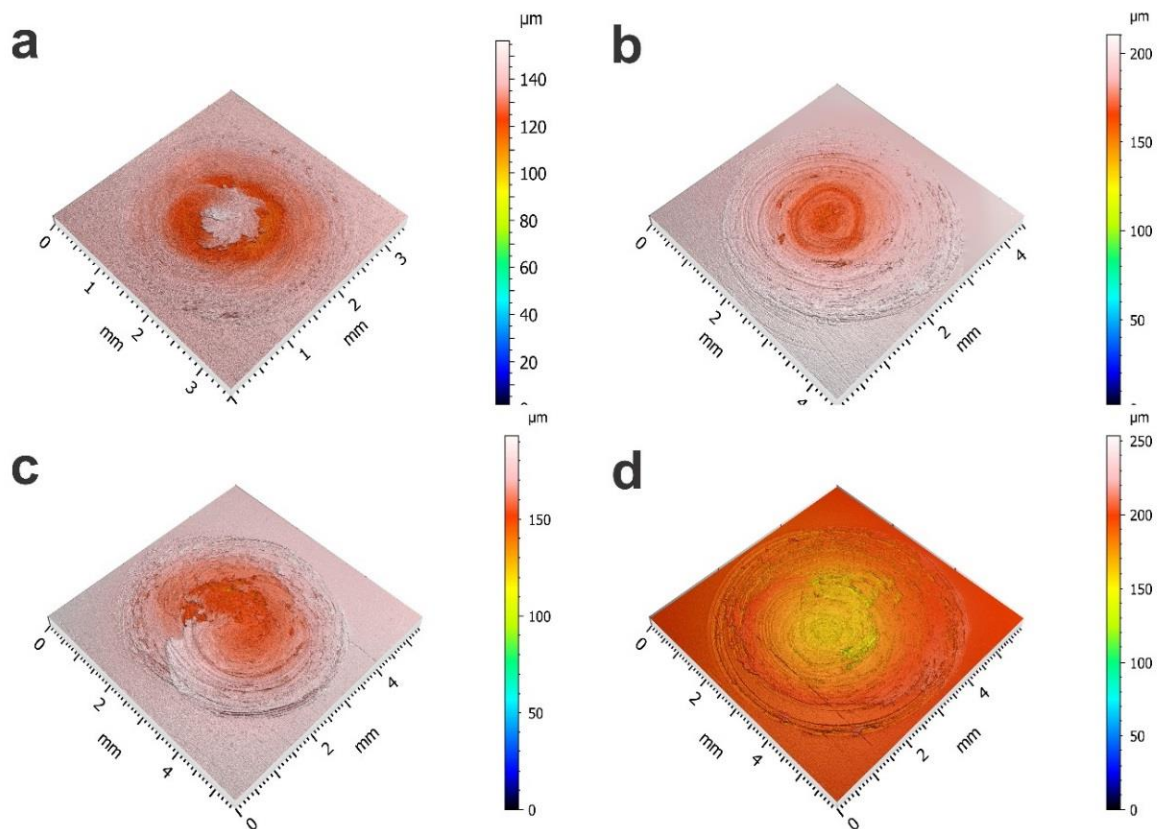


Figura 5.3. Perfiles de las superficies desgastadas de Cu C11000 obtenidas mediante perfilometría óptica. a) Cu C11000 CR, b) Cu C11000 15RX, c) Cu C11000 30RX, d) Cu C11000 45RX

5.4.2. Observación de las superficies de Cu C11000 mediante SEM

En la Figura 5.4 se muestra la superficie del Cu C11000CR, donde es posible apreciar signos de desgaste adhesivo en el centro de la huella, así como algunas zonas donde evidentemente se ha tenido desprendimiento de material, lo cual es coincidente con los resultados obtenidos a partir de la medición de masa. En la Figura 5.4a se señala con (1) los signos de desgaste adhesivo, mientras que con (2) se muestra una zona donde evidentemente se ha tenido desprendimiento de material. En la Figura 5.4b se muestra a mayor detalle la zona de desprendimiento de material, pudiéndose distinguir claras diferencias de altura en la superficie.

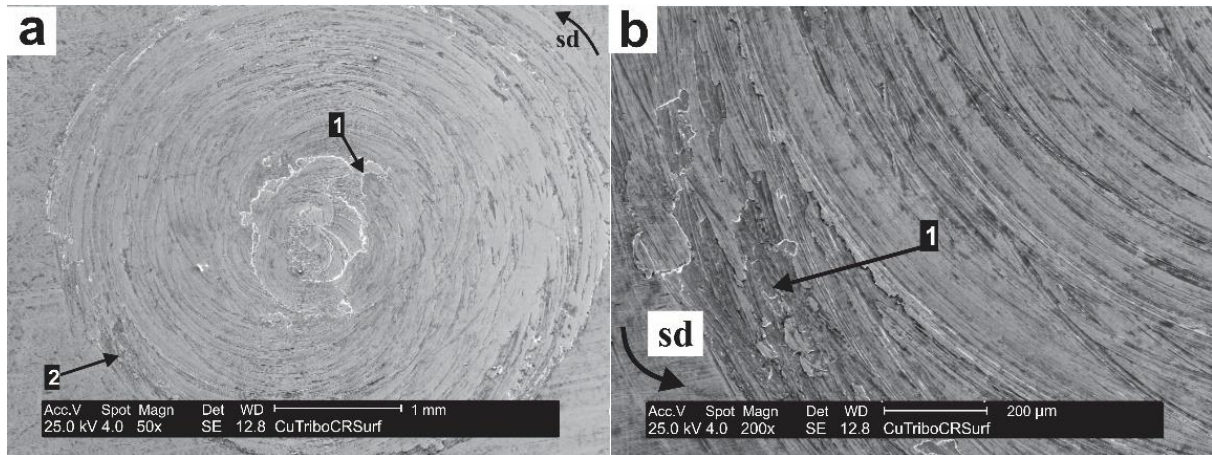


Figura 5.4. Observación mediante microscopía electrónica de barrido de la superficie desgastada de Cu C11000CR. (a1=signos de desgaste adhesivo, a2= zonas con desprendimiento de material, b1= detalle de la zona con desprendimiento de material)

Las superficies desgastadas de Cu C11000 recocido se muestran en la Figura 5.5. En *a*, *b* y *c* que corresponden a tiempos de recocido de 15, 30 y 45 minutos respectivamente, se muestra una vista general de las superficies. Las zonas de desprendimiento de material son evidentes y se indican en todos los casos con (1), mientras que signos de desgaste adhesivo se indican en *b* y *c* con (2). En *d*, *e* y *f* se muestran a mayor detalle los signos de desgaste adhesivo para el material recocido durante 15, 30 y 45 minutos respectivamente, dichos signos de desgaste adhesivo permiten plantear que éste es el mecanismo de desgaste dominante en Cu C11000.

En general, tanto para el Cu C11000CR como para el material recocido se puede observar que los signos de desgaste adhesivo adoptan la dirección de giro del perno, haciéndose evidente que el proceso de deformación plástica que ha modificado considerablemente la topografía de la superficie, ya que las altas deformaciones producen desprendimiento de material y por lo tanto se generan zonas con mayor profundidad, lo cual gracias a las mediciones de rugosidad se ha podido observar de manera clara en partes cercanas al centro de la huella.

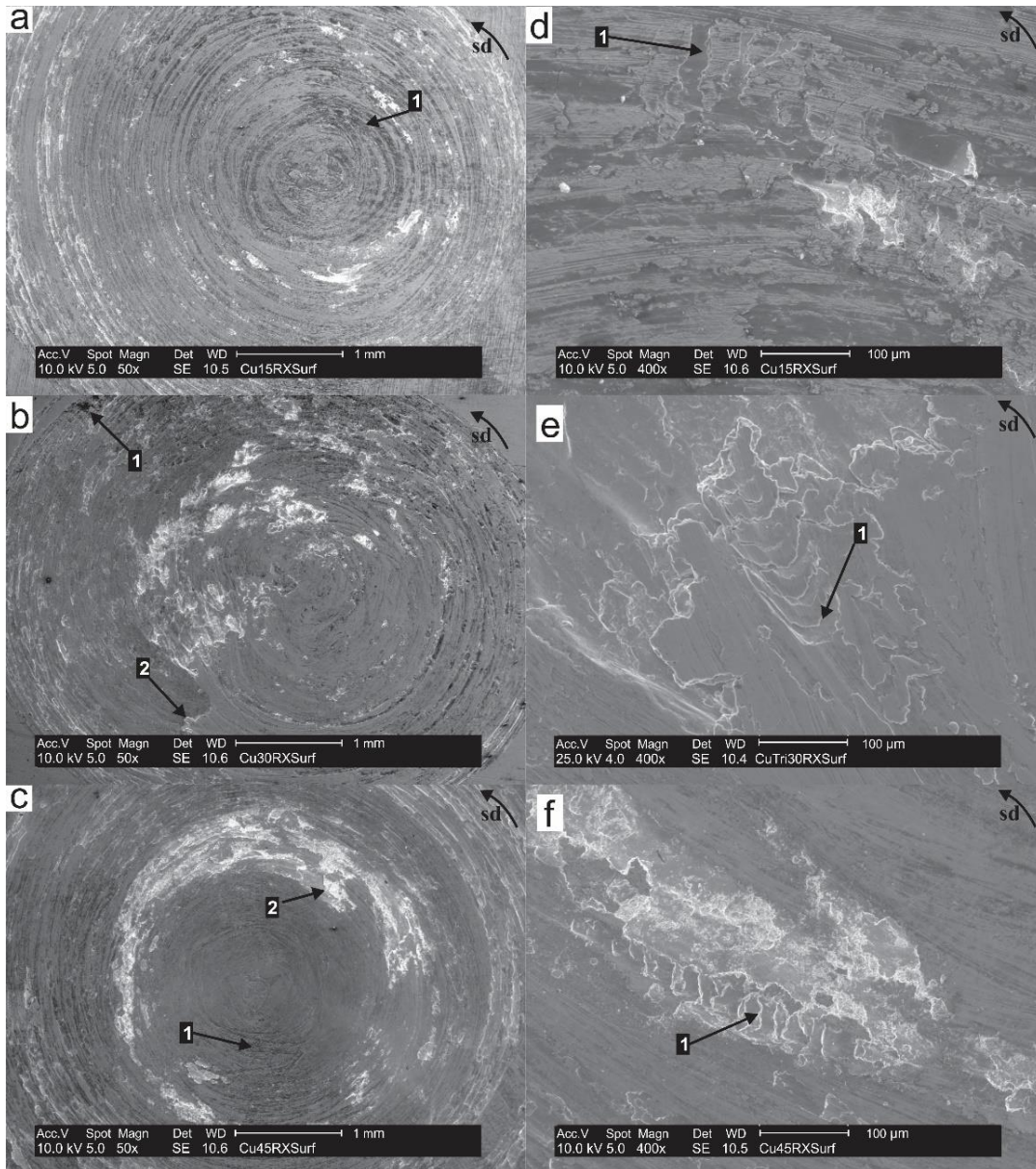


Figura 5.5. Observación mediante microscopía electrónica de barrido de las superficies desgastadas de Cu C11000RX. (a) y (d) corresponden al Cu C1100015RX, (b) y (c) muestran Cu C1100030RX, mientras que (e) y (f) Cu C1100045RX

5.4.3. AFM en superficies de CuC11000

Lo observado en los mapas de deflexión y alturas correspondientes a Cu C11000 es diferente de lo mostrado en los materiales base aluminio, para este material, es evidente que lo que se aprecia en los mapas de deflexión y alturas es la topografía de la superficie.

Los mapas de deflexión y alturas obtenidos en modo contacto sobre las superficies de Cu C11000CR y Cu C1100015RX se muestran en la Figura 5.6a y en la Figura 5.6b respectivamente. En ambos materiales se pueden apreciar zonas de mayor profundidad que se muestran en colores más oscuros y que corresponden a zonas donde el contacto entre asperezas provocó “arado” del material (plowing), también se distinguen algunos signos de desgaste adhesivo que se indican en la Figura 5.6a* con (1). Estos signos de desgaste adhesivo no pudieron ser observados en las imágenes de SEM correspondientes a Cu C11000CR. En la Figura 5.6a* y Figura 5.6b* se indican zonas que por efecto de la elevada deformación presentan un relieve sobre la superficie y en algunos casos forman cúmulos que se alinean con la dirección de giro del perno.

Es importante destacar que en la Figura 5.6b que corresponde al Cu C1100015RX, los signos de desgaste adhesivo no son tan evidentes, ya que como se mostró en la Figura 5.5e, estos tienen un tamaño mayor que el área mostrada en los mapas de AFM. Sin embargo, no dejan de estar presentes y es posible identificarlos al revisar la imagen a detalle. Por otra parte, signos de desgaste adhesivo se indican en la Figura 5.6b con (1), además de que algunos otros como el identificado con (2), coinciden con las zonas de mayor relieve en la superficie.

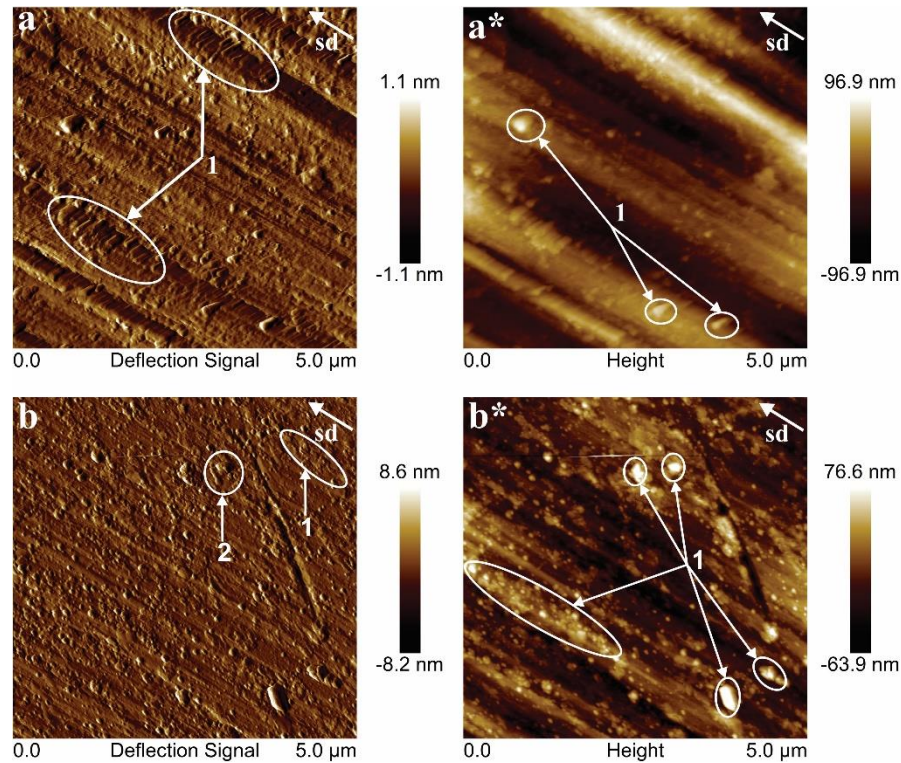


Figura 5.6. Mapas de deflexión y alturas obtenidos en modo contacto mediante AFM. (a) Cu C11000 CR, (b) Cu C11000 15RX. (1=signos de desgaste adhesivo, 2=partículas generadas durante el desgaste adhesivo y que presentan mayor relieve en la superficie)

En la Figura 5.7a y Figura 5.7b se muestran los mapas de deflexión y alturas de las superficies desgastadas de Cu C11000 30RX y Cu C11000 45RX respectivamente. En los mapas de alturas es posible observar diferencias en los relieves, mismas que coinciden con límites de los surcos que se generaron en la dirección de deslizamiento.

Las zonas con mayor relieve se presentan en los límites de cada uno de los surcos y se han generado por efecto de la deformación plástica que ha desplazado el material hacia esas zonas, algunas de las cuales se indican en los mapas de alturas y que en su equivalente en los mapas de deflexión se pueden observar signos de desgaste adhesivo.

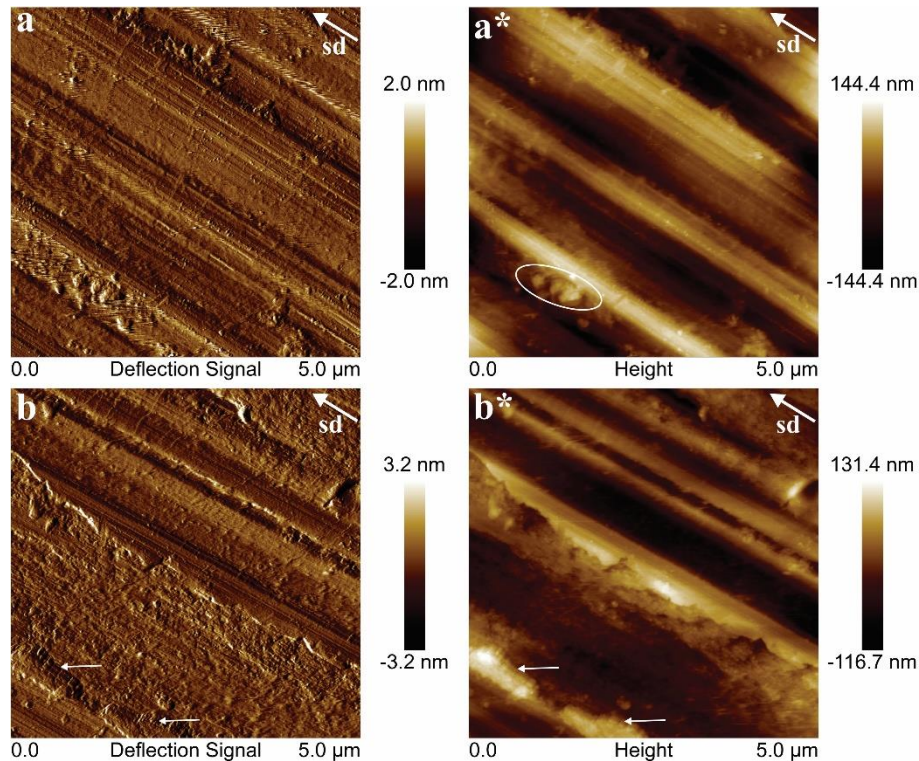


Figura 5.7. Mapas de deflexión y alturas obtenidos en modo contacto mediante AFM. (a) Cu C11000 30RX, (b) Cu C11000 45RX. (Se indican zonas de mayor relieve producto del desgaste adhesivo)

5.5. Modificación de la microestructura en Cu C11000

Con la finalidad de analizar la modificación microestructural que se ha generado a partir del proceso de desgaste inducido por el ensayo de tribometría coaxial, se muestran los resultados de las mediciones de EBSD realizadas en cada una de las secciones transversales a las superficies desgastadas en Cu C11000.

Los mapas de las figuras de polo inversas (IPFM) se muestran en la dirección [001] y en todos los casos se han definido como granos aquellos cuyo límite tiene una desorientación mayor a 5° . En los IPFM los límites de grano con desorientaciones de entre 5° y 15° corresponden a límites de ángulo bajo y se muestran en color blanco, mientras que aquellos cuya desorientación es mayor a 15° se muestran en color negro.

5.5.1. Microestructura de Cu C11000 antes del ensayo de tribometría coaxial

Los IPFM de Cu C11000 antes del ensayo de tribometría coaxial se muestran en la Figura 5.8.

En la Figura 5.8a se muestra el IPFM del material que no fue recocido, se puede apreciar que, como consecuencia del laminado, se tiene una estructura de granos alargados, además de que la textura del material presenta las componentes características de materiales FCC laminados en frío (Dillamore, Copper, S y Gross), esto último se muestra en la Figura 5.9 que corresponde a la función de distribución de orientaciones (ODF) en Cu C11000 CR.

En la Figura 5.8b y Figura 5.8c se muestran los IPFM de Cu C11000 15RX y Cu C11000 30RX respectivamente, en ambos casos es evidente que ha tenido lugar un proceso de recristalización parcial, teniéndose en el primero un área de grano promedio de $10.53 \mu\text{m}^2$, mientras que para el segundo el área promedio de grano es de $9.91 \mu\text{m}^2$. Cabe destacar que esta diferencia se puede atribuir a cuestiones estadísticas. Por otro lado, en el caso del Cu C11000 45RX, cuyo IPFM se muestra en la Figura 5.8d, se puede apreciar un evidente crecimiento de grano, donde el área promedio es de $18.48 \mu\text{m}^2$.

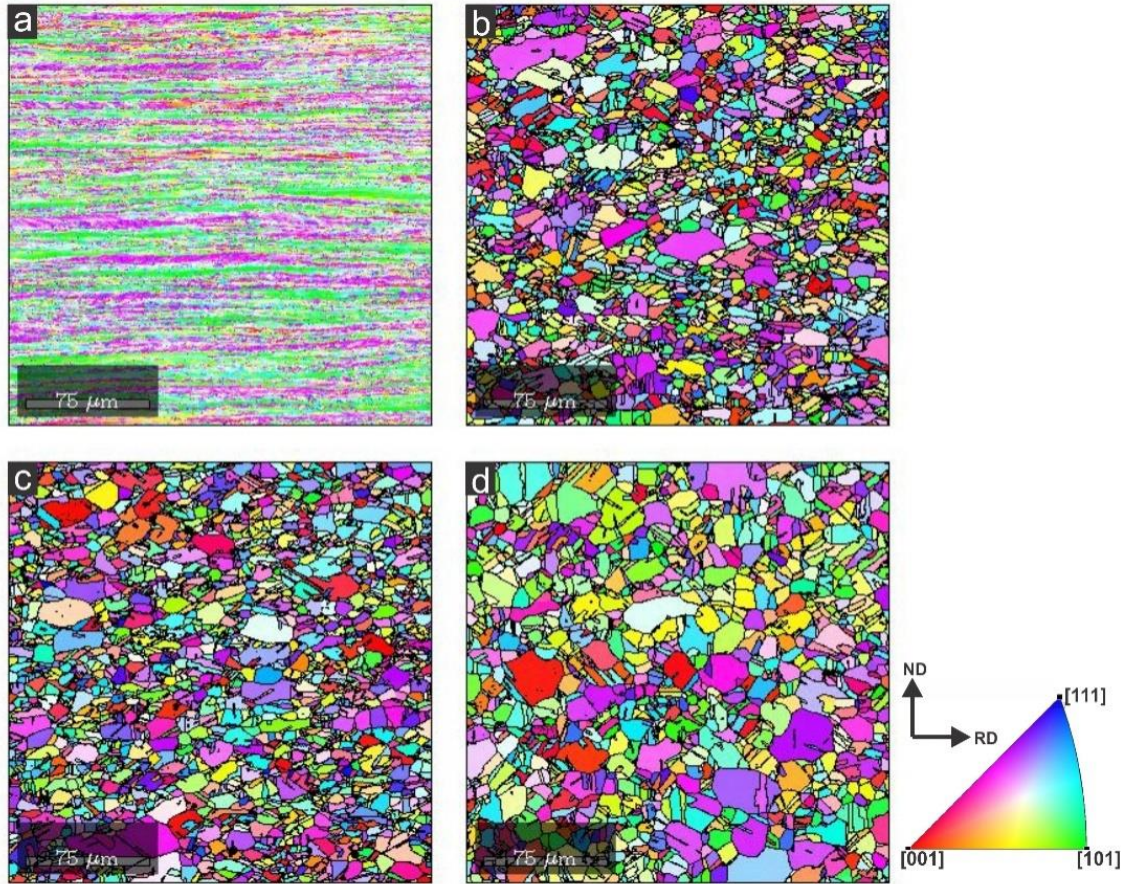


Figura 5.8. IPFs de Cu C11000 antes del ensayo tribológico. (a) CuC11000CR, (b) CuC11000 15RX, (c) CuC11000 30RX y (d) CuC11000 45RX. La dirección de deslizamiento es perpendicular a la figura

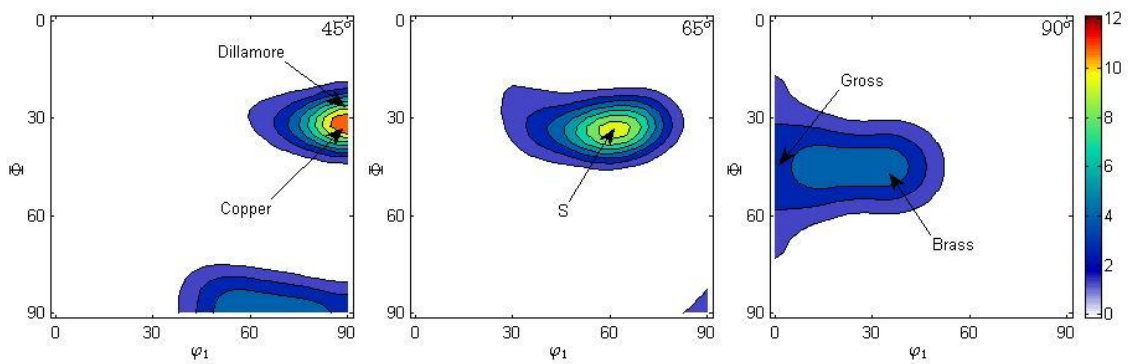


Figura 5.9. ODF de CuC11000 CR antes del ensayo de tribometría coaxial

En los tres casos del material recocido se pueden observar maclas características del proceso de recristalización en materiales FCC con elevada energía de error de apilamiento, dichas maclas se han calculado para el plano (111) con dirección $[11\bar{2}]$ y para el plano $(11\bar{1})$ con dirección $[112]$, lo cual implica una desorientación de 60° .

En los mapas de desorientación de límites de grano que se muestran en la Figura 5.10 se puede apreciar que la mayor parte de límites de grano corresponden a maclas, es por ello que en los correspondientes histogramas éstas se han retirado, pudiéndose observar que la distribución de desorientaciones es cercana a la usualmente reportada en materiales recristalizados, teniéndose un carácter correspondiente a la distribución en una textura aleatoria, con un ligero sesgo hacia la derecha, el cual es producto de la orientación preferencial adoptada durante el proceso de recristalización, esto último se muestra en la Figura 5.11.

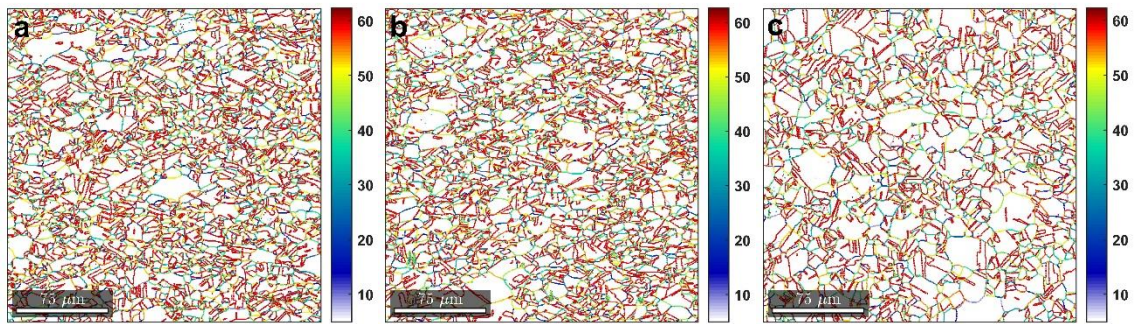


Figura 5.10. Mapa de desorientación de límite de grano en Cu C11000 RX. Nótese que la mayor parte de los límites corresponden a maclas (a=Cu C1100015RX, b=Cu C1100030RX, c=Cu C1100045RX)

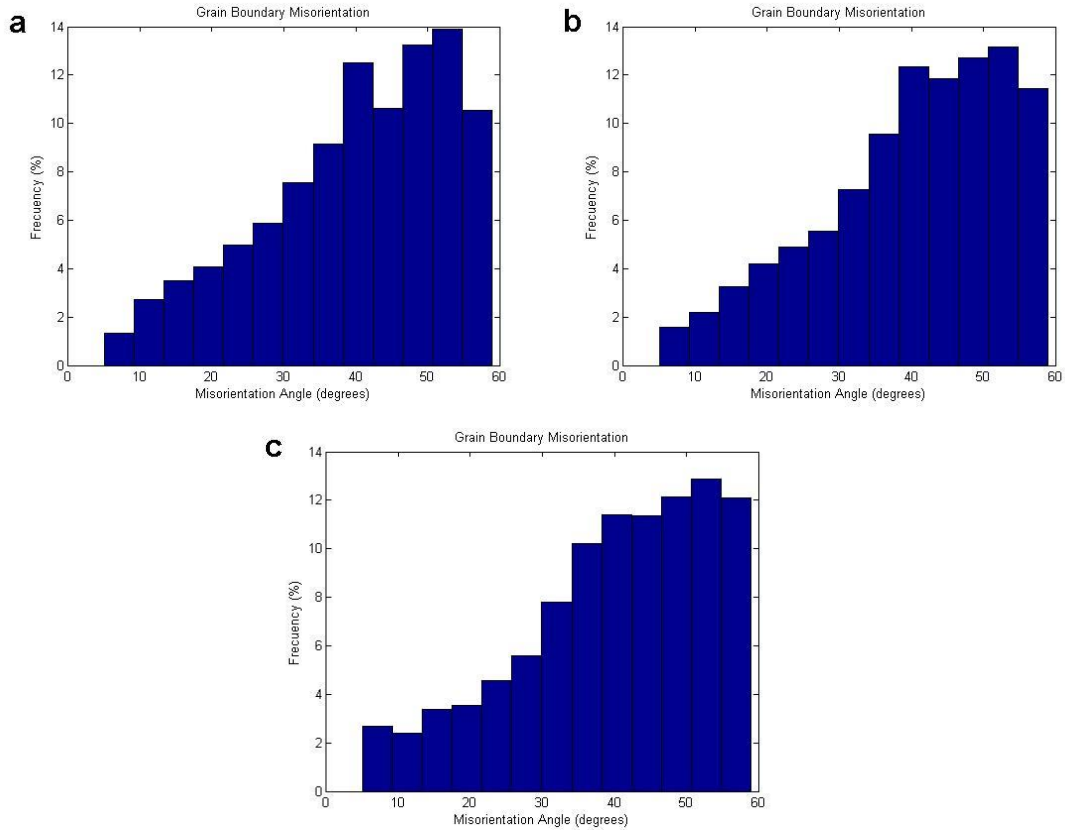


Figura 5.11. Histogramas de la desorientación de límites de grano en Cu C11000 RX. La sección de 60° corresponde a las maclas producidas durante la recristalización (a=Cu C1100015RX, b=Cu C1100030RX, c=Cu C1100045RX)

Los ODF del material recocido antes del proceso de desgaste con $\varphi_2=45^\circ$, $\varphi_2=65^\circ$ y $\varphi_2=90^\circ$ se muestran en la Figura 5.12. Los componentes indicados corresponden a los comúnmente reportados en materiales FCC recristalizados [77]. De manera general, las texturas no presentan grandes variaciones. Sin embargo, se puede apreciar que a mayores tiempos de recocido la intensidad de los componentes varía, este comportamiento, de igual manera que la desorientación de límites de grano ligeramente fuera de la curva ideal, puede asociarse con las diferencias que existen en términos de movilidad de los límites de grano durante el crecimiento de grano.

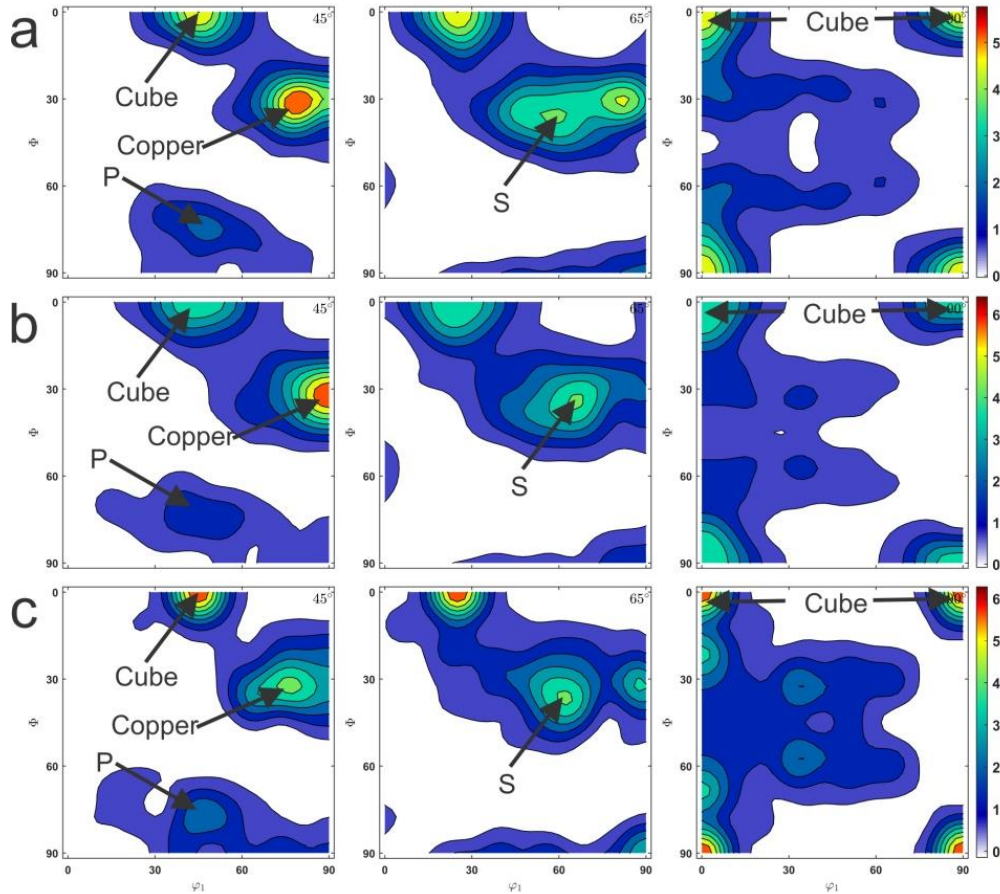


Figura 5.12. ODF de Cu C11000 RX antes del ensayo de tribometría coaxial. (a=Cu C1100015RX, b=Cu C1100030RX, c=Cu C1100045RX)

5.5.2. Microestructura de Cu C11000 después del ensayo de tribometría coaxial

Con la finalidad de facilitar la descripción de la sección transversal analizada, ésta se ha dividido en cinco zonas, cada una de las cuales presenta distintos cambios microestructurales producto del proceso de desgaste. Dichas zonas se muestran de manera esquemática en la Figura 5.13.

La zona más cercana a la superficie se identifica con “A”; debido al severo daño en esta zona, no fue posible obtener datos confiables de EBSD y es por ello que la descripción que se realiza a continuación inicia a partir de “B”, que corresponde a la zona más cercana a la superficie donde se pudieron obtener patrones cuya calidad permitió realizar su adecuado análisis.

Como se mostrará a continuación, la zona “B” presentó un fuerte refinamiento de grano y por debajo de ella se pudo identificar una zona donde el grano había disminuido de tamaño, pero no al nivel de “B”, esta zona se identifica como “C”.

Por debajo de “C” se ha observado una zona donde se pueden distinguir signos de deformación sin llegar a una disminución evidente en el tamaño de grano, esta zona se identifica con “D”.

Finalmente, “E” indica la zona no se distinguen signos del proceso de deformación.

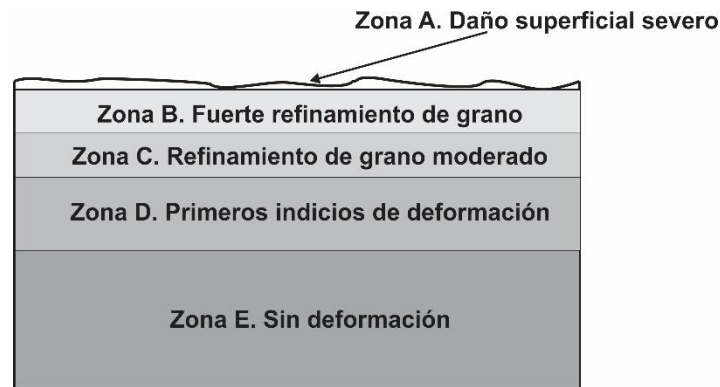


Figura 5.13. Esquema de la división de zonas de la sección transversal

Zona E de Cu C11000 recocido

Con la finalidad de apreciar a mayor detalle la microestructura de Cu C11000 recocido y con base en ello analizar su evolución a lo largo de la sección transversal, en la Figura 5.14 se presentan los IPFM del material después del ensayo tribológico, 200 μm por debajo de la superficie desgastada. Es importante señalar que no se muestran datos de Cu C11000 CR debido a que al realizar su análisis a mayor detalle no se observaron características significativas que pudieran influir en la evolución de la microestructura hacia la superficie.

En los tres casos se puede observar la microestructura común de Cu recristalizado. La presencia de maclas producto de la recristalización es abundante, llegando a representar el 51% del total de límites de grano, además de que no se puede apreciar una subestructura producto de deformación, lo cual es un indicativo de que la microestructura de esta zona no ha sido modificada por el ensayo tribológico.

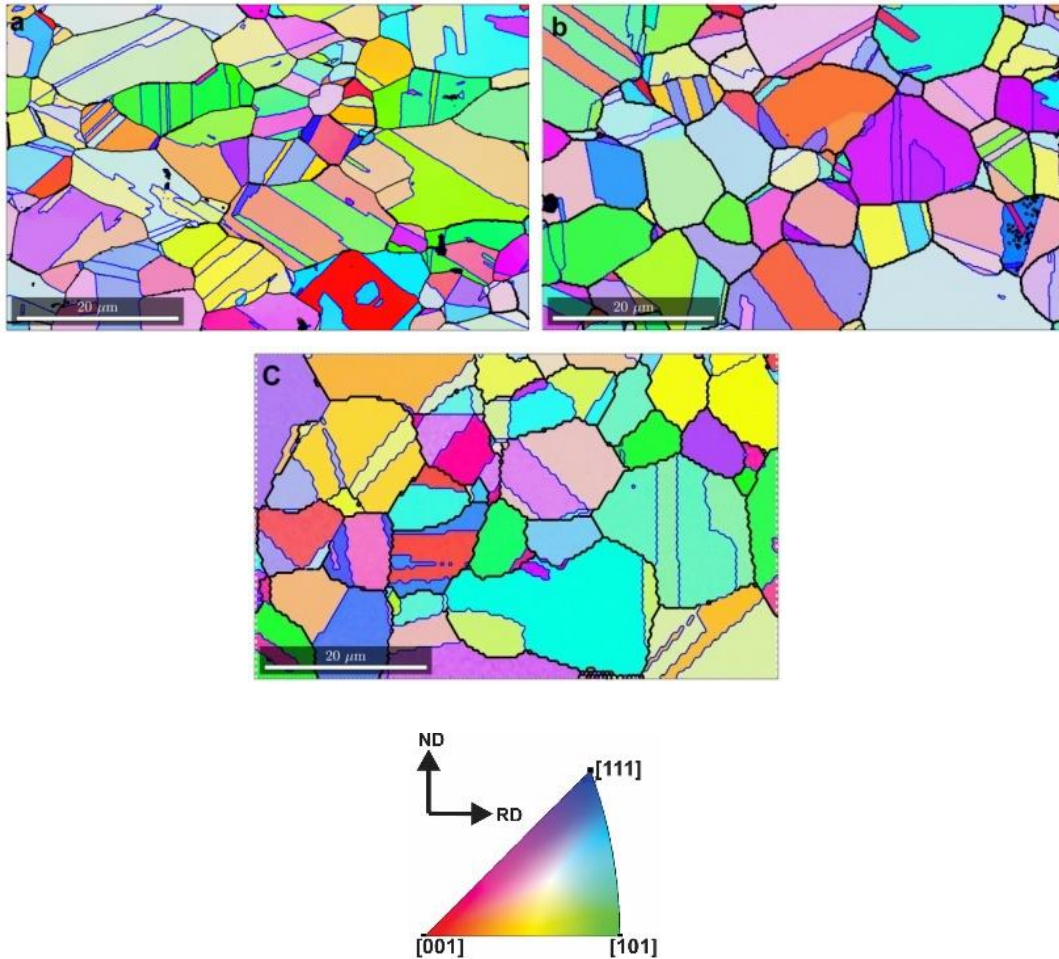


Figura 5.14. IPFM de la zona E en CuC11000 RX. (a=Cu C1100015RX, b=Cu C1100030RX, c=Cu C1100045RX). La dirección de deslizamiento es perpendicular a la figura

Los ODF correspondientes a las zonas previamente mostradas coinciden con los del material sin deformar y que se muestran en la Figura 5.12.

Modificación de la microestructura de Cu C11000 CR

En la Figura 5.15 se muestran los IPFM y los mapas de desorientación de límites de grano de Cu C11000 CR desde la zona D (inferior) hasta la zona B (superior).

En la zona D se puede apreciar que, aunque los granos siguen mostrando un alargamiento en la dirección de laminado, la orientación cristalina ha cambiado con respecto a la del material en la zona no afectada. Este cambio es producto de la deformación plástica y ha dado como resultado que se formen subestructuras al interior de algunos granos, estas

subestructuras se indican con (1). En algunos casos, la desorientación de dichas subestructuras es tal que se consideran nuevos granos, de los cuales algunos se indican con (2). El mapa de desorientaciones permite corroborar que gran cantidad de granos conservan la dirección impuesta por el laminado, los límites de dichos granos se muestran en color azul y corresponden a desorientaciones de entre 10° y 20° .

En la zona C se siguen apreciando granos alargados en la dirección del laminado, los cuales muestran el gradiente de orientación característico de granos deformados. Sin embargo, estos granos tienen un menor tamaño que los análogos en la zona D, ya que su deformación ha dado paso a la formación de nuevos granos, mismos presentan una desorientación mayor y un menor tamaño. Esto último trae como consecuencia que la mayor parte de límites de grano corresponda a los alargados, lo cual se puede apreciar de manera más clara en el histograma correspondiente.

Una característica muy importante, tanto para la zona D como para la zona C, es la presencia de una gran fracción de granos con orientación $\langle 001 \rangle$, los cuales no se encuentran en el material sin ensayar (Figura 5.15). Esto es una fuerte indicación de que el calor generado por la fricción fue suficiente para recrystalizar el cobre en estas zonas. Cabe indicar que el cobre de alta pureza, procesado a grandes deformaciones en laminado o por procesos de SPD tiene la capacidad de recrystalizarse a temperatura ambiente [108, 109].

Finalmente, en la zona B es evidente que los signos del proceso de laminado han dejado de ser visibles, además de que los granos muestran homogeneidad en forma y tamaño, siendo este último menor que en las zonas anteriormente descritas.

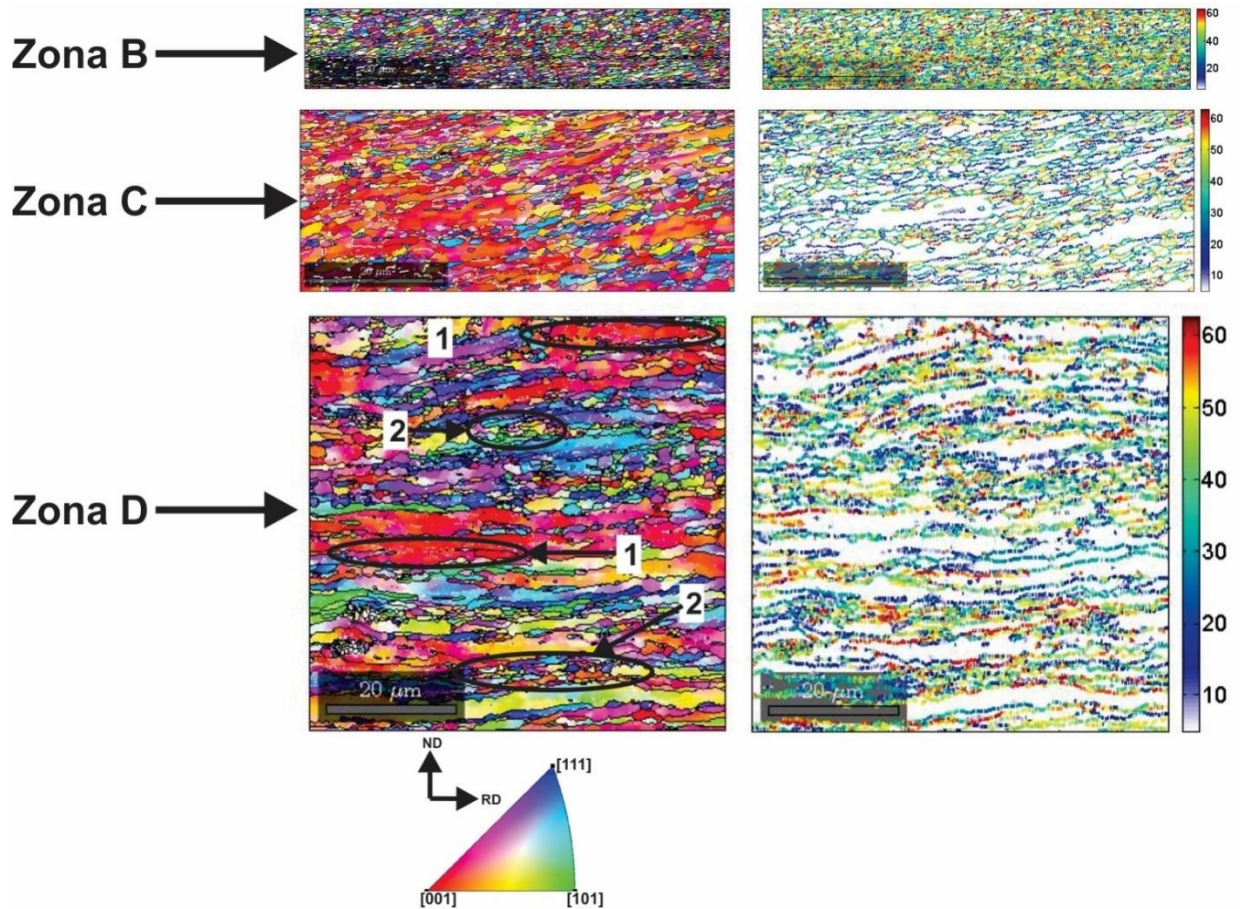


Figura 5.15. IPFM y mapas de desorientación de límites de grano en Cu C11000 CR. La dirección de deslizamiento es perpendicular a la figura (1=Granos alargados en la dirección de laminado y con desorientación interna, 2=Nuevos granos producidos a partir del proceso de deformación. La línea de escala indica 20 μm en todos los casos)

Los histogramas asociados a los mapas de desorientación se muestran en la Figura 5.16. A partir de ellos se puede apreciar la evolución de la orientación de límites de grano a lo largo de la sección transversal.

Es evidente que en las zonas D y C los límites de grano siguen presentando el patrón de laminado, mientras que en el caso de la zona B, se tiene una distribución de límites de grano prácticamente aleatoria, muy cercana a la ideal, lo cual es una característica de los materiales procesados mediante SPD.

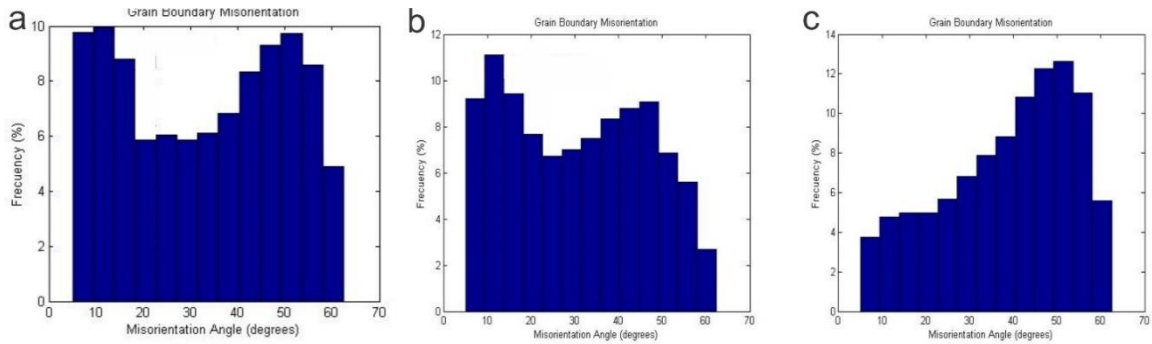


Figura 5.16. Histogramas de desorientación de límites de grano en Cu C11000 CR. a) Zona D, b) Zona C, c) Zona B

El área de tamaño de grano promedio y su respectivo diámetro en Cu C11000CR, considerando granos equiaxiales con orientación aleatoria [110], se muestra en la Figura 5.17. La evidente disminución en el tamaño de grano se explica a partir del proceso de deformación plástica que ha sido más severo en la zona B, lo cual implica una mayor densidad de dislocaciones en esta zona. Se muestran dos valores de la zona C debido a que en la transición hacia la superficie se presentó una reducción gradual del tamaño de grano.

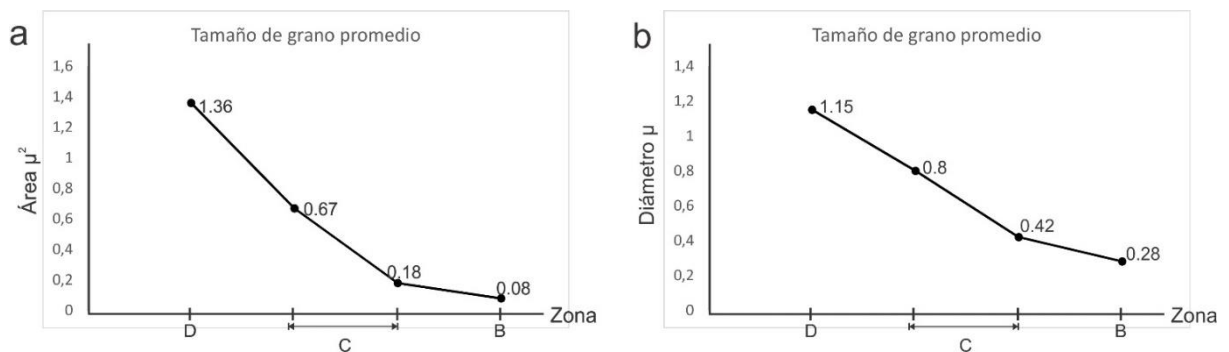


Figura 5.17. Tamaño de grano promedio a lo largo de la sección transversal de CuC11000CR. a) Área promedio, b) Diámetro promedio obtenido a partir del área

Debido a que la modificación microestructural a lo largo de la sección transversal ha sido muy similar en los tres materiales con diferentes tiempos de recocido, se ha optado por mostrar únicamente los resultados del Cu C11000 45RX, ya que es representativo para el material recristalizado.

En la Figura 5.18 se muestran los IPFM y mapas de desorientación de límite de grano del Cu C11000 45RX de las zonas que fueron afectadas durante el ensayo de tribometría coaxial.

En la zona D del material recocido durante 45 minutos puede apreciarse que la totalidad de los granos presentan gradientes de orientación interna, esto indica que dichos granos han sido deformados a partir del proceso de desgaste en la superficie. Otro efecto asociado con la deformación de dichos granos es que la cantidad de maclas es menor que en la zona que no fue afectada por el ensayo tribológico y que las maclas muestran límites curvos, debido a la deformación de los mismos.

En la zona C se puede ver una marcada reducción en el tamaño de grano, además de que las maclas prácticamente han desaparecido. Los granos con desorientación interna siguen presentes aunque con un menor tamaño, lo cual indica que dichos granos se han generado a partir de la formación de subestructuras en los granos originales. Un aspecto interesante en esta zona es que los granos han adoptado una marcada orientación con tendencia perpendicular a la dirección de giro del perno y que en los mapas de desorientación corresponde a ángulos de entre 5° y 20° , la cual es muy similar a la observada en el material sin recocer.

La zona D muestra una evidente disminución de tamaño de grano, además de que la distribución de desorientaciones tiende a ser homogénea, aunque se mantiene la tendencia hacia las desorientaciones mencionadas en el párrafo anterior.

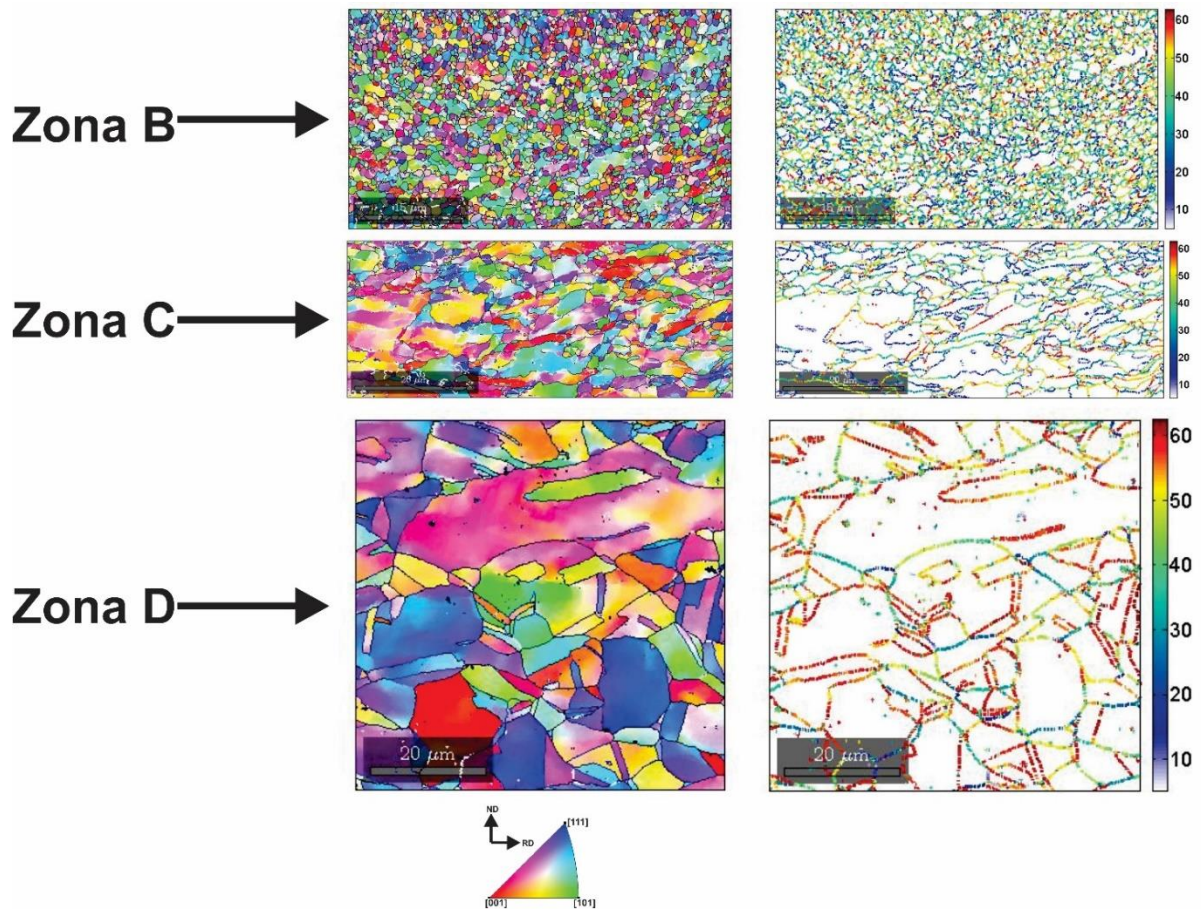


Figura 5.18. IPFM y mapas de desorientación de límites de grano en Cu C11000 45RX. La dirección de deslizamiento es perpendicular a la figura (La línea de escala indica 20 μm en las zonas C y D, mientras que en la zona B indica 15 μm)

En los histogramas de desorientación de límites de grano mostrados en la Figura 5.19 se puede corroborar la disminución gradual de los límites de grano que corresponden a las maclas de recristalización. En (a) se puede apreciar que la frecuencia de las desorientaciones correspondientes a las maclas ha disminuido con respecto al material sin desgaste.

En el histograma correspondiente a la zona C, se hace evidente que las maclas ya no representan la mayor frecuencia, en lugar ello se ha adoptado una preferencia de orientación hacia ángulos de entre 5° y 20° , además de una tendencia hacia una distribución aleatoria donde las desorientaciones de 45° suelen ser las de mayor frecuencia. En la zona B, prácticamente se llega a una distribución correspondiente a la textura aleatoria.

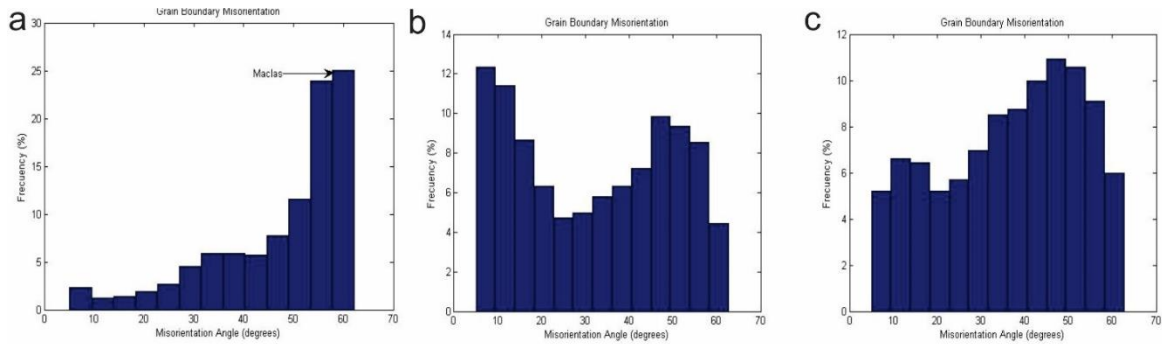


Figura 5.19. Histogramas de desorientación de límites de grano en Cu C11000 45RX. a) Zona D, b) Zona C, c) Zona B

De igual forma que en el material sin recocer, el proceso de desgaste al que ha sido sometido el material recristalizado generó una reducción gradual de tamaño de grano, misma que se muestra en la Figura 5.20.

Se aprecia que el tamaño de grano en la zona B, que es la más cercana a la superficie, entra dentro del rango sub-micrométrico. Debido a la estructura del material original, es posible mostrar en la gráfica el tamaño de grano inicial, haciéndose evidente que a partir de la zona D se ha generado un marcado refinamiento de grano.

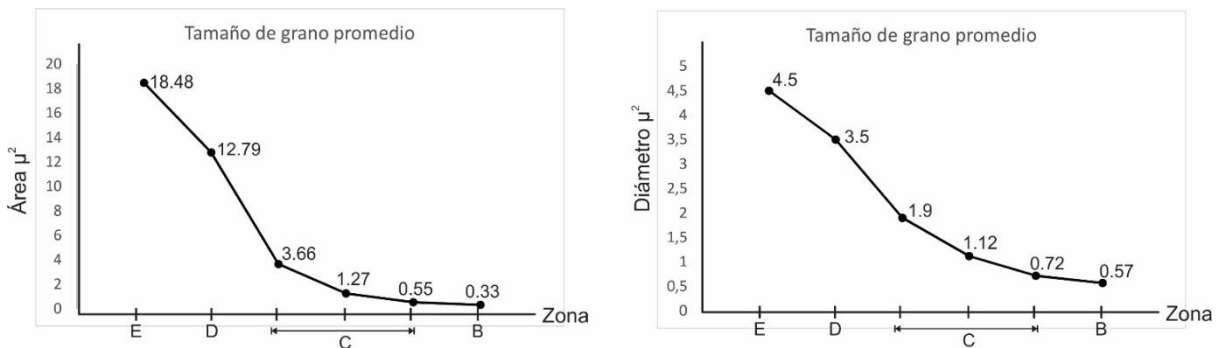


Figura 5.20. Tamaño de grano promedio a lo largo de la sección transversal de CuC11000RX. a) Área promedio, b) Diámetro promedio calculado a partir del área

5.6. Evolución de textura a lo largo de la sección transversal

Debido a que la modificación microestructural a lo largo de la sección transversal en Cu C11000 ha sido gradual, se ha realizado un estudio general de la textura en cada una de las

zonas analizadas. Para lo anterior se ha partido de la hipótesis de que en la superficie ensayada se ha aplicado un estado de deformación cortante, donde el plano de torsión coincide con la superficie desgastada.

Las orientaciones ideales de un modo de deformación cortante puro, con base en las cuales se ha realizado el análisis de la textura cuyas orientaciones ideales, se muestran en la Tabla 5.5.

Tabla 5.5. Orientaciones ideales para un estado de deformación cortante puro en materiales FCC. Se presentan ángulos de Euler en notación de Bunge

Componente	Plano/dirección	ϕ_1	Φ	ϕ_2
A	$\{111\}\langle\bar{1}10\rangle$	0	35.26	45
A'	$\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle$	180	35.26	45
A*	$\{111\}\langle 2\bar{1}\bar{1}\rangle$	35.26/215.74	45	0/90
		125.26	90	45
A*'s	$\{111\}\langle\bar{2}11\rangle$	144.74	45	0/90
		54.74/234.74	90	45
B	$\{112\}\langle 1\bar{1}0\rangle$	0/120/240	54.74	45
B'	$\{112\}\langle\bar{1}10\rangle$	60/180	54.74	45
C	$\{001\}\langle 110\rangle$	90/270	45	0/90
		0/180	90	45

Los resultados del análisis se muestran mediante las secciones de los ODF a $\phi_2=45^\circ$ y $\phi_2=90^\circ$, mismos que fueron calculados sin considerar simetría en las muestras (simetría triclinica).

En la Figura 5.21 se muestran los resultados correspondientes al Cu C11000 CR.

En la zona D es posible observar que a pesar de ser la zona más alejada de la superficie deformada, las orientaciones A', A*, A*'s y B' están presentes. Un punto que vale la pena remarcar es la elevada intensidad de la orientación Cube que usualmente se hace presente durante la recristalización en materiales con elevada energía de error de apilamiento. En el caso de la zona B, se puede apreciar que las orientaciones observadas en la zona D se

mantienen y conservan su intensidad, además de que las orientaciones B y C se hacen presentes.

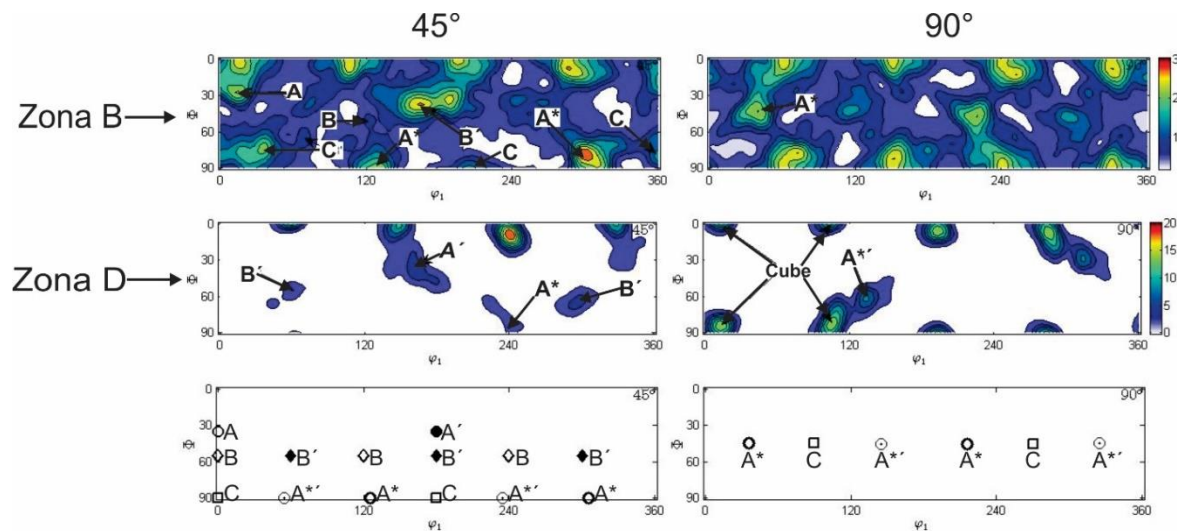


Figura 5.21. Secciones de ODF a 45° y 90° de la textura medida en Cu C11000 CR en la zona D y zona B. La imagen inferior corresponde al key de las orientaciones ideales en cortante simple

En las secciones correspondientes al material recocido que se muestran en la Figura 5.22 se aprecia que de igual forma que en el material sin recocer, las orientaciones características de un estado de deformación cortante simple se hacen presentes a partir de la zona D. De manera general, las intensidades de las orientaciones mencionadas son muy similares a las observadas en el material CR. Sin embargo, se puede apreciar un desplazamiento de alrededor de 5° en φ_2 con respecto a las orientaciones ideales. La presencia con elevada intensidad del componente Cube sugiere que un elevado número de granos mantienen la orientación de recristalización. Sin embargo, el máximo exacto de este componente ya no se encuentra en la posición ideal, indicando una incipiente rotación del sistema cristalino por efecto de la deformación cortante.

En la zona B se puede apreciar que tanto los componentes A* y C se encuentran desplazados de su posición ideal, además de mostrar una elevada intensidad. Una situación diferente sucede con la orientación B, la cual prácticamente ha dejado de estar presente. De igual forma, que como sucedió con Cu C11000CR, el componente cube ha dejado de ser visible.

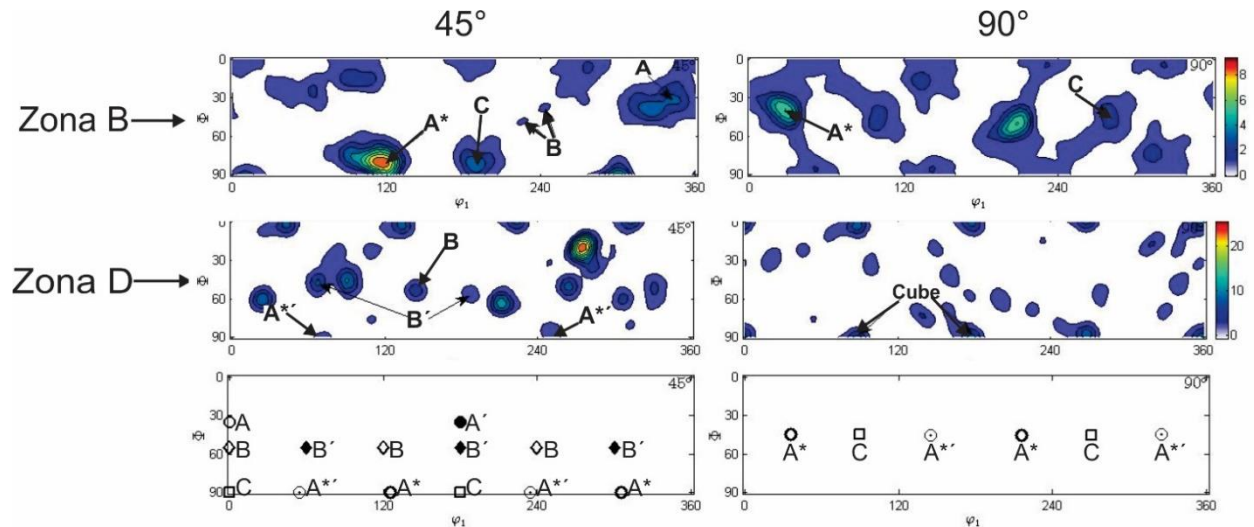


Figura 5.22. Secciones de ODF a 45° y 90° de la textura medida en Cu C11000 45RX en la zona D y zona B. La imagen inferior corresponde al key de las orientaciones ideales en cortante simple

5.7. Discusión Cu C11000

5.7.1. Comportamiento tribológico y mecanismo de desgaste

El comportamiento tribológico del Cu C11000 muestra que después de haberse iniciado la deformación plástica, el torque permanece acotado dentro de un intervalo de valores, mostrando una serie de fluctuaciones cuya periodicidad no está bien definida y que se presenta de manera independiente al tratamiento térmico aplicado.

Las fluctuaciones mencionadas pueden relacionarse con la naturaleza cíclica del ensayo y con el desprendimiento de material en la superficie, ya que ésta, al ser deformada plásticamente, reduce su ductilidad, teniendo como consecuencia que se llegue a un punto en el cual se generan grietas que al crecer provocan microfracturas en la superficie y la consecuente generación de partículas de desgaste, mismas que en algunos casos no se reincorporan, provocando la pérdida de masa observada en Cu C11000.

Esta situación también permite entender que los mayores cambios de masa se registraron en el material que no fue recocido y disminuyeron conforme se aumentó el tiempo de tratamiento térmico. La razón de lo anterior es que en el material recocido la densidad de dislocaciones es menor y éstas tienen mayor movilidad, por lo que adoptan configuraciones de menor energía, lo cual implica que se tienen menos obstáculos para continuar la

deformación plástica, permitiendo que sea posible aplicar mayores deformaciones antes de llegar a la fractura.

Las técnicas de caracterización de superficies han permitido reforzar la hipótesis planteada en los párrafos anteriores, ya que mediante profilometría óptica se han podido identificar zonas con menor altura, en las cuales el material ha sido desplazado, mientras que con SEM se han podido distinguir claros signos de desgaste adhesivo. Esto, aunado a que las mediciones realizadas mediante AFM han permitido distinguir partículas formadas por delaminación y signos del efecto de plowing característico de desgaste adhesivo, es plausible plantear que el mecanismo de desgaste dominante en Cu C11000 es adhesivo.

5.7.2. Relación entre dureza, ductilidad y resistencia al desgaste

La sola medición de torque durante el ensayo de tribometría coaxial, no ha permitido establecer una relación entre ductilidad y resistencia al desgaste. Sin embargo, el análisis realizado mediante las técnicas de caracterización superficial, han permitido comprender el mecanismo de desgaste adhesivo que se presentó en CuC11000.

Dado que los niveles de torque permanecieron sin grandes variaciones a lo largo del ensayo, el nivel de compatibilidad tribológica puede ser estimado a partir de la combinación de los resultados de medición de masa, diámetros de huella y medición de rugosidad.

Con base en lo anterior es que es plausible plantear que el Cu C11000CR es el que presenta menor compatibilidad tribológica, ya que de acuerdo con la medición de diámetros, el área de contacto es menor, además de que el daño fue significativamente mayor, lo cual se refleja en las mediciones de rugosidad y de cambio de masa.

En ese mismo contexto, se pudo apreciar que a mayores tiempos de recocido se tuvieron áreas de contacto mayor y menor daño en la superficie, lo que permite suponer que a mayor ductilidad se tiene una mayor compatibilidad tribológica.

Lo anterior lleva a plantear que aunque tradicionalmente se ha considerado que para el buen desempeño de un tribopar bajo condiciones de contacto deslizante, la superficie que presenta mayor susceptibilidad a deformarse puede mejorar su desempeño si se incrementa la dureza [3, 4], este principio puede resultar no aplicable a las condiciones del ensayo de tribometría coaxial, ya que tanto la carga normal aplicada como la geometría del

experimento, promueven que el perno penetre en la superficie dúctil y por lo tanto desde el inicio del ensayo se tenga deformación plástica y posteriormente una combinación de deslizamiento con deformación, por lo que bajo las condiciones impuestas mediante las elevadas cargas en dirección normal y la continua deformación plástica, la resistencia al desgaste depende principalmente de la cantidad de deformación plástica que puede ser absorbida por la superficie y no de la dureza en la superficie.

5.7.3. Análisis microestructural en Cu C11000

De manera general, las microestructuras del material antes del ensayo de tribometría coaxial han mostrado ser coincidentes con lo esperado, es decir, en cada uno de los casos fue posible apreciar signos del proceso termomecánico al que el material fue sometido, teniéndose en el caso del Cu C11000 CR térmico una estructura con granos alargados en la dirección de laminado, mientras que en los casos de materiales recocidos, se pudieron observar estructuras de material recristalizado. En ambos casos la orientación de los cristales con respecto a la muestra son coincidentes con las reportadas para materiales con estructura cristalina FCC [77].

Un aspecto interesante que merece ser resaltado, es que en Cu C11000 CR, el primer cambio microestructural que fue observado corresponde a una severa modificación en la orientación cristalina con respecto a la muestra, además de que se pueden identificar signos del inicio de la formación de subestructuras, las cuales se distinguen en los IPFM mediante diferentes tonalidades dentro de un grano, las cuales son provocadas por la distorsión en la red cristalina que ha sido generada a partir del incremento en la densidad de dislocaciones, mismas que no llegan a formar las paredes de celdas con la desorientación necesaria para ser considerados granos de ángulo bajo [111, 112]. Por otro lado, la formación de granos de menor tamaño entre los alargados por el laminado en frío, sugiere que a partir de la zona D se ha comenzado un proceso recristalización inducido por la deformación plástica, mismo que deriva en el refinamiento gradual de los granos.

En el caso de Cu C11000 RX, los primeros signos de modificación microestructural producidos por el ensayo tribológico corresponden a desorientaciones locales que no llegan a ser consideradas como límites de sub-granos, ya que se encuentran por debajo de 5° . Sin embargo, el menor tamaño de grano y la disminución en el porcentaje de maclas sugieren que de manera análoga al material sin recocer, en la zona D de Cu C11000 RX se ha iniciado el proceso de refinamiento de grano.

La diferencia entre el tamaño de grano a lo largo de la sección transversal entre Cu C11000 CR y Cu C11000 RX que se muestra en la Figura 5.23, se puede entender con base en que las dislocaciones actúan como fuerza impulsora para la recrystalización. Por ello es que al deformar nuevamente mediante el ensayo de tribometría coaxial, la densidad de dislocaciones se incrementa en mayor medida en el material sin recocer.

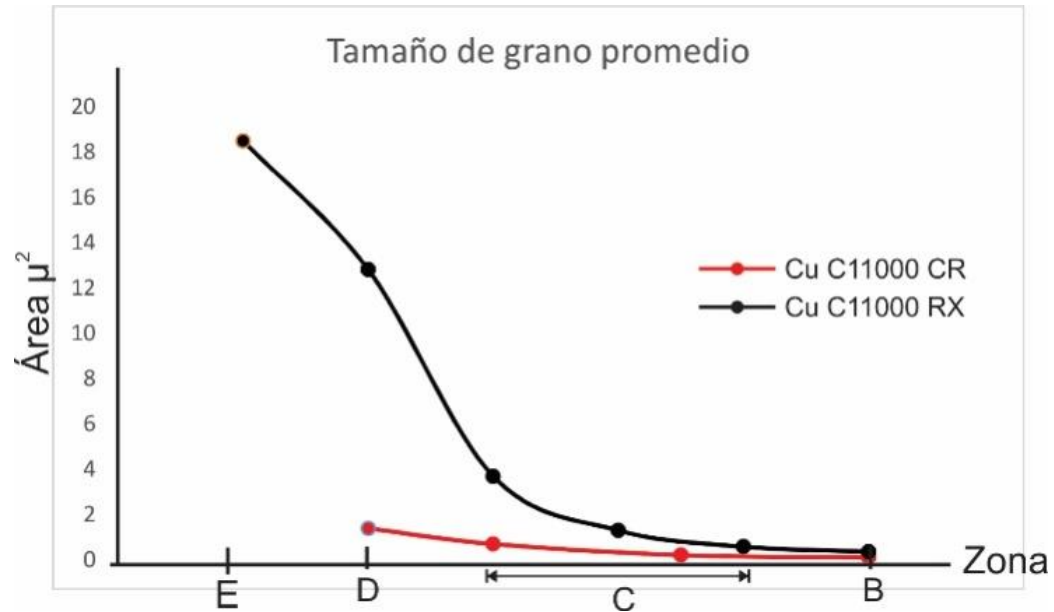


Figura 5.23. Comparación entre el refinamiento de grano en Cu C11000 CR y Cu C11000 RX a lo largo de la sección transversal

El mayor refinamiento de grano en el material sin tratamiento térmico promueve que en la zona más cercana a la superficie, la distribución de desorientación de límites de grano sea prácticamente aleatoria, tal como se ha observado en los procesos de SPD tradicionales. En el material recocido se conserva una ligera tendencia hacia la dirección de flujo del material. Esto se puede apreciar gráficamente en la Figura 5.24, donde (a) corresponde a Cu C11000 CR y (b) a Cu C11000 RX.

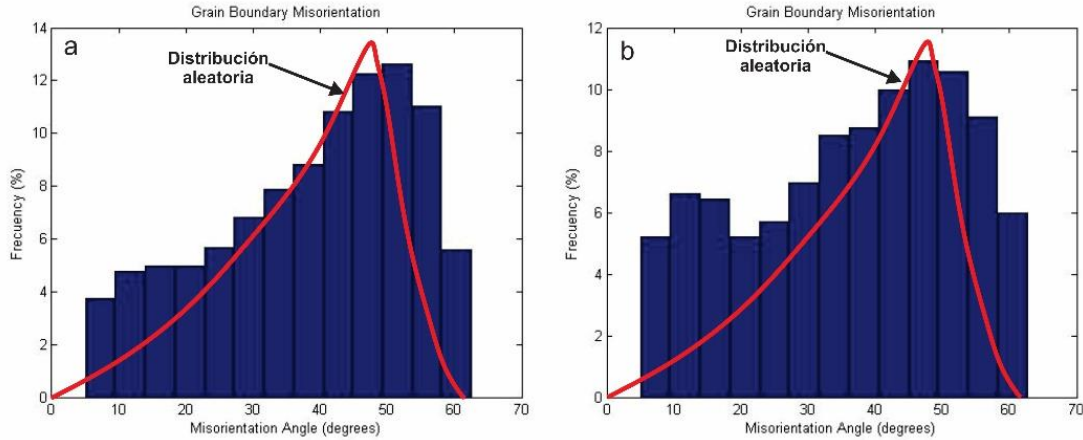


Figura 5.24. Comparación entre la distribución de orientación de límite de grano obtenida a partir del ensayo de tribometría coaxial y la orientación aleatoria ideal. a) Cu C11000CR, b) Cu C11000RX

5.7.4. Análisis de la modificación de textura en Cu C11000

La textura del Cu C11000 antes de ser deformado muestra total coincidencia con las componentes ideales que se presentan en materiales FCC laminados en frío o recristalizados.

La configuración del ensayo de tribometría coaxial permite suponer que el estado de deformaciones es similar al que se presenta durante un proceso de HPT, en el cual se asume que el modo de deformación es un cortante simple. Esta es la razón por la cual se ha decidido analizar las texturas del material deformado en términos de las orientaciones ideales que se presentan en dicho modo de deformación.

El análisis de los ODF, considerando simetría triclinica ha brindado la información necesaria para plantear que el estado de deformación cortante se presenta desde las zonas donde la deformación del material apenas es visible, es decir, en la zona D, donde para el caso del Cu C11000 CR se ha mostrado que las componentes características del cortante puro, mismas que se definen en la Tabla 5.5, se presentan muy cercanas a las posiciones ideales. Esta situación cambia al analizar zonas más cercanas a la superficie, donde se hace evidente que las orientaciones cambian y se encuentran desplazadas de la posición ideal.

La causa de lo mencionado en el párrafo anterior, es que el modo de deformación durante el ensayo de tribometría coaxial no es un cortante simple, ya que como se ha podido observar en las mediciones de SEM y de perfilometría óptica, el material fluye hacia la zona externa de la huella, esto puede apreciarse de manera clara en la Figura 5.25 que corresponde a un

IPFM obtenido de la zona externa de la huella de desgaste. Se puede observar que en zonas alejadas de la superficie, el material se desplaza en la dirección de giro del perno, mientras que en zonas cercanas a la superficie, se presenta un cambio en la dirección de flujo.

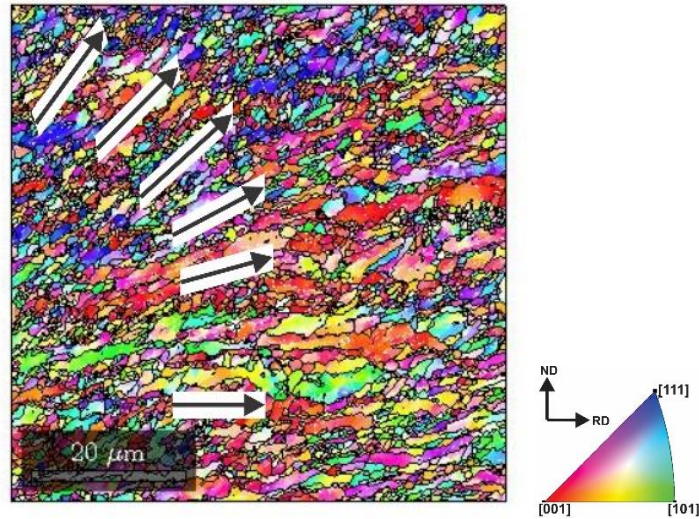


Figura 5.25. IPFM de CuC11000 CR obtenida de la zona externa de la huella de desgaste. Las flechas indican la dirección de flujo de material

Otro aspecto importante es la evolución de la componente Cube a lo largo de la sección transversal, en CuC11000CR mismo que se presenta en términos de su porcentaje de fracción de volumen en la Figura 5.26. Las fracciones de volumen fueron calculadas considerando una distribución Gaussiana con una tolerancia de 10°.

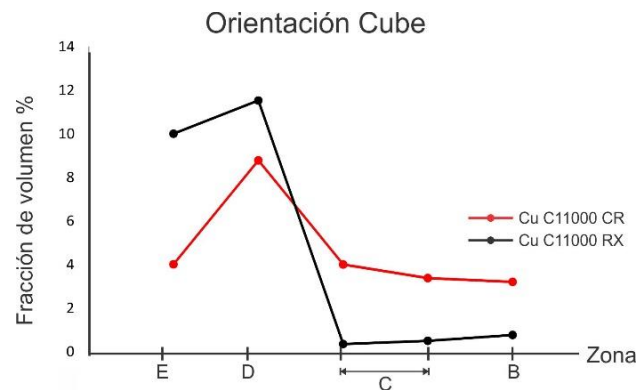


Figura 5.26. Cambio del porcentaje de la fracción de volumen de la componente Cube a lo largo de la sección transversal

El marcado incremento del componente Cube de la zona E a la zona D en Cu C11000 CR hace plausible plantear que se ha presentado un proceso de recristalización inducido por la deformación plástica, este proceso disminuye gradualmente hacia zonas más cercanas a la superficie, debido a que, en estas zonas, la cantidad de material recristalizado abarca la mayor parte del volumen. En el caso del material recocido, el componente Cube se encuentra presente debido a que el material fue recristalizado de manera previa al ensayo.

6. Síntesis y conclusiones

6.1. Tribometría coaxial

Se han realizado ensayos de tribometría coaxial utilizando un dispositivo diseñado y construido ex profeso, mediante el cual se pueden caracterizar los fenómenos más importantes en el desgaste adhesivo de aleaciones dúctiles y se ha logrado generar modificaciones superficiales y microestructurales en materiales dúctiles.

La actual configuración del tribómetro coaxial ha cumplido con el objetivo que se planteó para la presente investigación. Su geometría simple permite establecer de manera cualitativa el nivel de compatibilidad tribológica entre diversos tribopares. Por otro lado, la posibilidad de variar los parámetros de velocidad de rotación del perno, carga normal y tiempo de ensayo, permite que la caracterización del comportamiento del tribopar se realice bajo diferentes condiciones.

Una configuración de ensayo tribológico similar a la utilizada en el presente trabajo fue propuesta por Stolyarov [113], quien consideró que el experimento puede servir para obtener una medida del “componente de deformación plástica” inducida por efectos de fricción, lo cual implicaría que el nivel de adhesión es tan alto que el perno no deslizaría. Sin embargo, en la presente investigación se ha podido observar que el perno desliza en función del material que se somete a estudio, presentándose siempre un componente de deformación plástica y uno de deslizamiento, lo cual indica que lo que se mide a partir de las curvas de torque es el inicio de la deformación plástica más el componente de deslizamiento, teniéndose un dominio evidente de la primera.

Los parámetros del ensayo de tribometría coaxial fueron seleccionados basándose en trabajos previos [89] y de esta manera asegurar que para el tiempo de ensayo utilizado se produzcan tribocapas en la aleación SAE783. La fuerza normal aplicada se estableció de tal manera que se asegurara que el perno generaría una indentación en la superficie; de esta manera, al iniciarse el giro del perno se asegura un incremento en la deformación plástica, mismo que deriva en el crecimiento de la huella. Con base en lo anterior, es de suponerse que el crecimiento de dicha huella se ve limitado por el nivel de adhesión que se tiene entre los elementos que conforman el tribopar.

Como consecuencia de la distribución heterogénea en la presión de contacto durante el ensayo, se ha puesto en evidencia que el tamaño de la huella no necesariamente corresponde con el área de contacto, ya que dicho tamaño se ve afectado por el flujo de material, lo cual implica que la validez de las Leyes de Amontons es cuestionable para las condiciones del ensayo de tribometría coaxial y aunque existen modelos a partir de los cuales se puede calcular el área real de contacto entre las superficies ensayadas [54, 114-116], éstos sólo se pueden aplicar en casos donde la deformación de la superficies sea puramente elástica o la deformación plástica sólo afecta a nivel de las asperezas en contacto, situación que sólo ocurre durante los primeros segundos de la aplicación de la carga normal.

A pesar de lo anterior, la precisión en el sistema de control e instrumentación, en combinación con la posterior caracterización de las superficies deformadas, permiten una adecuada estimación de la compatibilidad tribológica en términos del torque medido y de la modificación superficial y microestructural.

6.2. Relación entre tamaño de huella, rugosidad y torque

Como se ha podido apreciar en los resultados correspondientes, el nivel de compatibilidad tribológica se ve afectado por diversos factores, mismos que son inherentes a los materiales ensayados. Es por ello que para una adecuada caracterización, es necesario conjuntar los resultados de las diversas técnicas utilizadas y analizarlos de manera individual.

En el presente trabajo se han expuesto dos tipos de comportamiento asociados al desgaste adhesivo. Por un lado, en los materiales base aluminio se han presentado claras diferencias provocadas por la composición y por el proceso termomecánico, poniendo en evidencia la marcada diferencia que estos factores inducen en la compatibilidad tribológica, misma que pudo ser evaluada desde los ensayos de tribometría coaxial y que fue confirmada mediante las técnicas de caracterización superficial, pudiéndose observar mayores tamaños de huella y un daño superficial más severo en los materiales que demandaron mayor torque.

Una situación diferente se presentó en el Cu C11000, sometido a diferentes tratamientos térmicos, ya que para estimar su compatibilidad tribológica con respecto al mismo material del perno, fue necesario analizar las técnicas de caracterización superficial, ya que la pérdida de masa propició un comportamiento diferente al de los materiales base aluminio, teniéndose prácticamente el mismo torque para todas las condiciones del material y generándose huellas de menor tamaño en las superficies más dañadas.

Por lo anterior es plausible plantear que los materiales utilizados mostraron un daño superficial que pudo ser cuantificado a partir de mediciones de masa, mediciones de diámetros de huellas de desgaste y niveles de rugosidad; llegándose a la conclusión de que el mecanismo de desgaste dominante en el ensayo de tribometría coaxial para cada uno de los tribopares analizados es el adhesivo.

Se ha observado que el incremento de ductilidad inducido a partir del tratamiento térmico juega un papel fundamental en el comportamiento tribológico del material, haciendo que el daño en la superficie sea considerablemente menor en el material recocido. Esto se debe a que dicho incremento en la ductilidad permite que el material continúe deformándose en las zonas más alejadas de la superficie, mientras que en las zonas más cercanas a ésta, el incremento en la dureza propicia una disminución en la tasa de desgaste.

6.3. Evolución de microestructura y textura

La deformación plástica inducida a partir del ensayo de tribometría coaxial ha generado una modificación gradual en la microestructural de textura de los materiales analizados, estas modificaciones han sido analizadas gracias a las observaciones realizadas mediante SEM convencional o mediciones de EBSD.

Por un lado, en la aleación SAE783, se han podido identificar tres zonas a lo largo de la sección transversal, entre las cuales destaca la tribocapa formada a partir del refinamiento de grano y mezcla mecánica. Dicha tribocapa no ha podido ser caracterizada adecuadamente mediante EBSD ya que la deformación en la superficie es sumamente elevada, además de que el refinamiento de grano es tal que, para lograr su adecuada caracterización, se requiere de técnicas que permitan mayor resolución espacial, tal como lo es la microscopía electrónica de transmisión (TEM). A pesar de lo anterior, las mediciones de EBSP en SAE783, han permitido visualizar el severo refinamiento de grano en zonas cercanas a la tribocapa, además de un flujo de material inducido por el proceso de deformación.

Por otro lado, las observaciones de AFM en modo contacto permiten plantear que el refinamiento de grano llega hasta la superficie, involucrando la tribocapa. Por ello es que considerando la gran similitud entre los patrones obtenidos mediante AFM en modo contacto dentro de la huella de desgaste y los mapas de las figuras de polo inversa obtenidas mediante EBSD, se puede concluir que las mediciones con AFM en modo contacto muestra la

estructura de sub-granos en la superficie modificada, mientras que las imágenes obtenidas en modo tapping muestran la topografía de dicha superficie.

En CuC11000 se observó una evolución de textura en la que se han podido distinguir componentes de cortante simple a partir de zonas alejadas de la superficie, donde en el caso del material sin recocer, también fue posible identificar un proceso de recristalización, a partir del cual se promovió el refinamiento gradual de los granos a lo largo de la sección transversal. El proceso de recristalización mencionado se puede distinguir a partir de la orientación de los granos en los IPFM y de manera más evidente en los ODF de zona C en Cu C11000 CR, donde el componente cube tiene una fuerte presencia.

Es importante mencionar que dicha recristalización también fue observada en la aleación SAE783, por lo que es plausible plantear que el ensayo de tribometría coaxial induce un proceso de recristalización a partir del cual se genera un refinamiento de grano gradual.

6.4. Tribometría coaxial como método de deformación plástica severa (SPD)

Las microestructuras y texturas analizadas, permiten establecer que mediante el ensayo de tribometría coaxial se ha generado un proceso en que la microestructura muestra un refinamiento de grano gradual que se hace más intenso en las zonas cercanas a la superficie desgastada, mientras que el análisis de textura permite proponer que el modo de deformación involucra un cortante simple y por lo tanto se cumplen las características distintivas de un proceso SPD, ya que el ensayo se realiza a elevadas presiones en la zona central de contacto, además de que se tiene la presencia de deformación a corte y un fuerte refinamiento de grano.

En los métodos tradicionales de SPD, la disminución de tamaño de grano se presenta de manera homogénea a lo largo de todo el volumen del material, situación que difiere con el ensayo de tribometría coaxial, en el cual se conserva parte de la estructura original y de manera gradual se disminuye el tamaño de grano hasta que en zonas cercanas a la superficie, la estructura es ultra-fina. Esta combinación proporciona al material propiedades óptimas para aplicaciones tribológicas, ya que es posible combinar la ductilidad del material original con la dureza de una estructura ultra-fina en la superficie, la cual al ser obtenida mediante un proceso de deformación, no modifica la composición del material [86, 117].

7. Referencias

1. Bhushan, B., *Nanotribology and nanomechanics*. *Wear*, 2005. **259**(7–12): p. 1507-1531.
2. Neale, M.J. and D.F. Wilcock, *Tribology handbook*, 1975, American Society of Mechanical Engineers.
3. Williams, J.A., *Engineering tribology*, 2005, New York: Cambridge University Press. xix, 488 p.
4. Rabinowicz, E., *Friction and wear of materials*. 2nd ed, 1995, New York: Wiley. xv, 315 p.
5. Kato, K., *Wear mechanisms*. *New Directions in Tribology*, 1997: p. 39-56.
6. Bhushan, B., *Modern tribology handbook*. The mechanics and materials science series 2001, Boca Raton, Fla.: CRC Press.
7. Bhushan, B., *Principles and applications of tribology*, 1999, New York: John Wiley. xix, 1020 p.
8. Wen, S. and P. Huang, *Principles of tribology*, 2012, Hoboken, N.J.: John Wiley & Sons Inc. xi, 455 p.
9. Rabinowicz, E., *The Determination of the Compatibility of Metals through Static Friction Tests*. *A S L E Transactions*, 1971. **14**(3): p. 198-205.
10. Ashby, M.F. and D.R.H. Jones, *Engineering materials 1 : an introduction to properties, applications, and design*. 4th ed, 2012, Amsterdam ; Boston: Butterworth-Heinemann. xviii, 472 p.
11. Pollock, H.M., *Nanoindentation*, in *ASTM Metals Handbook Volume 18*, A.H. Committee, Editor 2004.
12. de Boer, M.P. and P.C.T. de Boer, *Thermodynamics of capillary adhesion between rough surfaces*. *Journal of Colloid and Interface Science*, 2007. **311**(1): p. 171-185.
13. Maugis, D., *Adhesion of solids: Mechanical aspects*, in *Modern tribology handbook* B. Bhushan, Editor 2001, CRC Press: Boca Raton, FL. p. 163 - 203.
14. Krim, J., *Surface science and the atomic-scale origins of friction: what once was old is new again*. *Surface Science*, 2002. **500**(1–3): p. 741-758.

15. Szeri, A.Z., *Fluid film lubrication*. 2nd ed 2011, Cambridge ; New York: Cambridge University Press. xv, 547 p.
16. Priest, M. and C.M. Taylor, *Automobile engine tribology-approaching the surface*. Wear, 2000. **241**(2): p. 193-203.
17. S.M. Hsu, R.S.G., *Boundary lubrication and boundary lubricating films*, in *Modern tribology handbook*, B. Bhushan, Editor 2001, CRC Press: Boca Raton, FL. p. 455 - 492.
18. Rigney, D.A., *Transfer, mixing and associated chemical and mechanical processes during the sliding of ductile materials*. Wear, 2000. **245**(1-2): p. 1-9.
19. Sharkeev, Y.P., et al., *Experimental investigation of friction and wear of Mo ion implanted ferritic/pearlitic steel*. Surface & Coatings Technology, 2002. **158**: p. 674-679.
20. Panin, V., et al., *Subsurface layer formation during sliding friction*. Wear, 2001. **249**(10-11): p. 860-867.
21. Kapoor, A. and F.J. Franklin, *Tribological layers and the wear of ductile materials*. Wear, 2000. **245**(1-2): p. 204-215.
22. Kapoor, A., et al., *Surface roughness and plastic flow in rail wheel contact*. Wear, 2002. **253**(1-2): p. 257-264.
23. Schouwenaars, R., V.H. Jacobo, and A. Ortiz, *Microstructural aspects of wear in soft tribological alloys*. Wear, 2007. **263**: p. 727-735.
24. Shakhvorostov, D., K. Pöhlmann, and M. Scherge, *Structure and mechanical properties of tribologically induced nanolayers*. Wear, 2006. **260**(4-5): p. 433-437.
25. Schouwenaars, R., et al., *Tribolayer Formation as a Functionally Self-Grading Process in Soft Anti-Friction Alloys*. Materials Science Forum, 2005. **492-493**: p. 531-537.
26. Rigney, D.A., et al., *Low energy dislocation structures caused by sliding and by particle impact*. Materials Science and Engineering, 1986. **81**(0): p. 409-425.
27. Rigney, D.A., et al., *Wear processes in sliding systems*. Wear, 1984. **100**(1-3): p. 195-219.
28. Kapoor, A., *Wear by plastic ratchetting*. Wear, 1997. **212**(1): p. 119-130.

29. Kapoor, A. and K.L. Johnson, *Plastic Ratchetting as a Mechanism of Metallic Wear*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A: Mathematical and Physical Sciences, 1994. **445**(1924): p. 367-384.
30. Valiev, R.Z., R.K. Islamgaliev, and I.V. Alexandrov, *Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation*. Progress in Materials Science, 2000. **45**(2): p. 103-189.
31. Valiev, R.Z. and I.V. Alexandrov, *Nanostructured materials from severe plastic deformation*. Nanostructured Materials, 1999. **12**(1-4): p. 35-40.
32. Valiev, R.Z., A.V. Korznikov, and R.R. Mulyukov, *Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation*. Materials Science and Engineering: A, 1993. **168**(2): p. 141-148.
33. Moshkovich, A., et al., *Structural evolution in copper layers during sliding under different lubricant conditions*. Acta Materialia, 2010. **58**(14): p. 4685-4692.
34. Meshi, L., et al., *Dislocation structure and hardness of surface layers under friction of copper in different lubricant conditions*. Acta Materialia, 2011. **59**(1): p. 342-348.
35. Tarasov, S.Y. and V.E. Rubtsov, *Shear instability in the subsurface layer of a material in friction*. Physics of the Solid State, 2011. **53**(2): p. 358-362.
36. Tarasov, S., V. Rubtsov, and A. Kolubaev, *Corrigendum to "Subsurface shear instability and nanostructuring of metals in sliding" Wear 268 (2010) 59-66*. Wear, 2010. **268**(5-6): p. 853.
37. Tarasov, S., V. Rubtsov, and A. Kolubaev, *Subsurface shear instability and nanostructuring of metals in sliding*. Wear, 2010. **268**(1-2): p. 59-66.
38. Li, X.Y. and K.N. Tandon, *Mechanical mixing induced by sliding wear of an Al-Si alloy against M2 steel*. Wear, 1999. **225-229**, Part 1(0): p. 640-648.
39. Antoniou, R.A., L.J. Brown, and J.D. Cashion, *The unlubricated sliding of Al-Si alloys against steel: Mössbauer spectroscopy and X-ray diffraction of wear debris*. Acta Metallurgica et Materialia, 1994. **42**(10): p. 3545-3553.
40. Liu, X., et al., *Promoting the high load-carrying capability of Al-20wt%Sn bearing alloys through creating nanocomposite structure by mechanical alloying*. Wear, 2012. **294-295**(0): p. 387-394.

41. Zhu, M., et al., *Microstructure and wear properties of Al–Pb–Cu alloys prepared by mechanical alloying*. *Wear*, 2002. **253**(7–8): p. 832-838.
42. Heilmann, P., et al., *Sliding wear and transfer*. *Wear*, 1983. **91**(2): p. 171-190.
43. Rainforth, W.M., *Microstructural evolution at the worn surface: a comparison of metals and ceramics*. *Wear*, 2000. **245**(1–2): p. 162-177.
44. Zeng, P., et al., *Transmission electron microscopy analysis of worn alumina hip replacement prostheses*. *Acta Materialia*, 2012. **60**(5): p. 2061-2072.
45. Zein Eddine, W., P. Matteazzi, and J.-P. Celis, *Mechanical and tribological behavior of nanostructured copper–alumina cermets obtained by Pulsed Electric Current Sintering*. *Wear*, 2013. **297**(1–2): p. 762-773.
46. Johnson, K.L., *Mechanics of adhesion*. *Tribology International*, 1998. **31**(8): p. 413-418.
47. Johnson, K.L., K. Kendall, and A.D. Roberts, *Surface Energy and the Contact of Elastic Solids*. *Proceedings of the Royal Society of London. A. Mathematical and Physical Sciences*, 1971. **324**(1558): p. 301-313.
48. Tabor, D., *Friction and Lubrication - Royal Society Discussion*. *Nature*, 1952. **169**(4297): p. 393-394.
49. Kendall, K., *The adhesion and surface energy of elastic solids*. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 1971. **4**(8): p. 1186.
50. Schrader, M.E., *Young-Dupre Revisited*. *Langmuir*, 1995. **11**(9): p. 3585-3589.
51. Griffith, A.A., *The Phenomena of Rupture and Flow in Solids*. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character*, 1921. **221**(582-593): p. 163-198.
52. Bhushan, B., *Modern tribology handbook*. *Mechanics and materials science series 2001*, Boca Raton, FL: CRC Press.
53. ASME-B46.1, *Surface Roughness, Waviness and Lay*, in *Surface Texture* 1985: New York.
54. Greenwood, J.A. and J.B.P. Williamson, *Contact of Nominally Flat Surfaces*. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 1966. **295**(1442): p. 300-319.

55. Archard, J.F., *Elastic Deformation and the Laws of Friction*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences, 1957. **243**(1233): p. 190-205.
56. Bowden, F.P. and D. Tabor, *The Area of Contact between Stationary and between Moving Surfaces*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences, 1939. **169**(938): p. 391-413.
57. Thomas, T.R., *Rough surfaces*. 2nd ed, 1999, London: Imperial College Press. xvi, 278 p.
58. Bhushan, B., *Surface Roughness Analysis and Measurement Techniques*, in *Modern tribology handbook*, B. Bhushan, Editor 2001, CRC Press: Boca Raton, FL.
59. Whitehouse, D.J. and M.J. Phillips, *Discrete Properties of Random Surfaces*. Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences, 1978. **290**(1369): p. 267-298.
60. Majumdar, A. and B. Bhushan, *Fractal Model of Elastic-Plastic Contact Between Rough Surfaces*. Journal of Tribology, 1991. **113**(1): p. 1-11.
61. Mandelbrot, B.B., *Self-Affine Fractals and Fractal Dimension*. Physica Scripta, 1985. **32**(4): p. 257-260.
62. ISO3274, *Instruments for the Measurement of Surface Roughness by Profile Methods*, in *Geometrical Product Specifications* 1975.
63. Abbott, E.J. and F.A. Firestone, *Specifying surface quality—a method based on accurate measurement and comparison*. ASME Journal of Mechanical Engineering, 1933. **55**: p. 569-572.
64. Finkin, E.F., *The Bearing Area of Surfaces*. Journal of Lubrication Technology, 1968. **90**(1): p. 329-330.
65. McGillem, C.D. and G.R. Cooper, *Continuous and Discrete Signal and System Analysis*. Holt, Rinehart and Winston, 1990, Inc.
66. Bendat, J.S. and A.G. Piersol, *Engineering applications of correlation and spectral analysis*. New York, Wiley-Interscience, 1980. 315 p., 1980. **1**.
67. Johnson, K.L., *Contact mechanics*, , 1985, Cambridge Cambridgeshire ; New York: Cambridge University Press. xi, 452 p.

68. Persson, B.N.J., *Contact mechanics for randomly rough surfaces*. Surface Science Reports, 2006. **61**(4): p. 201-227.
69. Chakrabarty, J., *Theory of plasticity*, 2012: Butterworth-Heinemann.
70. Chakrabarty, J., *Applied plasticity*. Vol. 88. 2000: Springer.
71. Han, W. and D. Reddy, *Plasticity: mathematical theory and numerical analysis*. Vol. 9. 2012: Springer Science & Business Media.
72. Borja, R.I., *Plasticity: modeling & computation*, 2013: Springer Science & Business Media.
73. Hill, R., *The mathematical theory of plasticity*. Vol. 11. 1998: Oxford university press.
74. Taylor, G.I., *The mechanism of plastic deformation of crystals. Part I. Theoretical*. Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character, 1934. **145**(855): p. 362-387.
75. Peierls, R., *The size of a dislocation*. Proceedings of the Physical Society, 1940. **52**(1): p. 34.
76. Nabarro, F., *Dislocations in a simple cubic lattice*. Proceedings of the Physical Society, 1947. **59**(2): p. 256.
77. Rollett, A., et al., *Recrystallization and related annealing phenomena*, 2004: Elsevier.
78. Lejček, P., *Grain Boundaries: Description, Structure and Thermodynamics*, in *Grain Boundary Segregation in Metals*, 2010, Springer. p. 5-24.
79. Bunge, H.-J., *Texture analysis in materials science: mathematical methods*, 2013: Elsevier.
80. Schwartz, A.J., et al., *Electron backscatter diffraction in materials science*. Vol. 2. 2009: Springer.
81. Randle, V. and O. Engler, *Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture and orientation mapping*, 2000: CRC press.
82. Erbel, S., *Mechanical properties and structure of extremely strainhardened copper*. Metals Technology, 1979. **6**(1): p. 482-486.

83. Valiev, R.Z., *1 - Producing bulk nanostructured metals and alloys by severe plastic deformation (SPD)*, in *Nanostructured Metals and Alloys*, S.H. Whang, Editor 2011, Woodhead Publishing. p. 3-39.
84. Deng, S.Q., et al., *Microstructural evolution of pure copper subjected to friction sliding deformation at room temperature*. *Materials Science and Engineering: A*, 2015. **639**(0): p. 448-455.
85. Fang, T.H., et al., *Revealing Extraordinary Intrinsic Tensile Plasticity in Gradient Nano-Grained Copper*. *Science*, 2011. **331**(6024): p. 1587-1590.
86. Lu, K. and J. Lu, *Nanostructured surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition treatment*. *Materials Science and Engineering: A*, 2004. **375–377**(0): p. 38-45.
87. Toth, L.S. and C. Gu, *Ultrafine-grain metals by severe plastic deformation*. *Materials Characterization*, 2014. **92**(0): p. 1-14.
88. Valiev, R., et al., *Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation*. *Journal of Materials Research*, 2002. **17**(01): p. 5-8.
89. Figueroa Alcántara, C.G., *Caracterización de la compatibilidad tribológica en aleaciones dúctiles mediante un ensayo de tribometría coaxial* in *Instituto de Investigaciones en Materiales*, 2011, Tesis de maestría, Universidad Nacional Autónoma de México: México D.F. p. 111.
90. Andresen Eguiluz, R.C., *Análisis de la tribocapa de la aleación SAE 783 ensayada en un tribómetro coaxial*, in *Instituto de Investigaciones en Materiales*, 2010, Tesis de maestría, Universidad Nacional Autónoma de México: México D.F. p. 89.
91. Iniesta Garcia, O.E., *Diseño y construcción de un tribómetro coaxial*, in *Facultad de Ingeniería*, 2007, Tesis de licenciatura, Universidad Nacional Autónoma de México: México D.F. p. 109.
92. Lara Paredes, J.G., *Rediseño de un tribómetro coaxial*, in *Facultad de Ingeniería*, 2013, Tesis de licenciatura, Universidad Nacional Autónoma de México: México D.F. p. 96.
93. Figueroa, C.G., et al., *Critical analysis of a coaxial configuration for the characterization of adhesive wear and its application to Al and Al–Sn alloys*. *Tribology Letters*, 2015. **59**(1): p. 1-10.

94. Figueroa, C.G., et al., *Microstructures of tribologically modified surface layers in two-phase alloys*. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2014. **63**(1): p. 012018.
95. Bravo, A.E., et al., *Towards new formulations for journal bearing alloys*. Wear, 2013. **302**(1–2): p. 1528-1535.
96. Bhushan, B., *Springer handbook of nanotechnology*. 3rd rev. and extended ed2010, Berlin ; New York: Springer. xlviii, 1961 p.
97. Binnig, G., C. Quate, and C. Gerber, *Atomic force microscope*. Phys Rev Lett, 1986. **56**: p. 930 - 933.
98. Hirst, W., *WEAR*. Metallurgical Reviews, 1965. **10**(1): p. 145-172.
99. Chen, Y.-j., J. Hjelen, and H.J. Roven, *Application of EBSD technique to ultrafine grained and nanostructured materials processed by severe plastic deformation: Sample preparation, parameters optimization and analysis*. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2012. **22**(8): p. 1801-1809.
100. Hurley, P.J. and F.J. Humphreys, *The application of EBSD to the study of substructural development in a cold rolled single-phase aluminium alloy*. Acta Materialia, 2003. **51**(4): p. 1087-1102.
101. Pratt, G.C., *Materials for Plain Bearings*. International Metallurgical Reviews, 1973. **18**(2): p. 62-88.
102. Kingsbury, G.R., *Special Report - Wear of Metals - the Following Papers Were Presented at Asm Materials Week, October-1993, Pittsburgh, Pa - Introduction*. Journal of Materials Engineering and Performance, 1994. **3**(4): p. 458-458.
103. Kingsbury, G.R., *Friction and Wear of Sliding Bearing Materials*, in *ASM Handbook* P.J. Blau, Editor 1992, ASM International. p. 741-757.
104. Taylor, C.M., *Engine tribology*. Tribology series, 1993, Amsterdam ; New York: Elsevier. viii, 301 p.
105. Israelachvili, J.N., *Intermolecular and surface forces*. 3rd ed2011, Burlington, MA: Academic Press. xxx, 674 p.
106. Rigney, D.A., et al., *Examples of structural evolution during sliding and shear of ductile materials*. Scripta Materialia, 2003. **49**(10): p. 977-983.

107. Ma, E., *Alloys created between immiscible elements*. Progress in Materials Science, 2005. **50**(4): p. 413-509.
108. Konkova, T., et al., *On the room-temperature annealing of cryogenically rolled copper*. Materials Science and Engineering: A, 2011. **528**(24): p. 7432-7443.
109. Wang, G., et al., *Microstructure, texture, grain boundaries in recrystallization regions in pure Cu ECAE samples*. Materials Science and Engineering: A, 2003. **346**(1-2): p. 83-90.
110. E-112, A., *Standard test methods for determining average grain size*, 2010, ASTM International USA.
111. Field, D.P., *Quantification of partially recrystallized polycrystals using electron backscatter diffraction*. Materials Science and Engineering: A, 1995. **190**(1-2): p. 241-246.
112. Wright, S.I., M.M. Nowell, and D.P. Field, *A review of strain analysis using electron backscatter diffraction*. Microscopy and microanalysis, 2011. **17**(03): p. 316-329.
113. Stolyarov, V.V., et al., *Reduction of friction coefficient of ultrafine-grained CP titanium*. Materials Science and Engineering: A, 2004. **371**(1-2): p. 313-317.
114. Greenwood, J.A. and J.J. Wu, *Surface roughness and contact: An apology*. Meccanica, 2001. **36**(6): p. 617-630.
115. Ciavarella, M., J.A. Greenwood, and M. Paggi, *Inclusion of "interaction" in the Greenwood and Williamson contact theory*. Wear, 2008. **265**(5-6): p. 729-734.
116. Ciavarella, M., V. Delfino, and G. Demelio, *A "re-vitalized" Greenwood and Williamson model of elastic contact between fractal surfaces*. Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 2006. **54**(12): p. 2569-2591.
117. Zhang, Y.S., et al., *Friction and wear behaviors of nanocrystalline surface layer of pure copper*. Wear, 2006. **260**(9-10): p. 942-948.

Anexo. Lista de trabajos publicados durante el doctorado

Figuroa, C. G., Schouwenaars, R., Jacobo, V., Ortiz, A., Petrov, R., & Kestens, L. (2016). Tribological and Microstructural Characterization of Ultrafine Layers Induced by Wear in Ductile Alloys. *Tribology Online*, 11(2), 389-395.

Figuroa, C. G., Jacobo, V. H., Ortiz, A., & Schouwenaars, R. (2015). Critical analysis of a coaxial configuration for the characterization of adhesive wear and its application to Al and Al–Sn alloys. *Tribology Letters*, 59(1), 1-10.

Figuroa, C. G., Ortega, I., Jacobo, V. H., Ortiz, A., Bravo, A. E., & Schouwenaars, R. (2014). Microstructures of tribologically modified surface layers in two-phase alloys. In *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* (Vol. 63, No. 1, p. 012018). IOP Publishing.

Schouwenaars, R., **Figuroa, C. G.**, Jacobo, V. H., & Ortiz, A. (2016). Statistical and geometrical characteristics of randomly rough surfaces used for contact simulations. In 7th European Congress on Computational Methods in Applied Sciences and Engineering, Crete, Greece.

Ramírez, M. A., **Figuroa, C. G.**, Jacobo, V. H., Ortiz, A., & Schouwenaars, R. (2012). Mesh optimization for the reverse modelling of the Vickers test and its application to a tribologically modified surface layer. In *3rd International Conference on Engineering Optimization, Rio de Janeiro, Brazil*.