



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

**“EFECTO DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA
SOBRE LA TEXTURA, MICROESTRUCTURA Y DUREZA
DE UNA ALEACIÓN Al-2017”**

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

PRESENTA:
ING. LILIANA ROMERO RESÉNDIZ

TUTOR PRINCIPAL

DR. JOSÉ GONZALO GONZALEZ REYES
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

MIEMBROS DEL COMITÉ TUTOR

DR. IGNACIO ALEJANDRO FIGUEROA VARGAS
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

DR. ARTURO BARBA PINGARRÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA

CIUDAD DE MÉXICO, DICIEMBRE, 2016
CIUDAD UNIVERSITARIA



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

Gracias familia por el apoyo incondicional, a mis amados hermanos Gustavo Reséndiz y Paty Reséndiz, a Efrén Aguilera y especialmente a ti mamá Patricia Reséndiz por confiar en mi capacidad y esfuerzo, sin la motivación y aliento que me dieron para seguir adelante tal vez no hubiera llegado a este punto.

Gracias al Dr. José Gonzalo González Reyes que tiene una capacidad invaluable de inyectar curiosidad a quien lo escucha, porque con su apoyo, amistad y dedicación a este trabajo ha sido un excelente asesor y una fuente de motivación para continuar mi aprendizaje en el doctorado.

Agradezco también a todas las maravillosas personas que me retroalimentaron y enseñaron en mi paso por el IIM; Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas, Dr. Arturo Barba Pingarrón, Dr. Julio Juárez Islas, Dr. Omar Novelo Peralta, Fís. Josué Romero Ibarra, M. en C. Adriana Tejeda Cruz, Ing. Carlos Flores Morales, Rosario Santibáñez, Diana Arias, Esther Carrillo, a los distinguidos miembros del jurado; Dr. Lauro Bucio Galindo, Dr. Alejandro García Hinojosa y M. en M. Gerardo Arámburo Pérez, al señor Miguel del taller, a la señora Abi de mantenimiento, al personal de la biblioteca, personal administrativo y a todo el personal docente de quien adquirí valiosos conocimientos. Gracias al apoyo de CONACYT para la financiación de este proyecto y a los colaboradores externos al IIM; Dr. Rafael Schouwenaars Franssens, Dr. Carlos Gabriel y Dr. Adrián Manuel Amaro Villeda.

Gracias a las nuevas amistades que hicieron el trayecto más ameno y le impregnaron alegría, en especial las tuyas Jenifer Salazar Hernández y Karen Valencia García por las locuras y aprendizajes juntas, Ana Laura Ramírez por tu ayuda desinteresada e invaluable consejos, Josué Romero por tu confianza, sonrisas y arreglar siempre mis desastres en laboratorio, Karina Portillo por los bonitos momentos y apoyo que nos dimos, Mathias Meyer por ser un excelente amigo y consejero, Marco Ezequiel, Sergio Elizalde, Carlos Reyes, Emanuel López y Francisco porque formamos un buen y divertido equipo de trabajo. Mismo agradecimiento para las viejas amistades en quienes siempre encuentro regocijo; Giovani Solis y Reynaldo Alcibar.

Gracias a los investigadores y alumnos del IIM que me han brindado su amistad y llenan mis días de momentos gratos; Dr. Agileo Hernández Gordillo, Dr. Guillermo Santana Rodríguez, Dr. Julio Juárez Islas, Dr. José Chávez Carvayar, Dr. Luis Felipe del Castillo Dávila, Miguel Ángel Pérez, Amauri Serrano, Javitt Linares, Alejandro Arana, Asael Ortiz, Pamela Jimenez, Pedro Ortiz, Andrés Galdámez, Aldo González, Guillermo Alvarado, Javier Cadena, Eliezer Hernández, Rubén Martínez, Daniel Gutiérrez, Juan Carlos Rodríguez, Ángel Rosario, Paola Ramos y Martha Rivera.

Gracias a todas las personas que me enseñaron el valor de la curiosidad y alimentaron mi conocimiento sin los cuales no hubiera disfrutado tanto esta etapa; Ing. Marcos Arriola, Ing. Antonio Sandía, Ing. Alejandro de la Rosa, Jorge Tejeda y con énfasis adicional a los dos grandes maestros que me ha regalado la vida; Ing. Jorge Esteban Araujo Osorio e Ing. Luis Rosas Morales, no hay día que no agradezca haberlos conocido.

A todos ustedes les debo este logro, GRACIAS.

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	9
CAPÍTULO I	11
1. MARCO TEÓRICO.....	11
1.1. CARACTERÍSTICAS DEL ALUMINIO Y LA ALEACIÓN 2017	11
1.1.1. CLASIFICACIÓN DE ALEACIONES DE BASE ALUMINIO	12
1.1.2. EFECTO DE LOS PRINCIPALES ALEANTES EN ALUMINIO.....	13
1.1.3. BENEFICIOS Y LIMITANTES DE LAS ALEACIONES DE ALUMINIO	13
1.1.4. ALEACIÓN 2017	14
1.2. MECANISMOS DE ENDURECIMIENTO	15
1.2.1. ENDURECIMIENTO POR DEFORMACIÓN	15
1.2.2. ENDURECIMIENTO POR FRONTERAS DE GRANO	15
1.2.3. ENDURECIMIENTO POR PRECIPITACIÓN	16
1.3. MICRODEFORMACIÓN	18
1.4. ESFUERZOS RESIDUALES.....	20
1.5. TÉCNICAS DE CONFORMADO APLICADAS EN LA ACTUALIDAD.....	22
1.5.1. DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA	24
1.6. PROCESO DE EXTRUSIÓN EN CANAL ANGULAR A SECCIÓN CONSTANTE (ECAP)	25
1.6.1. EXTRUSIÓN EN CANAL ANGULAR APLICADO A ALUMINIO Y SUS ALEACIONES ..	29
1.6.2. DEFORMACIÓN EN ALUMINIO	29
1.6.3. REFINAMIENTO DE GRANO Y ENDURECIMIENTO EN ALUMINIO.....	31
1.6.4. MACROTEXTURA	32
1.6.5. ESTADO DEL ARTE DE EXTRUSIÓN EN CANAL ANGULAR A SECCIÓN CONSTANTE APLICADA A ALEACIONES DE ALUMINIO.....	37
CAPÍTULO II	39
2. METODOLOGÍA.....	39
2.1. MATERIALES	39
2.2. EQUIPO.....	39
2.3. PROCESAMIENTO ECAP	43
2.4. PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE CARACTERIZACIÓN	46
2.5. EVALUACIÓN DE MORFOLOGÍA Y DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑO GRANO.....	49
2.6. EVALUACIÓN DE MACROTEXTURA.....	53
2.7. ESTIMACIÓN DE ESFUERZOS RESIDUALES.....	55

2.8. EVALUACIÓN DE HOMOGENEIDAD DE LA DEFORMACIÓN.....	55
CAPÍTULO III	57
3. RESULTADOS OBTENIDOS Y DISCUSIÓN.....	57
3.1. MICROESTRUCTURA FORMADA POR ECAP	58
3.1.1. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	58
3.1.2. MICROSCOPIA CON HAZ DE IONES DE GALIO FOCALIZADO.....	62
3.1.3. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN	66
3.2. MACROTEXTURA	68
3.3. MICRODEFORMACIÓN Y ESFUERZOS RESIDUALES	76
3.4. MICRODUREZA	83
CAPÍTULO IV	88
4. CONTRIBUCIONES	88
4.1. RESPUESTA A OBJETIVO 1	88
4.2. RESPUESTA AL OBJETIVO 2.....	90
4.3. RESPUESTA AL OBJETIVO 3.....	91
4.4. RESPUESTA AL OBJETIVO 4.....	92
CAPÍTULO V	94
5. CONCLUSIONES	94
TRABAJOS A FUTURO	96
ANEXOS	97
A. GENERALIDADES DE EXTRUSIÓN EN CALIENTE.....	97
B. DETERMINACIÓN DE ORIENTACIÓN EN FIGURAS DE POLO.....	99
C. DESARROLLO DE MODELO ELÁSTICO DE ESFUERZOS PLANOS	101
D. RESULTADOS DE MICRODUREZA.....	103
REFERENCIAS.....	105

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1. Producción cuatrimestral mundial de aluminio en toneladas métricas en el tercer lustro del siglo XXI. Datos obtenidos de la página web del International Aluminum Institute.....	12
Figura 1.2. Relación del ángulo de desorientación entre dos granos y el límite de cedencia dado entre estos.	16
Figura 1.3. a) Diagrama de fases en equilibrio de Al – Cu, b) acercamiento de la zona de interés del diagrama de fases Al-Cu con una isopleta (línea punteada) en la composición de la aleación 2017.	17
Figura 1.4. Variación de dureza en función del tiempo para varias aleaciones Al-Cu envejecidas a 130°C [adaptada de 34].	18
Figura 1.5. Causas de la generación de esfuerzos residuales, adaptada de [36].	21
Figura 1.6. Dimensión lineal de microestructura y defectos [37].	21
Figura 1.7. Dimensión lineal de microestructura y defectos [37].	22
Figura 1.8. Extrusión directa e indirecta [38].	23
Figura 1.9. Proceso ECAP a) probeta en el canal de entrada, b) probeta en el canal de salida.	25
Figura 1.10. Efecto de los ángulos ψ y ϕ en la deformación de corte producida por ECAP, a) con $\phi=90^\circ$ invariante y b) con $\psi=20^\circ$ fija.	26
Figura 1.11. Líneas de deslizamiento para ECAP, a) sin fricción y b) con fricción máxima [41].	27
Figura 1.12. Esquema de las cuatro rutas de procesamiento ECAP.	28
Figura 1.13. Plano de deformación de corte simple provocado por ECAP [41].	28
Figura 1.14. Esquema del refinamiento de grano con ECAP [43].	29
Figura 1.15. Esquema que muestra la magnitud del vector de Burgers en estructuras CCC.	30
Figura 1.16. Módulo elástico de hierro monocristalino como función de la dirección del cristal.	33
Figura 1.17. Rotaciones a) φ_1 , b) Φ y c) φ_2 dadas por los ángulos de Euler con respecto a un sistema ortogonal fijo.	35
Figura 2.1. Camisa protectora de insertos fabricada de acero medio carbono.	40
Figura 2.2. Insertos que muestran el canal de extrusión fabricadas de acero herramienta D2.	41
Figura 2.3. Punzones con recorrido de a) 7.5 cm, b) 5 cm y c) 2.5 cm fabricados de acero herramienta H13 empleados en el proceso ECAP.	42
Figura 2.4. Probeta con extrusión fallida sin tratamiento térmico previo.	43
Figura 2.5. Prensa hidráulica empleada para proceso ECAP.	44
Figura 2.6. Entrada de punzón de 5 cm en matriz ECAP.	45
Figura 2.7. Muestra demostrativa de la deformación sufrida al pasar por el canal angular y la formación de “camisa” debido al flujo de material dentro de las intersecciones de las dos partes que conforman el cono interno.	45
Figura 2.8. Micromaquinado con haz de iones focalizado marca Jeol empleado para preparación de laminillas para TEM y toma de micrografías con ataque de haz de iones de galio.	47
Figura 2.9. Corte de muestras para estudios de caracterización.	48
Figura 2.10. Cizalla empleada en el corte de muestras de 3 mm de diámetro previas al desbaste electroquímico.	48
Figura 2.11. a) Esquema de celda electroquímica usada en preparación de muestras para TEM, b) Celda electroquímica para formación de playas que permitan la transmisión de electrones.	49
Figura 2.12. Ataque progresivo de la superficie metálica mediante fotografías tomadas cada 3 segundos a) tercera fotografía en donde la microestructura ha sido revelada, b) sexta fotografía en donde se aprecia el comienzo del desgaste selectivo en límites de grano.	51
Figura 2.13. Espectro electrónico idealizado que muestra la abundancia relativa de electrones secundarios (S), electrones Auger (A) y electrones retrodispersados (R). Notar que la escala de energía no es continua, E_0 es típicamente $\gg 50$ eV. Adaptada de ref. 62 pág.	53

Figura 2.14. Difractómetro de Rayos-X marca Rigaku empleado para obtención de datos de macrotextura, esfuerzos residuales y microdeformaciones en muestras procesadas por ECAP.	54
Figura 2.15. Esquema de caras empleadas para medición de microdeformaciones.	55
Figura 2.16. Microdurómetro Vickers marca Shimadzu empleado para la medición de perfil de dureza. .	56
Figura 3.1. Planos de medición de estudios.	57
Figura 3.2. Precipitados en probeta inicial, es decir, sin procesamiento ECAP en condición de homogeneizado.	59
Figura 3.3. Precipitados en muestra con 6 pasos de procesamiento ECAP. Obtenida por SEM a 5,000X, 15 KV.	60
Figura 3.4. Difractogramas de rayos-X para identificación de picos de precipitados de Al ₂ Cu.	61
Figura 3.5. Celda unidad de estructura tetragonal de precipitados fase θ (Al ₂ Cu) con parámetros de red $a=6.063 \text{ \AA}$ y $c=4.872 \text{ \AA}$, a) plano aleatorio, b) vista desde la dirección [111].	62
Figura 3.6. Micrografías de varios pasos de ECAP obtenidas por ataque con haz de iones de galio focalizado a 30kV que muestran la presencia de granos con conjuntos de dislocaciones, a) condición inicial sin deformación plástica severa a 9,000X, b) probeta con un paso de ECAP y deformación equivalente $\varepsilon \approx 1$ a 6,500X, c) probeta con cinco pasos de ECAP y $\varepsilon \approx 5$ a 15,000X, d) probeta con seis pasos de ECAP y $\varepsilon \approx 6$ a 12,000X.	65
Figura 3.7. Microestructura de probeta de condición inicial en estado de recocido a 5000X y 120 KV.	66
Figura 3.8. Microestructura de probeta con un paso de procesamiento ECAP $\varepsilon_N = 1.05$, a 5000X y 120 KV.	66
Figura 3.9. a) Imagen por MET en campo claro de muestra en condición inicial, b) patrón de difracción de electrones (SAD).	67
Figura 3.10. a) Imagen por MET en campo claro de muestra con 1 paso de ECAP, b) Patrón de difracción por área selecta (SAD) de la misma probeta.	67
Figura 3.11. a) Imagen por MET en campo claro de muestra con 6 pasos de ECAP, b) Patrón de difracción por área selecta (SAD) de la misma probeta.	68
Figura 3.12. Figuras de polo de probetas de a) condición inicial, b) con 1 paso, c) 2 pasos, d) 3 pasos, e) 4 pasos, f) 5 pasos y g) 6 pasos de extrusión por ECAP.	70
Figura 3.13. Figuras de polo inversas para a) condición inicial, b) a g) muestras con 1 a 6 pasos de procesamiento ECAP respectivamente.	71
Figura 3.14. Porcentaje volumen de cristallitos texturados vs pasos de extrusión por ECAP.	73
Figura 3.15. Representación de la distribución de función de orientaciones para probetas en a) condición inicial de homogeneizado, b) 1 paso de ECAP, c) 2 pasos, d) 3 pasos, e) 4 pasos, f) 5 pasos, g) 6 pasos de extrusión por ECAP y h) cuadro llave de componentes ideales esperados para ECAP para φ_2 de 0°, 45° y 65°.	74
Figura 3.16. Vista en distintos planos de fibras beta en probeta en condición inicial de homogeneizado, a) Vista en 3D con los tres ángulos de Euler como ejes, b) φ_1 vs Φ , c) φ_1 vs φ_2 y d) Φ vs φ_2	75
Figura 3.17. Vista en distintos planos de fibras beta en probeta con un paso de ECAP y deformación equivalente $\varepsilon \approx 1$, a) Vista en 3D con los tres ángulos de Euler como ejes, b) φ_1 vs Φ , c) φ_1 vs φ_2 y d) Φ vs φ_2	76
Figura 3.18. Gráficas de Williamson-Hall de probetas en condición de recocido y resultados extremos de deformación plástica severa con 1 y 6 pasos de ECAP.	77
Figura 3.19. Gráficas de Williamson-Hall para distintas probetas que muestra la variación de pendiente como función de los pasos de ECAP.	78
Figura 3.20. Gráfica comparativa de pico (222) que muestra el ensanchamiento de pico para probetas en condición de recocido, con un paso y seis pasos de ECAP.	78
Figura 3.21. Distribución de $\varepsilon_{\phi\psi}$ en función de $\sin^2 \psi$. Adaptada de ref. 75.	80
Figura 3.22. Gráficas de deformación ε vs $\sin^2 \psi$ para la condición inicial sin deformación inducida por ECAP, un paso, tres pasos y seis pasos de ECAP en distintas caras de la probeta.	81

<i>Figura 3.23. Gráficas de esfuerzo normal estimado vs pasos de ECAP para distintas probetas.</i>	<i>83</i>
<i>Figura 3.24. Geometría del indentador de microdureza Vickers.</i>	<i>84</i>
<i>Figura 3.25. Microdureza promedio de la condición inicial y cada paso de ECAP comparativamente con la microdureza reportada para la aleación 2017 O (en condición de recocido) y la aleación 2017 T4 (envejecida).</i>	<i>86</i>
<i>Figura 3.26. Gráfica comparativa de perfil de dureza para probetas en condición inicial y con 1, 2, 3, 4, 5 y 6 pasos de ECAP.</i>	<i>87</i>
<i>Figura B.1. Polos indexados y ángulos entre polos y ejes ED y ND de la muestra para determinación de orientación de la figura de polos {111}.</i>	<i>99</i>
<i>Figura C.1. Estado de esfuerzos en el modelo de esfuerzos planos.</i>	<i>101</i>

ÍNDICE DE TABLAS

<i>Tabla 1.1. Tipos de aleaciones base aluminio para deformación plástica.</i>	<i>13</i>
<i>Tabla 1.2. Composición de la aleación 2017.....</i>	<i>14</i>
<i>Tabla 1.3. Principales técnicas de conformado y su producto.</i>	<i>22</i>
<i>Tabla 1.4. Condiciones y variables de procesamiento ECAP.....</i>	<i>26</i>
<i>Tabla 2.1. Limitantes de las 3 técnicas en lo relacionado al presente caso.....</i>	<i>49</i>
<i>Tabla 3.1. Planos de medición de cada estudio de caracterización realizado.</i>	<i>57</i>
<i>Tabla 3.2. Relación de picos pertenecientes a precipitados de Al₂Cu.....</i>	<i>61</i>
<i>Tabla 3.3. Micrografías obtenidas con microscopía con haz de iones de galio focalizado.....</i>	<i>63</i>
<i>Tabla 3.4. Componentes ideales de textura en deformación de corte para proceso ECAP [60].</i>	<i>74</i>
<i>Tabla B.1. Temperaturas cotidianas para el uso de extrusión en caliente.</i>	<i>97</i>
<i>Tabla D.1. Resultados de microdureza Vickers para probetas en condición inicial y hasta 6 pasos de extrusión por ECAP.</i>	<i>103</i>

ÍNDICE DE ABREVIATURAS

ECAP: Extrusión en canal angular a sección constante

DE: Dirección de extrusión

DN: Dirección normal

DT: Dirección transversal

FIB: Focus Ion Beam (Micromaquinado con haz de iones focalizado)

HVN_{0.1}: Microdureza Vickers con 100 g de carga

MEB: Microscopía electrónica de barrido

MET: Microscopía electrónica de transmisión

γ : Deformación de corte

ε_N : Deformación equivalente

ϕ : Ángulo interno del dado de ECAP

ψ : Ángulo externo del dado de ECAP

INTRODUCCIÓN

La ciencia metalúrgica es una ciencia antigua que ha presentado diversos retos en la historia de la humanidad y ha sido el origen de diversos adelantos tecnológicos. En la actualidad las tendencias en el campo de materiales metálicos se orientan hacia la obtención de las mejores propiedades mecánicas, en donde lo importante es optimizar las propiedades compatibles con una determinada aplicación.

Dentro de las industrias que emplean materiales metálicos están la aeroespacial, construcción, naval, automotriz, extractiva, electrodoméstica, entre otras, mientras que las propiedades más comúnmente solicitadas son resistencia a la corrosión, resistencia a la fatiga, resistencia a la tensión, ductilidad y dureza.

Los ingenieros de materiales deben tener un amplio conocimiento sobre los tres aspectos que determinan las propiedades finales del material que son composición química, estructura y procesamiento, existiendo en este último punto una relación conocida empíricamente en la que aumentos en la resistencia mecánica (límite de cedencia) suelen acompañarse de decrementos en elongación.

Diversas técnicas de conformado metal-mecánico de materiales metálicos, tal como extrusión convencional, formado electromagnético, laminado, forjado, trefilado, doblado, embutido, etc., suelen combinarse entre ellas o con tratamientos térmicos para la obtención final de materiales con compromisos de resistencia a la cedencia y ductilidad, sin embargo representan elevados costos energéticos y tiempos aun cuando se realicen en frío.

Ante esto, las técnicas de deformación plástica severa, entre ellas, la extrusión angular a sección constante o ECAP, están siendo muy estudiadas, pues los resultados de resistencia versus ductilidad suelen ser muy diferentes a los logrados por las técnicas convencionales.

Con el proceso ECAP se ha reportado una mayor resistencia a la tensión y ductilidad al aumentar los pasos de procesamiento y con ello el refinamiento de grano hasta un tamaño ultrafino [1, 2]. Algunos trabajos han sugerido además la obtención de elevada resistencia a la fatiga [3] y homogeneidad al emplear la denominada ruta B_c de ECAP [4], sin embargo, se sigue trabajando en la obtención de modelos matemáticos que describan el proceso y en optimizar los parámetros de fabricación y con ello su aplicación a escala industrial.

Para el presente estudio se escogió una aleación con amplio uso industrial y con insuficientes estudios que la hayan probado en deformación plástica severa, eligiendo una aleación Al-Cu comercial clasificación 2017 T4 como candidata a ser sometida al proceso ECAP, debido a que el aluminio es uno de los metales con mayores aplicaciones y en específico la aleación 2017 es fabricada para funciones que requieren una elevada relación resistencia-peso con susceptibilidad a ser endurecida por tratamiento térmico, buena maquinabilidad y donde no es crítica la resistencia a la corrosión. Se trabajó en condiciones que propicien la existencia de precipitados incoherentes con el fin de facilitar el proceso mediante la aplicación de un tratamiento térmico de homogeneización a 400°C por una hora y se empleó la denominada ruta de procesamiento B_c, que indica giros de la muestra de 90° entre cada paso de ECAP. Este

sistema es idealmente concebido para estudiar el efecto de partículas dispersas embebidas en una matriz dúctil sobre el proceso ECAP [4].

Como objetivos principales de este estudio hemos considerado los siguientes:

1. Evaluar el efecto de la deformación plástica severa inducida hasta 6 pasos de ECAP sobre la morfología, tamaño de grano y condición de precipitados.
2. Evaluar si el proceso ECAP tiene efecto sobre la textura inicial de la aleación en condición de tratamiento térmico de homogeneización.
3. Identificar y cuantificar el tipo de esfuerzos residuales generados con el proceso ECAP.
4. Estudiar la homogeneidad de la deformación producida por la deformación plástica severa.

Para su presentación, hemos dividido este trabajo de la siguiente manera:

Capítulo I: Marco teórico que contiene aspectos relacionados a generalidades y clasificación de aleaciones base aluminio, así como especificaciones nominales y reales de la aleación de trabajo 2017. Incluye además la descripción de los mecanismos de endurecimiento que impactan sobre dicha aleación, descripción del principio físico y modelos empleados para estudio de microdeformaciones, esfuerzos residuales y deformación plástica severa inducida por proceso de extrusión en canal angular a sección constante (ECAP) haciendo énfasis en los resultados de aplicar esta técnica de extrusión en aleaciones de base aluminio.

Capítulo II: Detalla la metodología, materiales y equipo empleados para ejecutar el procesamiento ECAP, preparación de muestras y evaluación de aspectos microestructurales por microscopía electrónica de barrido, microscopía electrónica de transmisión, microscopía con haz de iones focalizado y difracción de rayos-X, estudio de evolución de macrotextura, estimación de microdeformaciones y esfuerzos residuales por medio de difracción de rayos-X y homogeneidad en el proceso de deformación plástica aplicado con base en perfiles de microdureza Vickers.

Capítulo III. Consiste en la presentación y discusión de los resultados obtenidos por las técnicas empleadas divididos en cuatro secciones; microestructura formada por ECAP, microdeformación y esfuerzos residuales, macrotextura y microdureza.

Capítulo IV. Presenta las respuestas a los objetivos anteriormente planteados a manera de integración de todos los resultados dando coherencia al efecto final de todas las características evaluadas sobre el material procesado, además de las contribuciones originales de la presente tesis en el estado del arte de ECAP aplicado a aleaciones de aluminio de la serie 2000.

Capítulo V. Presenta las ideas centrales del trabajo, los resultados obtenidos y los últimos comentarios de manera sintetizada, es decir, las conclusiones.

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO

1.1. *CARACTERÍSTICAS DEL ALUMINIO Y LA ALEACIÓN 2017*

El aluminio se ha transformado de casi una curiosidad química al metal que ocupa el segundo lugar mundial en lo que se refiere a su empleo. Su preparación se llevó a cabo por primera vez en el siglo XIX unos veinte años después de su descubrimiento; la extracción mediante reducción con sodio fundido se realizó comercialmente entre 1855 y 1890, y el proceso electrolítico moderno sólo se remonta a 1886. Desde entonces se han extendido por todo el mundo la explotación de los minerales de aluminio, la bauxita, la extracción de la alúmina de dicho mineral mediante un proceso químico, la fusión electrolítica del metal y los procesos para fabricarlo en diversas formas. Se cuenta con gran variedad de aleaciones de aluminio que se usan en la actualidad para muchos propósitos que van desde la más delgada hoja metálica para envolver, incluyendo todos los usos en la industria de ingeniería, hasta las más complejas aplicaciones en aeronáutica, exploración espacial y electrónica.

Durante los periodos correspondientes a las dos guerras mundiales hubo un gran aumento en la demanda del aluminio, el cual fue seguido por un abatimiento en las ventas. Después de la segunda guerra mundial se hizo frente a este desafío no sólo con el descubrimiento de nuevas aleaciones, sino también con la búsqueda de otros usos para las aleaciones existentes y con el diseño de prácticas y procesos encaminados a mejorar la calidad y productividad.

En las aplicaciones comerciales del aluminio ha habido una diversidad de composiciones de aleaciones introducidas para afrontar las necesidades de una parte del mercado o para utilizar los materiales de fácil acceso como los metales recuperados.

Debido a la variabilidad de aplicaciones del aluminio y sus aleaciones a nivel mundial, su producción va a la alza como indica la figura 1.1.

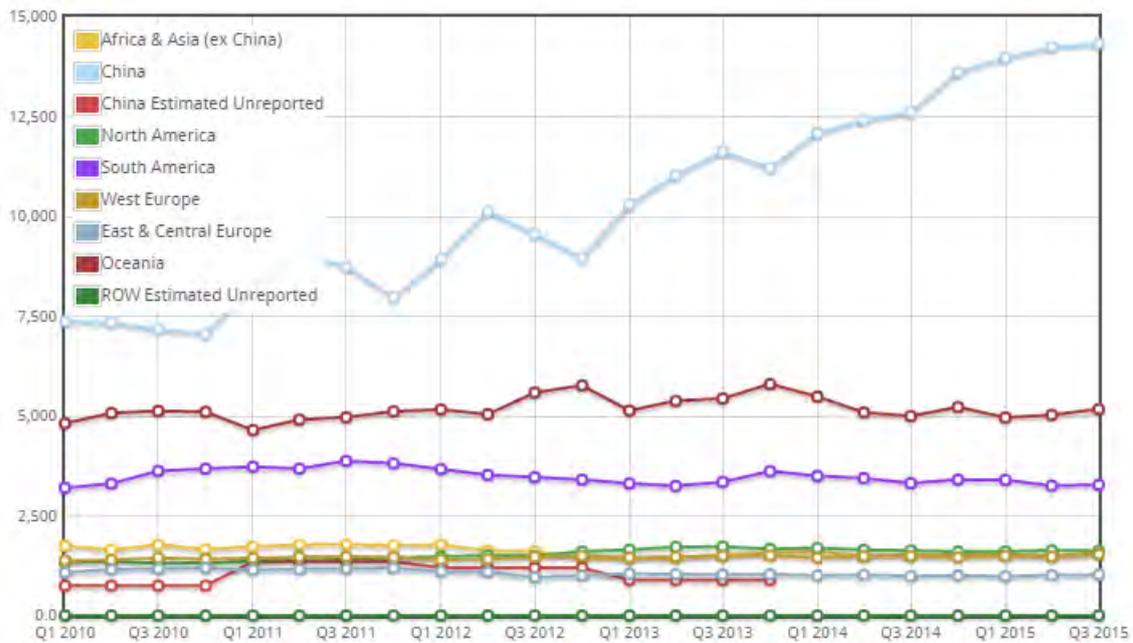


Figura 1.1. Producción cuatrimestral mundial de aluminio en toneladas métricas en el tercer lustro del siglo XXI. Datos obtenidos de la página web del International Aluminum Institute.

1.1.1. CLASIFICACIÓN DE ALEACIONES DE BASE ALUMINIO

Las aleaciones de base aluminio se pueden dividir en dos grupos; aleaciones para fundición y el segundo grupo son aleaciones para ser conformadas por deformación plástica en frío o en caliente.

Dentro de cada grupo existen subdivisiones que indican si son tratables térmicamente o no, ya que algunos de éstos materiales pueden ser endurecidos por deformación en frío o mediante tratamientos térmicos. El código empleado para su designación es el siguiente:

T- Tratado térmicamente

T4- Condición de tratamiento térmico de envejecido. Condición de partida de la aleación 2017 previo al calentamiento de 400°C por una hora.

O- Condición de recocido. Condición lograda después de aplicar el tratamiento térmico previo a procesamiento ECAP.

H- Endurecidas por deformación

F- Las propiedades obtenidas dependen de los procesos de obtención o conformado empleados.

La cantidad que suele tener después la clasificación indica la cantidad de endurecimiento por deformación o el tipo de tratamiento térmico.

La aleación a trabajar es la denominada 2017 y pertenece al grupo de aleaciones para ser endurecidas por precipitación, la tabla 1.1 indica los códigos de su nomenclatura.

Tabla 1.1. Tipos de aleaciones base aluminio para deformación plástica.

Aleante predominante	Endurecimiento	Designación
Comercialmente puro (Al>99%)	No endurecible por precipitación	1XXX
Cu	Endurecible por precipitación	2XXX
Mn	No endurecible por precipitación	3XXX
Si	Endurecible por precipitación	4XXX
Mg	No endurecible por precipitación	5XXX
Mg-Si	Endurecible por precipitación	6XXX
Zn	Endurecible por precipitación	7XXX
Li, Sn, Zr, B o Fe	La mayor parte son endurecibles por precipitación	8XXX

Las series 2XXX, 6XXX y 7XXX son endurecibles por precipitación o envejecimiento y se pueden tratar térmicamente para producir excelentes resistencias mecánicas. No pueden emplearse por arriba de 175°C en su condición de envejecido.

1.1.2. EFECTO DE LOS PRINCIPALES ALEANTES EN ALUMINIO

- Cobre (Cu). Incrementa las propiedades mecánicas pero reduce la resistencia a la corrosión.
- Cromo (Cr). Aumenta la resistencia mecánica cuando está combinado con otros elementos Cu, Mn, Mg.
- Hierro (Fe). Incrementa la resistencia mecánica.
- Magnesio (Mg). Tiene alta resistencia tras el conformado en frío.
- Manganeso (Mn). Incrementa las propiedades mecánicas y reduce la calidad de embutición.
- Silicio (Si). Combinado con magnesio (Mg), tiene mayor resistencia mecánica.
- Titanio (Ti). Aumenta la resistencia mecánica.
- Zinc (Zn). Aumenta la resistencia a la corrosión.

1.1.3. BENEFICIOS Y LIMITANTES DE LAS ALEACIONES DE ALUMINIO

Dentro de los beneficios se cuentan los siguientes:

- Poseen elevadas relaciones de esfuerzo/gravedad específica.
- Se les atribuye buena formabilidad en una amplia gama de procesos de conformado y exigen menores temperaturas de trabajo en comparación con las aleaciones ferrosas.
- Buena resistencia a la corrosión atmosférica.

- Son ampliamente recicladas, ya que aunque tienen altos costos de extracción, su bajo punto de fusión permite que el costo de reciclado sea mucho menor.
- Tienen buena conductividad eléctrica y térmica.

Por otra parte, poseen algunas limitantes que son mencionadas a continuación:

- Por lo general tienen baja resistencia a la fatiga aún a bajos esfuerzos.
- Debido a su baja temperatura de recristalización tienden a presentar tal fenómeno, así como el de sobre-envejecimiento.
- Baja dureza y resistencia mecánica en comparación con aleaciones de base hierro.
- Algunas aleaciones presentan baja resistencia a la corrosión.

1.1.4. ALEACIÓN 2017

La aleación 2017 pertenece al grupo de aleaciones de aluminio endurecibles por precipitación, por lo que la mayor contribución a la dureza del material es la presencia y condición de precipitados, pudiendo tener contribuciones secundarias como la deformación en frío. La tabla 1.2 muestra la comparación entre composición química nominal para esta aleación y la composición real obtenida vía espectroscopía de emisión óptica con un espectrómetro marca Spectrolab modelo M8 en donde se observa que esta segunda cumple con las especificaciones para dicha clasificación.

Tabla 1.2. Composición de la aleación 2017.

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Otros	Al
Comp. nominal	0.2-0.8	0.7	3.5-4.5	0.4-1.0	0.4-0.8	0.1	0.25	0.15	0.15	Restante
Comp. real	0.55	0.51	3.83	0.62	0.58	0.04	0.08	0.04	0.11	Restante

Sus principales elementos aleantes son el Cobre, Manganeso, Magnesio y Silicio. El primero tiene una solubilidad máxima en aluminio de 2.48% peso por lo que provoca la formación y precipitación de $CuAl_2$ en la matriz, llegando a su máximo en concentraciones de 4 a 6% peso, mejora la resistencia mecánica a temperatura ambiente o elevada pero reduce la resistencia a la corrosión cuando se encuentra por arriba del 0.2%. El segundo aleante predominante es el manganeso con una solubilidad máxima en aluminio de 0.9% peso y es un refinador de grano, incrementa ligeramente la resistencia mecánica del aluminio puro cuando se encuentra hasta 1.25% peso, mejora la capacidad de endurecimiento por trabajo en frío y decrece ligeramente la resistencia a la corrosión. El magnesio es un aleante empleado en combinación con Si, Cu o Zn para producir endurecimiento por precipitación, su solubilidad máxima en aluminio es de 16.26% peso y mejora la capacidad de endurecimiento por trabajo en frío, incrementa la resistencia mecánica, mejora la resistencia a la corrosión aunque también eleva la tendencia a la fragilidad por presencia de hidrógeno. Por otra parte, el silicio con una solubilidad máxima de 1.59% peso, mejora la fluidez y las propiedades durante la fundición y vaciado, reduce el

punto de fusión y puede ser usado para formar precipitados de Mg_2Si , además puede causar fragilidad y una coloración grisácea en aleaciones de Al-Cu.

La composición química de la aleación 2017 posee un contenido de Cu que rebasa el límite de solubilidad a temperatura ambiente, por lo que contiene precipitados de $CuAl_2$ que por el tamaño son de tipo no coherentes en la matriz, dicha condición propicia el endurecimiento por precipitación de la aleación como se detallará en la siguiente sección de mecanismos de endurecimiento.

1.2. MECANISMOS DE ENDURECIMIENTO

Dentro de los mecanismos de endurecimiento más comunes se encuentran endurecimiento por deformación, endurecimiento por fronteras de grano, por segundas fases, por solución sólida y por partículas finas. Los tipos de endurecimiento obtenidos en la presente tesis son los tres primeros, que se detallan a continuación.

1.2.1. ENDURECIMIENTO POR DEFORMACIÓN

Puede definirse como el incremento en el esfuerzo requerido para continuar la deformación en un material procesado sin ocurrencia de recuperación, es decir, en frío. Se debe al incremento progresivo en densidad e interacción de dislocaciones originadas por la deformación que se induce en el material representando más obstáculos para el deslizamiento.

El incremento en densidad de dislocaciones propicia la disminución de espacio entre ellas aumentando la interacción entre las mismas, dicha interacción se da con mayor frecuencia por medio de corte de dislocaciones que se refiere a la formación de escalones cuando dos dislocaciones que originalmente se mueven en planos distintos se intersectan formando un escalón con carácter distinto a la dislocación primaria, es decir, que si las dislocaciones originales eran de borde su escalón será de tornillo y viceversa, por lo que el escalón no podrá deslizarse a la par de la dislocación principal incrementando la resistencia a la deformación.

El endurecimiento por deformación puede observarse mediante cambios en la curva esfuerzo vs deformación obtenida a partir de ensayos de tensión uniaxial, específicamente observando las variaciones en la gráfica después del punto de cedencia, es decir, a partir del inicio de la zona deformada plásticamente donde se observan esfuerzo máximo y esfuerzo a la rotura mayores con respecto a un material sin este tipo de endurecimiento.

1.2.2. ENDURECIMIENTO POR FRONTERAS DE GRANO

Los límites de grano son zonas caóticas con distinta orientación cristalográfica que el interior del grano por lo que tienen mayor energía que el resto de la microestructura y son obstáculos para el movimiento de dislocaciones durante la deformación.

Es importante aclarar que debido a la diferencia de orientación el interior del grano no se deforma de la misma manera que la frontera de grano, por lo que la deformación de granos individuales tiene que acomodarse a la deformación del grano vecino que por supuesto no es igual, resultando en tres regiones con deformación heterogénea entre si correspondientes al interior del grano, la zona cercana a la frontera y el límite de grano. La deformación también puede darse mediante deslizamiento de un grano sobre otro [33].

Para esta sección es relevante hablar sobre los tipos de fronteras de grano que son:

- a) Límites de grano de ángulo alto: Referido a aquél en el que el ángulo de desorientación entre un grano y otro es mayor a 15° , considerándose como regiones con espesor de varias capas atómicas y posee una alta energía de superficie (600 erg/cm^2).
- b) Límites de grano de ángulo bajo: Fronteras de grano con desorientación menor a 15° formadas por ensamble de dislocaciones y con baja energía de superficie (25 erg/cm^2).

La resistencia a la deformación presentada por los granos del material dependerá de su anisotropía, es decir, la orientación con respecto al esfuerzo aplicado y de la desorientación entre un grano y otro tal como indica la figura 1.2.

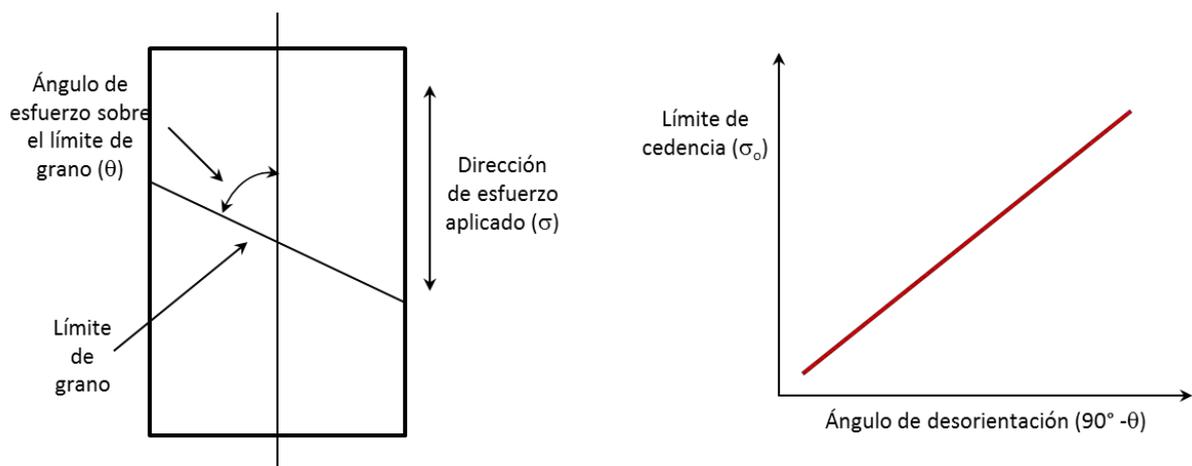


Figura 1.2. Relación del ángulo de desorientación entre dos granos y el límite de cedencia dado entre estos.

1.2.3. ENDURECIMIENTO POR PRECIPITACIÓN

Se definen como aleaciones endurecibles por precipitación aquellas que pueden formar aleaciones supersaturadas y posteriormente formar precipitados dispersos cuando son envejecidos a temperaturas intermedias o bajas, entendiéndose por envejecido al proceso de calentar la aleación hasta una temperatura monofásica de total solubilidad del aleante por un periodo determinado y posteriormente se enfría rápidamente hasta la región bifásica, dicha velocidad de enfriamiento se encarga de impedir la formación de precipitados de equilibrio creando una solución sobresaturada para posteriormente calentar dentro del mismo campo bifásico por un tiempo determinado que permita la nucleación y dispersión de precipitados finos en la matriz. La figura 1.3 muestra el diagrama de fases de Al-Cu y un acercamiento al campo bifásico de $\text{Al}_\alpha + \theta$ (CuAl_2) en el cual se encuentra la composición de 4% peso de Cu de la aleación 2017, se observa una línea punteada que representa la isopleta de composición al

4% Cu y puntos marcados con letras que indican los pasos del envejecimiento en dicha aleación, estando A en un campo monofásico de solución sólida de aluminio con cobre al que debería calentarse la aleación para llegar a una total solubilidad de Cu en Al dada por arriba de los 500°C, posteriormente debería enfriarse por debajo de la línea de solvus a una velocidad fuera de equilibrio hasta el campo bifásico de $Al_\alpha + \theta$ (punto B) con la finalidad de crear una solución sobresaturada metaestable, siendo el tercer paso un calentamiento sin salir del campo bifásico por tiempo controlado que permita la difusión de átomos de cobre hacia sitios de nucleación en donde se formarán precipitados finos de intermetálico de Al_2Cu en la matriz dúctil de aluminio. Mediante la aplicación de la regla de la palanca es posible determinar que por debajo de los 200°C se estima un 7.4% peso de θ en la microestructura de la aleación.

Una segunda opción en donde nuclearán precipitados a partir de los límites de grano formados y precipitarán heterogéneamente partículas de θ en la fronteras de la matriz de Al_α es mediante el enfriamiento lento de la aleación a partir del campo monofásico arriba de 500°C para 4%Cu constando de precipitados de tipo no coherente.

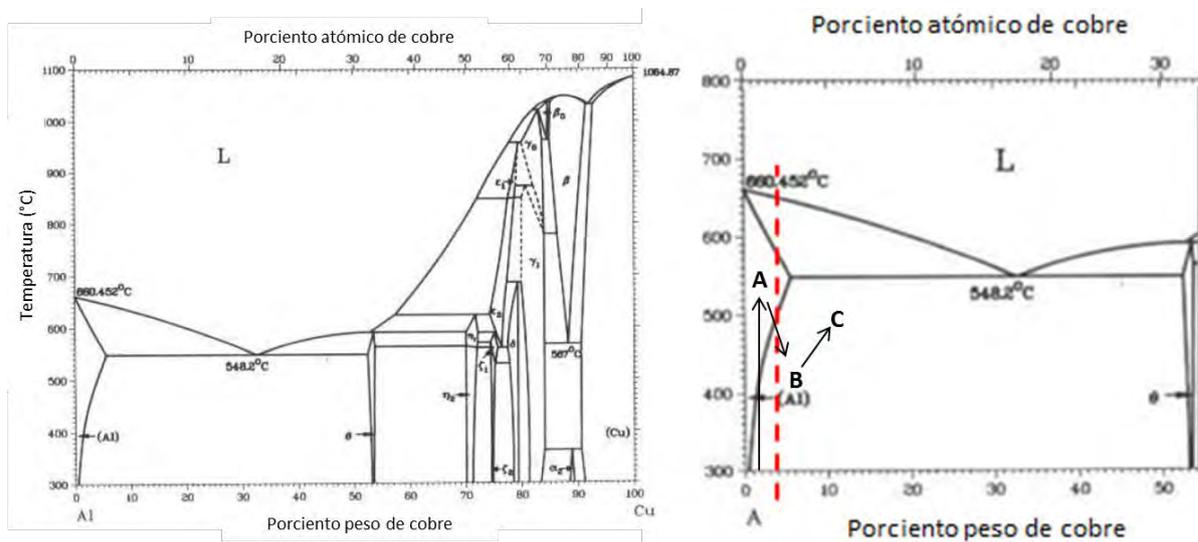


Figura 1.3. a) Diagrama de fases en equilibrio de Al – Cu, b) acercamiento de la zona de interés del diagrama de fases Al-Cu con una isopleta (línea punteada) en la composición de la aleación 2017.

Cuando los precipitados se forman en la matriz producen distorsiones localizadas y campos de deformación que impiden el movimiento de dislocaciones. La zona efectiva que impide el movimiento de dislocaciones es mucho mayor que el tamaño del precipitado debido a que modifica varias capas atómicas alrededor del mismo.

Pueden distinguirse dos tipos de precipitados; coherentes y no coherentes, denominándose a los primeros cuando los planos atómicos en la estructura del precipitado son continuos a los planos atómicos de la matriz creando un área de distorsión en la estructura base que actuará como obstáculo para el deslizamiento de dislocaciones aun cuando pasen por los planos más cercanos a la localización del precipitado, este tipo de precipitados son formados por envejecimiento, mientras que se hace referencia a un precipitado no coherente cuando se obtiene una distribución uniforme de precipitados discontinuos que no desordenan la

estructura de la matriz de manera significativa y sólo bloquearán el paso de dislocaciones cuando se encuentren en su trayectoria.

Durante el proceso de envejecido se forman estructuras de transición, es decir, metaestables que son conocidas como zonas de Guinier-Preston 1 (GP-1), zona de Guinier-Preston 2 (GP-2) y θ' que al precipitar en la matriz producen distorsiones de tipo localizado. Las zonas de transición se caracterizan por tratarse de precipitados nanométricos coherentes con la matriz que al introducir distorsión en la red generan campos de esfuerzos y con ello diferencias localizadas de propiedades mecánicas como dureza produciendo distintos máximos en la estimación de dichas propiedades (ver figura 1.4). Durante la última etapa de envejecimiento se forma a fase θ estable que es de tipo no coherente por lo que la dureza tiende a disminuir llegando al sobre-envejecimiento de la aleación.

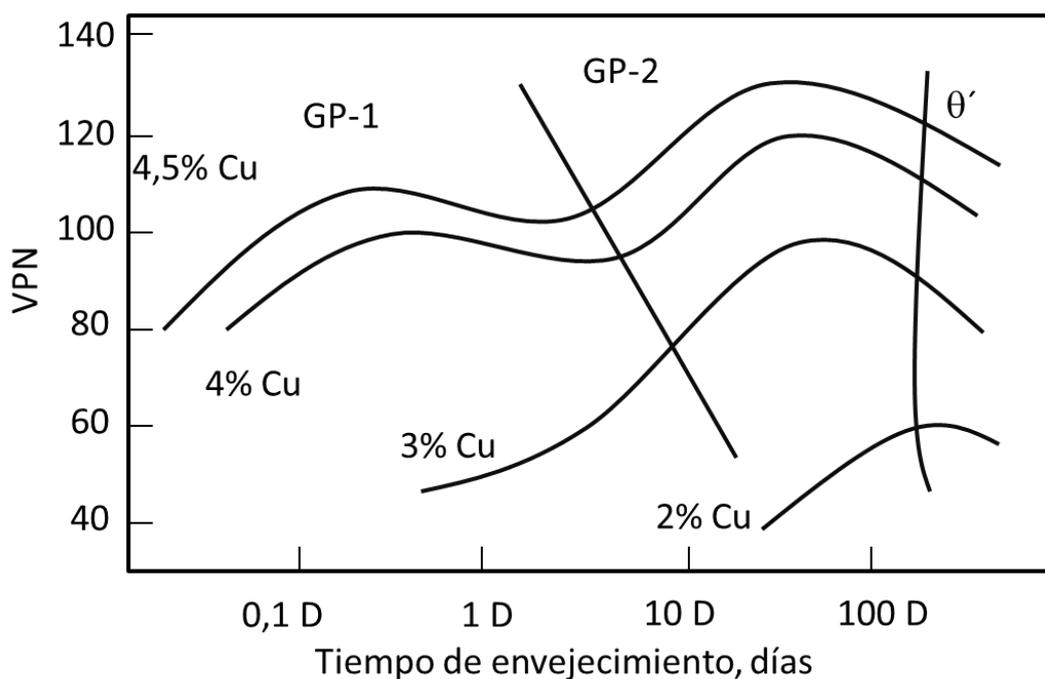


Figura 1.4. Variación de dureza en función del tiempo para varias aleaciones Al-Cu envejecidas a 130°C [adaptada de 34].

1.3. MICRODEFORMACIÓN

Los efectos de la deformación en frío se clasifican en dos tipos, el primero corresponde a la aplicación de esfuerzos de tensión y compresión uniformes que incrementan o disminuyen el parámetro de red, también llamados macroesfuerzos, su efecto en un difractograma se observa por el corrimiento de la posición 2θ de los picos hacia la izquierda si aumenta o hacia la derecha si decrece el parámetro de red.

El segundo efecto corresponde a esfuerzos de tensión y compresión no uniformes que producen ensanchamientos simétricos en los patrones de difracción debido a que tienden a deformar los conjuntos de celdas de manera arqueada, por lo que las celdas que se

encuentren en un campo de tensión tendrán una distancia interplanar mayor con respecto a las celdas que se encuentren en condición de compresión, ocasionando con ello una distribución de valores de distancia interplanar, d , equivalente a un rango de valores 2θ .

Para la presente tesis se profundizará en el segundo caso también conocidos como microdeformación, que a manera de resumen se trata de deslizamientos atómicos lineales causados por defectos locales, debido a que ECAP ejerce una deformación no uniforme por dos razones principales:

- 1) En todo proceso de extrusión es bastante conocido que el centro de la probeta viaja a una velocidad mayor con respecto a las orillas, siendo un efecto debido a la fricción de las paredes del dado con la cara externa de la probeta procesada. Siendo por ello aplicable para cualquier tipo de extrusión incluyendo la de escala industrial donde el canal es una sección continua equiaxial que no incluye ningún ángulo.
- 2) La sección angular en la matriz ECAP es un factor que intensifica la heterogeneidad en la deformación debido a que los ángulos ϕ y ψ ejercen un papel de prioridad en la distribución y grado de deformación, tal como se verá en la sección 1.6.1.

Retomando lo anterior, la definición de microdeformaciones corresponde a desplazamientos atómicos con respecto a su posición original en la red libre de defectos. El incremento de densidad de dislocaciones debido a la deformación ocasiona tal desplazamiento, traduciéndose en variaciones localizadas de parámetro de red, modificación de distancia interplanar y generando una distribución de valores de 2θ en un rango que ocasiona el ensanchamiento del pico de difracción medido.

Ha sido ampliamente documentado que el ancho integral del pico de difracción entendiéndose este como el área total bajo el pico dividida entre la altura del mismo, tiene dos contribuciones que son el tamaño del cristalito y la deformación debida a defectos en la red, debido a lo anterior el ancho integral de cristales con defectos volumétricos puede escribirse como sigue:

$$\beta = \frac{\lambda}{L \cos\theta} \quad y \quad \beta = \eta \tan\theta$$

Cuando ambas contribuciones están presentes en el ancho de pico es necesario el empleo de un método para distinguir el efecto de cada una, uno de los posibles métodos es el método de Williamson-Hall, éste trabaja bajo la hipótesis de que el tamaño de cristalito y la distorsión de la red siguen funciones de distribución de intensidad del tipo Lorentzianas, siendo el ancho integral β la adición de ambas contribuciones, de tal manera que:

$$\beta = \frac{\lambda}{L \cos\theta} + \eta \tan\theta \dots\dots\dots Ec. (1.1)$$

O bien,

$$\frac{\beta \cos\theta}{\lambda} = \frac{1}{L} + \eta \frac{\sen\theta}{\lambda} \dots\dots\dots Ec. (1.2)$$

Donde η por definición contempla el efecto de la microdeformación aparente, ϵ , considerando de acuerdo a Stokes y Wilson [33 y 35] que todos los valores de ϵ_{xy} tienen igualdad de probabilidades, por lo que:

$$\eta = 4 \varepsilon_{xy}^{max}$$

Es importante aclarar que el significado físico del parámetro η conocido como cantidad de microdeformación depende del origen de la deformación en el material.

Considerando lo anterior, se obtiene una relación expresada de la siguiente forma:

$$\frac{\beta \cos \theta}{\lambda} = \frac{1}{D} + 4\varepsilon \frac{\sin \theta}{\lambda} \dots\dots\dots \text{Ec. (1.3)}$$

1.4. ESFUERZOS RESIDUALES

El término esfuerzos residuales se refiere a energía acumulada en la estructura del material debido deformaciones plásticas o elásticas no uniformes en la totalidad de volumen, es un fenómeno común y se considera que no existe un material de uso industrial que no contenga esfuerzos residuales debido a que es complicado controlar el efecto de cada variable de operación en el material, bastan gradientes de temperatura, geometrías que dificulten el flujo homogéneo o variaciones en la velocidad de deformación para generar esfuerzos residuales. Es por lo anterior que la microestructura, la textura y el estado de esfuerzos definen las propiedades mecánicas del material.

La figura 1.5 muestra un esquema de las causas de esfuerzos residuales en un material, la figura 1.6 indica las extensiones de microestructura y defectos con la finalidad de dimensionar los campos de esfuerzos generados por cada uno y la figura 1.7 es un esquema de las dimensiones lineales que distintas técnicas de ensayos no destructivos que pueden emplearse para medición de esfuerzos residuales.



Figura 1.5. Causas de la generación de esfuerzos residuales, adaptada de [36].

Dimensiones lineales de microestructura y defectos

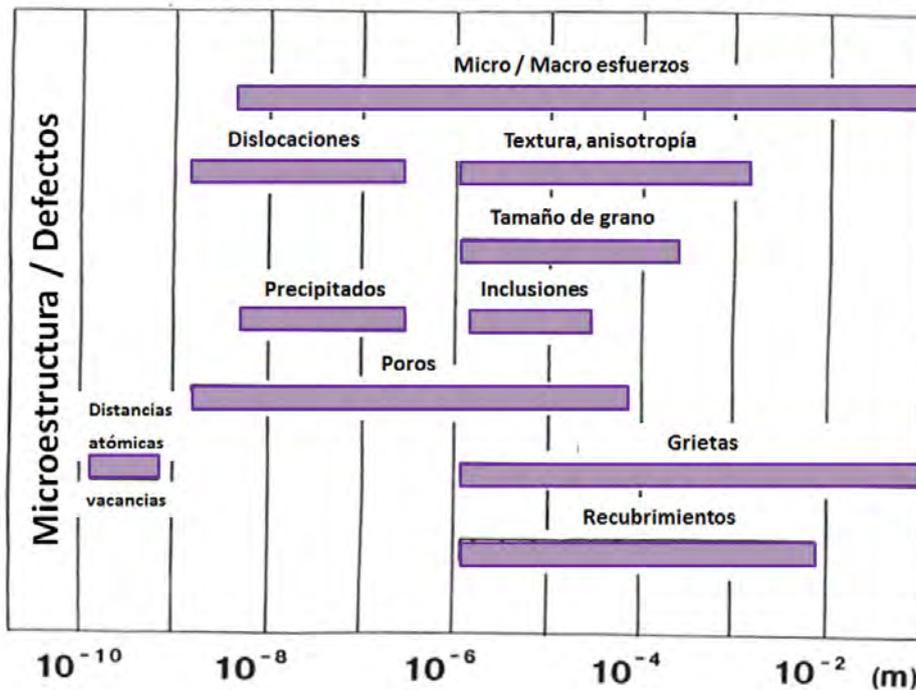


Figura 1.6. Dimensión lineal de microestructura y defectos [37].

Dimensiones lineales de pruebas no destructivas

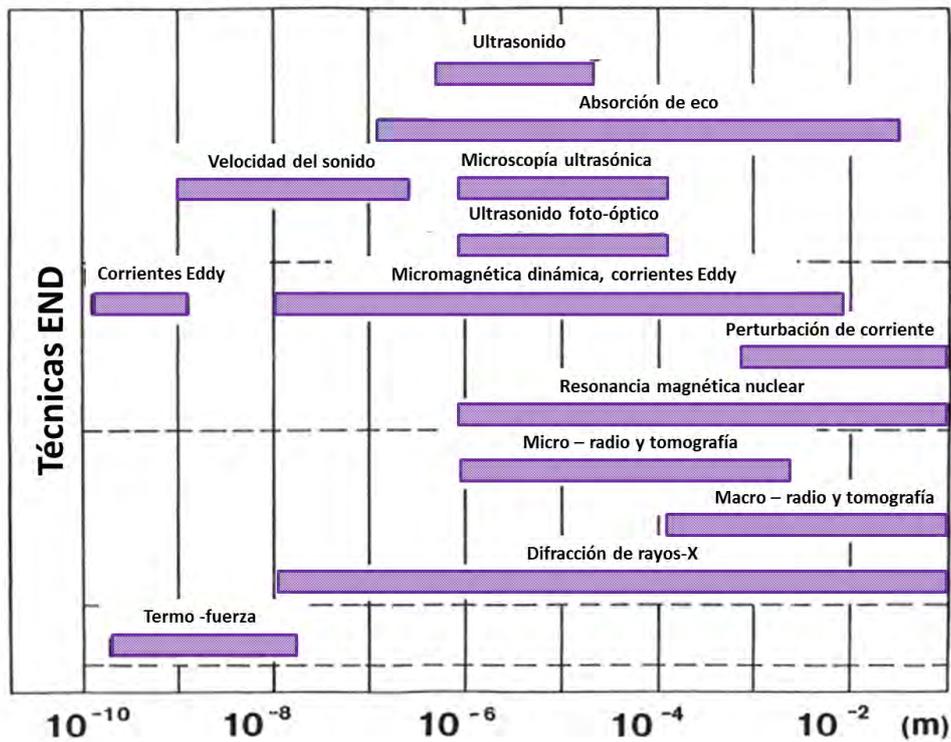


Figura 1.7. Dimensión lineal de microestructura y defectos [37].

Considerando el presente caso en donde la aleación 2017 procesada por ECAP tiene esfuerzos residuales originados principalmente por la formación de dislocaciones, refinamiento de grano y textura, las figuras anteriores permiten observar que la técnica de difracción de rayos X permite la medición de esfuerzos de la mayor parte del rango requerido, por lo que fue elegida esta técnica para medir la deformación de la red en distintas direcciones del estado de esfuerzos.

1.5. TÉCNICAS DE CONFORMADO APLICADAS EN LA ACTUALIDAD.

Dentro de las técnicas de conformado de materiales metálicos más comunes y de uso actual se encuentran las indicadas en la tabla 1.3.

Tabla 1.3. Principales técnicas de conformado y su producto.

Técnica empleada	Producto
Extrusión	Tubos, Perfiles, barras
Laminado	Láminas, tubos con costura
Trefilado	Cables, alambres
Embutido	Geometrías complejas
Estampado	Geometrías complejas
Forja	Geometrías complejas
Doblado	Geometrías complejas
Electroformado	Geometrías complejas
Estirado	Geometrías complejas

Debido a la temática de la presente tesis, se hace hincapié en generalidades de la técnica de extrusión tal como actualmente se emplea a escala industrial.

La extrusión es un proceso de modificación de forma el cual puede ser efectuado en caliente o en frío. Consiste en forzar el material, el cual se encuentra en una cámara de presión, a salir a través de dados especialmente diseñados para dar las dimensiones y forma deseadas. Existen la extrusión directa por la cual el tocho se presiona a través de los dados y la indirecta por la que un apisonador presiona el metal contenido en un recipiente cerrado, saliendo el metal extruido por la abertura del mismo (ver figura 1.8). Las velocidades de operación de las prensas que en su mayoría son de tipo horizontal e hidráulicas, dependen principalmente de la temperatura y material.

Las ventajas del proceso consisten esencialmente en su facilidad de producción, su exactitud y bajo costo de los dados. Los productos de este proceso son tubos, formas estructurales, cartuchos, entre otros.

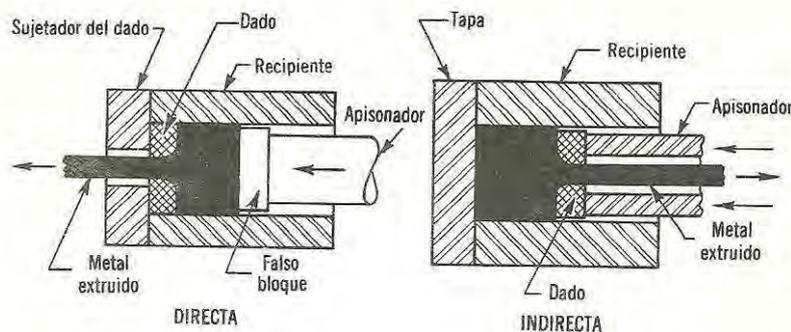


Figura 1.8. Extrusión directa e indirecta [38].

Los metales trabajados en frío, es decir, por debajo de su temperatura de recristalización, adquieren un cierto grado de endurecimiento que depende del grado de deformación y la naturaleza del material, los metales que comúnmente son extruidos en frío son aluminio y sus aleaciones, cobre y sus aleaciones, aceros de bajo y medio carbono, aceros baja aleación y aceros inoxidables. La extrusión en frío de estos materiales presenta valiosas ventajas contra técnicas como extrusión en caliente, forja o maquinado que involucran la obtención de un buen acabado en la superficie y buena precisión dimensional, así como el incremento de resistencia mecánica que en algunas ocasiones elimina el tratamiento térmico posterior al conformado (opcional Anexo B de generalidades de extrusión en caliente).

Una paradoja de conocimiento industrial es que para obtener aumentos de dureza y resistencia mecánica del material, es común generar un decremento de la ductilidad del material, por lo que es necesaria la aplicación de tratamientos térmicos intermedios que permitan liberar esfuerzos y regenerar la estructura cuando varios pasos de deformación en frío son necesarios. La relación entre la deformación generadora de menores tamaños de grano y la resistencia mecánica obtenida es descrita por la relación de Hall & Petch que ha sido ampliamente documentada;

$$\sigma_y = \sigma_0 + K_y D^{-1/2} \dots\dots\dots Ec. (1.4)$$

Donde el esfuerzo de cedencia (σ_y) es estimado por su relación con el esfuerzo de fricción generado (σ_0), la constante del material (K_y) y el inverso de la raíz cuadrada del tamaño de grano (D), por lo que a menor tamaño de grano se obtiene un valor más elevado de resistencia mecánica.

Debe agregarse que los procesos de conformado convencionales logran un refinamiento de grano de tamaño micrométrico, el cual es eficiente para la mejora de propiedades mecánicas pero en menor grado que la obtención de granos nanométricos o sub-micrométricos [5,7] que se detallarán más adelante obtenidos por el proceso ECAP.

1.5.1. DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA

Las dislocaciones son defectos lineales o unidimensionales y son las responsables del fenómeno de deslizamiento que permite la deformación plástica en los materiales metálicos.

La deformación plástica ocurre debido al desplazamiento de “bloques” unos sobre otros a través de los planos de deslizamiento en la red, que son los planos más compactos, es decir, con mayor densidad atómica.

La matriz de aluminio y el cobre que es el principal elemento aleante del material clasificado como 2017 poseen estructura de tipo cúbica centrada en caras (FCC), en esta estructura la deformación suele ocurrir por los planos de deslizamiento $\{111\}$ y en la dirección $\langle 110 \rangle$, el vector más corto de la red es $(a_0/2)[110]$ el cual conecta un átomo en la esquina del cubo con un átomo vecino en el centro de la cara cúbica. El vector de Burgers es entonces $(a_0/2)[110]$.

Para grandes deformaciones donde el endurecimiento del material es exhaustivo, el flujo plástico es inestable y localizado dentro de bandas de corte, dichas bandas de corte aparecen en microescala, se unen en clusters y finalmente en macroescala. Los estados de esfuerzo y deformación deben acomodarse dentro de las bandas de corte en volúmenes muy pequeños del material, y como resultado la deformación plástica produce cambios estructurales en pequeña escala (menor a micrómetros), con fuertes efectos en la mecánica de procesamiento [32].

La deformación plástica severa puede darse entre esfuerzos de corte simple y de corte puro, la diferencia se encuentra en que en el corte simple el flujo plástico se concentra a lo largo de la dirección principal, mientras que en el corte puro la distorsión del material se da en ambas direcciones de corte. El corte simple es el modo de deformación óptimo ya que origina límites de grano de ángulo grande a lo largo de las bandas de corte y experimentalmente se ha demostrado la formación de granos de tamaño ultrafino (menores a 1000 nm) [30] siendo este último tipo de corte el aplicable para proceso ECAP.

1.6. PROCESO DE EXTRUSIÓN EN CANAL ANGULAR A SECCIÓN CONSTANTE (ECAP)

ECAP es una técnica desarrollada por Segal y colaboradores a principios de los 80's y en la siguiente década se empleó para producir deformación plástica severa y obtener tamaños de grano nanométricos y sub-micrométricos [7]. Es un tipo de extrusión que emplea un canal angular de sección invariante sometiendo al material a una deformación plástica severa (DPS) aplicando una elevada presión mediante una prensa hidráulica. La figura 1.9 esquematiza el paso de una probeta metálica por el canal angular de ECAP.

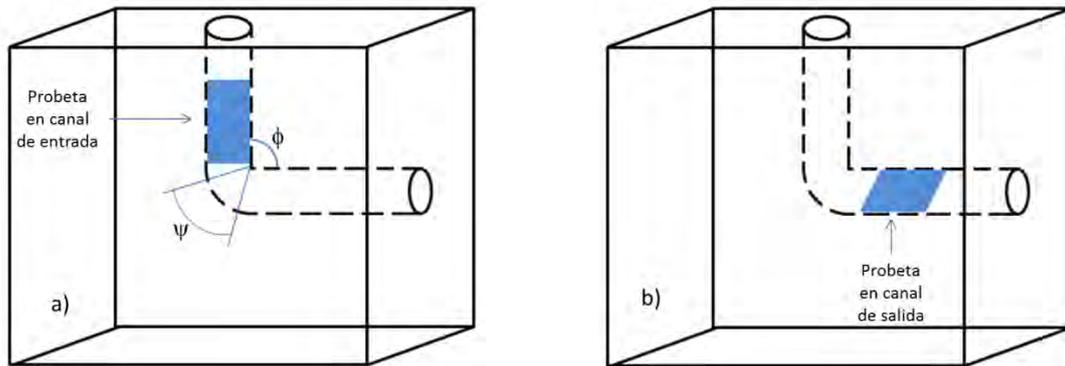


Figura 1.9. Proceso ECAP a) probeta en el canal de entrada, b) probeta en el canal de salida.

Los parámetros más importantes del proceso ECAP son la fricción generada al contacto entre la probeta y la matriz empleada y el diseño de dicha matriz especialmente el ángulo interno, ϕ , seguido del ángulo del codo de cambio de dirección, ψ , la naturaleza del material tiene un papel secundario debido a que durante el proceso se considera como un cuerpo elasto-plástico. La figura 1.10 muestra el efecto de varios ángulos ϕ y ψ en la deformación de corte calculada por medio de las ecuaciones 1.5 y 1.6 que se muestran debajo.

La cantidad de deformación de corte obtenida mediante proceso ECAP puede estimarse mediante el empleo de la ecuación 1.5 [7] que relaciona los ángulos del canal de extrusión, ϕ que es el ángulo interno del canal de extrusión y Ψ que es el ángulo externo o ángulo de curvatura en el "codo" del canal. Puede definirse además una deformación equivalente después de N pasos descrita por la ecuación 1.6. Es importante mencionar las limitantes que tienen dichos modelos, ya que no consideran el efecto de la activación de distintos sistemas de deslizamiento de cada ruta de ECAP en la resistencia a fluencia del metal dentro del canal, siendo el mismo modelo para cualquier ruta de procesamiento.

$$\gamma = 2 \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) \dots \dots \dots \text{Ec. (1.5)}$$

$$\epsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} * \gamma \dots \dots \dots \text{Ec. (1.6)}$$

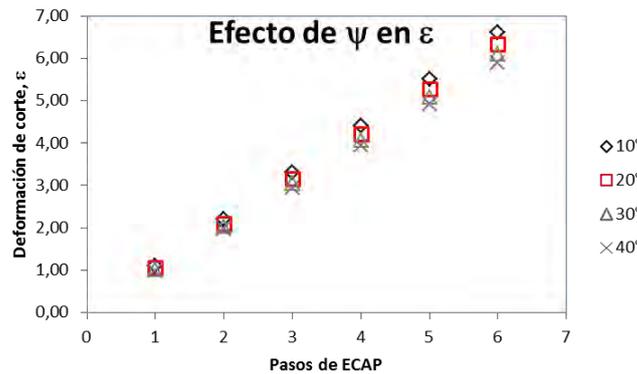
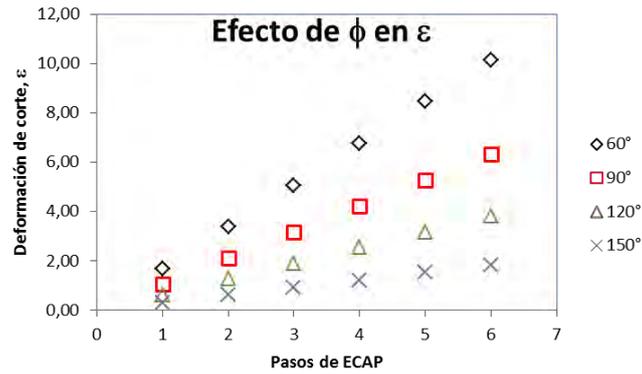


Figura 1.10. Efecto de los ángulos ψ y ϕ en la deformación de corte producida por ECAP, a) con $\phi=90^\circ$ invariante y b) con $\psi=20^\circ$ fija.

La tabla 1.4 sintetiza las condiciones de deformación y valores de deformación de corte y deformación de corte equivalente después de N pasos para las probetas procesadas por ECAP en el presente trabajo.

Tabla 1.4. Condiciones y variables de procesamiento ECAP.

VARIABLES Y CONDICIONES DE OPERACIÓN	VALOR CALCULADO
Ángulo de curvatura (ψ)	20°
Ángulo de extrusión (ϕ)	90°
Diámetro del canal	9.8 mm
Temperatura de procesamiento	200°C
Ruta de procesamiento	Bc (giros sucesivos de 90°)
Deformación de corte por paso de ECAP	1.05
Deformación acumulada a 1 paso de ECAP	1.05
Deformación acumulada a 2 pasos de ECAP	2.11
Deformación acumulada a 3 pasos de ECAP	3.16
Deformación acumulada a 4 pasos de ECAP	4.22
Deformación acumulada a 5 pasos de ECAP	5.27
Deformación acumulada a 6 pasos de ECAP	6.33

Para la presente tesis se empleó una sección angular de 90° que proporciona dos estados de cero fricción y de máxima fricción según la existencia del radio interno en el cambio de canal de entrada a canal de salida. La figura 1.11 esquematiza ambos escenarios, en el primer caso (figura 1.11a) la zona plástica es únicamente la línea de deslizamiento AO y la deformación ocurre en corte simple donde $\gamma=2$ en un ángulo de 45° con respecto al eje del billet. En el segundo caso de máxima fricción (figura 1.11b) la zona plástica se extiende a toda el área AOB y una zona de metal muerto bajo la línea de deslizamiento AB.

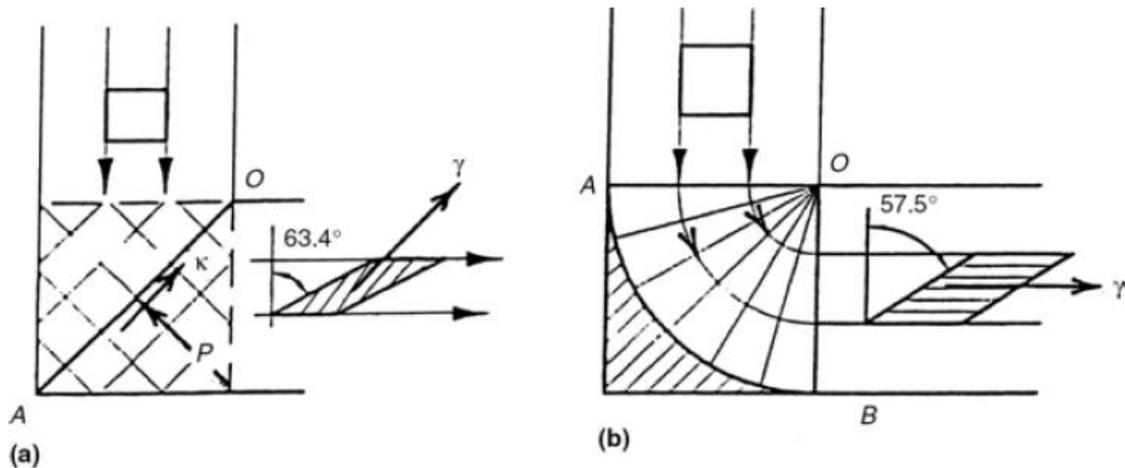


Figura 1.11. Líneas de deslizamiento para ECAP, a) sin fricción y b) con fricción máxima [41].

Se han propuesto 4 rutas de trabajo para el proceso ECAP [40,41], las cuales determinan las propiedades mecánicas del material procesado por la activación de distintos sistemas de deslizamiento. La ruta A comprende el procesamiento del material sin ningún giro, es decir, la probeta se introduce en la misma posición empleada en el primer paso de ECAP, la ruta B_A involucra giros de 90° alternando en el sentido del giro entre cada paso, la ruta B_C requiere giros de 90° entre cada paso de ECAP sin variar el sentido del mismo, por último la ruta C comprende giros de 180° entre cada paso de procesamiento. El esquema de las rutas empleadas se observa en la figura 1.12.

Para el presente proyecto se eligió la ruta B_C debido a que se ha reportado que es la ruta que proporciona mayor homogeneidad en la deformación aplicada [4].

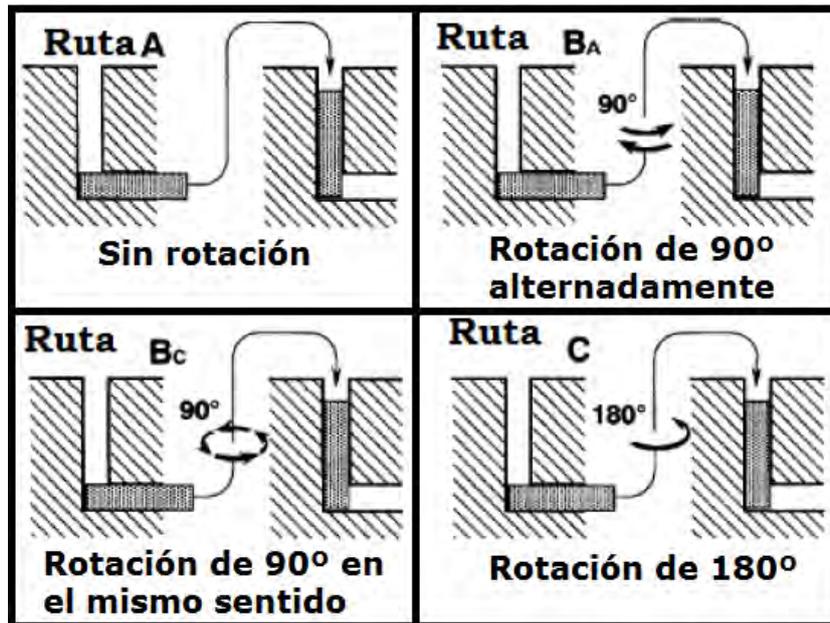


Figura 1.12. Esquema de las cuatro rutas de procesamiento ECAP.

Idealmente, la deformación plástica severa inducida mediante el proceso ECAP introduce planos de deformación de corte simple que se muestran en la figura 1.13 y que pueden ser descritos por los modelos matemáticos de las ecuaciones 1.5 y 1.6 para la deformación de corte y la deformación equivalente después de N pasos de procesamiento ya presentadas con anterioridad.

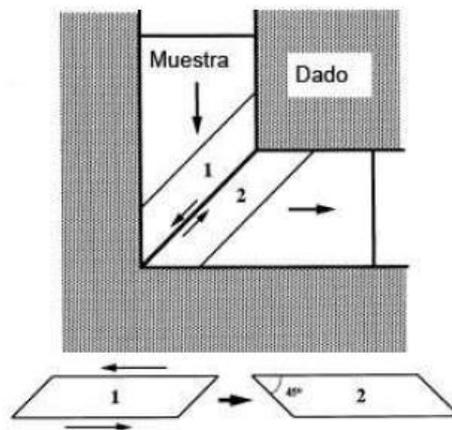


Figura 1.13. Plano de deformación de corte simple provocado por ECAP [41].

El ECAP es una técnica que refina el tamaño de grano en un grado que depende de la naturaleza del material así como de características propias del proceso como el número de pasos (figura 1.14). El refinamiento de grano hasta tamaños ultrafinos, considerados así en el rango de 100 a 1000 nm, permite un aumento de la resistencia mecánica y a la par un probable incremento de ductilidad para ciertas aleaciones [39, 41].

Dentro de los numerosos resultados a nivel internacional para procesos aplicados de ECAP están la obtención de grano ultrafino y superplasticidad después de 8 pasos [41], una elevada fracción de límites de grano de ángulo grande ($>15^\circ$) y formación de dislocaciones en subgranos que promueven el refinamiento a granos ultrafinos (esquemático en figura 1.14), así como incremento de resistencia mecánica después del primer paso [45], incremento de tenacidad a la fractura y transición del comportamiento frágil a dúctil de las probetas procesadas por multipasos de ECAP [74], entre muchos otros resultados que si bien han sido favorables como resultados del proceso también han demostrado variabilidad aun cuando sea procesado el mismo material bajo condiciones semejantes.

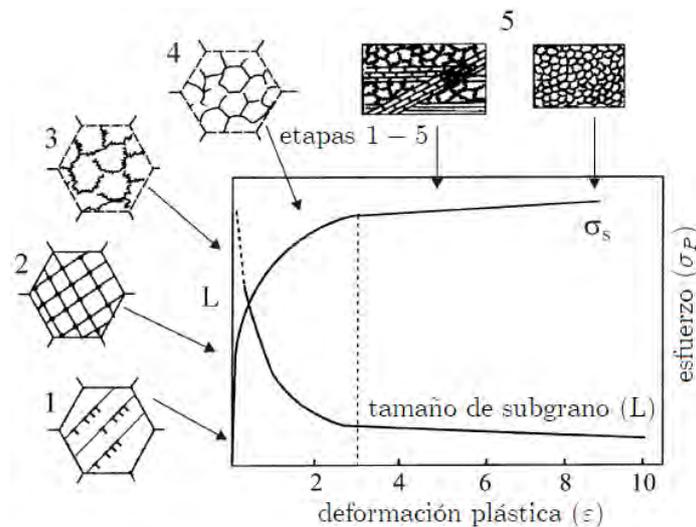


Figura 1.14. Esquema del refinamiento de grano con ECAP [43].

1.6.1. EXTRUSIÓN EN CANAL ANGULAR APLICADO A ALUMINIO Y SUS ALEACIONES

El proceso ECAP mejora la resistencia mecánica luego del procesamiento aunque genera una pérdida de ductilidad en las aleaciones de aluminio. Sin embargo, en la aleación 2017 se observa una fragilidad intrínseca que hace imposible extruir la muestra por este método en condiciones normales. La técnica más reportada que permite realizar varios pasos de ECAP es mediante un tratamiento de homogeneizado previo de la muestra a temperaturas cercanas a 400°C [1,44-46], en este trabajo se añadió además el hecho de realizar el ensayo ECAP a 200°C . Más allá de la contraindicación de esta solución para afinar el grano eficientemente, lo que se busca es saber si el esfuerzo de corte generado por el proceso es capaz de “fragmentar” los precipitados Al_2Cu , como parece reportarse para otros sistemas en donde existe una disolución de la segundas fases generado por la deformación plástica severa, en particular de la fase θ' en las aleaciones Al-Cu [47-50].

1.6.2. DEFORMACIÓN EN ALUMINIO

Como se mencionó con anterioridad, el aluminio posee una estructura cúbica centrada en caras (CCC) o FCC por sus siglas en inglés, es por ello que posee alta simetría y 12 posibles

sistemas de deslizamiento formados por 4 planos compactos {111} con 3 direcciones de deslizamiento cada uno $\langle 110 \rangle$. La magnitud del vector de Burgers es igual a $\frac{\sqrt{2}}{2} a_0$ (ver figura 1.15) y convencionalmente se expresa como $(a_0/2)[110]$.

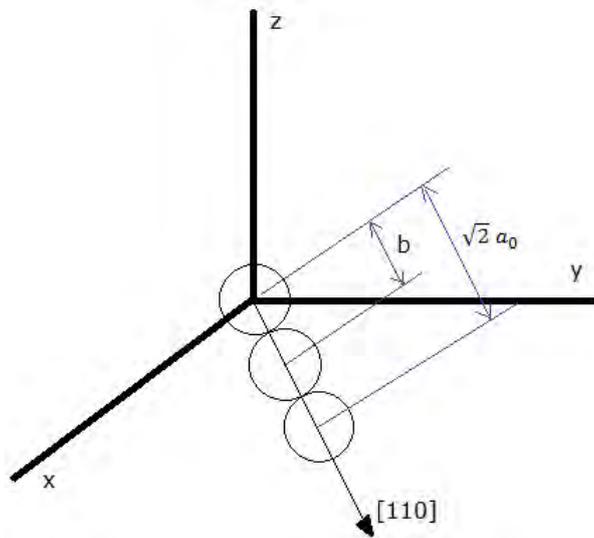


Figura 1.15. Esquema que muestra la magnitud del vector de Burgers en estructuras CCC.

En estructuras tipo CCC las dislocaciones de borde se encuentran comúnmente disociadas, es decir que el desplazamiento realizado por el vector de Burgers, b , puede ser realizada en dos pasos que serán b_2 y b_3 , lo cual es energéticamente favorable, lo anterior puede representarse como sigue:

$$b_1 \rightarrow b_2 + b_3 \dots\dots\dots \text{Ec. (1.7)}$$

Proponiendo un par de vectores ortogonales a (111) (puede comprobarse realizando el producto punto de (111) con $[2\bar{1}\bar{1}]$ y $[11\bar{2}]$):

$$\frac{a_0}{2} [10\bar{1}] \rightarrow \frac{a_0}{6} [2\bar{1}\bar{1}] + \frac{a_0}{6} [11\bar{2}] \dots\dots\dots \text{Ec. (1.8)}$$

Por lo que se obtiene una disminución energética de $\frac{a_0^2}{2} \rightarrow \frac{a_0^2}{3}$

Dicho desplazamiento disociado creará fallas de apilamiento en la secuencia ABCABC que corresponde a estructuras CCC debido a que las dislocaciones son imperfectas y no producen traslaciones completas en la red. En el caso de las dislocaciones con vectores b_2 y b_3 , $[2\bar{1}\bar{1}]$ y $[11\bar{2}]$, que forman un ángulo de 60° se ejercerá entre éstas una fuerza de repulsión y creará una separación de equilibrio determinada por la energía de falla de apilamiento, la cual depende de la naturaleza del material. Las dislocaciones de tornillo también tienden a disociarse, sin embargo en ellas es restringido el deslizamiento cruzado debido a que se mueven por planos determinados, dicho deslizamiento puede darse únicamente con estrechamientos de la falla de apilamiento requiriendo energía. Considerando que el aluminio se caracteriza por tener elevadas energías de falla de apilamiento (250 mJ/m^2) o fallas estrechas, es abundante el deslizamiento cruzado en su red.

1.6.3. REFINAMIENTO DE GRANO Y ENDURECIMIENTO EN ALUMINIO

Para mover una dislocación aislada a través de un cristal, se requiere un esfuerzo muy pequeño y la deformación que esta produce al salir del cristal también es pequeña. Para producir una deformación macroscópica se requiere el movimiento cooperativo de un número muy grande de dislocaciones, las cuales pueden ser generadas durante procesos de deformación en frío, es decir, que no conllevan recuperación dinámica de grano y liberación de esfuerzos.

Es bien sabido que la densidad de dislocaciones y energía almacenada aumentan conforme incrementa el grado de deformación, ya que aunque la mayor parte de la energía se convierte en energía térmica, una parte de ésta queda almacenada en el material. Dicha energía incrementará también por la presencia de defectos tales como impurezas, partículas de segunda fase, vacancias, granos de menor tamaño, entre otras.

En el caso de ECAP realizado en frío el refinamiento de grano se dará por la formación de sub-granos originados por el desplazamiento continuo de dislocaciones dentro del material. Cuando las dislocaciones encuentran defectos a su paso como los arriba mencionados surgirá un esfuerzo aplicado normal (σ) sobre la línea de dislocación, entendiéndose ésta como la longitud de la dislocación que se deformará conforme intenta pasar a través de los obstáculos encontrados, arqueándose y compensando la fuerza normal con la componente paralela de la tensión lineal de dislocación (T), tal fenómeno se esquematiza en el recuadro 2 de la figura 1.15, por lo que:

$$\sigma b l = 2T \text{ sen } \alpha \dots\dots\dots\text{Ec. (1.9)}$$

Donde b es la magnitud del vector de Burgers, l la distancia entre los obstáculos que dificultan el desplazamiento de la dislocación y α el ángulo formado entre la línea de dislocación y la componente paralela de tensión lineal, T. Teniendo un esfuerzo normal, σ , máximo cuando α es igual a 90°.

De lo anterior vemos que a mayor distancia, l, se requiere un mayor esfuerzo para deslizarse, por lo que algunas dislocaciones evitan dichos obstáculos variando el plano de deslizamiento, lo cual se denomina deslizamiento cruzado. Si las dislocaciones continúan el deslizamiento sin variar el plano, el mecanismo de Frank-Read representado en la figura 1.15 muestra la manera en que forman anillos de dislocación que a su vez son obstáculos para las dislocaciones que seguirán generándose durante la deformación, creando células de dislocación que darán paso a la formación de sub-granos.

El incremento en densidad de dislocaciones generará mayores esfuerzos para el deslizamiento y continuación de la deformación, provocando endurecimiento en el material.

El refinamiento o disminución de tamaño de grano también genera endurecimiento ya que a mayor número de fronteras de grano existe mayor número de anclas que obstaculizan el libre deslizamiento a través del policristal. Para la formación de nuevos límites de grano se requiere

La interacción entre dislocaciones que según su signo y ángulo entre ellas serán de repulsión o atracción.

De manera breve, si los campos de esfuerzo de dos dislocaciones se cancelan entre sí, las dislocaciones se atraen y, si éstos se refuerzan, las dislocaciones se rechazan. La energía de un policristal con dislocaciones puede disminuir si éstas se ordenan y forman paredes estables, las cuales son límites de grano de ángulo bajo (menores a 15°), con el incremento del número de dislocaciones y el decremento de la distancia entre éstas en los límites de ángulo bajo pueden convertirse en límites de grano de ángulo alto.

Después de la deformación en frío las dislocaciones se apilan en planos de deslizamiento, su campo de esfuerzos resulta en torsión de la red permitiendo la formación de fronteras de ángulo bajo que dividen el grano deformado en varios sub-granos libres de torsión.

El mecanismo de refinamiento con dislocaciones de tornillo es similar, la fuerza entre dislocaciones paralelas de signo opuesto es atractiva y si son del mismo signo es repulsiva.

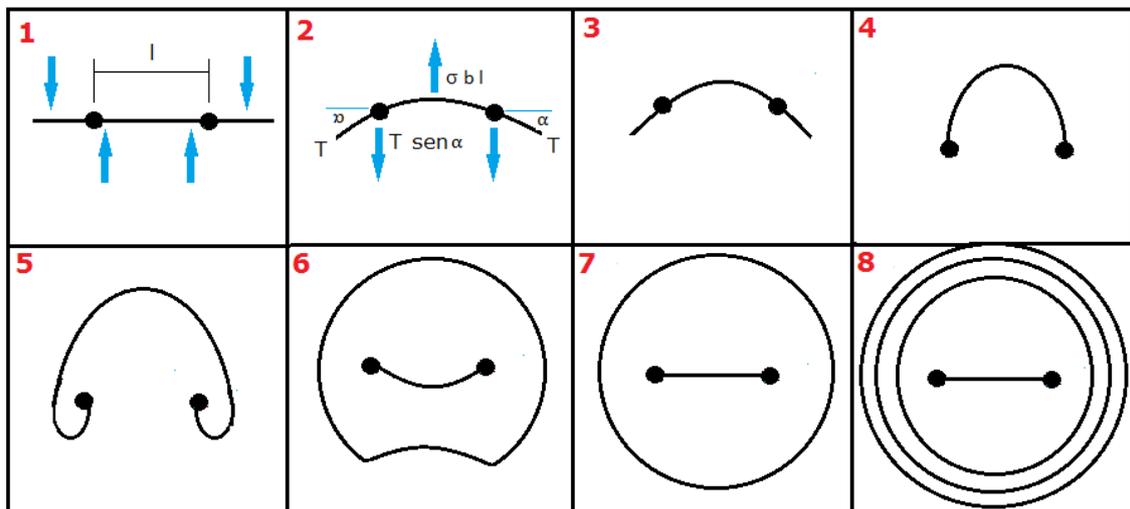


Figura 1.15. Formación de anillos de dislocaciones de Frank-Read.

1.6.4. MACROTEXTURA

La textura en materiales se refiere a la ocurrencia de patrones de orientación de granos, es decir, con orientaciones que no son al azar. Este fenómeno ocurre por factores como la naturaleza del material, el tipo de nucleación, gradientes de temperatura durante la solidificación o deformaciones añadidas durante el conformado.

La textura en materiales es tan importante que se ha demostrado que afecta entre 20% y 50% del valor total de las propiedades de materiales. La figura 1.16 muestra un ejemplo de lo anterior indicando la variabilidad del módulo elástico de monocristales de hierro de acuerdo con la dirección del cristal, observando valores muy distintos del módulo elástico conocido para hierro isotrópico de 210 GPa [52].

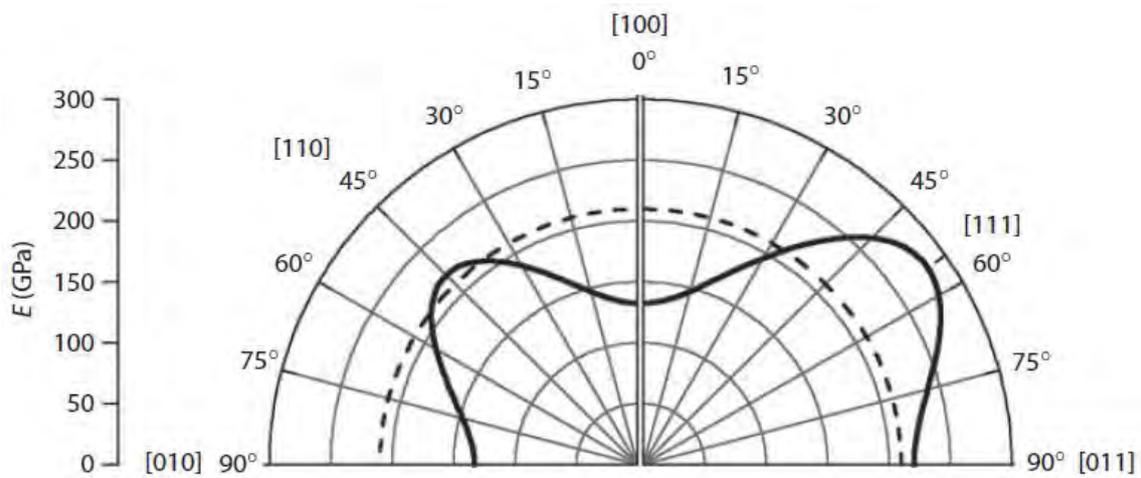


Figura 1.16. Módulo elástico de hierro monocristalino como función de la dirección del cristal.

La textura tiene dos vertientes para su estudio conocidas como macrotextura y microtextura, la primera se refiere a la determinación de orientación preferencial de los granos a través de la estructura del policristal, por su parte la microtextura se refiere a la medición de misorientación entre granos, es decir, que sabiendo que los granos no se distribuyen totalmente alineados sino que entre ellos existe una rotación de ángulo pequeño o grande, la microtextura es capaz de medir el ángulo de dichas rotaciones.

Debido a la disposición de equipo y naturaleza de la muestra el presente trabajo se centrará en la macrotextura, estudio obtenido midiendo la distribución de planos cristalinos paralelos a distintos ángulos por medio de difracción de rayos-X, es decir, en la orientación promedio. La muestra es incidida por radiación monocromática en un ángulo de Bragg para reflexión de planos (hkl) y el detector se coloca en un ángulo 2θ con respecto al haz, la intensidad reflejada es medida por el detector si los planos están orientados de tal manera que su normal corresponda a la bisectriz del ángulo formado entre los haces incidente y reflejado, por lo anterior la muestra debe ser rotada sistemáticamente en ángulos bien definidos que hagan posible la reflexión de todos los planos puestos en condición de Bragg y sus intensidades son registradas en función de los ángulos de rotación, es decir, las intensidades indican la fracción volumen de cristalitos colocados en posición de difracción.

A la representación de las intensidades de difracción medidas en los distintos ángulos de rotación α (azimutal) y β (radial) se les conoce como figuras de polos. Considerando un vector paralelo al polo de interés, R, este puede ser expresado de dos maneras de acuerdo con el sistema coordenado de la muestra M dado por los ejes $\{m_1 m_2 m_3\}$ y con los ejes del sistema coordinado del cristal C como $\{c_1 c_2 c_3\}$, de la siguiente manera:

$$R = m_1 \text{ sen}\alpha \text{ cos}\beta + m_2 \text{ sen}\alpha \text{ sen}\beta + m_3 \text{ cos}\alpha \dots\dots\dots\text{Ec. (1.10)}$$

$$R = \frac{1}{N} (c_1X + c_2Y + c_3Z) \dots\dots\dots\text{Ec. (1.11)}$$

Donde (XYZ) representan las coordenadas del polo y N es una constante para normalizar R.

Se observa que se requieren al menos tres sistemas coordenados para obtener la información completa de la distribución de polos, incluso basta con pensar que al obtener la medición de un polo con rotación radial aún no se contempla la rotación azimutal, por lo que el presente trabajo emplea tres mediciones de polos correspondientes a planos (111), (200) y (220) que son los primeros en aparecer en la red cúbica centrada en caras (CCC).

Las figuras de polos empleadas se forman por la conexión de líneas de iso-intensidad, o bien, isopletras que conectan los puntos de igual densidad de polos en la muestra, las cuales pueden valerse de sombreados o colores para indicar la variación de intensidades en las distintas regiones.

Una vez obtenidas las figuras de polos se procede a determinar la orientación en términos de índices de Miller de la forma (hkl)[uvw], para lo cual se parte de obtener el ángulo existente entre cada polo y los ejes de la muestra DE (dirección de extrusión) y DN (dirección normal) apoyándose en la red de Wulff o en software, posteriormente son analizados para establecer un sistema de 3 ecuaciones para resolución de 3 incógnitas (para más detalles ver Anexo C de determinación de orientación en figuras de polos).

Considerando que las figuras de polos son funciones de orientación de tres dimensiones que se representan gráficamente de manera bidimensional se muestra información incompleta, por lo que se vuelve necesario el cálculo de funciones de distribución de orientación tomando como base la información experimental obtenida por las figuras de polos.

La FDO permite calcular la densidad de orientación de granos en un cristal que no presenta microtextura ordenada aleatoriamente, es decir, con textura. El modelo general para cálculo de FDO se obtiene considerando a y como la dirección que define un polo, $P(y)$ es una figura de polos bidimensional que corresponde a una región tridimensional en FDO $f(g)$ la cual contiene todas las posibles rotaciones con ángulo γ sobre la dirección y en la figura de polos. El modelo matemático es el siguiente:

$$P(y) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} f(g) d\gamma \dots\dots\dots \text{Ec. (1.12)}$$

Donde $y = \{\alpha, \beta\}$ y $g = \{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$

A su vez $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ representan los ángulos de Euler, que es un método bien establecido y ampliamente documentado para representar una orientación en un espacio conocido como espacio de Euler. De manera general, los ángulos de Euler transforman un sistema de coordenadas de la muestra (referencia fija) en un sistema coordenado del cristal (referencia móvil), es decir, su orientación, dicho de otra manera, los ángulos de Euler son rotaciones que se dan alrededor de ejes en un sistema coordenado, en el presente trabajo se usa la convención propuesta por Bunge para definir dichos ángulos.

Partiendo de que las rotaciones de un sistema de ejes ortogonales móvil respecto a otro fijo son descritas por tres ángulos (tridimensionales) y dichos ángulos pueden ser descritos por matrices de rotación $g_{\varphi_1}, g_{\Phi}, g_{\varphi_2}$ entonces la rotación general g puede ser descrita como $g = g_{\varphi_1} g_{\Phi} g_{\varphi_2}$. Mientras que las rotaciones son descritas de la siguiente manera:

φ_1 : Rotación que se realiza en un ángulo φ_1 a través del eje DN empleando la matriz g_{φ_1} , transforma la dirección transversal, DT, en DT' y la dirección de extrusión DE en DE'.

Φ : Rotación en un ángulo Φ sobre el eje DE' empleando la matriz g_{Φ} , transforma la dirección normal, DN, en DN' y la dirección DT' en DT''.

φ_2 : Rotación en un ángulo φ_2 a través del eje DN' descrito por la matriz de rotación g_{φ_2} , transforma la dirección DT'' en DT''' y la dirección DE' en DE''.

La figura 1.17 esquematiza las rotaciones descritas.

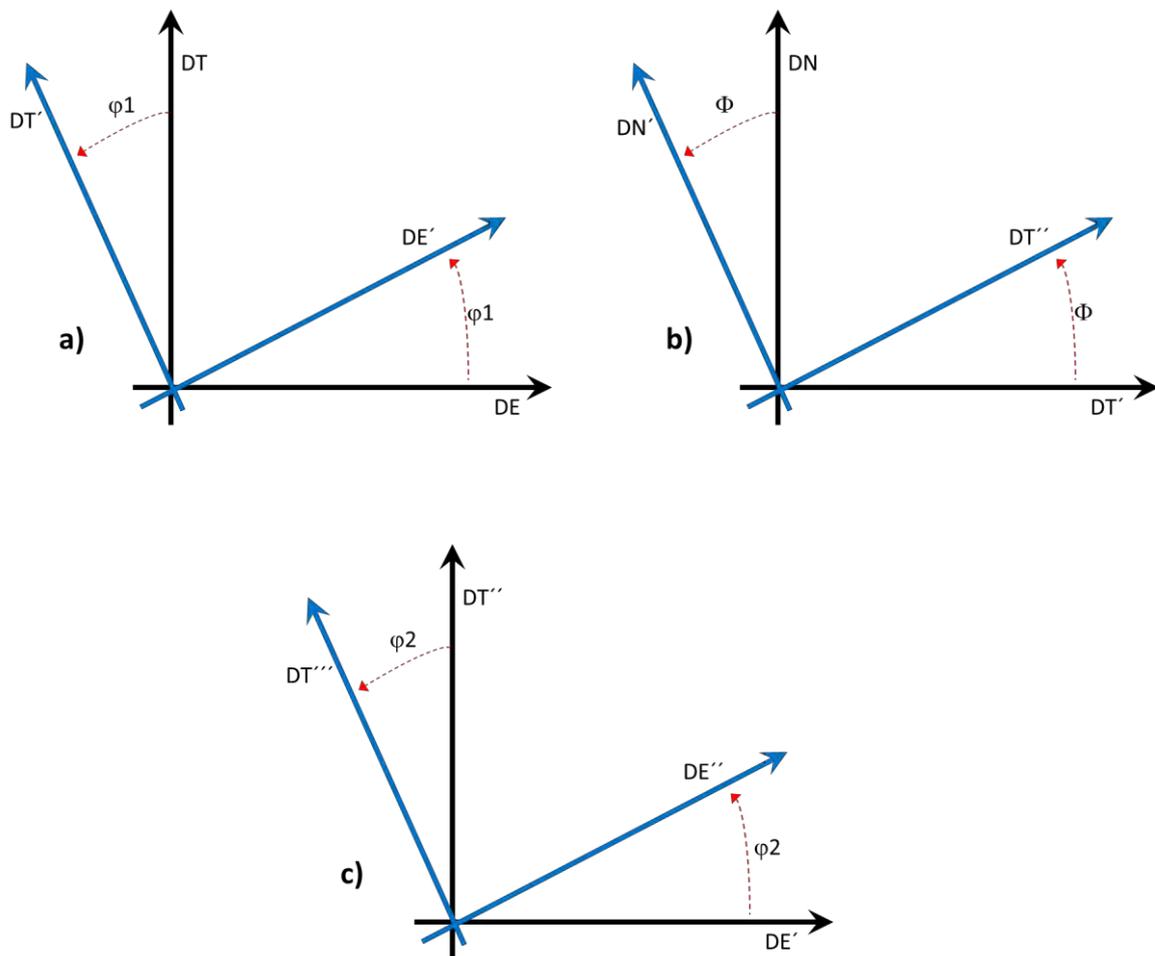


Figura 1.17. Rotaciones a) φ_1 , b) Φ y c) φ_2 dadas por los ángulos de Euler con respecto a un sistema ortogonal fijo.

Cada componente puede ser descrito como se indica:

$$DE' = \cos \varphi_1 + \text{sen} \varphi_1$$

$$DT' = -\text{sen} \varphi_1 + \cos \varphi_1$$

$$DT'' = \cos \Phi + \operatorname{sen} \Phi$$

$$DN' = -\operatorname{sen} \Phi + \cos \Phi$$

$$DE'' = \cos \varphi_2 + \operatorname{sen} \varphi_2$$

$$DT''' = -\operatorname{sen} \varphi_2 + \cos \varphi_2$$

Las matrices de rotación pueden ser desarrolladas de la siguiente manera:

$$g_{\varphi_1} = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 & \operatorname{sen} \varphi_1 & 0 \\ -\operatorname{sen} \varphi_1 & \cos \varphi_1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} = (\cos \varphi_1)(\cos \varphi_1)(1) - (\operatorname{sen} \varphi_1)(-\operatorname{sen} \varphi_1)(1) = \cos^2 \varphi_1 + \operatorname{sen}^2 \varphi_1$$

$$g_{\Phi} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \Phi & \operatorname{sen} \Phi \\ 0 & -\operatorname{sen} \Phi & \cos \Phi \end{bmatrix} = (1)(\cos \Phi)(\cos \Phi) - (1)(\operatorname{sen} \Phi)(-\operatorname{sen} \Phi) = \cos^2 \Phi + \operatorname{sen}^2 \Phi$$

$$g_{\varphi_2} = \begin{bmatrix} \cos \varphi_2 & \operatorname{sen} \varphi_2 & 0 \\ -\operatorname{sen} \varphi_2 & \cos \varphi_2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} = (\cos \varphi_2)(\cos \varphi_2)(1) - (-\operatorname{sen} \varphi_2)(\operatorname{sen} \varphi_2)(1) = \cos^2 \varphi_2 + \operatorname{sen}^2 \varphi_2$$

Recordando que $g = g_{\varphi_1} g_{\Phi} g_{\varphi_2}$ se obtienen las componentes de la matriz de rotación general g ;

$$a_{11} = \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \operatorname{sen} \varphi_1 \operatorname{sen} \varphi_2 \cos \Phi$$

$$a_{12} = -\operatorname{sen} \varphi_1 \cos \varphi_2 - \operatorname{sen} \varphi_2 \cos \varphi_1 \cos \Phi$$

$$a_{13} = \operatorname{sen} \varphi_2 \operatorname{sen} \Phi$$

$$a_{21} = \cos \varphi_1 \operatorname{sen} \varphi_2 + \operatorname{sen} \varphi_1 \cos \Phi \cos \varphi_2$$

$$a_{22} = -\operatorname{sen} \varphi_1 \operatorname{sen} \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \Phi \cos \varphi_2$$

$$a_{23} = -\operatorname{sen} \Phi \cos \varphi_2$$

$$a_{31} = \operatorname{sen} \varphi_1 \operatorname{sen} \Phi$$

$$a_{32} = \cos \varphi_1 \operatorname{sen} \Phi$$

$$a_{33} = \cos \Phi$$

1.6.5. ESTADO DEL ARTE DE EXTRUSIÓN EN CANAL ANGULAR A SECCIÓN CONSTANTE APLICADA A ALEACIONES DE ALUMINIO

El diseño de materiales se realiza con base en las propiedades deseadas de tipo químicas, físicas, mecánicas, ópticas, etc., para la industria metalúrgica suelen ser prioritarias las propiedades mecánicas, tal como resistencia mecánica, ductilidad, dureza, tenacidad a la fractura, entre otras, siendo la razón por la que continuamente se buscan innovaciones en materia de elementos aleantes, tratamientos térmicos y procesamientos que permitan incrementar su valor.

Las técnicas de conformado que desde finales del siglo pasado han demostrado una gran capacidad para mejorar las propiedades mecánicas se basan en deformación plástica severa, siendo las más comunes molienda mecánica, torsión a alta presión, extrusión torsional, unión por laminación acumulada, forja multidireccional y extrusión en canal angular a sección constante, siendo esta última la técnica que ha destacado más debido a la facilidad de producción de material en “bulto” con propiedades mecánicas superiores a las logradas por otras técnicas de conformado además de resultar en ahorros de energía por ejecutarse a temperatura ambiente en la mayoría de los casos, fácilmente escalable a plantas industriales y obtención de materiales libres de porosidad [5].

La técnica de extrusión en canal angular a sección constante es original de Segal y colaboradores y fue reportada en 1981 [6], lo que comenzó por ser una técnica pensada para producción a gran escala se convirtió en un éxito para la mejora de propiedades mecánicas, especialmente a partir de que se comprobó su capacidad para generar tamaño de grano ultrafino denominado así cuando se encuentra por debajo de 1000 nm [7, 8], que se subdividen a su vez en granos submicrométricos (100 a 1000 nm) y nanométricos cuando son menores a 100 nm [9, 10], considerando que las técnicas de conformado del momento lograban tamaños micrométricos.

En la última década se ha estudiado ampliamente el efecto de ECAP en aluminio y sus aleaciones por lo que se han reportado numerosos estudios basados en las propiedades logradas generando las siguientes contribuciones:

1. ECAP aplicado a aleaciones de aluminio presentó el fenómeno de recuperación dinámica y formación de sub-granos principalmente de ángulo bajo, demostrando que son condiciones importantes para la obtención de microestructuras con granos ultrafinos, se mejoró significativamente la resistencia mecánica con una buena relación de ductilidad [11, 12, 13, 14, 15].
2. La comparación de varias rutas de procesamiento en aleaciones base aluminio permite determinar que el tipo de textura obtenida está en función de la ruta empleada y el ángulo del canal [16, 17, 18].
3. ECAP aplicado a aleaciones de aluminio permitió incrementar la resistencia a la fatiga en comparación con la condición inicial del material [19].
4. El refinamiento de grano originado por proceso ECAP no es lineal al grado de deformación, después de varios pasos los cambios microestructurales son despreciables [20, 21].

5. La medición de misorientación generada por ECAP en aleaciones de aluminio permite estimar las propiedades mecánicas del estado final de la aleación, empleando la misorientación $\theta \geq 15^\circ$ para calcular su contribución a la resistencia estándar con el modelo Hall-Petch y los valores de $0^\circ \leq \theta < 15^\circ$ para estimar la contribución de dislocaciones a la resistencia estándar [22].
6. La obtención de límites de grano de ángulo grande ($>15^\circ$) es común después de múltiples pasos de ECAP [23, 24, 21].
7. La mejora de resistencia mecánica y refinamiento de grano en aleaciones con alta densidad de precipitados depende mayormente del contenido de soluto que de la distribución de partículas. Así mismo, la resistencia mecánica depende más de la densidad de dislocaciones que del número de fronteras de grano presentes aun cuando ambas tengan su contribución [25, 26, 27].
8. El comportamiento en condición de recocido posterior al proceso ECAP en aleaciones de aluminio depende prioritariamente del grado de deformación acumulada, observando que a mayor grado de deformación el crecimiento de grano tiende a distribuirse de manera más heterogénea [28] y después de un grado de deformación cercano a 4 los cambios microestructurales tienden a ser de menor relevancia [29].
9. Las metodologías para procesar por ECAP aleaciones de base aluminio endurecibles por envejecido incluyen una acción de prensado rápida (típicamente menor a 10 minutos) y un posterior tratamiento térmico de temple en agua [30], o bien, aplicar un precalentamiento que en el caso específico fue de 200°C por una hora [13].
10. El procesamiento ECAP a aleaciones de aluminio mostró que después de un paso de extrusión existe una evolución de textura que no corresponde con los componentes ideales esperados para textura de corte o textura ideal de ECAP que se muestran con detalle en la tabla 3.4 de la sección 3, dicha desviación fue atribuida a la relajación de esfuerzos asociados con la fragmentación de precipitados en el paso inicial, después de seis pasos de ECAP la fragmentación es despreciable y existe evidencia de una evolución de textura que se acerca a los componentes ideales esperados [31].

Los productos de procesamiento ECAP poseen estructura y propiedades deseables para múltiples aplicaciones sumado a que es una técnica de fácil adecuación para permitir la producción de volúmenes grandes de material extruido con un solo paso de procesamiento en el cual se dan los mayores gradientes en propiedades mecánicas como se verá en los resultados del presente proyecto, la mayoría de veces con ahorro energético con respecto a otras técnicas ya que suele ser ejecutado a temperatura ambiente, siendo una técnica muy atractiva para la industria [32].

CAPÍTULO II

2. METODOLOGÍA

En el presente capítulo se describirán los materiales y equipo empleados, así como los procedimientos experimentales llevados a cabo para preparación de muestras, obtención de probetas procesadas por ECAP y sus consecutivos estudios para caracterización estructural y microdureza.

2.1. MATERIALES

Para proceso ECAP

1. La aleación comercial de aluminio 2017 en barras cilíndricas de 9.8 mm de diámetro fue considerada como la materia prima del estudio, su composición nominal es 4Cu-Al (ver sección 1.1.4. para composición completa).
2. Lubricante en presentación spray base MoS₂ para reducir la fricción entre el canal de la matriz de ECAP y la probeta procesada.

Para preparación metalográfica

1. Lijas para uso en húmedo de grados 600, 800, 1000, 1500 y 2000.
2. Solución de diamante abrasiva de 3 µm y 1 µm.
3. Silica coloidal de 0.04 µm para pulido a espejo.
4. Ácido perclórico con pureza de 69%-72% que fue diluido con alcohol etílico Q.P. hasta una concentración 0.1M para desbaste electroquímico empleado en probetas para microscopía electrónica de transmisión.
5. Nitrógeno líquido para enfriamiento de celda electroquímica durante el desbaste de probetas destinadas a MET con la finalidad de reducir la velocidad de reacción y tener mayor control del proceso.
6. Reactivo Tucker para macroataque; 45 mL de HCl Q.P., 15 mL de HNO₃ Q.P., 15 mL de HF Q.P. y 20 mL de agua destilada.
7. Alcohol etílico Q.P. para limpieza de muestras en baño ultrasónico.
8. Acetona Q.P. para limpieza de muestras en baño ultrasónico.

2.2. EQUIPO

Para proceso ECAP

1. Cortadora de disco de diamante de bajas revoluciones para corte de probetas.

2. Horno para tratamientos térmicos.
3. Prensa hidráulica para realización las extrusiones.
4. Matriz ECAP fabricada en acero medio carbono y acero herramienta tipo D2, su clasificación como acero herramienta indica su empleo para trabajo en frío y su composición a base de alto contenido de carbono y cromo. La matriz consta de tres partes fundamentales que son dos insertos centrales que juntos forman los canales de entrada y salida con un ángulo interno $\phi = 90^\circ$ y externo (codo de cambio de sección), $\psi = 20^\circ$, fabricados de acero herramienta tipo D2 y el envolvente que mantiene unidos ambos insertos fabricada de acero al carbono, los isométricos de las tres partes son mostradas en las figuras 2.1 y 2.2.
5. Punzones para deslizamiento de probeta en matriz ECAP elaborados de acero herramienta tipo H13 que indica su empleo para trabajo en caliente con principales aleantes de cromo y molibdeno. Se emplearon 3 medidas de punzones con longitudes útiles de 2.5 cm, 5 cm y 7.5 cm, los isométricos correspondientes se muestran en la figura 2.3.

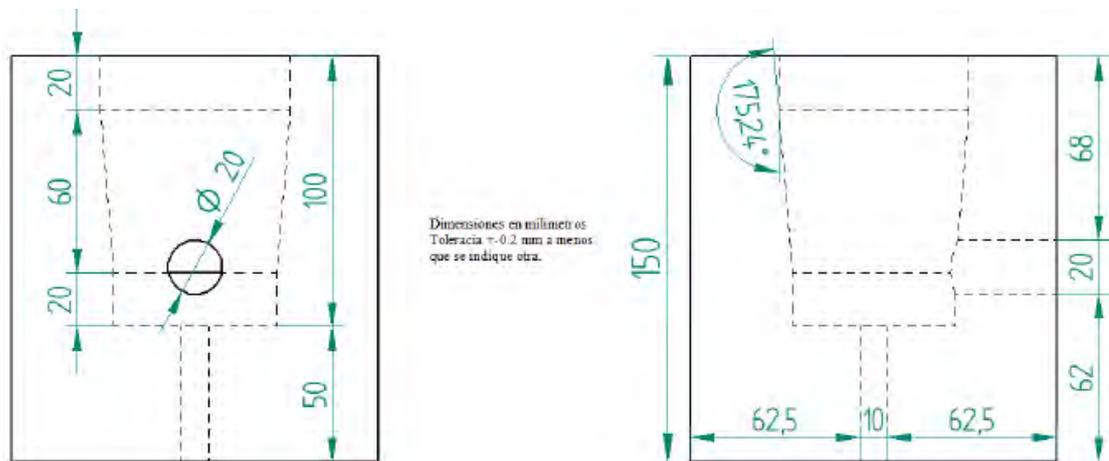


Figura 2.1. Camisa protectora de insertos fabricada de acero medio carbono.

Dimensiones en milímetros
Tolerancia ± 0.2 mm a menos
que se indique otra.

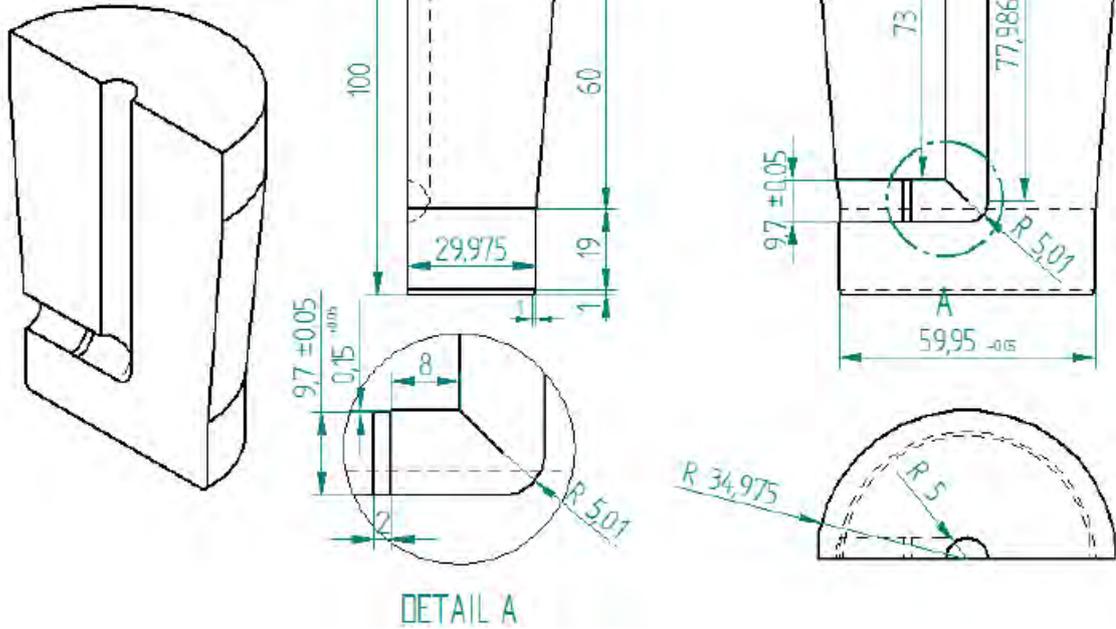


Figura 2.2. Insertos que muestran el canal de extrusión fabricadas de acero herramienta D2.

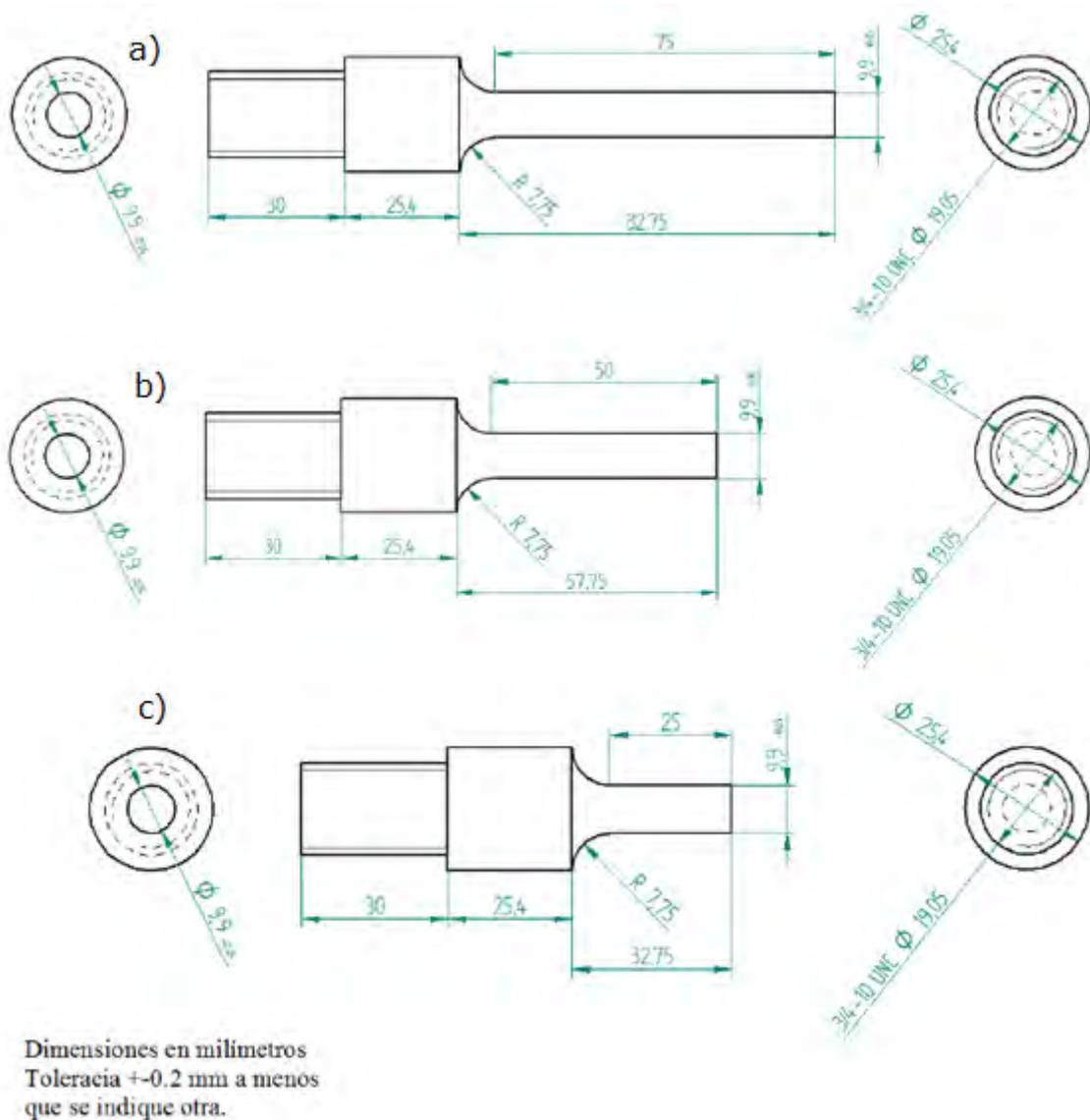


Figura 2.3. Punzones con recorrido de a) 7.5 cm, b) 5 cm y c) 2.5 cm fabricados de acero herramienta H13 empleados en el proceso ECAP.

Para preparación de muestras

1. Cortadora de disco de baja revolución para corte de probetas.
2. Pulidora manual marca Prezi empleada a 300 rpm.
3. Fuente eléctrica empleada a 20 V para desgaste electroquímico en el caso de probetas para análisis por MET.
4. Baño ultrasónico.

Para caracterización microestructural

5. Difractómetro de rayos X marca Rigaku para medidas de figuras de polos y medidas standard (Parallel Beam).
6. Microdurómetro Vickers marca Shimadzu modelo HMV-G, para realizar los mapeos que analicen la homogeneidad en la deformación.
7. Micromaquinado con haz de iones de galio focalizado marca Jeol modelo JEM-9320FIB para la preparación de laminillas para su observación en TEM y obtención de micrografías de granos atacados con dicho haz.
8. Microscopio óptico para colocación de laminilla en rejilla y obtención de micrografías de macroataque con reactivo Tucker.
9. Microscopio electrónico de transmisión JEOL 120EX convencional, para la observación a escala nanométrica de las interfaces precipitado/matriz y obtención de patrones de difracción.

Para dar claridad a los protocolos experimentales serán establecidos de tal manera que sean congruentes con el orden de ejecución de experimentación y objetivos fijados en la presente tesis, continuando con el siguiente orden:

1. Procesamiento ECAP.
2. Preparación de muestras.
3. Técnicas para evaluación de morfología y distribución de tamaño grano.
4. Técnica para evaluación de textura.
5. Técnica para cuantificar los esfuerzos residuales generados por proceso ECAP.
6. Técnica para evaluación de homogeneidad en la deformación.

2.3. PROCESAMIENTO ECAP

Se recalca que previo al proceso ECAP se realizó un tratamiento térmico de homogeneización a 400°C por una hora debido a inconvenientes presentados en el intento de extruir la aleación 2017 en condición T4, un ejemplo de probeta con extrusión fallida se presenta en la figura 2.4.



Figura 2.4. Probeta con extrusión fallida sin tratamiento térmico previo.

El procesamiento ECAP se realizó con base en la siguiente metodología:

1. Colocación y alineación de punzones y matriz en prensa hidráulica.
2. Lubricación de probeta y canal de extrusión empleando MoS₂ spray.
3. Introducción de probeta en canal de entrada de matriz ECAP.

4. Comienzo de aplicación de carga mediante el empuje del punzón de 2.5 cm hasta su total entrada por el canal y consecuente deslizamiento de la probeta dentro del mismo. Repetición de aplicación de carga con el punzón de 5 cm.
5. Introducción de segunda probeta con la finalidad de empujar la probeta inicial hasta su salida por el canal, para lo cual se vuelve a aplicar carga con el punzón de 7.5 cm hasta su total introducción.
6. Recuperación de la probeta y registro de eventualidades.

Las figuras 2.5, 2.6 y 2.7 muestran la prensa hidráulica, la entrada del punzón de 5 cm en la matriz de ECAP y una muestra de aluminio que ejemplifica el comienzo de paso por el canal a 90° y la formación de camisa entre las intersecciones del cono interior.



Figura 2.5. Prensa hidráulica empleada para proceso ECAP.



Figura 2.6. Entrada de punzón de 5 cm en matriz ECAP.



Figura 2.7. Muestra demostrativa de la deformación sufrida al pasar por el canal angular y la formación de “camisa” debido al flujo de material dentro de las intersecciones de las dos partes que conforman el cono interno.

2.4. PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE CARACTERIZACIÓN

Para proceso ECAP

Se cortaron probetas 4.5 cm de longitud con la cortadora de bajas revoluciones que permite poco calentamiento de la pieza y mejor acabado en las puntas cortadas que ya no requiere un desbaste o rectificado posterior.

Posteriormente se realizó un tratamiento térmico en cada una de las probetas a una temperatura de 400°C durante 1 hora con un posterior enfriamiento en agua, esto con la finalidad de no tener precipitados coherentes en la matriz.

Aproximadamente 1.5 min antes del procesamiento por ECAP las muestras fueron calentadas hasta 200°C entre cada paso con la finalidad de ablandar la aleación y facilitar el deslizamiento del material dentro del canal de extrusión.

Para caracterización microestructural y medición de microdureza

Se cortaron probetas con un espesor de 4 mm. Debe destacarse que las puntas de las probetas obtenidas de proceso ECAP fueron desechadas para evitar que las diferencias en velocidad de avance del material dentro del canal de extrusión no afecten los resultados obtenidos en la caracterización, algunos autores lo han confirmado vía simulación por elemento finito [40], por lo que se eliminó 1 cm a cada extremo de dichas probetas, del cuerpo restante se obtuvieron las muestras para analizar.

Las muestras cortadas con 4 mm de espesor fueron desbastadas por 1 min con cada lija y pulidas a espejo en cinco pasos; 1) con solución abrasiva de diamante de 3 μm por 30 minutos, 2) con solución abrasiva de diamante de 1 μm por 20 minutos, 3) con solución coloidal de sílice de 0.04 μm , 4) se colocaron en baño ultrasónico por 15 minutos con acetona q.p. y 5) baño ultrasónico por 15 minutos con alcohol etílico q.p.. Para medición de microdureza, obtención de figuras de polos y difractogramas para medición de esfuerzos residuales se emplearon las muestras en la condición del paso 5, mientras que para macroataque se atacó la superficie con agente químico Tucker (descrito en la sección 2.1. de materiales empleados) mediante la técnica de la gota, es decir, derramando tres gotas del agente químico durante un tiempo menor a 5 segundos para todos los casos que fueron empleados de acuerdo con la pérdida visible de brillo en la superficie del metal indicando la reacción de las zonas de mayor energía tal como límites de grano y precipitados con el ácido usado.

Para observación en microscopía electrónica de transmisión

Con el empleo del equipo de micromaquinado con haz de iones de galio focalizado (figura 2.7) se cortaron laminillas menores a 230 nm en tres pasos; 1) selección de zona y depósito de

película rectangular de 22X5 μm de platino con, 2) formación de “cajas” o cavidades de 22X22 μm a cada lado longitudinal de la película de platino previa, 3) formación de cavidades rectangulares en ambos bordes limitantes de la película de platino dejados por las cajas del paso 2, disminuyendo intensidad del haz y dosificación de iones conforme el espesor de la laminilla central disminuye y parando hasta obtener un espesor menor a 230 nm, 4) inclinación de laminilla a 50° y corte de base y lados de la misma, 5) extracción de probeta del equipo empleado. Posteriormente se colocó la laminilla en una rejilla de cobre con película de carbono empleando un microscopio óptico con objetivo de 50X y una punta de vidrio previamente preparada. El corte de las probetas es esquematizado en la figura 2.8.



Figura 2.8. Micromaquinado con haz de iones focalizado marca Jeol empleado para preparación de laminillas para TEM y toma de micrografías con ataque de haz de iones de galio.

Debido a fallas del equipo previamente descrito, las muestras para estudios con microscopía electrónica de transmisión de probetas de 6 pasos de ECAP fueron preparadas con la siguiente metodología: 1) corte de láminas de 2 mm de espesor a través de la sección transversal de la probeta procesada por ECAP con una cortadora de disco de carburo, 2) desbaste de lámina con lija de carburo para uso en húmedo grado 600 hasta llevarla a un espesor de 300 μm , 3) desbaste con lija de carburo para uso en húmedo de grado 1000 hasta llevarla a un espesor de 75 μm , 4) corte de muestras circulares de 3 mm de diámetro empleando una cizalla de diseño propio del equipo de trabajo, 5) desbaste electroquímico de muestras usando un electrodo con un agujero al centro de 2.5 mm de diámetro que permite el contacto de un área de la muestra con el electrolito empleado de ácido perclórico (pureza 69%-72%) al 10% base alcohol etílico q.p. enfriado con nitrógeno líquido hasta lograr la perforación de pequeñas zonas del centro, el desbaste electroquímico se realizó con 20 V por 85 segundos. La preparación de probetas con esta segunda metodología permitió obtener perforaciones con playas a su alrededor que son zonas de menor espesor que permiten la transmisión de electrones

necesaria para el estudio por MET. La figura 2.9 muestra la cizalla utilizada para el corte de muestras circulares de 3 mm de diámetro previas al desbaste electroquímico y la figura 2.10 representa la celda electroquímica empleada.

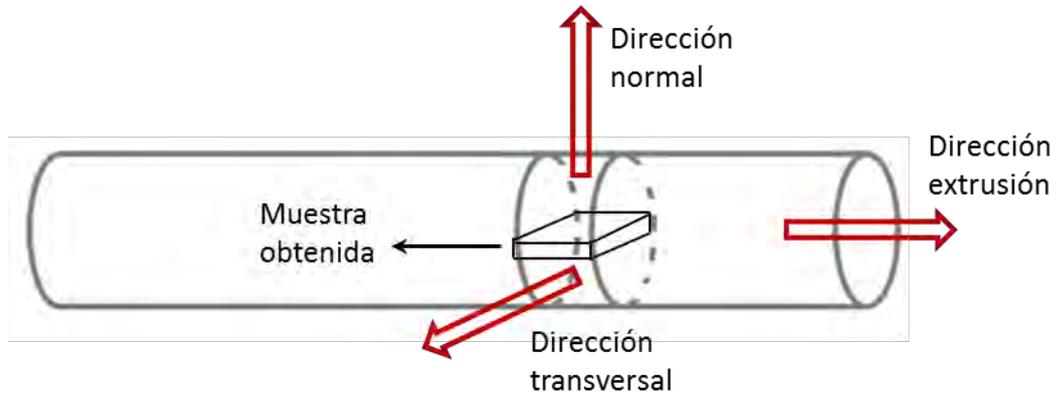


Figura 2.9. Corte de muestras para estudios de caracterización.

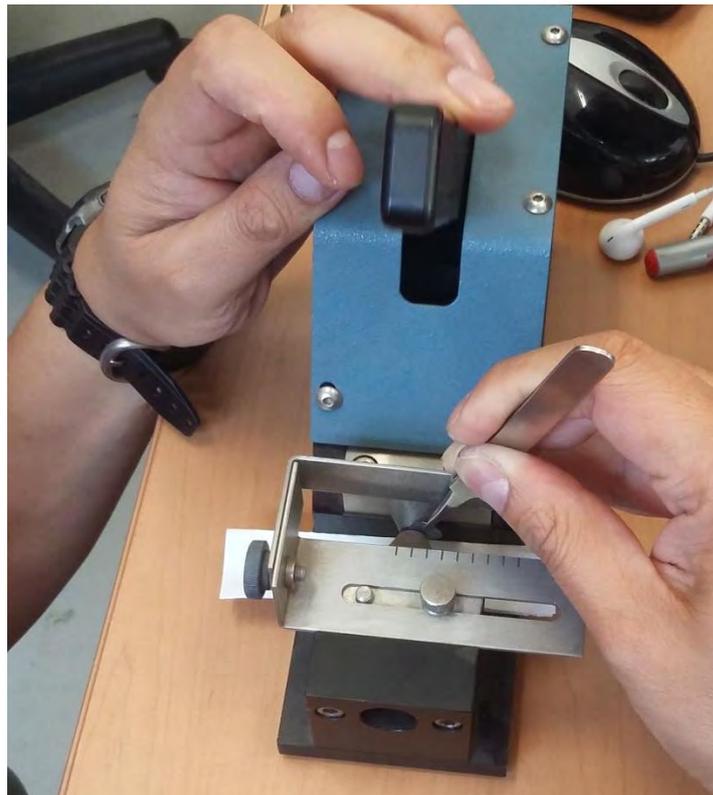


Figura 2.10. Cizalla empleada en el corte de muestras de 3 mm de diámetro previas al desbaste electroquímico.

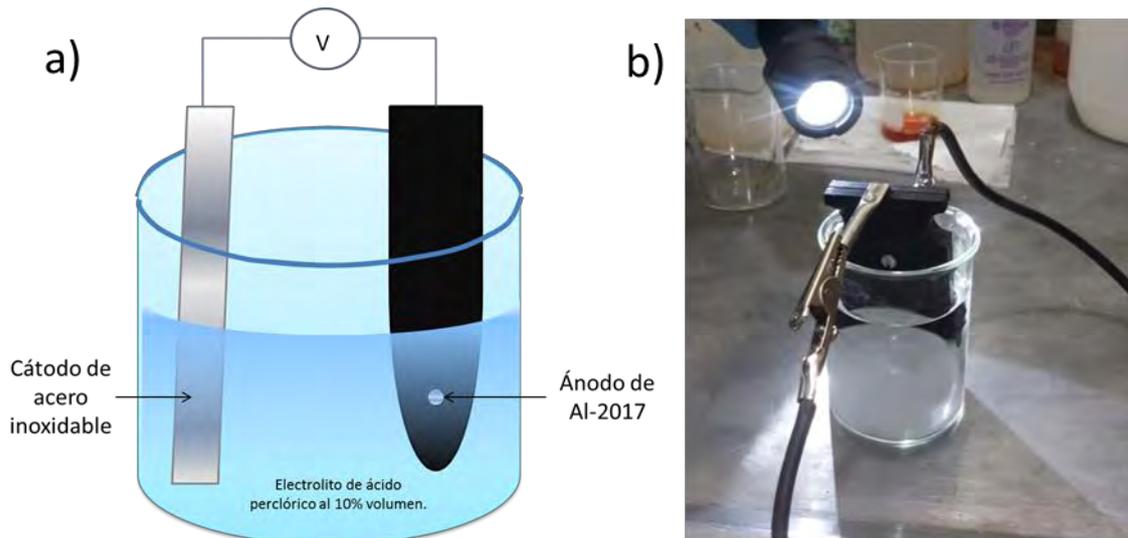


Figura 2.11. a) Esquema de celda electroquímica usada en preparación de muestras para TEM, b) Celda electroquímica para formación de playas que permitan la transmisión de electrones.

2.5. EVALUACIÓN DE MORFOLOGÍA Y DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑO GRANO

Se emplearon 2 métodos para la obtención de micrografías representativas del tamaño de grano de las muestras; 1) micrografías empleando haz de iones de galio como medio de ataque y 2) micrografías empleando microscopía electrónica de barrido.

Las razón de emplear 2 técnicas es que se cuenta con una microestructura de granos no equiaxiales, que en el presente caso se refiere a la presencia de granos nanométricos y micrométricos distribuidos aleatoriamente en las muestras con un elevado grado de deformación. Debido a lo anterior se requieren fotografías que sean capaces de mostrar la morfología y tamaño de ambas dimensiones de granos, así como fotografías que muestren una mayor cantidad de granos para obtener una mejor estadística en los promedios estimados.

Para asegurar la claridad de su empleo se enlistan las limitantes y ventajas de cada una de las técnicas empleadas en lo concerniente al caso en la tabla 2.2.

Tabla 2.1. Limitantes de las 3 técnicas en lo relacionado al presente caso.

Técnica	Limitantes	Ventajas
MO	Es complicado tener fotografías de más de 1000X sin pérdida de profundidad de campo.	Permite fotografiar granos micrométricos a bajos aumentos, por lo que se tendrá una mayor cantidad de granos por área para la estadística.
FIB	La escala de las fotografías no permite captar una elevada cantidad de zonas, el promedio de granos por foto es de 10 cuando el tamaño es micrométrico.	El empleo de mayor cantidad de aumentos permite la observación más detallada de granos y sub-estructuras propias de la deformación como se verá más adelante.

MET	Permite una baja estadística de granos por fotografía.	Permite el empleo de técnicas como campo oscuro que contrastan mejor las fronteras de grano y presencia de precipitados, aún mejor que la misma técnica empleada con MO. Capta perfectamente la morfología y tamaño de granos nanométricos.
-----	--	---

1. Micrografías por FIB.

El equipo de micromaquinado con haz de iones focalizado se basa en la producción y dirección de una corriente de átomos ionizados de alta energía de un elemento de masa relativa, los cuales son enfocados en la muestra para propósitos de ataque o pulido superficial o como un método de obtención de imagen. Los iones de mayor masa permiten erosionar los átomos superficiales de su posición y producir electrones secundarios desde la superficie, permitiendo la formación de imagen antes, durante y después de la litografía. El haz iónico puede emplearse de distintas maneras tal como para la formación de una capa gaseosa en la muestra. Los iones del haz arrancan átomos o moléculas de la superficie de la muestra donde se dan atracciones intermoleculares e implantan iones en la superficie.

El sistema de haz iónico focalizado utiliza una fuente de iones metálicos en estado líquido que se encuentra al fondo de la columna para producir iones que usualmente son de galio debido a propiedades como su bajo punto de fusión (30.76°C), baja volatilidad, baja presión de vapor, entre otras. Dichos iones son enfocados por un campo eléctrico y subsecuentemente pasan a través de las aperturas y son barridos sobre la superficie de la muestra. La colisión entre átomos e iones puede ser elástica o inelástica, donde las colisiones elásticas resultan en excavación de átomos superficiales, siendo una técnica conocida como sputtering o pulido, las colisiones inelásticas transfieren algo de energía de los iones a los átomos o electrones superficiales, resultando en la emisión de electrones secundarios.

Si el ión no es retrodispersado fuera del material eventualmente tenderá a implantarse a alguna profundidad bajo la superficie de la muestra. La respuesta del material al haz de iones depende fuertemente de varios factores como la corriente del haz, la energía del ión incidente, geometría de la muestra, patrón del raster y ángulo de incidencia.

El equipo de micromaquinado con haz de iones focalizado tiene cuatro funciones básicas que son el pulido, deposición, implantación y formación de imagen. El pulido permite degradar la superficie de la muestra empleando un haz de iones relativamente pesados. Para convertirse en un sistema de deposición puede añadirse un gas que permita su aplicación en determinados materiales, usualmente en metales, si se combina con pulido el sistema de deposición puede crear casi cualquier microestructura. El empleo de FIB permite la realización de modificaciones a la muestra sin necesidad de afectar la integridad de la superficie.

Una vez introducida la muestra, se procede de la manera descrita en la sección 2.4. hasta el paso “b)” de formación de lamellas, en donde se forman cajas de 22X22 μm y empleando un ángulo de rotación paralelo a la nueva superficie formada de 40° a 50° se ataca la muestra mediante la toma de fotografías consecutivas cada 3 segundos, es sabido que enfocar la

muestra genera una colisión de partículas del haz con la superficie metálica de la probeta que de manera progresiva atacaran hasta revelar la microestructura. La selección de un tamaño de haz mayor en número indica menor intensidad por lo que se empleó un haz con diámetro de apertura de 50 μm y corriente de irradiación de 50 pA para que el ataque fuera lento y permitiera obtener mayores secuencias fotográficas antes del deterioro de la nueva pared.

La figura 2.12 muestra una secuencia fotográfica en donde es evidente el ataque iónico a la superficie formada.

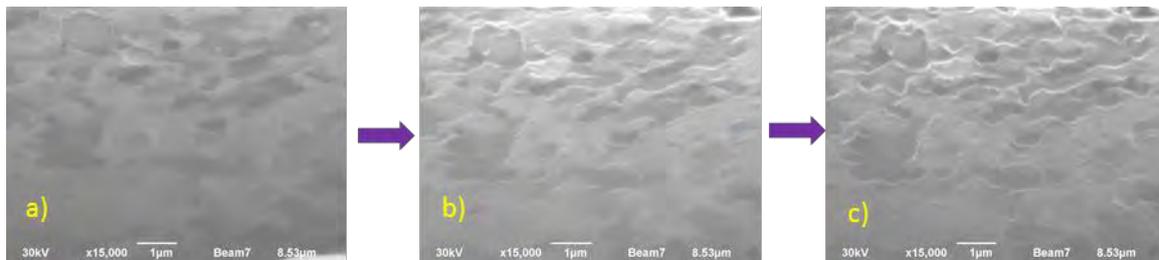


Figura 2.12. Ataque progresivo de la superficie metálica mediante fotografías tomadas cada 3 segundos a) tercera fotografía en donde la microestructura ha sido revelada, b) sexta fotografía en donde se aprecia el comienzo del desgaste selectivo en límites de grano.

2. Micrografías por MET y MEB.

El microscopio electrónico de barrido es similar al microscopio electrónico de transmisión en que ambos emplean un cañón de electrones para inducir un haz directamente en la muestra, así como en el uso de lentes condensadoras y sistema de vacío, la diferencia se encuentra en el modo de producción de imagen y su magnificación.

La fuente de electrones es usualmente un filamento de tungsteno de emisión termoiónica o un cañón de emisión de campo el cual permite la obtención de alta resolución, los electrones posteriormente son acelerados a una energía que esta comúnmente entre 1 keV y 30 keV para MEB y entre 100 keV a 300 keV para MET, esto se logra mediante un ánodo polarizado positivamente con respecto al filamento con una diferencia de potencial que atrae fuertemente a los electrones, a medio camino los electrones pasan por el cilindro de Wehnelt que esta polarizado negativamente respecto al ánodo y cuenta con un orificio central por donde los electrones atraídos por el ánodo deberán concentrarse y pasar para llegar a él. Dos o tres lentes condensadoras se encargan de concentrar el haz hasta que llega a la muestra con un diámetro entre 2 y 10 nm. Dicho haz es barrido a través de la muestra mediante el empleo de bobinas y un detector cuenta el número de electrones secundarios de baja energía desprendidos de cada punto barrido en la superficie de la misma, esto a la vez que el punto del tubo de rayos catódicos es barrido a través del monitor y su brillo es modulado por la corriente amplificada del detector, el haz de electrones y el punto del tubo de rayos catódicos son barridos a manera de raster tal como sucede en un monitor de televisión, el mecanismo por el cual se mide la magnificación lineal de la imagen es mediante la división de la longitud del raster del punto del tubo de rayos catódicos entre la longitud del raster en la muestra el cual es más pequeño.

La señal en el microscopio electrónico de barrido se da mediante distintas interacciones entre los electrones incidentes y la muestra, dando distintos tipos de información acerca del material analizado. Dichas interacciones pueden ser de tipo elástico en donde no existe un cambio energético detectable o inelástico en donde existe pérdida de energía del electrón dispersado con respecto al incidente. La mayor parte de las interacciones son del tipo elástico y son las de mayor contribución al patrón de difracción, mientras que las de tipo inelástico son las responsables del paro de movimiento del electrón en el sólido transformando la energía perdida en calor en la muestra o liberada en forma de rayos-X o electrones secundarios que pueden dar información valiosa para el análisis.

Los efectos principales dados cuando un haz de electrones de alta energía golpea la muestra son:

- a) **Electrones secundarios.** Aplicable a electrones que escapan de la muestra con energía por debajo de 50 eV, pudiendo ser electrones que llegan a la superficie con pocos eV remanentes. Este tipo de electrones es muy común y son los más empleados para la formación de imagen obteniendo un buen contraste topográfico de la muestra.
- b) **Electrones retrodispersados.** Es un tipo de electrones que conserva una gran fracción de su energía incidente y es menos numeroso que los secundarios pero de mayor energía y dan información para la formación de imagen, difracción y análisis en MEB. Este detector se distingue por dar un contraste químico sensible al número atómico de elementos presentes en la muestra.
- c) **Relajación de átomos excitados.** Cuando un electrón localizado colisiona y arranca un átomo, éste se encuentra en un estado excitado y el espacio dejado por el electrón arrancado será llenado y el átomo se relajará liberando el exceso de energía en forma de fotones los cuales tienen una baja energía por pertenecer a los orbitales más externos del átomo. Si la vacante pertenece a un estado más cercano al núcleo la energía liberada será mayor y tendrá forma de rayos X característicos emitidos cuando un electrón externo brinca al orbital interno teniendo una probabilidad que varía fuertemente en función del número atómico, o electrones característicos también conocidos como electrones Auger si el átomo expulsa un electrón externo para compensar la energía.

Las diferencias energéticas de cada tipo de electrones se observan en la figura 2.13.

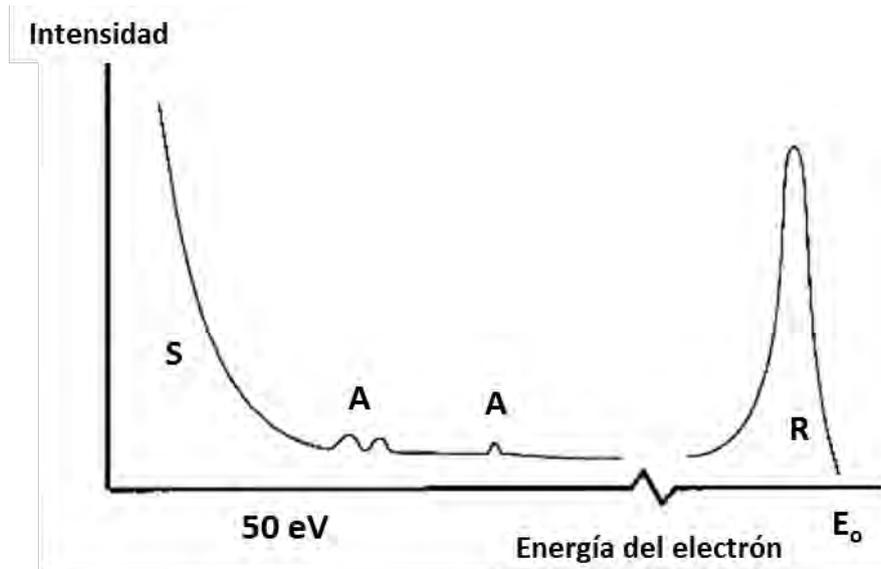


Figura 2.13. Espectro electrónico idealizado que muestra la abundancia relativa de electrones secundarios (S), electrones Auger (A) y electrones retrodispersados (R). Notar que la escala de energía no es continua, E_0 es típicamente $\gg 50$ eV. Adaptada de ref. 62 pág.

La configuración del microscopio electrónico de barrido requiere bobinas de escaneo y detector de electrones pudiendo añadir también un detector de rayos X, mientras que el MET necesita lentes objetivos y proyectores así como una pantalla.

Una vez realizada la preparación indicada en la sección 2.4. se procede a colocar un voltaje de aceleración de 100 o 110 KV para el caso de lamellas y de 120 KV para el caso de muestras con formación de playas realizadas electroquímicamente debido a que el primer tipo de muestra es de menor espesor y mayor homogeneidad en medidas lo que la vuelve más sensible con un mayor riesgo de degradación por uso de contraste durante la ejecución del estudio. Se procede a tomar micrografías de 5000X que permiten la observación de colonias de granos incluyendo su morfología en campo claro y campo oscuro para su comparación y elección del mejor contraste.

2.6. EVALUACIÓN DE MACROTEXTURA

Empleando el difractómetro de Rayos-X marca Rigaku con geometría tipo haz paralelo con lámpara de Cobre ($\lambda=1.5405$ Å), 40KV, 40mA y sin monocromador (figura 2.14), se obtuvieron los estudios de figuras de polos para cada paso de ECAP con las siguientes condiciones:

1. Rango de medición de ángulo alfa de 0° a 90° con paso = 0.4° .
2. Rango de medición de ángulo beta de 0° a 360° con paso de 1.5° y velocidad de $120^\circ/\text{min}$.
3. Polos medidos por muestra correspondientes a picos (111), (200) y (220), con valores promedio de $2\theta= 38.48^\circ$, 44.73° y 65.11° respectivamente los cuales varían ligeramente debido al cambio de parámetro reticular generado por la deformación plástica inducida por el proceso ECAP.



Figura 2.14. Difractómetro de Rayos-X marca Rigaku empleado para obtención de datos de macrotextura, esfuerzos residuales y microdeformaciones en muestras procesadas por ECAP.

La emisión de rayos-X se da cuando un haz de electrones colisiona con un blanco metálico, en este caso de cobre, provocando la expulsión de electrones y generando vacantes en orbitales que serán llenadas cuando electrones de orbitales externos tomen su lugar emitiendo radiación en forma de fotones para minimizar la energía del átomo impactado.

El difractómetro de rayos-X empleado tiene una óptica primaria que consta de una lámpara de cobre que emite radiación después de ser golpeada por un haz de electrones proveniente de un filamento de tungsteno de emisión termoiónica, los tipos de radiación que puede emitir son elásticas, inelásticas, fluorescencia, efecto fotoeléctrico o electrones Auger, siendo los más importantes para este estudio los del primer tipo que interactúan sin pérdida de energía y sin ocasionar cambios de fase en el material blanco. La óptica primaria también considera la rejilla soler que elimina la divergencia del haz y la rejilla de divergencia que además de imitar la divergencia baja la línea de fondo a costa de sacrificar intensidad.

La óptica secundaria, es decir, la configuración de equipo después de que el haz impacta la muestra se conforma por la rejilla de dispersión que reduce la divergencia de los rayos-X emitidos, rejilla del detector que a menor abertura mejora la resolución pero sacrifica intensidad relativa, el filtro K_{β} de base níquel que minimiza la contribución de K_{β} en el espectro y el atenuador que permite eliminar los rayos-X con alta dispersión antes de su llegada al detector.

2.7. ESTIMACIÓN DE ESFUERZOS RESIDUALES

La difracción de rayos X fue empleada para identificación de microdeformaciones con base en la morfología del pico de difracción, específicamente el ancho, y para la aplicación del modelo de Williamson-Hall para estimación de microdeformaciones (ver sección 1.3).

Se realizó la identificación de microdeformaciones sobre el pico correspondiente al plano (422) de la aleación de aluminio ubicado en un valor de $2\theta = 137.75^\circ$, bajo condiciones de 40 mA y 40KV, paso de 0.02° y velocidad de $0.07^\circ/\text{min}$, y para estimar la magnitud se tomaron como referencia los datos arrojados por una corrida bajo las mismas condiciones en el rango de 20° a 100° .

Los perfiles de esfuerzos residuales encontrados se basaron en un total de 11 puntos medidos en 3 caras de la muestra sin corte ni pulido, es decir, cara interna referida a la cara que en el último paso estuvo en contacto con el ángulo interno (ϕ), cara externa que estuvo en contacto con el ángulo externo (ψ) durante el último paso de procesamiento y cara lateral, empleada para la medición tal como fue obtenida del proceso de extrusión. La figura 2.15 esquematiza las 3 caras empleadas para medición de esfuerzos residuales.

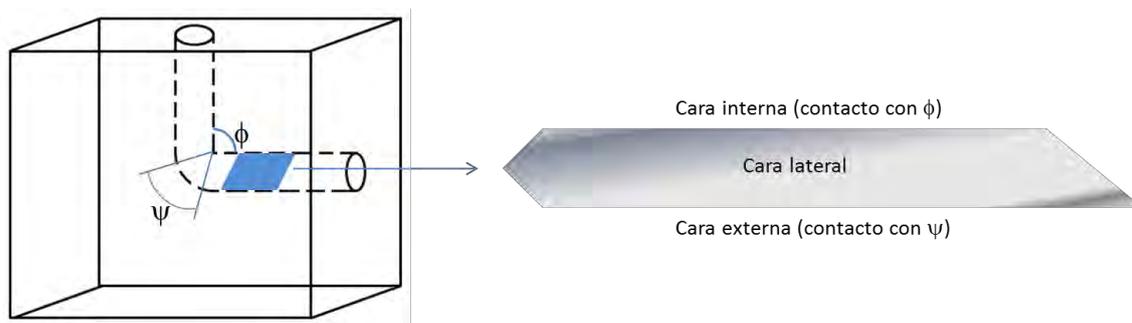


Figura 2.15. Esquema de caras empleadas para medición de microdeformaciones.

A partir del valor central de θ de 68.875° , proveniente de $2\theta = 137.75^\circ$, se restaron 12° para obtener la medición de 5 valores de 56.875° , 44.875° , 32.875° , 20.875° y 8.875° , considerando también la medición de 5 valores mayores al centro que con la finalidad de evitar puntos encimados debidos a simetría se propuso sumar 6° al primer valor y 12° a los cuatro restantes de la siguiente manera; 74.875° , 86.875° , 98.875° , 110.875° y 122.875° , obteniendo así perfiles formados por la medición de 11 puntos por cara.

2.8. EVALUACIÓN DE HOMOGENEIDAD DE LA DEFORMACIÓN

Se realizaron medidas de perfil de microdureza Vickers con punta de diamante a cortes longitudinales de probetas sometidas a ECAP con el equipo mostrado en la figura 2.16. Las condiciones empleadas fueron las siguientes:

1. Distancia entre indentaciones de 0.18 mm
2. Fuerza empleada de 0.987 N
3. Tiempo de penetración 10 s



Figura 2.16. Microdurómetro Vickers marca Shimadzu empleado para la medición de perfil de dureza.

CAPÍTULO III

3. RESULTADOS OBTENIDOS Y DISCUSIÓN

Esta sección presenta los resultados obtenidos y análisis de las distintas técnicas de caracterización estructural; para evaluación de morfología y distribución de tamaño de grano, efecto de ECAP sobre la textura inicial, estimación de esfuerzos residuales localizados y globales, así como de microdureza aplicada a las probetas correspondientes a la condición inicial y las procesadas hasta 6 pasos de ECAP. La figura 3.1 y tabla 3.1 muestran un resumen de las técnicas aplicadas y su plano de medición.

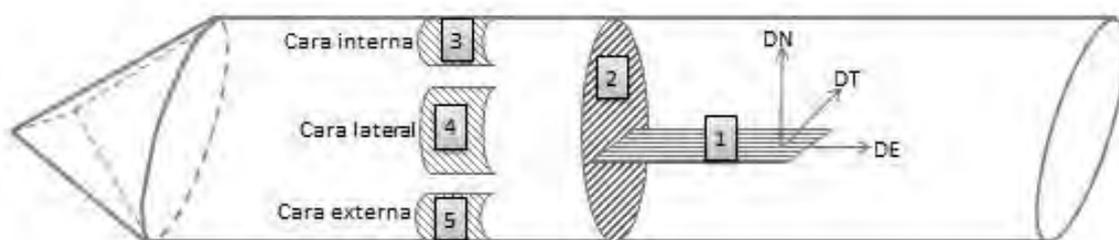


Figura 3.1. Planos de medición de estudios.

Tabla 3.1. Planos de medición de cada estudio de caracterización realizado.

Técnica	Información obtenida del estudio	Plano de medición
FIB	Tamaño y morfología de grano	2
MEB	Tamaño, morfología, análisis cualitativo y semi-cuantitativo de partículas de segunda fase.	1 y 2
TEM	Patrón de difracción y condición de partículas de segunda fase.	2
MICRODUREZA	Perfil de resistencia a la penetración.	1
DRX-esfuerzos residuales	Estimación de esfuerzos residuales y microdeformaciones generados en las paredes de probetas procesadas por ECAP.	3,4 y 5
DRX-macrotextura	Estimación de orientación preferencial para verificar si ECAP es capaz de generar una textura propia que sea estable conforme se incrementa la deformación plástica severa.	1

El plano 1 de medición correspondiente al plano paralelo a la dirección de extrusión y en el centro de cada probeta debido a que es la zona más representativa por no ser sometida a fricción con las caras interna o externa del dado de extrusión, fue pensado para estudios volumétricos de aproximadamente 10 μm de profundidad cuando la bisectriz de medición es paralela a la dirección normal del procesamiento y cambiando de acuerdo con el ángulo de rotación durante los análisis realizados por difracción de rayos-X, fue usado también para la

medición de microdureza por permitir la obtención de un perfil que cubre todo el ancho de la probeta incluyendo el contacto con las paredes laterales de la matriz empleada en ECAP, así mismo sirvió en la observación de partículas de segunda fase en donde fue complementado con el plano 2 paralelo a la dirección normal.

El plano 2 de medición fue base para el estudio microestructural debido a que al tener un cambio de dirección de 90° la deformación principal no ocurre como alargamiento de granos tal como se pensaría en una técnica de extrusión convencional, la deformación de corte a la que se somete el material se da mayoritariamente a 45° como se indicó en la figura 1.13.

Por último, los planos 3, 4 y 5 son representativos del estado superficial de las probetas, por lo que fueron empleados para obtener información comparativa entre las caras en contacto con el ángulo interno (ϕ), ángulo externo (ψ) y pared lateral del dado para medición de esfuerzos residuales.

3.1. MICROESTRUCTURA FORMADA POR ECAP

El tamaño de grano es una variable importante de medir ya que indica el número de fronteras de grano presentes en el material, que son zonas caóticas con cambio de dirección de planos y mayor energía con respecto al interior del grano, se consideran defectos de tipo superficiales y pueden generar endurecimiento cuando ocurre refinamiento de grano pues la densidad de bordes aumenta obstaculizando el deslizamiento de dislocaciones. La observación de tamaño y morfología de granos y precipitados se efectuó con tres técnicas complementarias:

- a) Microscopia electrónica de barrido y microscopia con haz de iones de galio focalizado; fue posible obtener fotografías de granos en magnitudes del orden de 9,500X a 15,000X con la finalidad de observar varios granos para evaluación de su morfología y homogeneidad en el refinamiento, así como fotografías del orden de 5,000X para observación de partículas de segunda fase.
- b) Microscopia electrónica de transmisión; con la finalidad de observar la presencia de dislocaciones, condición de precipitados y patrón de difracción.

3.1.1. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

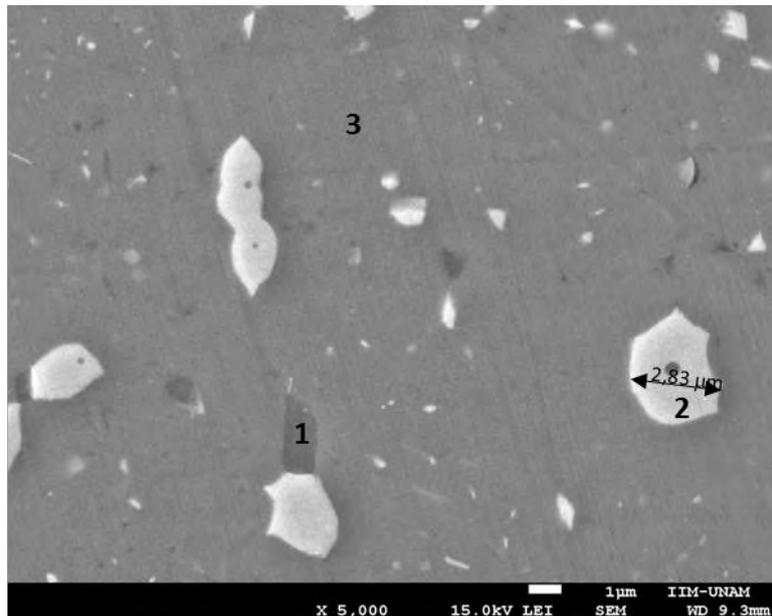
Se obtuvieron micrografías a 5,000X en MEB del plano 2 con terminado de pulido a espejo y libre de ataque químico para observación de precipitados. Las figuras 3.2 y 3.3 muestran las partículas de segunda fase encontradas en la superficie en donde la escala de observación no permitió detectar un cambio considerable en tamaño de precipitados por lo que hasta este punto no es posible determinar si fueron fragmentados durante el proceso de extrusión en canal angular.

Se realizaron microanálisis por medio de espectroscopía por dispersión de rayos-X característicos (EDS) a muestras en condición inicial y con seis pasos de ECAP con la finalidad de obtener información cualitativa y semi-cuantitativa de la composición química de

elementos presentes en las partículas observadas logrando identificar en ambas probetas a la fase θ que como ya se indicó en la sección 1.2.3. son de tipo no coherente, así como la presencia de partículas de composición cuaternaria que incluyen magnesio y silicio además del Al y Cu que son los principales constituyentes de la aleación.

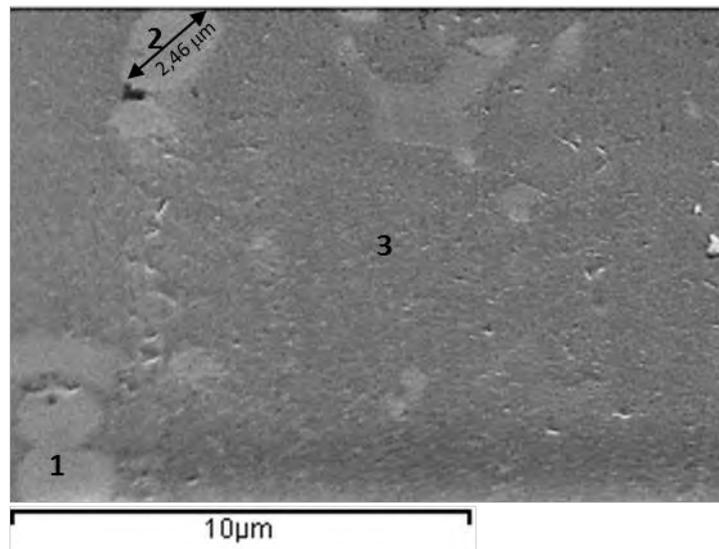
La presencia de la fase θ en ambas probetas indica que durante el proceso ECAP no hubo fenómeno de disolución de precipitados en la matriz como ha sido reportado en algunos trabajos [53-55], debido a que no se observa cambio en morfología de las partículas tampoco hubo una transformación de fase como efecto de la energía aportada al sistema durante la extrusión como ha sido reportado en algunos sistemas [48 y 56], y las fotografías con tamaño de partícula de 2.8 μm para la condición inicial y de 2.5 μm para la probeta con 6 pasos de ECAP muestran que no hay cambio dimensional aparente en los precipitados entre la condición de partida y la máxima deformación plástica aplicada.

Las figuras 3.2 y 3.3 también dan información sobre la composición semi-cuantitativa de la matriz de la aleación, en donde se observa que el contenido de cobre en solución sólida es menor al de la especificación inicial de la aleación de 2017 que parte de 4% peso de cobre, mientras que en la probeta de cero pasos presenta un contenido de 1.32% atómico (3.1% peso) y en la de seis pasos una composición de 1.5% atómico (3.6% peso), esta pérdida en contenido de cobre es congruente con la existencia de los precipitados de fase θ y otros precipitados de distinta composición que no fueron identificados.



Punto	Composición (% atómico)	Fase/Precipitado
1	Al 72,99%, Cu 1,18%, Mg 12,28%, Si 13,55%	Compuesto cuaternario
2	Al 68,52%, Cu 31,48%	θ
3	Al 98,68%, Cu 1,32%	Matriz

Figura 3.2. Precipitados en probeta inicial, es decir, sin procesamiento ECAP en condición de homogeneizado.



Punto	Composición (% atómico)	Fase/Precipitado
1	Al 67,78%, Cu 30,68%, Mg 0,8%, Si 0,74%	Compuesto cuaternario
2	Al 65,67%, Cu 34,32%	θ
3	Al 98,5%, Cu 1,5%	Matriz

Figura 3.3. Precipitados en muestra con 6 pasos de procesamiento ECAP. Obtenida por SEM a 5,000X, 15 KV.

La presencia de la fase θ en el material extruído puede ser corroborada mediante la identificación de fases a partir de difractogramas obtenidos en un rango 2θ de 20° a 100° que se muestra dividido en cuatro partes continuas en la figura 3.4 con la finalidad de que la escala permita mejor apreciación en la posición de los picos. En la figura se observa la clara presencia de precipitados de fase θ constituidos por Al_2Cu con estructura tetragonal centrada en caras y parámetros de red $a=6.063 \text{ \AA}$ y $c=4.872 \text{ \AA}$ cuya estructura se muestra en la figura 3.5 donde se identifican las posiciones de Al y Cu en la celda unidad, sirviendo de corroboración irrefutable de la presencia de este tipo de precipitados en el material desde la condición inicial y hasta el último paso dado de ECAP, así como de la presencia de partículas de segunda fase que se aprecian en los picos no indexados pertenecientes probablemente a los compuestos cuaternarios evidenciados en los análisis por espectroscopía de dispersión de rayos-X característicos mostrados con anterioridad.

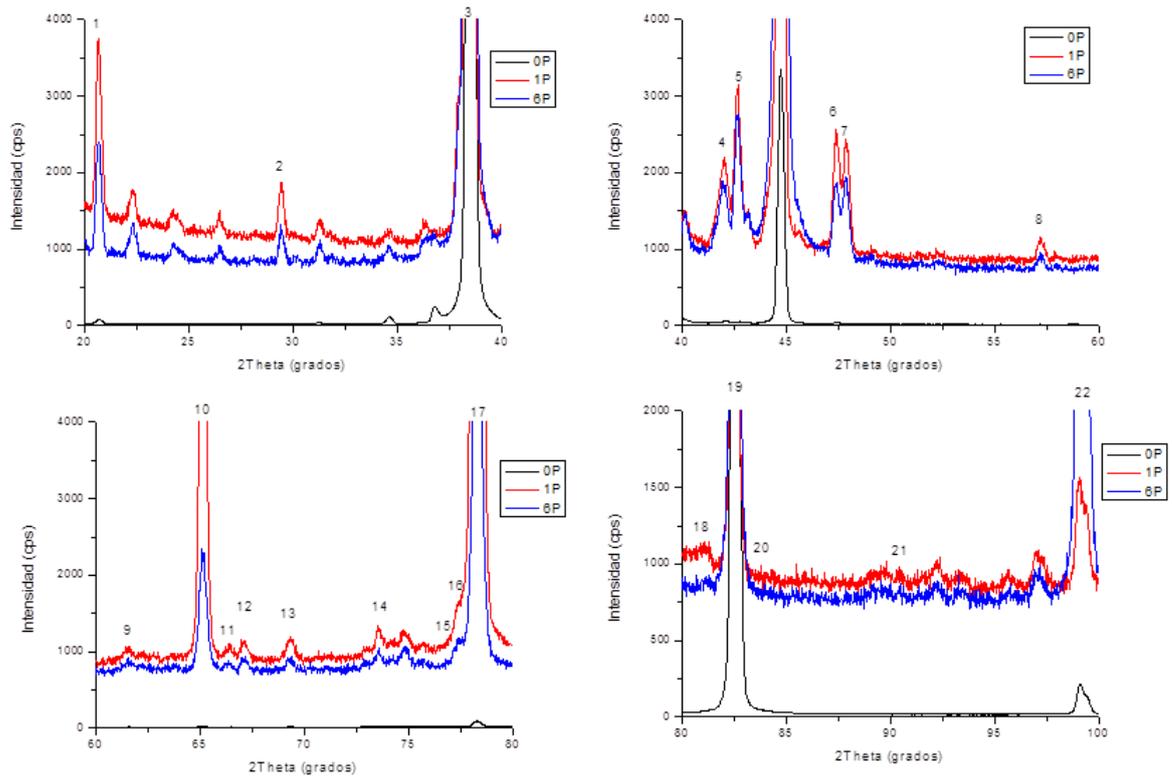


Figura 3.4. Difractogramas de rayos-X para identificación de picos de precipitados de Al_2Cu .

Tabla 3.2. Relación de picos pertenecientes a precipitados de Al_2Cu .

N° pico	2θ	(hkl)	Probeta en que aparece
1	20.6	(1,1,0)	0P, 1P, 6P
2	29.4	(2,0,0)	0P, 1P, 6P
3	38	(0,0,2)	1P, 6P
4	42	(2,2,0)	0P, 1P, 6P
5	43	(1,1,2)	0P, 1P, 6P
6	47.3	(3,1,0)	0P, 1P, 6P
7	47.8	(2,0,2)	0P, 1P, 6P
8	57.2	(2,2,2)	1P, 6P
9	61.5	(4,0,0)	1P, 6P
10	65.1	(3,3,0)	0P, 1P, 6P
11	66.5	(4,1,1)	6P
12	67	(2,1,3)	1P
13	69.3	(4,2,0)	1P
14	74	(4,0,2)	0P, 1P, 6P
15	77.3	(3,3,2)	6P
16	78.2	(3,1,1)	1P, 6P
17	78.8	(0,0,4)	0P
18	81	(5,1,0)	1P

19	82.5	(1,1,4)	0P, 1P
20	83.6	(5,1,0)	0P
21	91.9	(4,4,0)	0P
22	99	(6,0,0)	0P, 1P, 6P

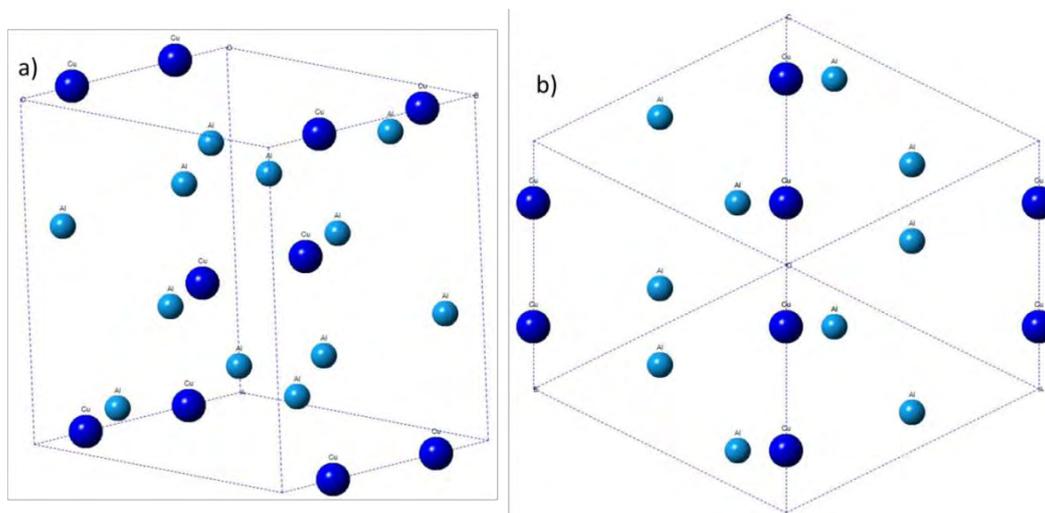


Figura 3.5. Celda unidad de estructura tetragonal de precipitados fase θ (Al_2Cu) con parámetros de red $a=6.063 \text{ \AA}$ y $c=4.872 \text{ \AA}$, a) plano aleatorio, b) vista desde la dirección [111].

3.1.2. MICROSCOPIA CON HAZ DE IONES DE GALIO FOCALIZADO

Se obtuvieron imágenes en un rango de 9,500X a 15,000X mediante ataque por haz de iones de galio focalizado que fue empleado para atacar zonas de aproximadamente $22 \mu\text{m}$ de longitud y $15 \mu\text{m}$ de profundidad contados desde la superficie de la probeta (plano 2 de figura 3.1), lo cual fue posible debido a la previa elaboración de cavidades de aproximadamente $22 \times 22 \mu\text{m}$ que al inclinar 50° permitieron la observación de paredes con un corte paralelo a la dirección de extrusión de la probeta procesada.

La tabla 3.3 muestra las micrografías obtenidas para probetas en condición inicial y con 1, 5 y 6 pasos de ECAP incluyendo para cada caso la deformación equivalente después de N pasos de ECAP, ϵ_N , tomando en cuenta que la deformación plástica de corte inducida por el paso en la matriz de ECAP es de $\gamma=1$, calculado con las ecuaciones 1.5 y 1.6 con fines de comparación con la forma y tamaño de grano.

La microestructura presentada en cada paso de ECAP muestra una distribución de tamaño de grano no equiaxial desde la condición inicial, con mayor heterogeneidad conforme aumentan los pasos de procesamiento ECAP destacando la existencia de granos de distintos tamaños a pesar del evidente refinamiento, esto puede deberse a los breves lapsos de precalentamiento a 200°C por 1.5 min a los que fueron sometidos las muestras antes de su paso por el canal de ECAP, proceso que confirió un estímulo energético a volúmenes con elevadas densidades de dislocaciones y altos niveles de esfuerzos residuales incrementando la susceptibilidad de la

microestructura a la recrystalización y relajación parcial en donde no todos los subgranos logran recrystalizar originando una distribución heterogénea.

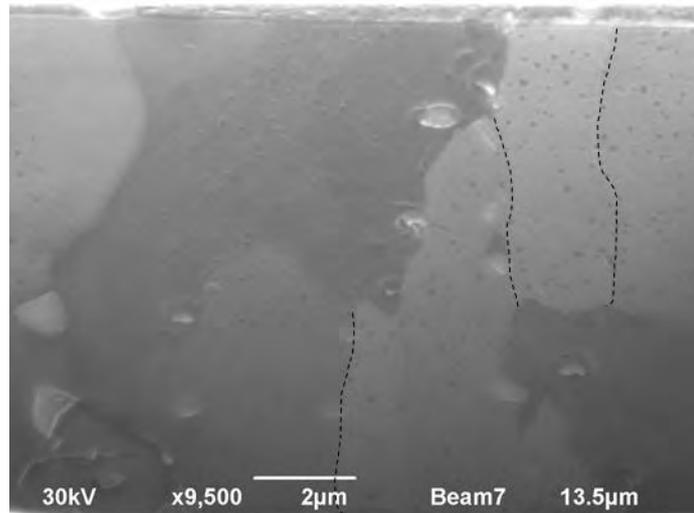
Tabla 3.3. Micrografías obtenidas con microscopía con haz de iones de galio focalizado.

Sin procesamiento ECAP

$$\varepsilon_N = 0$$

Lograron observarse granos no equiaxiales.

La imagen muestra la presencia de precipitados de segunda fase delimitando los bordes de grano, lo cual es una consecuencia de los procesos activados de difusión atómica durante el calentamiento de 400°C por una hora dado en el tratamiento térmico previo. Se observan por contraste algunos bordes de grano previo los cuales fueron marcados con línea punteada para su mejor observación.

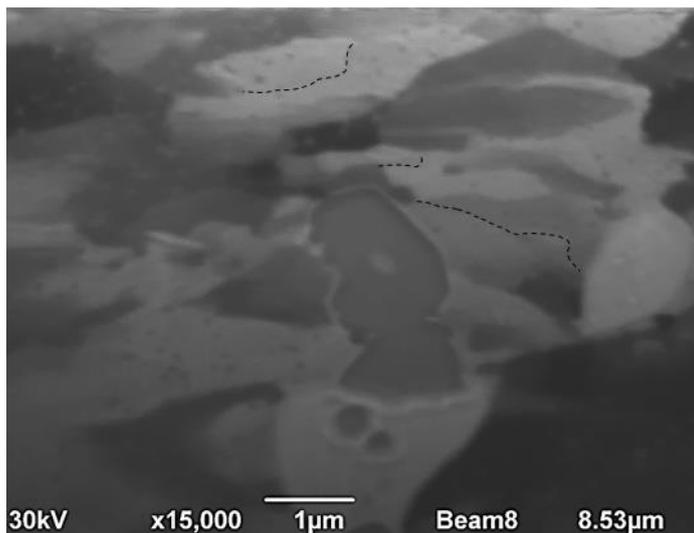


1 Paso de ECAP

$$\varepsilon_N = 1.05$$

Se observa un menor tamaño de grano con respecto a la probeta sin procesamiento ECAP, sin ser posible obtener un promedio debido a que los granos no son equiaxiales.

La imagen permite observar el comienzo de formación de subgranos característicos por encontrarse dentro del dominio de un grano y presentando diferencia por relieve y no contraste, los cuales han sido generados por la elevada densidad e interacción de dislocaciones marcados con línea punteada.

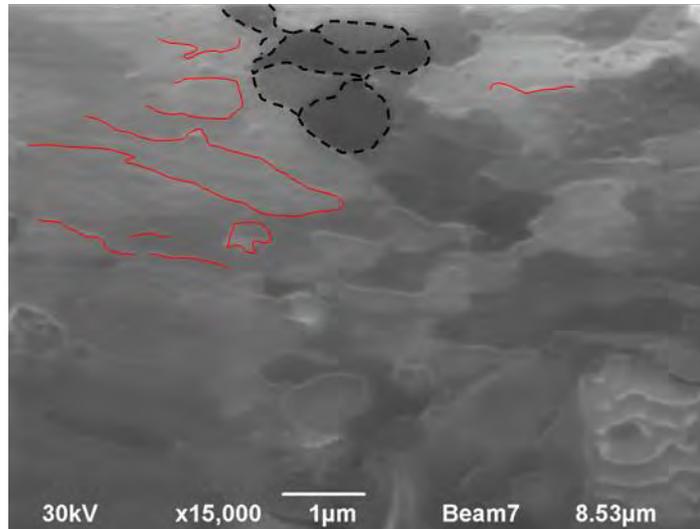


5 Pasos de ECAP

$$\varepsilon_N = 5.27$$

La presencia de estructuras con agrupaciones de dislocaciones es recurrente en el material como se observa en la parte inferior derecha.

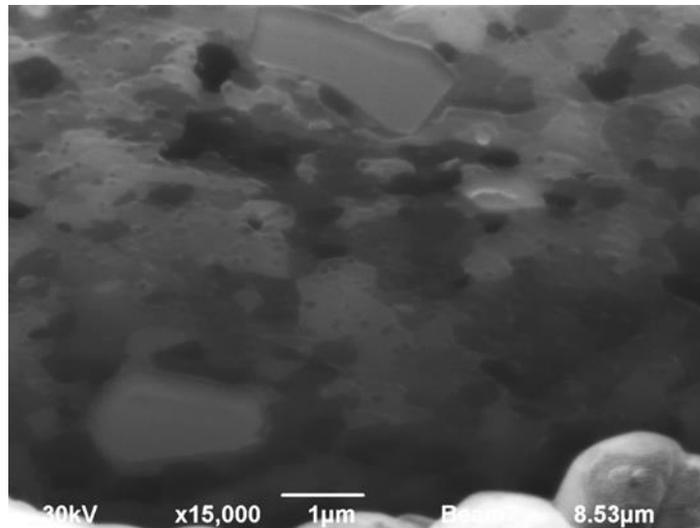
En esta probeta es posible identificar colonias de granos de ángulo bajo que se caracterizan por tener un bajo contraste entre ellos pero delimitándose más por relieve que por contraste (ver línea sólida), en comparación con colonias de granos de ángulo alto de rotación que presentan un contraste más notorio entre ellos (ver línea punteada). Ambos tipos de colonias de granos coexisten en el material procesado por ECAP.



6 Pasos de ECAP

$$\varepsilon_N = 6.33$$

No se aprecia un cambio considerable con respecto a la micrografía anterior de la probeta con 5 pasos de deformación por ECAP.



Puede notarse en las micrografías presentadas que desde la condición inicial en donde ya ha sido corroborada la permanencia de la microestructura del conformado de fabricación hasta las correspondientes a los últimos pasos de deformación por ECAP, se observan granos de mayor tamaño con subestructuras de deformación, es decir, con la evidencia de conjuntos de dislocaciones que son previas a la formación de subgranos y que no se observan en cada uno de los granos presentes en las micrografías debido a las distintas orientaciones de los mismos, es importante recalcar que la formación de dislocaciones que permiten la deformación se dan sobre planos de deslizamiento que dependen de la estructura del material procesado, es decir,

sobre los planos más compactos de la red, por lo que su observación depende de la orientación de los granos en dicha microestructura, recordar que los planos en condición de difracción son normales a la bisectriz formada entre el ángulo de medición. La presencia de tales conjuntos de dislocaciones que dan lugar a la posterior formación de subgranos en todas las probetas procesadas permite explicar el continuo refinamiento de tamaño de grano en el material conforme es sometido a mayor deformación plástica. La figura 3.6 muestra tales conjuntos de dislocaciones en la microestructura de probetas con varios pasos de ECAP.

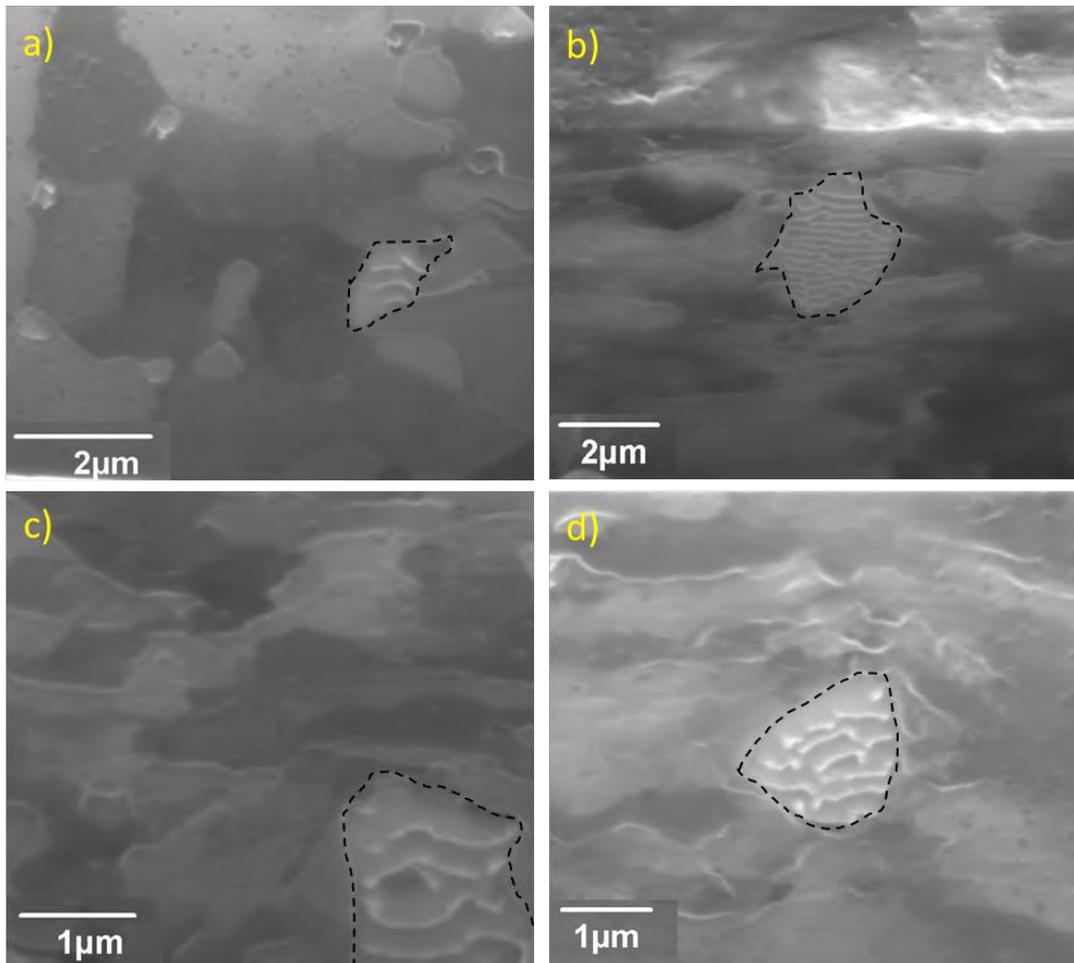


Figura 3.6. Micrografías de varios pasos de ECAP obtenidas por ataque con haz de iones de galio focalizado a 30kV que muestran la presencia de granos con conjuntos de dislocaciones, a) condición inicial sin deformación plástica severa a 9,000X, b) probeta con un paso de ECAP y deformación equivalente $\epsilon \cong 1$ a 6,500X, c) probeta con cinco pasos de ECAP y $\epsilon \cong 5$ a 15,000X, d) probeta con seis pasos de ECAP y $\epsilon \cong 6$ a 12,000X.

La evidencia en microescala permitió notar que existe reorganización de dislocaciones desde la condición inicial hasta la probeta con 6 pasos de ECAP en donde se observó la reorganización de células de dislocaciones que cambian el estado de esfuerzos en cada probeta siendo posible observar tal efecto mediante la medición de microdeformaciones por difracción de Rayos-X como se verá en la sección 2.7.

3.1.3. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN

Con el empleo de microscopia electrónica de transmisión se obtuvieron imágenes que dan evidencia de la condición de precipitados y corroboración de refinamiento de grano con los pasos consecutivos de ECAP.

Las figuras 3.7 y 3.8 muestran la microestructura de condición inicial previo a proceso ECAP y la microestructura del primer paso de extrusión en donde se aprecia la disminución de tamaño de grano después de una deformación equivalente cercana a 1.

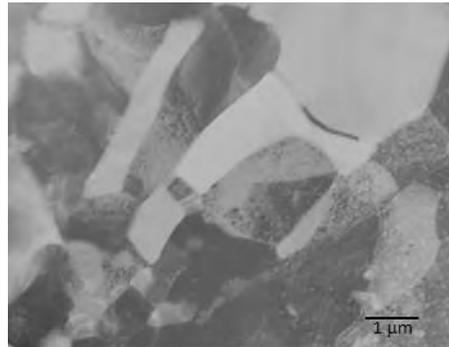


Figura 3.7. Microestructura de probeta de condición inicial en estado de recocido a 5000X y 120 KV.

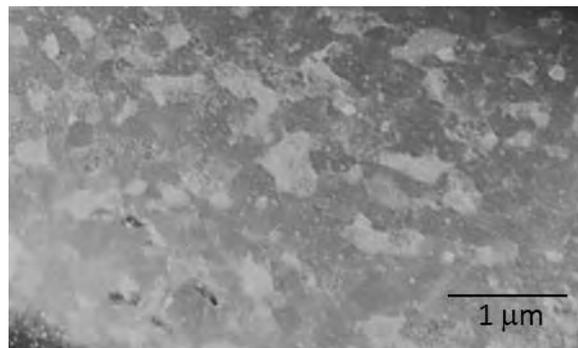


Figura 3.8. Microestructura de probeta con un paso de procesamiento ECAP $\epsilon_N = 1.05$, a 5000X y 120 KV.

Se muestran 3 patrones de difracción comenzando por la probeta de condición inicial de aleación de aluminio clasificación 2017 en estado de recocido (figura 3.9), posteriormente la probeta con 1 paso de ECAP y una deformación equivalente de 1.05 (figura 3.10) así como la probeta con 6 pasos de extrusión por ECAP con una deformación equivalente de 6.33 (figura 3.11).

En la condición inicial, el tamaño de grano permite hacer difractar individualmente por SAD cada grano, mientras que en los pasos posteriores no es posible hacerlo, y la difracción colectiva de múltiples cristalitos da lugar a anillos discontinuos, señalando con ello su grado de desorientación relativa.

El cambio de patrón de puntos de la probeta en condición inicial a patrón de anillos es un indicativo del refinamiento de grano que a su vez corrobora los resultados obtenidos por

microscopía electrónica de barrido y las micrografías obtenidas con el equipo micromaquinado con haz de iones focalizado.

La figura 3.9 a) muestra la condición microestructural inicial con un tamaño de grano no uniforme que coincide con las fotografías mostradas en secciones anteriores. Las figuras 3.10 y 3.11 a) al ser comparadas corroboran también la ocurrencia del refinamiento de grano entre 1 y 6 pasos de extrusión.

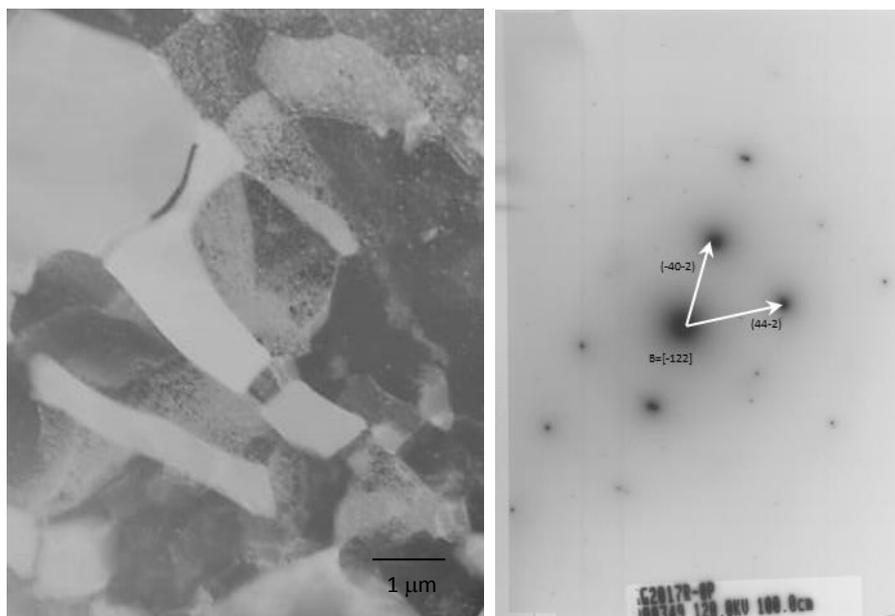


Figura 3.9. a) Imagen por MET en campo claro de muestra en condición inicial, b) patrón de difracción de electrones (SAD).

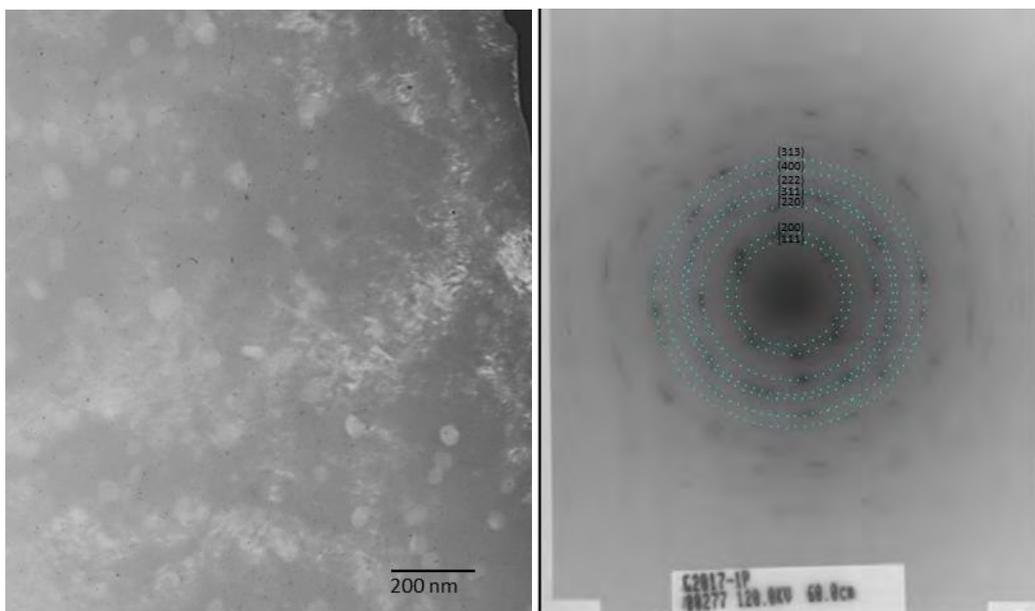


Figura 3.10. a) Imagen por MET en campo claro de muestra con 1 paso de ECAP, b) Patrón de difracción por área selecta (SAD) de la misma probeta.

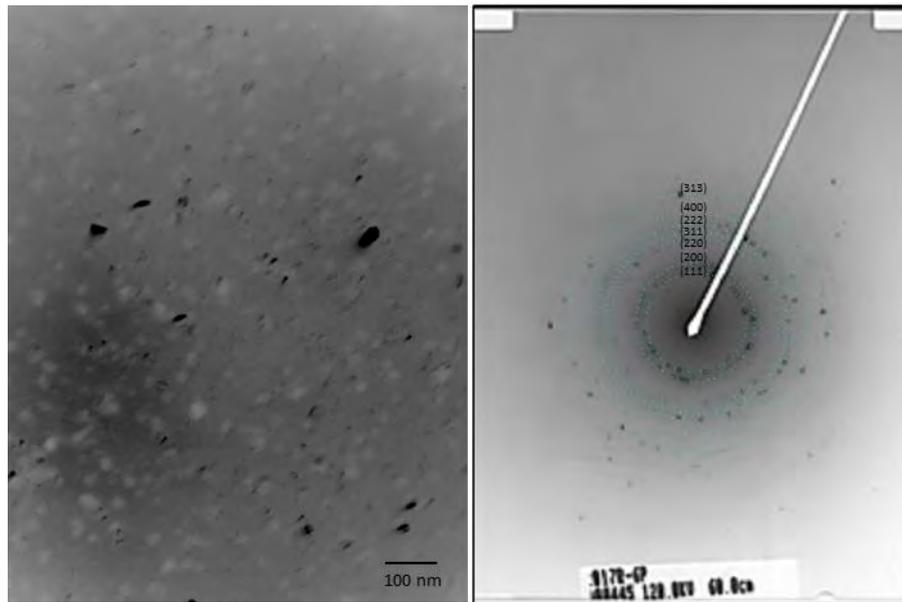


Figura 3.11. a) Imagen por MET en campo claro de muestra con 6 pasos de ECAP, b) Patrón de difracción por área selecta (SAD) de la misma probeta.

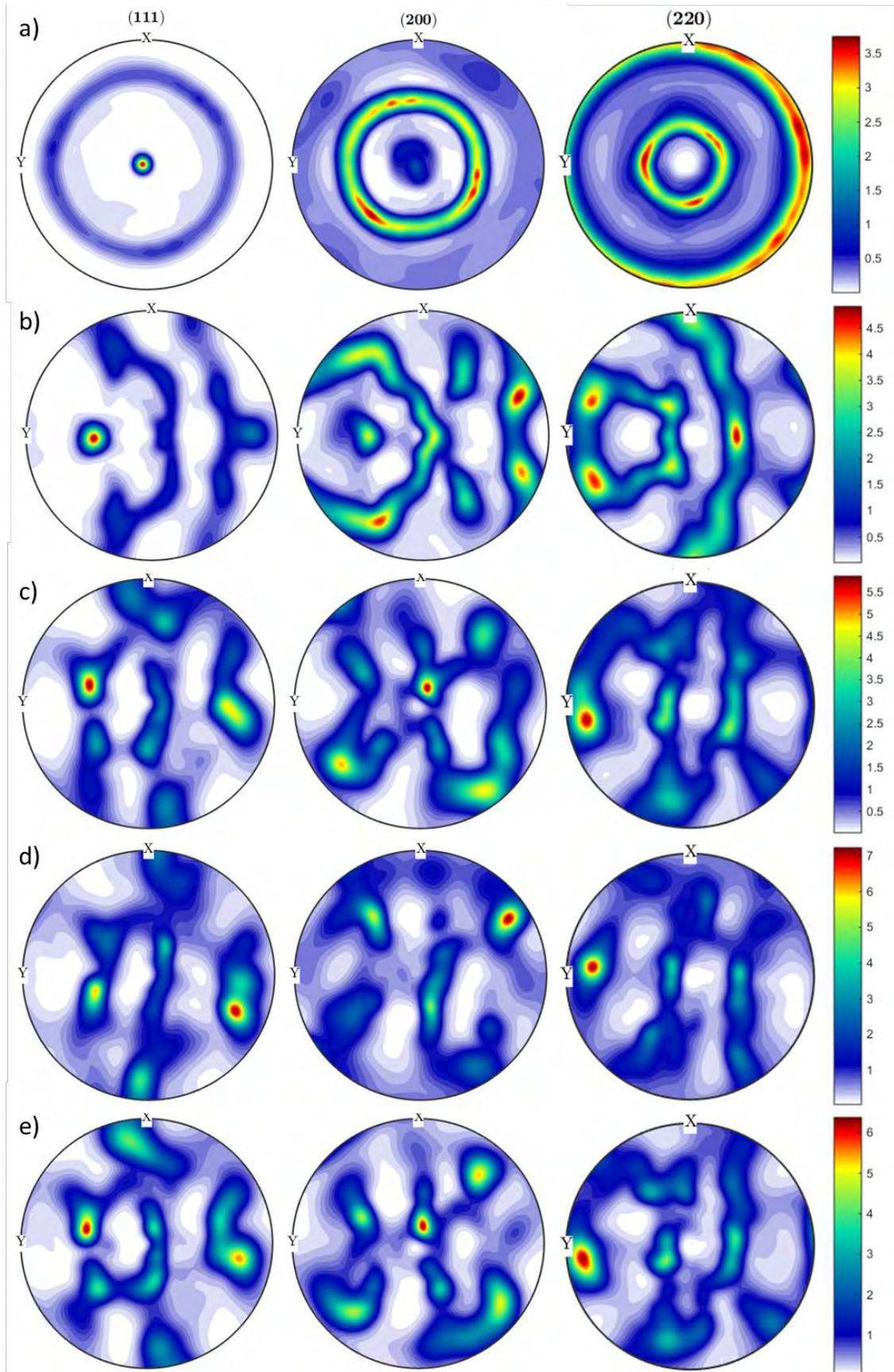
Haciendo una comparación entre las micrografías obtenidas por MEB y MET para las probetas de condición inicial, un paso y seis pasos de ECAP se observa que en ésta última técnica hay partículas finas dispersas en la matriz que no lograron visualizarse por MEB especialmente en las figuras 3.10 y 3.11, lo cual indica que la fase θ se encuentra en una amplia distribución de tamaños en la aleación procesada, lo cual puede deberse al conjunto de deformación severa aplicada y ciclos de calentamiento y enfriamiento entre cada paso de extrusión.

3.2. *MACROTEXTURA*

Como se ha mencionado anteriormente, se obtuvieron figuras de polos de las familias de planos $\{111\}$, $\{200\}$ y $\{220\}$ mediante la técnica de difracción de rayos X. Para el análisis de resultados fue necesario emplear la red de Wulff para determinar las componentes de textura, así como la función de distribución de orientaciones, conocida como ODF por sus siglas en inglés, para lo cual se emplearon dos programas; 3D Explore 2010 Rigaku Corporation para realizar correcciones de línea de fondo y desenfoco, posteriormente se empleó MTEX que es una caja de herramientas de Matlab R2014b versión 8.4.0.150421 para el cálculo de la función de distribución de orientaciones y obtención de gráficos.

La figura 3.12 muestra las figuras de polos calculadas para los planos (111), (200) y (220) en muestras procesadas por ECAP de 0, 1, 2, 3, 4, 5 y 6 pasos, las cuales confirman el refinamiento de grano en las muestras procesadas con la variación de intensidad que al ser indicativo de una mayor fracción volumen de cristalitos orientados en una posición particular implica la

presencia de textura y a su vez una mayor cantidad de granos, observando que las intensidades relativas aumentan conforme aumenta la deformación acumulada.



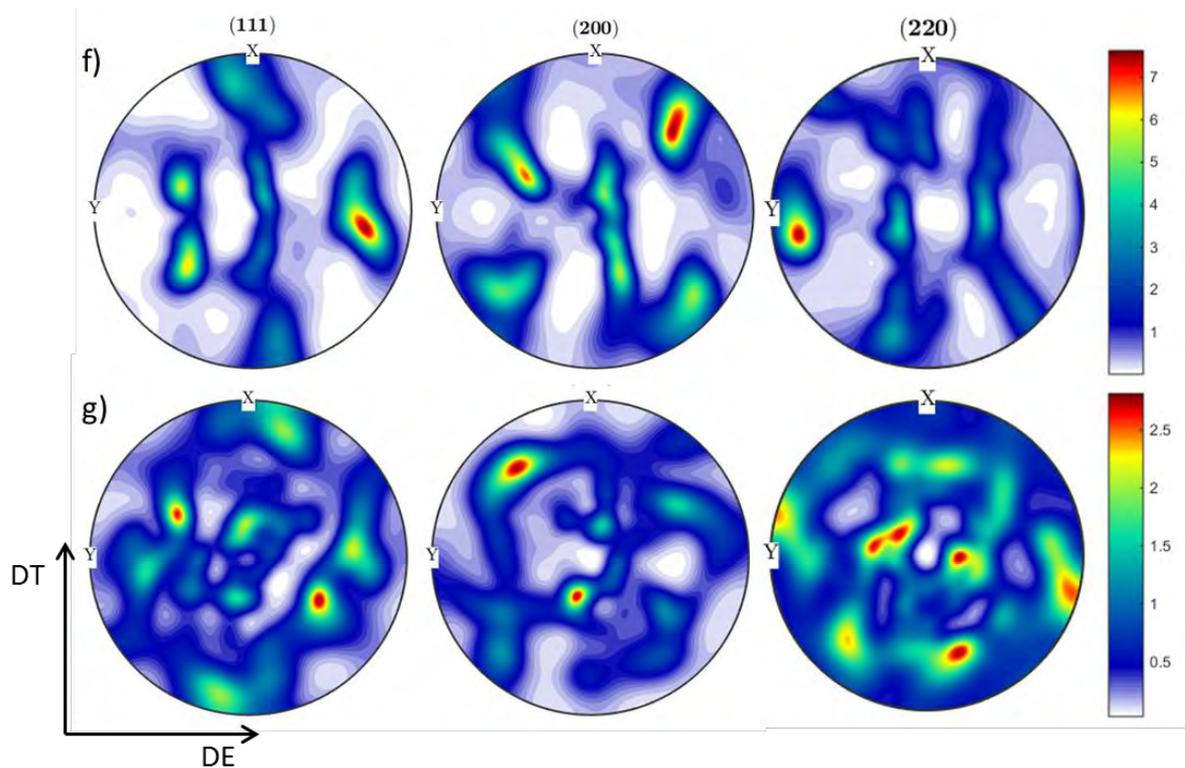


Figura 3.12. Figuras de polo de probetas de a) condición inicial, b) con 1 paso, c) 2 pasos, d) 3 pasos, e) 4 pasos, f) 5 pasos y g) 6 pasos de extrusión por ECAP.

A partir de las figuras de polos es posible la interpretación de los primeros dos casos en donde las posiciones de mayor intensidad aún coinciden con lo esperado para casos ideales libres de textura. La figura 3.12.a muestra la presencia de una textura tipo fibra que es paralela a la dirección [111] lo cual se sabe debido a que se aprecia como un punto central en la figura de polos indicando que el cuerpo de la fibra se ubica en una dirección normal al plano de la representación, mientras que es mejor observada en las representaciones de planos (200) y (220).

Por otra parte, la figura 3.12.b. correspondiente al primer paso de extrusión por ECAP indica que la fibra sufre un corrimiento con respecto a la posición anterior.

Otra herramienta para el análisis de macrotextura son las figuras de polos inversas, estas pueden observarse en la figura 3.13 a) a g) para la condición inicial hasta 6 pasos de ECAP respectivamente, en donde se observa la dirección de los ejes de la muestra con respecto a los ejes de los cristalitas en condición de difracción, puede verse que los planos (111) se alinean con el eje normal.

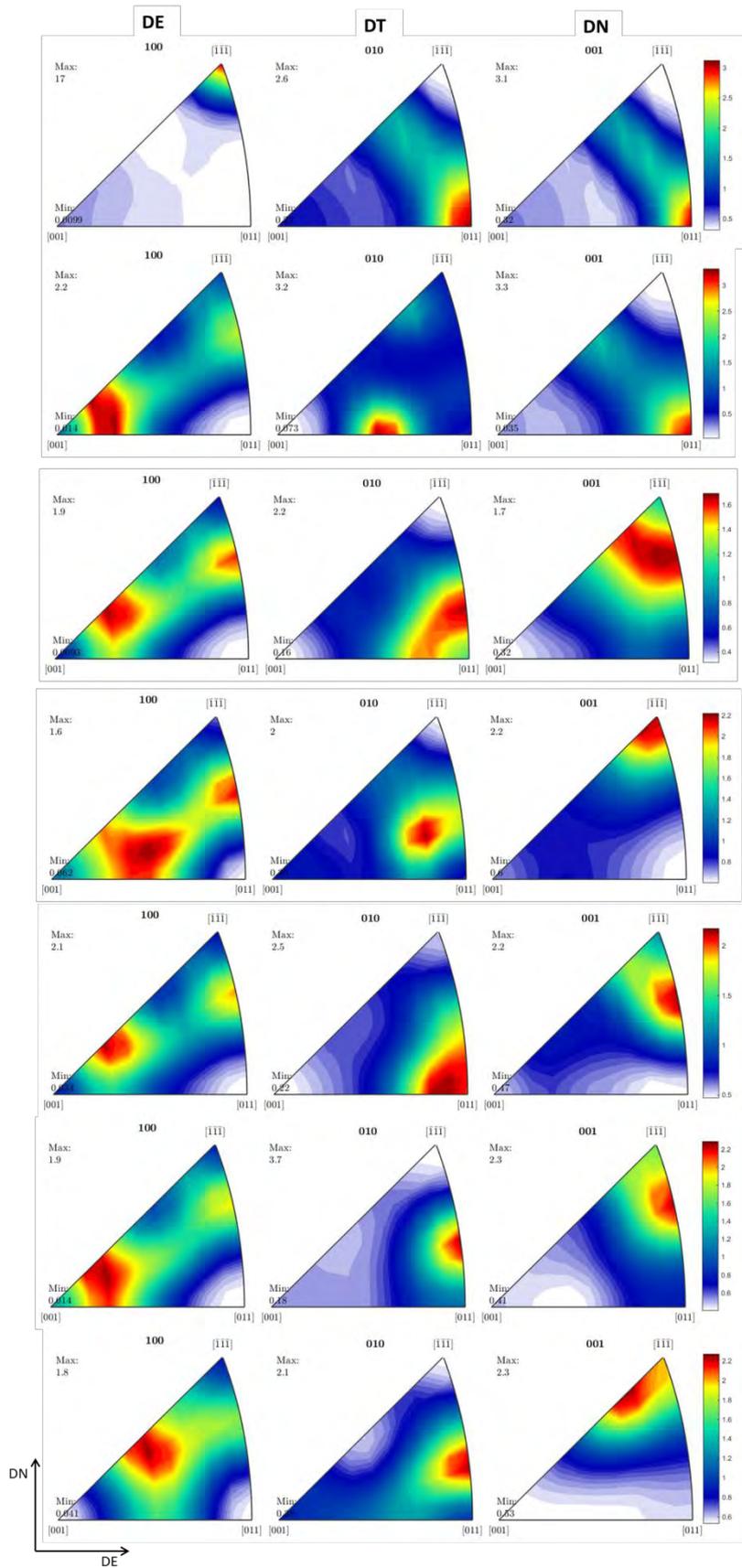


Figura 3.13. Figuras de polo inversas para a) condición inicial, b) a g) muestras con 1 a 6 pasos de procesamiento ECAP respectivamente.

Como se mencionó en la sección 1.6.4 de macrotextura, la figura de polo es función de orientación de tres dimensiones representada en sólo dos dimensiones que son los ángulos α (azimutal) y β (radial), lo cual provoca pérdida de información. Es por ello que se hace necesario el empleo de la función de distribución de orientaciones, FDO, calculada a partir de los datos de figuras de polo obtenidas para los planos (111), (200) y (220) y mostradas en la figura 3.15 en donde se observa la evolución de una textura propia a partir del primer paso de ECAP dando pie a la formación de diversos componentes que pueden identificarse mediante comparación con los componentes de textura ideales reportados para proceso ECAP.

Para la determinación de componentes de textura de corte logrados por la extrusión es necesario emplear la tabla de componentes ideales esperadas para proceso ECAP reportada por Saiyi [60] (tabla 3.4), las cuales toman en cuenta el plano de corte teórico que es el plano de intersección de los canales de entrada y salida de ECAP, identificando a la dirección de corte por su alineación con la bisectriz formada por dicha intersección.

En la figura 3.15 se observan los componentes de textura identificados en cada paso de extrusión en las representaciones de corte a 0° , 45° y 65° , en donde se observa que la probeta de cero pasos conserva la textura de rolado de tipo fibra beta que corresponde a procesos de deformación en materiales con alta o media energía de falla de apilamiento, tal como el aluminio que posee una EFA teórica de 250 mJ/m^2 como se indicó en la sección 1.1.3. del presente trabajo, la cual fue persistente aun después del tratamiento térmico de recocido, dicha fibra beta es frecuentemente dominada por las orientaciones de tipo goss (110)[001] y brass (latón) (110)[1-12]. Las fibras obtenidas pueden ser mejor apreciadas en la figura 3.16 que corresponde a la representación 3D de las fibras beta, presentando también la componente de textura tipo cubo que corresponde a su vez a una textura de tipo fibra θ con orientación (100)[001].

En la probeta con 1 paso de procesamiento ECAP y una deformación equivalente aproximada de 1, se identificó la textura remanente de la deformación de la fibra inicial observada en la figura 3.17 obtenida a partir de la representación 3D, y el inicio de la formación de textura con la presencia de cinco componentes de textura ideales para proceso ECAP que son $A_{2\theta}^*$, $A_{1\theta}^*$, C_θ , A_θ , y \bar{A}_θ , siendo esta la descripción de la textura mayoritaria en la probeta debido a que se obtuvieron zonas con alta intensidad de planos orientados que no corresponden con las componentes de textura ideales que han sido reportadas para el proceso de extrusión vía canal angular a sección constante descritas en la tabla 3.4, las cuales se observan en la representación de corte a 65° en donde existen 3 manchas con intensidades máximas de 15 a 20 más otras 3 manchas con intensidad no mayor de 5 que no son compatibles vía comparación con los componentes de textura esperados. La transición entre la condición inicial y la probeta de 1 paso es en donde se observa la mayor variación en macrotextura debido a que la extrusión partió de una condición de relajado de esfuerzos en donde se supone una baja densidad de dislocaciones y es sometida a una deformación plástica severa mientras que en los pasos subsecuentes de extrusión la probeta ya contiene mayor energía almacenada a manera de esfuerzos residuales y un mayor grado de deformación acumulada.

A partir de las FDO calculadas para la probeta con 2 pasos de procesamiento se observa la desaparición completa de fibras y la presencia de los mismos cinco componentes de textura

encontrados en la probeta con un paso de ECAP; $A_{2\theta}^*$, $A_{1\theta}^*$, C_θ , A_θ , y \bar{A}_θ . Esta muestra presenta cinco manchas de intensidad máxima en el rango de 15 a 10 en la representación de corte con $\varphi_2=65^\circ$ que parecen tener continuidad mediante un desplazamiento inducido por el conformado con las encontradas en la probeta con un paso de extrusión, tampoco son compatibles vía comparación con los componentes de textura ideal esperados para ECAP.

La probeta de tres pasos de ECAP mostró la presencia de dos componentes de textura ideal para ECAP $A_{2\theta}^*$ y \bar{A}_θ las cuales definen su textura mayoritaria, aunque el corte con $\varphi_2=45^\circ$ mostró una mancha con intensidad máxima no mayor a 23 y la representación con $\varphi_2=65^\circ$ constante muestra la presencia de cinco zonas con intensidad máxima no mayor a 10 que no han fueron identificadas con algún componente de la tabla 3.4.

Las funciones de distribución de orientación de probetas con cuatro y cinco pasos de extrusión mostraron la presencia del componente de textura $A_{2\theta}^*$ y la presencia de 4 zonas de alta intensidad de orientación de planos en la representación de $\varphi_2=45^\circ$ con intensidades máximas de 25 a 20, mientras que ambos cortes con $\varphi_2=65^\circ$ muestran tres manchas con intensidades máximas en rango de 25 a 15 que siguen siendo congruentes con los componentes de macrotextura no identificados obtenidos en las probetas anteriores.

Desde uno hasta seis pasos las funciones de distribución de orientación mostraron congruencia y continuidad en la ubicación de zonas con alta intensidad de planos con la misma orientación.

Los porcentajes en volumen de cristalitas con los planos medidos orientados paralelos a la superficie, es decir, el porcentaje volumen de material texturado se muestra gráficamente en la figura 3.14, es notorio el incremento de volumen texturado conforme aumenta la deformación plástica aplicada siendo el máximo alcanzado de 11% volumen.

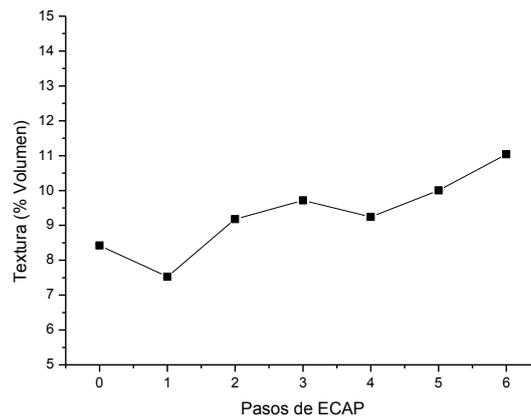


Figura 3.14. Porcentaje volumen de cristalitas texturados vs pasos de extrusión por ECAP.

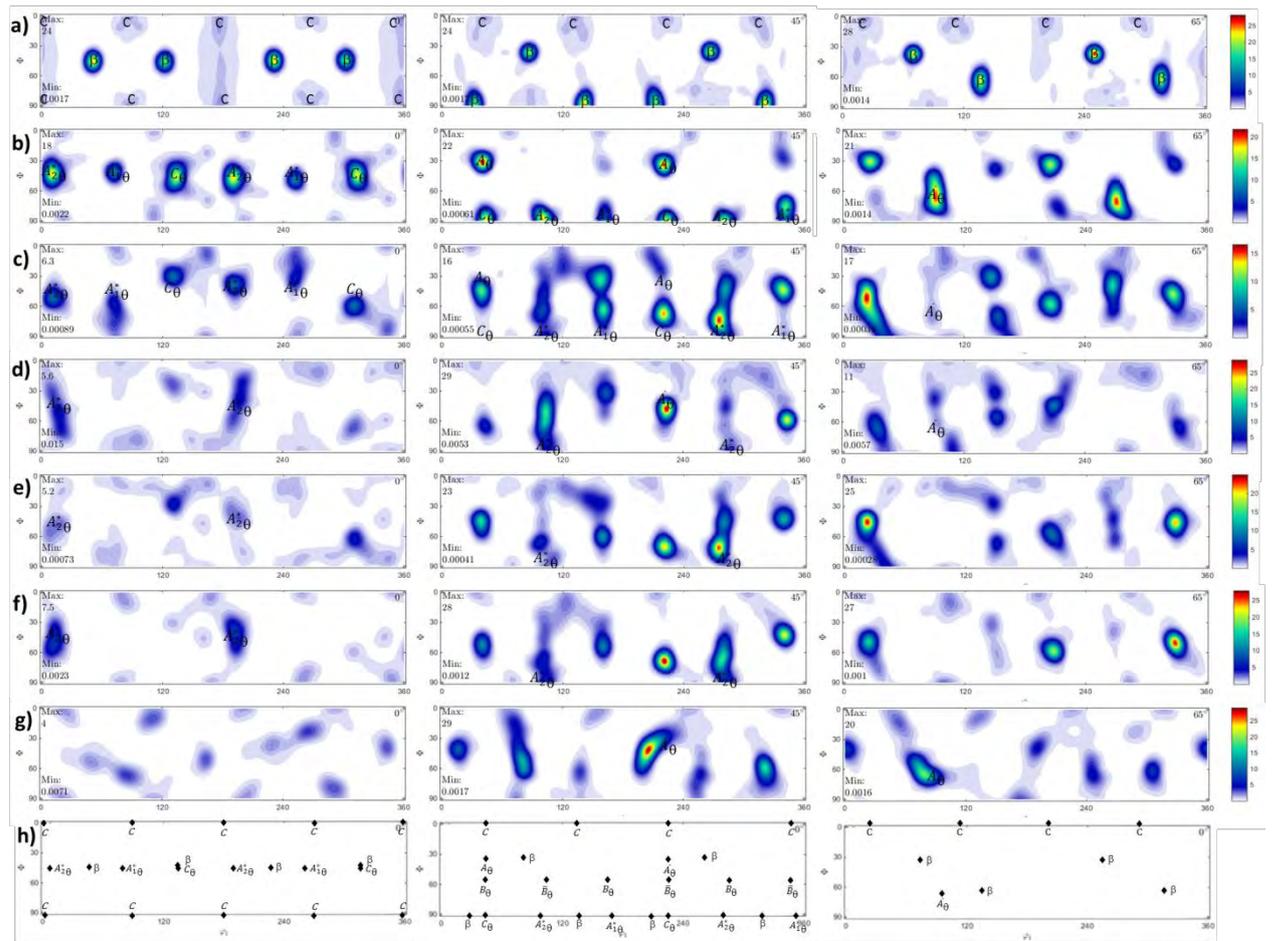


Figura 3.15. Representación de la distribución de función de orientaciones para probetas en a) condición inicial de homogeneizado, b) 1 paso de ECAP, c) 2 pasos, d) 3 pasos, e) 4 pasos, f) 5 pasos, g) 6 pasos de extrusión por ECAP y h) cuadro llave de componentes ideales esperados para ECAP para ϕ_2 de 0° , 45° y 65° .

Tabla 3.4. Componentes ideales de textura en deformación de corte para proceso ECAP [60].

Componente	{hkl} <uvw>	ϕ_1	ϕ	ϕ_2
A	(1-11) [110]	0	35.26	45
A ⁻	(-11-1) [-1-10]	180	35.26	45
B	(1-12) [110]	0/120/240	54.74	45
B ⁻	(-11-2) [-1-10]	60/180	54.74	45
C	{001} <110>	90/270 0/180	45 90	0/90 45
A ₁ [*]	(111) [-1-12]	35.26/215.26 125.26	45 90	0/90 45
A ₂ [*]	(111) [11-2]	144.74 54.74/234.74	45 90	0/90 45
A ₀	{111} ₀ , <110> ₀	45	35.26	45
2A ₀ ⁻	{111} ₀ , <110> ₀	225	35.26	45
B ₀	<110> ₀	45/165/285	54.74	45
B ₀ ⁻	<110> ₀	105/225/345	54.74	45
A ₁₀ [*]	{111} ₀	80.26/260.26 170.26/350.26	45 90	0 45

$A_{2\theta}^*$	$\{111\}_0$	9.74/189.74, 99.74/279.74	45 90	0 45
C_θ	$\langle 110 \rangle_0$	135/315 45/225	45 90	0 45
{111} Fibras	{111} $\langle uvw \rangle$			
$\langle 110 \rangle$ Fibras	{hkl} $\langle 110 \rangle$			

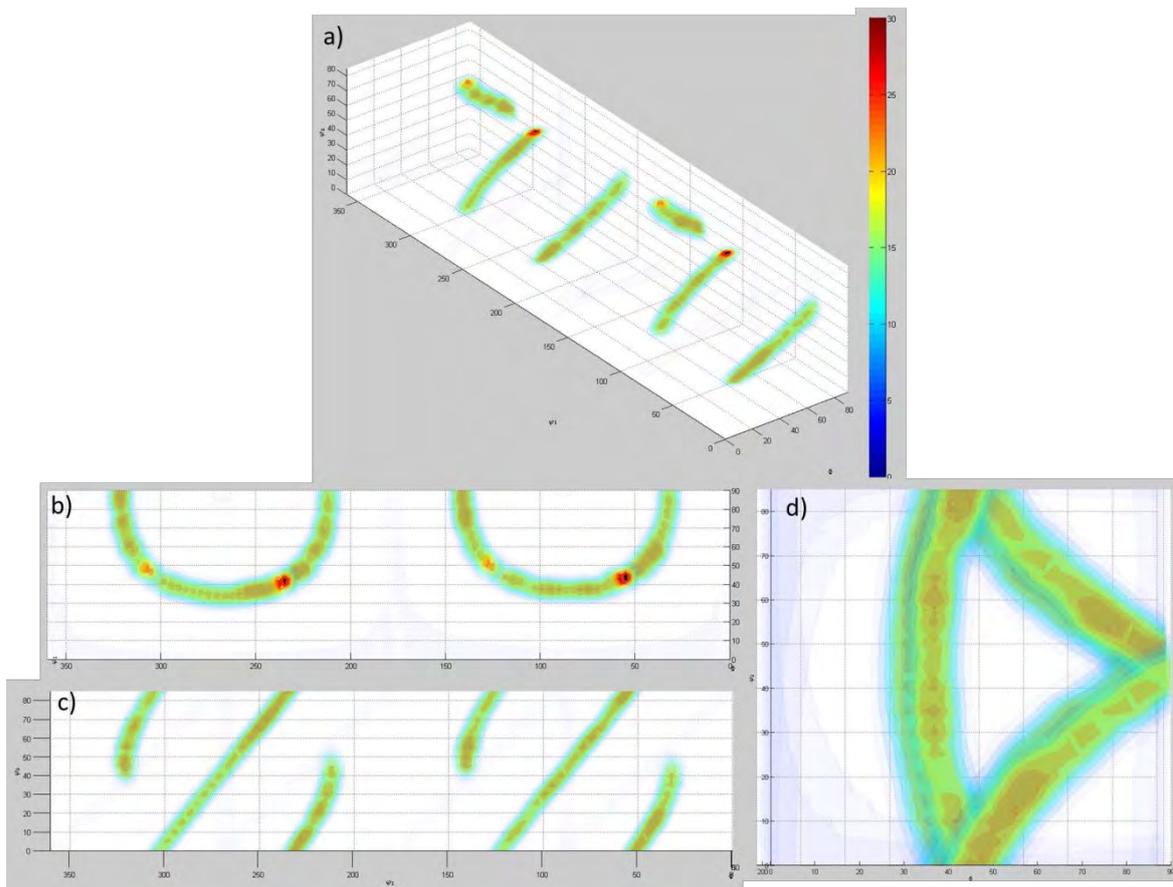


Figura 3.16. Vista en distintos planos de fibras beta en probeta en condición inicial de homogeneizado, a) Vista en 3D con los tres ángulos de Euler como ejes, b) φ_1 vs Φ , c) φ_1 vs φ_2 y d) Φ vs φ_2 .

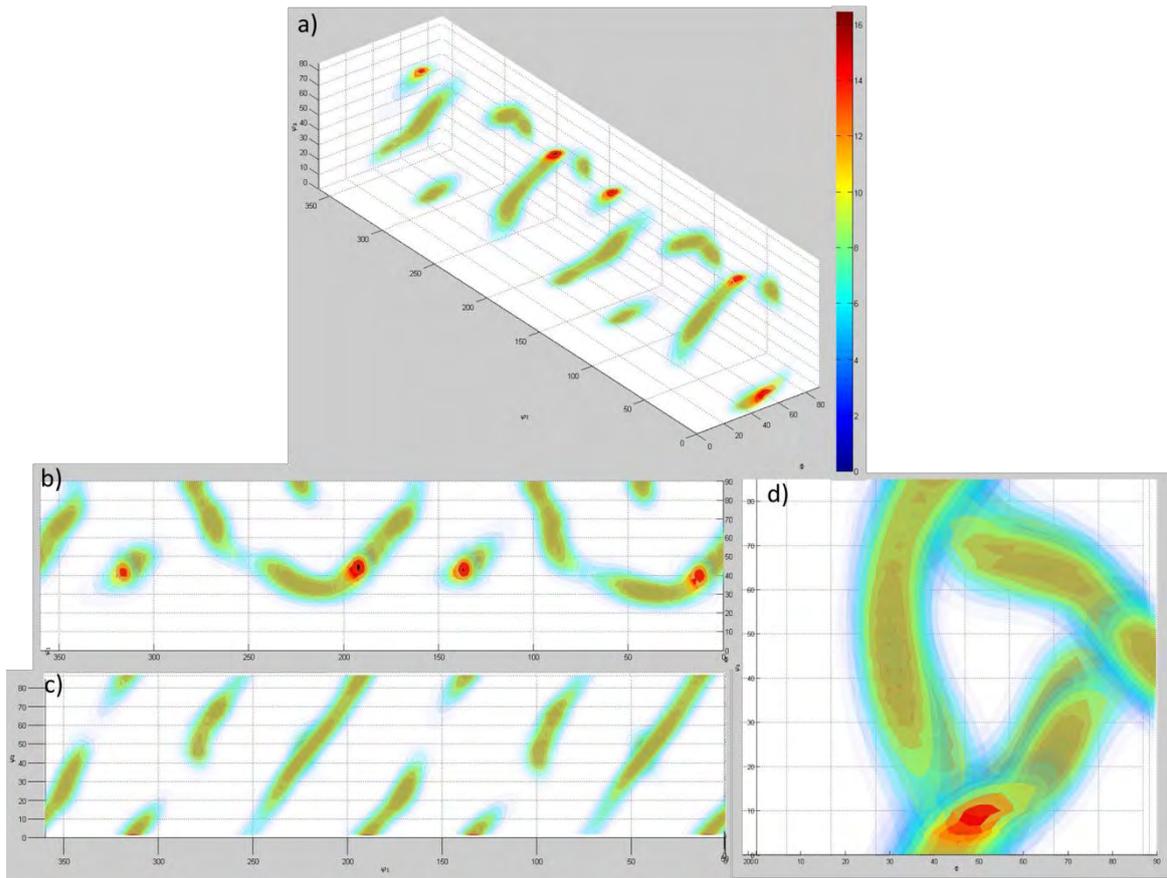


Figura 3.17. Vista en distintos planos de fibras beta en probeta con un paso de ECAP y deformación equivalente $\epsilon \cong 1$, a) Vista en 3D con los tres ángulos de Euler como ejes, b) ϕ_1 vs Φ , c) ϕ_1 vs ϕ_2 y d) Φ vs ϕ_2 .

3.3. MICRODEFORMACIÓN Y ESFUERZOS RESIDUALES

Mediante medición por difracción de rayos X se identificó la presencia de esfuerzos residuales locales de tipo σ_{II} y σ_{III} y esfuerzos residuales globales σ_I en baja cantidad en cada probeta incrementando con el número de pasos de ECAP.

Se observó mediante las gráficas obtenidas con el modelo de Williamson-Hall que existe un incremento de microdeformaciones, es decir, esfuerzos residuales heterogéneos y locales en cada probeta procesada por extrusión en canal angular incrementando en función de la deformación equivalente aplicada.

Empleando el programa Fullprof Suite 2015 y tomando como referencia las ecuaciones presentadas en la sección 1.3. de microdeformaciones, es posible obtener las gráficas de $\frac{\beta \cos \theta}{\lambda} = \beta^*$ versus $\frac{2 \text{sen} \theta}{\lambda} = d^*$ que permitan la relación del cociente $1/D$, donde D es el tamaño aparente del cristalito, con la ordenada al origen y el producto 2ϵ como la pendiente del sistema, modificando la ecuación anterior de la siguiente manera:

$$\beta^* = \frac{1}{D} + 2\epsilon d^* \dots\dots\dots\text{Ec. (3.1)}$$

El empleo del programa Fullprof Suite fue seleccionado debido a la facilidad de manejo para realización de refinamiento Rietveld a las muestras en condición inicial de recocido, con 1 paso y 6 pasos de procesamiento ECAP, tomando en cuenta los parámetros que contribuyen al ensanchamiento instrumental de pico que son el perfil de la fuente de Rayos X el cual incluye el ancho de longitud de onda de $K\alpha_1$ y $K\alpha_2$, tamaño de la fuente de Rayos X y la superposición de los picos de $K\alpha_1$ y $K\alpha_2$, así como la óptica del goniómetro que incluye el ancho de aberturas de divergencia y recepción, el desenfoque, tamaño del haz y penetración en la muestra. Para dicho análisis se consideró el ancho instrumental medido con estándar de LaB_6 que corresponde al mínimo ancho posible dado por el equipo para el que se eligió un material libre de esfuerzos.

Los micro y macroesfuerzos pueden ser determinados respectivamente a partir del ensanchamiento y posición del pico de difracción.

En materia de microdeformaciones, se comienza mostrando los resultados a manera de gráficas de tipo Williamson-Hall, β vs d^* , para la condición inicial, uno y seis pasos de ECAP en la figura 3.18 se aprecian de manera comparativa. Posteriormente la gráfica 3.19 permite visualizar el incremento cuantitativo de microdeformaciones (ε) calculadas a partir de la pendiente, 2ε , obtenida de los ajustes lineales realizados a partir de la gráfica 3.18 conforme aumenta el grado de deformación plástica severa a la que fue sometido el material, siendo un resultado esperado así como el ensanchamiento de los picos de difracción siendo un efecto mayormente visible a mayores valores de 2θ , razón por la que fue elegido el pico correspondiente al plano (222) para tal comparación en la figura 3.20.

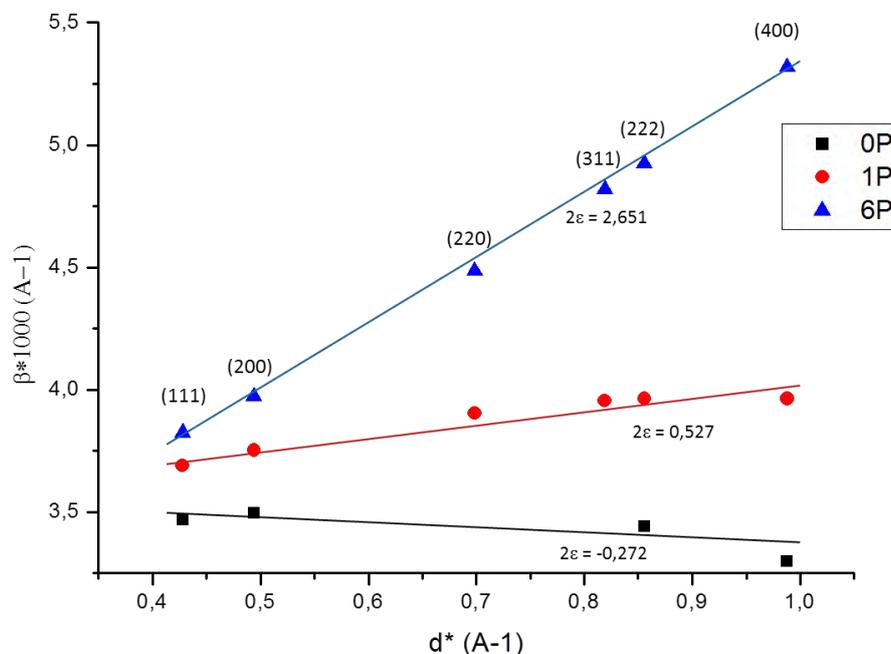


Figura 3.18. Gráficas de Williamson-Hall de probetas en condición de recocido y resultados extremos de deformación plástica severa con 1 y 6 pasos de ECAP.

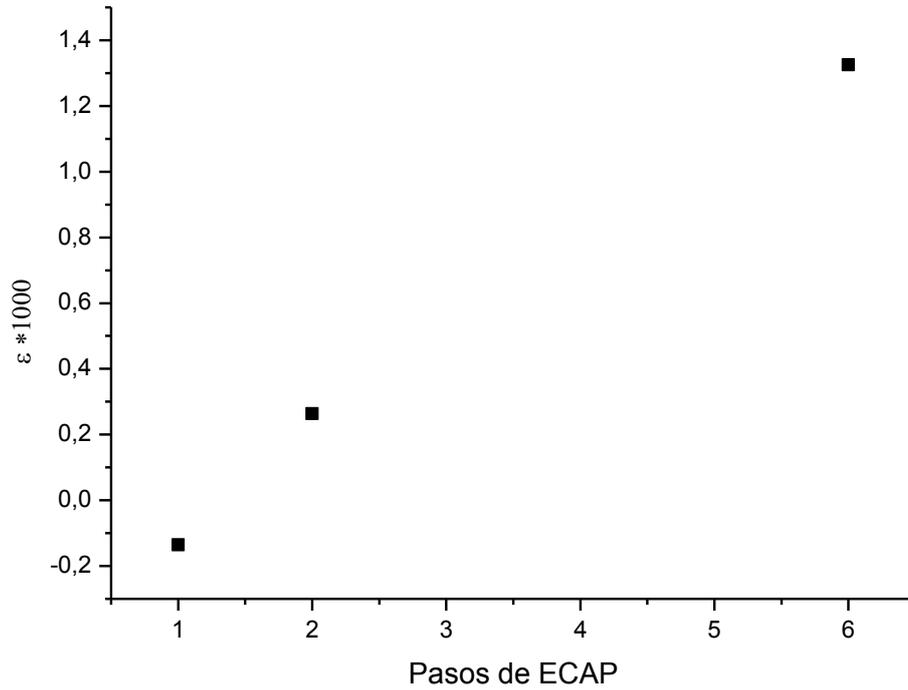


Figura 3.19. Gráficas de Williamson-Hall para distintas probetas que muestra la variación de pendiente como función de los pasos de ECAP.

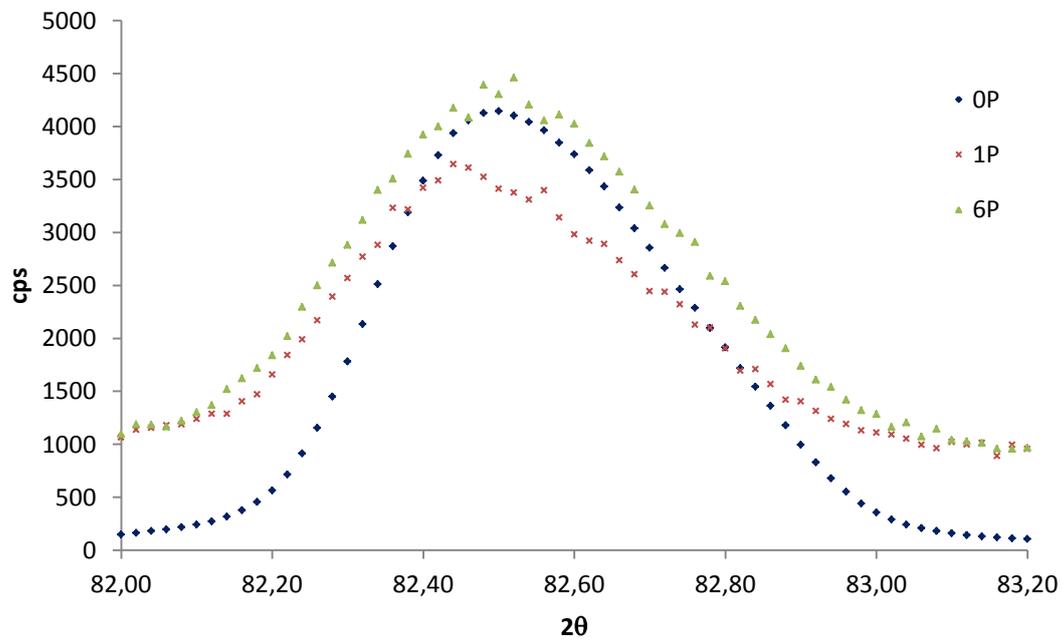


Figura 3.20. Gráfica comparativa de pico (222) que muestra el ensanchamiento de pico para probetas en condición de recocido, con un paso y seis pasos de ECAP.

Por otra parte, la medición de esfuerzos por difracción de rayos X es limitada a la superficie de la muestra a menos que sean empleados ciclos de electropulido para descubrir zonas sub-superficiales asumiendo en ambos casos una condición de esfuerzos planos, para más detalle ver anexo C que incluye el desarrollo del modelo empleado, donde el espaciamento de red para cualquier orientación, $d_{\psi\phi}$, es una función lineal de $\text{sen}^2\psi$ y es definida por los esfuerzos biaxiales en la superficie de la muestra, $\sigma_1 + \sigma_2$, la relación de Poisson, ν , el módulo elástico o módulo de Young, E , y el espaciamento interplanar en una condición libre de esfuerzos residuales, d_0 :

$$d_{\psi\phi} = \left[\left(\frac{1+\nu}{E} \right)_{(hkl)} \sigma_{\phi} d_0 \text{sen}^2\psi \right] - \left[\left(\frac{\nu}{E} \right)_{(hkl)} d_0 (\sigma_1 + \sigma_2) + d_0 \right] \dots\dots\dots\text{Ec. (3.2)}$$

El presente trabajo empleó la técnica denominada de $\text{sen}^2\psi$ para la determinación de esfuerzos residuales en la superficie del material mediante la determinación de múltiples espacios interplanares para distintos ángulos ψ , y el esfuerzo es calculado empleando la pendiente de la gráfica $d_{\phi\psi}$ versus $\text{sen}^2\psi$. La ventaja primordial de esta técnica está en establecer la linealidad de $d_{\phi\psi}$ como función de $\text{sen}^2\psi$ para demostrar que la medición de esfuerzos residuales por difracción de rayos X es posible en la muestra analizada.

El método de $\text{sen}^2\psi$ es aplicable bajo las siguientes cuatro hipótesis:

- 1) Los cristalitos tienen un comportamiento elástico lineal.
- 2) El agregado policristalino es homogéneo y casi-isótropo (monofásico, sin textura con pequeños cristalitos).
- 3) La composición química del material, su deformación y tensiones son constantes en todo el volumen irradiado por los rayos-X.
- 4) La muestra es plana.

De las cuatro condiciones anteriores puede argumentarse el empleo del método en el presente caso debido a que el comportamiento elástico depende de la naturaleza del enlace, para el caso de un material metálico es correcto considerar tal comportamiento. Se sabe también que el volumen que presenta textura en el material es minoritario (ver figura 3.14) permitiendo su consideración como homogéneo y dado que la medición realizada es superficial se aproxima una penetración de rayos-X en la muestra no mayor a 10 μm , siendo este valor el máximo alcanzable cuando la normal del material se encuentra paralela a la bisectriz entre el haz incidente y difractado, decreciendo conforme disminuye el ángulo de medición.

A continuación se presentan los resultados de estimación de esfuerzos residuales en el material en condición inicial y con distintos pasos de ECAP que permitieron la obtención de gráficas que de acuerdo con las tendencias dadas proporcionan información cualitativa sobre el tipo de esfuerzos en el material, tal como lo indica la figura 3.21 a manera de ejemplificación.

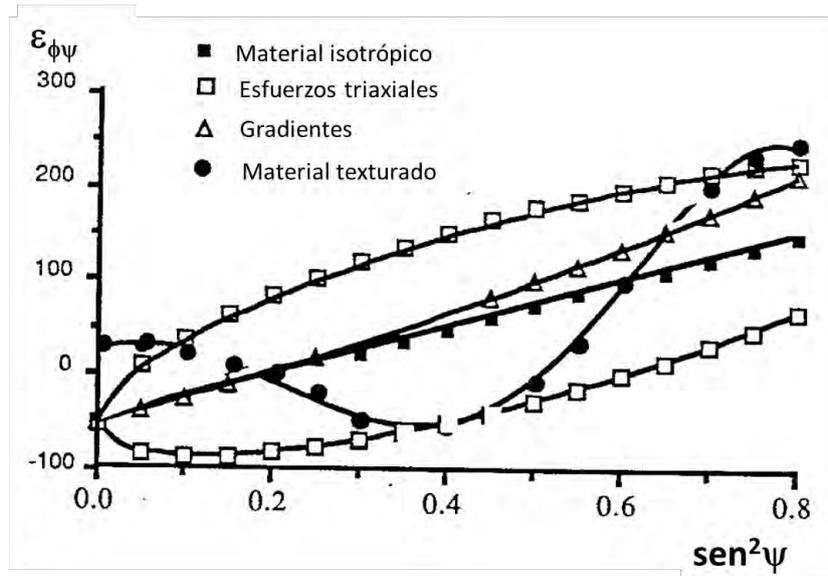


Figura 3.21. Distribución de $\varepsilon_{\phi\psi}$ en función de $\text{sen}^2\psi$. Adaptada de ref. 75.

La figura 3.22 muestra las tendencias de los resultados obtenidos de deformación (ε) vs el $\text{sen}^2\psi$ en donde se observa que en la condición inicial de recocido sin procesamiento ECAP (figura 3.22.a) se tiene una tendencia de tipo lineal que corresponde a un material isotrópico. Debe aclararse que se muestra la misma gráfica para su comparación con cara externa e interna debido a que en la condición inicial cualquier cara medida es representativa del resto del perímetro.

Por otra parte, las gráficas correspondientes a la probeta de 1 paso de procesamiento ECAP indican que en la cara externa se tiene una tendencia de tipo lineal que indica nuevamente que se trata de un material isotrópico sin esfuerzos cortantes, mientras que la cara interna correspondiente a la que estuvo sometida a fricción con el cambio de dirección con ángulo más cerrado de 90° se obtuvo un perfil de tipo elíptico que muestra la presencia de esfuerzos triaxiales que es congruente con el mayor grado de deformación dado en dicha cara.

Por otra parte, se observa que en la estimación de esfuerzos residuales en 3 y 6 pasos de ECAP se tienen gráficas de tipo ondulante que indican que se trata de un material texturado, con excepción de la gráfica correspondiente a la probeta de 6 pasos de ECAP en su cara interna en donde el perfil parabólico indica que se trata de un material con gradientes de esfuerzos.

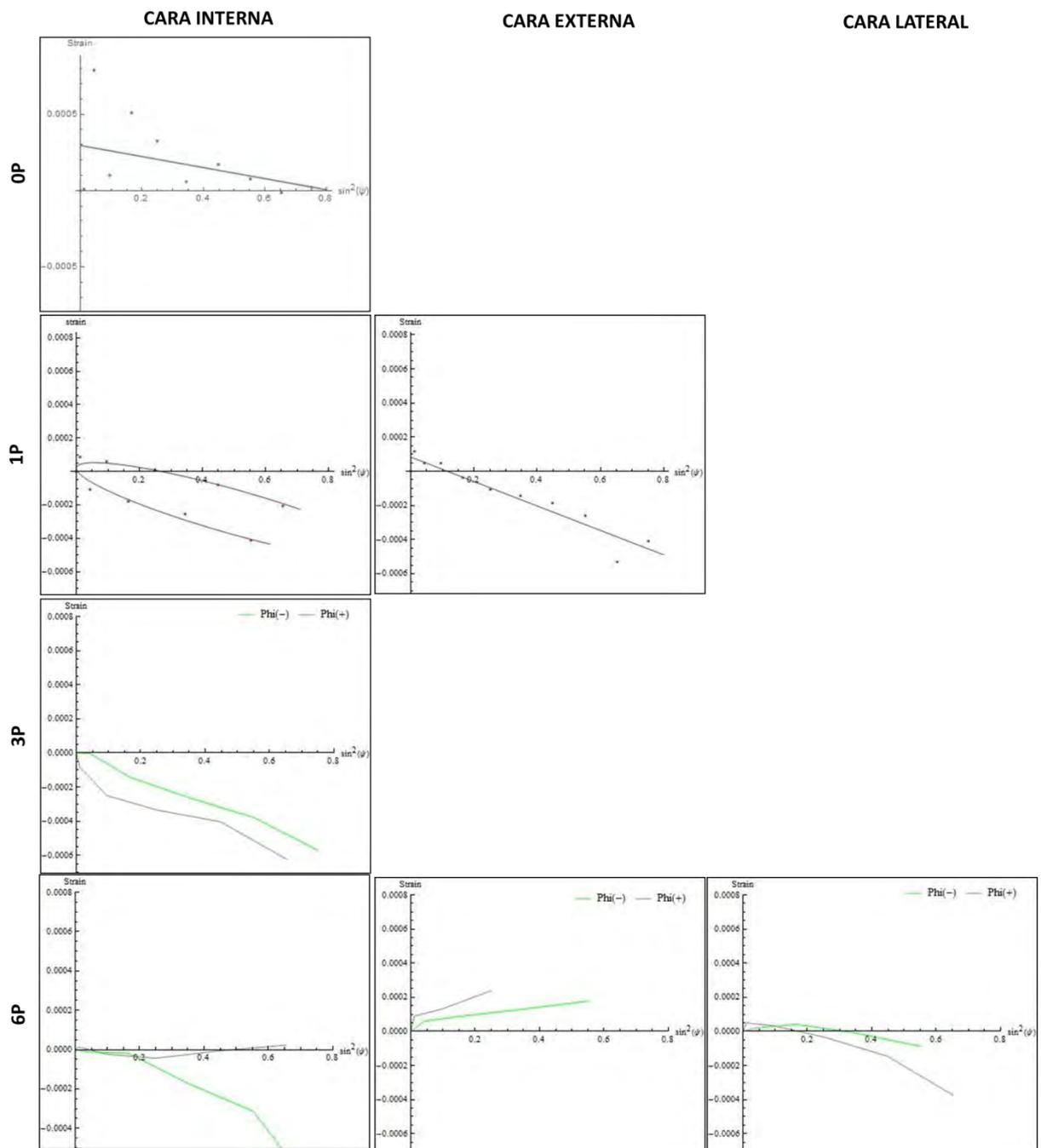


Figura 3.22. Gráficas de deformación ε vs $\sin^2\psi$ para la condición inicial sin deformación inducida por ECAP, un paso, tres pasos y seis pasos de ECAP en distintas caras de la probeta.

La estimación de esfuerzos residuales en probetas en condición inicial y con 1, 3 y 6 pasos de ECAP permitió obtener las gráficas de esfuerzo normal vs pasos de ECAP mostradas en la figura 3.23 en donde se observa que la probeta de condición inicial tiene valores de esfuerzos residuales de compresión iniciales del orden de -20 MPa, corroborando nuevamente que el tratamiento térmico de recocido aplicado no logró eliminar todos los efectos de la deformación de origen en la aleación, con un paso de ECAP se tiene un valor cercano a -28 MPa indicando la presencia de más esfuerzos compresivos que son coherentes con el estado

de esfuerzos dado en la cara interna y siendo una tendencia que continua en la probeta con 3 pasos de ECAP con un valor de -41 MPa. La estimación de esfuerzos en la probeta con 6 pasos de ECAP muestra una tendencia distinta que puede ser explicada como un proceso de recuperación, el cual ha sido tratado de explicar en materiales nanocristalinos [57-59], atribuyendo tal comportamiento a la recuperación dinámica generada por procesos continuos de multiplicación y aniquilación de dislocaciones, proceso que tendrá un comportamiento asintótico después de una saturación de dislocaciones que genere un estado metaestable donde tienda al menor estado de energía con mínimos estímulos energéticos añadidos a la muestra, siendo un indicativo de que a cierto número de pasos de ECAP se llega a un grado de deformación donde ya no vale la pena continuar aumentando la deformación equivalente desde el punto de vista del comportamiento mecánico.

La figura 3.23.b muestra el mismo tipo de gráfica descrita con anterioridad pero en este caso para valores medidos en la cara externa de las probetas, obteniendo un resultado cualitativo y cuantitativo similar en probetas de 0 y 1 paso de ECAP, pero en la probeta de 6 pasos de ECAP se observa un valor de 20 MPa indicando que predominan los campos de esfuerzos de tipo tensión que es totalmente congruente con el estado de esfuerzos de la cara externa en donde el radio de cambio de dirección en el canal es más abierto.

La correspondencia de esfuerzos mayoritarios de compresión en la cara interna y de tensión en la cara externa que corresponden con el estado de esfuerzos durante la deformación indican que la recuperación posterior al retiro de la carga aplicada es parcial, aún con el precalentamiento no se logra la relajación total de la estructura deformada.

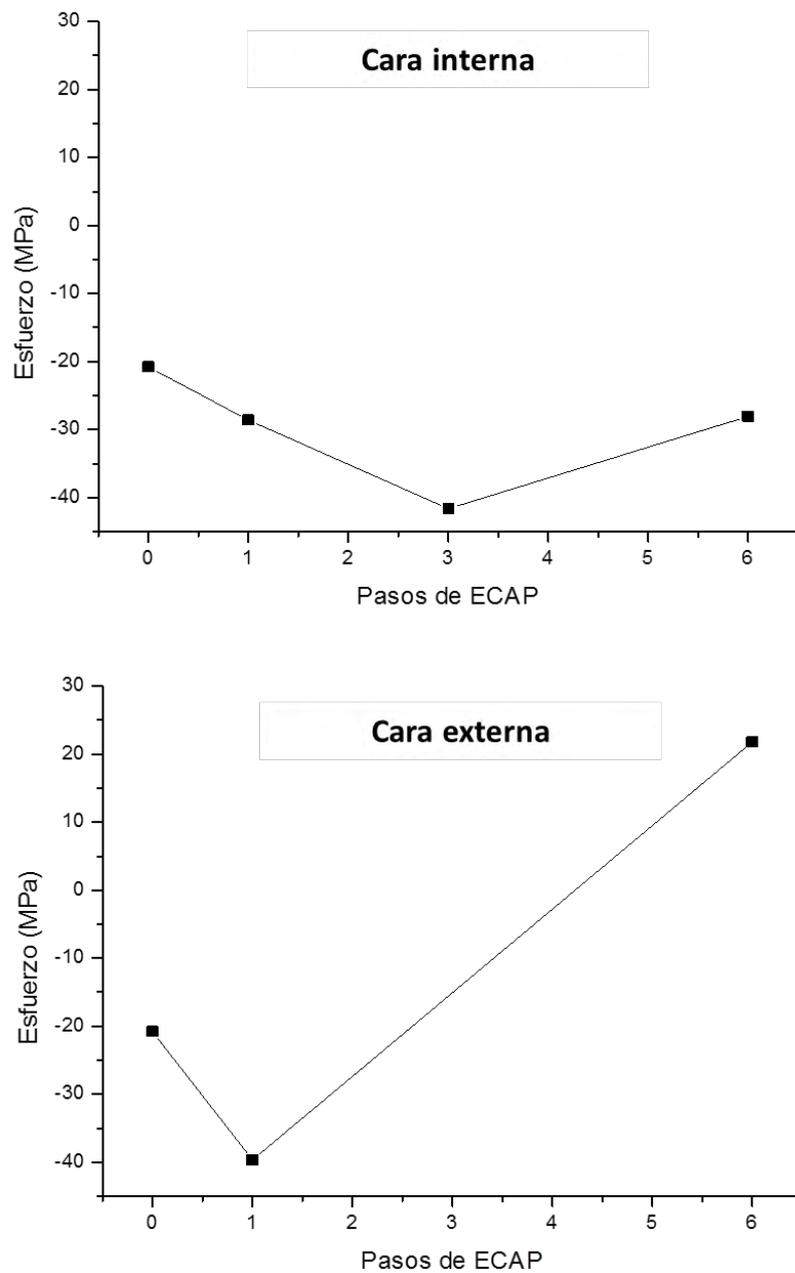


Figura 3.23. Gráficas de esfuerzo normal estimado vs pasos de ECAP para distintas probetas.

3.4. MICRODUREZA

El término dureza se refiere a la habilidad de un material para resistir la deformación permanente cuando está en contacto con un indentador bajo carga de compresión [62]. De manera general, la prueba de dureza consiste en presionar un indentador de geometría conocida bajo una carga determinada sobre la superficie plana del material a ensayar, provocando una huella o deformación permanente la cual es posteriormente medida para calcular la carga soportada por unidad de área.

La relación de la medida de dureza con otras propiedades mecánicas tales como resistencia a la fatiga, resistencia a la tensión, esfuerzo de cedencia, etc., ha sido ampliamente documentada por diversos autores de libros de propiedades mecánicas, ciencia de materiales, metalurgia mecánica [63-65], entre otros, así como es corroborada empíricamente en miles de laboratorios a nivel mundial [20, 66-70]. Los valores esperados de dureza se relacionan directamente con la función final del material, para algunas funciones se requiere un valor de dureza elevado especialmente para altos niveles de fricción donde es importante que el material no se deforme, en cambio hay otros en donde niveles más bajos de dureza podrían relacionarse con buena resistencia a la fatiga o ductilidad, siendo dos razones por las que en el presente estudio se prefiere la obtención de valores medios de dureza.

Existen distintas escalas de medición de dureza siendo las más comunes Rockwell, Brinell que son medidas de macrodureza por emplear cargas que van de 1 kg_f a 3000 kg_f y Vickers y Knoop para medidas localizadas, es decir, de microdureza con cargas empleadas de 1 g_f hasta 1 kg_f. Se eligió la escala de microdureza Vickers debido a que se esperan valores no muy elevados de dicha propiedad y es requerido un ensayo que permita la aplicación de bajas cargas y que no destruya la superficie ensayada.

Vickers se realiza con un indentador piramidal con ángulo de 136° con punta de diamante de grado industrial, y consta de una carga aplicada al material a través de un indentador con la geometría descrita anteriormente por un tiempo específico, se retira la carga y se miden las diagonales de la huella dejada para convertirlas en un número de dureza después de la división de la fuerza entre el área que recibió la carga mediante la ecuación (3.3) [71]. La figura 3.24 muestra el esquema del indentador para microdureza Vickers.

$$HV = \frac{2 L \operatorname{sen}\left(\frac{136}{2}\right)}{d^2} \dots\dots\dots\text{Ec. (3.3)}$$

Donde HV es el número de dureza, L es la carga aplicada en kg_f y d es la longitud promedio de ambas diagonales medidas en mm.

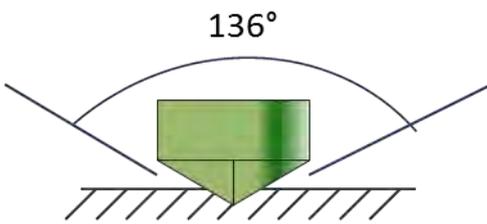
Ensayo	Geometría del penetrador	Geometría de la huella
Microdureza Vickers		

Figura 3.24. Geometría del indentador de microdureza Vickers.

Los ensayos de microdureza se realizaron para evaluar la homogeneidad del sobreenviejamiento de la muestra previo al ECAP, es decir, en la condición inicial, así como para obtener un perfil que permitiera conocer los posibles gradientes de dureza entre la superficie de la probeta en contacto con la pared del dato de extrusión y por lo tanto sometida a mayores esfuerzos de fricción con respecto al centro de la misma, provocando a su vez una velocidad de deformación mayor en dicho centro. Por lo anterior, se tomaron al menos 50 indentaciones siguiendo la metodología de ASTM E92-16 en una muestra de sección longitudinal de cada probeta procesada por distintos pasos de ECAP permitiendo la obtención del perfil de pared interna o pared externa, considerándose así a la pared que tuvo el último contacto con el ángulo $\phi=90^\circ$ y la última pared en contacto con el ángulo $\psi=20^\circ$ respectivamente con distancia entre huellas de 0.18 mm, una fuerza de 0.987 N y un tiempo de permanencia de carga de 10s.

Se muestran los resultados de microdureza para cada paso de ECAP en la tabla D.1 en el Anexo D en donde se incluyen además los valores promedio, desviación estándar e incrementos porcentuales de microdureza con respecto a la condición inicial y la figura 3.25 muestra los resultados de dureza comparativos entre cada paso de ECAP.

Partiendo de la condición inicial se observa que aún después del tratamiento térmico de homogeneización a 400°C por una hora, el valor de microdureza promedio para la aleación en su condicional inicial no disminuyó hasta el valor nominal para la condición de recocido reportada en la ficha técnica del proveedor que es $50 \text{ HVN}_{1.0}$, obteniendo un promedio de $101.2 \text{ HVN}_{0.1}$ siendo un indicativo de que el tratamiento térmico no logró la relajación total de la microestructura, este valor es congruente con el análisis microestructural de la sección 2.5. en donde las micrografías obtenidas por MET demostraron tener precipitados finos dispersos en la matriz de aluminio 2017 hasta seis pasos de ECAP.

El aumento más significativo de dureza se da entre la condición inicial de 0 pasos y el paso 1 de procesamiento con un aumento de $18.66 \text{ HV}_{0.1}$, fenómeno que se adjudica al incremento de defectos lineales en la muestra que al presentar obstáculos para su deslizamiento opone una mayor resistencia traducida en un incremento de dureza, representando además un gradiente más elevado con respecto a los otros pasos debido a que la condición anterior al primer paso es de recocido en donde la muestra se encuentra parcialmente relajada, con un bajo nivel de esfuerzos residuales procedentes del procesamiento previo y consecuentemente es sometida a un proceso de deformación plástica severa con una deformación equivalente de 1.05.

Para el paso 2 se observa un decremento de dureza con un valor porcentual de 10% con respecto al valor obtenido en la muestra con 1 paso de procesamiento, sin embargo hubo un aumento porcentual de 6.74% con respecto a la condición inicial, para explicar lo anterior debe recordarse que las muestras fueron calentadas a 200°C siendo una temperatura que permite clasificar el proceso de extrusión en caliente, lo que significa que dicha temperatura es suficiente para activar procesos de difusión y recristalización en la aleación de aluminio, tal calentamiento pudo provocar un relajamiento de esfuerzos internos parcial y no total como si se hubiera tratado de un recocido, generando a su vez una disminución de dureza con referencia en el paso previo pero adquiriendo una mayor densidad de dislocaciones a su paso

por el canal de ECAP. Entre el paso 1 y 2 se obtiene un proceso de relajación parcial de la estructura deformada y recristalización debido a procesos de poligonización de dislocaciones para la formación de sub-granos mediante la alineación de éstas y permitiendo la disminución de energía en el sistema, corroborado por las micrografías, el cual fue fomentado por el incremento de dislocaciones además del estímulo energético de 200°C aplicado a la muestra 1.5 minutos antes de cada paso de ECAP.

En los pasos 2 a 6 de ECAP se observa un comportamiento casi constante de la dureza con aumentos porcentuales que van de 6.74% a 10.49% con respecto a la condición inicial, considerando la escala se sabe que tales aumentos son despreciables para ser considerados como variantes en materiales de uso industrial.

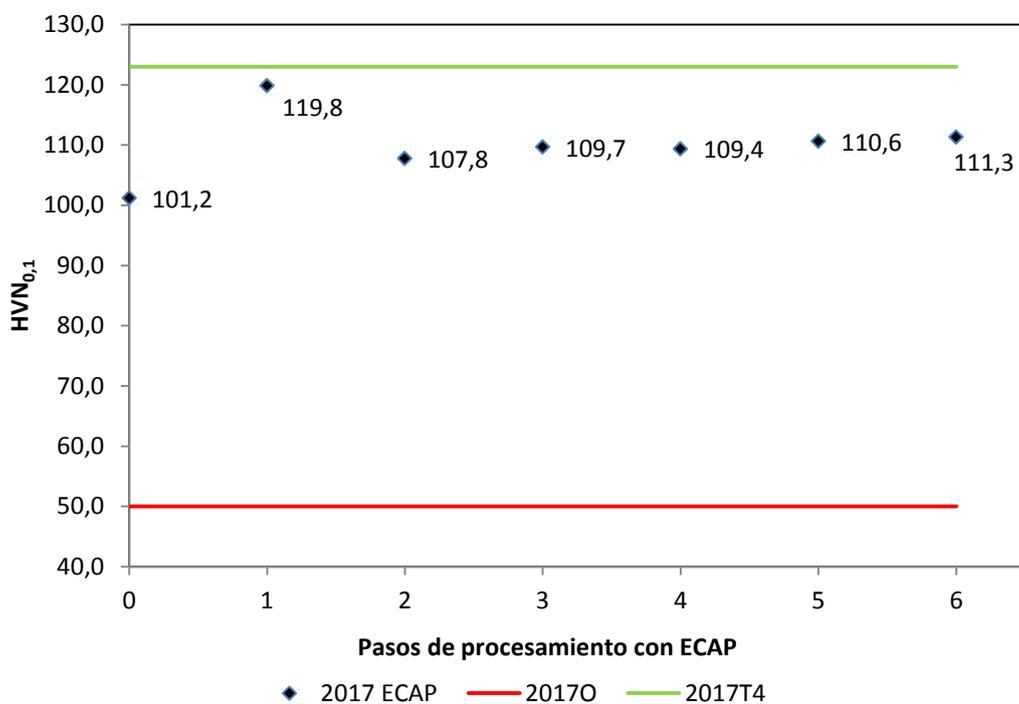


Figura 3.25. Microdureza promedio de la condición inicial y cada paso de ECAP comparativamente con la microdureza reportada para la aleación 2017 O (en condición de recocido) y la aleación 2017 T4 (envejecida).

La figura 3.25 se muestra a modo de gráfica comparativa de perfil de dureza para cada paso de ECAP incluyendo la condición inicial. El objetivo apreciar el perfil de dureza a lo largo de toda la sección transversal observando claramente la posición de las paredes interna, externa y laterales.

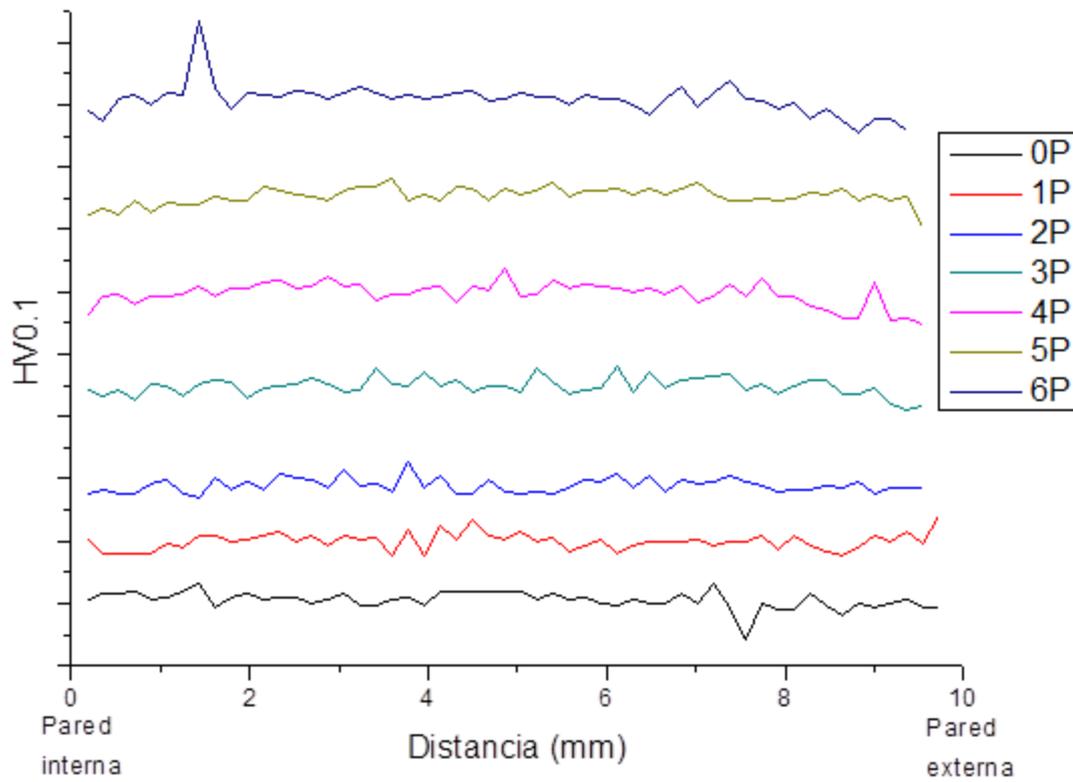


Figura 3.26. Gráfica comparativa de perfil de dureza para probetas en condición inicial y con 1, 2, 3, 4, 5 y 6 pasos de ECAP.

De la figura 3.25 se observa que el perfil de dureza en cada probeta muestra mínimos y máximos que pueden ser compatibles con identaciones en zonas de precipitados o intermetálicos cuaternarios cuando se trata de máximos, lo cual es congruente con la descripción microestructural realizada en la sección 3.1 en donde se observaron precipitados de fase θ en todos los pasos del material extruído y con el cálculo realizado mediante regla de la palanca aplicado al diagrama de fases en equilibrio que indica un contenido en %peso de 7.54% de fase θ .

CAPÍTULO IV

4. CONTRIBUCIONES

Partiendo de una aleación de base aluminio clasificación 2017 con cobre como principal aleante en un contenido de 4% peso en condición T4 al momento de su compra que indica envejecimiento natural, por lo que la condición microestructural de recibido es de precipitados finos dispersos en la matriz dúctil de aluminio, la cual fue posteriormente sometida a un tratamiento térmico de homogeneización a 400°C por una hora con la finalidad de provocar el crecimiento y pérdida de coherencia de precipitados de fase θ (Al_2Cu) y con ello facilitar su deslizamiento por el canal de ECAP. Esta última condición fue la denominada condición inicial en el presente proyecto que fue sometida hasta un total de 6 pasos de deformación por extrusión en canal angular a sección constante con un cambio de dirección de 90° que implica una deformación equivalente de $\cong 1$ por cada paso.

De acuerdo con los resultados obtenidos por diversos estudios realizados para la evaluación microestructural y homogeneidad de la deformación aplicada se procede a contestar las preguntas previamente mencionadas a manera de objetivos en el orden de su planteamiento.

4.1. RESPUESTA A OBJETIVO 1

La condición microestructural que incluye estudio de morfología y tamaño de granos y precipitados presentes en la matriz fue evaluado mediante microscopía electrónica de barrido y transmisión, microscopía con haz de iones focalizado empleado como medio de ataque químico superficial y difracción de rayos X, los resultados obtenidos permiten afirmar lo siguiente:

La evidencia a forma de micrografías obtenidas por microscopía con haz de iones focalizado empleado para ataque químico superficial y microscopía electrónica de barrido demostraron que existe refinamiento de grano al tener granos más pequeños en comparación con la condición inicial, lo cual es un efecto de la deformación plástica severa aplicada al material. El refinamiento de grano se corroboró también por microscopía electrónica de transmisión mediante la obtención de patrones de difracción por área selecta en donde se observó un patrón de puntos para la condición inicial y patrones de anillos discontinuos para las probetas de 1 y 6 pasos siendo un indicativo del menor tamaño de grano y de desorientación relativa entre ellos. Así mismo, fue corroborado por difracción de rayos-X mediante la observación de ensanchamiento de pico al aumentar la deformación equivalente, siendo un indicador cualitativo del refinamiento. La distribución de granos en las probetas es evidentemente

heterogénea al observar que existen granos nanométricos y micrométricos en las micrografías presentadas.

Las micrografías desde un paso de procesamiento ECAP mostraron evidencia de formación de sub-granos y estructuras de deformación que contienen dislocaciones y fueron reveladas con ataque mediante haz iónico. Con base en el contraste generado por diferencias en intensidad de difracciones entre granos con distinta rotación, se pudo apreciar la presencia de zonas de granos de alto ángulo de rotación con respecto a sus vecinos ($>15^\circ$) por tener un mejor contraste que el resto y permitir la clara delimitación de sus fronteras, identificando también otras zonas en coexistencia de granos de bajo ángulo ($<15^\circ$) que se observan por el bajo contraste que presentan entre sus fronteras. Esta observación es compatible con los resultados más reportados para ECAP en aleaciones de aluminio en donde suelen formarse mayoritariamente granos de ángulo bajo [11-15], condición que es a su vez favorable para la formación posterior de sub-granos libres de deformación.

Se demostró también la presencia de precipitados de fase θ en la matriz de la aleación 2017 mediante su análisis semicuantitativo vía espectroscopía de dispersión de rayos-X característicos en donde se encontró compatibilidad química entre la composición para dicha fase reportada en el diagrama de equilibrio de Al-Cu con partículas presentes en las micrografías presentadas con tamaños de $2.83 \mu\text{m}$ y $2.46 \mu\text{m}$ en las probetas de condición inicial y 6 pasos de ECAP respectivamente y que en micrografías de MET se observan con tamaños nanométricos dispersas en la matriz. Lo anterior fue corroborado por difracción de rayos-X lo que permitió la indexación de picos correspondientes a esta fase tetragonal. Debido a que la evidencia no muestra cambios en morfología ni tamaño se verifica que el proceso de extrusión en canal angular no generó la fragmentación de precipitados de Al_2Cu ni su re-absorción en la matriz como se ha reportado en algunos casos [48]. De acuerdo con la comparación de ancho de picos en posiciones de difracción características de los precipitados de fase θ , se identificó un fenómeno de ensanchamiento de pico al aumentar el grado de deformación plástica severa, para lo cual se planteó una posible explicación que consiste en el incremento de tamaño de una parte de los precipitados por efecto térmico durante el precalentamiento entre pasos de ECAP, en sinergia con la relajación parcial de esfuerzos residuales que se demostró mediante la obtención de valores bajos, considerados nulos en las aplicaciones industriales comunes de este tipo de aleación, los cuales se discutieron en la sección 3.2 y se integran en la sección 4.3.

El efecto que los distintos ciclos de calentamiento y enfriamiento a que fueron sometidas las probetas a manera de homogeneizado inicial a 400°C por 60 minutos y precalentamientos de 200°C por 1.5 minutos entre pasos consecutivos de ECAP pudieron tener en la microestructura final pudiera asociarse con la obtención de granos nanométricos y micrométricos hasta la probeta con la mayor deformación equivalente aplicada ($\cong 6$). Lo cual es congruente con que se parte de una condición inicial con grano grande debido al calor del tratamiento térmico previo, el cual comienza a refinarse con el primer paso de ECAP quedando la microestructura en un estado de alta energía almacenada a manera de esfuerzos residuales lo que la vuelve más inestable y susceptible a la relajación de esfuerzos por medio de movimiento de dislocaciones y creación de sub-granos fomentados por la incorporación de energía al sistema como precalentamiento entre cada paso de extrusión.

No se han reportado trabajos de extrusión de aleación 2017 en canal angular a sección constante, los proyectos más similares han elegido la aleación 2014 algunos con tratamiento térmico previo que permita el ablandamiento del material para evitar su fractura durante la extrusión, sin embargo no se ha reportado la introducción de un precalentamiento entre pasos de ECAP, siendo ésta una de las contribuciones originales al estudio de éste proceso de deformación plástica severa.

4.2. RESPUESTA AL OBJETIVO 2

El estudio de evolución de textura se realizó mediante análisis de difracción de rayos-X y los resultados mostraron que para la condición inicial de recocido se tiene una textura de tipo fibra beta lo que involucra que dicha condición estructural no fue eliminada mediante el tratamiento térmico de homogeneizado previo al proceso de deformación plástica por ECAP, mostrando además el componente de textura de tipo cubo esperado para materiales con estructura cristalina cúbica como es el caso del aluminio, dicha textura de tipo fibras puede observarse con mayor detalle en las representaciones obtenidas a partir de simulaciones 3D que se incluyen en la sección 3.3.

La probeta con un paso de deformación plástica severa mostró el efecto del procesamiento ECAP pues las fibras tipo beta dan paso a 5 componentes distintos de textura incluidos en la tabla 3.4, la coherencia entre fibras tipo beta de la probeta inicial y la probeta con deformación equivalente $\cong 1$ puede ser mejor observada en las gráficas obtenidas de las representaciones tridimensionales de ambos casos, en donde es notoria la deformación de las fibras iniciales para la generación de distintos componentes de textura en el material.

A partir de las funciones de distribución de orientación de un paso de procesamiento ECAP se obtienen tipos de textura no incluidos en la tabla de componentes ideales esperados para ECAP de la sección 3.2, los cuales pueden observarse por comparación entre los cortes de 0° , 45° y 65° incluidos y el cuadro de componentes anexado en la parte inferior de las FDO. Es por lo anterior que a partir de la probeta con un paso de extrusión se describe la textura como mayoritaria considerando la presencia de componentes no reportados en la literatura de condiciones ideales para ECAP.

La probetas de 2 pasos hasta 6 pasos de ECAP muestran la presencia mayoritaria de componentes de textura ideales los cuales se reducen en número conforme aumenta el grado de deformación, pasando de cinco componentes encontrados en la muestra con deformación equivalente $\cong 2$ hasta 1 componente identificado en la condición de mayor deformación alcanzada en el presente proyecto, e incrementando a su vez la cantidad de zonas con alta intensidad de planos orientados que no corresponden con componentes ideales reportados. Se resalta que la representación que contiene mayor número de zonas con alta intensidad de orientación de planos no identificados son los cortes a 65° , siendo importante además que existe una congruencia de desplazamientos en la sucesión de manchas de alta intensidad entre los cortes de cada probeta aun cuando se trate de los componentes no identificados.

La existencia de numerosas zonas con alta intensidad de orientación de planos no identificados podría relacionarse con los precalentamientos realizados entre pasos de ECAP debido a que se trata de estímulos energéticos añadidos a probetas en condición fuera de equilibrio debido a la alta energía almacenada en forma de esfuerzos residuales, tal condición podría fomentar la recuperación parcial de la estructura incluyendo de zonas caóticas con mayor deformación acumulada como límites de grano o subgrano, tales reacomodos traducidos a manera de desplazamientos podrían dar lugar a componentes no ideales de textura en el material.

4.3. RESPUESTA AL OBJETIVO 3

Los resultados obtenidos mediante difracción de rayos-X para estimación de microdeformaciones fueron refinados por metodología de Rietveld para las probetas de condición inicial, un paso y seis pasos de ECAP considerando los parámetros que contribuyen al ensanchamiento de pico y empleando el programa Fullprof Suite para la obtención de gráficas de tipo Williamson-Hall que permiten la visualización de la relación entre el ancho integral (β) y el $\sin\theta$ para el cálculo de la pendiente 2ε donde ε fue identificado como microdeformación.

La estimación dio por resultado el incremento de esfuerzos residuales de tipo no homogéneo en el material extruído conocido como microdeformaciones, tal deformación heterogénea provoca una distribución de valores de distancia interplanar que se traduce en ampliación del rango 2θ de los picos de difracción la cual fue evidenciada mediante la gráfica de intensidad vs 2θ para el pico (222) seleccionado para su comparación en la sección 3.2.

Los valores estimados de esfuerzos residuales en la superficie mediante difracción de rayos-X en 11 puntos fueron bajos estando en un rango de -41MPa a 22 MPa en comparación con trabajos reportados para aleaciones base aluminio procesadas hasta 6 pasos por ECAP [72] lo cual puede deberse a la relajación de esfuerzos generada por los precalentamientos entre pasos de ECAP. Se mostró mediante gráficas de esfuerzos vs pasos de ECAP que en la cara interna en contacto con el ángulo $\phi=90^\circ$ los esfuerzos dominantes son de tipo compresivo mientras que en la cara externa en contacto con el ángulo $\psi=20^\circ$ presenta esfuerzos dominantes de tensión, lo cual era esperado debido a que la cara interna que es extruída en un ángulo más cerrado tiende a comprimirse más que la zona más alejada de dicho cambio de dirección.

Las gráficas de deformación vs $\sin^2\psi$ en 11 puntos mostraron que la probeta de condición inicial y con un paso de ECAP en cara externa muestran una tendencia de tipo lineal que es representativa de un material isotrópico, mientras que la probeta de un paso en cara externa tiene tendencia elíptica característica materiales con esfuerzos triaxiales siendo congruente con la evidencia mostrada en macrotextura en donde se observó que a partir de un paso hay desplazamiento de la textura tipo fibra beta siendo evidencia de evolución de textura generada por la deformación. Las gráficas restantes de probetas de 3 y 6 pasos de ECAP mostraron tendencias de tipo ondulante en donde los puntos de ψ positivo siguen la tendencia de ψ negativos que son indicativas de materiales texturados, con excepción de la cara interna en la probeta de 6 pasos en donde el perfil indica que se trata de un material con gradientes

de esfuerzos. Estos resultados son totalmente congruentes con la evolución microestructural y evolución de textura que ya ha sido discutida previamente.

4.4. RESPUESTA AL OBJETIVO 4

Los ensayos de dureza ayudaron a visualizar la homogeneidad en la deformación aplicada y permiten corroborar la ocurrencia de refinamiento de grano en la aleación 2017 mediante el incremento de valores conforme aumenta la deformación plástica equivalente.

El mayor incremento de dureza se da en la transición entre la condición inicial y el primer paso de procesamiento ECAP lo cual es congruente con los cambios microestructurales de refinamiento de grano discutidos con anterioridad que es considerado un método de endurecimiento de materiales policristalinos debido a que la mayor densidad de límites de grano representan mayor número de defectos en el material que actúan como obstáculos durante el desplazamiento de dislocaciones con la aplicación de la deformación oponiendo una mayor resistencia comparada con una estructura con granos más grandes y menor cantidad de fronteras, los cambios en componentes de textura también son un reflejo de la deformación a la que es sometida la aleación.

Una posible explicación al mayor incremento de dureza entre la condición inicial y el primer paso de ECAP con respecto a las mediciones posteriores, es que la transición energética en materia de esfuerzos residuales entre la condición de partida y el primer paso de deformación puede ser mayor con respecto a la generada entre pasos consecutivos de procesamiento ECAP debido a que se parte de una estructura mayoritariamente relajada con baja densidad de defectos lineales para ser sometida a una deformación plástica severa que altera por completo la micro y macroestructura de las probetas resultantes, siendo distintos a partir de 2 pasos de ECAP en donde se parte de estructuras con un grado de deformación $\cong 1$ y con una densidad de dislocaciones mayor a la inicial que fue corroborada por el refinamiento de grano observado en micrografías y mediante el cambio de patrón de puntos a patrones de difracción de anillos discontinuos presentados, por lo que la magnitud del cambio es menor. Debe recordarse también que las estructuras con alto grado de deformación suelen llegar a niveles de saturación de dislocaciones que dependen de las condiciones intrínsecas del material estando más cerca de dicho límite con cada paso de deformación lo que impide incrementos bruscos de propiedades mecánicas o cambios microestructurales conforme aumenta la deformación equivalente en la aleación procesada.

Se observa en las gráficas presentadas que los incrementos de dureza después de 2 pasos de proceso ECAP no son mayores a $2 \text{ HVN}_{0.1}$ tomando una forma asintótica y siendo de poca significancia para el interés industrial, por lo que podría considerarse que a partir de 3 pasos de ECAP se obtiene el mejor nivel de dureza del procesamiento aplicado en las condiciones iniciales y de procesamiento ya descritas para la aleación 2017. Este resultado es coherente con los resultados de microdeformaciones en donde se observó que después de tres pasos de ECAP hay un incremento de esfuerzos residuales cambiando de una tendencia de tipo compresiva a tensión indicando que ya no hay incremento de dislocaciones con la deformación y da lugar a procesos de recuperación.

La estimación de microdureza que arrojó valores por debajo del valor nominal para la aleación 2017 T4 (en condición de envejecido) podría ser apta para su uso en aplicaciones que requieran buena ductilidad.

CAPÍTULO V

5. CONCLUSIONES

1. Los estudios realizados mediante microscopía electrónica de barrido, microscopía electrónica de transmisión, haz de iones de galio empleado para ataque químico y difracción de rayos-X dieron evidencia contundente de refinamiento de grano en función de la deformación plástica aplicada sin llegar a una distribución homogénea en la microestructura. Se identificó la presencia de precipitados de fase θ en las muestras procesadas por ECAP que al no variar significativamente la morfología ni tamaño de precipitados se evidencia que la extrusión no generó re-absorción ni fragmentación de los mismos. El efecto del tratamiento térmico inicial y los precalentamientos entre cada paso de ECAP se tradujo en la obtención de granos nanométricos y micrométricos distribuidos en la microestructura después de 6 pasos de extrusión.
2. Mediante rayos-X se obtuvieron figuras de polos experimentales que a su vez fueron referencia para el cálculo de funciones de distribución de orientación para cada probeta desde la condición inicial hasta 6 pasos de ECAP, mostrando que el proceso de extrusión en canal angular a sección constante induce textura que evoluciona de manera continua, comenzando por fibras tipo beta en la condición inicial, la cual comienza su corrimiento desde el primer paso de ECAP y transformándose en distintos componentes de textura a partir de 2 pasos de extrusión, dentro de los que se encuentran componentes ya esperados por ser ideales para este proceso de deformación plástica severa así como otros componentes desconocidos que se formaron probablemente a partir del movimiento microestructural entre pasos de extrusión motivado por el calor aplicado de 200°C.
3. Mediante rayos-X se estimaron valores de microdeformaciones y esfuerzos residuales remanentes del proceso de extrusión de tipo global (σ_I) y local (σ_{II} y σ_{III}). Los resultados fueron que el valor de microdeformaciones se incrementa en función de los pasos de ECAP siendo congruente con lo esperado en un proceso de extrusión en canal angular que induce deformación no homogénea en todo el material, por otra parte los esfuerzos residuales fueron mayoritariamente de compresión en la cara interna en contacto con el ángulo $\phi=90^\circ$ y de tensión en la cara externa en contacto con el ángulo $\psi=20^\circ$, fenómeno que indicó una relajación parcial de los esfuerzos internos. Las gráficas de deformación vs $\sin^2\psi$ en las mediciones de 11 puntos mostraron que la condición inicial tiene una tendencia de material isotrópico mientras que a partir de un paso de ECAP en su cara interna se obtiene tendencia de tipo material con esfuerzos triaxiales representada por una tendencia elíptica de los resultados y terminando con tendencias de tipo ondulante a partir de tres pasos de ECAP que indican que se trata de materiales texturados.

4. La evaluación de homogeneidad de la deformación se realizó mediante medición de microdureza Vickers en el material procesado que mostró un aumento marginal entre la condición inicial y con seis pasos de ECAP siendo de 10.2 HVN_{0.1} tomando como referencia los valores promedio de los perfiles obtenidos con al menos 50 indentaciones por muestra. El aumento más significativo en dureza se dio entre la condición inicial y el primer paso de ECAP que fue de 18.7 HVN_{0.1} congruente con el cambio microestructural de mayor magnitud debido a que se parte de un estado de ablandamiento en el material mientras que en los pasos consecutivos se parte de un material previamente deformado y que ha sido parcialmente relevado de esfuerzos durante el precalentamiento, posteriormente hay una caída de dureza para continuar con una tendencia casi asintótica desde 3 pasos hasta 6 pasos de ECAP siendo un indicativo de que en materia de esta propiedad mecánica ya no se obtienen cambios graduales después de 3 pasos de extrusión por lo que ya no valdría la pena continuar la deformación.

TRABAJOS A FUTURO

Algunos de los posibles trabajos para continuar al presente estudio son:

- 1) Estudio de las implicaciones de la obtención de distintos componentes de textura sobre las propiedades mecánicas de la aleación con la finalidad de vincular la obtención de distintas combinaciones de componentes con su posible respuesta y rendimiento en servicio.
- 2) Modelado de perfiles de distribuciones complejas de esfuerzos inducidas por deformación plástica severa.
- 3) Medición de esfuerzos internos in situ, es decir, durante la aplicación de carga para evaluar el comportamiento del material durante la deformación, así como la medición de esfuerzos residuales en todo el perfil volumétrico de las muestras por medio del uso de sincrotrón.
- 4) Evaluación de la aleación 2017 procesada por ECAP en el presente proyecto en fatiga de altos ciclos, pruebas de impacto y resistencia a la corrosión.

ANEXOS

A. GENERALIDADES DE EXTRUSIÓN EN CALIENTE

Antes de entrar en temática de extrusión en caliente, deben definirse los criterios empleados para tales clasificaciones, el trabajo en caliente se define cuando la deformación es realizada bajo condiciones de temperatura y velocidad de deformación tales que existan procesos de recuperación y difusión simultáneos a la deformación, por otra parte el trabajo en frío se realiza bajo condiciones donde los procesos de recuperación no son efectivos [38]. Es por lo anterior que durante el trabajo en caliente el endurecimiento por deformación y la distorsión de la red producidos son rápidamente eliminados por la formación de nuevos granos como resultado de la recristalización. El conformado en caliente requiere generalmente menor esfuerzo de flujo en comparación con el requerido para trabajo en frío, por lo que menor energía es empleada para trabajar en caliente. La temperatura de recristalización no es fija debido a que depende de múltiples condiciones como el porcentaje de deformación en frío, el tiempo de recocido, el tamaño de grano, la composición del material y su punto de fusión, se aproxima que la temperatura de recristalización es aproximadamente 0.4 de la temperatura de fusión en la escala Kelvin, por lo que para trabajo en caliente se acostumbra un aproximado a 0.6 de la temperatura de fusión en la misma escala de temperatura y velocidades de deformación en el rango de 0.5 a 500 s⁻¹. Las temperaturas comunes a las que se realiza la extrusión en caliente son mostradas en la tabla B.1.

Tabla A.1. Temperaturas cotidianas para el uso de extrusión en caliente.

Material	Temperatura del billet (°C)
Aleaciones de plomo	90-260
Aleaciones de magnesio	340-430
Aleaciones de aluminio	340-510
Aleaciones de cobre	650-1100
Aleaciones de titanio	870-1040
Aleaciones de níquel	1100-1260

La extrusión en caliente se realiza en tres tipos básicos que son lubricados, no lubricados y extrusión hidrostática. Se realizará un enfoque más profundo a la extrusión lubricada con el fin

de comparar los usos industriales actuales con las condiciones de procesamiento ECAP de la presente tesis.

A bajas temperaturas, la lubricación es usada únicamente para reducir la fricción, a temperaturas moderadas se emplea para reducir la fricción y proporciona algo de aislamiento entre el billet caliente y el dado de los lubricantes parcialmente fundidos y la generación de vapor. A temperaturas elevadas por arriba de 1000°C el aislamiento térmico del dado por el sobrecalentamiento es igual de importante que el efecto lubricante [73]. Los lubricantes se categorizan en dos grupos:

Para trabajo debajo de 1000°C; se emplean grasas, grafito, disulfuro de molibdeno, mica, talco, jabón, bentonita, asfalto y plásticos de alta temperatura.

Para trabajo por arriba de 1000°C; se emplea vidrio, basalto y polvos cristalinos.

B. DETERMINACIÓN DE ORIENTACIÓN EN FIGURAS DE POLO

Con base en la figura siguiente se muestra un ejemplo del proceso de determinación de orientación para una figura de polo de {111} [52]:

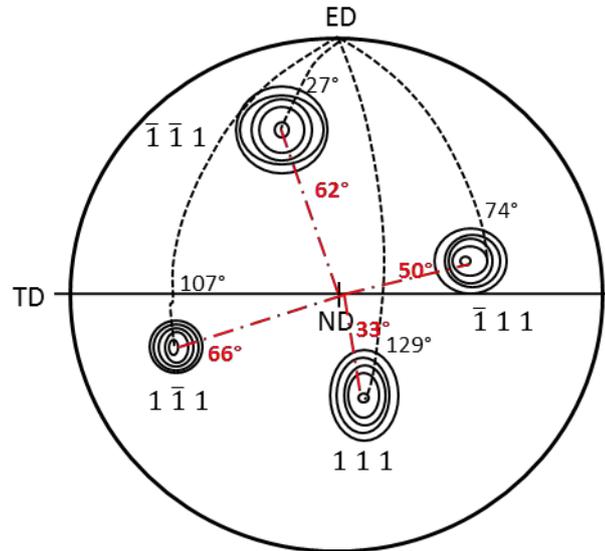


Figura B.1. Polos indexados y ángulos entre polos y ejes ED y ND de la muestra para determinación de orientación de la figura de polos {111}.

De manera general:

$$\cos \angle ((hkl), [uvw]) = \frac{\begin{pmatrix} h \\ k \\ l \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} u \\ v \\ w \end{pmatrix}}{N} = \frac{u+v+w}{N} \dots\dots\dots \text{Ec. (C.1)}$$

Se toman tres de las cuatro posibles indexaciones de la figura C.1 para formar el sistema de ecuaciones:

$$111: u+v+w = \sqrt{3} * \cos 129^\circ \dots\dots\dots \text{Ec. (C.2)}$$

$$\bar{1}11: -u+v+w = \sqrt{3} * \cos 74^\circ \dots\dots\dots \text{Ec. (C.3)}$$

$$\bar{1}\bar{1}1: -u-v+w = \sqrt{3} * \cos 27^\circ \dots\dots\dots \text{Ec. (C.4)}$$

Resolviendo el sistema se tiene que la dirección de extrusión [uvw] es [0.866, -0.532, 0.226] \cong [1 $\bar{2}$ 4]

Por otra parte, para encontrar la orientación de ND se repite el proceso anterior considerando ahora los ángulos formados entre los polos y ND:

$$111: h+k+l = \sqrt{3} * \cos 33^\circ \dots\dots\dots \text{Ec. (C.5)}$$

$$\bar{1}11: -h+k+l = \sqrt{3} * \cos 50^\circ \dots\dots\dots\text{Ec. (C.6)}$$

$$\bar{1}\bar{1}1: -h-k+l = \sqrt{3} * \cos 62^\circ \dots\dots\dots\text{Ec. (C.7)}$$

Obteniendo que (hkl) es (0.169,0.150,1.132) \cong (781), por lo que se sabe que la orientación de los cristalitos en la figura C.1 es (hkl)[uvw] = (781)[$\bar{1}\bar{2}4$].

C. DESARROLLO DE MODELO ELÁSTICO DE ESFUERZOS PLANOS

Como se mencionó en la sección 2.7, la medición de esfuerzos mediante difracción de rayos X es, es decir, que la distribución de esfuerzos es descrita por los esfuerzos σ_1 y σ_2 que existen en el plano superficial y que no existen esfuerzos perpendiculares a la superficie, sin embargo se cuenta un componente normal a la superficie resultante de las contracciones explicadas mediante la relación de Poisson. De esta manera, la deformación es función del módulo de Young (E), el coeficiente de Poisson (ν) y los ángulos cosenos del vector deformación ($\alpha_1 = \cos\phi \sin\psi$ y $\alpha_2 = \sin\phi \sin\psi$) tal como se indica en la figura E.1:

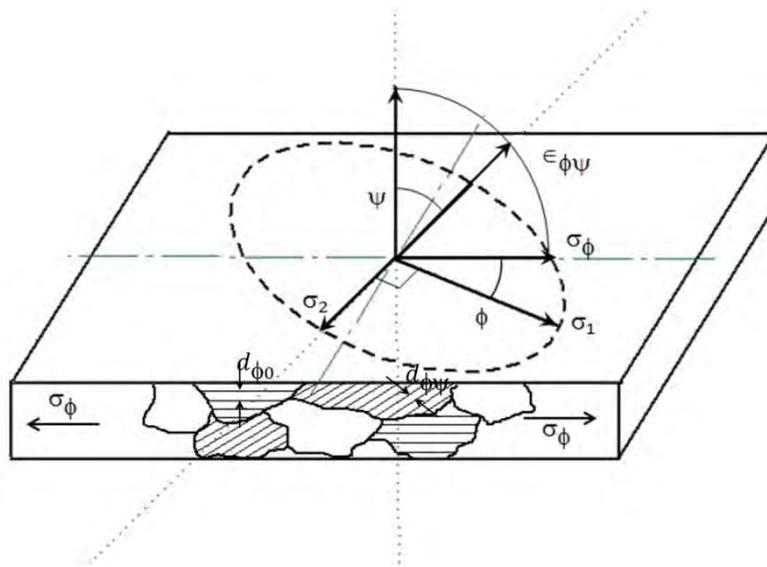


Figura C.1. Estado de esfuerzos en el modelo de esfuerzos planos.

Partiendo de la ley de Hooke se sabe que:

$$\sigma_y = E \varepsilon_y \dots\dots\dots \text{Ec. (E.1)}$$

Considerando que los esfuerzos aplicados generan deformación en direcciones transversales además de en la dirección principal y que la penetración en el material por difracción de rayos-X depende de la naturaleza del material, el ánodo empleado y ángulo de incidencia del haz en la muestra, es de pocos micrómetros a partir de la superficie teniendo una baja estadística y puede por lo tanto considerarse despreciable, se obtiene:

$$\varepsilon_x = \varepsilon_y = -\nu \varepsilon_z = \frac{-\nu \sigma_y}{E} \dots\dots\dots \text{Ec. (E.2)}$$

$$\varepsilon_z = -\nu (\varepsilon_x + \varepsilon_y) = \frac{-\nu}{E} (\sigma_x + \sigma_y) \dots\dots\dots \text{Ec. (E.3)}$$

Teniendo en cuenta la definición de deformación:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{\Delta d}{d_o} = \frac{d_{\psi\phi} - d_o}{d_o} \dots\dots\dots \text{Ec. (E.4)}$$

Obtenemos que:

$$\frac{d_{\psi\phi} - d_0}{d_0} = -\frac{\nu}{E}(\sigma_X + \sigma_Y) \dots\dots\dots\text{Ec. (E.5)}$$

La teoría de elasticidad para sólidos isotrópicos muestra la deformación a lo largo de una línea inclinada:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \left[\frac{1+\nu}{E} (\sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \sin^2 \phi) \sin^2 \psi \right] - \left[\frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \right] \dots\dots\dots\text{Ec. (E.6)}$$

Donde $\alpha_1 = \cos\phi \sin\psi$ y $\alpha_2 = \sin\phi \sin\psi$ son los ángulos cosenos del vector deformación:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \left[\frac{1+\nu}{E} (\sigma_1 \alpha_1^2 + \sigma_2 \alpha_2^2) \right] - \left[\frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) \right] \dots\dots\dots\text{Ec. (E.7)}$$

Sustituyendo y considerando que las constantes del material, ν y E , suelen variar significativamente su valor en una dirección determinada comparada con el valor de la propiedad mecánica de un volumen mayor de material se obtiene lo siguiente:

$$\frac{d_{\psi\phi} - d_0}{d_0} = \left[\left(\frac{1+\nu}{E} \right)_{(hkl)} \sigma_\phi \sin^2 \psi \right] - \left[\left(\frac{\nu}{E} \right)_{(hkl)} (\sigma_1 + \sigma_2) \right] \dots\dots\dots\text{Ec. (E.8)}$$

$$d_{\psi\phi} = \left[\left(\frac{1+\nu}{E} \right)_{(hkl)} \sigma_\phi d_0 \sin^2 \psi \right] - \left[\left(\frac{\nu}{E} \right)_{(hkl)} d_0 (\sigma_1 + \sigma_2) \right] + d_0 \dots\dots\dots\text{Ec. (E.9)}$$

Si se grafica la distancia interplanar versus el seno cuadrado de ψ se obtiene la pendiente de la siguiente manera:

$$\frac{\partial d_{\psi\phi}}{\partial \sin^2 \psi} = \left(\frac{1+\nu}{E} \right)_{(hkl)} \sigma_\phi d_0 \dots\dots\dots\text{Ec. (E.10)}$$

$$\sigma_\phi = \left(\frac{E}{1+\nu} \right)_{(hkl)} \frac{1}{d_0} \left(\frac{\partial d_{\psi\phi}}{\partial \sin^2 \psi} \right) \dots\dots\dots\text{Ec. (E.11)}$$

Debido a que el valor del espaciamiento interplanar en una red libre de esfuerzos, d_0 , suele ser un valor desconocido y a que el valor del módulo elástico es mucho mayor que la adición de los esfuerzos principales, el valor de $d_{\psi\phi}$ no difiere más de $\pm 1\%$ del valor de d_0 y puede ser empleado como una aproximación en el modelo:

$$\sigma_\phi = \left(\frac{E}{1+\nu} \right)_{(hkl)} \frac{1}{d_{\psi\phi}} \left(\frac{\partial d_{\psi\phi}}{\partial \sin^2 \psi} \right) \dots\dots\dots\text{Ec. (E.12)}$$

Los métodos más comunes para medición de esfuerzos residuales por difracción de Rayos-X se basan en la condición superficial de esfuerzos planos y en la relación entre el espaciamiento de red y los esfuerzos indicada en las ecuaciones anteriores. El método empleado en el presente trabajo es la técnica de $\sin^2\psi$ la cual involucra el cálculo del espaciamiento de red determinado para múltiples ángulos ψ y la recta resultante es ajustada por el método de mínimos cuadrados obteniendo el valor de esfuerzos de la pendiente de la línea con el mejor ajuste. La ventaja de dicho método en comparación con otros de uso común es que permite establecer la linealidad del espaciamiento interplanar como función del $\sin^2\psi$ demostrando que es posible la medición de esfuerzos residuales en la muestra de interés.

D. RESULTADOS DE MICRODUREZA

Tabla D.1. Resultados de microdureza Vickers para probetas en condición inicial y hasta 6 pasos de extrusión por ECAP.

N°	Distancia a partir de la pared interna (mm)	Valores de HV _{0,1} a distintos pasos de ECAP						
		0 Pasos	Paso 1	Paso 2	Paso 3	Paso 4	Paso 5	Paso 6
1	0,18	101,00	120,29	104,96	108,37	103,07	104,96	107,88
2	0,36	103,00	116,29	106,40	106,40	108,38	106,89	104,96
3	0,54	103,00	115,74	104,96	108,38	109,38	104,48	111,97
4	0,72	104,00	116,30	104,96	105,43	105,91	109,39	113,03
5	0,9	101,00	116,30	108,38	110,41	108,88	105,44	109,89
6	1,08	102,00	119,13	109,89	109,90	108,38	108,38	114,10
7	1,26	104,00	117,98	104,96	106,40	109,38	107,88	113,02
8	1,44	106,00	121,47	103,54	110,41	111,45	107,88	137,08
9	1,62	98,60	122,07	110,41	111,44	108,88	110,41	115,19
10	1,8	102,00	119,71	106,40	110,93	110,92	108,88	108,38
11	1,98	103,00	120,29	108,88	105,92	110,92	108,88	113,56
12	2,16	101,00	121,46	106,40	109,39	113,03	113,56	113,02
13	2,34	102,00	123,27	111,45	109,89	113,56	112,50	112,50
14	2,52	102,00	119,71	110,41	110,41	110,93	111,44	114,64
15	2,7	100,00	122,06	109,90	112,49	111,45	110,41	114,10
16	2,88	101,00	118,55	107,38	110,41	115,19	109,38	111,97
17	3,06	103,00	121,47	113,03	107,88	111,44	112,50	113,56
18	3,24	99,50	120,29	107,88	108,38	112,49	113,56	115,74
19	3,42	99,50	120,88	108,38	115,19	107,38	113,56	113,56
20	3,6	101,00	115,19	105,92	110,41	109,38	116,30	111,97
21	3,78	102,00	123,88	115,19	109,89	109,38	108,88	113,03
22	3,96	99,00	115,19	106,89	114,10	110,93	110,92	111,97
23	4,14	104,00	125,12	110,93	109,90	111,97	109,39	112,49
24	4,32	104,00	120,29	105,44	111,97	106,89	113,56	114,10
25	4,5	104,00	127,00	104,95	107,88	111,97	113,03	114,64
26	4,68	104,00	121,47	109,90	109,89	110,41	108,88	111,45
27	4,86	104,00	120,29	105,92	109,89	117,41	113,03	111,97
28	5,04	104,00	123,28	105,43	107,88	108,38	111,44	113,56
29	5,22	101,00	119,71	105,92	115,19	109,39	112,50	112,50
30	5,4	103,00	120,87	104,96	110,92	113,56	115,19	112,49
31	5,58	101,00	116,85	106,89	107,38	110,92	110,41	109,89
32	5,76	102,00	118,55	109,39	108,38	112,50	112,50	113,03
33	5,94	99,90	120,29	108,88	109,39	111,97	112,50	111,97
34	6,12	99,50	116,30	111,45	116,29	110,92	113,03	111,97
35	6,3	101,00	118,55	106,89	107,88	109,90	111,44	109,89
36	6,48	99,90	119,70	110,93	114,10	110,93	113,03	106,40

37	6,66	99,90	119,71	105,92	109,39	109,39	110,92	111,97
38	6,84	103,00	119,70	109,90	111,45	111,97	113,03	115,73
39	7,02	99,90	120,29	108,38	112,50	106,89	115,19	109,39
40	7,2	106,00	118,55	108,88	113,03	108,88	110,92	113,56
41	7,38	98,60	119,71	110,92	113,56	112,50	108,88	117,42
42	7,56	88,20	119,71	108,88	108,38	108,88	109,39	111,97
43	7,74	99,90	121,47	107,88	110,41	114,10	109,90	111,44
44	7,92	98,10	117,42	105,92	107,38	108,38	108,88	108,88
45	8,1	98,10	122,07	106,40	109,85	108,88	109,90	110,41
46	8,28	103,00	118,55	106,41	111,97	105,44	111,97	105,43
47	8,46	99,50	116,85	107,88	111,97	104,01	111,44	108,88
48	8,64	96,00	115,19	107,39	106,89	101,70	113,03	104,96
49	8,82	99,90	117,98	108,88	107,38	101,69	108,88	100,79
50	9	98,60	122,07	105,44	108,88	113,03	111,44	105,43
51	9,18	100,00	119,71	107,38	104,01	100,79	108,88	105,44
52	9,36	101,00	123,27	107,39	101,69	101,24	110,41	101,70
53	9,54	98,50	119,13	107,38	103,54	99,46	101,24	-
54	9,72	98,50	128,28	-	-	-	-	-
Promedio		101,03	119,92	107,84	109,65	109,34	110,58	111,63
Desviación estándar		2,79	2,78	2,37	2,93	3,78	2,83	5,05
Incremento porcentual con respecto al valor inicial		-	18,69	6,74	8,54	8,23	9,45	10,49

REFERENCIAS

1. P. Venkatachalam, S. Ramesh Kumar, B. Ravisankar, V. Thomas Paul, M. Vijayalakshmi. Effect of processing routes on microstructure and mechanical properties of 2014 Al alloy processed by equal channel angular pressing. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 20(2010) 1822–1828.
2. M.A. Rekik, K. Kassis, J. Masmoudi, S. Zghal, Y. Champion, N.Njah. Recovery of Industrial and Recycled Al-Cu Alloys Subjected to Severe Plastic Deformation. *Physics Procedia* 2 (2009) 1337–1342.
3. Z.F. Zhang, S.D. Wu, Y.J. Li, S.M. Liu, Z.G. Wang. Cyclic deformation and fatigue properties of Al–0.7 wt.%. *Materials Science and Engineering A* 412 (2005) 279–286. Cu alloy produced by equal channel angular pressing.
4. M. A. Rekik, A.Rebhi, N. Njah. The Effect Of Copper Addition On Microstructural; Parameters Of An Aluminium Alloy Processed By Equal Channel Angular Pressing. *Physics Procedia* 2 (2009) 1271–1279.
5. I. Sabirov, M. Yu. Murashkin, R. Z. Valiev. Nanostructured aluminium alloys produced by severed plastic deformation: new horizons in development. *Materials Science and engineering*. 560 (2013) 1-24.
6. Segal V . M., Reznikov, V. I., Dropyshevskiy, A. E., Kopylov, V. I. 1981. "Plastic working of metals by simple shear", *Russian Metall*, 1, pp 99-105.
7. R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science* 45 (2000) 103-189.
8. Furukawa, M., Horita, Z., Nemoto, M., Langdo, T. G., Achieving superplasticity at high strain rates using equal channel angular pressing, *Materials Science and Technology*, 16 (2000) 130-1336.
9. Ruslan Valiev. Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties. *Nature materials*. 511-516 (2004).
10. Y. T. Zhu, T. G. Langdon, R. S. Mishra, S.L. Semiatin, M. J. Saran, T. C. Lowe. *Ultrafine Grained Materials II*. The Minerals, Metals & Materials Society. 2002. USA.
11. C. Pithan, T. Hashimoto, M. Kawazoe, J. Nagahora, K. H. Higashi. Microstructure and texture evolution in ECAE processed A5056. *Materials Science and engineering*. 1 (2000) 62-68.
12. K. J. Kim, D. Y. Yang, J. W. Yoon. Microstructural evolution and its effect on mechanical properties of commercially pure aluminum deformed by ECAE (Equal Channel Angular Extrusion) via routes A and C. *Materials Science and engineering*. 29-30 (2010) 7927-7930.
13. Joon-Yeon Chang, Aidang Shan. Microstructure and mechanical properties of AlMgSi alloys after equal channel angular pressing at room temperature. *Materials Science and engineering: A*. 347 (2003) 165-170.
14. Georgy J. Raab, Ruslan Z. Valiev, Terry C. Lowe, Yuntian T. Zhu. Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP-Conform. *Materials Science and engineering*. 382 (2004) 30-34.
15. T. L. Tsai, P. L. Sun, P. W. Kao, C. P. Chang. Microstructure and tensile properties of a commercial 5052 aluminum alloy processed by equal channel angular extrusion. *Materials Science and engineering*. 342 (2003) 144-151.

16. Satyam Suwas, R. Arruffat Massion, L. S. Tóth, J. J. Fundenberger, B. Beausir. Evolution of texture during equal channel angular extrusion of commercially pure aluminum: Experiments and simulations. *Materials Science and engineering*. 1-2 (2009) 134-146.
17. K. J. Kim, D. Y. Yang, J. W. Yoon. Investigation of microstructure characteristics of commercially pure aluminum during equal channel angular extrusion. *Materials Science and engineering*. 1-2 (2008) 621-626.
18. C. Wu, C. p. Chang, p. w. Kao. The distribution of dislocation walls in the early processing stage of equal channel angular extrusion. *Materials Science and engineering*. 347 (2004) 196-203.
19. R. Lapovok, C. Loader, F. H. Dalla Torre, S. L. Semiatin. Microstructure evolution and fatigue behavior of 2124 aluminum processed by ECAE with back pressure. *Materials Science and engineering*. 1-2 (2006) 36-46.
20. M. W. Fu, Y.W. Tham, H. H. Hng, K. B. Lim. The grain refinement of Al-6061 via ECAE processing: deformation behavior, microstructure and property. *Metrials Science and Engineering: A*. 25 November 20009, pages 84-92.
21. Megumi Kawasaki, Zenji Horita, Terence G. Langdon. Microstructural evolution in high purity aluminum processed by ECAP. *Materials Science and engineering*. 1-2 (2009) 143-150.
22. J. R. Bowen, P. B. Prangnell, D. Juul Jensen, N. Hansen. Microstructural parameters and flow stress in Al-0.13% Mg deformed by ECAE processing. *Materials Science and engineering*. 387-389 (2004) 235-239.
23. A. P. Zhilyaev, D. L. Swisher, K. Oh-ishi, T. G. Langdon, T. R. McNelley. Microtexture and microstructure evolution during processing of pure aluminum by repetitive ECAP. *Materials Science and engineering*. 1-2 (2006) 137-148.
24. Cheng Xu, Zenji Horita, Terence G. Langdon. Microstructural evolution in an aluminum solid solution alloy processed by ECAP. *Materials Science and engineering*. 18 (2011) 6059-6065.
25. I. Gutierrez-Urrutia, M. A. Muñoz-Morris, D. G. Morris. The effect of coarse second-phase particles and fine precipitates on microstructure refinement and mechanical properties of severely deformed Al alloy. *Materials Science and engineering*. 394 (2005) 399-410.
26. I. Gutierrez-Urrutia, M. A. Muñoz-Morris, I. Puertas, C. Luis, D. G. Morris. Influence of processing temperature and die angle on the grain microstructure produced by severe deformation of an Al-7% Si alloy. *Materials Science and engineering*. 475 (2008) 268-278.
27. K. Regina Cardoso, M .A. Muñoz-Morris, K. Valdés León, D. G. Morris. Room and high temperature ECAP processing of Al-10%Si alloy. *Materials Science and engineering*. 587 (2013) 387-396.
28. W. Q. Cao, A. Godfrey, W. Liu, Q. Liu. EBSD study of the annealing behavior of aluminum deformed by equal channel angular processing. *Materials Science and engineering*. 1-2 (2003) 420-425.
29. S. Ferrase, V. W. Segal, F. Alford. Texture evolution during equal channel angular extrusion (ECAE): Part II. An effect of post-deformation annealing. *Materials Science and engineering*. 1-2 (2004) 235-244.
30. Nguyen Q. Chinh, Jenő Gubicza, Tomasz Czeppe, János Lendvai, Cheng Xu, Ruslan Z. Valiev, Terence G. Langdon. Developing a strategy for the processing of age-hardenable alloys by ECAP at room temperature. *Materials Science and engineering*. 1-2 (2009) 248-252.

31. Sandip Ghosh Chowdhury, Cheng Xu, Terence G. Langdon. Texture evolution in an aluminum alloy processed by ECAP with concurrent precipitate fragmentation. *Materials Science and Engineering A* 473 (2008) 219–225.
32. Altan, Burhanettin. Severe plastic deformation: toward bulk production of nanostructured materials. Nova Science. 2006. ISBN 1594545081.
33. Gonzalez Velazquez Jorge Luis. *Metalurgia Mecánica*. LIMUSA. México. 2003. Pág. 111-113.
34. Hardy y Heal, *Progress in Metal Physics*, 5, 1954, página 195.
35. Goodhew, Peter; Humphreys, John; Beanland, Richard. *Electron Microscopy and Analysis*. 3rd edition. Taylor and Francis. Londres, Inglaterra. 2001. ISBN 07484 0968 8.
36. Hauk, Viktor. *Structural and residual stress analysis by nondestructive methods*. Elsevier. 1997. ISBN 0 444 82476 6.
37. P. Höller, V. Hauk, G. Dobann, C. O. Ruud, R. E. Green. Preface to: *Nondestructive characterization of materials*. Springer-Verlag. 1988. ISBN-13-978-3-642-84005-0.
38. "Mechanical Metallurgy". Dieter, George. Mc Graw Hill. Londres. 1988. ISBN 0-07-084187-X.
39. Mohamed Ibrahim Abd El Aal, Nahed El Mahallawy, Farouk A. Shehata, Mohamed Abd El Hameed, Eun Yoo Yoon, Hyoung Seop Kim. Wear properties of ECAP-processed ultrafine grained Al–Cu alloys. *Materials Science and Engineering A* 527 (2010) 3726–3732.
40. Rodolfo Rodríguez Baracaldo, Josep Antonio Benito Páramo, José María Cabrera Marrero. Procesos de severa deformación plástica para obtener para obtener materiales de grano nanométricos y ultrafinos. *Ingeniería e investigación*. Vol. 27. 1 Abril 2007. 101-105.
41. V. Segal. Equal-Channel Angular Extrusion, Metalworking: Bulk Forming. Vol 14A. ASM Handbook. ASM International. 2005. p 528–536.
42. Segal V.M.: *Materials Science and Engineering A*, (1995), 197, pp. 157-164.
43. García de la Infanta. "Memoria para optar por el grado de doctor". Universidad Complutense de Madrid. Departamento de Física. Facultad de Física. 2009. ISBN: 978-84-669-3206-6. 34-56.
44. S. Qu a, X.H. An, H.J. Yang, C.X. Huang, G. Yang, Q.S. Zang, Z.G. Wang, S.D. Wua, Z.F. Zhang. Microstructural evolution and mechanical properties of Cu–Al alloys subjected to equal channel angular pressing. *Acta Materialia* 57 (2009) 1586–1601.
45. E. Prados, V. Sordi, M. Ferrante. Tensile behaviour of an Al–4 wt.%Cu alloy deformed by equal-channel angularpressing. *Materials Science and Engineering A* 503 (2009) 68–70.
46. Nahed El Mahallawy, Farouk A. Shehata, Mohamed Abd El Hameed, Mohamed Ibrahim Abd El Aal. Effect of Cu content and number of passes on evolution of microstructure and mechanical properties of ECAPed Al/Cu alloys. *Materials Science and Engineering A* 517 (235-239).
47. Xu Xiao-chang, Liu Zhi-yi, Li Yun-tao, Dang Peng, Zeng Su-min. Evolution of precipitates of Al-Cu alloy during equal-channel angular pressing at room temperature. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 18(2008).
48. Zhiyi Liua, Xu Chena, Xiangnan Hana, Yanxia Gu. The dissolution behavior of η' phase in Al–Cu binary alloy during equal channel angular pressing and multi-axial compression. *Materials Science and Engineering A* 527 (2010) 4300–4305.

49. Wenjie Huang, Zhiyi Liu, Mao Lin, Xuanwei Zhou, Lei Zhao, Ailin Ning, Sumin Zeng. Reprecipitation behavior in Al–Cu binary alloy after severe plastic deformation-induced dissolution of θ' particles. *Materials Science and Engineering A* 546 (2012) 26– 33.
50. Katia Regina Cardoso, Dilermando Nagle Travessa, Alberto Moreira Jorge Junior, Walter José Botta. Microstructure evolution of AA7050 Al alloy during Equal-Channel Angular Pressing. *Materials Research* (2012) 1439-1516.
51. Wenjie Huang, Zhiyi Liu, Linyan Xia, Peng Xia, Sumin Zeng. Severe plastic deformation-induced dissolution of θ' particles in Al–Cu binary alloy and subsequent nature aging behavior. *Materials Science & Engineering A* 556 (2012) 801–806.
52. Randle Valerie, Engler Olaf. *Introduction to texture analysis*. 2nd edition. CRC Press. USA. 2010. ISBN: 978-1-4200-6365-3.
53. 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". *Materials Science and Engineering A*. Vol. 546 (26-33) 2012.
54. Z. Liu, S. Bai, X. Zhou and Y. Gu. "On strain induced dissolution of θ' and θ particles in Al-Cu binary alloy during equal channel angular pressing". *Materials Science and Engineering A*. Vol. 528, N° 6 (2217-2222) 2011.
55. Li, Saiyi, R. Donohue, Brendan, R. Kalidindi, Surya. "A crystal plasticity finite element analysis of cross-grain deformation heterogeneity in equal channel angular extrusion and its implications for texture evolution". *Materials Science and Engineering A*. 2007.
56. Z. Valiev, Ruslan. "Paradoxes of severe plastic deformation". *Advanced engineering materials*. 2003, 5, No. 5.
57. W. Skrotzi, A. Eschke, B. Jóni, T. Ungár, L. S. Tóth, Y. Ivanisenko and L. Kurmanaeva. "New experimental insight into the mechanisms of nanoplasticity". *Acta Materialia*. Vol. 61. 19 (7271-7284) 2013.
58. A. A. Tohidi, M. Ketabchi and A. Hasannia. "Nanograined Ti-Nb microalloy steel achieved by cumulative roll bonding (ARB) process". *Materials Science and Engineering A*. 577 (43-47) 2013.
59. M. A. Meyers, A. Mishra and D. J. Benson. "Mechanical properties of nanocrystalline materials". *Prog. Materials Science*. Vol. 51, N° 4, (427-556) 2006.
60. L. I. Saiyi, J. Beyerlein, D. J. Alexander, S. C. Vogel. *Acta Materialia*. 53 (2005) 2111-2125.
61. A. Gholinia, P. B. Prangnell, M. V. Markushev, *Acta Materialia*. 48 (2000) 1115-1130.
62. ASM Handbook. *Mechanical testing and evaluation*. Vol. 8. ASM International. 2000. 2235 pag.
63. Hayden, Wayne; Moffatt, William G.; John, Wulff. *Propiedades Mecánicas*. LIMUSA. 1982. ISBN 968-18-0517-8.
64. Meyers, André; Chawla, Krishan. *Mechanical Behavior of materials*. 2nd edition. CAMBRIDGE. 2009. ISBN-13 978-0-521-86675-0.
65. Hosford, William. *Mechanical Behavior of materials*. 2nd edition. CAMBRIDGE. 2005. ISBN-10 0-521-84670-6.
66. Liang Wu, Grigoreta M. Stoica, Hao-Hsiang Liao, Sean R. Agnew, E. Andrew Payzant, Gongyao Wang, Douglas E. Fielden, Lijia Chen, and Peter K. Liaw. *Fatigue-Property Enhancement of Magnesium Alloy, AZ31B, through Equal-Channel-Angular Pressing*. The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International 2007. DOI: 10.1007/s11661-007-9123-8.

67. B. Huarte, C. J. Luis, I. Puertas, J. León, R. Luri. Optical and mechanical properties of an Al-Mg alloy processed by ECAE.
68. Zachary S. Levin, K. Ted Hartwig. Hardness and microstructure of tungsten heavy alloy subjected to severe plastic deformation and post-processing heat treatment. *Materials Science and Engineering: A*. 21 May 2015, 94-101.
69. R. F. Need, D.J. Alexander, R. D. Field, V. Livescu, P. Papin, C. A. Swenson, D. B. Mutnick. The effects of equal channel angular extrusion on the mechanical and electrical properties of alumina dispersion-strengthened copper alloys. *Materials Science and Engineering: A*. 10 March 2013, 450-458.
70. A. Nassef, S. Samy, W. H. El Garaihy. Enhancement of Mechanical Properties for Al-Mg-Si Alloy Using Equal Channel Angular Pressing. *Materials and Metallurgical Engineering Vol:9, No:1*, 2015.
71. Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials. E92-16. ASTM International.
72. Reyes Ruiz, Carlos Arturo. "Estudio microestructural y mecánico de una aleación de aluminio 6061-T6 sometida a un proceso de extrusión angular en canal de sección constante (ECAP)". UNAM. México. Agosto 2016.
73. ASM Handbook. Forming and forging. Vol. 14. ASM International. 2000.
74. Purcek, Gencaga; Saray, Onur; Karaman, Ibrahim; Kucukomeroglu, Tevfik. "Effect of severe plastic deformation on tensile properties and impact toughness of two-phase Zn-40Al alloy". *Materials Science and Engineering A*. 490 (2008) 403-410.
75. J.L. Lebrun. Détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X. Deuxième partie: Cas spécifiques. Version 2001. SERAM. Chapitre I.