



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

**ESTUDIO MICROESTRUCTURAL Y MECÁNICO DE
UNA ALEACIÓN DE ALUMINIO 6061-T6 SOMETIDA A
UN PROCESO DE EXTRUSIÓN ANGULAR EN CANAL
DE SECCIÓN CONSTANTE (ECAP)**

T E S I S

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

P R E S E N T A

M. en C. CARLOS ARTURO REYES RUIZ

Tutor Principal:

Dr. José Gonzalo González Reyes
Instituto de Investigaciones en Materiales

Co-Tutor:

Dr. Chedly Braham
École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Miembros del Comité Tutor:

Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas
Instituto de Investigaciones en Materiales

Dr. José Alejandro García Hinojosa
Facultad de Química

Ciudad de México

Agosto 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

Al Posgrado en Ciencia e Ingeniería de Materiales, del Instituto de Investigaciones en Materiales, UNAM.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por haberme otorgado la beca 240279, a los proyectos CONACYT No. 166896 y PAPIIT-UNAM IN110014, que contribuyeron al desarrollo del presente proyecto.

Al Dr. José Gonzalo González Reyes, Tutor Principal.

Al Dr. Chedly BRAHAM, del Laboratoire Procédés et Mécanique et Matériaux ENSAM, París, Francia, Co-Tutor.

Al Dr. José María Cabrera Marrero de la Universidad Politécnica de Cataluña.

Al Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas y al Dr. Alejandro García Hinojosa, miembros del Comité Tutor.

A los miembros de sínodo: Dr. Arturo Barba Pingarrón, Dr. Carlos González Rivera, y Dr. Omar Novelo Peralta.

Al valioso cuerpo de técnicos del IIM: M. C. Adriana Tejeda Cruz, Dra. Josefina M. Arellano, Dr. Omar Novelo Peralta, Ing. Carlos Flores Morales.

Al equipo del PIMM, ENSAM: Veronique FAVIER, Sarah BAÏZ, Nicolas RANC, Vincent MICHEL y Olivier ZANELLATO.

A todos los que contribuyeron directa e indirectamente a la conclusión de este proyecto, muchas gracias.

Índice General

Agradecimientos	iii
Índice General.....	v
Índice de Figuras.....	viii
Índice de Tablas.....	xi
Abreviaturas.....	xii
Resumen.....	xiii
Abstract.....	xv
Introducción	1
1. Antecedentes.....	3
1.1. Conceptos básicos de endurecimiento en materiales policristalinos	3
1.1.1. Endurecimiento por tamaño de grano.....	3
1.1.2. Endurecimiento por dislocaciones	4
1.1.3. Endurecimiento por solución sólida	4
1.1.4. Endurecimiento por precipitación	5
1.2. Endurecimiento de las aleaciones Al-Mg-Si	6
1.2.1. Elementos en solución sólida.....	6
1.2.2. Precipitación en aleaciones Al-Mg-Si	7
1.3. Procesos de deformación plástica severa	9
1.4. Extrusión en canal angular de sección constante	10
1.4.1. Descripción del proceso ECAP	11
1.4.2. Características del proceso	14
1.5. Deformación plástica severa en la AA 6061	15
2. Desarrollo Experimental	17

2.1.	Material.....	17
2.2.	Diseño del dado de extrusión.....	17
2.3.	Ejecución de ensayos por ECAP.....	19
2.4.	Obtención de probetas para caracterización.....	20
2.5.	Deformación y esfuerzos residuales	21
2.5.1.	Principios de funcionamiento de rayos X	21
2.5.2.	Refinamiento mediante método Rietveld	22
2.5.3.	Función de distribución de pares.....	25
2.5.4.	Esfuerzos residuales mediante difracción de rayos X.....	25
2.5.5.	Modelado mediante paquetería de elemento finito.....	29
2.6.	Microscopía electrónica de transmisión	30
2.7.	Microscopía electrónica de barrido.....	31
2.8.	Textura cristalográfica	31
2.8.1.	Orientación y desorientación	32
2.8.2.	Macrotextura	33
2.8.3.	Microtextura	35
2.8.3.1.	Preparación de muestras para EBSD	36
2.9.	Medición de dureza	37
2.10.	Ensayos de compresión cuasiestática	38
2.11.	Ensayos de compresión a rapidez de deformación muy elevada	39
2.11.1.	Características del banco utilizado	41
2.12.	Ensayos de fatiga a muy alto número de ciclos.....	42
2.12.1.	Presentación de la máquina de fatiga ultrasónica	43
2.12.2.	Efecto de la temperatura	44
2.12.3.	Dimensionamiento de las probetas	45
2.12.4.	Modelado del comportamiento de la probeta	46
2.12.5.	Calibración de la máquina.....	47
3.	Resultados y Discusión	49
3.1.	Proceso de deformación plástica severa	49
3.2.	Caracterización microestructural	50

3.2.1. Precipitados Presentes en la aleación	50
3.2.2. Difractogramas de rayos X.....	53
3.2.3. Microscopía electrónica de transmisión	57
3.2.4. Microtextura	61
3.2.5. Macrotextura	65
3.2.6. Función de distribución de pares.....	72
3.2.7. Esfuerzos residuales	74
3.3. Caracterización mecánica.....	79
3.3.1. Microdureza	79
3.3.2. Deformación en compresión cuasiestática y dinámica	81
3.3.3. Fatiga a muy alto número de ciclos	85
4. Conclusiones	90
5. Referencias Bibliográficas	92
Anexo I. Publicación.	102

Índice de Figuras

Figura 1.1. Representación esquemática del proceso de deformación plástica severa ECAP.	11
Figura 1.2. Descripción del proceso de cortante simple presente en ECAP.	12
Figura 1.3 Cuatro principales rutas para el proceso ECAP.	12
Figura 1.4. Geometrías generales de los dados y expresiones de deformación cortante para a) $\Psi = 0$, b) $\Psi = \pi - \Phi$, y c) situación intermedia de Ψ	13
Figura 2.1. Sistema dado-camisa cónico, para materiales de baja resistencia mecánica.	18
Figura 2.2. Dado diseñado para ejecución de ensayos ECAP.	18
Figura 2.3. Sistema dado-camisa para ensayos de ECAP.	19
Figura 2.4. Geometría del dado para realizar ensayos de ECAP.	20
Figura 2.5. Posición geométrica de los planos en las probetas.	21
Figura 2.6. Esquemas de generación de rayos X a) convencionales y, b) mediante Sincrotrón.	22
Figura 2.7. Posición y forma de un pico de difracción para una región cristalina a) no deformada, b) deformada uniformemente y c), deformada no uniformemente.	23
Figura 2.8. Definición gráfica del tipo de esfuerzos residuales.	26
Figura 2.9. Configuración experimental para la determinación de esfuerzos residuales superficiales, las mediciones fueron realizadas paralelas a la dirección de extrusión (ED).	27
Figura 2.10. Configuración experimental de difracción mediante Sincrotrón, se realizaron 21 mediciones desplazando la probeta a lo largo de la dirección normal (ND).	29
Figura 2.11. Construcción del modelo para simulación mediante paquetería de elemento finito.	30
Figura 2.12. Calcificación esquemática de la textura cristalográfica. a) Aleatoria, b) de fibra, c) biaxial y d) de monocristal.	32
Figura 2.13. Definición de los ángulos de Euler a partir de un sistema de referencia general.	33
Figura 2.14. a) Proyección estereográfica de los planos {111} de un sistema cúbico. b) Proyección en el plano ecuatorial de los polos {111}.	34
Figura 2.15. Geometría para la obtención las figuras de polos.	35
Figura 2.16. Configuración para mapeo de microdureza.	38
Figura 2.17. Máquina hidráulica MTS, con una celda de carga de 100 kN.	39
Figura 2.18. Puente de Wheatstone. R1 y R4 se colocan sobre las barras de ensayo, mientras que R2 y R3 en barras separadas para eliminar el efecto de la temperatura.	41

Figura 2.19. Banco de ensayos de compresión a rapidez de deformación muy elevada. Laboratorio ENSAM, Francia.....	42
Figura 2.20. Dispositivo experimental para ensayos de fatiga a muy elevado número de ciclos.....	44
Figura 2.21. Geometría de la probeta para ensayos de fatiga.	46
Figura 2.22. Modelo axisimétrico de probeta para ensayo de fatiga a muy elevado número de ciclos.....	47
Figura 3.1. Probetas sometidas a SPD. De izquierda a derecha 1, 2, 3, 4, 5 y 6 pasadas.....	49
Figura 3.2. Difractogramas de rayos X para la identificación de picos asociados a los precipitados presentes en el material.....	52
Figura 3.3. Difractogramas de rayos X correspondientes a todas las pasadas ECAP.	54
Figura 3.4. Comparación del ancho de pico para el plano (200) como función del número de pasadas ECAP.	55
Figura 3.5. a) Gráficas Williamson-Hall para las diferentes pasadas ECAP. B) Comportamiento de la pendiente ($\sim 4\epsilon$) como función del número de pasadas ECAP.	56
Figura 3.6. Micrografías de TEM y patrones de difracción de electrones de un área seleccionada SAD para a) la muestra de referencia (0P), b) después de una pasada ECAP y, c) después de 6 pasadas ECAP.	58
Figura 3.7. Imágenes de microscopía electrónica de transmisión para la muestra 1P con detalles de tres regiones para determinar la desorientación relativa entre éstas, y medir la distancia interplanar.	59
Figura 3.8. Imágenes de microscopía electrónica de transmisión para la muestra 6P señalando detalles con recuadro para determinar la desorientación relativa entre cristales adyacentes, y medir la distancia interplanar.	60
Figura 3.9. a) Distribución de granos y b) desorientación relativa promedio para la muestra 0P, con HAGB en negro y LAGB en blanco. c) Fracción porcentual de desorientación relativa de los mapas mostrados en a) y b).....	62
Figura 3.10. a) Distribución de granos y b) desorientación relativa promedio para la muestra 1P, con HAGB en negro y LAGB en blanco. c) Fracción porcentual de desorientación relativa de los mapas mostrados en a) y b).....	64
Figura 3.11. Figuras de polos experimentales.....	66
Figura 3.12. Evolución de las figuras de polos calculadas y figura llave de principales orientaciones ideales para cortante simple a 45°	67
Figura 3.13. Figuras de polos inversas.	69

Figura 3.14. Componentes de textura representadas mediante secciones la ODF para las pasadas ECAP 1-6, y figura llave de las principales posiciones para $\phi=0^\circ$ y 45° .	71
Figura 3.15 Función de distribución de pares para las muestras de a) 0 y b) una pasada ECAP.	72
Figura 3.16. Función de distribución de pares para las muestra sometida a una pasada ECAP en a) la región del ángulo interno del canal, b) el centro de la probeta y c), la región del ángulo externo.	73
Figura 3.17. Medidas de esfuerzos residuales en la superficie. a) Diagrama de la posición en la probeta, y b) valores experimentales a diferentes profundidades y comparación con resultados calculados por FEA.	74
Figura 3.18. Comparación del comportamiento de la fuerza en el punzón para ensayos experimentales y el calculado mediante FEA.	75
Figura 3.19. Representación polar de la deformación con datos experimentales y procesados para diferentes posiciones y planos (hkl). a) -5mm (331), (b) 0mm (331), (c) 10 mm (331), (d) -5mm (222), (e) 0 mm (222), (f) 10 mm (222), (g) -5mm (311), (h) 0mm (311) e (i) 5mm (311).	76
Figura 3.20. Distancia interplanar (hkl) como función de la posición en la muestra, medida en a) la dirección de extrusión (ED) y b) en la dirección normal (ND); c) esfuerzos residuales (σ_{11} y σ_{22}) medidos con Sincrotrón y d) diagrama de posición en la muestra.	78
Figura 3.21. Curva de microdureza promedio con función del número de pasadas.	79
Figura 3.22. Mapeo de dureza para las muestras con 0, 1 y 6 pasadas ECAP.	80
Figura 3.23. Comparación entre a) mapeo de dureza y b) la deformación plástica equivalente calculada mediante FEA, para la sección transversal de una muestra sometida a una pasada ECAP.	81
Figura 3.24. Esfuerzo de ensayos de compresión para a) 2%, b) 5% y c) 10 % de deformación para las diferentes rapidezces de deformación evaluadas.	82
Figura 3.25. Curvas de esfuerzo en función del número de pasadas ECAP a diferentes rapidezces de deformación.	83
Figura 3.26. Curvas de sensibilidad a la rapidez de deformación en función del número de pasadas ECAP, calculadas por tres métodos diferentes.	84
Figura 3.27. Comportamiento del esfuerzo al centro de la probeta a) en función de la frecuencia de trabajo, y b) en función de la amplitud impuesta para una frecuencia de 19900 Hz.	85
Figura 3.28. Distribución del esfuerzo longitudinal en la probeta para ensayos de fatiga a muy elevado número de ciclos.	86

Figura 3.29. Curva S-N obtenida para las muestras sin deformación (0P) y con una pasada ECAP (1P).	87
Figura 3.30. Micrografías de las superficies de fractura para a) dos muestras sin deformación (0P) y b) dos muestras sometidas a una pasada ECAP (1P).....	88
Figura 3.31. Micrografías de la superficie de las probetas cerca de la fractura, indicando la formación de PSB, para a) muestras sin deformación (0P) y b) muestras sometidas a una pasada ECAP (1P).	89

Índice de Tablas

Tabla 2.1 Composición química de la aleación de aluminio 6061.	17
Tabla 2.2 Metodología de preparación de muestras para EBSD.	37
Tabla 2.3 Propiedades asignadas para el modelado de la probeta de fatiga.	47
Tabla 3.1 Planos, distancia interplanar y posición 2θ para el aluminio.	50
Tabla 3.2 Precipitados identificados para las muestras 0P y 1P.	51
Tabla 3.3 Componentes teóricas.....	68

Abreviaturas

ECAP	Extrusión en canal angular de sección constante
SPD	Deformación plástica severa
EBSD	Difracción de electrones retrodispersados
UFG	Tamaño de grano ultrafino
HAGB	Frontera de grano de ángulo alto
LAGB	Frontera de grano de ángulo bajo
SSSS	Solución sólida sobresaturada
GP	Guinier-Preston
DSC	Calorimetría diferencial de barrido
HPT	Torsión a altas presiones
ARB	Colaminado acumulativo
FEA	Análisis por elemento finito
NP	Plano normal
TP	Plano transversal
EP	Plano de extrusión
SP	Plano de corte
ND	Dirección normal
TD	Dirección transversal
ED	Dirección de extrusión
ECAR	Laminado en canal angular de sección constante
SEM	Microscopía electrónica de barrido
TEM	Microscopía electrónica de transmisión
HR-TEM	Microscopía electrónica de transmisión de alta resolución
ODF	Función de distribución de orientaciones
SHPB	Barras de presión de Hopkison
VHCF	Muy elevado número de ciclos de fatiga
SAD	Difracción de área seleccionada
IPF	Figura de polo inversa
SRS	Sensibilidad a la rapidez de deformación
PSB	Bandas persistentes de deslizamiento

Resumen

La técnica de extrusión en canal angular de sección constante (ECAP por sus siglas en inglés) ha sido aplicada a una gran cantidad de materiales con la finalidad de mejorar ciertas propiedades mecánicas a través de una reducción importante en el tamaño de grano. La efectividad y la posibilidad de escalar el proceso a nivel industrial, han despertado el interés de la comunidad científica no sólo por las variables relacionadas a la técnica, sino también por los fenómenos físicos y micro-mecánicos desencadenados en el material bajo estudio.

En esta investigación se presentan y discuten los fenómenos microestructurales generados en una aleación de aluminio 6061-T6 sometida a un proceso de extrusión en canal angular de sección constante. El proceso iterativo de deformación plástica severa se llevó a cabo a temperatura ambiente, siguiendo la ruta B_C, hasta alcanzar seis pasadas ECAP. Se realizaron estudios de difracción de luz sincrotrón y rayos X convencionales para analizar la evolución del estado de las micro-deformaciones, el tamaño del dominio cristalino, la textura cristalográfica y determinar el estado de esfuerzos residuales, éste último fue comparado también mediante simulaciones con cálculo de elemento finito.

La generación de subestructuras, la reducción en el tamaño de grano, y la desorientación relativa entre éstos se confirmaron de manera directa mediante microscopía electrónica de transmisión, y la técnica de difracción de electrones retrodispersados. Las características microestructurales obtenidas fueron relacionadas con el desempeño mecánico del material, analizando mapeos de microdureza para las diferentes etapas del proceso, y evaluando el material bajo sollicitaciones extremas, compresión dinámica y fatiga a muy elevado número de ciclos.

Como principales resultados, se logró la extrusión angular de la aleación 6061-T6 a temperatura ambiente hasta seis pasadas. Los difractogramas indican un aumento en la micro-deformación del material durante las primeras pasadas, alcanzando una saturación y luego una estabilización entre la quinta y sexta pasada. La estabilización en el sistema concuerda con la obtención de una

orientación cristalográfica estable para el aluminio, y con los mapeos de microdureza, que muestran un aumento marginal en el valor promedio entre las pasadas cinco y seis. De la determinación del estado de esfuerzos residuales, se encontraron los valores más elevados en la superficie de las probetas, lo cual es atribuido a la fricción y concuerda satisfactoriamente con el modelo de elemento finito.

Finalmente, el desempeño del material, mostró un aumento considerable en el esfuerzo de cedencia al ser sometido a compresión dinámica, mientras que la ductilidad del material no se vio comprometida. La forma de falla y la resistencia a la fatiga del material no se vio afectada por el proceso en la primera pasada ECAP. Estos resultados, son importantes para las posibles aplicaciones industriales del proceso y del material estudiado.

Abstract

Equal channel angular pressing (ECAP) is a technique that has been applied to a wide amount of materials leading to achieve an improvement in some mechanical properties through a remarkable grain size refinement. The process effectiveness and the industrial scaling possibility, have settled the scientific interest not only due to technique related variables, but for the physical and micro-mechanical processes activated inside studied material.

In this investigation, the microstructural mechanisms in a 6061-T6 aluminum alloy processed by equal channel angular pressing are presented and discussed. This extrusion process was carried out at room temperature, following route B_C, up to six ECAP passes. Conventional X-ray and Synchrotron light diffraction experiments were carried out in order to analyze micro-strain, crystallite domain size, crystallographic texture evolution, as well as the residual stress state of the sample, the latter was also modeled by finite element analysis.

Confirmation of substructure generation, grain size reduction, and grain or substructure misorientation were achieved through transmission electron microscopy, and electron backscattered diffraction technique. The microstructural characterization was related to materials mechanical performance by means of microhardness mapping, and extreme condition evaluation such as dynamic compression and very high cycle fatigue.

The main results pointed out that aluminum alloy 6061-T6, can successfully be processed by ECAP at room temperature. Diffractograms showed a micro-strain increase for one and two passes, with a saturation in three passes, and a stabilization between five and six ECAP passes. This steady state agrees with an aluminum stable crystallographic texture, and with homogenous microhardness mapping that showed a marginal average increase between five and six passes. From the residual stress state determination, the higher values were found at the surface of the sample and were related to friction effects, the latter result is in good agreement with the theoretical values from FEA model.

Finally, the deformed material performance showed an important yield stress increase under dynamic compression tests, without a significant reduction in ductility. The material failure mode and fatigue resistance are not affected by the process in the first ECAP pass. This results, are important for the process and material industrial applications.

Introducción

El proceso de extrusión en canal angular de sección constante (ECAP por sus siglas en inglés) es un proceso de deformación plástica severa (SPD por sus siglas en inglés) que se ha aplicado en una gran cantidad de materiales con la intención de incrementar considerablemente las propiedades mecánicas de éste mediante la consistente reducción del tamaño de grano. La efectividad de este proceso ha despertado en las últimas décadas el interés en la comunidad científica, por los fenómenos y mecanismos que se presentan debido a su implementación, y en los sectores productivos, dadas las perspectivas de escalamiento del proceso.

El ECAP ha sido sujeto de una amplia investigación dada la gran cantidad de variables que están relacionadas tanto al proceso, como aquellas que están relacionadas específicamente al material bajo estudio. Sin embargo, aún se carece de suficiente información que dé explicación a algunos aspectos fundamentales, tales como el nivel de anisotropía en el material generada por el proceso, características mecánicas relacionadas con la fatiga y comprensión de los fenómenos que se presentan a nivel submicrométrico al someter un material a un proceso de SPD, específicamente ECAP. Dicha falta de información, aunada a la amplia capacidad de aplicación que tienen los materiales procesados por ECAP, genera la necesidad de incrementar el conocimiento en este campo de estudio, brindando así justificación a los esfuerzos dirigidos a la ejecución y conclusión del presente trabajo.

El objetivo general de esta investigación es profundizar en el entendimiento de los fenómenos presentes en el proceso de deformación plástica severa de una aleación de aluminio comercial (AA6061), mediante su caracterización microestructural y mecánica; analizando la evolución de la anisotropía cristalina de la aleación, evaluando los cambios microestructurales inducidos por el proceso ECAP, determinando el estado de esfuerzos residuales generados por el proceso, tanto a nivel superficial como al interior, para evaluar los efectos de fricción, relajación y el proceso de ECAP, analizando los cambios que sufren las celdas de dislocaciones, así como el refinamiento submicrométrico generados por

el proceso de SPD en etapas representativas del mismo, relacionándolos con las propiedades finales del material para ulteriormente determinar la eficiencia del proceso en el compromiso resistencia-ductilidad, que se presenta en este tipo de materiales.

Para satisfacer los objetivos arriba presentados, se ha estructurado el presente trabajo en cuatro partes fundamentales. En el primer capítulo se revisan algunos antecedentes con el objetivo de refrescar algunos conceptos pertinentes al trabajo, tales como conceptos relacionados con el material y el proceso mismo de deformación plástica severa. El segundo capítulo presenta la descripción específica de los procesos tanto de deformación, como de caracterización, describiendo brevemente las técnicas necesarias para ello.

En el tercer capítulo, resultados y discusión, se comienza con la comprobación de los precipitados presentes en el material, lo cual confirma el estado de envejecimiento del material, posteriormente se describen las características generales de las probetas obtenidas. A partir de este punto, se da evidencia de una reducción en el tamaño del dominio cristalino, y de un importante cambio en la orientación de dichos dominios. La reducción en el tamaño de grano se confirma de manera directa mediante microscopía electrónica de transmisión, y explotando la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD por sus siglas en inglés) se comienza a dar cuenta de forma cuantitativa, tanto de la reducción de tamaño de grano, como de la textura cristalográfica. Para obtener la evolución completa de la textura, se recurre a un análisis de orientación preferencial mediante difracción de rayos X convencionales. La heterogénea distribución de la distorsión en el material, puede tener efectos a mayores escalas, por lo que la determinación de esfuerzos residuales mediante Sincrotrón resulta una necesidad. La distribución de dichos esfuerzos residuales puede afectar o beneficiar el comportamiento del material, dependiendo del fin último, por lo que, en la última parte de este capítulo, se analizan dos posibilidades de estos materiales, sometidos a condiciones extremas.

Finalmente, en el cuarto capítulo, se presentan las conclusiones derivadas de la discusión sobre las evidencias presentadas previamente, así como las perspectivas que el trabajo puede ofrecer.

1. Antecedentes

En el presente capítulo se reúnen algunos conceptos básicos relacionados con el tema de investigación. Se principia con fenómenos que buscan ser explotados, tales como el endurecimiento de materiales policristalinos y sus efectos directos en el material de interés. Posteriormente, se presenta el proceso mediante el cual se busca maximizar el efecto de los fenómenos antes mencionados, incluyendo los principios y características de la extrusión angular en canal de sección transversal constante.

1.1. Conceptos básicos de endurecimiento en materiales policristalinos

Con la finalidad de mejorar el desempeño mecánico de los materiales, se han desarrollado diferentes esfuerzos para explicar y explotar los fenómenos que aportan propiedades superiores a los materiales cristalinos, dichas propiedades mecánicas y físicas son determinadas por distintos factores, tales como el tamaño de grano, la densidad de dislocaciones, la solución sólida y los precipitados.

1.1.1. Endurecimiento por tamaño de grano

El tamaño promedio de grano tiene generalmente un papel predominante. En consecuencia, la resistencia de los materiales policristalinos está directamente relacionada al tamaño de grano, d , y es descrita por la ecuación de Hall-Petch.

$$\sigma_{gs} = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} \quad (1.1)$$

Donde σ_0 es el esfuerzo de Peierls o de fricción, y k_y es la constante de cedencia. Se entiende de dicha ecuación que la resistencia se incrementa con la reducción en el tamaño de grano, lo cual ha llevado a un gran interés por desarrollar materiales con granos extremadamente pequeños, materiales con tamaño de grano ultrafino (UFG por sus siglas en inglés) [1].

Los materiales con UFG, se definen como materiales policristalinos con tamaño de grano promedio menor a $1 \mu m$. Para materiales de bulto con UFG, existen

requerimientos adicionales tales como buena homogeneidad, microestructuras suficientemente equiaxiales y con una predominancia de fronteras de grano de ángulo grande (HAGB por sus siglas en inglés)[2].

Sin embargo, la ecuación de Hall-Petch no toma en cuenta las características de las fronteras de grano, ni ninguna posible activación de otros mecanismos de deformación. Con tamaños de grano promedios por debajo de $\sim 100 \text{ nm}$, los mecanismos que actúan en las fronteras de grano comienzan a jugar un papel primordial en la deformación plástica. La pendiente k_y entonces, puede variar de forma positiva o negativa. El origen de este cambio puede ser asociado con otros mecanismos de endurecimiento, tales como dislocaciones, precipitación, solución sólida sobresaturada, así como la presencia de nuevos mecanismos de endurecimiento relacionados con los cambios en la estructura de las fronteras de grano [2], [3].

1.1.2. Endurecimiento por dislocaciones

El endurecimiento de materiales con UFG también se puede incrementar debido a la alta densidad de dislocaciones dentro del grano o subgrano, o por dislocaciones en las fronteras. La contribución de este efecto puede ser aproximada con la ecuación

$$\sigma_{dis} = M\alpha Gb\sqrt{\rho_o + \rho_{dis}} \quad (1.2)$$

Donde M es el factor de Taylor, α es un coeficiente determinado por el sistema cristalino, G es el módulo cortante, b es el vector de Burgers, ρ_o es la densidad de dislocaciones entre las fronteras, y ρ_{dis} es la densidad de dislocaciones almacenadas en las fronteras de grano de ángulo bajo (LAGB por sus siglas en inglés), que pueden ser calculadas de la forma

$$\rho_{dis} = \frac{1.5S_v\theta}{b} \quad (1.3)$$

Donde S_v es el área de frontera por unidad de volumen, θ el ángulo de desorientación de frontera y b es el vector de Burgers [1].

1.1.3. Endurecimiento por solución sólida

El endurecimiento por solución sólida en metales σ_{ss} depende de la concentración de átomos de soluto disueltos en la matriz de acuerdo a la relación

$$\sigma_{ss} = HC^n \quad (1.4)$$

Donde C es la concentración de átomos de soluto homogéneamente distribuidos en la matriz y, H y n son constantes particulares del material.

En las aleaciones de aluminio procesadas mediante SPD, esta relación puede ser quebrantada fácilmente ya que dichos procesos pueden inducir segregación de átomos de soluto. Sin embargo, la segregación en fronteras de grano de materiales con UFG es diferente de la segregación en materiales con granos grandes.

La fracción volumétrica de fronteras de grano en aleaciones procesadas por SPD es mucho mayor que aquellas aleaciones con granos grandes, en consecuencia, la cantidad de átomos segregados en las fronteras de materiales con UFG es mucho mayor que aquellos con granos grandes. En materiales sometidos a SPD, se forman aglomerados debido al aumento en la densidad de dislocaciones y la concentración de vacancias, lo cual incrementa el coeficiente de difusión en el material; así como fronteras de grano metaestables, convirtiéndolas en un vertedero de átomos de soluto [1].

Los aglomerados formados por la segregación de átomos de soluto proveen una resistencia adicional al material, estos aglomerados formados por algunos átomos no representan una segunda fase. En este caso, el mecanismo de enfriamiento está relacionado con el retardo que generan éstos en el deslizamiento de dislocaciones, y dependerá del sistema particular que se esté considerando [2].

1.1.4. Endurecimiento por precipitación

Los materiales sujetos a SPD pueden ser procesados en dos condiciones: (1) después de tratamiento de solución sólida, lo cual disuelve segundas fases o (2) después de tratamiento de solución sólida combinada con envejecimiento artificial, lo cual introduce precipitados de segundas fases.

Dichos procesos de SPD pueden ser efectuados a diferentes temperaturas, durante un procesamiento a temperaturas criogénicas, no ocurren transformaciones de fase en aleaciones de aluminio dado que se reduce el coeficiente de difusión en el material. Sin embargo, complejas transformaciones de fase pueden ocurrir en los procesos llevados a temperatura ambiente. Por ejemplo, la alta densidad de dislocaciones móviles producidas por procesos de SPD promueve la disolución de pequeños precipitados metaestables y la formación de grandes precipitados por coalescencia.

El endurecimiento por precipitación puede ser estimado usando la aproximación de Orowan cuando las partículas son lo suficientemente grandes (>3nm)

$$\sigma_{or} = \frac{0.4MGb}{\pi L\sqrt{1-\nu}} \ln\left(\frac{D}{b}\right) \quad (1.5)$$

Donde M es el factor de Taylor, G es el módulo cortante, b es el vector de Burgers, L es espacio entre partículas, ν el coeficiente de Poisson y D el diámetro de las partículas.

La contribución de los diferentes mecanismos de endurecimiento se considera positiva tomando en cuenta que actúan de forma independiente, así, la resistencia total de los materiales con tamaño de grano ultra fino puede ser estimada por la superposición de los mecanismos mencionados anteriormente, es decir

$$\sigma_y = \sigma_0 + \sigma_{gs} + \sigma_{ss} + \sigma_{dis} + \sigma_{or} \quad (1.6)$$

De esta expresión resulta claro que sería favorable obtener la máxima contribución de cada uno de los mecanismos, sin embargo, esto resulta en una tarea complicada ya que usualmente uno incrementa su contribución a expensas de otro [2]. La contribución de uno u otro cambia dependiendo de las características del material, y de las sollicitaciones que serán impuestas posteriormente en el material. En el caso particular del presente trabajo, incrementar el endurecimiento del material por solución sólida afectaría el endurecimiento por precipitación, además de que generaría en el material un estado de esfuerzos residuales elevado, reduciendo la ductilidad del material[4]. En consecuencia, es preferible aprovechar el endurecimiento por precipitación.

1.2. Endurecimiento de las aleaciones Al-Mg-Si

1.2.1. Elementos en solución sólida

En el caso de la aleación de aluminio 6061 se tienen dos componentes principales que pueden interactuar con el Al para obtener una solución sólida sobresaturada (SSSS por sus siglas en inglés). El Mg, que en un principio no fue considerado como elemento tan efectivo como el Cu o Mn para endurecer por solución sólida, es muy efectivo y tiene las ventajas de ser altamente soluble en el Al y añadir resistencia a la corrosión[5]. La cantidad de Mg que puede ser retenida en solución para aleaciones comerciales se ve afectada por la presencia de otros elementos, principalmente Cu y Si, los cuales reaccionan durante el enfriamiento para formar fases de Al-Cu-Mg o Mg-Si, lo cual reduce el contenido de Mg en solución sólida[6].

Si en la SSSS incrementa ligeramente la resistencia, lo cual aporta conformabilidad al material. Los átomos de Si se segregan en los grupos de vacancias, o como átomos libres en dislocaciones y fronteras de grano, con lo cual lo vuelve susceptible a la fractura intergranular, sin embargo, la adición de Cr y Mn reduce este efecto al promover un tamaño de grano fino, así como inhibir

la recristalización durante el tratamiento de solución sólida[6]. Dada la diferencia en los tamaños de red entre Al y Si, los precipitados pierden coherencia prácticamente de inmediato, su tamaño y espaciamiento entre partículas es considerablemente mayor que el requerido para efectos de endurecimiento. Sin embargo, su efecto en la secuencia de precipitación y variación en la composición de SSSS es muy importante. Acelera la formación e incrementa la densidad de precipitación de zonas esféricas, que actúan como lugar de nucleación para la fase coherente β'' [5].

La adición de Cu mejora las propiedades mecánicas, sin embargo, se requiere la adición de pequeñas cantidades de Cr para contrarrestar el efecto negativo del Cu respecto a la resistencia a la corrosión. Además, se debe tomar en cuenta que la presencia de Cu en este tipo de aleaciones modifica el tipo de precipitados que se tendrán durante el envejecimiento del material [7].

En aleaciones ternarias, Al-Mg-Si, Al-Cu-Mg y Al-Zn-Mg, el endurecimiento por solución sólida es mayor que el supuesto por la superposición de los elementos individualmente. Así, la presencia de Mg y Si en la aleación no sólo contribuye al endurecimiento por solución sólida, también contribuye mediante diferentes mecanismos tales como; precipitación durante la deformación, incremento de la rapidez de multiplicación de dislocaciones y disminución de la rapidez de recuperación.

1.2.2. Precipitación en aleaciones Al-Mg-Si

La secuencia de precipitación de las aleaciones Al-Mg-Si ha sido sujeta a considerable discusión e investigación, sin embargo, del análisis de la literatura disponible se puede definir que la secuencia de precipitación se presenta de la siguiente forma: SSSS > aglomerados independientes de Mg y Si > co-aglomerados de Mg y Si > zonas Guinier-Preston (GP) > fases ricas en Si > β'' > β' > β (Mg_2Si) [5], [8]–[10].

La descomposición de la SSSS resulta en la precipitación de la fase de Mg_2Si , β' y Si libre. La fase coherente β'' es un endurecedor eficiente y participa en el proceso natural y artificial de envejecimiento. Pese a algunas discrepancias en la literatura, se atribuye a la fase β'' el endurecimiento de esta familia de aleaciones, encontrándose junto con otras fases en el pico de resistencia[8]. En la etapa de reblandecimiento, toma lugar la fase semicoherente β' , la cual es considerablemente estable. La descomposición comienza directamente con la formación de partículas β' a una temperatura mayor a 300 °C. La única fase de equilibrio β , precipita para una temperatura por encima de 400 °C [6].

Los precipitados β'' son coherentes, con estructura monoclinica y morfología tipo aguja, la composición química es Si:Al:Mg=6:3:1[9], [11], [12],. La formación de las zonas GP y los precipitados β'' son procesos paralelos y competitivos. El resultado en calorimetría diferencial de barrido (DSC por sus siglas en inglés) en una aleación 6061 indica que la transición de las zonas GP a β'' continúa sin la disolución de las zonas GP [6].

Al efectuarse la transición hacia β' , la morfología cambia a una forma redondeada y la estructura a hexagonal. La fase β , son precipitados no coherentes en forma de cubo o placa, y tienen una muy pequeña contribución al endurecimiento de las aleaciones Al-Mg-Si[11].

Cuando β' nuclea en las dislocaciones, el movimiento de la dislocación acompaña la precipitación. Existe un estado de deformación asociado a las partículas β'' , el cual se libera gradualmente conforme el proceso de transformación avanza. Cuando hay dislocaciones disponibles para la precipitación, β'' y β' pueden nuclear en una dislocación dada, así, la desorientación entre la matriz y la aguja es parcialmente liberada durante la nucleación y etapas tempranas de crecimiento de la aguja. Esta configuración permite a la dislocación escalar uniformemente en el plano, generando vacancias[6].

La transformación entre las variantes de Mg_2Si está sujeta a discusión. Realmente, no hay explicación confiable sobre como la fase monoclinica puede transformar a una hexagonal u ortorrómbica, y después a cúbica de equilibrio. A diferencia de todas las otras fases metaestables en aleaciones de aluminio, la fase semicoherente puede tener varias modificaciones. La causa de este fenómeno continúa sin ser muy clara. Posiblemente se debe a la fase única formada por un metal y un semiconductor, lo cual le da un comportamiento inusual[5], [6], [8], [9].

La transición entre fases metaestables es propensa a ocurrir de forma separada, en otras palabras, los precipitados coherentes se disuelven, se forman partículas semicoherentes en las dislocaciones, y la fase coherente puede precipitar en las dislocaciones o fronteras de grano. Se debe precisar, que para una temperatura elevada de envejecimiento (300-350°) las fases β' y β pueden coexistir por mucho tiempo. Es muy importante notar que el efecto del envejecimiento está íntimamente relacionado con la relación entre el Mg y Si, el exceso de Si (con respecto a la fase Mg_2Si) puede cambiar considerablemente la cinética de precipitación y la composición de la fase. La resistencia máxima se encuentra con exceso en Si y en la etapa de precipitación β'' [13].

La presencia de Cu en aleaciones Al-Mg-Si modifica la secuencia de precipitación, induciendo la precipitación de los precipitados metaestables L, C, S y Q'. La fase β' enriquecida con Cu es designada Q', y es el precursor de la fase estable Q, a diferencia de la transición β' a β , la cual involucra un cambio de estructura cristalina, la fase Q' mantiene la misma estructura y morfología[8] La secuencia de precipitación más generalmente propuesta queda de la siguiente forma: SSSS > zonas GP > β'' , L/S/C > β' , Q' > Q [5], [8], [9], [14], [15].

La presencia de determinados precipitados en el material indica entonces el estado en el que se encuentra, así, en el pico de endurecimiento puede tenerse en convivencia fases como β'' y β' o Q' principalmente. Al estar en el punto máximo de resistencia del material, se agota el endurecimiento por precipitación que puede ser obtenido para una composición determinada, y, en consecuencia, es necesario explotar otros mecanismos de endurecimiento tales como el aumento de densidad de dislocaciones y el refinamiento del tamaño de grano. Es por ello que se recurre a procesos mecánicos que permitan inducir una gran cantidad de deformación al material, sin comprometer la geometría del mismo, como ocurre en procesos de deformación plástica convencionales.

1.3. Procesos de deformación plástica severa

En las últimas tres décadas se ha tenido un creciente interés en el desarrollo de nuevas técnicas, que permitan fabricar aleaciones metálicas con UFG, alcanzando incluso el orden de nanómetros. El tamaño de grano promedio de un material policristalino se puede relacionar con su resistencia a la fluencia, como se verá más adelante, a través de la relación de Hall-Petch, que predice la posibilidad de obtener una elevada resistencia con reducciones considerables en el tamaño de grano del material. No obstante, los procesos convencionales de fabricación y procesamiento de aleaciones comerciales, implican tratamientos termomecánicos preestablecidos, que producen materiales con tamaños de granos de algunos micrómetros, lo cual es una limitación intrínseca de estos procesos [1].

Para obtener materiales policristalinos de UFG, es decir, entre 100 y 1000 nm, distribuidos a escala volumétrica, se requiere de la presencia de una microestructura relativamente homogénea, con granos equiaxiales y una alta fracción de fronteras de grano con subgranos desorientados con ángulo grande (mayor a 15°), que coadyuve en el desarrollo de dicha estructura [1], [16].

Actualmente, existen dos aproximaciones para la síntesis de materiales con granos ultra finos, en la primera se va de menor a mayor escala, es decir, los materiales son fabricados a través del ensamble individual de átomos, o nano

partículas sólidas. En la segunda, se parte de un sólido con tamaño de grano relativamente grande y, se procesa mediante alta deformación o carga, para producir una microestructura con UFG[1].

Para convertir material con tamaño de grano grande a UFG, se requiere de una deformación excepcionalmente elevada para introducir una alta densidad de dislocaciones, las cuales podrán eventualmente reagruparse para formar nuevas fronteras de grano. Los procesos metal mecánicos convencionales, como extrusión y laminación, tienen restricciones en la capacidad para formar UFG, dada la reducción en las dimensiones de las secciones transversales de las piezas, así como la baja cantidad de deformación que se puede inducir en los materiales con estos procesos, siendo necesario el desarrollo de procesos de SPD.

Se puede definir el procesamiento por SPD, a aquellos procesos que inducen en el material una alta deformación en el material (superior a 6-8) a temperaturas relativamente bajas (menores a $0.4T_m$, donde T_m es la temperatura de fusión), sin la introducción de cambios significativos en las dimensiones generales del sólido [17]–[19]. Para lograr lo anterior, se han desarrollado diferentes técnicas tales como extrusión en canal angular de sección constante (ECAP: Equal channel angular pressing)[1], [16]–[19], torsión a altas presiones (HPT por sus siglas en inglés)[20]–[25], forja multidireccional[26], extrusión torcida, colaminado acumulativo (ARB por sus siglas en inglés)[26]–[28], entre otras [2], [29]–[32].

De entre las técnicas antes mencionadas, la extrusión en canal angular de sección constante (ECAP) resulta muy atractiva por la relación de ventajas que ofrece sobre los demás procesos. Los detalles de ésta técnica de deformación plástica severa, se presentan a continuación.

1.4. Extrusión en canal angular de sección constante

El proceso de SPD ECAP ha resultado de gran interés como objeto de estudio por diversas razones. La técnica ECAP ofrece la posibilidad de ser aplicado a piezas relativamente grandes, se trata de un proceso relativamente sencillo, que a diferencia de otras técnicas, es el único capaz de realizar cortante simple[19]. puede ser ejecutado en una gran cantidad de materiales, con diferentes estructuras cristalinas, materiales endurecidos por precipitación, con presencia de intermetálicos, y composites, de matriz metálica, etc. [33]–[37]. Asimismo, produce piezas con buena homogeneidad, y tienen grandes posibilidades de ser escalado para muestras de interés industrial [1], [19], [23], [38], [39].

1.4.1. Descripción del proceso ECAP

El principio del ECAP se ilustra en la Figura 1.1. La muestra es maquinada para ajustar al canal y es presionada a través del mismo con un punzón. La naturaleza de la deformación es cortante simple, el cual ocurre mientras la muestra pasa a través del canal, como se ilustra en la Figura 1.2, el cual tiene un ángulo de intersección de los canales, Φ , igual a 90° y el ángulo de la curvatura externa, Ψ , igual a 0° . Por simplicidad, el ángulo del dado mostrado es de 90° , el plano cortante teórico se encuentra entre los dos elementos adyacentes dentro de la muestra numerados 1 y 2, estos elementos son transpuestos por cortante, tal como se muestra en la parte inferior de la figura. Pese a la inducción de una alta deformación mientras la muestra pasa por el dado, ésta sale del mismo sin experimentar cambios en las dimensiones de la sección transversal.

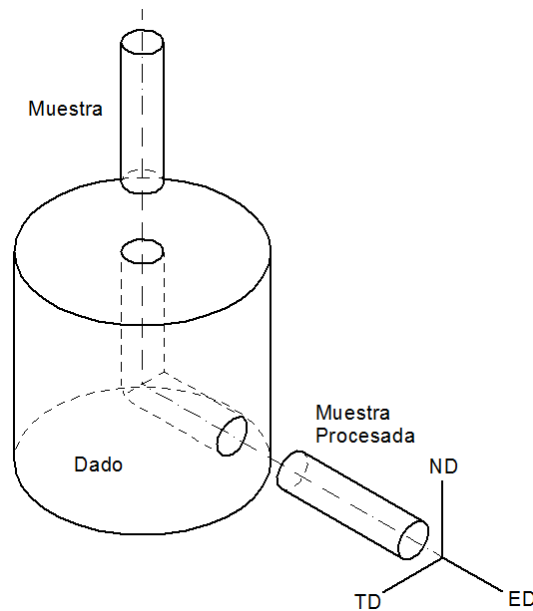


Figura 1.1. Representación esquemática del proceso de deformación plástica severa ECAP.

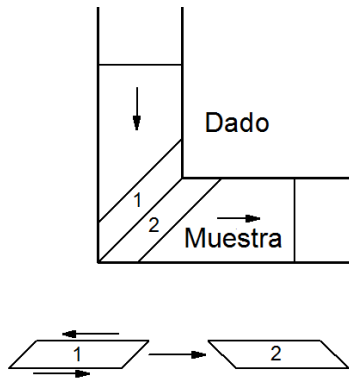


Figura 1.2. Descripción del proceso de cortante simple presente en ECAP.

Dado que la sección transversal permanece sin cambios, la muestra puede ser extruida a través del dado en repetidas ocasiones hasta obtener una deformación excepcionalmente elevada. Dicha posibilidad, brinda la oportunidad de emplear diferentes sistemas de deslizamiento del material rotando en distintos sentidos la muestra en cada una de las pasadas. A partir de ello, se han identificado cuatro rutas principales para el ECAP. La ruta A, en la cual la muestra es reintroducida sin rotación alguna, la ruta B_A, en la cual la muestra es rotada 90° en sentidos alternados en cada reinserción, la ruta B_C, en la cual la muestra se rota 90° en el mismo sentido entre cada pasada, y la ruta C, en la cual la muestra se rota 180° entre pasadas (Figura 1.3). Dependiendo de la ruta de procesamiento, se actuará sobre diferentes sistemas de deslizamiento [40].

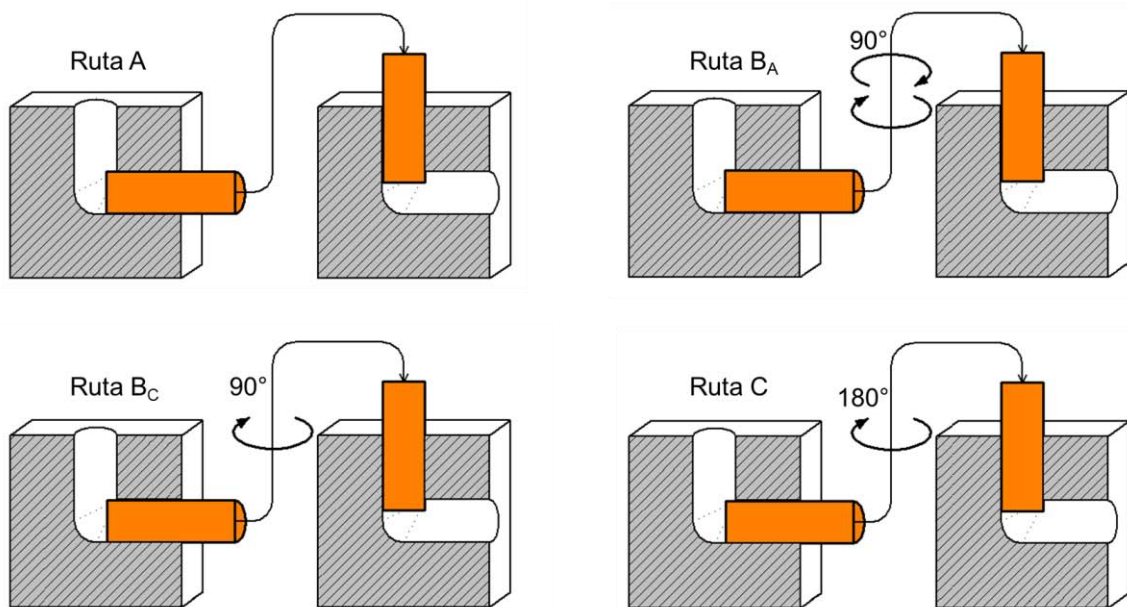


Figura 1.3 Cuatro principales rutas para el proceso ECAP.

La deformación inducida en el material es una de las variables primordiales en el proceso de ECAP, dependiendo de la geometría del canal, será la magnitud de ésta. Las Figura 1.4a y Figura 1.4b, corresponden a las condiciones $\Psi = 0$ y $\Psi = \pi - \Phi$, respectivamente; mientras que la Figura 1.4c corresponde a una situación intermedia de Ψ . Al lado de cada una de las condiciones se encuentra la deformación cortante asociada, la cual es calculada asumiendo una excelente lubricación, con lo cual se pueden despreciar los efectos de la fricción[41].

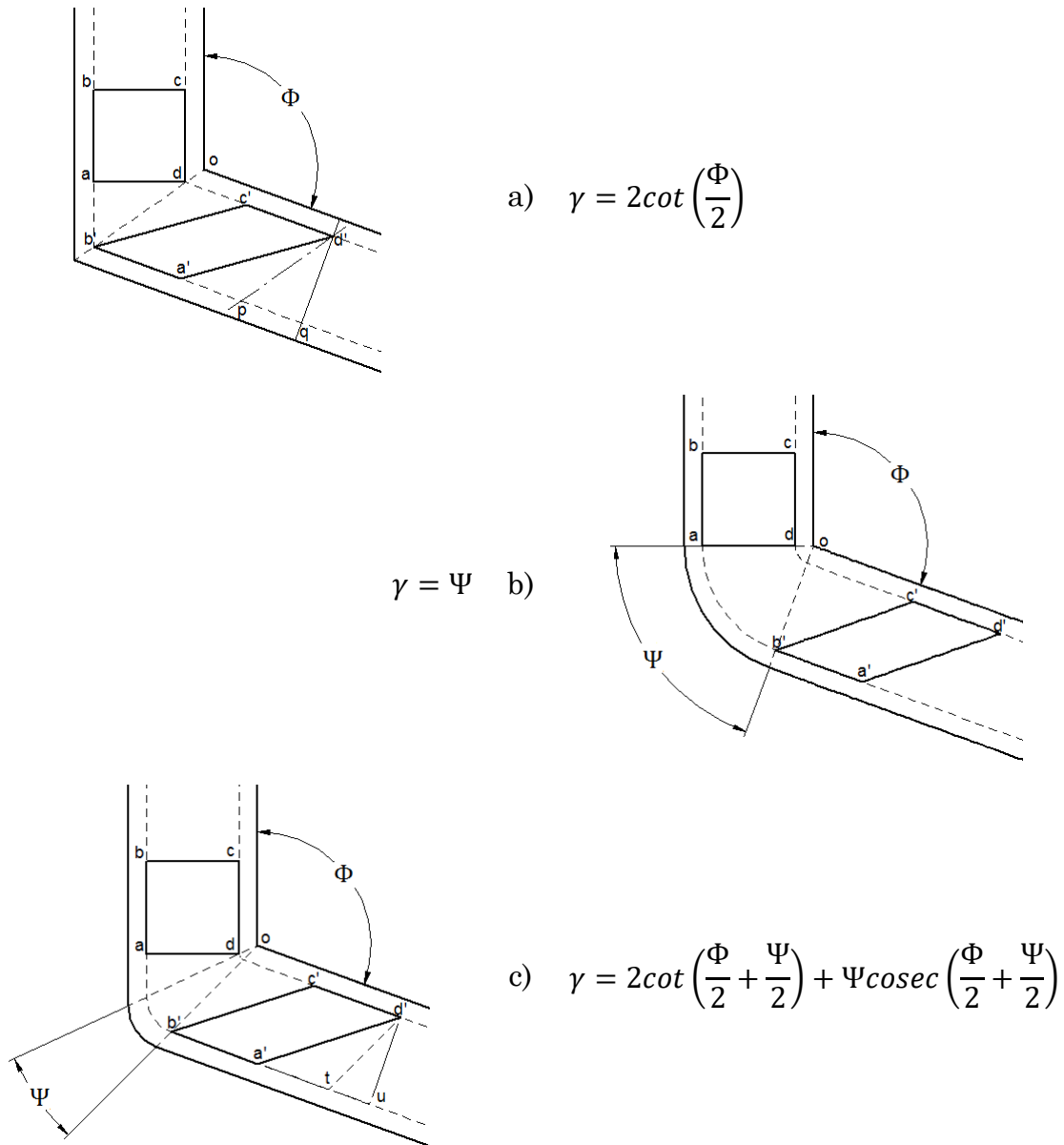


Figura 1.4. Geometrías generales de los dados y expresiones de deformación cortante para a) $\Psi = 0$, b) $\Psi = \pi - \Phi$, y c) situación intermedia de Ψ .

La inspección de la ecuación propuesta para la deformación cortante en la Figura 1.4c, se reduce a la ecuación (a) cuando $\Psi = 0$ y a (b) cuando $\Psi = \pi - \Phi$. Así, considerado la ecuación de deformación equivalente, la deformación producida por una N cantidad de ciclos está dada por la ecuación [10].

$$\varepsilon = N \left[\frac{2\cot\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right)}{\sqrt{3}} \right] \quad (1.7)$$

1.4.2. Características del proceso

La principal ventaja del procesamiento por ECAP de materiales de bulto es la capacidad para alcanzar una importante homogeneidad en el refinamiento de grano, resultando para una amplia gama de materiales por debajo del rango submicrométrico. Sin embargo, la microestructura final es influenciada por las diferentes variables asociadas al proceso y al material a procesar. Las diferentes combinaciones de estas variables han sido estudiadas para diferentes sistemas con la finalidad de identificar las condiciones más convenientes para obtener una microestructura con UFG, con la menor cantidad de pasadas[2], [41].

La cantidad de deformación plástica inducida en el material es una variable que depende únicamente de la geometría del dado en que se llevará a cabo el proceso, un menor valor para el ángulo Ψ entrega una mayor deformación. En este sentido se han desarrollado y evaluado dados que van desde 120 hasta 60°[42], sin embargo, al procesar un material dentro de un dado con ángulo menor a 90° se eleva la cantidad de deformación inducida, pero las características geométricas de la pieza se ven considerablemente alteradas. Con base en ello, el ángulo de 90° ha entregado los mejores resultados para la relación entre la deformación inducida y la calidad de la pieza[1].

En general, el refinamiento de grano se presenta en el material independientemente de la ruta empleada, sin embargo, la ruta A tiende a presentar microestructuras poco homogéneas, siendo la ruta Bc la que presenta una mejor homogeneidad. De igual forma, la ruta Bc tiende a alcanzar mayores valores para resistencia y elongación, en una menor cantidad de pasadas, es decir, contribuye a una evolución microestructural más eficiente[43].

Otras variables, tales como la velocidad del punzón y la temperatura a la que se efectúa el proceso se encuentran principalmente en función de las características y condiciones propias del material a deformar. Además, dado el interés que rodea al ECAP, se han realizado diversas investigaciones mediante modelado por paquetería de análisis por elemento finito (FEA por sus siglas en inglés), que

tienen como finalidad de estudiar las diferentes variables que permita entregar los mejores resultados con la menor cantidad de inversión.

Las características que han sido evaluadas mediante FEA son diversas, una de las más estudiadas es desde luego la geometría del dado, enfocándose principalmente en el ángulo de intersección, y el ángulo y radio externos. Estos parámetros se relacionan con otras variables como la homogeneidad generada por el proceso [42], [44], [45], el llenado del canal y diferentes condiciones de fricción [44], [46]–[48]. Asimismo, se han realizado modelos que estudian la relación de la textura cristalina con la geometría, el tamaño de la pieza, la homogeneidad del proceso [49]–[53], así como modelos que intentan incluir combinaciones de las variables mencionadas[54].

Algunas otras simulaciones estudian el efecto del proceso en el endurecimiento de material [55] o la distribución de la deformación en la pieza [56], por ejemplo. Adicionalmente, se ha determinado mediante simulación, la mejor ruta para el proceso [57], y se han añadido procesos adicionales antes y después del ECAP [58], [59].

1.5. Deformación plástica severa en la AA 6061

Las aleaciones de aluminio, como la 6061, son uno de los materiales más utilizados hoy en día en una amplia gama de industrias, la cuales van desde usos domésticos a la industria militar. Tanto la industria aeroespacial como en la automotriz, se emplean cada vez más aleaciones de aluminio debido a su baja densidad, lo cual se traduce en ahorro de combustible. Dada la gran cantidad de aplicaciones, es importante explorar el comportamiento mecánico del material, cuando es sujeta a diferentes condiciones de carga, rapidez de deformación y temperatura, para profundizar en el estudio y comprensión de los fenómenos que se presentan para posteriormente ser capaces de predecir el comportamiento futuro, considerando todas estas condiciones [60].

La aleación 6061 es una de muchas aleaciones comerciales de aluminio que puede ser tratada térmicamente para mejorar su resistencia significativamente[61]. Aunado a ello, con la implementación de un proceso de SPD en el material, la aleación 6061 resulta adecuada para alcanzar un UFG, lo cual se traduce en un incremento en las propiedades mecánicas del mismo [26], [33], así como una alta calidad superficial [62].

Estudios previos sobre la aleación 6061 muestran controversia sobre la sensibilidad a la rapidez de deformación, encontrando que es insensible a rapidez de deformación en el rango dinámico (0.009 y $910s^{-1}$) en compresión, y que es ligeramente sensible en un régimen de transición del rango cuasiestático

al dinámico [60]. En el mismo sentido, se han dirigido diferentes estudios que indican un amplio rango de temperatura en el cual la aleación puede ser sometida a procesos de SPD, sin comprometer la viabilidad del mismo[63], pero también ha sido reportado que la aleación 6061-T6 es considerada como no viable dado que no puede ser sometida a más de 8 pasadas ya que comienza a fracturarse [4].

En conjunto, la disponibilidad comercial, la posibilidad de deformación bajo una amplia gama de condiciones, y la capacidad para mejorar las propiedades físicas del material mediante un proceso de deformación sencillo, mantiene a la aleación 6061 en el interés de estudios que permitan explotar todas estas coincidencias, en beneficio del desarrollo de la sociedad en sus diferentes niveles comerciales.

En general, las propiedades mecánicas de los materiales procesados por SPD se incrementan desde una deformación acumulada de aproximadamente 1, para el caso particular de ECAP, esto es desde la primera pasada. En consecuencia, es desde este punto en el que se activan y desarrollan los distintos fenómenos que contribuyen al mejoramiento de las mismas [26].

El adecuado entendimiento de los fenómenos que se presentan en los procesos de deformación plástica severa, destinados a mejorar el desempeño del material bajo las sollicitaciones particulares, por lo que la aleación 6061 se mantiene como uno de los materiales de interés en el estudio de este proceso de deformación [28], [39], [62]–[66].

Como se puede observar, la cantidad de variables relacionadas con el proceso y el material es considerable, consecuentemente también lo es el interés científico en los materiales sometidos a este proceso de SPD. Así, a continuación, se presenta el desarrollo experimental seguido en el presente trabajo, para alcanzar los objetivos propuestos.

2. Desarrollo Experimental

En el presente capítulo se presentan de forma detallada los experimentos que se desarrollaron para cumplir con los objetivos propuestos. En algunos casos, se incluye una breve introducción a algunas técnicas con el fin de interesar al lector, sin importar su especialidad.

2.1. Material

El material bajo estudio será una aleación de aluminio con nombre comercial 6061, la composición de dicha aleación se muestra en la Tabla 2.1.

Tabla 2.1 Composición química de la aleación de aluminio 6061.

Elemento	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Otros	Al
% peso	0.4-0.8	0.7	0.15-0.4	0.15	0.8-1.2	0.04-0.3	0.25	0.15	0.05	Resto

El material de partida se consigue de forma comercial bajo un tratamiento térmico de máxima resistencia (T6), el cual consiste en un calentamiento a 520 °C durante una hora, templado en agua a temperatura ambiente, y posteriormente envejecido a 175 °C durante 15 horas [67].

2.2. Diseño del dado de extrusión

Pese a tratarse de un proceso relativamente sencillo, las características geométricas y manufactura de los elementos en los que se desarrolla dicho proceso no resulta trivial, la selección del material, diseño, maquinado y tratamientos térmicos de las piezas que conforman el equipo resulta complejo dadas las elevadas cargas de compresión que se manejan y los riesgos de seguridad que estos involucran.

En principio, se partió de un sistema ilustrado en la Figura 2.1. Sistema dado-camisa cónico, para materiales de baja resistencia mecánica., este sistema ha resultado útil para trabajos anteriores cuyo interés se centró en aleaciones con una resistencia relativamente baja. Al ensayar en este equipo aleaciones con una resistencia mayor, se logró alcanzar únicamente una pasada. El refuerzo del mismo sistema entregó resultados similares por lo que se diseñó y manufacturó un sistema que se presenta en la Figura 2.2. Dado diseñado para ejecución de ensayos ECAP. identificando e intentando solucionar los problemas que se tenían en el sistema anterior.

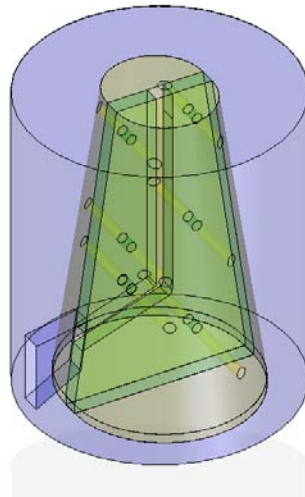


Figura 2.1. Sistema dado-camisa cónico, para materiales de baja resistencia mecánica.

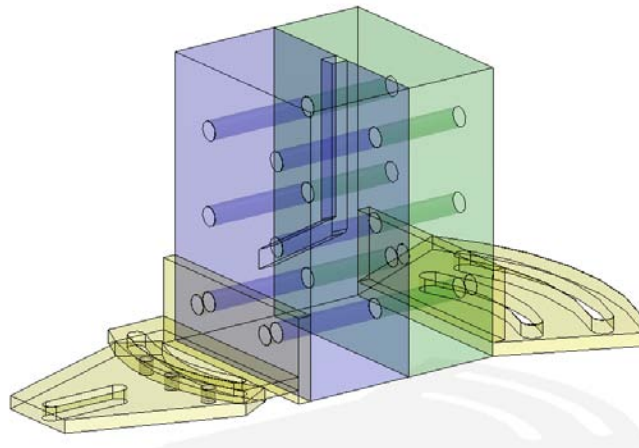


Figura 2.2. Dado diseñado para ejecución de ensayos ECAP.

Dados los resultados en el segundo sistema, y con colaboración de la Universidad Politécnica de Cataluña (UPC), se efectuaron los ensayos en la aleación de

interés en el sistema mostrado en la Figura 2.3. Sistema dado-camisa para ensayos de ECAP. hasta alcanzar un número de pasadas igual a 6.

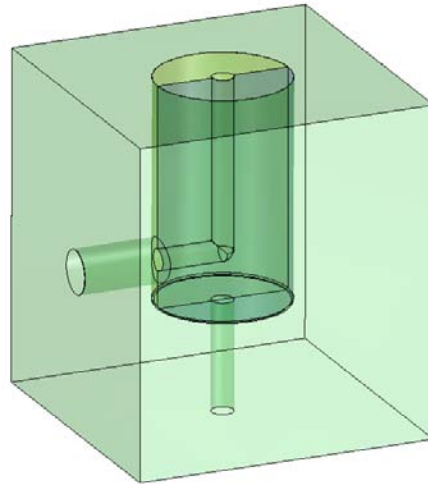


Figura 2.3. Sistema dado-camisa para ensayos de ECAP.

El conjunto dado-camisa utilizado tiene características que pueden ser mejoradas, por lo que el trabajo de diseño no se detuvo al obtener las probetas procesadas, y actualmente se encuentra en proceso de maquinado un nuevo sistema que permitirá agilizar el proceso de SPD.

2.3. Ejecución de ensayos por ECAP

Para alcanzar un estado de SPD, el material fue sometido a un proceso de ECAP en un dado elaborado en acero Bohler MICROCLEAN S390 que se muestra, cuya geometría se ilustra en la Figura 2.4. Geometría del dado para realizar ensayos de ECAP.. La sección transversal tiene un diámetro de 10 mm y las características geométricas permiten trabajar con muestras de 60 mm de largo. Los ángulos Φ y Ψ , son de 90° y 37° respectivamente, lo cual entrega una deformación de ~ 1 en cada pasada de acuerdo con la ecuación (1.7).

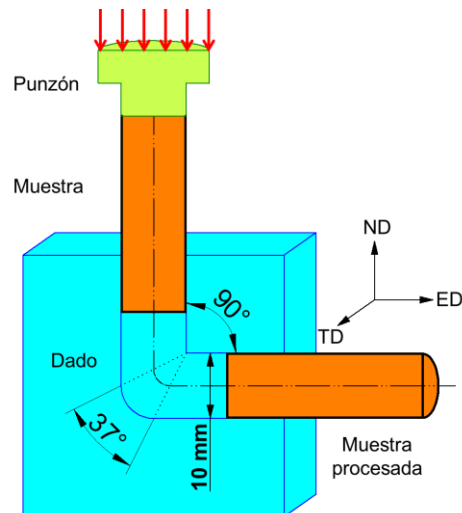


Figura 2.4. Geometría del dado para realizar ensayos de ECAP.

El proceso se desarrolló a temperatura ambiente, con una rapidez de deformación aproximada de 0.5 s^{-1} , siguiendo la ruta B_C a lo largo de 6 pasadas para alcanzar una deformación de ~ 6 . Para disminuir los efectos de la fricción, se aplicó MoS₂ en aerosol al canal y a la probeta al inicio de cada pasada.

2.4. Obtención de probetas para caracterización

Las probetas que fueron sometido al proceso de ECAP, en sus diferentes números de pasadas, requieren ser cortadas de distintas formas, dependiendo de las necesidades de la técnica a aplicar y las observaciones que se desean para cada una.

Para la adecuada caracterización del material se dispone de una zona que conserva las características de cada pasada, siendo necesario desechar los extremos de las probetas obtenidas. Con base en lo anterior se pueden obtener los cortes mostrados en la Figura 2.5, que corresponden a los planos llamados: (1) plano normal (NP), (2) plano transversal (TP), (3) plano de extrusión (EP) y (4) plano de corte (SP).

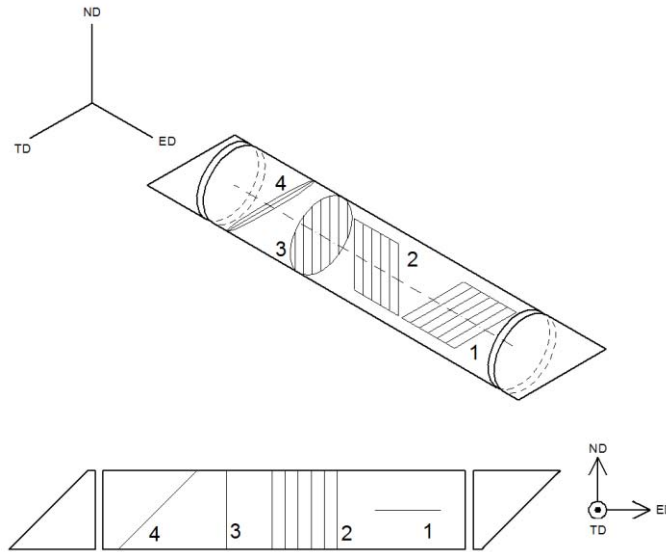


Figura 2.5. Posición geométrica de los planos en las probetas.

Obtenidas las probetas deformadas, e identificados los planos y direcciones de interés, se continúa con la descripción de los procesos de caracterización utilizados en el presente trabajo de investigación.

2.5. Deformación y esfuerzos residuales

2.5.1. Principios de funcionamiento de rayos X

Los rayos X son producidos de dos formas principalmente (Figura 2.6). La primera es mediante un tubo de rayos X, en el cual se generan ondas electromagnéticas por el impacto de electrones de alta energía contra un objetivo de metal. Ésta es la forma más sencilla y más usada para de producir rayos X en laboratorios, y son conocidos como rayos X convencionales. Su principales desventajas son la baja eficiencia, y la intensidad dependiente de las propiedades del material objetivo (Cu)[68].

La segunda es mucho más avanzada como fuente de rayos X, el Sincrotrón, donde electrones de alta energía confinados en un anillo de almacenamiento, son acelerados en una órbita circular, y comienzan a producir ondas electromagnéticas. Son extremadamente intensos dado que se reducen las pérdidas térmicas y no hay material objetivo que enfriar[69].

En general no hay diferencias entre el uso de Sincrotrón o rayos X convencionales, sin embargo, con el uso de Sincrotrón, se pueden realizar medias no destructivas en el volumen interior de un material policristalino masivo [70], [71].

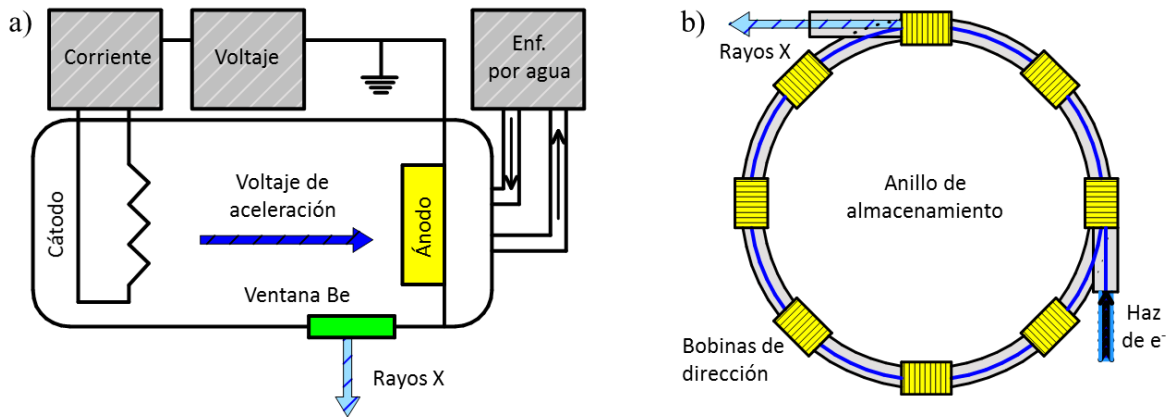


Figura 2.6. Esquemas de generación de rayos X a) convencionales y, b) mediante Sincrotrón.

Los rayos X permiten realizar mediciones en la estructura cristalina del material, la obtención de un difractograma brinda la posibilidad de calcular aspectos relacionados con la deformación de la estructura cristalina, y las dimensiones del dominio de la misma.

2.5.2. Refinamiento mediante método Rietveld

La desviación de un cristal perfecto se traduce en la modificación en la forma de un pico de difracción. Existen dos propiedades principales que pueden ser obtenidas del análisis del ancho de picos, el tamaño del dominio cristalino y la deformación de la red. La deformación de la red es medida por la distribución de los parámetros de red que vienen de imperfecciones del cristal, tales como las dislocaciones. El tamaño del dominio cristalino y la deformación de la red afectan la difracción de Bragg modificando la intensidad, el ancho del pico y la posición en 2θ del mismo. El efecto de una deformación uniforme y no uniforme, en una difracción de rayos X, es mostrado en la Figura 2.7. En la Figura 2.7a, se tiene un pico asociado a una región cristalina no deformada, correspondiente al d_0 de referencia. Si el material es sometido a una deformación uniforme en tracción (Figura 2.7b), la posición de difracción cambia, pero no la forma del pico. Este cambio de posición es asociado a un estado de macroesfuerzos. En la Figura 2.7c, una flexión inducida causa una deformación no uniforme, lo que genera un cambio en la forma del pico de difracción, como una convolución de $d > d_0$ en la parte superior, y $d < d_0$ en la parte inferior [72].

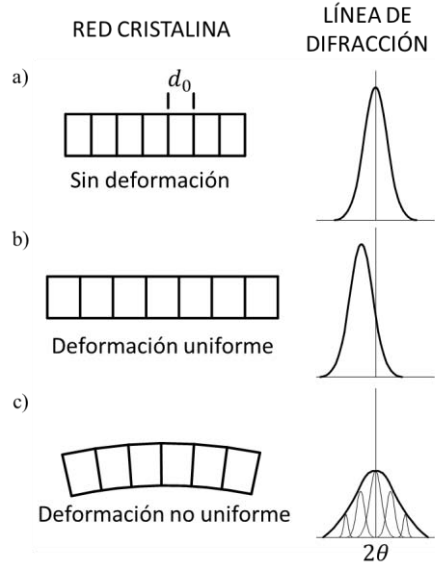


Figura 2.7. Posición y forma de un pico de difracción para una región cristalina a) no deformada, b) deformada uniformemente y c), deformada no uniformemente.

Sin embargo, el tamaño del dominio hace variar el ancho del pico como $1/\cos\theta$, mientras que la deformación varía como $\tan(\theta)$. Esta variación respecto a la posición 2θ , permite distinguir entre los efectos generados por cada una de las propiedades [69].

A partir de los patrones de difracción se puede realizar un análisis Williamson-Hall (W-H) que, asumiendo un perfil Lorentziano, a partir del ancho integral (β), permite obtener independientemente la deformación y el tamaño del dominio cristalino de acuerdo con la ecuación

$$\beta \cos(\theta) = \frac{\lambda}{d} + 4\epsilon(\sin(\theta)) \quad (2.1)$$

El tamaño del dominio cristalino y la deformación pueden ser presentadas en un gráfico $\beta \cos(\theta)$ vs $\sin(\theta)$, de la cual se puede obtener la ordenada al origen y la pendiente. Es importante mencionar que, cuando los valores de la pendiente son diferentes de cero, se considera que existe una contribución de la deformación del material al ancho del pico. Por otro lado, cuando el tamaño de los dominios cristalinos es menor a los 100 nm en diámetro, la ordenada al origen puede determinar con alto índice de confiabilidad el tamaño de los mismos[73].

En el presente trabajo, la obtención de los difractogramas de rayos X convencionales se realizó, bajo una configuración Bragg-Brentano contenida en el plano TP, en el difractor del Laboratorio de Rayos X en el Instituto de Investigaciones en Materiales (IIM-UNAM), equipado con una óptica de haz

cruzado (crossbeam optics CBO). Se utilizó una longitud de onda de 0.15405 nm (Cu-K α), en un rango 2θ de 20 – 140°, con un paso de 0.02°. La adquisición de datos se realizó conservando el mismo posicionamiento para todas las muestras.

Para el desarrollo del método de refinamiento Rietveld se utilizó la paquetería FULLPROF[74], tomando LaB $_6$ para el cálculo del ancho instrumental. Las contribuciones Lorentziana H_l y Gussiana H_g fueron refinadas de acuerdo con las fórmulas

$$H_g^2 = U \tan^2 \theta + \frac{I_g}{\cos^2 \theta} \quad (2.2)$$

$$H_l = X \tan \theta + \frac{Y}{\cos \theta} \quad (2.3)$$

Donde U y X son parámetros que dependen de la deformación, mientras que Y e I_g dependen del dominio cristalino, y θ es el ángulo de difracción. Para un perfil pseudo-Voigt, el ancho integral β está relacionado con H y η , con lo cual se relacionan los parámetros Gauss-Lorentz de la siguiente forma

$$\beta = \frac{\pi}{180} \frac{\pi}{2} \frac{H}{\eta + (1-\eta)\sqrt{\pi \ln 2}} \quad (2.4)$$

Para separar las contribuciones Gaussiana y Lorentziana, se considera la fórmula de pseudo-Voigt Thompson-Cox-Hastings

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

Los anchos integrales Gaussiano y Lorentziano son entonces sustituidos en la ecuación de Stokes-Wilson

$$\varepsilon = \frac{\beta}{4 \tan \theta} \quad (2.5)$$

Y en la ecuación de Sherrer

$$D = \frac{\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.6)$$

Para el cálculo final de la microdeformación y tamaño de dominio cristalino.

Dado que el ancho integral β depende de H y η , la consideración de las contribuciones Gaussiana y Lorentziana entrega un ajuste más realista[73], por lo que ambas fueron empleada para realizar la deconvolución del ancho de pico a media altura.

Una técnica relativamente nueva, para a determinación de dominios cristalinos que va más allá de la ecuación de Bragg, es la función de distribución de pares.

2.5.3. Función de distribución de pares

La función de distribución de pares (PDF por sus siglas en inglés) parte de que la dispersión total de los rayos X contiene la difracción de Bragg y la difracción difusa. De una medición de polvo se tienen que considerar y correcciones las contribuciones generados por la intensidad del ruido (o fondo) tales como la dispersión de Compton, fluorescencia, dispersión debida al portamuestras, etc. La difusión coherente resultante, es una función continua $I(Q)$, con intensidades definidas para los posiciones de Bragg y Q es la magnitud del vector de dispersión.

La función normalizada se denota como $S(Q)$, y es la función de dispersión total. Al normalizar la función, los datos de Q se amplifican y, a diferencia de un análisis convencional donde se desprecia, se vuelve información importante. Así, al considerar la difracción total, y no solo las intensidades de Bragg, se puede aplicar la transformada de Fourier a los datos para obtener la función de distribución de pares.

Dicha función, contiene intensidades en función del radio r , que representa la probabilidad de un par de átomos de estar separados por una distancia r . Entregando valiosa información sobre las correlaciones entre vecinos cercanos, y sobre la estructura[75].

Aunque normalmente el método ha sido aplicado para el estudio de líquidos y materiales amorfos, recientemente se ha comenzado a estudiar el desorden en materiales cristalinos y materiales nanoestructurados.

Además de la posibilidad de determinar el tamaño del dominio cristalino y la deformación promedio presente en el material, el fenómeno de difracción de rayos X permite determinar la distribución general de esfuerzos residuales, realizando mediciones localizadas en los sitios y direcciones de interés. La determinación de dicha distribución es importante en materiales deformados plásticamente, ya que a partir de ella se puede anticipar el comportamiento de un material, bajo sollicitaciones determinadas.

2.5.4. Esfuerzos residuales mediante difracción de rayos X

En el campo de los materiales estructurales, la determinación de la distribución de esfuerzos residuales, es importante en materiales sometidos a procesos mecánicos, ya que las deformaciones plásticas no homogéneas durante el conformado mecánico son capaces de modificar el comportamiento mecánico de un material [76]–[80]. Estas tensiones dentro del material, pueden alcanzar

valores tan grandes como el esfuerzo de cedencia del material, y la presencia de los mismos puede afectar de forma significativa las propiedades mecánicas del material, tales como la resistencia al desgaste, o resistencia a la fatiga [81]–[83].

Se define a los esfuerzos residuales, como el estado de esfuerzos dentro de un material libre de sollicitaciones externas. Los esfuerzos residuales se encuentran clasificados en tres tipos. Los esfuerzos del tipo I, o macroesfuerzos, y los tipo II y III, o microesfuerzos (Figura 2.8).

Los esfuerzos del tipo I (σ^I) son el promedio del volumen evaluado, es decir, considera todas las fases y cristales incluidos en el volumen de difracción. Tiene que considerarse un volumen suficiente para representar un material masivo. Un cambio en el valor de los esfuerzos residuales tipo I puede alterar la forma del material.

$$\sigma^I = \frac{1}{V} \int_V \sigma(x) dV \quad (2.7)$$

Los esfuerzos residuales del tipo II (σ^{II}), son tensiones dentro del cristal y se definen como la variación promedio respecto a los tipo I; los tipo III (σ^{III}) son las variaciones dependientes de la posición dentro del cristal[84].

$$\sigma^{II} = \frac{1}{V} \int_V \text{cristal} [\sigma(x) - \sigma^I] dV \quad (2.8)$$

$$\sigma^{III}(x) = \sigma(x) - \sigma^I - \sigma^{II} \quad (2.9)$$

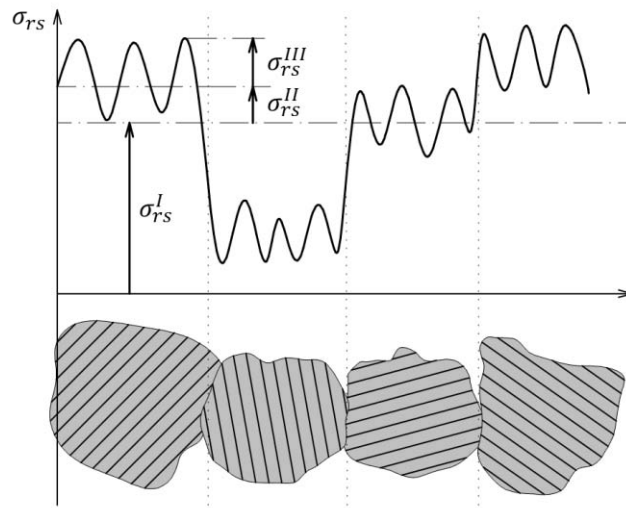


Figura 2.8. Definición gráfica del tipo de esfuerzos residuales.

Es posible determinar el estado de esfuerzos de un material implementando las técnicas difracción de rayos X, o neutrones[85], el análisis más común consiste en determinar el desplazamiento de los picos en el ángulo 2θ en para diferentes ángulos y direcciones de incidencia [80]. El método de $\text{sen}^2(\psi)$ es el más utilizado para la determinación del estado de esfuerzos, sin embargo, éste método se ve limitado cuando trabaja con materiales con orientación cristalina preferencial[84].

En el presente trabajo, la determinación de los esfuerzos residuales cercanos a la superficie fueron medidos en el equipo de difracción Proto iXDR en el Laboratoire Procédés et Ingénierie Mécanique et Matériaux del ENSAM, considerando el método de seno cuadrado ψ . La medición se realizó en el perímetro de la sección transversal cada 30° , de acuerdo con la configuración geométrica instrumento-probeta mostrada en la Figura 2.9. Tomando en cuenta los valores para el de aluminio, mostrados en la Tabla 3.1, la posición del plano (442) con un valor $2\theta = 137.5^\circ$ fue medido con un tubo de cobre con 20 kV y 5 mA como condiciones de operación. Diez ángulos ψ fueron distribuidos en un rango de $\psi = \pm 25^\circ$ con una oscilación $\beta = \pm 3^\circ$ para incrementar la estadística en las mediciones.

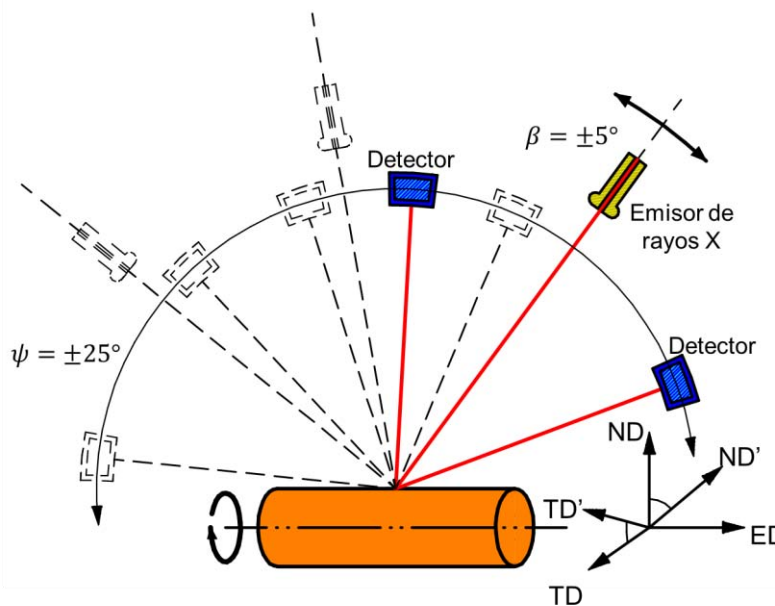


Figura 2.9. Configuración experimental para la determinación de esfuerzos residuales superficiales, las mediciones fueron realizadas paralelas a la dirección de extrusión (ED).

Una vez obtenidas las posiciones en la superficie (profundidad=0), se realizó la medición a 50, 200 y 450 μm de profundidad. Para lograr la profundidad deseada se implementó un sistema de desbaste electrolítico que permitiera controlar la magnitud del desbaste en una probeta con geometría circular. Para lograr dicho objetivo se aplicó una corriente de 4 A al electrolito Struers A2 para materiales no ferrosos; el tiempo del ataque es función de la profundidad deseada, aplicándose en intervalos y bajo agitación para conservar el sistema a temperatura ambiente.

Dada la limitante para medir en profundidad los esfuerzos residuales, como primer acercamiento para la medida de esfuerzos residuales al interior de la muestra, se realizaron medidas de deformación promedio en el volumen interior del material, en la BEAMLINe ID15B de la European Synchrotron Radiation Facility (ESRF), en Grenoble, Francia. Los experimentos de difracción se llevaron a cabo bajo una configuración estándar de transmisión [86], con un haz monocromático de 0.5 x 0.5 mm y con una diferencia de potencial de 87 keV ($\lambda = 0.1425 \text{ \AA}$).

La configuración geométrica utilizada en los experimentos es mostrada en la Figura 2.10, con las direcciones de extrusión (ED) y normal (ND) perpendiculares al haz incidente. Veintiún patrones de difracción fueron capturados a lo largo de la dirección normal (ND), yendo de -5 mm a +5 mm con un intervalo de distancia de 0.5 mm. Los anillos de Debye-Scherrer fueron capturados por un detector 2D (MAR 345, marXperts GmbH 22844 Nordest / Germany) con un tamaño de pixel de 150 x 150 μm , localizado a 1277.85 mm a partir del centro de la muestra.

Los patrones de difracción obtenidos fueron procesados en la paquetería FIT2D [87], y la distancia interplanar fue calculada como el valor medio entre puntos opuestos en los anillos de difracción; la distancia interplanar de referencia d_0 es el valor de dicha distancia para una muestra de referencia, sin deformación por ECAP.

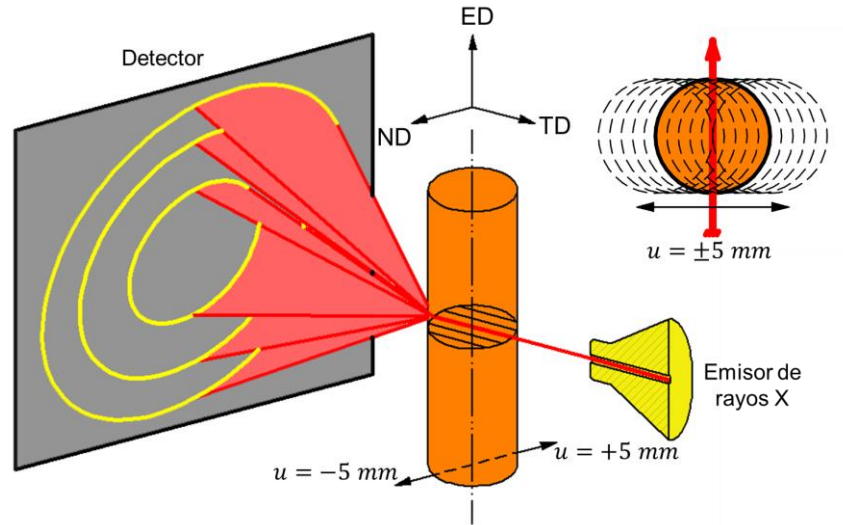


Figura 2.10. Configuración experimental de difracción mediante Sincrotrón, se realizaron 21 mediciones desplazando la probeta a lo largo de la dirección normal (ND).

2.5.5. Modelado mediante paquetería de elemento finito

Hasta el momento, no se ha reportado el estado de esfuerzos residuales para el ECAP, siendo el más parecido en este sentido es el trabajo de Mahmoodi *et al.*[78], quienes reportan un perfil de esfuerzos residuales para una lámina procesada por Equal Channel Angular Rolling (ECAR). Por esta razón, se realizó una simulación numérica haciendo uso de la paquetería de elemento finito SIMULIA Abaqus® [88] para comparar y correlacionar los resultados obtenidos. La deformación plástica fue simulada usando una geometría del dado, similar a la utilizada experimentalmente. El punzón fue considerado analíticamente rígido, y el canal discretamente rígido con elementos R3D4. La probeta fue modelada usando un análisis de esfuerzo 3D con hexaedros lineales de ocho nodos (C3D8R). Para prevenir la distorsión excesiva de la malla debido a la severa deformación inducida, y para reducir el tiempo computacional, se utilizó en la simulación una malla adaptativa y un factor de escalamiento de masa, respectivamente. El modelo 3D generado para la comparación de los resultados obtenidos se muestra en la Figura 2.11.

Las condiciones globales asignadas al material deformable para el análisis numérico fueron un comportamiento elasto-plástico, considerando endurecimiento por deformación, siendo independientes de la velocidad de deformación y temperatura. Un modelo Coulomb de fricción estándar se consideró para simular los efectos del contacto en la interacción dado-probeta, el coeficiente fue definido como $\mu=0.1$, [46] correspondiente a un proceso lubricado con MoS_2 .

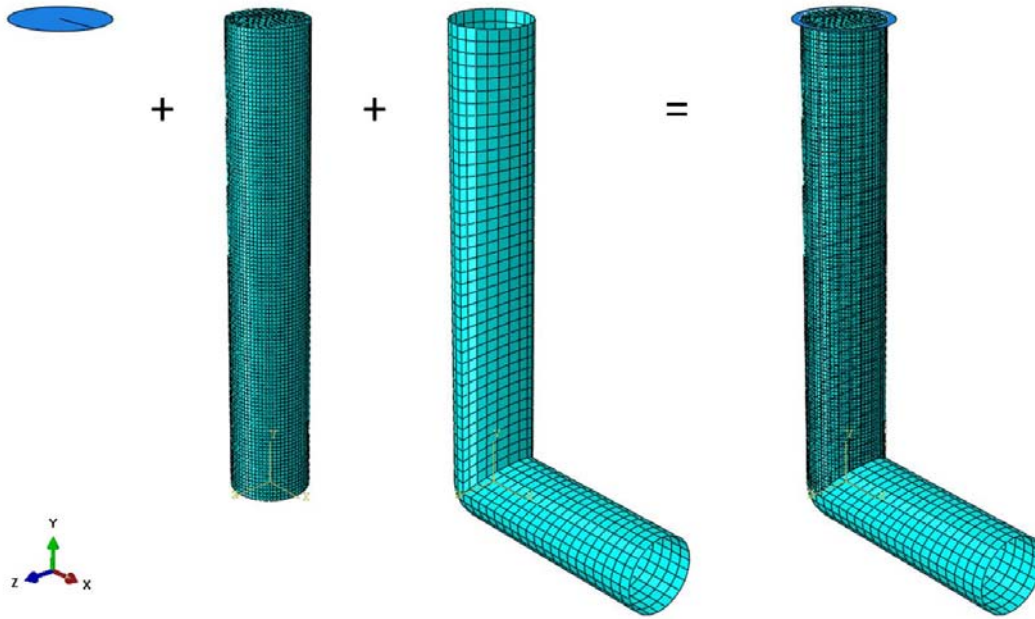


Figura 2.11. Construcción del modelo para simulación mediante paquetería de elemento finito.

Para continuar con la evaluación microestructural del material altamente deformado, se realizaron observaciones en diferentes microscopios electrónicos, dependiendo de las necesidades específicas del problema, se utilizaron microscopios electrónicos de transmisión o de barrido.

2.6. Microscopía electrónica de transmisión

La microscopía electrónica, ya sea de barrido (SEM por sus siglas en inglés) o de transmisión (TEM por sus siglas en inglés), se basa en la interacción de haz de electrones acelerados con el que se bombardea la materia de una muestra conductora.

En el caso de microscopía electrónica de transmisión, la observación se enfocó en el efecto del proceso en el refinamiento del tamaño general de grano, así como con los aspectos relacionados a la generación de subgranos, la concentración de dislocaciones y su efecto en la generación de granos con LAGB, es decir, detalles finos de las interfaces y de los granos obteniendo micrografías en campo claro. Adicionalmente, se obtuvieron patrones de difracción de electrones. Para los ensayos mencionados se empleó un microscopio electrónico de transmisión JEOL 1200EX del Laboratorio Universitario de Microscopía Electrónica (LUME) en el IIM-UNAM.

Adicionalmente, se obtuvieron micrografías de alta resolución (HR-TEM por sus siglas en inglés) en un MET JEOL 2010 a 200KV ubicado en la UAM-I que

permitieron observar detalles de dislocaciones, así como desorientaciones relativas entre cristales vecinos.

En ambos casos la preparación de las muestras se realizó en el equipo de Micromaquinado por Haz de Iones (MHI, FIB: Focused Ion Beam), JEOL JEM 9320-FIB del LUME.

Dado que la información obtenida mediante microscopía electrónica de transmisión es muy localizada, es decir, tiene una escala y estadística reducida, es necesario complementar dicha información con técnicas que incrementen tanto la escala como la estadística, tales como la microscopía electrónica de barrido.

2.7. Microscopía electrónica de barrido

Esta herramienta se ha vuelto de gran utilidad ya que sus posibilidades exceden la obtención de micrografías a grandes aumentos, pudiendo obtener un mayor beneficio de estos equipos tales como la orientación cristalográfica local de un material policristalino, como veremos en la sección 2.8.3.

La microscopía electrónica de barrido se utilizó con dos objetivos específicos. El primero, fue el estudio de las superficies de fractura (para los ensayos de la sección 2.12), y se realizó en dos equipos distintos, un HITACHI S3600, ubicado en el Laboratoire Procédés et Ingénierie Mécanique et Matériaux de la Ecole Nationale Supérieure D'Arts et Métiers (ENSAM), y un JEOL-6000 Benchtop ubicado en el IIM. El segundo objetivo, la obtención de mapas de orientaciones cristalográficas mediante difracción de electrones retrodispersados, fue realizada en el microscopio electrónico JEOL JEM7600FEG, equipado con un detector Bruker, en el LUME-UNAM. Con dicho mapa de orientaciones se propone obtener tanto los tamaños de grano, como la textura cristalográfica asociada a las muestras evaluadas.

2.8. Textura cristalográfica

La mayoría de los materiales no están compuestos por un solo cristal, por el contrario, pueden formar pequeños cristales, los cuales tendrán su propia orientación cristalográfica. Dichas orientaciones pueden ser aleatorias o tener alguna orientación preferencial respecto a una dirección en particular, este patrón de orientaciones determina la textura cristalográfica del material. Se tienen 4 categorías principales: textura aleatoria (random), de fibra, biaxial, y monocristal.

Para una textura aleatoria, mostrada en la Figura 2.12a, no existe orientación preferencial alguna. En el caso de una textura de fibra (Figura 2.12b), una dirección de la mayoría de los granos es paralela a una dirección de referencia; los cristales con textura de fibra presentan simetría rotacional respecto al eje de la fibra. En una textura biaxial (Figura 2.12c) existen dos direcciones preferidas, mientras que para una textura de monocristal (Figura 2.12d), se tienen bien definidos los ejes del mismo [89]. En caso de existir una orientación de los mismos, se puede tener efecto en las propiedades mecánicas del material al inducir anisotropía cristalográfica [82], [83], [90], [91].

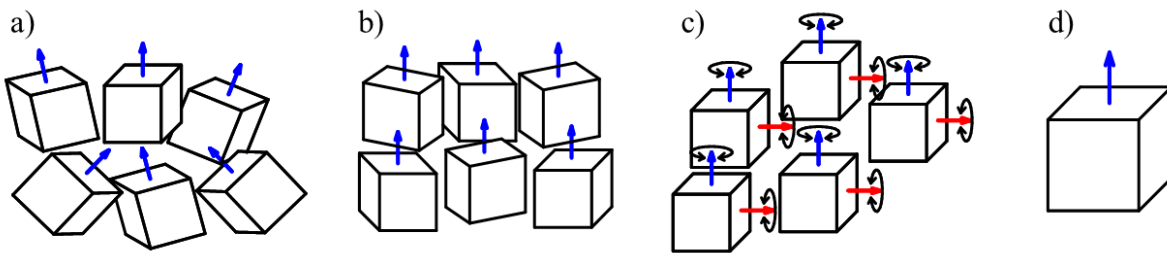


Figura 2.12. Calcificación esquemática de la textura cristalográfica. a) Aleatoria, b) de fibra, c) biaxial y d) de monocristal.

La determinación de la textura cristalográfica, se puede realizar principalmente mediante difracción de rayos X (convencionales o de alta energía), o difracción de electrones retrodispersados.

2.8.1. Orientación y desorientación

Sin importar la técnica implementada, los datos de orientaciones obtenidos pueden ser representados por los ángulos de Euler ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$), relacionados con la orientación general del sistema, es decir, con la muestra analizada. La orientación de un cristal dentro del material se muestra en la Figura 2.13, con el sistema de referencia general asociado a la muestra (E_1, E_2, E_3) y el sistema local asociado al punto (e_1, e_2, e_3). La intersección de la superficie (E_1E_2) y la superficie (e_1e_2) es llamada la línea de nodos (N). Los tres ángulos son los ángulos de Euler del cristal definidos por Bunge donde φ_1 es el ángulo ente el eje E_1 y la línea de nodos (N); Φ es el ángulo entre E_3 y el eje e_3 ; φ_2 es el ángulo entre la línea de nodos (N) y el eje e_1 . Los ángulos φ_1 y φ_2 se definen entre 0 y $\pi/2$, mientras que Φ lo hace entre 0 y π .

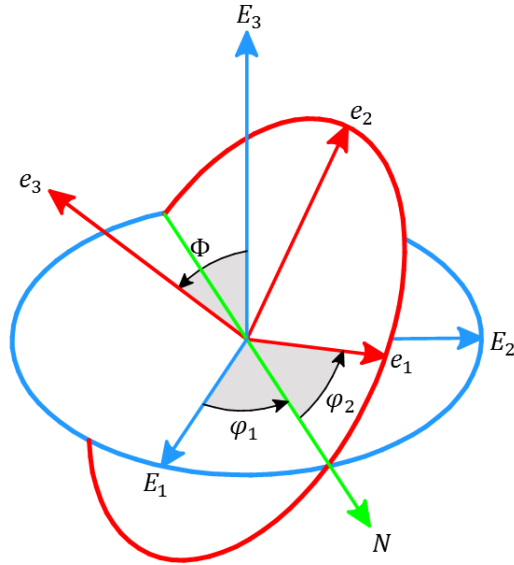


Figura 2.13. Definición de los ángulos de Euler a partir de un sistema de referencia general.

La desorientación es la diferencia entre la orientación cristalográfica de dos puntos analizados, es decir, es la transformación necesaria para pasar de una orientación cristalina a la otra. En el caso de microtextura, es la definición de la posición (x,y) de pixeles contiguos, mientras que para macrotextura, la dirección definida por (α, β) .

2.8.2. Macrotextura

Uno de los métodos más comunes para determinar la orientación de los cristales dentro del material es la obtención de la figura de polos mediante rayos X[89], y puede llevarse a cabo en un equipo de rayos X convencionales cuyos mecanismos móviles permitan alcanzar los grados de libertad necesarios para su medición.

Partiendo del hecho de que todos los planos de un cristal pueden ser representados por un conjunto de direcciones normales a los planos cristalinos desde un punto dentro del cristal, se puede colocar el centro de una esfera coincidente con éste último e interceptar las normales con la superficie de la esfera, dichas intersecciones se les conoce como polos. La superficie de la esfera puede ser proyectada en un plano, como por ejemplo el esquema estereográfico de proyección equiangular, en el cual se conservan las relaciones angulares entre la posición de los polos. Esta representación se muestra en la Figura 2.14, en el cual se proyectan exclusivamente la familia de planos (111), en la superficie superior de la esfera (Figura 2.14a), y (Figura 2.14b) en el plano ecuatorial de la misma. La posición de cada polo en una proyección estereográfica está definida por dos ángulos, el ángulo x medido desde el centro de la figura de polos y el

ángulo azimutal. Una figura de polos representa la distribución de intensidad de difracción de un (hkl) con 2θ constante para todas las direcciones. Esta intensidad es proporcional al número de planos que difractan, en consecuencia, revela la probabilidad de encontrar la normal de una familia de planos (hkl) como función de la posición de la muestra[89].

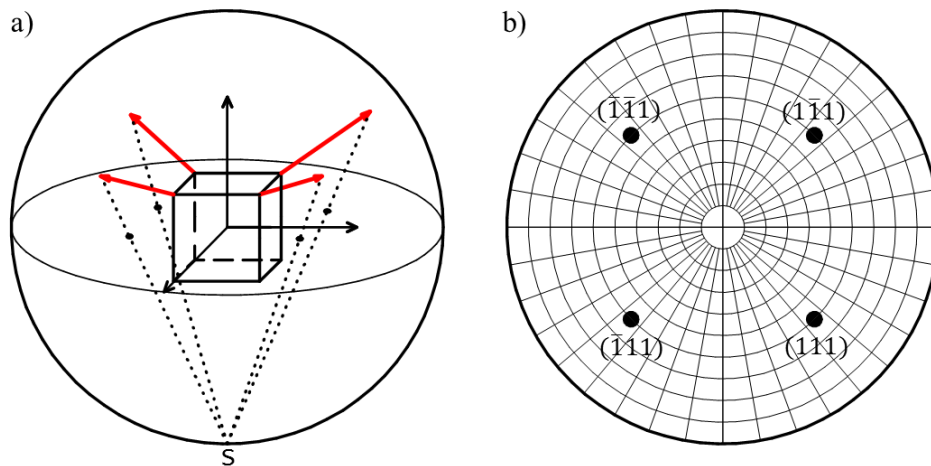


Figura 2.14. a) Proyección estereográfica de los planos {111} de un sistema cúbico. b) Proyección en el plano ecuatorial de los polos {111}.

Con el fin de observar la evolución de la textura cristalográfica a lo largo de todo el proceso de deformación definido por las 6 pasadas y el material original (0 pasadas), se midió la textura cristalográfica en un plano NP para cada uno de las pasadas, mediante la Difracción de Rayos X (DRX).

La obtención de los datos para la generación de las figuras de polos se llevó a cabo en el difractómetro Rigaku Ultima-IV, descrito en la sección anterior, en modo “in plane” con valores para α de 0.5 a 90° y un paso de 0.4° ; y β de 0 a 360 a una velocidad de avance de 120°min^{-1} , y de acuerdo con lo mostrado en la Figura 2.15. Tales condiciones permitieron obtener una figura de polos completa con una excelente calidad, que permite generar la figura de polo desde cualquier orientación. Las familias de planos estudiadas fueron {111}, {100} y {110}.

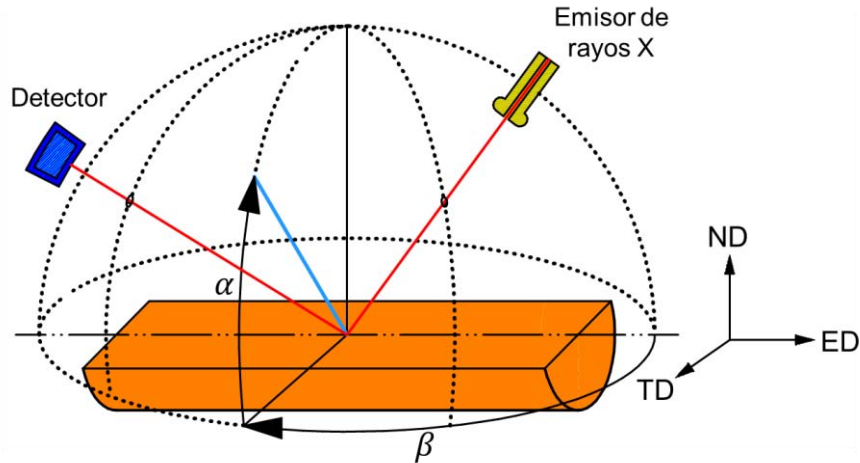


Figura 2.15. Geometría para la obtención las figuras de polos.

Los datos para la construcción de la figuras de polo experimentales deben ser sometidos a un proceso de suavizado, eliminación de ruido y exportación, necesario para el análisis de textura. Dicho proceso se realizó en el programa 3DExplore®.

Con ayuda de la paquetería comercial MatLab® en conjunto con la caja de herramientas alemana de uso público MTEX [92], se generaron las funciones de distribución de orientaciones (ODF por sus siglas en inglés) para cada una de las pasadas, que representan matemáticamente la orientación de los cristales respecto al sistema de la probeta. La generación de las ODFs permite obtener además figuras de polos y figuras inversas de polos calculadas.

La información obtenida de esta técnica permite analizar de manera global la textura cristalográfica del material, sin embargo, es posible obtener más detalle con la implementación de técnicas más complejas que permitan identificar dichas orientaciones con una mayor resolución, es decir, las orientaciones locales dentro del material.

2.8.3. Microtextura

Existen diversos métodos que permiten medir las orientaciones locales de la microestructura, sin embargo, una de las más utilizadas actualmente es la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD: Electron Backscattered Diffraction), en un microscopio electrónico de barrido. Dicha herramienta sirve para determinar la orientación cristalográfica punto a punto y construir un mapa de orientaciones, a partir del cual obtener la desorientación relativa entre los granos y subgranos, y la fracción de HAGB y LAGB[93].

Las orientaciones cristalográficas locales en los granos de materiales mono y policristalinos pueden ser determinados por la técnica de EBSD. En el caso de un material policristalino, el haz de electrones es focalizado en una zona específica de la muestra, una parte de los electrones es retrodispersados y difracta sobre un detector de fósforo. El diagrama de difracción obtenido se le conoce como diagrama de difracción de Kikuchi, dentro de éste cada par de líneas corresponde a una familia de planos del cristal impactado y la distancia interplanar está relacionada con el espaciamiento de las mismas. A partir de dichos diagramas, se puede definir la orientación cristalográfica local, así como el tamaño de red del cristal. La técnica requiere que la muestra sea inclinada 70° respecto al haz incidente con la intención de coleccionar la mayor cantidad de electrones retrodispersados en el detector. Un mapa de orientaciones es obtenido entonces mediante el barrido del área seleccionada de la muestra.

2.8.3.1. Preparación de muestras para EBSD

La técnica EBSD involucra una interacción del haz de electrones con los primeros 20-50 nm de la muestra, la adquisición de medidas de calidad requiere de una muestra bien pulida y no deformada, la demanda de estas condiciones resulta contraria a la naturaleza de las muestras sometidas a deformación plástica severa. Pese a ello, la herramienta puede ser utilizada para la obtener información relacionada con la deformación local del material.

La preparación de las muestras para EBSD de muestras deformadas es entonces un proceso complicado que se conforma generalmente de un pulido mecánico grueso, un pulido mecánico fino, y dependiendo de las características de la muestra, un ataque electroquímico o un ataque con haz de iones [93]–[95].

Las especificaciones respecto al pulido mecánico grueso son generales para todos los materiales, sin embargo, el pulido fino y el acabado tienen diferentes variables que no permiten definir completamente las condiciones para un material en específico [93], [95]–[97]. Posterior a la obtención de las probetas cortadas con disco abrasivo de diamante, el pulido mecánico se realizó de acuerdo con la metodología presentada en la Tabla 2.2. Como procedimiento final se realizó un ataque electroquímico en una solución de 80% etanol-20% ácido perclórico, con una diferencia de potencial de 20 V, durante 10 segundos.

Tabla 2.2 Metodología de preparación de muestras para EBSD.

Paso	Método	Lubricante	Tiempo (min)
1	Papel Abrasivo SiC 600	Agua	2-5
2	Papel Abrasivo SiC 1200	Agua	2-5
3	Papel Abrasivo SiC 2400	Agua	5-10
4	Solución de diamante 3um	Agua destilada	10-20
5	Solución de diamante 1um	Agua destilada	10-20
6	Silica Colidal 0.05 um	Agua destilada	20-30

Habiendo descrito las técnicas de caracterización microestructural que se desarrollaron en el presente trabajo de investigación, se continúa ahora con la descripción de las técnicas de evaluación mecánica.

2.9. Medición de dureza

La dureza de un material es una medida de su capacidad de resistencia, en el caso particular de este trabajo, se realiza mediante un ensayo de microdureza convencionalmente utilizada para verificar haber alcanzado un estado de saturación en las propiedades mecánicas del material sometido a deformación plástica severa. Así, una vez efectuado el proceso de deformación plástica severa, se realizaron en el plano NP 10 mediciones de microdureza que son presentadas en el plano formado por la dirección de extrusión y la dirección transversal, tal como se muestra en el corte 1 en la Figura 2.5. El corte de las muestras debe ser lo más paralelo posible entre la base y el plano en el que se realizará la muestra, un pulido mecánico convencional es requerido para efectuar de manera precisa dichas mediciones [98].

Asimismo, esta técnica puede ser explotada para cuantificar tanto la severidad de un proceso de deformación, como la homogeneidad de los materiales altamente deformados obtenidos en dichos procesos mediante el mapeo de dureza en diferentes regiones de interés [99]–[103]. En consecuencia, se realizó un mapeo de microdureza en la sección transversal de las probetas con 0, 1 y 6 pasadas. Para ello se cortaron dichas probetas de forma tal que las mediciones se realizaran sobre el plano de extrusión (Figura 2.16). Las probetas cortadas fueron montadas en resina-catalizador (KM-V) para montaje en frío, la cual registra temperaturas inferiores a 60° durante el proceso de catálisis. Un pulido mecánico es requerido previo a la ejecución de las mediciones.

El mapeo se realizó en el Laboratoire Procédés et Ingénierie Mécanique et Matériaux de la Ecole Nationale Supérieure D'Arts et Métiers (ENSAM), en el equipo de medición de microdureza Matsuzo modelo MMT-X7A, aplicando una carga sostenida de 100 g durante 10 s en una retícula cuadrada de 0.5 mm de arista.

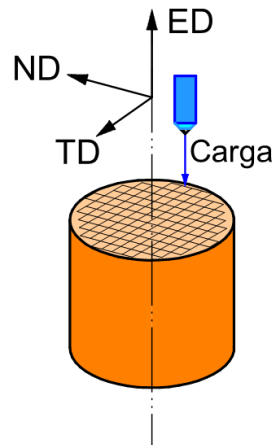


Figura 2.16. Configuración para mapeo de microdureza.

Además de la medición promedio y el mapeo de microdureza, se evaluaron dos condiciones extremas. La primera fue la compresión dinámica, sin embargo, para tener un punto de comparación, es necesario también realizar ensayos de compresión en un rango de rapidez de deformación muy reducido.

2.10. Ensayos de compresión cuasiestática

Los ensayos de compresión cuasiestática tienen como objetivo determinar la respuesta de un material bajo sollicitaciones de compresión uniaxial a rapidez de deformación muy baja.

Las dimensiones de las probetas cilíndricas, 8mm de diámetro y 8 mm de longitud, obedecen a las dimensiones necesarias para realizar los ensayos de compresión a rapidez de deformación muy elevada en Barras de Hopkinson.

Los ensayos de compresión en condiciones cuasiestáticas se realizan usualmente en máquinas de tracción-compresión, dichas máquinas pueden ser mecánicas o hidráulicas. En el presente trabajo se utilizó una máquina hidráulica de la marca MTS, equipada con una celda de carga de 100 kN, mostrada en la Figura 2.17. Dicha máquina está compuesta por partes mecánicas, mecanismos de activación y elementos de adquisición de datos.

La parte mecánica de la máquina consta de la base y las columnas que guían la trabe, dicha trabe permite ajustar la altura del sistema en función del tamaño

de las probetas a ensayar y las herramientas de montaje. Sujeto a la trabe se tiene el pistón hidráulico, al final del cual se encuentra un plato de compresión. En el lado opuesto, se tiene sobre la base un dispositivo de alineación que garantiza el paralelismo entre los platos de compresión, sobre éste se encuentra la celda que mide la carga aplicada.

El mecanismo de acción consiste en un sistema hidráulico que activa el pistón.

El sistema de adquisición consta de la celda que mide la carga, un sensor de desplazamiento, una tarjeta de adquisición y una computadora.



Figura 2.17. Máquina hidráulica MTS, con una celda de carga de 100 kN.

Para evaluar el comportamiento mecánico del material a rapidez de deformación mucho más elevada que aquella en condiciones cuasiestáticas es necesario otro dispositivo experimental.

2.11. Ensayos de compresión a rapidez de deformación muy elevada

Hopkinson diseñó un banco de ensayos que con la ayuda de una barra cilíndrica que permitiera realizar medidas de presión en los cañones de pistolas, posteriormente, Kolsky retomó el concepto y colocó una probeta entre dos de esas barras con la finalidad de cuantificar el comportamiento mecánico de un material bajo condiciones dinámicas. El dispositivo creado y utilizado en el presente trabajo es llamado Barras de Hopkinson, barras de Kolsky o SHPB (Split Hopkinson Pressure Bars).

El dispositivo experimental consta de tres partes. El módulo de carga, el conjunto barras-probeta, y el sistema de adquisición de datos.

El módulo de carga mecánica está compuesto de un cañón de gas (aire comprimido) y de un proyectil. El proyectil es un cilindro metálico de elevado módulo elástico. Antes del disparo, el depósito del cañón se llena con aire a presión, el proyectil es entonces impulsado al liberar el aire del depósito. La velocidad de impacto depende entonces exclusivamente de la presión y de las características físicas y geometría del cañón y del proyectil.

Las barras de entrada y salida, inicialmente en reposo se encuentran en contacto con la probeta a ensayar. Al recibir el impacto, a través de ellas se propagan las ondas mecánicas que deforman la probeta. Para favorecer la propagación unidireccional de las ondas, el proyectil y las barras tienen una forma cilíndrica. Es preferible que las barras y el proyectil tengan las mismas características físicas y mecánicas. Usualmente, las barras tienen el mismo diámetro que el proyectil, pero tienen el doble de longitud. La probeta a ensayar es generalmente cilíndrica, de algunos milímetros de espesor, con un diámetro inferior al de las barras.

Las caras en los extremos de las barras y de la probeta deben estar completamente planas y paralelas con la finalidad de no perturbar la propagación de las ondas mecánicas. Las barras de entrada y salida se apoyan sobre cojinetes, y deben estar perfectamente alineadas para reducir las perturbaciones tales como la fricción o la generación de ondas de flexión derivada de superficies no paralelas.

El sistema de adquisición de datos para efectuar los ensayos está compuesto por las galgas de deformación, un puente de Wheatstone, un amplificador de señal provisto de un filtro, y una tarjeta de adquisición. Este conjunto permite medir la deformación de las barras asociada a las ondas mecánicas que se propagan a través de ellas.

Las galgas de deformación miden la evolución de la resistencia linealmente en función de la deformación. Usualmente, se pegan dos galgas a la mitad de las barras de entrada y salida, diametralmente opuestas y colineales con el eje de las barras. Esto, con el fin de filtrar las perturbaciones ligadas a la flexión de las barras, considerando únicamente la componente axial.

Para cada una de las galgas, el factor de galga G_j , definido por la relación $\frac{\Delta R}{R} = G_j \times \varepsilon$, hace el enlace entre la resistencia en la galga y la deformación. Un puente de Wheatstone puesto en medio puente es usualmente utilizado para medir la

variación en la resistencia de las galgas. En la Figura 2.18, las resistencias R1 y R4 son las galgas instaladas sobre las barras. El valor R+DR con la variación de resistencia dR indica la deformación de las barras. Las resistencias R2 y R3 son resistencias del mismo tipo instaladas en un trozo de barra con las mismas características que las barras utilizadas para el ensayo, estas resistencias permiten corregir automáticamente las variaciones en la resistencia derivadas de dilataciones térmicas del material. Así, con los valores de resistencia, se puede encontrar la diferencia de potencial de salida del puente.

$$U_S = \left(\frac{R_4}{R_2+R_4} - \frac{R_3}{R_1+R_3} \right) U_E \quad (2.10)$$

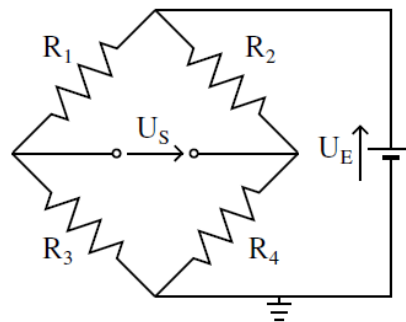


Figura 2.18. Puente de Wheatstone. R1 y R4 se colocan sobre las barras de ensayo, mientras que R2 y R3 en barras separadas para eliminar el efecto de la temperatura.

Así, al considerar el factor galga y la ganancia del amplificador (G_A) la deformación está determinada por

$$\varepsilon = \frac{2G_A}{G_j} \times \frac{U_S}{U_E} \quad (2.11)$$

Para una medida en la velocidad de impacto, se utilizan foto transistores en el cañón. De esta forma, se puede calcular la velocidad conociendo la distancia entre los fototransistores.

Dado que el tiempo en el que se desarrolla el ensayo está dentro del orden de microsegundos, es necesario utilizar amplificadores con umbrales de adquisición del orden de MHz.

2.11.1. Características del banco utilizado

Los ensayos de compresión bajo condiciones dinámicas fueron realizados en el Laboratoire Procédés et Ingénierie Mécanique et Matériaux del ENSAM.

Las barras de entrada y salida tienen una longitud de 2 m y un diámetro de 38.2 mm, la masa de cada una de ellas es de 17.87 kg. Las galgas fueron colocadas a la mitad de cada barra, es decir, a 1 m de la interfase con la probeta. El proyectil

es del mismo material que las barras, con una longitud de 600 mm con un diámetro de 30 mm, ajustado mediante maquinado para ajustar a las medidas del cañón. Para limitar el desplazamiento de la barra de salida sin dañarla, se colocó un amortiguador regulable MA3350EUM.

Dado que la presión necesaria para los ensayos es inferior a los 7 bar, el sistema de aire comprimido del laboratorio puede ser utilizado. El sistema instalado para generar el disparo cuenta con un actuador automático en el cual se debe seleccionar la presión deseada, si la presión en el depósito es menor a la deseada éste permite el ingreso de aire, una vez alcanzado el valor seleccionado, se detiene la admisión y se puede realizar el disparo (Figura 2.19).

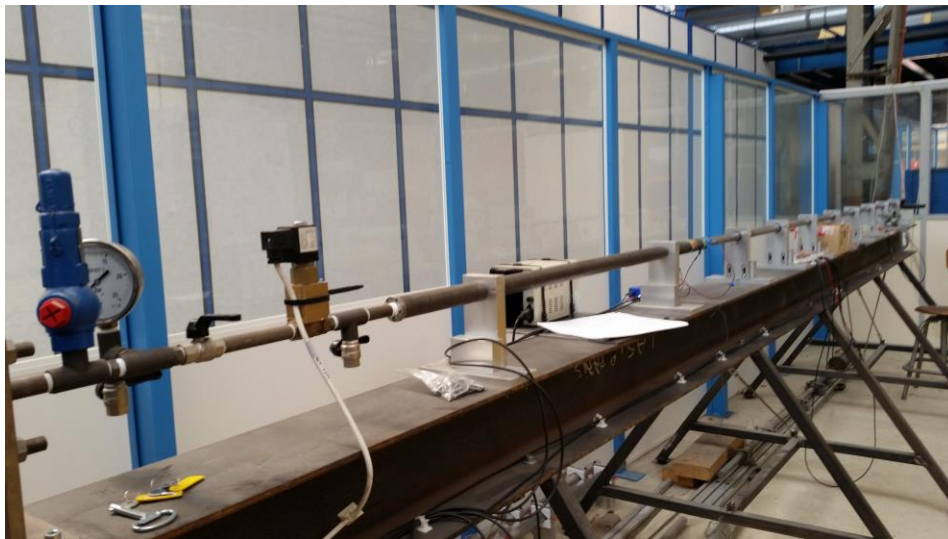


Figura 2.19. Banco de ensayos de compresión a rapidez de deformación muy elevada. Laboratorio ENSAM, Francia.

La segunda condición evaluada fue relativa a la resistencia a la fatiga gigacíclica.

2.12. Ensayos de fatiga a muy alto número de ciclos

Actualmente existe una creciente demanda de investigar el régimen de muy altos ciclos de fatiga (VHCF por sus siglas en inglés), mayores a 10^7 ciclos, con la intención de mejorar la confiabilidad en cálculos de diseño. Es por ello que las muestras obtenidas serán sometidas a un régimen de altos ciclos de fatiga a una frecuencia de 20 kHz [104]. Las capacidades del proceso de SPD aquí propuesto, para mejorar las propiedades del material sujeto a fatiga no han sido exploradas hasta el momento, pese a la posibilidad de registrar una mejora en esta propiedad[2].

2.12.1. Presentación de la máquina de fatiga ultrasónica

Para realizar los ensayos de fatiga de una manera eficiente, se utilizó una máquina de fatiga ultrasónica. Los ensayos de fatiga ultrasónica se ejecutaron a una frecuencia aproximada de 20 kHz, este valor de frecuencia permite alcanzar el dominio de un elevado número de ciclos en un tiempo razonable. Por ejemplo, para alcanzar 10^9 ciclos, son suficientes 14 horas de ensayo, mientras que tomaría más de cuatro meses a una máquina de fatiga hidráulica convencional con una frecuencia aproximada de 100 Hz.

La máquina de fatiga ultrasónica se compone de cuatro elementos principales (Figura 2.20):

- 1.- Un generador de tensión, controlado por la computadora, que entrega una tensión sinusoidal a una frecuencia aproximada de 20 kHz.
- 2.- Un convertidor elaborado de un material piezoeléctrico que permite transformar la diferencia de potencia entregada por el generador, en una vibración mecánica longitudinal a la misma frecuencia. En función de la diferencia de potencial, la amplitud de la vibración en el extremo del convertidor puede variar entre 1 y $15 \mu m$.
- 3.- Un sonotrodo ultrasónico que permite amplificar la amplitud de vibración, es colocado en el extremo del convertidor. El coeficiente de amplificación, que es la relación entre el desplazamiento en el extremo libre y el desplazamiento impuesto por el convertidor piezoeléctrico, y la gama de la amplitud de vibración en el extremo libre del sonotrodo, dependiendo de la geometría del mismo.
- 4.- La probeta de ensayo se fija en el extremo libre del sonotrodo. Este dispositivo, permite obtener un esfuerzo medio nulo, y en consecuencia, un coeficiente $R = \frac{\sigma_{min}}{\sigma_{máx}}$ igual a -1.

Cada elemento en la máquina, así como la probeta, debe estar dimensionado para vibrar en un modo longitudinal de tracción compresión a una frecuencia de 20 kHz. La distribución de esfuerzos es calculada en función de la geometría de la probeta para fatiga ultrasónica, y de la frecuencia de vibración de la máquina. La magnitud del esfuerzo encuentra su punto más alto a la mitad de la probeta y disminuye rápidamente hacia los extremos de la misma de tal forma que, el centro de la probeta es el nodo de vibración (amplitud de desplazamiento nulo). La amplitud del esfuerzo máximo generado en el centro de la probeta varía en función de la amplitud impuesta en el convertidor, del sonotrodo utilizado y de la geometría de la probeta.

La máquina de fatiga es controlada para trabajar en un umbral de frecuencia de 19.5 a 20.5 kHz, en el caso de aparición de una fractura de tamaño importante o de calentamiento de la probeta, la rigidez de la misma disminuye, en consecuencia, la frecuencia de vibración propia cambia y la frecuencia de vibración del sistema cae. Cuando dicha frecuencia sale del umbral determinado, el esfuerzo ya no es controlado, y el sistema se detiene automáticamente.

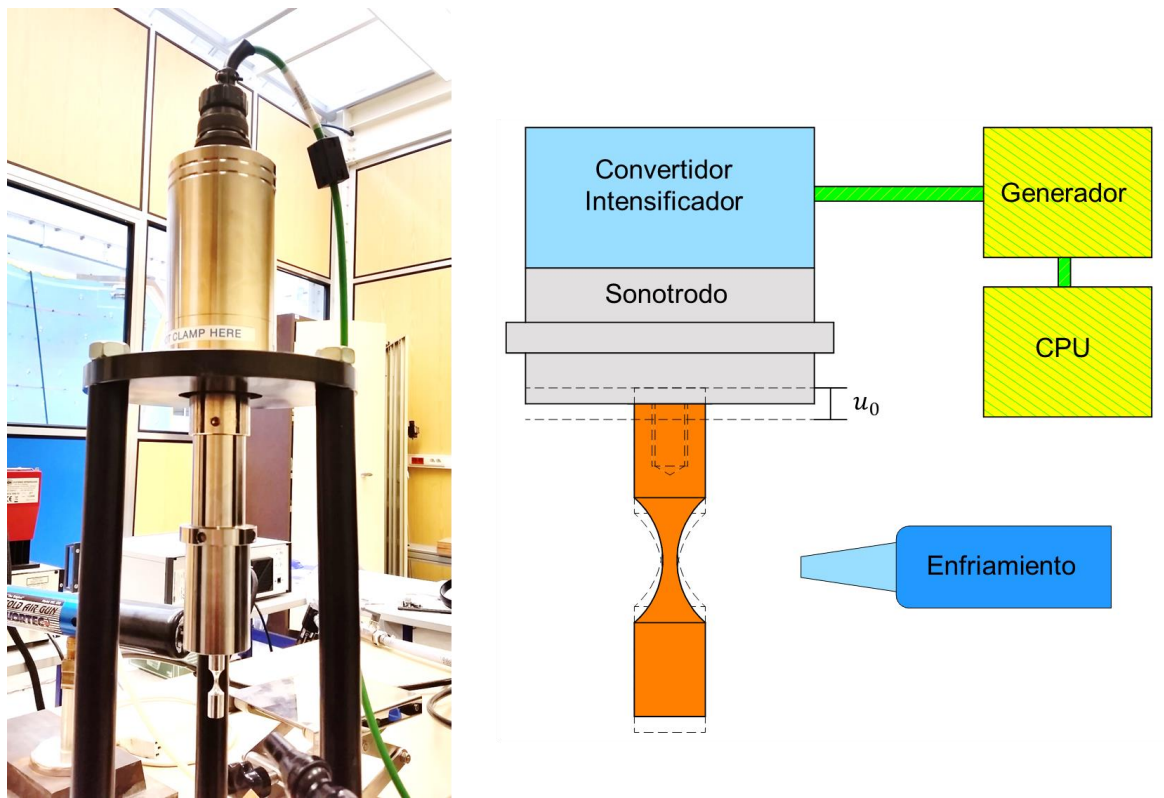


Figura 2.20. Dispositivo experimental para ensayos de fatiga a muy elevado número de ciclos.

2.12.2.Efecto de la temperatura

La temperatura de la probeta se eleva durante el ensayo de fatiga. Sobre todo, durante un ensayo de fatiga ultrasónica, donde la frecuencia de sollicitación es muy elevada, 20 kHz. La temperatura en la probeta aumenta entonces muy rápidamente generando como consecuencia una disminución en la resistencia a la fatiga. Para evitar el efecto de la temperatura en el ensayo de fatiga ultrasónica se tienen dos métodos:

1.- Someter a la probeta a sollicitaciones por bloques, es decir, “pulso y pausa”. La probeta es sollicitada por bloques a un cierto número de ciclos determinado y limitado para que la temperatura de la probeta no aumente demasiado. El

número de ciclos de cada bloque está en función de la magnitud del esfuerzo aplicado, y del material. Entre los bloques de sollicitación, la máquina se detiene, lo cual permite a la probeta enfriarse con la ayuda de un chorro de aire comprimido, o un ventilador en caso de ser necesario. En consecuencia, la temperatura de la probeta se mantiene entre 20°C y 25°C durante los ensayos.

2.- Enfriamiento con un chorro de aire comprimido. La probeta es sollicitada de forma continua hasta la fractura. Durante el ensayo, la probeta es enfriada por un chorro de aire comprimido y seco a -3°C. La temperatura de la probeta es entonces mantenida cerca de la temperatura ambiente durante el ensayo, excepto durante la última fase antes de la ruptura, la fase de propagación de la fisura, durante la cual la temperatura de la probeta tiende a aumentar. Bajo el régimen de VHCF, la duración de esta etapa es despreciable, por lo que se considera que la temperatura no tiene influencia en la resistencia de las probetas sometidas a fatiga ultrasónica.

En este estudio, para evitar las variaciones de temperatura, durante los ensayos se utilizó el segundo sistema de enfriamiento, chorro de aire comprimido y seco, con la ayuda de una pistola de aire enfriado (Vortex – 25 SCFM/ ¼”NTP). Las probetas son entonces sometidas a sollicitación de forma continua, a una amplitud de desplazamiento, hasta la ruptura.

2.12.3. Dimensionamiento de las probetas

En el ensayo de fatiga ultrasónica, se utilizaron probetas cilíndricas con sección transversal variable, por un lado, la geometría de las probetas procesadas por ECAP son cilíndricas; y por otro, se tiene que la magnitud del esfuerzo sobre la superficie de una probeta de una sección perpendicular con el eje de la probeta es idéntica. Las probetas fueron sujetas al sonotrodo mediante un tornillo con un diámetro de 5mm. La longitud de la sección variable ($L_2= 15.4$ mm), los diámetros en los dos extremos ($D_2= 10$ mm), el diámetro en el centro de probeta ($D_1= 2$ mm), y la longitud en los extremos ($L_1= 13.2$ mm) son limitados principalmente por las características geométricas y precalculadas por análisis mediante paquetería de elemento finito. La geometría es presentada en la Figura 2.21.

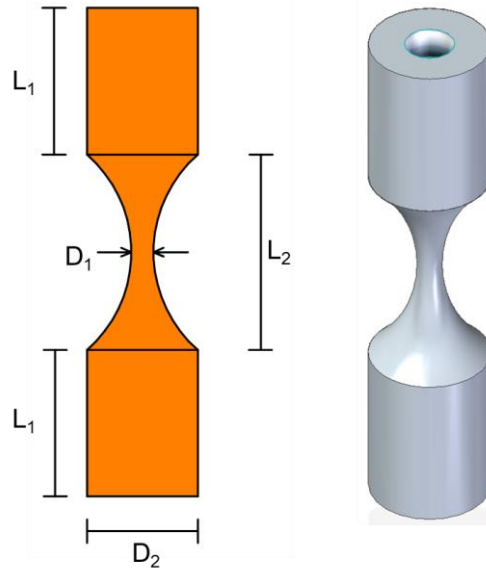


Figura 2.21. Geometría de la probeta para ensayos de fatiga.

Una vez que la probeta es predimensionada, se debe ensayar en la máquina de fatiga ultrasónica. La frecuencia de vibración del sistema (convertidor piezoeléctrico, sonotrodo y probeta) es de 19.9 kHz. La distribución del desplazamiento y del esfuerzo a lo largo de la probeta son determinados por un cálculo en vibración forzada con la ayuda de un modelo tanto unidimensional (presentar en un anexo), como por un modelo axisimétrico mediante paquetería de elemento finito.

En la simulación mediante paquetería de elemento finito, Abaqus®, un extremo de la probeta es impuesta una amplitud de desplazamiento de $1 \mu\text{m}$ a una frecuencia de 19.9 kHz, en consecuencia, la probeta es solicitada en tracción-compresión.

2.12.4. Modelado del comportamiento de la probeta

El modelado numérico del comportamiento de la probeta se debe realizar en paralelo al dimensionamiento dado que se deben considerar las limitaciones tanto de la máquina, como del proceso de maquinado. Así, una vez determinadas las dimensiones iniciales de las probetas se debe realizar un análisis de frecuencia libre del sistema, para comprobar que el sistema no tiene una frecuencia natural que coincida con la frecuencia de trabajo de la máquina. Sin embargo, adicional al cálculo numérico, se requiere maquinar una probeta y realizar una prueba física.

Dadas la simetría del sistema, para el modelado numérico del problema se consideró un modelo axialmente simétrico. La geometría de las probetas se

muestra en la Figura 2.22. Las propiedades mecánicas de la sección 1 y 2 corresponden al acero y aluminio, respectivamente, indicadas en la Tabla 2.3.

Tabla 2.3 Propiedades asignadas para el modelado de la probeta de fatiga.

	Acero	Aluminio
$E \text{ GPa}$	210	69
$\rho \text{ kg/m}^3$	7800	2690

El rango de análisis de frecuencia se fijó de 15000 a 25000 Hz. Los elementos que simulan el tornillo de sujeción y la probeta son considerados elementos axialmente simétricos de 4 nodos, deformables, y de geometría predominantemente rectangular (CAX4R). Teniendo en total 21000 elementos y 21471 nodos.

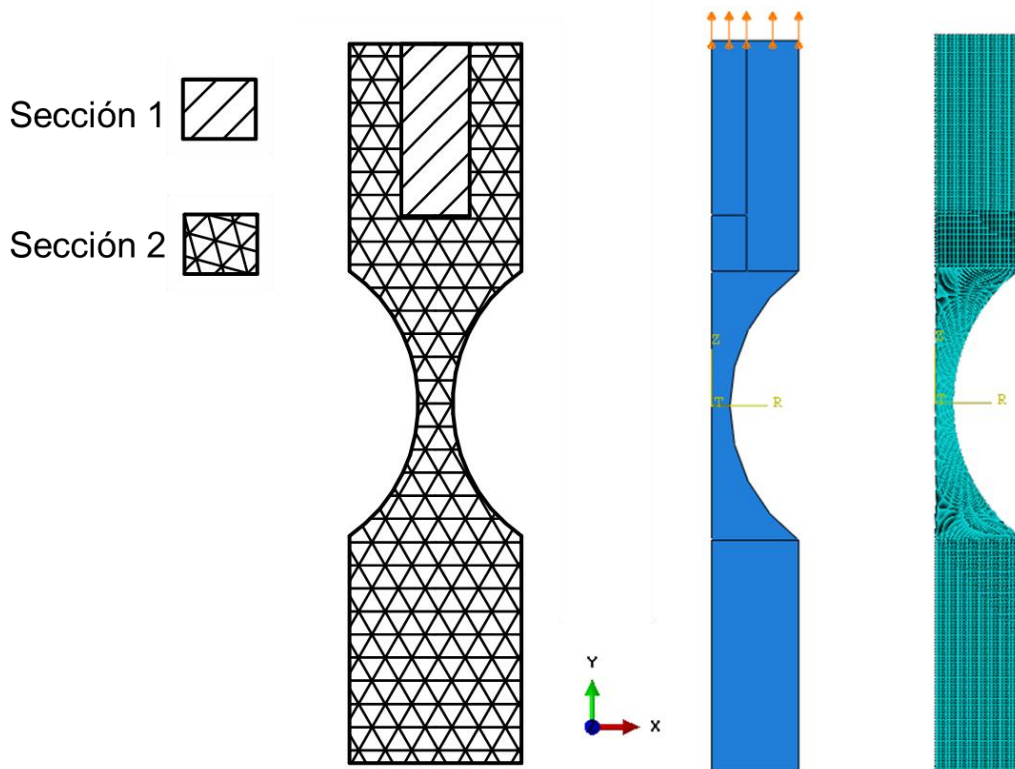


Figura 2.22. Modelo axisimétrico de probeta para ensayo de fatiga a muy elevado número de ciclos.

2.12.5. Calibración de la máquina

Para calibrar el sistema de sollicitación (convertidor, sonotrodo, probeta) se utiliza un vibrómetro láser. El principio de la calibración es determinar, en función de una diferencia de potencial aplicado al convertidor piezoeléctrico, los desplazamientos en la base del sonotrodo y de la probeta.

Para una diferencia de potencial de (que corresponde a $8.4 \mu m$ en la computadora) a una frecuencia de 19.9 kHz, se tiene en la base del sonotrodo una amplitud de sinusoidal de $3.4 \mu m$.

El comportamiento entre la diferencia de potencial impuesta es lineal con la amplitud del desplazamiento en el extremo libre del sonotrodo, a partir de ello, se determina la amplitud de desplazamiento a la que es solicitada la probeta. El comportamiento de la magnitud de los esfuerzos en la probeta es también lineal respecto al desplazamiento impuesto en uno de los extremos, en consecuencia, se puede determinar el esfuerzo uniaxial al cual está siendo solicitada la muestra en función de la diferencia de potencial impuesta.

Para evitar la sobrecarga en los primeros ciclos, la máquina aplica progresivamente la amplitud determinada. Se ha observado que dicho régimen tiene una duración aproximada de 50 ms, el cual corresponde a aproximadamente los primeros 1000 ciclos [104].

El desplazamiento horizontal a la mitad de la probeta y al extremo libre de la probeta fue también medido para verificar una eventual presencia de flexión. Las señales de desplazamiento horizontal son más débiles que la sensibilidad del apuntador láser ($0.3 \mu m$), por lo tanto, se considera que los desplazamientos horizontales son nulos y, en consecuencia, estar bajo un régimen únicamente de tracción-compresión.

3. Resultados y Discusión

A continuación, se presentan las evidencias obtenidas en la sección experimental, éstas se acompañan de la discusión relativa a cada una de ellas.

3.1. Proceso de deformación plástica severa

Uno de los principales problemas que presentan las aleaciones de aluminio endurecidas por precipitación es que disminuye la capacidad de deformación plástica, es por ello que resulta importante comprobar que la integridad de las probetas no se vea comprometida al ser sometidas a la técnica ECAP. Las probetas deformadas que se muestran en la Figura 3.1, no se fracturaron, ni presentan grietas en la región central. La longitud de la misma se va reduciendo con el número de pasadas, ya que en cada pasada se requiere de un ajuste de diámetro para continuar con el proceso.



Figura 3.1. Probetas sometidas a SPD. De izquierda a derecha 1, 2, 3, 4, 5 y 6 pasadas.

A las diferentes probetas procesadas se les asignó un nombre de identificación genérico de acuerdo con el número de pasadas al que fue sometida (0-6). Así, una probeta con cinco pasos de deformación es referida como 5P. Una vez obtenidas las probetas, se cortaron muestras de acuerdo con lo indicado en la sección 2.4 y se inició con las técnicas de caracterización propuestas.

3.2. Caracterización microestructural

Las técnicas de caracterización por rayos X, ya sean convencionales o de radiación sincrotrón, requieren de la posición de determinadas intensidades dentro de un difractograma, por ello, en la Tabla 3.1 se presentan los valores de distancia interplanar y su posición dependiendo de la longitud de onda utilizada, en función del (hkl).

3.2.1. Precipitados Presentes en la aleación

Debido a que el presente trabajo tiene la intención de utilizar un material con la mayor dureza posible, se verificó la presencia de los precipitados relacionados con el máximo. La calidad en intensidad de los patrones de difracción obtenidos mediante radiación sincrotrón permite la identificación de los precipitados presentes en el material.

Tabla 3.1 Planos, distancia interplanar y posición 2θ para el aluminio.

(hkl)	$d \text{ \AA}$	$2\theta^\circ$	
		λ_{Cu} 1.540562 \AA	λ_{Sinc} 0.1425 \AA
111	2.338	38.48	3.49
200	2.024	44.73	4.03
220	1.431	65.11	5.71
311	1.221	78.25	6.69
222	1.169	82.45	6.99
400	1.012	99.10	8.07
331	0.929	112.05	8.80
420	0.905	116.60	9.03
422	0.826	137.51	9.89

De los difractogramas de Sincrotrón, se identificaron 22 intensidades que corresponden con las posiciones calculadas para los precipitados que han sido reportados como característicos del estado de máxima resistencia del material[5], [8], [9]. El resumen de las coincidencias se presenta en la Tabla 3.2, donde se encuentra una predominancia de intensidades relacionadas con la fase Q' , la cual tiene seis picos que no se traslapan con ninguno de los otros precipitados. La fase metaestable β'' presenta cuatro picos independientes de diez en total presentes para este precipitado. Los precipitados estables β y θ también fueron encontrados en la aleación, sin embargo, la presencia de los mismos no contradice el estado deseado del material de partida, ya que se debe tomar en cuenta la heterogeneidad química, los gradientes de temperatura y de esfuerzos residuales, presentes en cualquier material y proceso real.

La identificación de los picos de los precipitados en las gráficas de la Figura 3.2, permite realizar la comparación entre las intensidades de los picos mencionados, para la muestra de referencia, y una muestra sometida a una pasada ECAP. De tal comparación se observa que no existen cambios importantes ni en la intensidad, ni el ancho de pico, lo cual indica que el proceso, en una primera pasada, no ha tenido un efecto importante sobre el tamaño o estado de los precipitados, es decir, no se han disuelto, como ha sido reportado en otros sistemas [105], [106], o pasado a una fase más estable por efecto de la energía introducida al sistema [107], [108], o un cambio en el ancho por efecto de una fragmentación.

Tabla 3.2 Precipitados identificados para las muestras 0P y 1P.

Fase	Q'			β''			β			θ		
No.	(hkl)	2θ	Int	(hkl)	2θ	Int	(hkl)	2θ	Int	(hkl)	2θ	Int
1	110	1.58	37									
2	200	1.84	45									
3										110	1.90	100
4	001	2.02	61									
5	011	2.22	21				111	2.22	32			
6	210	2.42	25	011	2.40	28						
7	111	2.56	22				002	2.58	10			
8	021	2.72	32	200	2.68	11						
9				101	2.90	9						
10				111	3.08	14						
11	130	3.30	77									
12							220	3.64	100			
13	221	3.76	21									
14	131	3.86	100	031	3.88	12				112	3.86	90
15				230	4.18	6						
16				-231	4.26	6	113	4.26	16	130	4.26	91
17	411	4.66	18									
18	222	5.14	9	330	5.14	4	400	5.14	19			
19	431	5.92	4	14-2	5.90	5						
20	24-2	6.30	1				224	6.30	39			
21				003	6.44	2						
22	233	7.26	8				440	7.28	12			

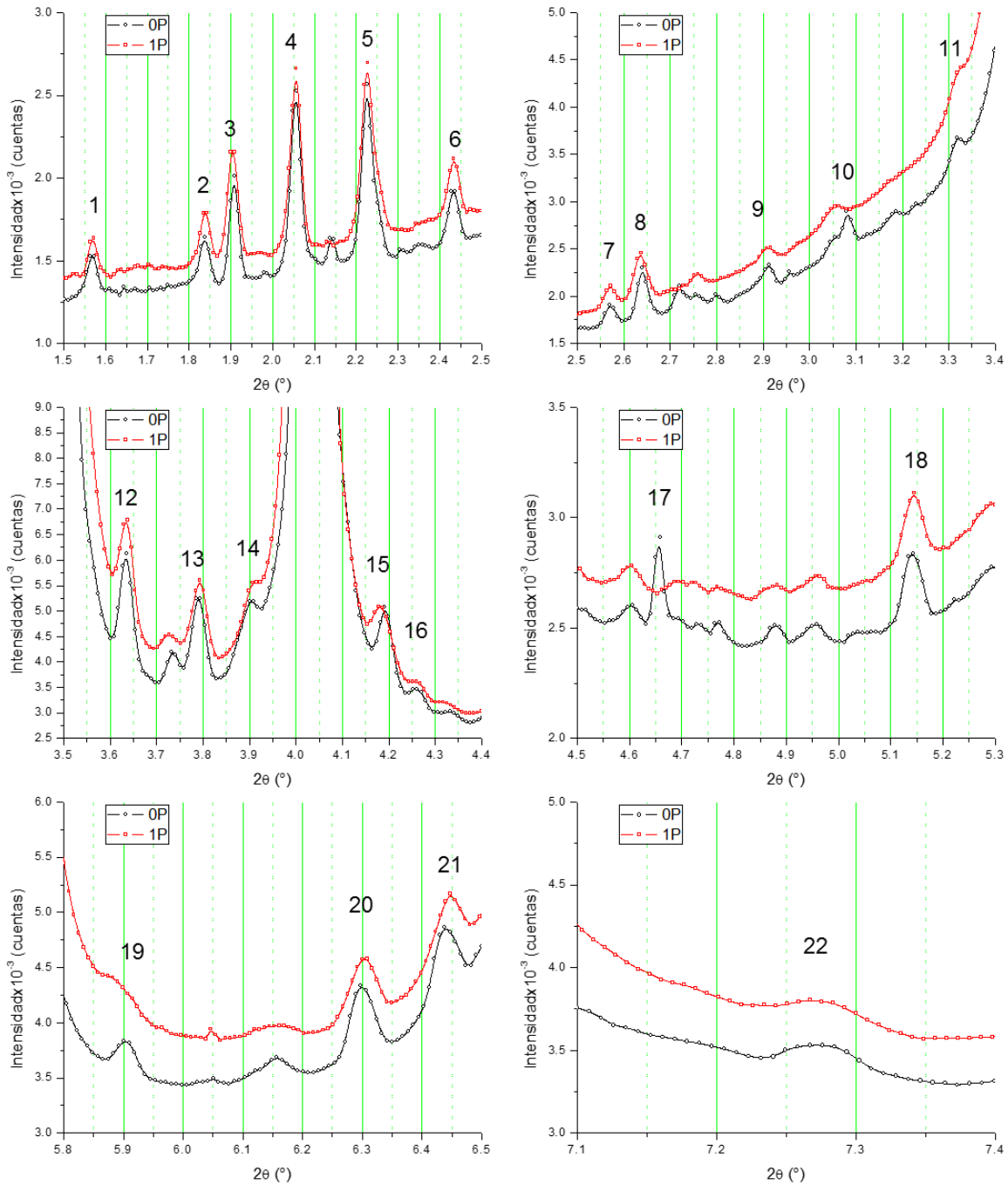


Figura 3.2. Difractogramas de rayos X para la identificación de picos asociados a los precipitados presentes en el material.

La aparición de los picos referidos para los precipitados específicos confirma el estado inicial del material y permite continuar con la presentación de los resultados obtenidos del análisis microestructural.

3.2.2. Difractogramas de rayos X

Cualquier proceso de deformación plástica, introduce un cambio en la microestructura y por ende en la forma y ancho de los picos de difracción, dependiendo de la configuración de medición utilizada, se puede evaluar específicamente la variación en las características del mismo (posición, intensidad, ancho a media altura). A continuación, se presenta el análisis de los difractogramas en configuración Bragg-Brentano obtenidos, comenzando con algunas observaciones relacionadas con la textura del material, que en la sección 3.2.5 será estudiada a partir de las figuras de polo y las ODFs.

Los difractogramas de rayos X obtenidos del plano normal (NP) muestran, cualitativamente, la textura inicial y la evolución de la misma en función del número de pasadas ECAP (Figura 3.3). Tal como se esperaba, ocurre un importante cambio desde la primera pasada, es decir, para la muestra 1P. El cambio entre las muestras 0P y 1P indica un cambio significativo en la textura cristalina del material. Sin embargo, debe tenerse en cuenta que para la muestra con cero pasadas, se tiene muy baja estadística debido al gran tamaño de los granos, que se encuentran entre 200 y 300 μm .

En 1P se observan intensidades relativas distintas a lo esperado en una distribución aleatoria de granos, lo cual sugiere la existencia de una orientación preferencial para esta muestra, como elemento principal se tiene la intensidad para el plano (442), con una intensidad relativa de 0.63/1 respecto al teórico de 0.13/1. Aquí, a diferencia de la muestra 0P, es posible observar todas las posiciones de difracción, lo cual indica un aumento en estadística, y en consecuencia, una reducción del tamaño del dominio cristalino.

En la muestra sometida a 2P se continúa con la presencia de relación de intensidades distintas a un patrón de difracción teórico del material policristalino sin orientación preferencial, con la mayor intensidad en la posición de difracción correspondiente al plano (220). En 3P el plano (111) es el predominante y a partir de ahí se pueden observar ligeros cambios en las intensidades hasta alcanzar 6 pasadas, siendo 4P el patrón más similar al teórico.

Figura 3.3. Difractogramas de rayos X correspondientes a todas las pasadas ECAP.

Al realizar el análisis para el plano (200) se puede observar la evolución del ancho de pico como función del número de pasadas. El efecto en el ancho de pico producido por el número de pasadas, en la Figura 3.4, indica un aumento drástico entre 0P y 1P. Posteriormente, en 2P se alcanza un ancho máximo a partir del cual el ancho comienza a decaer progresivamente. Como ya se mencionó (ver sección 2.5.2) este hecho involucra un cambio en el estado de la deformación en el material y del tamaño del dominio cristalino, donde el mayor ancho indica un tamaño de cristalito menor.

Figura 3.4. Comparación del ancho de pico para el plano (200) como función del número de pasadas ECAP.

El parámetro de red fue obtenido a partir del refinamiento Rietveld, $a = 0.4054$ nm, siendo este valor independiente del número de pasadas ECAP y compatible para una aleación de aluminio 6061 en su condición de máxima resistencia (T6). Por otro lado, el ensanchamiento de pico fue relacionado con las deformaciones en el material a través de las curvas Williamson-Hall, presentadas en la Figura 3.5a, cuya pendiente está relacionado con la deformación, tal y como fue explicado en la sección 2.5.2.

El valor de la pendiente, asociado a la curva calculada para cada muestra evidencia un incremento considerable entre las muestras 0P y 1P. Para las muestras 2P y 3P se encuentra un máximo en el valor de la pendiente, después, comienza a disminuir en magnitud para cuatro pasadas, para comenzar a formar una meseta entre cinco y seis pasadas (Figura 3.5b). Dichos resultados son consistentes con el análisis de ancho de pico realizado para el plano (200) de la Figura 3.4.

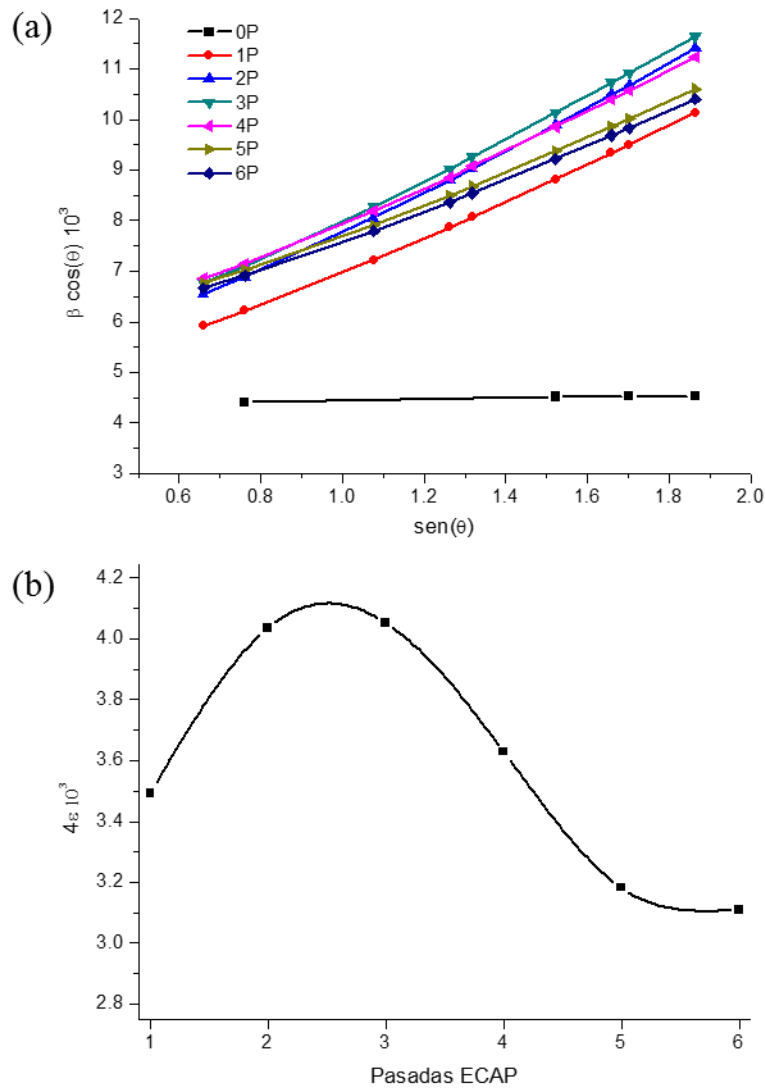


Figura 3.5. a) Gráficas Williamson-Hall para las diferentes pasadas ECAP. B) Comportamiento de la pendiente ($\sim 4\epsilon$) como función del número de pasadas ECAP.

El tamaño del dominio cristalino se ve reducido como función del número de pasadas en una relación 1:0.77, entre la primera y sexta pasada. Dicha reducción en el dominio cristalino incrementaría el número de límites de grano que pueden funcionar como pozos de dislocaciones, reduciendo el apilamiento en las mismas fronteras. Entonces, incluso con la activación de las fuentes de dislocaciones durante la deformación, la densidad de éstas no crece de manera proporcional. Tomando en cuenta que el mecanismo de recuperación en materiales nanocristalinos sigue siendo controversial [25], [27], [109], dicho comportamiento puede ser atribuido a la recuperación dinámica, generada por

la competencia entre la multiplicación y aniquilación de dislocaciones. Esta recuperación dinámica puede explicar la reducción y estabilización de la deformación entre cuatro y seis pasadas de ECAP, sugiriendo que un número óptimo de pasadas ha sido alcanzado, cuando menos para aleación perteneciente a este estudio. A partir de ahí, la deformación podría haber alcanzado una saturación, permaneciendo sin cambios, en consecuencia, resultaría improductivo incrementar la cantidad de deformación plástica en el material, es decir, el número de pasadas ECAP. La información obtenida de un gráfico Williamson-Hall resulta entonces una herramienta fundamental para observar de una manera relativamente sencilla, la cantidad de deformación introducida en el material conforme se incrementa el número de pasadas.

En conclusión, el análisis de difracción de rayos X da evidencia de una reducción continua en el tamaño de dominio cristalino conforme se incrementa el número de pasos, encontrando una variación marginal en lo que se presume como la saturación; muestra también una variación en la orientación cristalográfica en función de la deformación. Sin embargo, tanto el tamaño de dominio cristalino como la textura pueden confirmarse y ser cuantificados a nivel local mediante técnicas de microscopía electrónica.

3.2.3. Microscopía electrónica de transmisión

Para confirmar la reducción en el tamaño de grano producido por la técnica ECAP se obtuvieron las micrografías y sus correspondientes patrones de difracción mostrados en la Figura 3.6, En estas micrografías se ilustra la transición entre un contraste de un solo grano (Figura 3.6a), en la cual aparecen algunos precipitados, y unas bandas características de deformación para la Figura 3.6b y Figura 3.6c. Asimismo, se puede observar la formación de anillos incompletos en los patrones de difracción de área seleccionada (SAD por sus siglas en inglés), los cuales tienden a cerrarse mientras se incrementa la cantidad de deformación en el material, es decir, se incrementa el número de pasadas ECAP. Dicho comportamiento es compatible con la reducción en el tamaño de dominio cristalino encontrado mediante el refinamiento Rietveld y la desorientación relativa de los granos o subgranos.

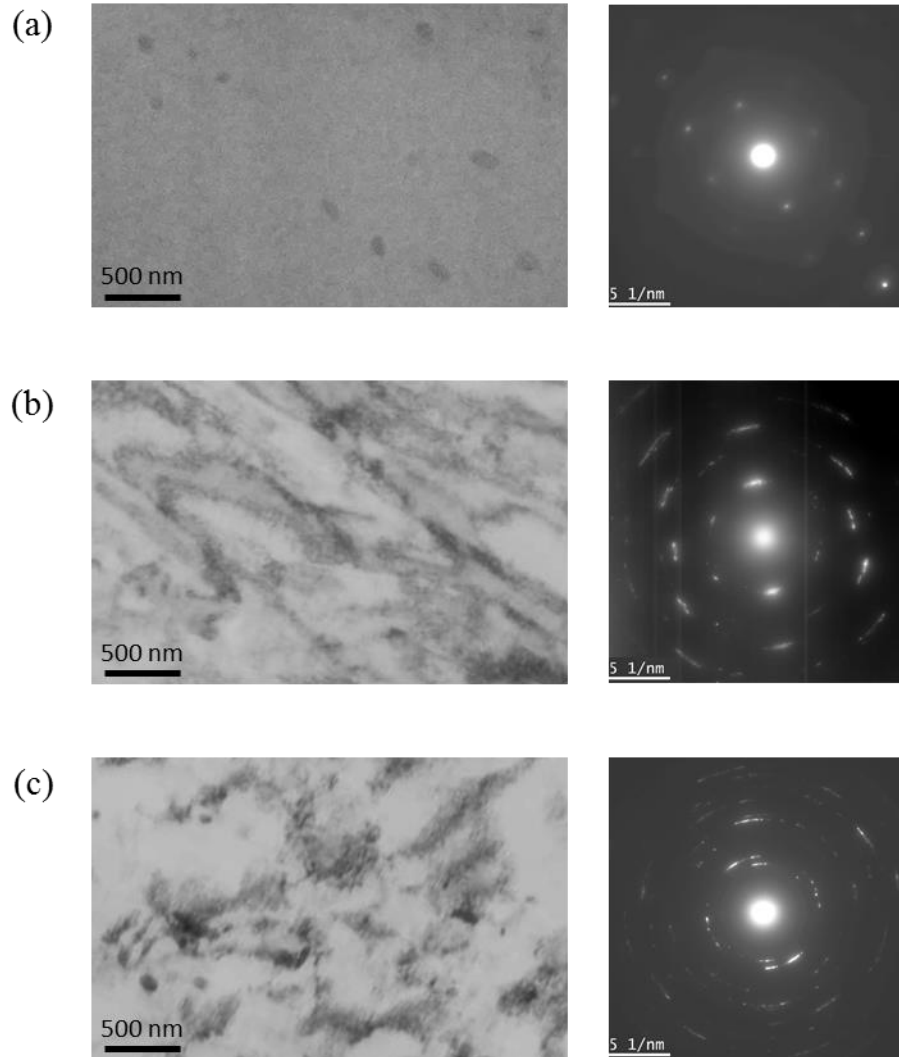


Figura 3.6. Micrografías de TEM y patrones de difracción de electrones de un área seleccionada SAD para a) la muestra de referencia (0P), b) después de una pasada ECAP y, c) después de 6 pasadas ECAP.

La obtención de micrografías de alta resolución en microscopía electrónica de transmisión permite observar con mayor detalle la evolución microestructural del material. Así, las micrografías obtenidas para la probeta 1P se muestran en la Figura 3.7, en ésta se observan columnas atómicas que presentan una desorientación relativa de entre 1 y 6°. En los detalles mostrados para esta micrografía se observa de una forma más clara la desorientación entre columnas, principalmente en el lado derecho, donde se aprecia un conjunto de discontinuidades, las cuales pueden ser dislocaciones o conjuntos de dislocaciones que generan la desorientación. La distancia entre las columnas medidas a partir de la transformada inversa de Fourier es de 2.35 Å, correspondiente al plano (111).

Es la proliferación de estas zonas de ligera desorientación lo que daría lugar a la formación de subgranos, LAGB y HAGB, conforme la deformación plástica inducida en el material se continúe incrementando. En las miniaturas de la Figura 3.7 se distinguen ondulaciones en las líneas, que aparecen como producto de realizar la transformada inversa de Fourier. Sin embargo, éstas parten de una discontinuidad en los planos atómicos observados, generada por la presencia de dislocaciones.

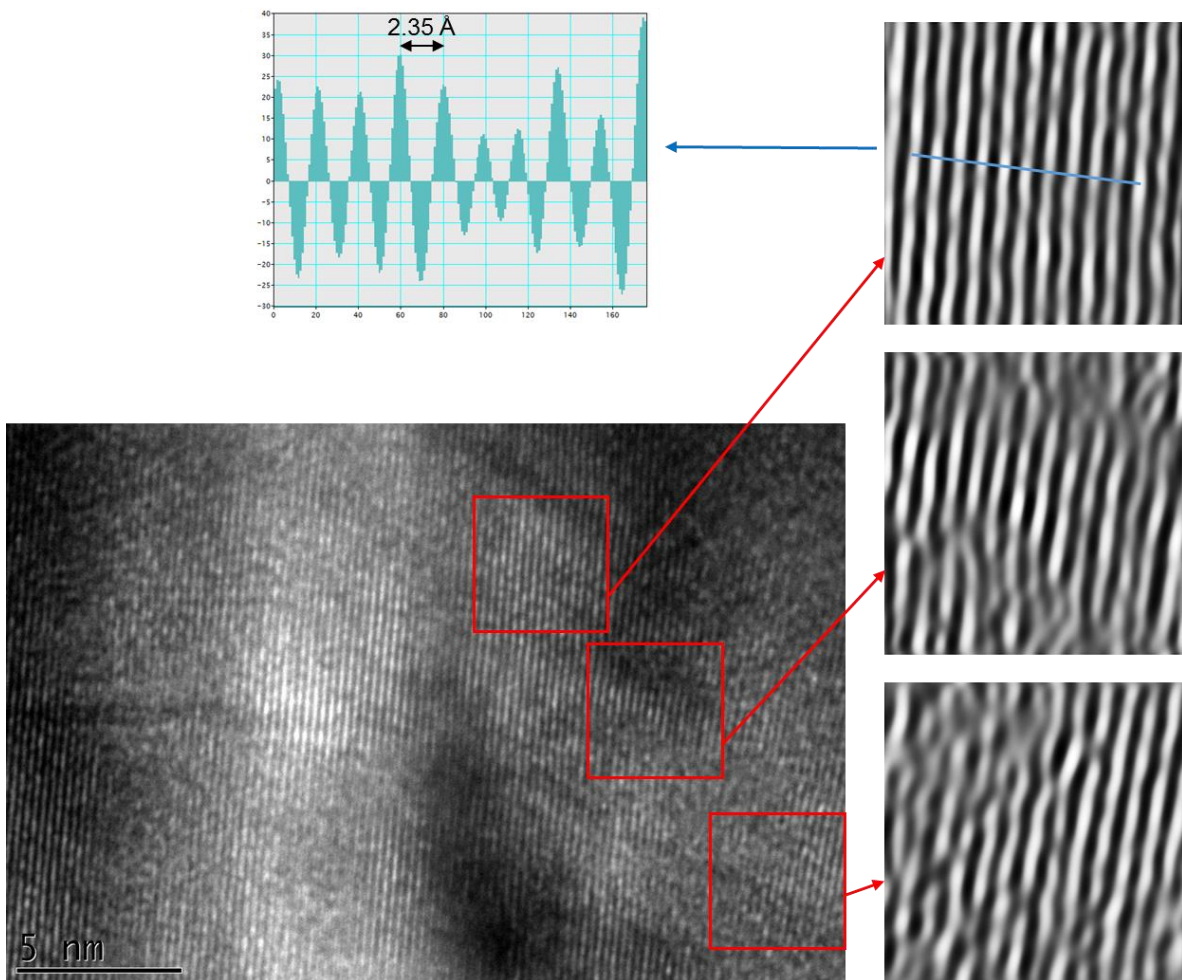


Figura 3.7. Imágenes de microscopía electrónica de transmisión para la muestra 1P con detalles de tres regiones para determinar la desorientación relativa entre éstas, y medir la distancia interplanar.

Para la probeta 6P se presentan las imágenes de la Figura 3.8. En ésta, se indica con un recuadro una zona que contiene la unión de tres granos. Al ampliar la zona mencionada, se observa la desorientación relativa entre planos atómicos de granos adyacentes, en las que con ayuda de líneas superpuestas se determinan cuando menos dos orientaciones de dichas columnas, las cuales forman un ángulo de 45° . La distancia entre las columnas que se identifican es de 1.94 \AA , que corresponde a una distancia para los planos (200).

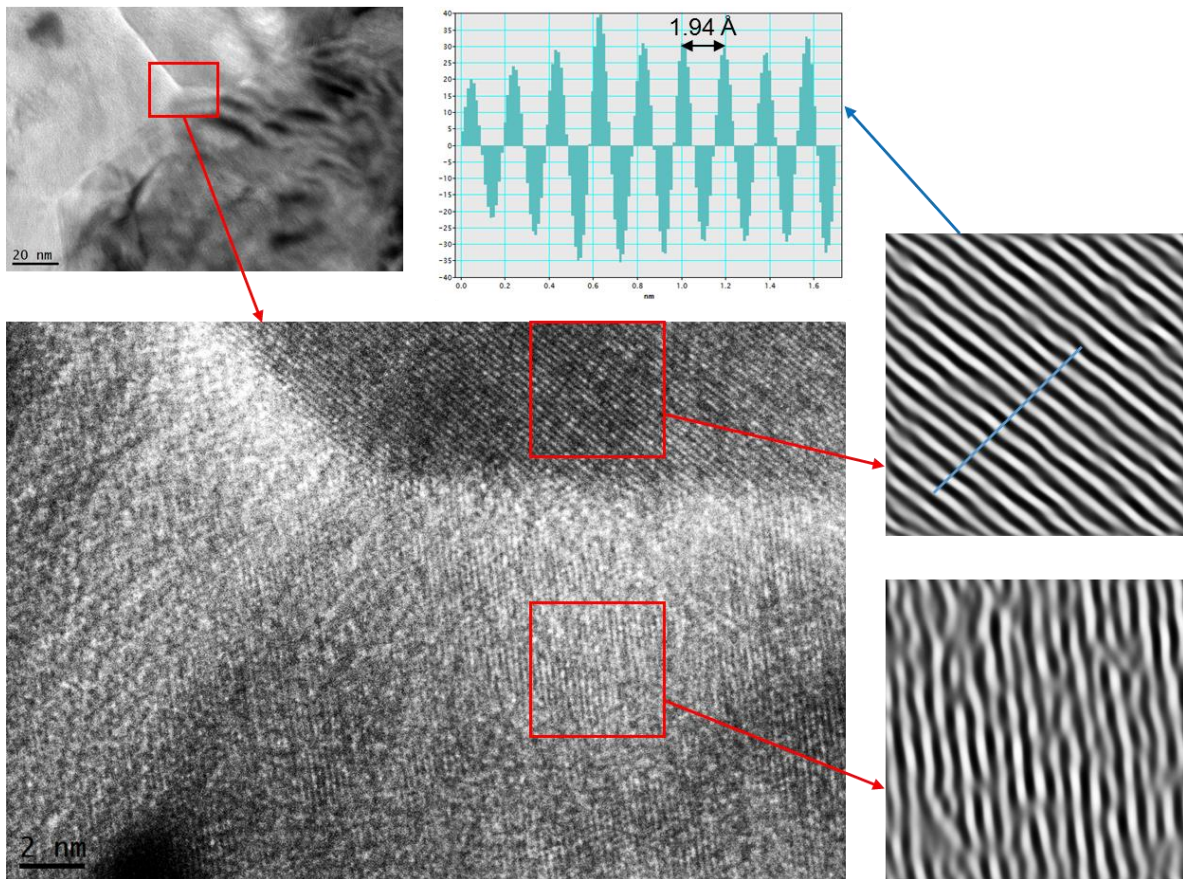


Figura 3.8. Imágenes de microscopía electrónica de transmisión para la muestra 6P señalando detalles con recuadro para determinar la desorientación relativa entre cristales adyacentes, y medir la distancia interplanar.

La evidencia de las micrografías HR-TEM, aunque muy reducida en estadística, es congruente con los resultados obtenidos en SAD, donde para 1P se encontró una orientación preferencial muy definida, con una zona de intensidades elevada para un rango de algunos grados. Para 6P, zonas de anillos discontinuos, lo cual indica una desorientación relativa entre cristales de mayor ángulo.

Dado que la estadística tanto por TEM como HR-TEM resulta reducida a estudiar un material masivo, es importante explorar técnicas que permitan obtener información de una región a mayor escala. La técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) contribuye a este fin.

3.2.4. Microtextura

Como se mencionó en la sección 2.8.3, los mapas de orientaciones contienen la información punto por punto de la estructura cristalina y su orientación, en éstos, existen puntos que no son indexados, es decir, aquellos en los que no se identifica una estructura cristalina, pueden estar asociados a límites de grano, poros, o regiones con deformación excesiva de la red. El mapa de orientaciones presentado en la Figura 3.9 fue obtenido en el plano de extrusión (EP), con el sistema de referencia como se muestra en la misma. En la Figura 3.9a se identifica la existencia de granos no equiaxiales, con longitudes principales de entre 100 y 200 μm , además, se han indicado los límites de grano con desorientaciones relativas entre los granos mayores a 15° (HAGB) con color negro, y los límites de grano de ángulo bajo (LAGB) en color blanco. En color de los granos en este mapa indica únicamente un cristal con una orientación distinta a la del cristal adyacente.

La desorientación relativa entre granos es presentada en la Figura 3.9b, dónde se conservan los colores mencionados para las HAGB y las LAGB. En esta imagen, se puede observar en las miniaturas una variación en el color de un grano completo, dicha variación puede ser relacionada con la deformación residual en el material. Como se puede observar, existen algunos granos que mantienen una desorientación relativa de hasta 5° (en tonos azul claro), pero predominan aquellos que tienen un estado de desorientación relativa menor a 1.2° (en tono azul marino).

El gráfico contenido en la Figura 3.9c, presenta la distribución porcentual de la desorientación relativa, en función de la magnitud en grados de dicha desorientación. En ella se observa una fuerte predominancia de HAGB, teniendo menos del 10% para la LAGB. De la información presentada en la Figura 3.9, se verifica el estado inicial del material antes de ser sometido a ECAP, teniendo un tamaño de grano grande, con poca distorsión en la red de los mismos, con límites de grano predominantemente de ángulo mayor a 15° .

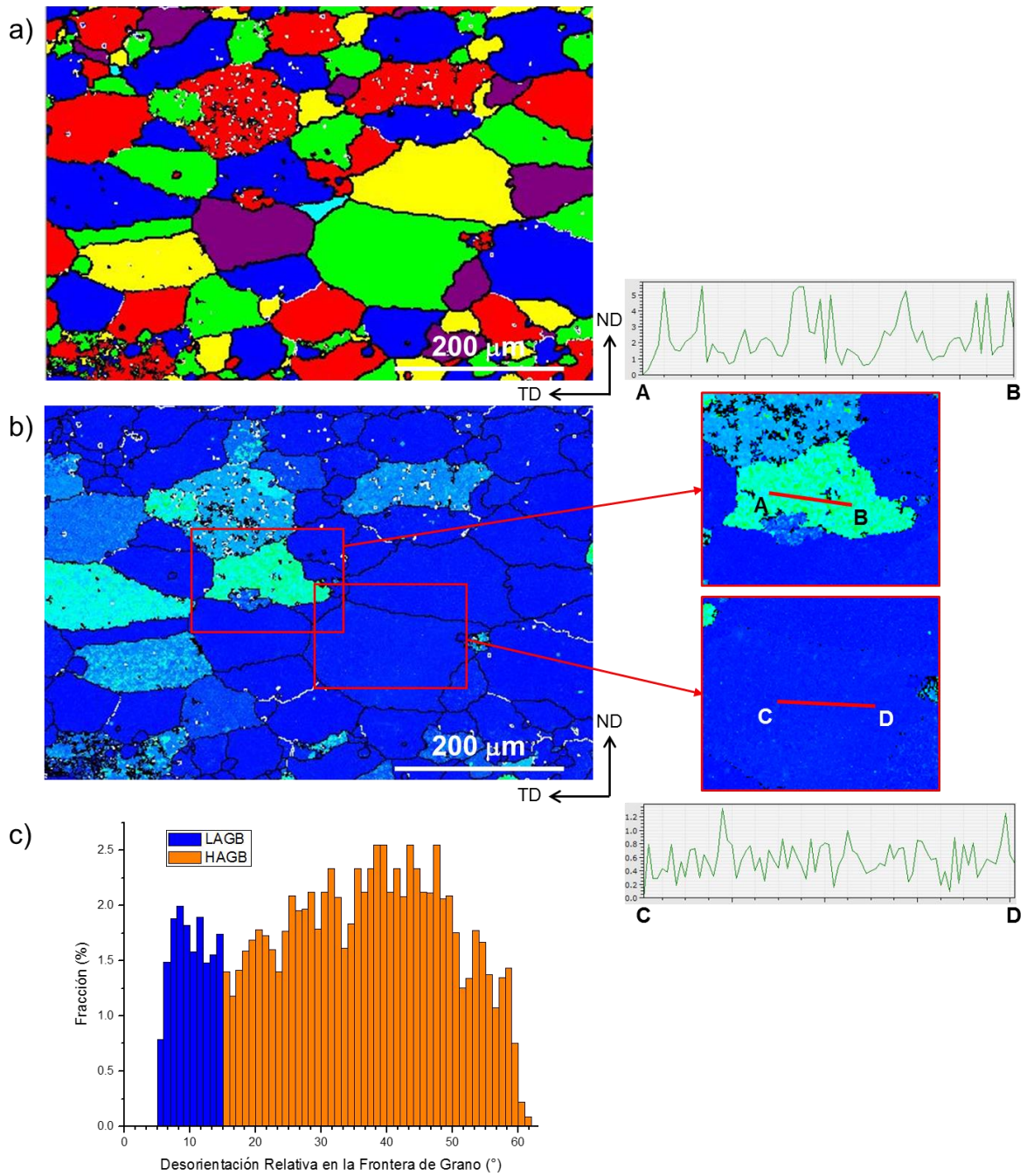


Figura 3.9. a) Distribución de granos y b) desorientación relativa promedio para la muestra 0P, con HAGB en negro y LAGB en blanco. c) Fracción porcentual de desorientación relativa de los mapas mostrados en a) y b).

Cuando el material inicial ha sido sometido a una pasada ECAP, entrega un mapa de orientaciones como el mostrado en la Figura 3.10a, en éste, se observa la formación de subestructuras dentro de un grano de cuando, generadas por la concentración de defectos cristalinos, producidas desde la primera pasada ECAP. Dichas subestructuras tienen dimensiones superiores a 800 nm, y se encuentran dentro de un grano de cuando menos 100 μm . Dichos dominios cristalinos tienen desorientaciones relativas que no superan los 5°. Asimismo, se observa un grano adyacente, en el cual no ha proliferado formación de subestructuras, sin embargo, como se puede observar en la Figura 3.10b, la desorientación relativa promedio dentro del cristal en la región inferior izquierda tiene tonos más claros, lo cual indica un alto nivel de deformación residual en esa región.

Al realizar un perfil de desorientación relativa entre una subestructura y un grano grande de la Figura 3.10b, se observa que la subestructura presenta variaciones en orientación relativa menores a 1.5°. Sin embargo, al obtener el mismo perfil para un grano no subestructurado, se encuentra una desorientación relativa de hasta 5°. Un mayor gradiente de desorientación relativa esta usualmente asociado con el apilamiento de dislocaciones, mientras que un gradiente de desorientación relativa está asociado a una distribución homogénea de dislocaciones[110].

Del análisis comparativo entre las Figura 3.9b y Figura 3.10b, se encontró que mientras para la primera se tiene un tono definido por grano, para la muestra con una pasada ECAP, se tiene una considerable variación entre tonos de un mismo grano, o subestructura, dando cuenta de la cantidad de deformación plástica que ha sufrido la muestra. La existencia de regiones que son deformadas más, o menos que otras, puede ser un factor que permita continuar con el proceso de SPD, sin comenzar a generar fisuras o microgrietas, a causa de un elevado nivel de deformación residual.

De igual forma que para la muestra 0P, se realizó la cuantificación de la fracción porcentual de las HAGB y las LAGB, que es presentada en la Figura 3.10c. Si bien la generación de subestructuras y en consecuencia de LAGB es considerable en esta temprana etapa del proceso ECAP, se debe tener presente que la capacidad para identificar adecuadamente las fronteras de grano ha sido considerablemente reducida, ya que las zonas con alta densidad de dislocaciones dificultan el proceso al aumentar el porcentaje de indexación para la muestra 1P.

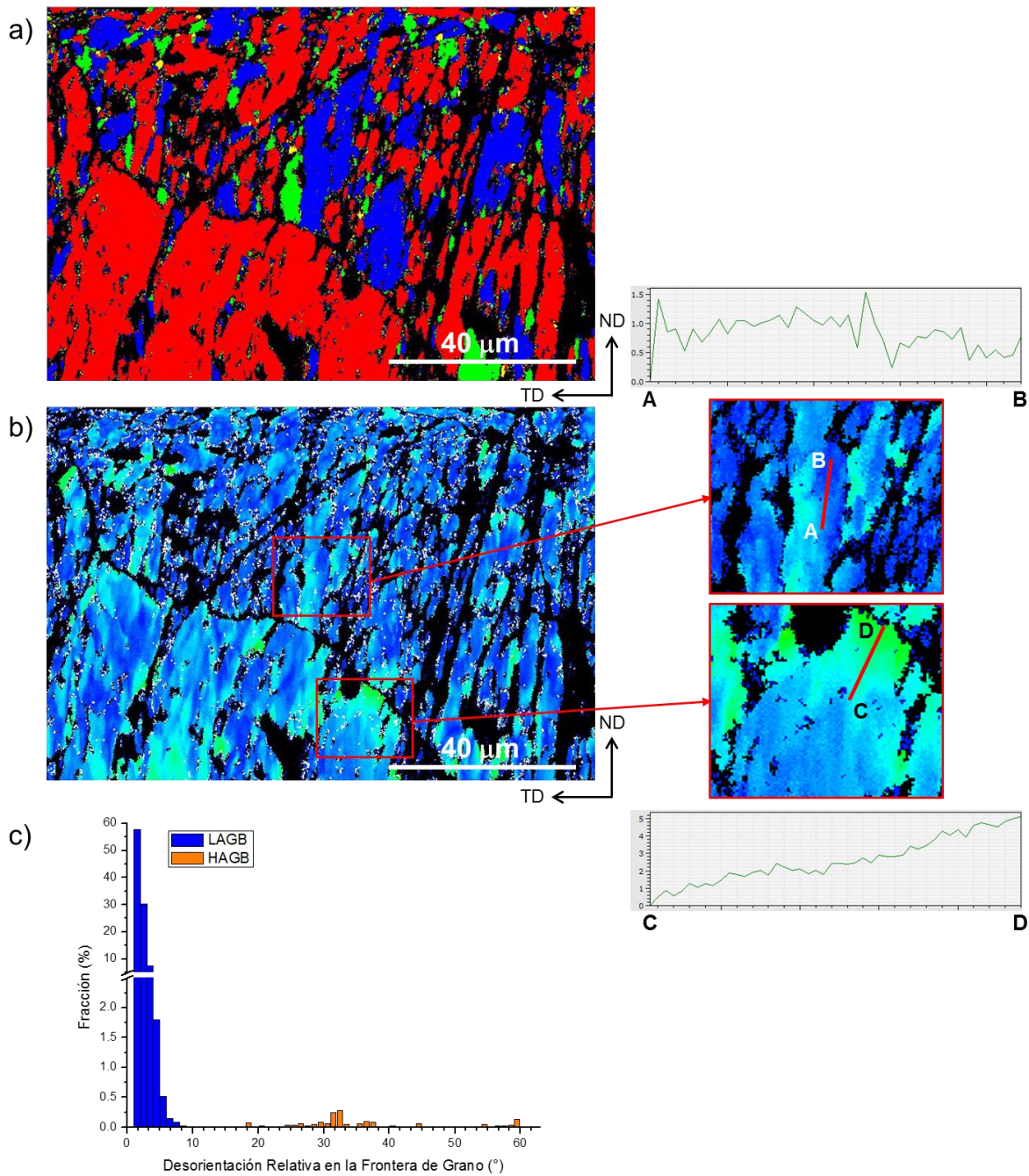


Figura 3.10. a) Distribución de granos y b) desorientación relativa promedio para la muestra 1P, con HAGB en negro y LAGB en blanco. c) Fracción porcentual de desorientación relativa de los mapas mostrados en a) y b).

Dadas la complejidad en la preparación de las muestras para EBSD, la descripción de la evolución de la microestructura y de la orientación preferencial mediante esta técnica se limita a la primera pasada ECAP. Pese a ello, la evolución de la textura fue cuantificada en su totalidad mediante difracción de rayos X, figuras de polos y ODFs.

3.2.5. Macrotextura

Las figuras de polos, medidas por difracción de rayos X, fueron obtenidas del plano normal (NP) para las familias de planos cristalinos $\{111\}$, $\{100\}$ y $\{110\}$, para cada una de las probetas. Las figuras experimentales se muestran en la Figura 3.11 para las pasadas ECAP 1-6, se omiten los resultados experimentales de cero pasadas ya que su representación visual no aporta ninguna información, por tener granos poca estadística, pero si puede ser calculado al obtener la ODF. Para obtener el máximo provecho de la información contenida en estas figuras de polos (desde 0 hasta 6 pasadas), es conveniente convertir esta información en la forma de una función de distribución de orientaciones.

Las figuras de polos calculadas, contenidas en el plano transversal (TP), se muestran en la Figura 3.12. Para 0P se puede observar la orientación tipo cubo, dicha orientación es modificada considerablemente después de la primera pasada ECAP (1P). El análisis de las figuras de polos para las primeras tres pasadas, se puede llevar a cabo de una forma relativamente sencilla dado que en las primeras dos (2P) y la tercera (3P), se tiene únicamente una y dos componentes de orientación, respectivamente. Sin embargo, después de la cuarta pasada (4P), comienza un traslape de componentes que impiden un análisis adecuado de la orientación preferencial. A partir de ahí resulta de gran ayuda el uso de la función de orientaciones (ODF) para la interpretación. Al alcanzar las seis pasadas (6P), la figura de polo tiene una clara similitud con la reportada por El-Danaf et al. [111], la cual ha sido denominada como una textura estable para la ruta Bc. La diferencia principal radica en que, dicha textura estable fue alcanzada después de 16 pasadas en aluminio puro, mientras que para el material bajo estudio fue alcanzada en 6.

Los resultados anteriores, se suman a la estabilización sugerida por las pendientes del método Williamson-Hall, indicando que el proceso de deformación pudo haber alcanzado el número óptimo de pasadas ECAP. En consecuencia, dependiendo de la disponibilidad de equipos, la textura y el análisis Williamson-Hall podrían ser utilizados como herramientas para determinar rápidamente cuando un material ha alcanzado la estabilidad, en términos de deformación mediante el proceso ECAP.

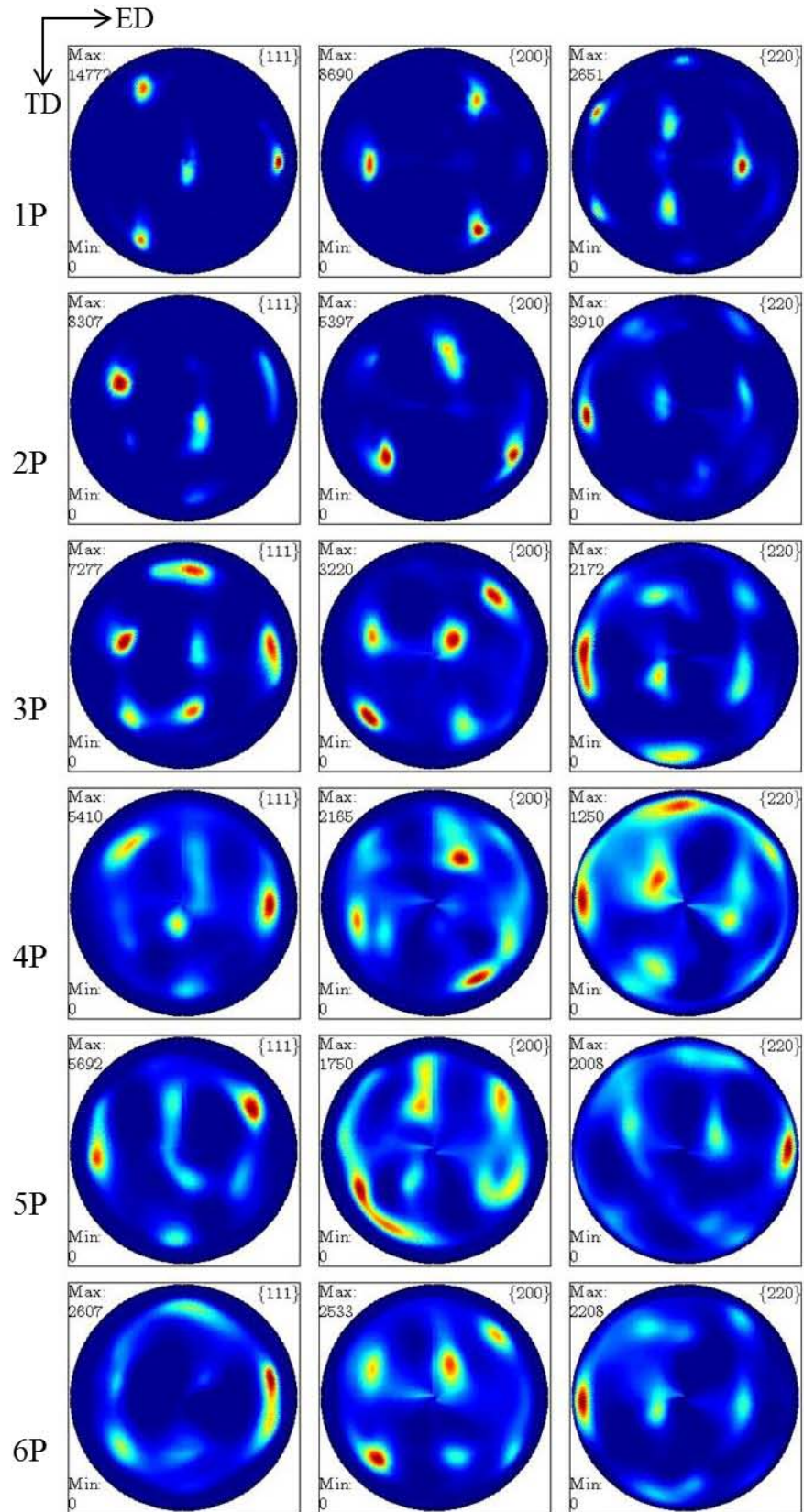


Figura 3.11. Figuras de polos experimentales.

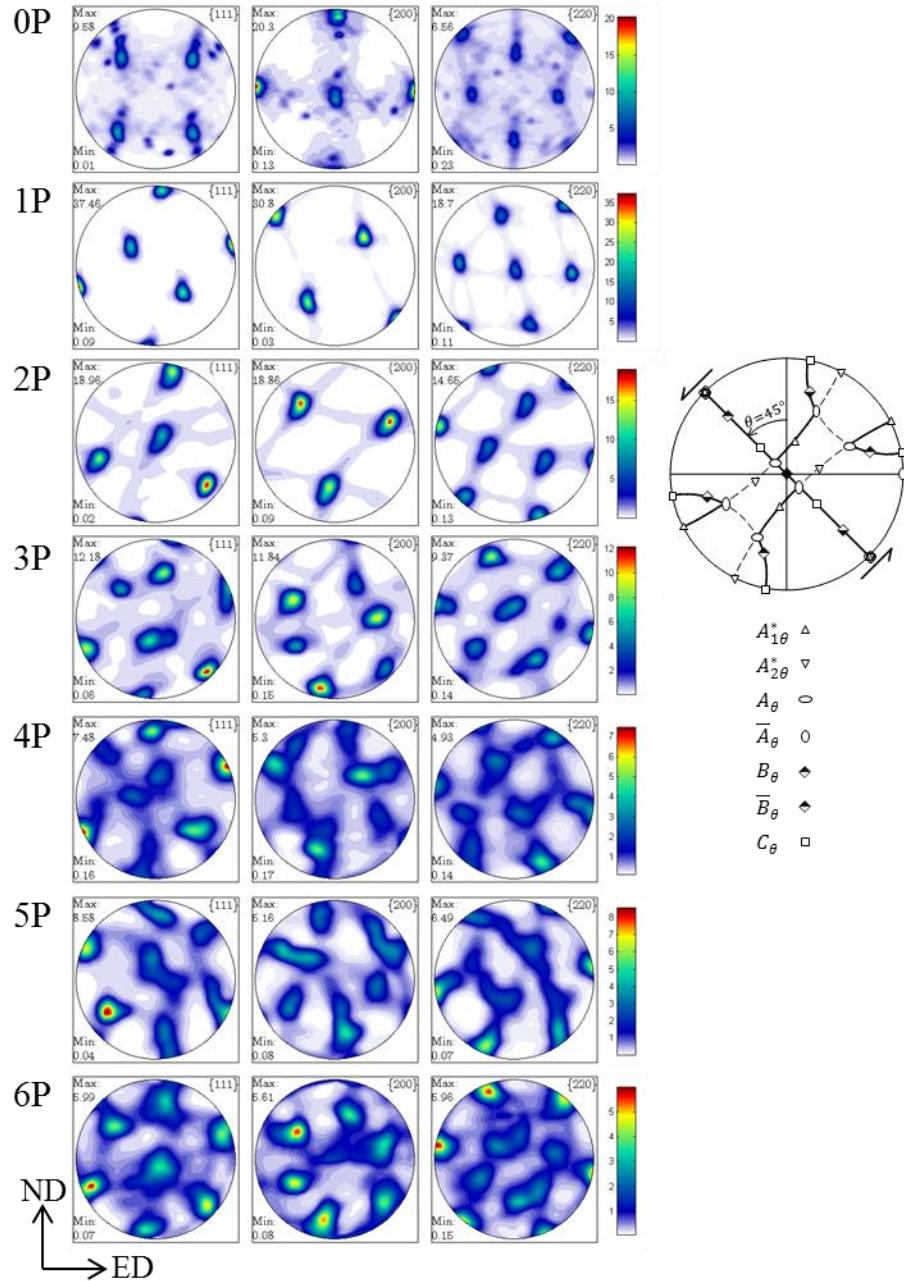


Figura 3.12. Evolución de las figuras de polos calculadas y figura llave de principales orientaciones ideales para cortante simple a 45° .

Una segunda herramienta útil para la interpretación de la textura es la representación en figuras de polo inversa (IPF por sus siglas en inglés). Con base en ellas, se puede definir la normal del plano que se encuentra más cercana a alguno de los ejes generales del sistema, es decir, el plano sobre el cual se estaría realizando una sollicitación, en función de su aplicación sobre la pieza entera. La

figura de polos inversa para la muestra 0P, presentada en la Figura 3.13, indica que el plano (001) es perpendicular a cualquiera de las direcciones generales del sistema, es decir, ED, ND y TD.

Las figuras de polos directas e inversas, aunque complementarias entre sí, no resultan suficientes para realizar el análisis de la evolución de la textura. Así, se requiere de integrar una representación adicional que, si bien por sí misma no puede aportar toda la información relacionada con la orientación cristalográfica, ayuda a explicar de una mejor manera la evolución de la textura a lo largo del proceso de deformación en cortante simple.

La representación gráfica de las ODFs para cada una de las pasadas se muestra en la Figura 3.14, en ellas se observa una reducción en la intensidad absoluta como función del número de pasadas ECAP, dicha relación es de 12:1 entre la primera y la sexta pasada. La reducción en la intensidad puede ser explicada por la formación de nuevos granos con ligera desorientación respecto a la componente principal.

Tabla 3.3 Componentes teóricas

Notación	Ángulos de Euler(°) ^a			Índices de Miller			Fibra a la que pertenece
	φ_1	Φ	φ_2	ND (aprox)	ND (aprox)	TD	
$A_{1\theta}^*$	80.26/260.26	45	0	$[8\ 1\ \bar{1}]$	$[1\ \bar{4}\ 4]$	$[0\ 1\ 1]$	$\{1\ 1\ 1\}_\theta$
	170.26/350.26	90	45				
$A_{2\theta}^*$	9.74/189.74	45	0	$[1\ \bar{4}\ 4]$	$[8\ 1\ \bar{1}]$	$[0\ 1\ 1]$	$\{1\ 1\ 1\}_\theta$
	99.74/279.74	90	45				
A_θ	45	35.26	45	$[9\ 1\ 4]$	$[1\ 11\ \bar{5}]$	$[\bar{1}\ 1\ 2]$	$\{1\ 1\ 1\}_\theta, \langle 1\ 1\ 0 \rangle_\theta$
\bar{A}_θ	225	35.26	45	$[\bar{1}\ \bar{1}\ 1\ 5]$	$[\bar{9}\ \bar{1}\ 4]$	$[\bar{1}\ 1\ 2]$	$\{1\ 1\ 1\}_\theta, \langle 1\ 1\ 0 \rangle_\theta$
B_θ	45/165/285	54.74	45	$[15\ 4\ 11]$	$[7\ 26\ \bar{19}]$	$[\bar{1}\ 1\ 1]$	$\langle 1\ 1\ 0 \rangle_\theta$
\bar{B}_θ	105/225/345	54.74	45	$[\bar{7}\ \bar{26}\ 19]$	$[\bar{15}\ \bar{4}\ \bar{11}]$	$[\bar{1}\ 1\ 1]$	$\langle 1\ 1\ 0 \rangle_\theta$
C_θ	135/315	45	0	$[3\ 3\ 4]$	$[2\ 2\ \bar{3}]$	$[\bar{1}\ 1\ 0]$	$\langle 1\ 1\ 0 \rangle_\theta$
	45/225	90	45				

^aPara secciones $\varphi_2 = 0^\circ$ y 45° únicamente.

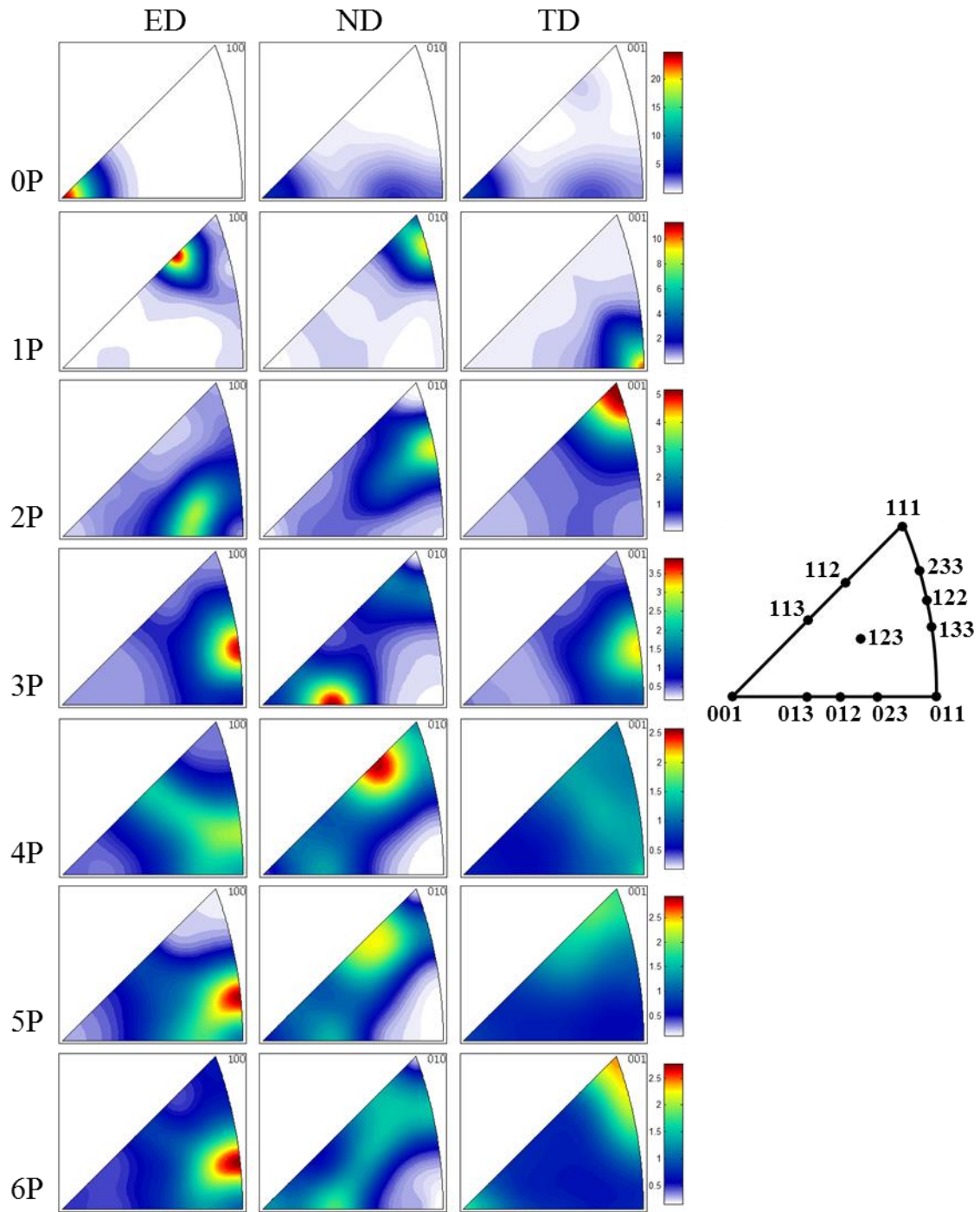


Figura 3.13. Figuras de polos inversas.

Las principales componentes producidas por deformación cortante son presentadas en la Tabla 3.3[112], la posición de algunas de estas componentes teóricas es mostrada en la llave de la Figura 3.14. El material de partida (0P) muestra una textura de cubo. Para la primera pasada (1P), la textura inicial evoluciona de cubo a C_θ , con una desorientación de la componente ideal menor a 5° . Después de dos pasadas, el máximo de densidad de orientación aparece desorientado menos de 3° respecto a la componente B_θ , como se muestra en 2P. En la Figura 3.14-3P se ilustra la distribución para la muestra con tres pasadas ECAP, aquí, $A_{1\theta}^*$ aparece como la componente principal. En la condición de proceso correspondiente a cuatro pasadas (4P), se encontraron tres componentes principales, $A_{1\theta}^*$, B_θ y \bar{B}_θ , desorientadas 3° , 5° y 12° respecto a su componente ideal, respectivamente. Para la muestra sometida a cinco pasadas (5P), la componente $A_{1\theta}^*$ comienza a desvanecerse mientras que la componente B_θ aparece desorientada 21° , y \bar{B}_θ 25° , representando la mayor desorientación respecto a las componentes ideales en todo el proceso. Finalmente, para seis pasadas (6P), sólo las componentes B_θ y \bar{B}_θ fueron identificadas, desorientadas menos de 6° respecto a los valores ideales.

Es importante mencionar que la mayoría de las texturas obtenidas experimentalmente tienen buen acuerdo con la textura ideal de corte, manteniendo valores entre 5 y 15° de desorientación. Asimismo, que la evolución de la textura, en sus primeros pasos, corresponde de igual manera con el modelo de deformación en cortante puro reportado por El-Danaf et al.[111] y Beyerlein et al. [91]. Como ha sido previamente reportado, los ODFs producidos mediante ECAP tienden a aparecer ligeramente desorientados de sus posiciones ideales en cortante puro, sobre todo entre las pasadas cuatro y cinco. El significado físico de dichas desviaciones ha sido normalmente atribuido a la fricción y a diferencias en la geometría del dado [111].

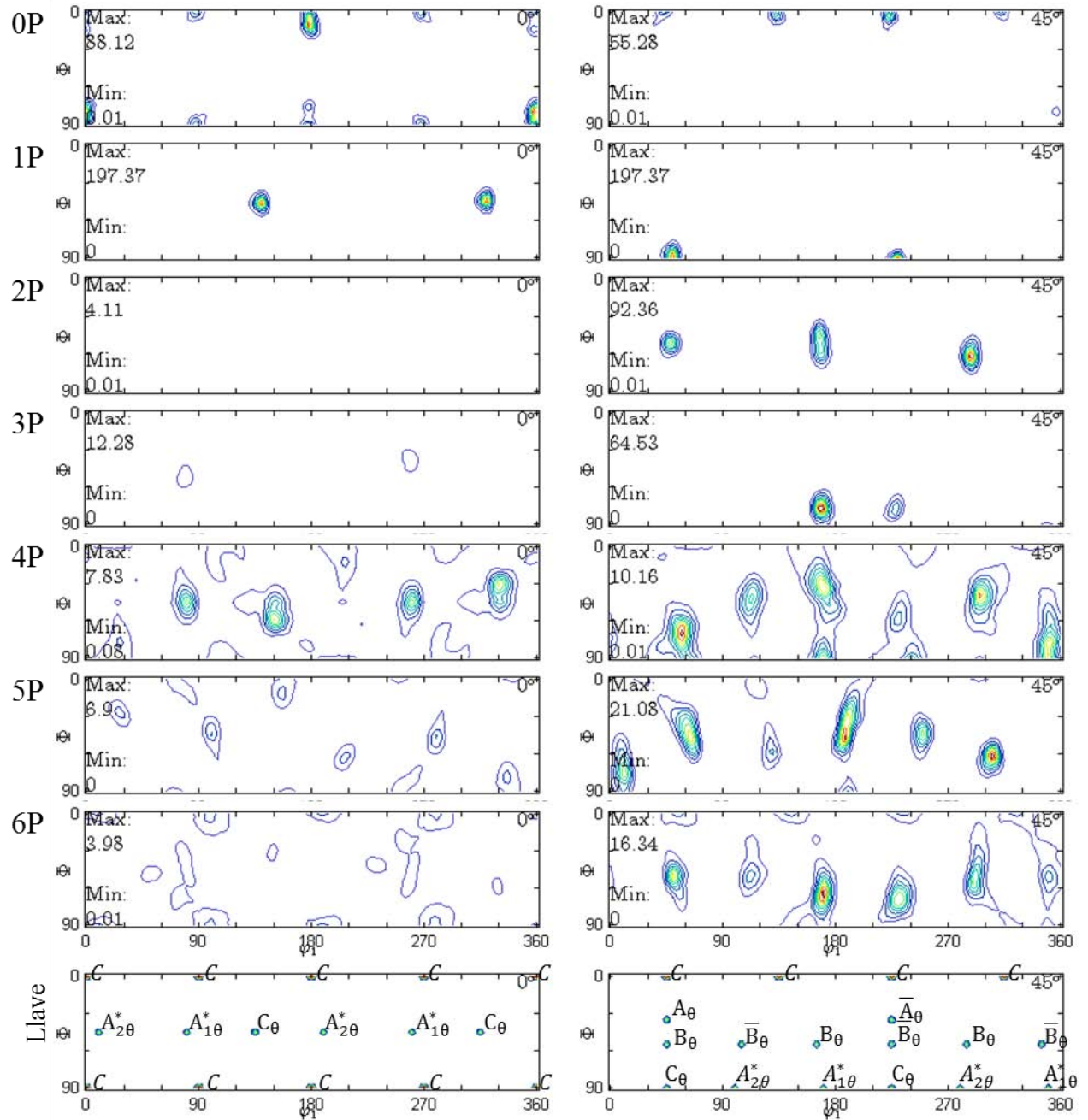


Figura 3.14. Componentes de textura representadas mediante secciones la ODF para las pasadas ECAP 1-6, y figura llave de las principales posiciones para $\phi_2=0^\circ$ y 45° .

3.2.6. Función de distribución de pares

La función de distribución de pares, es una herramienta que permite observar imperfecciones estructurales locales, al separar de la dispersión total, la dispersión de Bragg (orden de largo alcance) y la difusa, siendo ésta última la que permite alcanzar dicho objetivo. Si bien la técnica es atractiva para determinar tamaños de partículas nanométricas en baja concentración, puede ser explotada para identificar modificaciones estadísticas en los primeros vecinos, así, la PDF entrega la probabilidad de encontrar un vecino en función de la distancia a un centro [75], [113]. La Figura 3.15, contiene las PDFs obtenidas de los patrones de difracción de radiación sincrotrón, para las muestras 0P y 1P, medidas en el centro de la probeta. En ellas se pueden identificar tres cambios importantes, e involucran la fusión de dos picos de la muestra 0P, dicho fenómenos se presentan para valores de $r(\text{Å})$ aproximadamente de 8.6, 21.6 y 24.9, respectivamente. Dicha modificación, involucra la existencia de deformaciones residuales elásticas, producidas por el proceso de SPD.

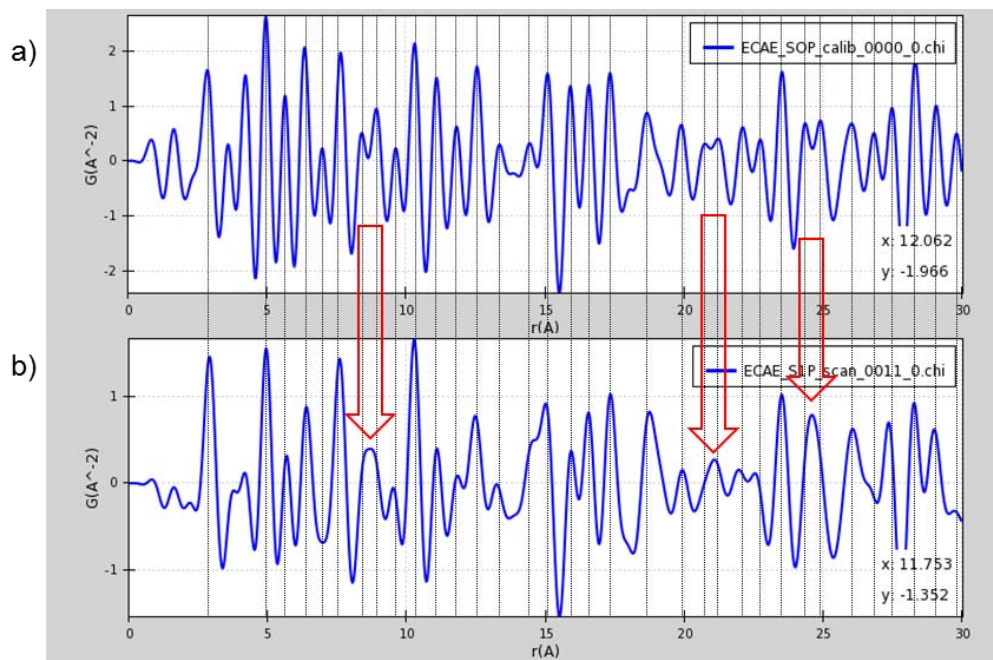


Figura 3.15 Función de distribución de pares para las muestras de a) 0 y b) una pasada ECAP.

Al realizar el análisis en diferentes puntos de la muestra sometida a una pasada ECAP, se obtuvieron las PDFs presentadas en la Figura 3.16. La región del ángulo interno del canal se presenta en Figura 3.16a, el centro de la muestra en Figura 3.16b (igual a Figura 3.15b), y la región del ángulo externo en Figura 3.16c. Pese a sufrir una mayor cantidad de deformación, la zona interna del

canal (Figura 41a) entrega una reversibilidad en la fusión de los picos reportada entre 0P y 1P. Para la región cercana al ángulo de acuerdo del canal (Figura 3.16c), los picos no presentan reversibilidad, encontrándose una modificación en la posición de los picos vecinos, al fusionado en el centro del material.

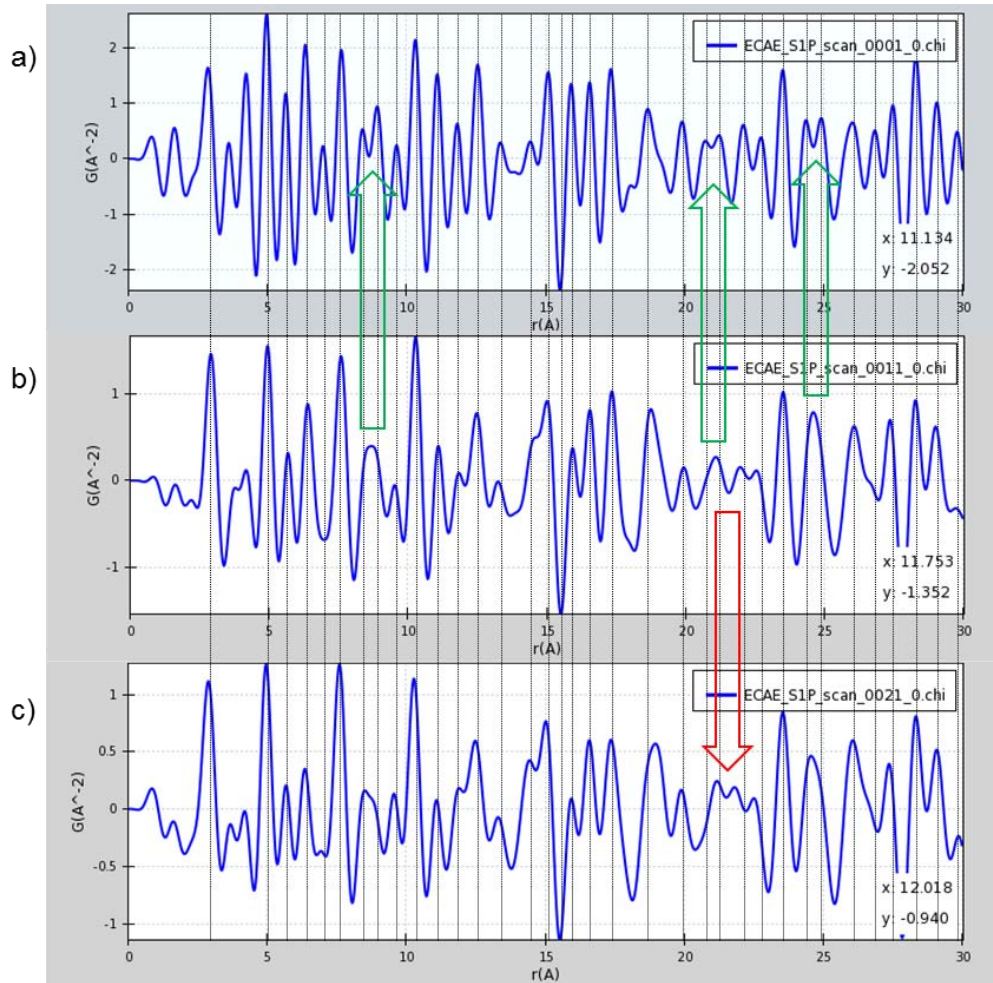


Figura 3.16. Función de distribución de pares para las muestra sometida a una pasada ECAP en a) la región del ángulo interno del canal, b) el centro de la probeta y c), la región del ángulo externo.

Las evidencias microestructurales obtenidas hasta este punto, indican un cambio importante entre el material inicial y las probetas sometidas a una pasada ECAP, si bien se reduce el tamaño de grano, la textura específicamente sugiere una anisotropía en el material, es por ello que resulta importante determinar el estado de esfuerzos residuales en el material en las etapas iniciales del proceso.

3.2.7. Esfuerzos residuales

El perfil de esfuerzos residuales medido sobre el perímetro de la probeta, en la dirección de extrusión ($ED=\sigma_{11}$), se muestra en la Figura 3.17. Dicho perfil mostró valores oscilantes de -50 a -250 MPa en la superficie (profundidad=0). A mayores profundidades, los perfiles de esfuerzos comienzan a perder la simetría parcial del perfil superficial, apareciendo incluso valores positivos para el valor de esfuerzos. Sin embargo, se manifiesta una tendencia general a valores negativos menores. La presencia de variaciones tan elevadas como 100 MPa en los valores de esfuerzos residuales, deben ser considerados importantes, especialmente tratándose de aleaciones de aluminio. La simulación del comportamiento de los esfuerzos residuales calculada mediante paquetería de elemento finito, mostraron un acuerdo cualitativamente bueno con los obtenidos experimentalmente, localizando los valores compresivos de menor magnitud entre 150° y 210° , es decir, en la región correspondiente al ángulo exterior del dado.

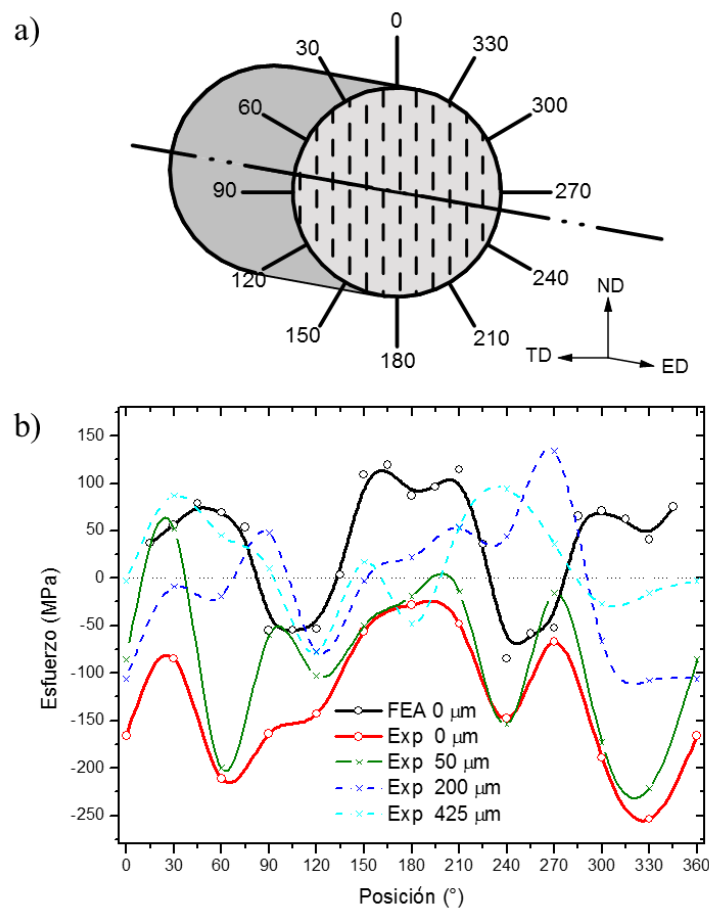


Figura 3.17. Medidas de esfuerzos residuales en la superficie. a) Diagrama de la posición en la probeta, y b) valores experimentales a diferentes profundidades y comparación con resultados calculados por FEA.

Las curvas F-d de ensayos experimentales y la curva simulada, medidas en el punzón, se presentan en la Figura 3.18. El comportamiento general tiene un buen acuerdo entre experimental y simulada. En consecuencia, las diferencias existentes entre los esfuerzos residuales medidos y calculados, pueden ser atribuidas a factores que no son incluidos en el modelo, como la textura cristalina y el tamaño de grano, o a una deficiente determinación del coeficiente de fricción.

Figura 3.18. Comparación del comportamiento de la fuerza en el punzón para ensayos experimentales y el calculado mediante FEA.

Con la intención de poder observar de una forma más sencilla esfuerzos residuales y relacionar una variación entre ellos mediante la línea neutral $e=0$, en la Figura 3.19 se muestra la deformación residual medida como función de la posición y los planos (hkl). A -5 mm del centro, los valores de deformación son isotrópicos y siempre positivos. Dicho comportamiento puede ser ajustado con una elipse. En el centro de la muestra (0 mm), la deformación experimental mostró oscilaciones entre valores positivos y negativos, para el plano (331) por ejemplo, los valores entre ε_{11} y ε_{22} difieren hasta en 50 MPa, por lo que no puede ser considerado como un comportamiento isotrópico. Finalmente, en 5 mm, la deformación es negativa para ε_{11} y positiva para ε_{22} , con un comportamiento que puede ser bien definido por una elipse. Dichos resultados confirman que la deformación producida por ECAP depende fuertemente del volumen analizado, en este caso, de la posición. Sin embargo, la deformación residual encontrada al interior de la muestra, en general entregó valores bajos.

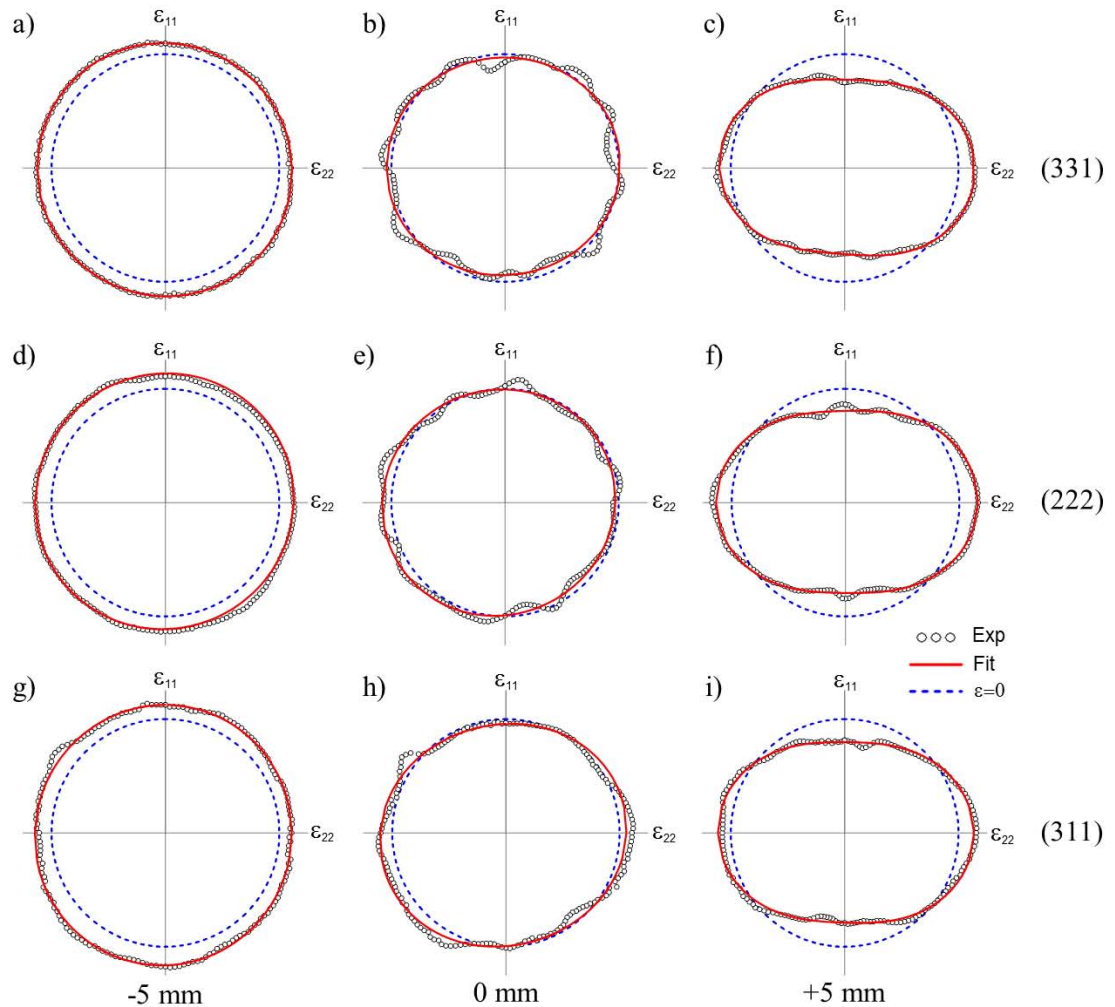


Figura 3.19. Representación polar de la deformación con datos experimentales y procesados para diferentes posiciones y planos (hkl). a) -5mm (331), (b) 0mm (331), (c) 10 mm (331), (d) -5mm (222), (e) 0 mm (222), (f) 10 mm (222), (g) -5mm (311), (h) 0mm (311) e (i) 5mm (311).

El perfil de distancia interplanar como función de la posición, medida en Sincrotrón, mostró una dependencia mínima en función del plano (hkl) considerado. En la Figura 3.20a se presentan los comportamientos de deformación en la dirección de extrusión ($ED=\epsilon_{11}$), para los últimos tres planos de los patrones de difracción obtenidos. Mientras que en Figura 3.20b, se presentan para la dirección transversal ($TD=\epsilon_{22}$). Existen ligeras diferencias en los comportamientos que pueden ser explicadas por la convolución de las propiedades elásticas del material y la deformación causada por el proceso mismo, esto afecta selectivamente algunos planos más que a otros, que tienen un

factor de Schmid distinto. Sin embargo, tal como reporta Xu et al. ,[114] dichas variaciones locales no afectan el comportamiento mecánico general del material. En cualquiera de los casos (ε_{11} y ε_{22}), los valores más altos de deformación se encuentran en los extremos de la muestra, es decir, para +5 mm y -5 mm; mientras que en la región central, de -4 a +4 mm, se tienen variaciones próximas al valor neutral.

Considerando únicamente el plano (331) para el cálculo de esfuerzos residuales, se obtiene el gráfico obtenido en la Figura 3.20c. La región central de la muestra deformada presenta un comportamiento simétrico entre σ_{11} y σ_{22} . Más aún, existe un comportamiento predominantemente compresivo para los esfuerzos residuales en la dirección de extrusión (σ_{11}), y en tensión para la dirección transversal (σ_{22}). Variaciones de alrededor de 40 MPa en general, no tendrían un valor tan importante.

Por otro lado, los valores en los extremos de la probeta, de -5 a -4 y de +4 a +5 mm, muestran un comportamiento complejo de valores de esfuerzo residual más elevado que, tal como se mencionó previamente, puede ser atribuido tanto al efecto de fricción como al proceso de deformación mismo. Como consecuencia, la primera etapa del proceso ECAP parece inducir una deformación heterogénea que, en conjunto con los efectos de fricción, resultan en un perfil complejo de esfuerzos residuales.

Como es bien sabido, en la ciencia e ingeniería de materiales es altamente recomendable obtener una microestructura homogénea. Este objetivo puede ser alcanzado, en el caso particular de ECAP, con la aplicación de un mayor número de pasadas. Sin embargo, la viabilidad industrial busca que dicho número sea lo menor posible, en este caso, la introducción de esfuerzos residuales significativos puede comenzar a jugar un rol principal en aplicaciones donde la resistencia a la fatiga o al desgaste son determinantes.

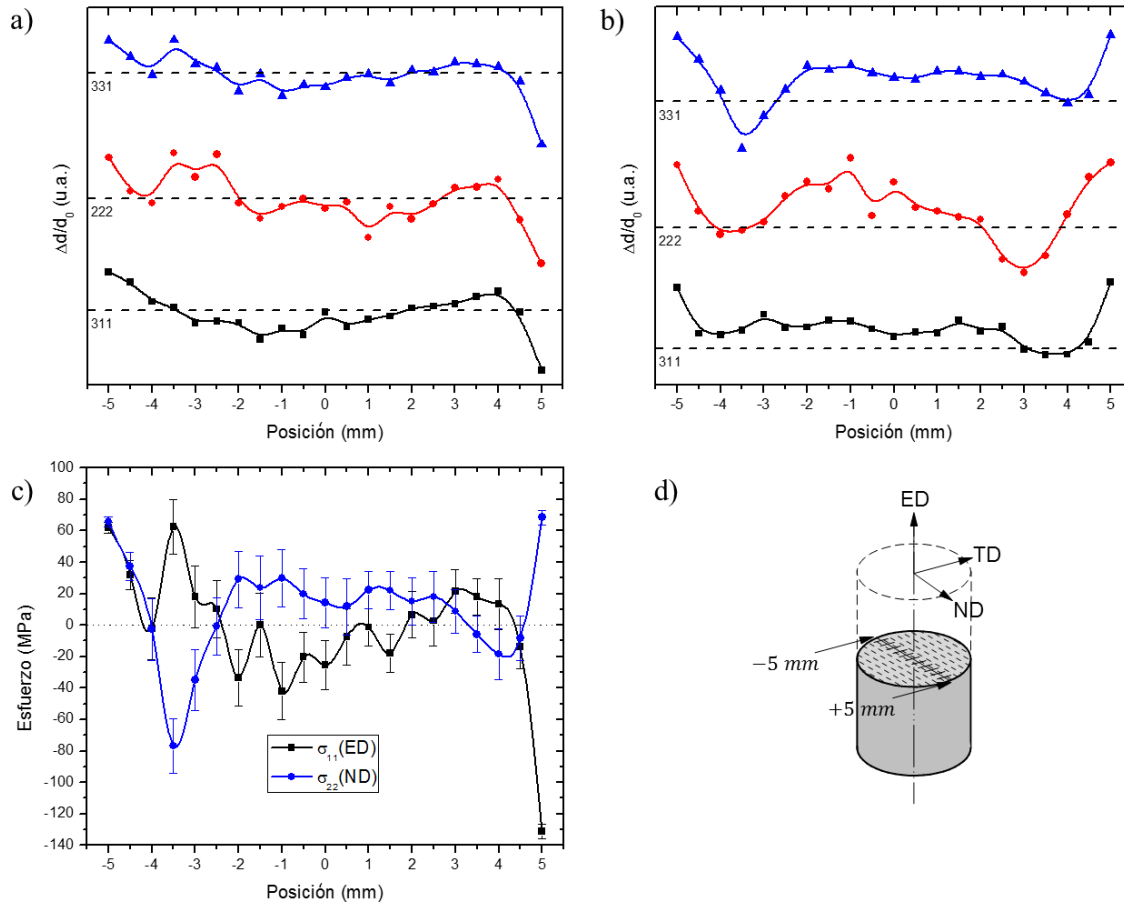


Figura 3.20. Distancia interplanar (hkl) como función de la posición en la muestra, medida en a) la dirección de extrusión (ED) y b) en la dirección normal (ND); c) esfuerzos residuales (σ_{11} y σ_{22}) medidos con Sincrotrón y d) diagrama de posición en la muestra.

El análisis de esfuerzos residuales para 1P resulta de interés dado que, dependiendo del material procesado por ECAP, usualmente el incremento en propiedades de mayor magnitud se presenta en la primera pasada (40-50% del incremento total), con esto, se tendría a disposición un material con propiedades superiores, sin la necesidad de ser sometido a un largo proceso que permita alcanzar este objetivo. Es por ello que resulta importante la determinación del estado de esfuerzos para poder considerar o desechar posibles aplicaciones dependiendo de las solicitaciones particulares.

Si bien la caracterización microestructural presentada hasta este punto permite asociar la naturaleza de esas modificaciones en la estructura del material con los comportamientos mecánicos generales, conocidos hasta el momento, resulta importante confirmar la esperada mejora en el desempeño macroscópico del material bajo estudio.

3.3. Caracterización mecánica

Para verificar los efectos del proceso de deformación plástica severa al que ha sido sometido el material, se recurrió a una técnica que permite alcanzar este objetivo, de una forma eficaz y sencilla, la microdureza.

3.3.1. Microdureza

La Figura 3.21 muestra el incremento en dureza, se parte de una dureza de 119 HV, alcanzando una máxima de 168 HV; el mayor incremento se da en la primera pasada, aumentando 18 HV. El incremento total en microdureza es de 49 HV. Del gráfico mostrado se puede observar un comportamiento asintótico al final de la curva, incrementando marginalmente después de la quinta pasada de ECAP.

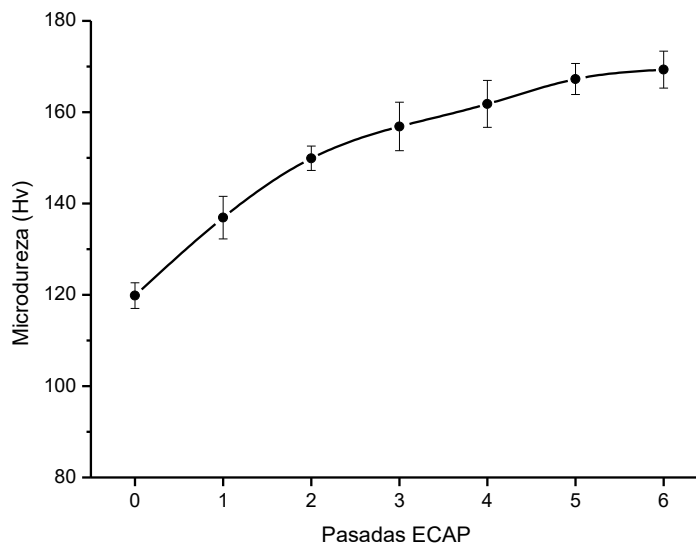


Figura 3.21. Curva de microdureza promedio con función del número de pasadas.

La evolución de la microdureza en función de las pasadas de ECAP se presenta en la Figura 3.22. Se parte de una distribución de dureza homogénea para la muestra de partida (0P). La muestra con una pasada (1P) describe un gradiente a lo largo del eje normal (ND), dicha variación ha sido observada en aluminio puro para muestras con una pasada [99], pero con una menor intensidad. Finalmente, la muestra con seis pasadas (6P) recupera homogeneidad en los valores de dureza, pero no revelan un aumento lineal tomando en cuenta el aumento entre cero y una pasada. Las muestras sometidas a una y seis pasadas

presentan una ligera disminución en los valores de dureza en las orillas del material, que resulta congruente con trabajos previos [99], [101],

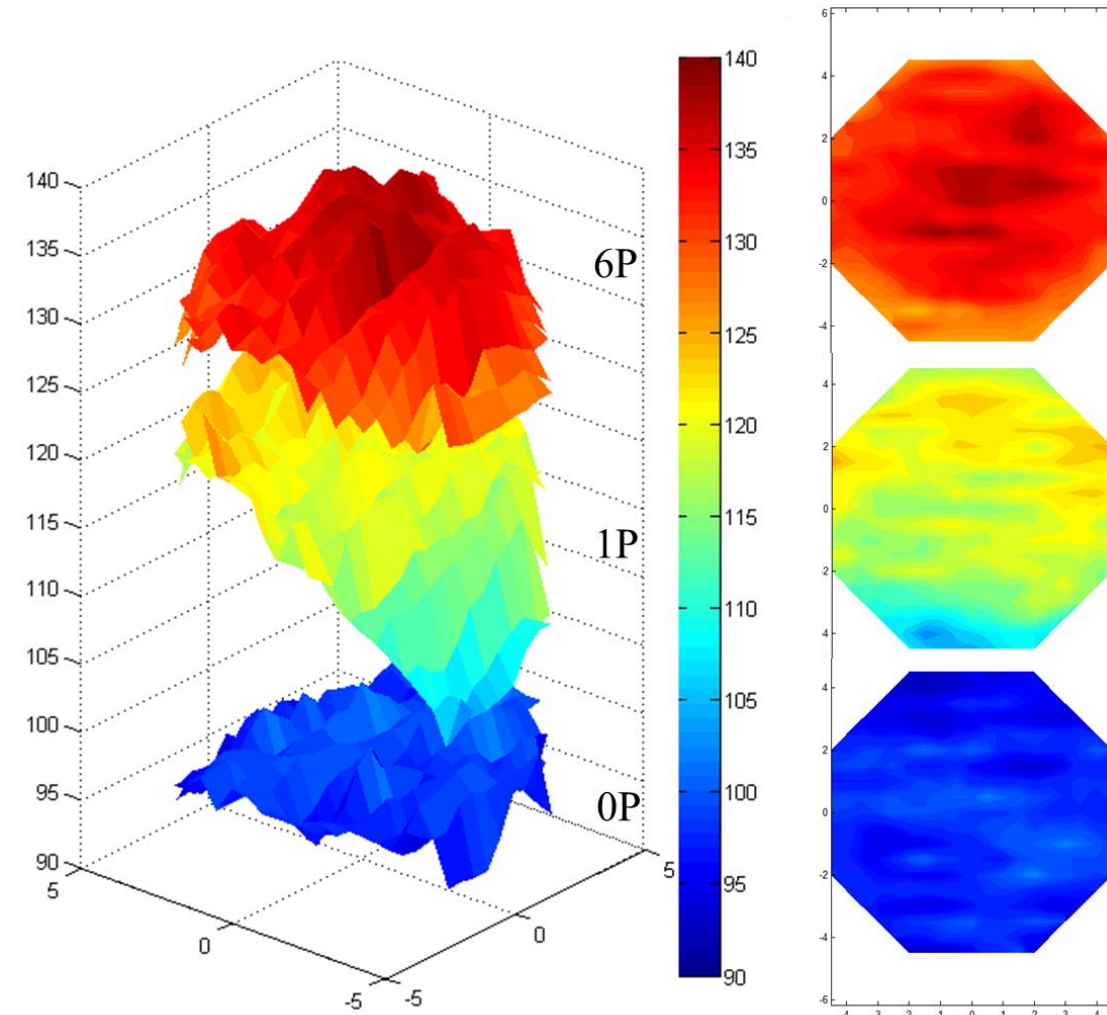


Figura 3.22. Mapeo de dureza para las muestras con 0, 1 y 6 pasadas ECAP.

Al considerar solamente la muestra con una pasada, resulta evidente que el proceso genera una deformación heterogénea en la sección transversal durante la primera etapa del proceso de deformación. El rango de microdureza varía entre 104 y 124 Hv, donde los valores más alto y más bajo se ubican en el radio interno y externo de la geometría del dado, respectivamente. La variación en microdureza representa un 20%, lo cual resulta consistente con aquellos reportados por Xu et al. [100]. La deformación plástica equivalente (PEEQ) calculada mediante cálculo de elemento finito se muestra en la Figura 3.23, dichos resultados concuerdan cualitativamente con el mapeo de dureza obtenido. Es importante mencionar que la ecuación de Iwashashi[41], que calcula $\epsilon=1$ para

una geometría como la utilizada en este estudio, resulta válida únicamente para la región central de la muestra sometida a una pasada de ECAP.

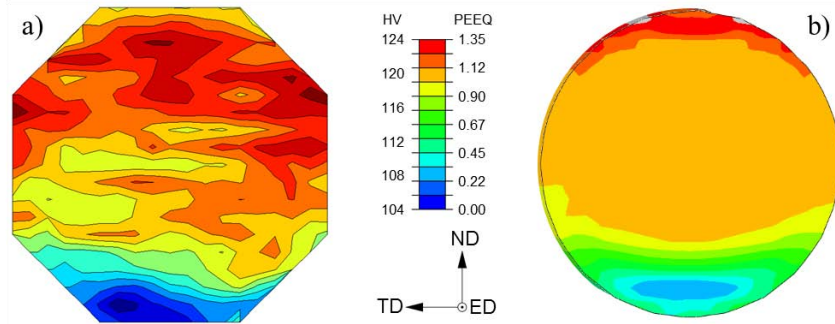


Figura 3.23. Comparación entre a) mapeo de dureza y b) la deformación plástica equivalente calculada mediante FEA, para la sección transversal de una muestra sometida a una pasada ECAP.

El gradiente de deformación encontrado y calculado para la probeta con una pasada, permite asumir que el desempeño del material, cuando menos para una primera pasada, puede verse afectado por la heterogeneidad provocada por el proceso mismo. Sin embargo, después de 6 pasadas ECAP se ha alcanzado un nivel de homogeneidad elevado. La existencia de gradientes de deformación en las primeras etapas del proceso, no asegura que el material tenga un mal desempeño general. Así, a continuación, se evalúan condiciones de sollicitación extremas, iniciando con rapidez de deformación elevada.

3.3.2. Deformación en compresión cuasiestática y dinámica

Los ensayos de compresión cuasiestática y dinámica muestran un aumento en resistencia desde la primera pasada ECAP, dónde de forma análoga a la dureza, se obtiene el mayor incremento en propiedades. El valor de esfuerzo al 2%, 5% y 10% de deformación en compresión, continúa aumentando con el número de pasos, sin embargo, el valor del incremento entre pasadas se va reduciendo. En la Figura 3.24 se presentan valores de esfuerzo obtenidos para la serie de a 2%(Figura 3.24a), 5%(Figura 3.24b) y 10%(Figura 3.24c), de deformación. En ensayos con rapidez de deformación elevadas, el esfuerzo medido es válido usualmente para una deformación mayor al 2%, la razón de esto es que durante la primera parte del ensayo dinámico, se considera que la muestra no está en equilibrio [115]. Sin embargo, en el caso particular de este trabajo, los valores de esfuerzo medidos no difieren considerablemente en comportamiento, con aquellos encontrados para deformaciones de 5 y 10%.

Figura 3.24. Esfuerzo de ensayos de compresión para a) 2%, b) 5% y c) 10 % de deformación para las diferentes rapidezces de deformación evaluadas.

En las gráficas de la Figura 3.25 se muestra el incremento del esfuerzo en función del número de pasadas ECAP. En ellas se observa que el valor de esfuerzo tanto para 5% como 10% de deformación genera un perfil paralelo en función de la velocidad de deformación, aumento en esfuerzo representa un incremento del 16% y 14% respectivamente para la muestra sin deformación (0P). Con el aumento de pasadas ECAP en el material, el incremento porcentual en esfuerzo se va reduciendo hasta ser 10% y 8%, para deformación en compresión del 5% y 10%, respectivamente.

Figura 3.25. Curvas de esfuerzo en función del número de pasadas ECAP a diferentes rapidezces de deformación.

La sensibilidad a la rapidez a la deformación (SRS por sus siglas en inglés) puede aproximar de acuerdo con Vilamosa *et al* [116] con la ecuación:

$$SRS = \frac{\sigma^\varepsilon}{\sigma_r} \quad (3.1)$$

Donde σ^ε es el esfuerzo a una deformación (ε) dada, y σ_r es el σ_y para una rapidez de deformación de $0.001s^{-1}$.

Jiang *et al*[117] y Dezhi *et al*[118] proponen cuantificarlo como

$$SRS = \frac{\sigma_D - \sigma_S}{\sigma_S} \frac{1}{\ln(\dot{\varepsilon}_d / \dot{\varepsilon}_s)} \quad (3.2)$$

Donde σ_D y σ_S son los esfuerzos dinámico y estático, respectivamente, a una deformación dada; $\dot{\varepsilon}_d$ y $\dot{\varepsilon}_s$ son las rapidezces de deformación en el régimen dinámico y estático respectivamente.

Asimismo, también se puede calcular el dicho valor al considerar la pendiente de los puntos en el gráfico σ vs $\dot{\epsilon}$, o σ vs $\log \dot{\epsilon}$ [60], [115], [119], [120].

Los valores calculados de acuerdo con las tres aproximaciones mencionadas, para la sensibilidad a la rapidez de deformación se muestran en la Figura 3.26, para 5% y 10% de deformación se tienen comportamientos. En ellos se observa que el material no es sensible a la rapidez de deformación, sin importar la forma en que se calculen los valores para SRS, la variación entre los valores del mismo, es mínima. Si bien la ser calculada con la pendiente muestra un ligero decremento al aumentar el número de pasos, las variaciones en el valor SRS no dan evidencia de sensibilidad alguna a la rapidez de deformación, por el contrario, en dos de los modelos utilizados, los valores de SRS encuentran el mayor cambio entre cero y una pasada ECAP, sugiriendo una ligera sensibilidad a la rapidez de deformación para granos grandes.

Figura 3.26. Curvas de sensibilidad a la rapidez de deformación en función del número de pasadas ECAP, calculadas por tres métodos diferentes.

Vale la pena hacer notar que en los ensayos el material alcanza una deformación mínima de 0.5 sin la aparición de grietas, demostrando que conserva ductilidad, lo cual abre la posibilidad de aplicar procesos de conformado posteriores al ECAP, para alcanzar una geometría determinada.

El comportamiento en compresión dentro del régimen estático y dinámico mejoró con el número de pasadas ECAP. Para evaluar el desempeño bajo diferentes condiciones, se presentan a continuación, los resultados de ensayos de fatiga a muy elevado número de ciclos.

3.3.3. Fatiga a muy alto número de ciclos

Tal como se planteó en la sección 2.12.4, se requirió de la determinación de la frecuencia natural del sistema, en función de las dimensiones particulares del problema bajo estudio. La frecuencia natural del sistema se encontró en 22112 Hz, con una deformación paralela con el eje de simetría, indicando que no se tiene riesgo de incidir caer en la frecuencia natural del sistema, dadas las condiciones experimentales. Al corroborar que la geometría obtenida de la probeta maquinada trabaja en el sistema de vibración, se encontró una frecuencia experimental de 19900 Hz.

Una vez obtenida la frecuencia experimental, se calculó la distribución de esfuerzos bajo las solicitaciones específicas. Para ello, el modelo antes mencionado, se sometió a un análisis de vibración forzada. En éste, se analizó un rango de trabajo de 19775 a 20025 Hz, imponiendo un desplazamiento en la cara superior de la probeta, es decir, la amplitud que será impuesta en el dispositivo experimental (Figura 3.27).

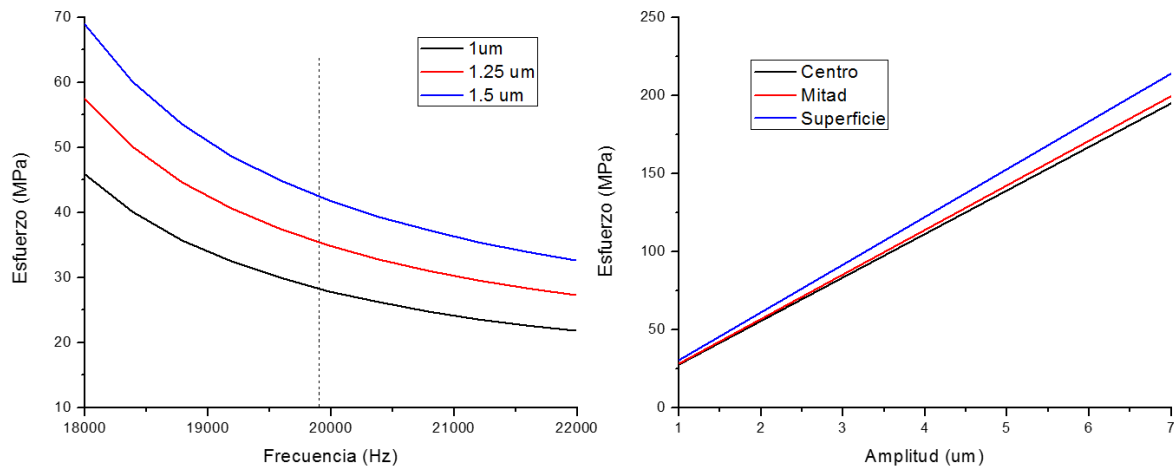


Figura 3.27. Comportamiento del esfuerzo al centro de la probeta a) en función de la frecuencia de trabajo, y b) en función de la amplitud impuesta para una frecuencia de 19900 Hz.

La distribución de esfuerzos en la dirección del eje principal de la probeta es mostrada en la Figura 3.28. En la sección central de la probeta, el esfuerzo en la superficie es ligeramente superior que en el centro, tendiendo un valor de 96.3%.

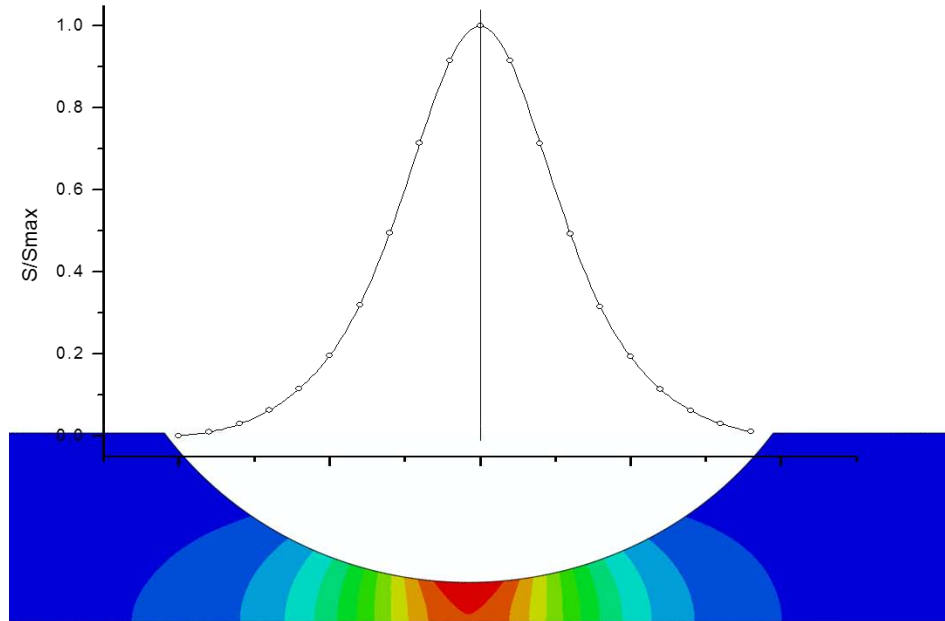


Figura 3.28. Distribución del esfuerzo longitudinal en la probeta para ensayos de fatiga a muy elevado número de ciclos.

Los resultados obtenidos de los ensayos para fatiga gigacíclica se resumen en la Figura 3.29. En las probetas sin deformación (OP) se alcanza un límite de 84 MPa a los 1×10^{10} ciclos. Por otro lado, para las probetas con una pasada se encuentra un límite de 100 MPa. En el comportamiento general de las curvas S-N se encontró un incremento marginal en la resistencia a la fatiga para las probetas sometidas a un pasada ECAP. Asimismo, la dispersión en el número de ciclos es mayor para estas últimas. El origen de dicha dispersión obedece a la heterogeneidad inducida por el proceso hasta el punto evaluado, tal como se muestra en la sección 3.3.1, en la primera pasada de ECAP no se tiene una distribución homogénea en los cambios generados por el proceso.

Figura 3.29. Curva S-N obtenida para las muestras sin deformación (0P) y con una pasada ECAP (1P).

Las superficies de fractura encontradas entre las probetas deformadas (1P) y no deformadas (0P) resultan diferentes. Mientras que para para las muestras no deformadas se tiene una superficie tipo clivaje (Figura 3.30a), para las muestras con una pasada de ECAP se encontró una combinación tipo clivaje con fractura dúctil (Figura 3.30b).

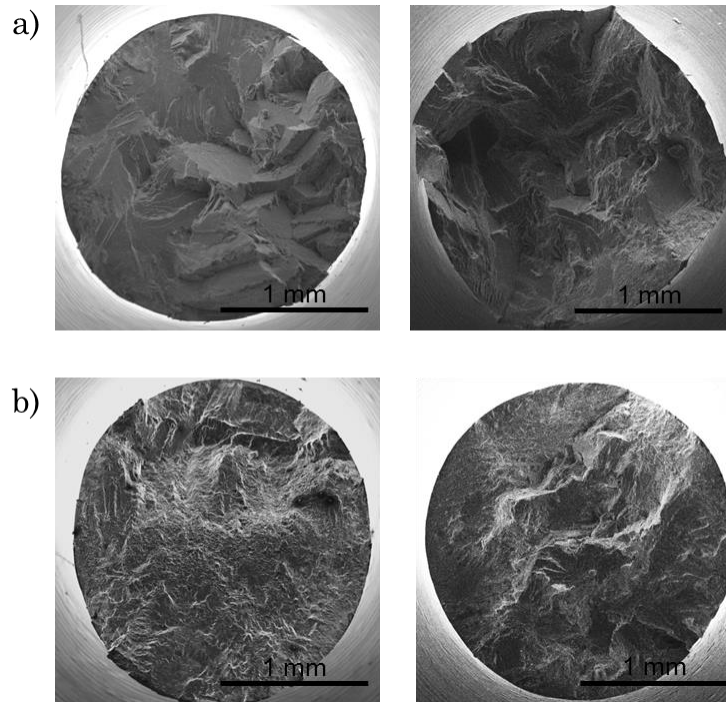


Figura 3.30. Micrografías de las superficies de fractura para a) dos muestras sin deformación (0P) y b) dos muestras sometidas a una pasada ECAP (1P).

Los mecanismos de fractura resultan similares entre las dos condiciones evaluadas. En ambos casos fueron encontradas bandas persistentes de deslizamiento (PSB por sus siglas en inglés) a 45° respecto a la dirección de carga. Sin embargo, para las muestras sometidas a una pasada de ECAP se encontraron también PSB a 90° respecto a la dirección de carga, dichas bandas están asociadas a los subgranos y conjuntos de dislocaciones generadas durante el proceso de deformación. La presencia de PSB sugiere que el inicio de la fractura pudo tener lugar a largo de alguna PSB con su intersección con la superficie externa de la probeta (Figura 3.31).

La mejora porcentual en propiedades, encontrada para las muestras 1P en compresión y dureza, no son comparables con el aumento encontrado en VHCF. Mientras que para las pruebas mecánicas de dureza y compresión, se obtuvo un aumento de $\sim 50\%$ del incremento total para la primera pasada ECAP, para la resistencia a la fatiga se encontró un incremento marginal.

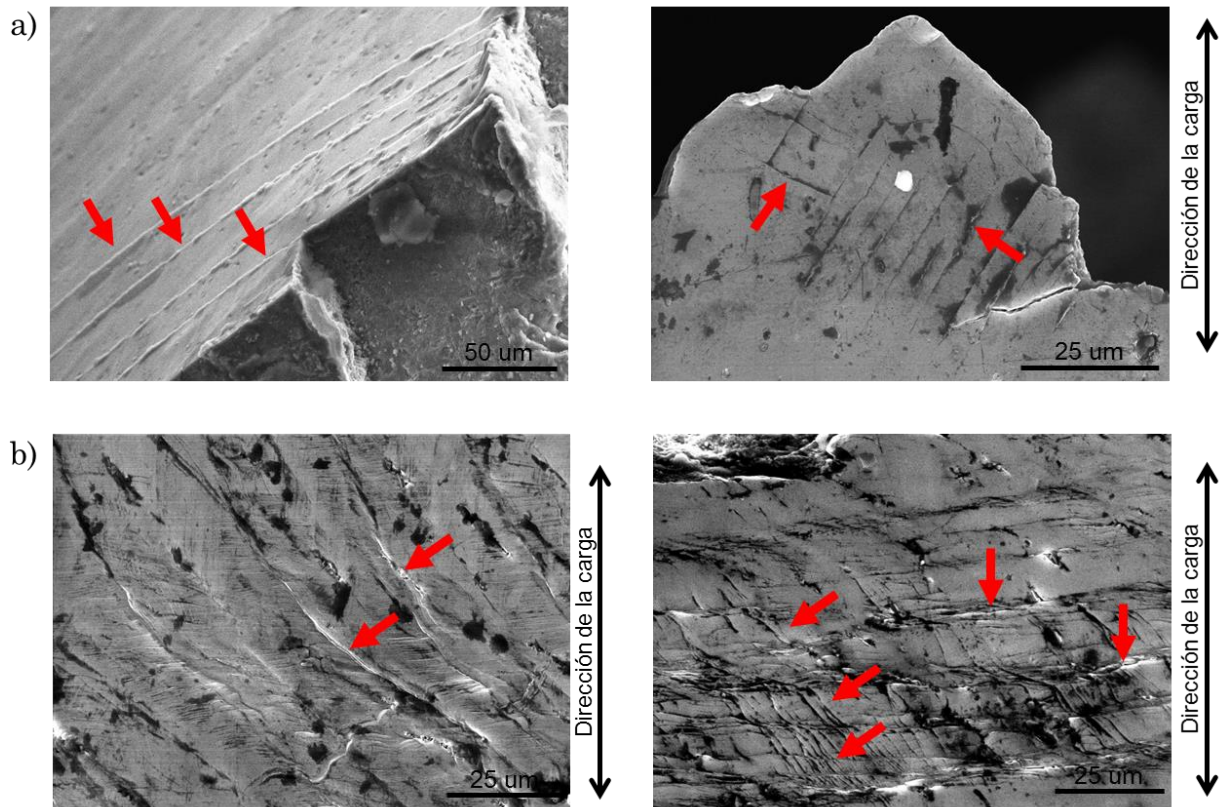


Figura 3.31. Micrografías de la superficie de las probetas cerca de la fractura, indicando la formación de PSB, para a) muestras sin deformación (0P) y b) muestras sometidas a una pasada ECAP (1P).

Dadas las restricciones geométricas para la adecuada conducción del experimento, y tomando en cuenta, tanto los resultados de las otras evaluaciones mecánicas, como los cambios microestructurales entre 0P y 1P, se puede atribuir la reducida mejora en resistencia a la fatiga principalmente, al reducido volumen de caracterización. Si bien después de una pasada se aumenta la densidad de dislocaciones, y se comienza con la formación de celdas de dislocaciones, no se han alcanzado a formar nuevos granos que, dentro de la sección transversal evaluada, que permita diferenciar cuantitativamente el efecto del proceso ECAP. Pese a ello, se espera que para un número mayor de pasadas, se pueda diferenciar de forma clara, la mejora en el desempeño de material bajo sollicitaciones cíclicas.

4. Conclusiones

La aleación de aluminio 6061-T6 fue exitosamente sometida al proceso de deformación plástica severa ECAP a temperatura ambiente, los precipitados existentes en el material no impidieron el desarrollo del proceso.

Los patrones de difracción de electrones son compatibles con la disminución en la intensidad de la orientación preferencial entre los cristales. La caída en la intensidad de la textura indica que el proceso genera una textura inicial, que decae gradualmente con una relación 12:1 entre la pasada uno y seis. En consecuencia, el proceso ECAP involucra tanto desorientación, como multiplicación de fronteras de grano.

De acuerdo con el análisis mediante difracción de rayos X, el estado de la deformación, varía en función del número de pasadas, teniendo un máximo entre dos y tres pasadas, para formar posteriormente una meseta (plateau) entre cinco y seis pasadas. Esto es interpretado como el número óptimo de pasadas para alcanzar una configuración estable de dislocaciones.

La textura inicial del material desaparece después de la primera pasada, formando una nueva textura, característica de la deformación a cortante simple. Las variaciones respecto a las posiciones ideales fueron menores a 15° generalmente, pudiendo ser atribuidas a efectos geométricos o de fricción.

Existe una correspondencia entre los resultados de textura cristalográfica y el análisis Williamson-Hall, donde el inicio de una textura estable y la meseta en la curva de deformación pueden estar relacionadas. La implicación práctica de estas observaciones, podrían ser utilizada para determinar el número óptimo de pasadas en el proceso ECAP.

En términos del análisis de esfuerzos residuales, en la primera etapa del proceso. Los valores más altos de esfuerzos residuales se encontraron en la superficie de la probeta altamente deformada, con variaciones importantes a lo largo del perímetro de la sección transversal. Siendo atribuidos a la convolución de los efectos de fricción y el proceso mismo.

El perfil de deformación al interior de la probeta, no mostró una dependencia clara del plano (hkl) considerado. En la región central de la muestra, se encontraron variaciones menores a 50 MPa, siendo de naturaleza compresiva para la dirección de extrusión, y de tensión para la dirección transversal. Los resultados de esfuerzos residuales en la superficie calculados mediante FEA, mostraron un buen acuerdo cualitativo con los obtenidos experimentalmente.

Pese a la reducida homogeneidad de la microestructura en los primeros pasos del proceso, la información de los esfuerzos residuales en los primeros pasos es de gran importancia para las posibles aplicaciones industriales de este proceso, que buscan un compromiso entre la homogeneidad de la microestructura y el costo adicional que representa aumentar el número de pasos de extrusión.

El mapeo de dureza confirma un aumento en la homogeneidad y en la resistencia conforme se aumenta el número de pasadas. La deformación plástica equivalente calculada y el mapeo de microdureza para 1P mostraron el mismo gradiente de deformación.

La resistencia en compresión del material aumenta con el número de pasos. El mayor incremento se encuentra entre las muestras 0P y 1P, y resulta marginal para entre 5P y 6P. Dicho comportamiento es cualitativamente independiente de la rapidez de deformación. Sin embargo, se tiene una ligera sensibilidad a la rapidez de deformación, encontrando valores de mayor magnitud para el rango dinámico. La posibilidad de aplicar procesos de conformado postECAP al material, permite dar geometrías funcionales a las piezas altamente deformadas.

La resistencia a la fatiga a muy elevado número de ciclos mostró una mejora marginal entre el material de referencia, y el sometido a una pasada ECAP. Pese a lo anterior, las superficies de fractura muestran comportamientos de falla distintos que indican no tener efecto en la resistencia cuantitativamente en las primeras etapas del proceso, pero pudieran tener efecto a un mayor número de pasadas. La diferencia en el desempeño bajo estas condiciones, dadas las limitantes geométricas de la prueba, se presume puede ser observable a una mayor cantidad de pasadas ECAP.

Los resultados de refinamiento Rietveld, evolución de la textura cristalográfica, dureza, y compresión dinámica y cuasiestática, indican que el material ha alcanzado un punto estable donde, en caso de ser posible, una mayor cantidad de pasadas ECAP resultaría en cambios marginales, ya sean microestructurales o en el comportamiento mecánico general.

5. Referencias Bibliográficas

- [1] R. Z. Valiev and T. G. Langdon, "Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 51, no. 7, pp. 881–981, 2006.
- [2] I. Sabirov, M. Y. Y. Murashkin, and R. Z. Z. Valiev, "Nanostructured aluminium alloys produced by severe plastic deformation: New horizons in development," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 560, pp. 1–24, 2013.
- [3] K. S. Kumar, H. Van Swygenhoven, and S. Suresh, "Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys," *Acta Mater.*, vol. 51, no. 19, pp. 5743–5774, 2003.
- [4] P. W. J. Mckenzie and R. Lapovok, "ECAP with back pressure for optimum strength and ductility in aluminium alloy 6016. Part 1: Microstructure," *Acta Mater.*, vol. 58, no. 9, pp. 3198–3211, 2010.
- [5] L. Ding, Z. Jia, Z. Zhang, R. E. Sanders, Q. Liu, and G. Yang, "The natural aging and precipitation hardening behaviour of Al-Mg-Si-Cu alloys with different Mg/Si ratios and Cu additions," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 627, pp. 119–126, 2015.
- [6] G. E. Totten and D. S. MacKenzie, Eds., *Handbook of Aluminum*. Marcel Dekker AG.
- [7] P. A. Buffat, "Transmission electron microscopy study of the b' phase (Al-Mg-Si alloys) and QC phase (Al-Cu-Mg-Si alloys): ordering mechanism and crystallographic structure," vol. 48, pp. 2639–2653, 2000.
- [8] D. J. Chakrabarti and D. E. Laughlin, "Phase relations and precipitation in Al-Mg-Si alloys with Cu additions," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 49, no. 3–4, pp. 389–410, 2004.
- [9] D. J. Chakrabarti, Y. Peng, and D. E. Laughlin, "Precipitation in Al-Mg-Si alloys with Cu additions and the role of the Q' and related phases," *Mater. Sci. Forum*, vol. 396–402, pp. 857–862, 2002.
- [10] G. a. Edwards, K. Stiller, G. L. Dunlop, and M. J. Couper, "The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys," *Acta Mater.*, vol. 46, no. 11, pp. 3893–3904, 1998.
- [11] K. Matsuda, T. Naoi, K. Fujii, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio, and S. Ikeno, "Crystal structure of the β'' phase in an Al-1.0mass%Mg2Si-0.4mass%Si alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 262, no. 1–2, pp. 232–237, 1999.

- [12] H. J. Roven, M. Liu, and J. C. Werenskiold, "Dynamic precipitation during severe plastic deformation of an Al-Mg-Si aluminium alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 483–484, no. 1–2 C, pp. 54–58, 2008.
- [13] D. G. Eskin, V. Massardier, and P. Merle, "Study of high-temperature precipitation in Al-Mg-Si alloys with an excess of silicon," *J. Mater. Sci.*, vol. 34, no. 4, pp. 811–820, 1999.
- [14] E. a. El-Danaf, "Mechanical properties, microstructure and micro-texture evolution for 1050AA deformed by equal channel angular pressing (ECAP) and post ECAP plane strain compression using two loading schemes," *Mater. Des.*, vol. 34, pp. 793–807, 2012.
- [15] A. R. Farkoosh, M. Pekguleryuz, and A. Si, "Materials Science & Engineering A Enhanced mechanical properties of an Al – Si – Cu – Mg alloy at 300 1 C : Effects of Mg and the Q-precipitate phase," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 621, pp. 277–286, 2015.
- [16] H. Asgharzadeh, a. Simchi, and H. S. Kim, "High-temperature deformation and structural restoration of a nanostructured Al alloy," *Scr. Mater.*, vol. 66, no. 11, pp. 911–914, 2012.
- [17] Y. T. Zhu, T. C. Lowe, and T. G. Langdon, "Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation," *Scr. Mater.*, vol. 51, no. 8 SPEC. ISS., pp. 825–830, 2004.
- [18] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, and I. V. Alexandrov, "Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 45, no. 2, pp. 103–189, 2000.
- [19] V. M. Segal, "Severe plastic deformation: simple shear v ersus pure shear," vol. 338, pp. 331–344, 2002.
- [20] A. P. Zhilyaev, S. N. Sergeev, and T. G. Langdon, "Electron backscatter diffraction (EBSD) microstructure evolution in HPT copper annealed at a low temperature," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 3, no. 4, pp. 338–343, 2014.
- [21] W. Lechner, W. Puff, B. Mingler, M. J. Zehetbauer, and R. Würschum, "Microstructure and vacancy-type defects in high-pressure torsion deformed Al-Cu-Mg-Mn alloy," *Scr. Mater.*, vol. 61, no. 4, pp. 383–386, 2009.
- [22] J. Zhang, N. Gao, and M. J. Starink, "Al-Mg-Cu based alloys and pure Al processed by high pressure torsion: The influence of alloying additions on strengthening," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 15, pp. 3472–3479, 2010.
- [23] A. P. Zhilyaev, G. V. Nurislamova, B. K. Kim, M. D. Baró, J. A. Szpunar, and T. G. Langdon, "Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion," *Acta Mater.*, vol. 51, no. 3, pp. 753–765, 2003.
- [24] A. Vorhauer and R. Pippan, "On the homogeneity of deformation by high pressure torsion," *Scr. Mater.*, vol. 51, no. 9, pp. 921–925, 2004.

- [25] W. Skrotzki, A. Eschke, B. Jóni, T. Ungár, L. S. Tóth, Y. Ivanisenko, and L. Kurmanaeva, "New experimental insight into the mechanisms of nanoplasticity," *Acta Mater.*, vol. 61, no. 19, pp. 7271–7284, 2013.
- [26] B. Cherukuri, T. S. Nedkova, and R. Srinivasan, "A comparison of the properties of SPD-processed AA-6061 by equal-channel angular pressing, multi-axial compressions/forgings and accumulative roll bonding," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 410–411, pp. 394–397, 2005.
- [27] A. A. Tohidi, M. Ketabchi, and A. Hasannia, "Nanograined Ti–Nb microalloy steel achieved by Accumulative Roll Bonding (ARB) process," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 577, pp. 43–47, 2013.
- [28] N. Kamikawa, X. Huang, N. Tsuji, and N. Hansen, "Strengthening mechanisms in nanostructured high-purity aluminium deformed to high strain and annealed," *Acta Mater.*, vol. 57, no. 14, pp. 4198–4208, 2009.
- [29] O. Sitdikov, T. Sakai, a. Goloborodko, and H. Miura, "Grain fragmentation in a coarse-grained 7475 Al alloy during hot deformation," *Scr. Mater.*, vol. 51, no. 2, pp. 175–179, 2004.
- [30] D. B. Witkin and E. J. Lavernia, "Synthesis and mechanical behavior of nanostructured materials via cryomilling," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 51, no. 1, pp. 1–60, 2006.
- [31] D. H. Shin, J. J. Park, Y. S. Kim, and K. T. Park, "Constrained groove pressing and its application to grain refinement of aluminum," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 328, no. 1, pp. 98–103, 2002.
- [32] A. Azushima, R. Kopp, A. Korhonen, D. Y. Yang, F. Micari, G. D. Lahoti, P. Groche, J. Yanagimoto, N. Tsuji, A. Rosochowski, and A. Yanagida, "Severe plastic deformation (SPD) processes for metals," *CIRP Ann. - Manuf. Technol.*, vol. 57, no. 2, pp. 716–735, 2008.
- [33] B. Q. Han and T. G. Langdon, "Achieving enhanced tensile ductility in an Al-6061 composite processed by severe plastic deformation," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 410–411, pp. 430–434, 2005.
- [34] W. Dafang, W. Yuewu, P. Bing, M. Meng, and Z. Lin, "Experimental research on the ultimate strength of hard aluminium alloy 2017 subjected to short-time radioactive heating," *Mater. Des.*, vol. 40, pp. 502–509, 2012.
- [35] M. Moradi, M. Nili-Ahmadabadi, B. Poorganji, B. Heidarian, M. H. Parsa, and T. Furuwara, "Recrystallization behavior of ECAPed A356 alloy at semi-solid reheating temperature," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 16–17, pp. 4113–4121, 2010.
- [36] C. Xu, Z. Száraz, Z. Trojanová, P. Lukáč, and T. G. Langdon, "Evaluating plastic anisotropy in two aluminum alloys processed by equal-channel angular pressing," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 497, no. 1–2, pp. 206–211, 2008.
- [37] F. D. Dumitru, O. F. Higuera-Cobos, and J. M. Cabrera, "ZK60 alloy processed by ECAP:

- Microstructural, physical and mechanical characterization," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 594, pp. 32–39, 2014.
- [38] C. Xu, S. Schroeder, P. B. Berbon, and T. G. Langdon, "Principles of ECAP-Conform as a continuous process for achieving grain refinement: Application to an aluminum alloy," *Acta Mater.*, vol. 58, no. 4, pp. 1379–1386, 2010.
- [39] Q. Jining, Z. Di, Z. Guoding, and J. C. Lee, "Effect of temperature on texture formation of 6061 aluminum sheet in equal-channel angular pressing," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 408, no. 1–2, pp. 79–84, 2005.
- [40] A. P. Zhilyaev, D. L. Swisher, K. Oh-ishi, T. G. Langdon, and T. R. McNelley, "Microtexture and microstructure evolution during processing of pure aluminum by repetitive ECAP," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 429, no. 1–2, pp. 137–148, 2006.
- [41] Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto, and T. G. Langdon, "Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials," *Scr. Mater.*, vol. 35, no. 2, pp. 143–146, 1996.
- [42] S. K. Lu, H. Y. Liu, L. Yu, Y. L. Jiang, and J. H. Su, "3D FEM simulations for the homogeneity of plastic deformation in aluminum alloy HS6061-T6 during ECAP," *Procedia Eng.*, vol. 12, pp. 35–40, 2011.
- [43] Y. G. Kim, Y. G. Ko, D. H. Shin, and S. Lee, "Effect of equal-channel angular pressing routes on high-strain-rate deformation behavior of ultra-fine-grained aluminum alloy," *Acta Mater.*, vol. 58, no. 7, pp. 2545–2554, 2010.
- [44] F. Djavanroodi and M. Ebrahimi, "Effect of die parameters and material properties in ECAP with parallel channels," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 29–30, pp. 7593–7599, 2010.
- [45] H. S. Kim, M. H. Seo, and S. I. Hong, "Plastic deformation analysis of metals during equal channel angular pressing," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 113, no. 1–3, pp. 622–626, 2001.
- [46] E. Cerri, P. P. De Marco, and P. Leo, "FEM and metallurgical analysis of modified 6082 aluminium alloys processed by multipass ECAP: Influence of material properties and different process settings on induced plastic strain," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 209, no. 3, pp. 1550–1564, 2009.
- [47] F. Djavanroodi, B. Omranpour, M. Ebrahimi, and M. Sedighi, "Designing of ECAP parameters based on strain distribution uniformity," *Prog. Nat. Sci. Mater. Int.*, vol. 22, no. 5, pp. 452–460, 2012.
- [48] I. Balasundar and T. Raghu, "Effect of friction model in numerical analysis of equal channel angular pressing process," *Mater. Des.*, vol. 31, no. 1, pp. 449–457, 2010.
- [49] G. Deng, C. Lu, L. Su, A. K. Tieu, J. Li, M. Liu, H. Zhu, and X. Liu, "Influence of outer corner angle (OCA) on the plastic deformation and texture evolution in equal channel angular pressing," *Comput. Mater. Sci.*, vol. 81, pp. 79–88, 2014.

- [50] G. Y. Deng, C. Lu, L. H. Su, X. H. Liu, and a. K. Tieu, "Modeling texture evolution during ECAP of copper single crystal by crystal plasticity FEM," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 534, pp. 68–74, 2012.
- [51] D.-K. Kim, K.-H. Jung, W.-W. Park, Y.-T. Im, and Y.-S. Lee, "Numerical study of the effect of prior deformation history on texture evolution during equal channel angular pressing," *Comput. Mater. Sci.*, vol. 81, pp. 68–78, 2014.
- [52] G. Y. Deng, C. Lu, L. H. Su, a. K. Tieu, H. L. Yu, and X. H. Liu, "Investigation of sample size effect on the deformation heterogeneity and texture development during equal channel angular pressing," *Comput. Mater. Sci.*, vol. 74, pp. 75–85, 2013.
- [53] C. Lu, G. Y. Deng, a. K. Tieu, L. H. Su, H. T. Zhu, and X. H. Liu, "Crystal plasticity modeling of texture evolution and heterogeneity in equal channel angular pressing of aluminum single crystal," *Acta Mater.*, vol. 59, no. 9, pp. 3581–3592, 2011.
- [54] B. V. Patil, U. Chakkingal, and T. S. Prasanna Kumar, "Effect of geometric parameters on strain, strain inhomogeneity and peak pressure in equal channel angular pressing – A study based on 3D finite element analysis," *J. Manuf. Process.*, vol. 17, pp. 88–97, 2015.
- [55] P. Karpuz, C. Simsir, and C. H. Gür, "Investigating the effects of hardening of aluminium alloys on equal-channel angular pressing-A finite-element study," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 503, no. 1–2, pp. 148–151, 2009.
- [56] J. Zhang, K. Zhang, H.-C. Wu, and M. Yu, "Experimental and numerical investigation on pure aluminum by ECAP," *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 19, no. 5, pp. 1303–1311, 2009.
- [57] T. Suo, Y. Li, Q. Deng, and Y. Liu, "Optimal pressing route for continued equal channel angular pressing by finite element analysis," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 466, no. 1–2, pp. 166–171, 2007.
- [58] N. D. Stepanov, A. V. Kuznetsov, G. A. Salishchev, G. I. Raab, and R. Z. Valiev, "Effect of cold rolling on microstructure and mechanical properties of copper subjected to ECAP with various numbers of passes," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 554, pp. 105–115, 2012.
- [59] M. J. O'Brien, H. F. von Bremen, M. Furukawa, Z. Horita, and T. G. Langdon, "A finite element analysis of the superplastic forming of an aluminum alloy processed by ECAP," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 456, no. 1–2, pp. 236–242, 2007.
- [60] A. S. Khan and C. S. Meredith, "Thermo-mechanical response of Al 6061 with and without equal channel angular pressing (ECAP)," *Int. J. Plast.*, vol. 26, no. 2, pp. 189–203, 2010.
- [61] J. K. Kim, H. G. Jeong, S. I. Hong, Y. S. Kim, and W. J. Kim, "Effect of aging treatment on heavily deformed microstructure of a 6061 aluminum alloy after equal channel angular pressing," *Scr. Mater.*, vol. 45, no. 8, pp. 901–907, 2001.

- [62] W. J. Kim, Y. K. Sa, H. K. Kim, and U. S. Yoon, "Plastic forming of the equal-channel angular pressing processed 6061 aluminum alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 487, no. 1–2, pp. 360–368, 2008.
- [63] Q. Jining, J. H. Han, Z. Guoding, and J. C. Lee, "Characteristic of textures evolution induced by equal channel angular pressing in 6061 aluminum sheets," *Scr. Mater.*, vol. 51, no. 2, pp. 185–189, 2004.
- [64] W. J. Kim and J. Y. Wang, "Microstructure of the post-ECAP aging processed 6061 Al alloys," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 464, no. 1–2, pp. 23–27, 2007.
- [65] J. K. Kim, H. K. Kim, J. W. Park, and W. J. Kim, "Large enhancement in mechanical properties of the 6061 Al alloys after a single pressing by ECAP," *Scr. Mater.*, vol. 53, no. 10, pp. 1207–1211, 2005.
- [66] H. Asgharzadeh, H. S. Kim, and a. Simchi, "Microstructure, strengthening mechanisms and hot deformation behavior of an oxide-dispersion strengthened UFG Al6063 alloy," *Mater. Charact.*, vol. 75, pp. 108–114, 2013.
- [67] B. Adamczyk-Cieślak, J. Mizera, and K. J. Kurzydłowski, "Microstructures in the 6060 aluminium alloy after various severe plastic deformation treatments," *Mater. Charact.*, vol. 62, no. 3, pp. 327–332, 2011.
- [68] Y. Waseda, E. Matsubara, and K. Shinoda, *X-Ray Diffraction Crystallography*. Springer, 2011.
- [69] V. Pecharsky, P. Zavalij, J. R. Votano, M. Parham, and L. H. Hall, *Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials*. 2009.
- [70] J. Böhm, A. Wanner, R. Kampmann, H. Franz, K. D. Liss, A. Schreyer, and H. Clemens, "Internal stress measurements by high-energy synchrotron X-ray diffraction at increased specimen-detector distance," *Nucl. Instruments Methods Phys. Res. Sect. B Beam Interact. with Mater. Atoms*, vol. 200, pp. 315–322, 2003.
- [71] A. Wanner and D. C. Dunand, "Synchrotron X-ray study of bulk lattice strains in externally loaded Cu-Mo composites," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 31, no. 11, pp. 2949–2962, 2000.
- [72] A. Khorsand Zak, W. H. Abd. Majid, M. E. Abrishami, and R. Yousefi, "X-ray analysis of ZnO nanoparticles by Williamson-Hall and size-strain plot methods," *Solid State Sci.*, vol. 13, no. 1, pp. 251–256, 2011.
- [73] G. Gonzalez, C. Braham, J. L. Lebrun, Y. Chastel, W. Seiler, and I. A. Figueroa, "Microstructure and Texture of Al - 2Si - x Sn (x = 0 , 4 , 8 mass %) Alloys Processed by Equal Channel Angular Pressing," *Mater. Trans.*, vol. 53, no. 7, pp. 1234–1239, 2012.
- [74] T. Roisnel and J. Rodríguez-Carvajal, "WinPLOTR: A Windows Tool for Powder Diffraction Pattern Analysis," *Mater. Sci. Forum*, vol. 378–381, pp. 118–123, 2001.
- [75] S. Billinge, "Pair Distribution Function Technique: Principles and Methods," *Uniting*

Electron Crystallogr. Powder ..., 2012.

- [76] K. Y. Luo, J. Z. Lu, Q. W. Wang, M. Luo, H. Qi, and J. Z. Zhou, "Residual stress distribution of Ti-6Al-4V alloy under different ns-LSP processing parameters," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 285, no. PARTB, pp. 607–615, 2013.
- [77] F. Cioffi, J. I. Hidalgo, R. Fernández, T. Pirling, B. Fernández, D. Gesto, I. Puente Orench, P. Rey, and G. González-Doncel, "Analysis of the unstressed lattice spacing, d_0 , for the determination of the residual stress in a friction stir welded plate of an age-hardenable aluminum alloy - Use of equilibrium conditions and a genetic algorithm," *Acta Mater.*, vol. 74, pp. 189–199, 2014.
- [78] M. Mahmoodi, M. Sedighi, and D. A. Tanner, "Investigation of through thickness residual stress distribution in equal channel angular rolled Al 5083 alloy by layer removal technique and X-ray diffraction," *Mater. Des.*, vol. 40, pp. 516–520, 2012.
- [79] M. Cabibbo, E. Evangelista, and C. Scalabroni, "EBSD FEG-SEM, TEM and XRD techniques applied to grain study of a commercially pure 1200 aluminum subjected to equal-channel angular-pressing," *Micron*, vol. 36, no. 5, pp. 401–414, 2005.
- [80] I. F. Lee, T. Q. Phan, L. E. Levine, J. Z. Tischler, P. T. Geantil, Y. Huang, T. G. Langdon, and M. E. Kassner, "Using X-ray microbeam diffraction to study the long-range internal stresses in aluminum processed by ECAP," *Acta Mater.*, vol. 61, no. 20, pp. 7741–7748, 2013.
- [81] P. Fernández-Castrillo, G. Bruno, and G. González-Doncel, "Neutron and synchrotron radiation diffraction study of the matrix residual stress evolution with plastic deformation in aluminum alloys and composites," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 487, no. 1–2, pp. 26–32, 2008.
- [82] B. B. He, *Two-Dimensional X-Ray Diffraction*. John Wiley & Sons Inc., 2001.
- [83] A. D. Krawitz, *Introduction to Diffraction in Materials Science and Engineering*. John Wiley & Sons Inc., 2011.
- [84] V. Hauk, *Srtucutral and Residual Stresses analysis by Nondestructive Methods. Evaluation - Application - Assessment*. Elsevier, 1997.
- [85] R. Fernández, G. Bruno, and G. González-Doncel, "Residual stress evolution with compressive plastic deformation in 6061Al–15vol.% SiCw composites as studied by neutron diffraction," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 403, no. 1–2, pp. 260–268, 2005.
- [86] J. Romero, M. Preuss, and J. Quinta da Fonseca, "Capturing the texture changes in a zirconium alloy during the allotropic phase transformation," *Scr. Mater.*, vol. 61, no. 4, pp. 399–402, 2009.
- [87] A. P. Hammersley, S. O. Svensson, M. Hanfland, A. N. Fitch, and D. Hausermann, "Two-dimensional detector software: From real detector to idealised image or two-theta scan," *High Press. Res.*, vol. 14, no. 4–6, pp. 235–248, 1996.
- [88] ABAQUS Inc., "ABAQUS 6.12 Analysis User's Manual," vol. I, p. 831, 2012.

- [89] G.-C. Wang and T.-M. Lu, *RHEED Transmission Mode and Pole Figures*. Springer, 2014.
- [90] V. Randle and O. Engler, *Introduction to texture analysis, macrotexture, microtexture and orientation mapping*. Gordon and Breach Science Publishers, 2000.
- [91] I. J. Beyerlein and L. S. Tóth, "Texture evolution in equal-channel angular extrusion," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 54, no. 4, pp. 427–510, 2009.
- [92] F. Bachmann, R. Hielscher, and H. Schaeben, "Texture Analysis with MTEX – Free and Open Source Software Toolbox," *Solid State Phenom.*, vol. 160, pp. 63–68, 2010.
- [93] S. I. Wright, M. M. Nowell, R. De Kloe, P. Camus, and T. Rampton, "Electron imaging with an EBSD detector," *Ultramicroscopy*, vol. 148, pp. 132–145, 2015.
- [94] O. INSTRUMENTS, "Sample preparation for EBSD Analysis," 2013.
- [95] Y. J. Chen, 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," *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)*, vol. 22, no. 8, pp. 1801–1809, 2012.
- [96] G. Vander Voort, W. Van Geertruyden, S. Dillon, and E. Manilova, "Metallographic Preparation for Electron Backscattered Diffraction," *Microsc. Microanal.*, vol. 12, no. S02, pp. 1610–1611, 2006.
- [97] D. Katrapova and F. Mücklich, "Specimen Preparation for Electron Backscatter Diffraction (EBSD) - Part II: Ceramics," *Prakt. Metallogr.*, vol. 39, no. 801, pp. 644–662, 2002.
- [98] A. Vevečka, M. Cabibbo, and T. G. Langdon, "A characterization of microstructure and microhardness on longitudinal planes of an Al-Mg-Si alloy processed by ECAP," *Mater. Charact.*, vol. 84, pp. 126–133, 2013.
- [99] S. N. Alhajeri, N. Gao, and T. G. Langdon, "Hardness homogeneity on longitudinal and transverse sections of an aluminum alloy processed by ECAP," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 528, no. 10–11, pp. 3833–3840, 2011.
- [100] C. Xu, M. Furukawa, Z. Horita, and T. G. Langdon, "The evolution of homogeneity and grain refinement during equal-channel angular pressing: A model for grain refinement in ECAP," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 398, no. 1–2, pp. 66–76, 2005.
- [101] M. Prell, C. Xu, and T. G. Langdon, "The evolution of homogeneity on longitudinal sections during processing by ECAP," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 480, no. 1–2, pp. 449–455, 2008.
- [102] Y. H. Zhao, X. Z. Liao, Z. Jin, R. Z. Valiev, and Y. T. Zhu, "Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing," *Acta Mater.*, vol. 52, no. 15, pp. 4589–4599, 2004.
- [103] C. Hernandez, I. A. Figueroa, I. Alfonso, C. Braham, P. Castillo, and G. Gonzalez, "Microstructure and texture evolution of the Al-20Sn alloy processed by equal-

- channel angular pressing using route C," *Mater. Trans.*, vol. 56, no. 1, pp. 40–45, 2015.
- [104] N. L. Phung, V. Favier, N. Ranc, F. Valès, and H. Mughrabi, "Very high cycle fatigue of copper: Evolution, morphology and locations of surface slip markings," *Int. J. Fatigue*, vol. 63, pp. 68–77, 2014.
- [105] W. Huang, Z. Liu, M. Lin, X. Zhou, L. Zhao, A. Ning, and S. Zeng, "Reprecipitation behavior in Al-Cu binary alloy after severe plastic deformation-induced dissolution of θ' particles," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 546, pp. 26–33, 2012.
- [106] Z. Liu, S. Bai, X. Zhou, and Y. Gu, "On strain-induced dissolution of q' and q particles in Al-Cu binary alloy during equal channel angular pressing," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 528, no. 6, pp. 2217–2222, 2011.
- [107] W. Huang, Z. Liu, L. Xia, P. Xia, and S. Zeng, "Severe plastic deformation-induced dissolution of θ' particles in Al-Cu binary alloy and subsequent nature aging behavior," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 556, pp. 801–806, 2012.
- [108] M. Cabibbo, "Partial dissolution of strengthening particles induced by equal channel angular pressing in an Al-Li-Cu alloy," *Mater. Charact.*, vol. 68, pp. 7–13, 2012.
- [109] M. A. Meyers, A. Mishra, and D. J. Benson, "Mechanical properties of nanocrystalline materials," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 51, no. 4, pp. 427–556, 2006.
- [110] H. Sidhom, H. Yahyaoui, C. Braham, and G. Gonzalez, "Analysis of the Deformation and Damage Mechanisms of Pearlitic Steel by EBSD and 'in-situ' SEM Tensile Tests," *J. Mater. Eng. Perform.*, no. Ref 13, 2015.
- [111] E. A. El-Danaf, "Texture evolution and fraction of favorably oriented fibers in commercially pure aluminum processed to 16 ECAP passes," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 492, no. 1–2, pp. 141–152, 2008.
- [112] S. Li, I. J. Beyerlein, and M. a. M. Bourke, "Texture formation during equal channel angular extrusion of fcc and bcc materials: comparison with simple shear," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 394, no. 1–2, pp. 66–77, 2005.
- [113] S. J. L. Billinge and M. G. Kanatzidis, "Beyond crystallography: the study of disorder, nanocrystallinity and crystallographically challenged materials with pair distribution functions," *Chem. Commun.*, no. 7, p. 749, 2004.
- [114] F. X. Zhao, X. C. Xu, H. Q. Liu, and Y. L. Wang, "Effect of annealing treatment on the microstructure and mechanical properties of ultrafine-grained aluminum," *Mater. Des.*, vol. 53, pp. 262–268, 2014.
- [115] Y. Chen, A. H. Clausen, O. S. Hopperstad, and M. Langseth, "Stress-strain behaviour of aluminium alloys at a wide range of strain rates," *Int. J. Solids Struct.*, vol. 46, no. 21, pp. 3825–3835, 2009.
- [116] V. Vilamosa, A. H. Clausen, T. Børvik, S. R. Skjervold, and O. S. Hopperstad, "Behaviour of Al-Mg-Si alloys at a wide range of temperatures and strain rates," *Int. J. Impact*

Eng., vol. 86, pp. 223–239, 2015.

- [117] J. Jiang, J. Shi, Y. H. Yao, A. Ma, D. Song, D. Yang, J. Chen, and F. Lu, “Dynamic Compression Properties of an Ultrafine-Grained Al-26 wt.% Si Alloy Fabricated by Equal-Channel Angular Pressing,” *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 24, no. 5, pp. 2016–2024, 2015.
- [118] D. Zhu, Z. Zheng, and Q. Chen, “Strain-rate sensitivity of aluminum 2024-T6/TiB₂ composites and aluminum 2024-T6,” *J. Wuhan Univ. Technol. Sci. Ed.*, vol. 30, no. 2, pp. 256–260, 2015.
- [119] M. Hokka, J. Kokkonen, J. Seidt, T. Matrka, A. Gilat, and V.-T. Kuokkala, “High Strain Rate Torsion Properties of Ultrafine-Grained Aluminum,” *Exp. Mech.*, vol. 52, no. 2, pp. 195–203, 2012.
- [120] L. Djapic Oosterkamp, A. Ivankovic, and G. Venizelos, “High strain rate properties of selected aluminium alloys,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 278, no. 1–2, pp. 225–235, 2000.

Anexo I. Publicación.

Materials Transactions, Vol. 56, No. 11 (2015) pp. 1781 to 1786
© 2015 The Japan Institute of Metals and Materials

Texture and Lattice Distortion Study of an Al-6061-T6 Alloy Produced by ECAP

Carlos Reyes-Ruiz^{1,2}, Ignacio A. Figueroa¹, Chedly Braham², José M. Cabrera^{3,4},
Ismeli Alfonso⁵ and Gonzalo Gonzalez^{1,2,*}

¹Instituto de Investigaciones en Materiales, Universidad Nacional Autónoma de México,
Circuito exterior S/N, Cd. Universitaria, A.P. 70-360, Coyoacán, C.F. 04510, México

²Laboratoire Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux, UMR CNRS 8006, ENSAM, 151, bd de l'Hôpital 75013, Paris, France

³Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, ETSEIB-Universidad Politécnica de Cataluña,
Av. Diagonal 647, 08028 Barcelona, Spain

⁴Fundación CTM Centro Tecnológico, PL de la Ciencia 2, 08243 Manresa, Spain

⁵Instituto de Investigaciones en Materiales, Unidad Morelia, Universidad Nacional Autónoma de México, Campus Morelia UNAM,
Antigua Carretera a Pátzcuaro No. 8701, Col. Ex-Hacienda de San José de la Huerta, C.P. 58190 Morelia, Michoacán, México

Equal channel angular pressing (ECAP) is a severe plastic deformation (SPD) technique that produces nanostructured materials. Based on a remarkable grain size reduction, this process has led to improve mechanical properties, such as yield strength, fatigue, UTS, etc. In this work the characterization of the microstructure of the aluminum 6061-T6 alloy; plastically deformed up to $\epsilon \approx 6$, by the ECAP process, following route Bc, is presented. For this purpose, the ECAP processed samples were characterized by means of X-ray diffraction (for texture and line profile analysis) and transmission electron microscopy. The initial crystallographic texture vanished after one ECAP pass and a new, well defined, shear texture G_0 was generated. For the subsequent ECAP passes, more shear components: A_1^* , B_1 and B_2 were also developed. From the orientation distribution function analysis, a shift (generally less than 15°) between some experimental maxima and the reported ideal shear texture positions was observed. From these results, it was found that the microstructure generated with this process was stabilized after the 5th ECAP pass. Finally, the micro-strain analysis, in addition to the texture and transmission electron microscopy, contributed to the understanding of the effect of the physical and mechanical processes that were activated during the SPD-ECAP technique. [doi:10.2320/matertrans.M2015200]

(Received May 19, 2015; Accepted August 6, 2015; Published October 25, 2015)

Keywords: aluminum alloy, equal channel angular pressing, crystal texture

1. Introduction

It is well known that the severe plastic deformation processes (SPD) can produce structures with very fine grain size in bulk metallic alloys. Among these processes, equal channel angular pressing (ECAP) has been widely used due to its capacity to produce large strains whilst preserving the initial sample geometry. ECAP is a cumulative strain process that can increase the yield strength, fatigue life and toughness, among other important features.¹⁻³ A number of aluminum (Al) alloys have been tested by ECAP, but those which are age-hardenable tended to be more susceptible to the severe plastic deformation.⁴ Within this context, the Al-6061 alloy has been analyzed under several conditions, i.e. different initial microstructural stages, peak aging, over-aging and solid solution. However, the highest ultimate tensile strength (UTS) value was found for the peak-aged alloys.^{5,6}

Some detrimental features such as fragmentation of precipitates and recovery at room temperature have been related to peak-aged Al alloys.⁶ As consequence, there is a reduced number of papers based, exclusively, on the Al-6061 alloy under a T6 treatment. On the other hand, for the Al-6061 alloy in the solid solution condition, processed by ECAP at 125°C, a couple of manuscripts have been reported.^{6,7} The above mentioned manuscripts^{5,6} reported an enhancement of $\approx 40\%$ in UTS and yield stress (after a post-ECAP heat treatment), when compared to the commercial Al-6061-T6 (without ECAP deformation). Besides, Shokuhfar *et al.*⁸ recently reported, the study of the Al-6061 alloy at O and T6 temper by ECAP within route C. The

highest yield strength and the lowest ductility were found for the T6 temper sample.

It is well known that the crystal texture can strongly modify some physical properties of the final product, for instance: formability, work hardening, plastic anisotropy, fatigue life, etc. Although, the ECAP texture evolution has been already reported for 99.99% pure Al⁹ and for a number of Al based alloys³ as far as we know, there is no a single report in the literature that presents a detailed texture study for the Al-6061-T6 alloy processed by ECAP, at room temperature following route Bc, being the paper reported by McKenzie and Lapovok the closest one.¹⁰ On the other hand, it is important to mention that the study of the deformation (due to the dislocation array rearrangement) has an important scientific value for understanding the stabilization of the dislocation array. If such stabilization is found after a determined number of ECAP passes, it will not be necessary to continue the deformation process, i.e. adding more passes. From the above, the objective of this work was to study the texture evolution of an Al-6061-T6 alloy and the lattice distortion induced by the ECAP process at room temperature. The change in the misorientation of the crystallites as a function of the ECAP passes will also be assessed.

2. Experimental Procedure

Commercial Al-6061-T6 bars were cut at 60 mm in length and 10 mm in diameter, and were used as starting material (Table I), no additional heat treatment was performed afterwards at the prepared alloy bars. The ECAP process was carried out at room temperature following route Bc (rotation along its longitudinal axis by 90° clockwise, before

*Corresponding author, E-mail: josegr@unam.mx

