



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

**ESTUDIO MICROESTRUCTURAL Y MECÁNICO DE LA
ALEACIÓN DE ALUMINIO 6061 PROCESADO POR
CORRUGADO Y PLANCHADO (RCS)**

TESIS

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

PRESENTA:

ING. SERGIO ALBERTO ELIZALDE HUITRÓN

TUTOR PRINCIPAL:

DR. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ REYES
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

COMITÉ TUTOR:

DR. ARMANDO ORTIZ PRADO
FACULTAD DE INGENIERÍA
DR. JOSÉ ALEJANDRO GARCÍA HINOJOSA
FACULTAD DE QUÍMICA

CIUDAD DE MÉXICO AGOSTO DEL 2018



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.

A mis padres por siempre darme su apoyo incondicional durante toda mi vida.

A mi tutor principal, el Dr. José Gonzalo González Reyes por siempre apoyarme en la trayectoria académica, despertar la curiosidad y reflexión científica, dando siempre consejos de la vida e inspirándome a ser un gran investigador y persona como él.

A los miembros de mi comité tutor, el Dr. Armando Ortiz Prado y el Dr. José Alejandro García Hinojosa por su apoyo y disposición.

Al Dr. José María Cabrera de la Universidad Politécnica de Cataluña, Barcelona, España, por el recibimiento en la estancia de investigación, por todo su apoyo y conocimiento compartido.

Al Dr. Chedly Braham, del Laboratoire Procédés et Mécanique et Matériaux ENSAM, París, Francia, por el recibimiento y ayuda en su laboratorio.

A los técnicos del IIM: M. C. Adriana Tejeda Cruz, Dr. Omar Novelo Peralta, Ing. Carlos Flores Morales, M.C Eliezer Hernández y Fis. Josué Romero.

Al equipo de la Universidad Politécnica de Cataluña: Casimir Casas, Jesica Calvo y Kim.

A mis amigos de Barcelona que hicieron de mi estancia de investigación una experiencia inolvidable: Ana, Daniel, Humberto, Carlos y Marco.

A mis amigos por su apoyo durante esta etapa de mi vida: Diana Juárez, Jenifer Salazar, Liliana Romero y Andrés Trani.

Al CONACYT por la beca de maestría otorgada.

Índice General

Agradecimientos.....	ii
Índice General.....	iii
Índice de figuras.....	v
Índice de tablas.....	ix
Abreviaturas.....	x
Resumen.....	xi
Abstract.....	xiii
Introducción.....	1
1. Antecedentes.....	4
1.1 El aluminio.....	4
1.1.1 Clasificación.....	4
1.2 Mecanismos de endurecimiento.....	6
1.2.1 Endurecimiento por solución sólida.....	6
1.2.2 Endurecimiento por tamaño de grano.....	6
1.2.3 Endurecimiento por deformación.....	7
1.2.4 Endurecimiento por precipitados.....	7
1.3 Endurecimiento de aleaciones Al-Mg-Si.....	8
1.4 Recristalización.....	9
1.5 Deformación plástica severa (SPD).....	11
1.5.1 Proceso de corrugado planchado (RSC).....	12
1.5.2 Comparación entre procesos de deformación plástica en láminas (RCS, CGP).....	15
1.5.3 Deformación plástica severa en la aleación 6061.....	16
2. Desarrollo experimental.....	18
2.1 El material.....	18
2.2 Tratamientos térmicos.....	19
2.3 Diseño del dado para corrugado planchado.....	20
2.4 Modelado mediante análisis de elemento finito.....	21
2.5 Ensayos de corrugado planchado.....	23
2.6 Ensayo de microdureza Vickers.....	24
2.7 Ensayos de tensión.....	26
2.8 Difracción de rayos X.....	27

2.9 Orientación cristalográfica.....	31
2.9.1 Descripción de la orientación cristalográfica.....	32
2.9.2 Evolución de macrotextura.....	33
2.9.3 Evolución de microtextura.....	35
2.10 Microscopía electrónica de transmisión.....	37
2.11 Efecto de la temperatura y velocidad de deformación.....	39
2.12 Estudio de límite de conformado.....	42
3. Resultados y discusión.....	48
3.1 Proceso de corrugado planchado.....	48
3.2 Modelado mediante análisis de elemento finito.....	49
3.2.1 Análisis de la deformación.....	49
3.3 Etapa de validación.....	51
3.3.1 Ensayo de microdureza Vickers.....	51
3.3.2 Ensayos de tensión.....	54
3.4 Caracterización microestructural.....	57
3.4.1 Difracción de rayos X.....	57
3.4.2 Macrotextura.....	61
3.4.3 Microtextura.....	64
3.4.4 Microscopía electrónica de transmisión.....	69
3.5 Evaluación de aplicación.....	71
3.5.1 Efecto de la temperatura y velocidad de deformación.....	71
3.5.2 Límite de conformado.....	73
4. Conclusiones.....	77
5. Referencias bibliográficas.....	79

Índice de Figuras.

Figura 1.1 Geometrías de dados para proceso de corrugado planchado.

Figura 1.2 Distribución de deformación durante el proceso de corrugado planchado empleando un dado acanalado.

Figura 1.3 Efecto del radio del dado y espesor de lámina en la deformación.

Figura 1.4 Proceso de CGP

Figura 2.1 Condiciones de tratamientos térmicos aplicados en las condiciones Pre-RCS y Post-RCS

Figura 2.2 Especificaciones geométricas del dado piramidal para RCS.

Figura 2.3 Rotación de 90° de dado piramidal.

Figura 2.4 Geometría equivalente de dado piramidal para simulación de la etapa de corrugado.

Figura 2.5 Geometría equivalente del aplanador para simulación de la etapa de planchado.

Figura 2.6 Simetría empleada en la lámina para reproducir un material de dimensiones infinitas.

Figura 2.6 Etapas del proceso RCS para completar un paso.

Figura 2.7 Etapas del proceso RCS para completar un paso.

Figura 2.8 Dado piramidal para proceso de RCS.

Figura 2.9 Ruta T: Ruta empleada para generar una deformación heterogénea en el proceso de RCS.

Figura 2.10 Durómetro modelo Shimadzu

Figura 2.11 Configuración utilizada para mapeo de microdureza.

Figura 2.12 Dimensiones de probetas para ensayos de tensión a temperatura ambiente.

Figura 2.13 Método convencional empleado para producir rayos X.

Figura 2.14 Cambio de posición y ancho de pico en un policristal.

Figura 2.15 Representación de las clasificaciones de componentes de textura.

Figura 2.16 Fenómeno de earing producido por un proceso de embutido.

Figura 2.17 Representación de ángulos de Euler de una estructura cubica a partir de un sistema de referencia general.

Figura 2.18 Orientación del plano (100) en una estructura cubica tomando un sistema de referencia externo mediante los ángulos α y β .

Figura 2.19 Proyección estereográfica de los planos de la familia $\{111\}$ de una estructura cubica.

Figura 2.20 Posición de muestras para la obtención de figuras de polos.

Figura 2.21 Área empleada para preparar muestras para EBSD.

Figura 2.22 Última etapa de preparación de muestra para TEM mediante FIB.

Figura 2.23 Dimensiones de probetas para ensayos de tensión a alta temperatura.

Figura 2.24 Máquina universal de ensayos Instron 5584.

Figura 2.25 Representación de ensayo Erichsen.

Figura 2.26 Geometrías empleadas para generar diferentes estados de deformación en un ensayo Erichsen.

Figura 2.27 Descripción de zonas en un diagrama de límite de conformado.

Figura. 2.28 Prensa de doble actuador, CTM Barcelona.

Figura. 2.29 Dimensiones de probetas maquinadas para ensayos Erichsen.

Figura. 2.30 Probetas marcadas para cálculo de deformación mediante software de correlación de imagen.

Figura. 3.1 Láminas procesadas por RCS de uno a cuatro pasos.

Figura. 3.2 Distribución de deformación plástica equivalente a través del proceso de RCS desde un paso hasta cuatro pasos.

Figure 3.3 Evolución de microdureza Vickers a través del proceso de RCS en la condición Pre-RCS.

Figura. 3.4 Comparación de la evolución de microdureza Vickers a través del proceso de RCS en la condición Pre-RCS antes y después del tratamiento térmico de envejecido.

Figura. 3.5 Comparación entre la distribución de dureza a través del proceso RCS.

Figura 3.6 Comparación entre mapeo de dureza y la deformación plástica equivalente calculada mediante FEM para un paso.

Figure 3.7 Evolución de resistencia a la fluencia y ductilidad en la condición Pre-RCS.

Figura. 3.8 Evolución de resistencia a la fluencia y ductilidad en la condición Pre-RCS.

Figura. 3.9 Comparación de la evolución de la resistencia y ductilidad entre las condiciones Pre-RCS y Post-RCS.

Figura 3.10 Evolución de curvas esfuerzo deformación a través del proceso para las condiciones Pre-RCS y Post-RCS.

Figura. 3.11 Difractogramas de rayos X en diferentes pasadas del proceso RCS.

Figura. 3.12 Comparación de difractogramas entre condición inicial y cuatro pasadas para análisis de precipitados presentes en la aleación.

Figura. 3.13 Comparación de ancho pico para el plano (400) entre la condición de máxima dureza y cuatro pasadas.

Figura 3.14 Gráficas Williamson-Hall para diferentes pasadas de RCS.

Figura 3.15 Figuras de polos experimentales para comparación de la evolución de Macrotextura a través del proceso RCS.

Figura. 3.16 Figuras de polos calculadas para comparación de la evolución de Macrotextura a través del proceso RCS.

Figura. 3.17 Figuras de polos inversas para el análisis del cambio de orientación respecto a un sistema de referencia externo obtenidas mediante DRX.

Figura. 3.18 Secciones de ODF's a 45, 65 y 90° para las condiciones de T6 y 4P.

Figura. 3.19 Secciones de ODF's a 45, 65 y 90° para textura tipo S con las componentes (1 2 3) [6 3 -4].

Figura. 3.20 Mapa de EBSD para las condiciones de T6 y 1P con límites de subgranos ($5^\circ < \theta < 15^\circ$) de plateado y de grano ($\theta \geq 15^\circ$) en negro.

Figura. 3.21 Mapa de EBSD para las condiciones de 1P, 2P y 4P con límites de subgranos ($5^\circ < \theta < 15^\circ$) de plateado y de grano ($\theta \geq 15^\circ$) en negro.

Figura. 3.22 Figura de polos en la dirección (010) para las condiciones de T6, 1P, 2P y 4P.

Figura. 3.23 Distribución de tamaño de grano y desorientación para las condiciones T6, 1P, 2P y 4P.

Figura. 3.24 Micrografías de TEM y patrones de difracción de electrones para la condición T6 y 4P.

Figura. 3.25 Micrografías de HRTEM de la condición de 4P para el análisis de desorientación de la subestructura.

Figura 3.26 Sensibilidad a la velocidad de deformación a altas temperaturas $>0.5T_f$ para la condición de 1P.

Figura 3.27 Sensibilidad a la velocidad de deformación a altas temperaturas $>0.5T_f$ para la condición de 2P.

Figura 3.28 Sensibilidad a la velocidad de deformación a altas temperaturas $>0.5T_f$ para la condición de 1P.

Figura 3.29 Sensibilidad a la velocidad de deformación a altas temperaturas $>0.5T_f$ para la condición de 2P.

Figura 3.30 FLD y FLC para la condición T6.

Figura 3.31 FLD y FLC para la condición de 1P.

Figura 3.32 FLD y FLC para la condición de 2P.

Figure 3.33 Comparación de FLD entre diferentes aleaciones de aluminio y la aleación 6061 procesada por 1 y 2 pasos.

Índice de Tablas.

Tabla 1.1 Designación de aleaciones forjadas de aluminio.

Tabla 1.2 Designación de temple para aleaciones endurecibles por deformación.

Tabla 1.3 Designación de temple para aleaciones endurecibles por tratamiento térmico.

Tabla 2.1 Composición química de la aleación 6061.

Tabla 2.2 Reducciones en laminado.

Tabla 2.3 Metodología de preparación de muestras para EBSD.

Tabla 3.1 Comparación de Microdureza Vickers de diferentes procesos de SPD.

Tabla 3.2 Coeficientes de ajuste y evolución de parámetro de red a través del proceso RCS.

Tabla 3.3 Valores de microdeformación y tamaño de dominio cristalino por Williamson-Hall.

Tabla 3.4 Tabla de propiedades mecánicas de aleaciones de aluminio.

Abreviaturas

SPD	Deformación plástica severa.
ECAP	Extrusión en canal angular de sección constante.
HPT	Torsión a alta presión.
ARB	Colaminado acumulativo.
RCS	Corrugado y planchado.
FEM	Método de elemento finito.
GPx	Zona de Guinier-Preston
Pre-RCS	Condición con tratamiento de envejecido previo al proceso de RCS.
Post-RCS	Condición con tratamiento de envejecido posterior al proceso de RCS.
UFG	Tamaño de grano ultrafino.
SSS	Solución sólida sobresaturada.
FCC	Estructura cubica centrada en las caras.
CGP	Presión en canal restringido.
TCP	Presión en canal de tubo.
TEM	Microscopia electrónica de transmisión.
FIB	Haz de iones focalizado.
SEM	Microscopia electrónica de barrido.
EBSD	Difracción de electrones retrodispersados.
ND	Dirección normal.
RD	Dirección de laminado.
TD	Dirección transversal a la dirección de laminado.
ODF	Función de distribución de orientación
FLD	Diagrama de límite de conformado
FLC	Curva de límite de conformado
PEEQ	Deformación plástica equivalente.
IPF	Figura de polos inversa.
DRX	Difracción de rayos X
T _f	Temperatura de fusión del aluminio (660°C)
WH	Williamson-Hall

Resumen

El proceso de corrugado planchado (RCS por sus siglas en inglés) ha despertado gran interés debido a las mejoras en las propiedades mecánicas en materiales en forma de lámina. El proceso ha sido aplicado a diversos materiales, incluyendo el aluminio, cobre y acero. La posibilidad de escalar el proceso para aplicaciones industriales es una ventaja que presenta el proceso de RCS en comparación con otros procesos de deformación plástica severa. En el presente trabajo se presenta y discute la evolución de la microestructura y por lo tanto los cambios en las propiedades mecánicas debido al proceso de RCS aplicado en una aleación comercial de aluminio 6061. La aleación 6061 al ser endurecible por precipitación se puede procesar en diferentes condiciones. El proceso de deformación plástica severa se llevó a cabo en condición de máxima dureza (Pre-RCS) y en solución sólida con un envejecimiento posterior a la deformación (Post-RCS). Para caracterizar los cambios en la microestructura se realizaron estudios mediante difracción de rayos X, microscopía electrónica de transmisión (TEM por sus siglas en inglés) y difracción de electrones retrodispersados (EBSD por sus siglas en inglés).

El refinamiento de grano y el cambio en la orientación cristalográfica se estudiaron mediante difracción de rayos X y EBSD. Se relacionaron los cambios producidos en la microestructura con las propiedades mecánicas mediante el análisis de la distribución de la deformación haciendo mapeos de microdureza y comparando con simulaciones mediante análisis de elemento finito. Se realizaron ensayos de tracción uniaxial a diferentes temperaturas para evaluar las propiedades que afectan el conformado del material, así como los cambios en la resistencia y ductilidad. Finalmente se realizaron ensayos Erichsen para analizar una posible aplicación industrial del material procesado.

Siguiendo la ruta T del proceso RCS (en la cual se realizan giros de 180° en la lámina, entre cada paso del proceso), se logró procesar en ambas condiciones hasta cuatro pasadas a temperatura ambiente. Se obtuvo un valor máximo de dureza promedio de 147 HV para la condición de dos pasos Pre-RCS y un valor máximo de 120 HV en la condición Post-RCS en cuatro pasos. El valor máximo para la resistencia a la fluencia se encuentra igualmente en la condición de dos pasos de RCS con un valor de 385 MPa y una ductilidad de 3.44%. Se logró una distribución heterogénea de la deformación concordando en la zona de concentración de deformación en los mapeos de dureza y el modelo de elemento finito.

La fase estable de precipitados β no muestra un cambio a través del proceso, lo que indica que no se tienen cambios notables en los precipitados presentes debido a la deformación del proceso. Se obtuvo un incremento en función de los pasos del proceso en el ancho de pico correspondiente al plano (400), llegando a un ancho máximo para la condición de cuatro pasos. Lo que indica un aumento en la micro-deformación y una reducción del tamaño en el dominio cristalino. Mediante micrografías obtenidas por EBSD y TEM se corrobora el refinamiento de grano, pasando de un diámetro de grano promedio de $\sim 17\mu\text{m}$ a subestructura del orden nanómetros $\sim 50\text{ nm}$.

La textura inicial se mantiene estable a lo largo del proceso en una componente (001)[100] tipo cubo, mostrando ligeros cambios en intensidad y rotación con respecto al sistema de referencia externo.

El coeficiente de la sensibilidad a la velocidad de deformación llega a un valor máximo de $m \sim 0.35$ a 300°C en la condición de dos pasos Pre-RCS, indicando que existe un cambio en el mecanismo de deformación debido a la reducción del tamaño de grano. Finalmente, el material procesado por un paso Pre-RCS presenta un límite de conformado similar a otras aleaciones de aluminio, con la ventaja de tener una mayor resistencia, siendo factible una aplicación industrial para esta condición.

Abstract

The process of corrugated and straightening RCS has shown a great interest due to improvements in the mechanical properties of materials in sheet form. The process has been applied successfully to various materials, including aluminum, copper, and steel. The possibility of scaling the process for industrial applications is an advantage that presents the RCS process in comparison with other processes of severe plastic deformation. In this investigation, the evolution of the microstructure and mechanical properties due to the RCS process applied in a commercial aluminum alloy 6061 are presented. The 6061 alloy increases their strength by precipitation hardening. Therefore it can be processed under different conditions. The process RCS was carried out in maximum hardness condition T6 (Pre-RCS) and in solid solution condition with post-deformation aging (Post-RCS). The microstructure was studied by X-ray diffraction, transmission electron microscopy (TEM) and backscattered electron diffraction (EBSD) to analyze the evolution in the microstructure.

Grain refinement and the evolution in crystallographic orientation was studied by X-ray diffraction and EBSD. The changes produced in the microstructure were related with the mechanical properties by the analysis of the deformation distribution by microhardness mapping and comparing them with the simulations by the finite element method. Uniaxial tensile tests were carried out at different temperatures to evaluate the properties that affect the formability of the material, as well as the changes in the resistance and ductility. Finally, Erichsen tests were carried out to analyze a possible industrial application of the processed material.

Following the route T of the RCS process (turning the sheet 180° between each RCS pass), the material in both conditions can successfully be processed up to four passes at room temperature. A maximum average hardness value of 147 HV was obtained for the two passes Pre-RCS condition, and a maximum value of 120 HV for the four passes Post-RCS condition. The maximum value for the yield strength was also found for two RCS passes, showing a value of 385 MPa and a ductility of 3.44%. A heterogeneous distribution of the deformation was achieved by agreeing in the zone of deformation concentration in the hardness maps and the finite element model.

The stable phase of precipitates β didn't show a significant change during the process, indicating that there were no changes in the precipitates due to the deformation of the process. The peak with that corresponds to the plane (400) has shown an increase in the function of the RCS passes, reaching a maximum width in four RCS passes. The last indicates an increase in the micro-deformation and a reduction in size in the crystalline domain. EBSD and TEM micrographs corroborate the refinement of grain, evolving from several micron $\sim 17\mu m$ in average diameter to a substructure of some nanometers ~ 50 nm.

The initial texture remains stable throughout the process near to (001) [100] cube component, showing slight changes in intensity and rotation according to the external reference system.

The strain rate sensitivity reaches a maximum value of $m \sim 0.35$ at 300°C in the condition of two passes in Pre-RCS, indicating that there is a change in the deformation mechanism due to grain size refinement. Finally, the material processed by one RCS pass in Pre-RCS condition, presents a forming limit similar to other aluminum alloys, with the advantage of having a higher strength, being feasible for an industrial application in this condition.

Introducción

La aleación de aluminio 6061 es una aleación que contiene como principales elementos aleantes magnesio y silicio. Se emplea en industrias como la aeronáutica y automotriz, así como para formación de recipientes a presión, debido a sus propiedades mecánicas, buena resistencia a la corrosión y baja densidad [1].

La aleación puede ser endurecida por un proceso de precipitación ya que el principal factor que aumenta la resistencia de este material es la formación de precipitados en la fase β'' con composición Mg_5Si_6 [1].

Para mejorar la resistencia de aleaciones metálicas, se han propuesto otras alternativas como los procesos de deformación plástica severa (SPD, por sus siglas en inglés). Actualmente existen diferentes tipos de procesos de SPD que logran un refinamiento de grano considerable y mejoran ciertas propiedades mecánicas. Los procesos de SPD más comunes son: extrusión por canal angular de sección constante (ECAP por sus siglas en inglés), torsión a alta presión (HPT por sus siglas en inglés), colaminado acumulativo (ARB por sus siglas en inglés), corrugado planchado (RCS por sus siglas en inglés), entre otros [2,3].

En dichos procesos de SPD, las geometrías de los materiales procesados pueden tener forma de barra o lámina principalmente. Debido a las aplicaciones antes mencionadas en la aleación 6061, es de gran interés la mejora en las propiedades mecánicas en materiales con forma de lámina, por lo que se propone la aplicación del proceso corrugado planchado RCS al ser un proceso que se aplica en dicha geometría [3].

El proceso de deformación plástica severa por corrugado planchado RCS ha reportado un incremento en las propiedades mecánicas y un refinamiento de grano considerable, llegando a nanoestructurar el material [4]. Por otro lado, se conoce que la mayoría de los materiales nanoestructurados tienen propiedades mecánicas interesantes incluyendo alta resistencia, buena ductilidad, alta tenacidad y superplasticidad a bajas temperaturas [5].

Mediante el análisis numérico por el método de elemento finito (FEM por sus siglas en inglés) se ha logrado evaluar la factibilidad e innovación de los procesos de SPD. Posteriormente para validar los resultados obtenidos del análisis numérico se realizan observaciones de la microestructura y análisis de distribución de dureza, relacionándolos con la deformación plástica equivalente y resistencia mecánica [6].

En su mayoría el diseño de los dados para el proceso de corrugado planchado RCS que ha sido reportado, busca generar una deformación homogénea en el material, por lo que explorar los efectos de una deformación heterogénea sigue siendo una incógnita en el proceso. Obtener microestructuras con una distribución heterogénea del tamaño de grano ha generado un gran interés debido a la combinación de propiedades mecánicas que se pueden lograr. Otro aspecto interesante que aún no ha sido estudiado es la evolución de textura en el proceso, esto es importante debido a la relación que existe entre la textura del material y el conformado de materiales en forma de lámina. Finalmente, es importante evaluar una posible aplicación del material mediante diagramas de límite de conformado, lo cual ha sido poco estudiado en materiales procesados por técnicas de deformación plástica severa.

Para el presente trabajo se ha definido el siguiente objetivo principal:

- Determinar el efecto del proceso corrugado planchado sobre la microestructura en la aleación Al-6061, comparando entre las condiciones de envejecido Pre-RCS y Post-RCS, mediante la caracterización mecánica y microestructural

Y los siguientes objetivos específicos:

- Analizar la distribución de deformación plástica equivalente a lo largo de la superficie del material, mediante análisis de elemento finito.
- Analizar los cambios en las propiedades mecánicas en función de los pasos del proceso y validar qué condición de tratamiento térmico es más favorable para mejorar dichas propiedades, esto mediante ensayos de tensión y microdureza Vickers.
- Comparar la distribución de deformación obtenida mediante simulación por elemento finito con la distribución de dureza mediante mapeos de microdureza Vickers.
- Evaluar la evolución de la textura en la aleación a través del proceso de RCS mediante figuras de polo y electrones retrodispersados (EBSD por sus siglas en inglés)
- Estudiar el comportamiento plástico a diferentes velocidades de deformación para analizar el impacto del tamaño de grano en el mecanismo de deformación.
- Evaluar una posible aplicación del material mediante ensayos de conformado.

En base a los objetivos propuestos y el problema de la investigación se plantea la siguiente hipótesis:

La distribución heterogénea de la deformación en el proceso de corrugado planchado, en conjunto con los tratamientos térmicos de envejecido, deben mejorar la resistencia mecánica de la aleación 6061, mediante el refinamiento de grano en zonas localizadas. El material procesado debería mantener un grado aceptable de ductilidad para al menos el primer paso y presentar un límite de conformado similar a otras aleaciones de aluminio endurecibles por precipitación, lo que implica que el material podría tener una posible aplicación industrial.

El presente trabajo se ha clasificado en cuatro secciones. En la primera sección se plasman los conceptos necesarios para la comprensión del tema, comenzando por una breve explicación de la clasificación de las aleaciones de aluminio, los principales mecanismos de endurecimiento que se presentan en éstas y los procesos de deformación plástica severa, particularmente la técnica de corrugado planchado.

En la segunda sección se presenta la metodología empleada para llevar a cabo el proceso de RCS, especificando los parámetros de las diferentes técnicas de caracterización empleadas, así como una breve descripción de dichas técnicas con la finalidad de mejorar la comprensión del trabajo realizado.

En la tercera sección se presentan los resultados obtenidos junto con la discusión correspondiente, comenzando con una descripción de los logros en el proceso de corrugado planchado (RCS), posteriormente un análisis de la distribución de la deformación plástica en el material mediante simulaciones por elemento finito mediante el software Abaqus®. Se sigue con una validación de las condiciones mediante ensayos de tensión y microdureza para comparar que condición presenta mejores propiedades mecánicas y enfocar el estudio en dicha condición. Después se analiza el refinamiento de grano y microdeformaciones mediante difracción de rayos X.

Con la ayuda de refinamiento Rietveld se determina la contribución de las microdeformaciones y reducción de dominio cristalino. Se analiza la evolución de la textura a través del proceso mediante figuras de polo. Se confirma el refinamiento de grano de manera directa mediante microscopía electrónica de barrido y de transmisión. Por último, mediante el análisis de la sensibilidad a la velocidad de deformación y ensayos de conformado, se comparan los coeficientes obtenidos de las curvas esfuerzo deformación a diferentes velocidades y temperaturas como los diagramas de límite de conformado con otros materiales para evaluar una posible aplicación del material.

Finalmente, en la cuarta y última sección se presentan las conclusiones derivadas de la discusión de los resultados obtenidos del trabajo realizado, en las cuales es importante remarcar que el proceso de corrugado planchado logra una deformación heterogénea a lo largo de la superficie y un refinamiento de grano localizado. El proceso generó una mejora en las propiedades mecánicas tales como el esfuerzo de fluencia y la dureza. La condición de un paso con un tratamiento térmico de envejecido previo al proceso, resultó ser la condición con mejores propiedades en relación con resistencia, ductilidad y límite de conformado. Por último, se proponen posibles mejoras del proceso para futuras investigaciones.

1. Antecedentes

En el presente capítulo se facilitan los conceptos básicos para la comprensión del tema de investigación. Se comienza por una breve clasificación y aplicaciones de diferentes aleaciones de aluminio, así como características de las aleaciones de la serie 6xxx. Posteriormente se presentan los principios y características de los procesos de SPD, describiendo con mayor detalle el proceso de RCS.

1.1 El aluminio

Un aspecto fundamental en la aplicación de los materiales metálicos es la relación entre el peso y la resistencia, por lo que el aluminio despertó gran interés debido a que tiene un tercio de la densidad del acero, aun cuando las aleaciones de aluminio tienen propiedades mecánicas inferiores al acero, su resistencia específica es alta [7].

El aluminio se puede conformar fácilmente, tiene alta conductividad térmica y eléctrica, algunas de sus propiedades físicas incluyen una alta resistencia a la corrosión, ocasionada por la reacción con el oxígeno a temperatura ambiente produciendo una delgada capa de Al_2O_3 que protege el material base.

Una de las ventajas que presenta el aluminio es que reacciona fácilmente a los mecanismos de endurecimiento, mejorando así las propiedades mecánicas por medio de aleantes y/o procesos termo-mecánicos. Por otro lado, no muestra un verdadero límite de resistencia a la fatiga, al tener baja dureza se ve reflejado en poca resistencia al desgaste y por último sus aplicaciones se limitan a bajas temperaturas debido a su punto de fusión [7, 8,9].

1.1.1 Clasificación

Las aleaciones de aluminio se clasifican con base a su proceso de fabricación, las cuales pueden ser aleaciones forjadas o fundiciones. Las aleaciones forjadas se caracterizan porque reciben su forma mediante deformación plástica, generando microestructuras diferentes a las fundiciones. Existe una sub-clasificación dentro de cada grupo principal, la cual depende del tratamiento térmico que pueda recibir la aleación para aumentar su resistencia.

Los diferentes tipos de aleaciones se designan mediante un código de 4 dígitos acompañado de la designación de temple, que representa el grado de endurecimiento mediante tratamiento térmico o deformación. El primer dígito especifica los principales elementos aleantes, el segundo dígito muestra su modificación y los números restantes se refieren a la composición de Al específica de la aleación.

Tabla 1.1 Designación de aleaciones forjadas de aluminio [7].

1xxx	Al comercialmente puro (>99% Al)	No endurecible por envejecido
2xxx	Al-Cu y Al-Cu-Li	Endurecible por envejecido
3xxx	Al-Mn	No endurecible por envejecido
4xxx	Al-Si y Al-Mg-Si	Endurecible por envejecido si hay Mg
5xxx	Al-Mg	No endurecible por envejecido
6xxx	Al-Mg-Si	Endurecible por envejecido
7xxx	Al-Mg-Zn	Endurecible por envejecido
8xxx	Al-Li, Sn, Zr, o B	Endurecible por envejecido

Las aleaciones de las series 1xxx y 3xxx, generalmente presentan una sola fase con pequeñas inclusiones o compuestos intermetálicos, por lo que las propiedades mecánicas se deben controlar mediante deformación, solución sólida y/o tamaño de grano. La serie 5xxx contiene dos fases a temperatura ambiente, Mg con Al en solución sólida y Mg_2Al_3 , que al ser un compuesto intermetálico, genera una fina dispersión de precipitados no coherentes, por lo que no permite un endurecimiento por envejecido.

Tabla 1.2 Designación de temple para aleaciones endurecibles por deformación [7].

F	Como se fabricó, sin control sobre el endurecimiento por deformación
O	Recocido, recristalizado, resistencia mínima y mayor ductilidad
H1	Endurecido por deformación
H2	Endurecido por deformación y parcialmente recocido
H3	Endurecido por deformación y estabilizado
H112	Endurecido por deformación durante la fabricación (Sin control en la deformación)
H321	Endurecido por deformación durante la fabricación (Control en la deformación)

Las aleaciones 2xxx, 6xxx y 7xxx son endurecibles por envejecido debido a que pueden generar precipitados coherentes de Cu_xAl_y , Mg_xSi_y y $Al_xMg_yZn_z$ respectivamente. Para lograr un endurecimiento por envejecido, se realiza un tratamiento térmico de solubilizado, en el cual se enfría rápidamente desde una temperatura aproximadamente de 5 °C por debajo de la línea de solidus hasta temperatura ambiente. La composición de la solución sólida supersaturada puede ser predicha por el diagrama de fases en equilibrio del sistema. La descomposición de la solución sólida supersaturada genera diferentes fases en los precipitados, pasando por la fase coherente, semicoherente y finalmente la fase estable, incoherente. A dicha descomposición se le conoce como envejecido, el cual puede ser natural o artificial. Para designar la condición de dureza para las aleaciones endurecibles por tratamiento térmico se le da una designación de temple [9].

Tabla 1.3 Designación de temple para aleaciones endurecibles por tratamiento térmico [7].

W	Solución sólida
T1	Enfriado desde temperatura de fabricación y envejecido naturalmente hasta una condición estable
T2	Enfriado desde temperatura de fabricación, trabajado en frío y envejecido naturalmente hasta una condición estable
T3	Solución sólida, trabajado en frío y envejecido naturalmente hasta una condición estable
T4	Solución sólida y envejecido naturalmente hasta una condición estable.
T5	Enfriado desde temperatura de fabricación y envejecido artificialmente
T6	Solución sólida y envejecido artificialmente hasta la condición de máxima resistencia
T7	Solución sólida y estabilizada por exceso de envejecimiento
T8	Solución sólida, trabajado en frío y envejecido artificialmente.
T9	Solución sólida, envejecido artificialmente y trabajado en frío.
T10	Enfriado desde temperatura de fabricación, trabajado en frío y envejecido artificialmente

1.2 Mecanismos de endurecimiento

Una de las ventajas de los materiales policristalinos es la posibilidad de controlar las propiedades mecánicas y físicas mediante el aprovechamiento de fenómenos microestructurales. En general las propiedades de las diferentes aleaciones de aluminio se pueden incrementar por solución sólida, tamaño de grano, fronteras de grano, deformación, densidad de dislocaciones y precipitados [10].

1.2.1 Endurecimiento por solución sólida.

El incremento en la resistencia mecánica es producido por los elementos aleantes que pueden estar disueltos en la matriz. Los elementos en solución sólida producen una distorsión elástica en la red cristalina, actuando como una barrera para el movimiento de las dislocaciones. La diferencia en el tamaño atómico entre los átomos del soluto y el solvente es el factor principal que aumenta la resistencia en las aleaciones de aluminio endurecibles por solución sólida. El Cu y Mg son buenos solutos para este propósito debido a la combinación entre solubilidad y diferencia en tamaño atómico [9].

El grado de endurecimiento por solución sólida en metales está dada por la siguiente relación:

$$\sigma_{ss} = H C^n$$

Donde:

C es la concentración de átomos de soluto.

H y n son constantes que dependen del material.

Para materiales nanoestructurados mediante procesos de deformación plástica severa puede no cumplirse la relación debido a que se puede introducir un efecto de segregación de los átomos de soluto hacia las fronteras de grano [10].

1.2.2 Endurecimiento por tamaño de grano.

La relación entre la resistencia de materiales policristalinos y el tamaño promedio de grano esta descrita mediante la ecuación de Hall-Petch [9].

$$\sigma_{gs} = \sigma_o + k_y d^{-1/2}$$

Donde:

σ_{gs} es el esfuerzo de cedencia del material.

σ_o es el esfuerzo de Peierls o de fricción

k_y es la constante locking.

d es el tamaño de grano promedio

El esfuerzo de fricción se interpreta como el esfuerzo necesario para el movimiento de dislocaciones desbloqueadas, este término depende de la temperatura, deformación e impurezas de la aleación. La constante k_y juega un papel importante ya que representa la dificultad de deslizamiento de dislocaciones a través de las fronteras de grano. Si

comparamos el coeficiente k_y del aluminio con las aleaciones ferrosas que es cinco veces más grande, se puede concluir que el efecto del tamaño de grano no es muy significativo para aleaciones de aluminio. Sin embargo, se puede obtener un aumento considerable con tamaños de grano ultrafino (UFG por sus siglas en inglés) [9,11].

1.2.3 Endurecimiento por deformación.

El endurecimiento por deformación o también llamado *trabajo en frío* es un proceso importante aplicado en las industrias para endurecer materiales que no responden a tratamientos térmicos. El endurecimiento por deformación disminuye con la temperatura, esto debido a que el grado de endurecimiento se puede medir mediante la pendiente de la región plástica de la curva esfuerzo deformación del material, la cual disminuye su valor, incluso llegando a tener pendientes negativas conforme aumenta la temperatura.

El mecanismo de endurecimiento por deformación se atribuye a la interacción de dislocaciones con otras dislocaciones y con otras barreras que frenan su movimiento a través de la red cristalina. La deformación plástica al producir un incremento en las dislocaciones resulta en un estado de esfuerzos internos más altos.

Una gran deformación en frío implica la mutua obstrucción en el deslizamiento de las dislocaciones, esto puede ser por: (1) la interacción de los esfuerzos internos generados por las dislocaciones, (2) la penetración entre planos de deslizamiento, que resulta en la formación de escalones en las dislocaciones [11].

Para relacionar el cambio en la resistencia producida por el endurecimiento por deformación y la estructura se emplea la siguiente ecuación:

$$\sigma_{dis} = \sigma_i + \alpha Gb\rho^{1/2}$$

Donde:

σ_i es el esfuerzo de fricción, equivalente al descrito en la ecuación de Hall Petch

α es una constante dependiente del sistema cristalino generalmente con valores entre 0.3 y 0.6

G es el módulo de corte

b es el vector de Burgers

ρ es la densidad de dislocaciones

1.2.4 Endurecimiento por precipitados.

El endurecimiento por precipitación es un fenómeno explotado principalmente en las aleaciones de aluminio y cobre que presentan segundas fases. Este mecanismo de endurecimiento es producido por un tratamiento de solubilizado a altas temperaturas que es templado para generar que la segunda fase esté en una solución sólida sobresaturada. Debido a que la solubilidad del soluto en la matriz es muy baja, el soluto empieza a segregarse de la matriz formando aglomerados de átomos de las segundas fases. La formación de los precipitados en la matriz se genera en un cierto número de pasos conocidos como zonas de Guinier-Preston (GP).

La GP 1 se presenta después del temple, en esta zona los átomos de la segunda fase empiezan a juntarse, formando una fina dispersión de partículas coherentes con la matriz produciendo micro deformaciones en la red cristalina, debido a esto la resistencia aumenta [11]. Con un mayor tiempo de envejecido se presenta la GP 2 o β'' en la cual se sigue incrementando la dureza debido al crecimiento de las partículas coherentes a la matriz. Posteriormente se presenta la fase β' , siendo precipitados definidos de Mg_2Si coherentes con la matriz, a esta condición se le conoce como la de máxima dureza, esto debido al incremento del campo de deformación generado por el precipitado en la red cristalina [10,12].

Debido a que los precipitados que se generan en las aleaciones de la serie 6xxx son de tamaños mayores a 10 nm se puede utilizar la aproximación de Orowan para cuantificar el endurecimiento por precipitación usando la siguiente relación [10,12]:

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

Donde:

M es el factor de Taylor

G es el módulo de corte

b es el vector de Burgers

L es la distancia entre partículas

ν es el coeficiente de Poisson

D es el diámetro de las partículas

Las contribuciones de los diferentes mecanismos de endurecimiento en el cambio de la resistencia del material se pueden estimar mediante la superposición de estos, es decir.

$$\sigma_y = \sigma_0 + \sigma_{ss} + \sigma_{gs} + \sigma_{dis} + \sigma_{or}$$

Sin embargo, de los mecanismos antes mencionados se puede ver afectado el endurecimiento por solución sólida al intervenir con el mecanismo de endurecimiento por precipitación, por lo que se opta por aprovechar el mecanismo que tiene mayor incremento en las propiedades, que en el caso de la aleación 6061 es el mecanismo de endurecimiento por precipitación.

1.3 Endurecimiento de aleaciones Al-Mg-Si

El endurecimiento de las aleaciones de la serie 6xxx es principalmente por precipitación de partículas de tamaño nanométrico de Mg_5Si_6 [11]. El proceso para un óptimo endurecimiento comienza con una solución sólida sobresaturada (SSS por sus siglas en ingles) de los elementos aleantes dentro de la matriz de aluminio. La temperatura mínima a la que se lleva a cabo la solubilización está relacionada con la concentración de Mg y Si, la cual debe ser mayor a la temperatura del punto eutéctico. Existe una relación entre la temperatura a la que se realiza el solubilizado con las propiedades mecánicas, encontrando que la mejor temperatura para realizarlo en la aleación 6061 es a 530 °C [9,13].

Posteriormente al solubilizado se realiza un temple, este paso es crítico para el proceso de precipitación. Durante el temple la SSS y las vacancias se deben de mantener, por lo que es importante una alta velocidad de enfriamiento, en general entre mayor es la velocidad se obtienen mejores combinaciones entre resistencia, tenacidad y resistencia a la corrosión [9].

La fase de SSS del Mg y Si en el Al se descompone incluso a temperatura ambiente justo después del temple. En aleaciones con una relación de Mg:Si mayor a 1.73% se presenta una secuencia de precipitación que consiste en: Al SSS \rightarrow formación de aglomerados independientes de Si y Mg \rightarrow disolución de aglomerados de Mg \rightarrow formación de co-aglomerados Mg/Si \rightarrow zonas de Guinier-Preston (GP) $\rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta$ (Mg₂Si) [9,14].

La composición de las fases metaestables con una relación de Mg:Si diferente a 2% muestran un incremento progresivo en la concentración de Si. La condición de máxima dureza se obtiene en aleaciones con altas concentraciones de Si en la fase β'' . En la etapa de ablandamiento, se pasa a la fase semicoherente β' que es considerada estable.

La adición de Cu en concentraciones bajas mejora las propiedades de las aleaciones de la serie 6xxx, sin embargo, se requiere añadir Cr para contrarrestar el efecto negativo en la resistencia a la corrosión ocasionada por el Cu [14]. La secuencia de precipitación se ve modificada por la adición de Cu, induciendo la precipitación de precipitados metaestables L, C, S y Q' . Por lo tanto, la fase β' se designa como Q' cuando es enriquecida con Cu, que es la precursora de la fase estable Q . Por lo tanto, la secuencia de precipitación queda de la siguiente manera: SSSS \rightarrow zonas de Guinier-Preston (GP) $\rightarrow \beta'', L/S/C \rightarrow \beta', Q' \rightarrow \beta, Q$.

Una vez estabilizado el material en su mayoría con precipitados en la fase β'/Q' que corresponde a la de máxima dureza, se requiere explotar los diferentes mecanismos de endurecimiento para aumentar las propiedades mecánicas. Uno de los cuales puede ser mediante el aumento de dislocaciones mediante deformación plástica severa para posteriormente lograr un refinamiento de grano.

1.4 Recristalización

El aluminio es un material con alta energía de falla de apilamiento (250 mJ/m^2), por lo tanto, la deformación plástica es principalmente por el deslizamiento de dislocaciones. Al tener una estructura cubica centrada en las caras (FCC por sus siglas en inglés), los planos por los cuales se deslizan las dislocaciones son los de la familia $\{111\}$ en la dirección $\langle 110 \rangle$. Durante la deformación plástica el movimiento de las dislocaciones interacciona con los diferentes defectos que se puedan presentar en la red (vacancias, átomos intersticiales, átomos sustitucionales, dislocaciones, límites de grano, falla de apilamiento, partículas de una segunda fase, impurezas, etc.), siendo estos defectos los que frenan el movimiento de las dislocaciones [9].

Cuando un material policristalino es deformado plásticamente, se le aplica un trabajo externo, el cual es transformado en su mayoría en calor, sin embargo, una pequeña fracción de esa energía es almacenada en la red. La energía almacenada es en un 80-90% debida a la generación de las dislocaciones y el resto es debida a los distintos defectos en la red. La densidad de dislocaciones ρ y la energía almacenada aumentan con la deformación plástica [9,11].

El estado deformado con alta energía almacenada en la red es inestable, sin embargo, a baja temperatura la energía cinética de los átomos no es suficiente para cambiar a un estado más estable debido a que los defectos en la estructura siguen siendo mecánicamente estables. En el proceso de recuperación, la energía almacenada en la red se va liberando progresivamente debido a una activación térmica. La energía que se libera es causada por el reordenamiento o aniquilación de las dislocaciones.

El mecanismo en el que se basa la recuperación es la interacción de los campos elásticos entre las dislocaciones. Los factores principales que influyen son la distancia que existe entre las dislocaciones y el ángulo que se forma entre ellas. El acomodo generado por el equilibrio entre los campos elásticos de las dislocaciones forma las fronteras de grano de ángulo bajo. Las fronteras de grano de ángulo bajo dividen un grano deformado en diferentes regiones o subgranos. El proceso de formación de subgranos generados por la recuperación se llama *poligonización*.

El estado inestable debido a la alta densidad de dislocaciones puede generar un proceso de recristalización primaria en el cual la densidad se reduce a un valor de equilibrio. Por lo tanto, la recristalización primaria es el proceso en el que se genera una nueva microestructura con un equilibrio relativo en la concentración de defectos, principalmente en las dislocaciones. La recristalización primaria incluye la nucleación y crecimiento de los nuevos granos formados. El crecimiento de los nuevos granos está asociado con la migración de las fronteras de grano de alto ángulo. En el aluminio la temperatura de recristalización primaria no está fija, esta depende de la deformación aplicada al material, usualmente esta varía entre 200 – 300 °C dependiendo de la pureza o los elementos aleantes de la aleación, así como del grado de deformación.

La distribución de orientaciones generada durante la deformación es eliminada en la recristalización primaria, por lo tanto, se le conoce como *recristalización discontinua*. Sin embargo, durante el proceso de activación térmica o también conocido como recocido, puede haber otro tipo de recristalización, en el cual la estructura característica de la deformación puede ser modificada de diferente manera. Cuando el material sufre deformación plástica y la migración de las fronteras de grano es severamente obstruida, por ejemplo, por precipitados, únicamente se presenta una recuperación más drástica, en la cual las fronteras de grano de alto ángulo se forman por la coalescencia de los subgranos. A este proceso se le conoce como *recristalización continua*. La principal característica de la recristalización continua es que se genera una nueva microestructura con una baja densidad de dislocaciones sin cambiar la orientación de los granos de la matriz deformada.

Cuando el material es sometido a deformaciones muy grandes, la velocidad de multiplicación de dislocaciones puede llegar a disminuir, siendo afectado por un fenómeno de ablandamiento, este proceso se conoce como *recuperación dinámica*. El endurecimiento por deformación puede ser contrarrestado por el ablandamiento, el cual tiene un mayor impacto cuando la deformación se hace a altas temperaturas. En la recuperación dinámica la densidad de dislocaciones se reduce debido al escalamiento de dislocaciones, o un cambio de sistema de deslizamiento cruzado. Esto genera que las dislocaciones se disocian en dos dislocaciones parciales entre las cuales se genera una falla de apilamiento. El proceso de poligonización también puede aparecer en la recuperación dinámica.

Con el incremento de la temperatura a la cual se deforma el material, la tendencia a la recristalización aumenta continuamente debido a la activación térmica. Si la temperatura y la deformación son suficientemente altas, el proceso de recristalización puede ocurrir durante la deformación. A este tipo de recristalización se le conoce como *recristalización dinámica*. El efecto de ablandamiento producido durante la recristalización dinámica es inducido por la aniquilación de un gran número de dislocaciones o por el movimiento de las fronteras de grano de ángulo alto, lo que provoca una disminución en la resistencia mecánica una vez que ha alcanzado un punto máximo [9,15].

La recristalización dinámica, al igual que la recristalización primaria se puede presentar mediante dos mecanismos: la nucleación y crecimiento de granos y la transformación de subgranos en granos con fronteras de grano de ángulo alto. Al mecanismo de nucleación y crecimiento se le conoce como recristalización dinámica discontinua y al mecanismo de transformación de subgranos como recristalización dinámica continua. La recristalización dinámica discontinua se caracteriza por el ensanchamiento y subdivisión de subgranos durante la deformación. Mientras tanto la recristalización dinámica continua se caracteriza por la acumulación de dislocaciones en los límites de grano de ángulo bajo, los cuales se transforman en límites de grano de ángulo alto conforme se incrementa la deformación. La distribución de orientaciones que se generan después de la recristalización dinámica es generalmente la misma que la producida únicamente por el proceso de deformación [9,15,16].

1.5 Deformación plástica severa (SPD)

Las propiedades físicas y mecánicas de los materiales policristalinos están determinadas por varios factores, siendo el tamaño de grano uno de los más importantes. La resistencia mecánica es una de las propiedades relacionada con el tamaño de grano mediante la ecuación de Hall-Petch, que predice que se pueden obtener altas resistencias si se logra una gran reducción en el tamaño de grano, esto genero un gran interés por explorar el comportamiento de materiales con tamaños de grano ultrafino.

Existen dos formas de conseguir materiales con tamaños de grano ultrafino, la primera va de menor a mayor escala, es decir, se consolida el material mediante el ensamble atómico o por consolidación de nanopartículas. Algunos ejemplos de esta técnica son: (1) condensación en gases inertes, (2) electrodeposición, (3) molienda mecánica con una posterior consolidación. Una desventaja de esta técnica es el tamaño de la muestra que se puede lograr, el cual no es apropiado para aplicaciones estructurales a gran escala. En la segunda forma de conseguir materiales con tamaño de grano ultrafino, se parte de un material en bulto con tamaño de grano relativamente grande y se procesa el material aplicando una gran deformación [17].

Los materiales con tamaño de grano ultrafino se caracterizan por tener un tamaño de grano promedio menor a $\sim 1 \mu m$, así mismo, la distribución dentro del material debe ser relativamente homogénea y la mayoría de las fronteras de grano deben de ser de ángulo alto ($> 15^\circ$) [17]. Para lograr convertir un sólido de grano grueso en un material con granos ultrafinos es necesario imponer una gran deformación con la finalidad de introducir una alta densidad de dislocaciones, la cual genera una estructura de subgranos con tamaño micrométrico y submicrométrico dentro de los granos originales del material para posteriormente estas se reorganicen para formar una serie de límites de grano de ángulo alto

[17,18]. Se cree que el mecanismo responsable de este efecto es debido a las bandas de corte que se producen por la deformación plástica [18].

Así podemos definir que la deformación plástica severa es el proceso de conformado de materiales en bulto, en el cual se impone una gran deformación a temperaturas relativamente bajas ($<0.4 T_f K$) sin un cambio significativo en la sección transversal y obteniendo un alto grado de refinamiento de grano [17,10].

Los efectos causados por los procesos de deformación plástica severa incluyen un aumento en dureza y resistencia a la fluencia, ambos con tendencia a la saturación. En algunos casos se puede obtener una mayor ductilidad. Una estructura de grano ultrafino puede conducir a un comportamiento superplástico a temperaturas más bajas y también mayores tasas de deformación que para materiales superplásticos [18].

En la actualidad se han propuesto diferentes técnicas de deformación plástica severa, de las más comunes podemos mencionar: (1) extrusión por canal angular de sección constante (ECAP por sus siglas en inglés), (2) torsión a alta presión (HPT por sus siglas en inglés), (3) tube channel pressing (TCP), (4) colaminado acumulativo (ARB por sus siglas en inglés), (5) presión en canal restringido (CGP por sus siglas en inglés), (6) corrugado planchado repetitivo (RCS por sus siglas en inglés) [2,3,19,20,21].

De las técnicas antes mencionadas, los procesos de RCS, ARB y CGP son los más comunes para obtener materiales con tamaños de grano ultrafino en forma de lámina, el proceso de corrugado planchado RCS tiene diferentes ventajas en relación con los procesos de ARB y CGP. A continuación, se presentan los detalles de este proceso.

1.5.1 Proceso de corrugado planchado (RSC)

Dentro de los procesos de deformación plástica severa (SPD), el proceso de corrugado y planchado (RCS) ha mostrado ser efectivo para producir microestructuras con tamaño de grano ultrafino en materiales con forma de lámina, (esto sin cambiar las dimensiones de la sección transversal). Una de las mayores ventajas del proceso es la posibilidad de escalamiento industrial para producir gran cantidad de láminas con tamaño de grano ultrafino. Si consideramos que el refinamiento de grano es causado mayormente por la deformación cortante y no por la deformación de flexión, se ha optado por probar varios diseños en los dados empleados para deformar el material [22]. En la figura 1.1 se pueden observar los diferentes diseños propuestos en la literatura [23].

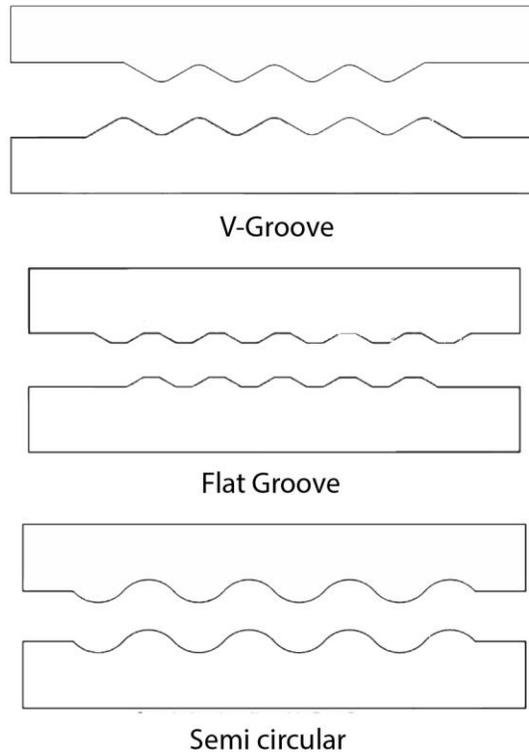


Figura 1.1 Geometrías de dados para proceso de corrugado planchado.

Los parámetros más importantes en el proceso de RCS son [23]:

- (1) Temperatura
- (2) Ruta empleada
- (3) Geometría del dado y,
- (4) Espesor de la muestra.

Para lograr el mayor refinamiento de grano, usualmente se hace a temperaturas bajas para evitar el crecimiento de grano, y así evitar perder parte de la reducción de grano debido al proceso, sin embargo, hay materiales que se requiere utilizar altas temperaturas para activar planos de deslizamiento y lograr deformar el material.

En la figura 1.2 se puede observar la ruta más empleada del proceso. El primer paso consiste en realizar el proceso de corrugado de la muestra utilizando dados asimétricos (Fig. 1.2 (a)), logrando una condición de deformación por cortante puro en las zonas inclinadas y sin deformación en la región plana (Fig. 1.2 (b)). Posteriormente, se realiza un proceso de planchado utilizando dado planos para regresar a la geometría original, donde la región previamente deformada es sometida nuevamente a un proceso de deformación por cortante, mientras que la zona sin deformación permanece intacta (Fig. 1.2 (c)). Después, se gira la muestra 180° (esto permite alternar entre la zona deformada y la zona no deformada, véase Fig. 1.2 (d)). Finalmente, se repite el proceso de corrugado (Fig. 1.2 (e)) y planchado (Fig. 1.2 (f)), que resulta en una deformación homogénea en la muestra.

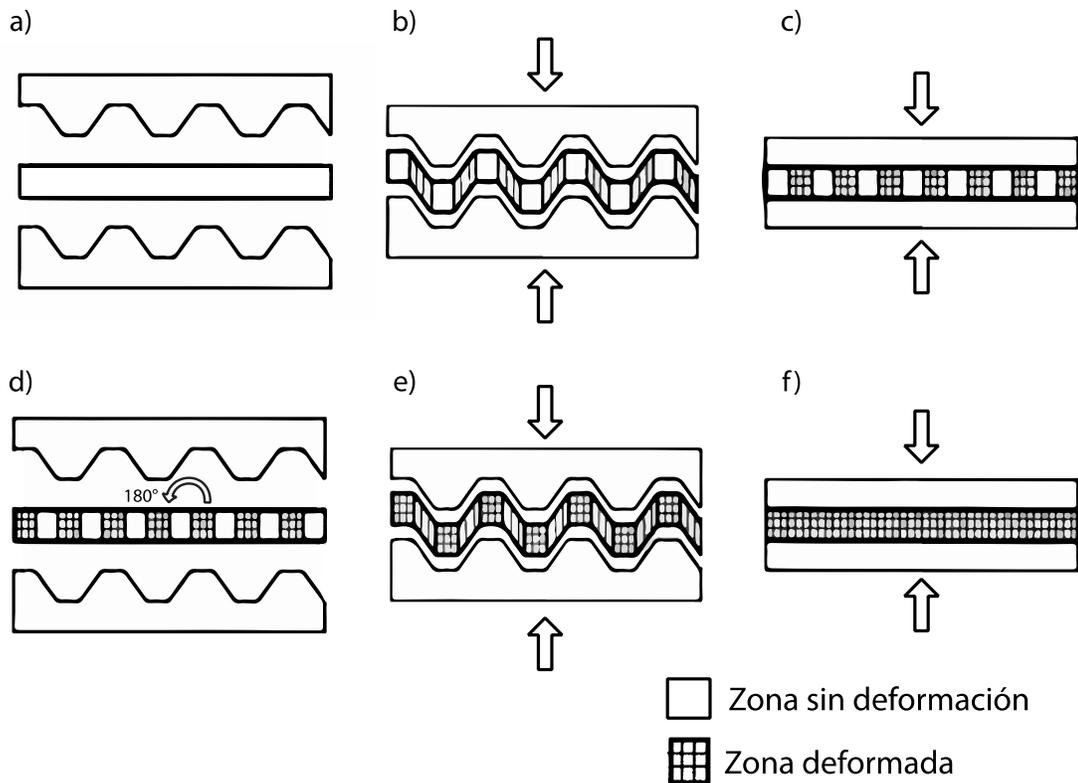


Figura 1.2 Distribución de deformación durante el proceso de corrugado planchado empleando un dado acanalado.

La deformación aplicada sobre el material utilizando los dados con las configuraciones V-Groove y Flat Groove, está dada por el ángulo de la ranura. La deformación teórica se calcula por número de pasos, entendiendo como un paso a dos corrugados y dos planchados, siendo esta ruta básica la que ha demostrado conseguir una deformación homogénea. Por otro lado, de acuerdo con lo reportado en la literatura se ha encontrado que con un ángulo de 45° se obtiene una deformación efectiva de 1.16 [24].

La deformación efectiva para la configuración semi circular se puede calcular teóricamente mediante el radio y el espesor de la muestra mediante la siguiente ecuación [25]:

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

El efecto del radio en la deformación se puede observar en la figura 1.3 (a), mostrando un decremento de forma exponencial conforme se aumenta el valor del radio. Así mismo se puede observar el efecto del espesor de la muestra sobre la deformación (Fig. 1.3 (b)), mostrando un incremento asintótico.

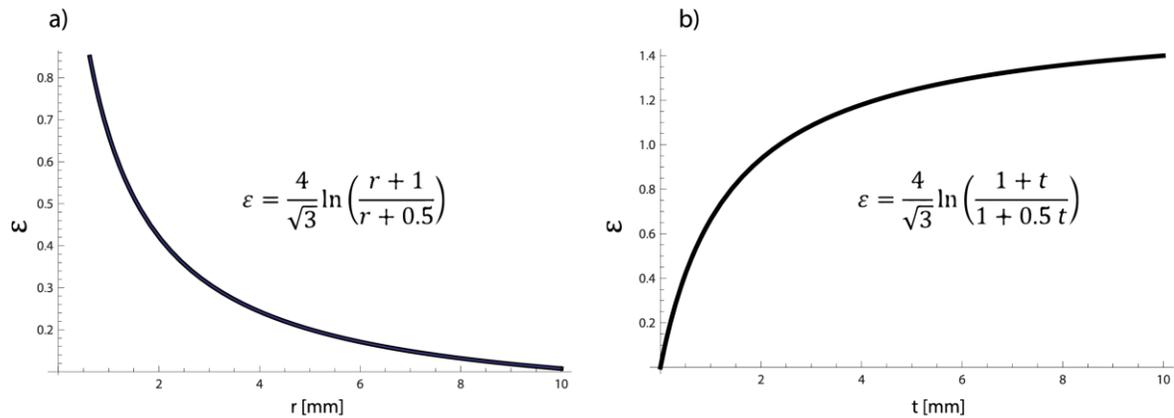


Figura 1.3 Efecto del radio del dado y espesor de lámina en la deformación.

Si consideramos que el diseño del molde es una extrusión de una función sinusoidal en una sola dimensión y utilizando los parámetros establecidos en el diseño del actual trabajo ($r = 4 \text{ mm}$; $t = 0.9 \text{ mm}$) se obtiene una deformación efectiva de ~ 0.89 por cada paso (dos corrugados y dos planchados) lo que nos da una idea de la deformación plástica equivalente aplicada con el nuevo diseño.

$$\varepsilon_{\text{eff}} = 4 \cdot \frac{4}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{4 + 0.9}{4 + 0.5 \cdot (0.9)} \right) \sim 0.89$$

1.5.2 Comparación entre procesos de deformación plástica en láminas (RCS, CGP).

De acuerdo con lo reportado en la literatura, previo al proceso de RCS se propuso la técnica de CGP. En esta, se reporta que se consiguió un refinamiento de grano, logrando alcanzar tamaños de grano submicrométricos, en dicha técnica se comenzó a experimentar en láminas de aluminio puro con 6 mm de espesor [26,27]. El principio de la técnica de CGP es el mismo que para RCS, donde la muestra se somete a gran deformación cortante usando dados acanalados y posteriormente aplanando. Por otra parte, la principal diferencia entre RCS y CGP es que los dados para CGP están diseñados de tal manera que se proporciona una restricción en la muestra para evitar cualquier alargamiento en la dirección transversal durante el prensado como se puede observar en la figura 1.4. Una consideración necesaria en el diseño en los dados para CGP es el espacio entre la matriz superior y la matriz inferior (el cual, debe de ser el mismo que el espesor de la muestra).

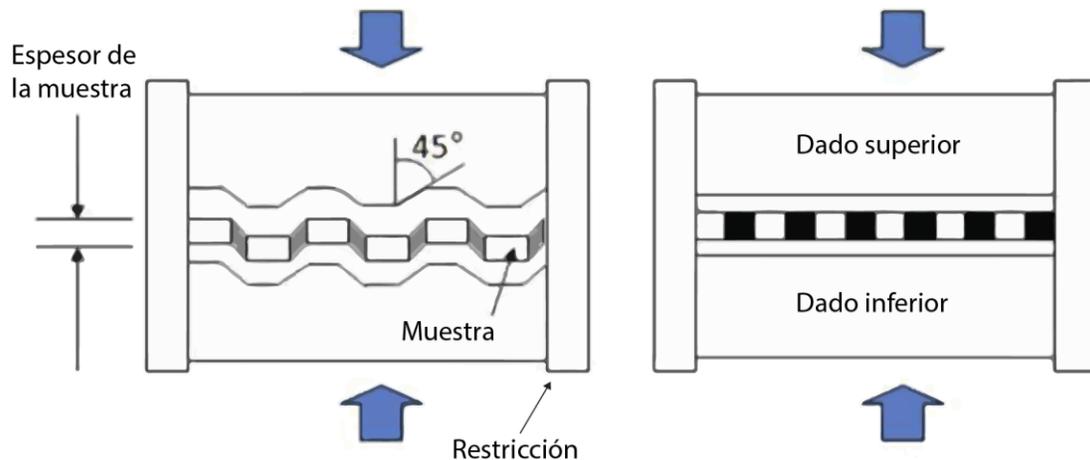


Figura 1.4 Proceso de presión en canal restringido CGP

Debido a la gran similitud en el diseño de los dados para las técnicas RCS y CGP, la deformación efectiva en ambos procesos es aproximadamente igual. Cabe mencionar que, se ha reportado (mediante análisis por elemento finito) que en el caso de RCS la deformación efectiva es ligeramente menor que en CGP. Una de las razones que puede explicar esta reducción, es el alargamiento en la dirección transversal que se presenta en la técnica RCS que puede ocasionar la reducción en el espesor en algunas zonas de la muestra. La distribución de la deformación en la sección transversal suele ser más homogénea en la técnica de CGP debido a las restricciones. Sin embargo, se ha reportado que en el primer paso la deformación es más homogénea en RCS y para los pasos posteriores en CGP [28, 29].

Por otro lado, se ha reportado que, en aleaciones de Cu, la distribución de dureza HV (a lo largo de la muestra) presenta un perfil más homogéneo en el proceso de RCS en todos los ciclos y un incremento progresivo en los valores en función de los pasos. Para la técnica CGP se puede observar una reducción en la dureza posterior al segundo paso, atribuyéndolo a una recuperación dinámica. Finalmente, para valores promedio de dureza se obtiene un mayor incremento por la técnica de RCS [28, 29].

1.5.3 Deformación plástica severa en la aleación 6061

En la literatura se puede encontrar el estudio de diferentes aleaciones de aluminio procesadas por técnicas de deformación plástica severa. En particular, la aleación 6061 (Al-Mg-Si) ha sido estudiada por: (1) ECAP [30,10], (2) ARB [31], (3) TCP [20] y (4) HPT [32].

La aleación 6061 al ser endurecible por precipitación puede ser procesada en diferentes condiciones, por lo que ha sido estudiada en condición de máxima dureza y aplicando diferentes tratamientos de envejecido variando la temperatura y tiempo [30].

Para la técnica de ECAP en condición Post-ECAP aplicando la ruta BC se ha reportado un incremento del 40% en la dureza HV en comparación con la condición comercial T6 (115 HV). Este incremento fue aplicando un tratamiento térmico de envejecido posterior a la deformación durante 48 horas a 100°C, obteniendo un valor de 160 HV para la condición de 4 pasos ($\epsilon \sim 4$) [30]. En la condición Pre-ECAP, partiendo de la condición de máxima dureza

(T6), aplicando la misma ruta se reportó un valor máximo de 168 HV en 6 pasos del proceso ($\epsilon \sim 6$) [10].

Así mismo se ha reportado un estudio del efecto de la técnica ARB en la dureza aplicando tratamientos de envejecido previo y posterior a la deformación, los cuales se realizaron a 100°C y 200°C. El incremento máximo debido únicamente al proceso de ARB fue de 140%, incrementando de 47 a 113 HV, de la condición de recocido y 5 pasos ($\epsilon \sim 4$) del proceso respectivamente. Para el tratamiento realizado a 200°C se encontró el punto máximo con 5 pasos ($\epsilon \sim 4$) del proceso y un envejecido de 5 horas posterior a la deformación, con un valor de 115 HV, siendo el mismo que la dureza de la aleación comercial en T6. Finalmente, para el tratamiento aplicado a 100 °C en un tiempo de 48 horas, se encontró el valor máximo de dureza (132 HV en 5 pasos ($\epsilon \sim 4$)), lo cual es consistente a lo reportado en los tratamientos térmicos aplicados posteriores a el proceso de ECAP [30,31].

En el proceso de TCP se reportó un estudio de la evolución de las propiedades mecánicas a través del proceso partiendo de cinco condiciones diferentes: (1) solución sólida a 530°C durante 1 hora, (2) solución sólida, envejecido natural durante 21 días, (3) solución sólida, envejecido artificial a 200°C durante 20 minutos, (4) solución sólida, TCP, envejecido natural durante 21 días, (5) solución sólida, TCP, envejecido artificial a 200°C durante 20 minutos. En todas las condiciones se encontró que el punto máximo se obtiene a 3 pasos ($\epsilon \sim 3$) del proceso. El mayor incremento se observa en la condición (1) pasando de 40 a 95 HV, y el valor máximo de entre todas las condiciones se observa en la condición (2) con un valor de 110 HV, sin embargo, para la condición (3) se encontró un valor de 107 HV, el cual no es muy lejano y en cuestiones industriales sería más práctico [20].

Finalmente, para la técnica de HPT se ha reportado un incremento máximo de 98 HV, pasando de 75 a 173 HV, comparando las condiciones de solución sólida y 5 vueltas de HPT ($\epsilon \sim 6$). El tratamiento térmico de solución sólida se realizó a 530°C durante 2 horas. Así mismo se realizaron mediciones en la condición de 5 pasos de HPT con un tratamiento de envejecido posterior a la deformación a 160°C durante 12 horas, en el cual se obtuvo un valor de 151 HV [32].

Una vez estudiadas las variables que involucra el proceso de RSC se procede a describir el desarrollo experimental seguido en el presente trabajo para lograr los objetivos propuestos.

2. Desarrollo experimental

En el presente capítulo, se describe el procedimiento experimental que se empleó para llevar a cabo la preparación y caracterización de la aleación 6061, con la finalidad de cumplir los objetivos antes propuestos.

2.1 Material

Se utilizó una aleación comercial de aluminio 6061, que se recibió en forma de barras con las siguientes dimensiones: 1800x50x9.5 mm.

Para corroborar la composición química del material de partida se realizó fluorescencia de RX. En la tabla 2.1 se pueden observar los resultados obtenidos.

Tabla 2.1 Composición química de la aleación 6061.

Elemento	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
% peso nominal	0.4-0.8	0.7	0.15-0.4	0.15	0.8-1.2	0.04-0.3	0.25	0.15	97.36-96.05
% peso real	0.77	0.24	0.16	0.03	1.03	0.07	0.03	0.02	97.65

La composición medida por fluorescencia de RX está dentro del rango de composiciones nominales para una aleación 6061, por lo que se procede a preparar el material para el proceso.

El proceso de corrugado planchado es aplicado en láminas, por lo que se procedió a cortar la barra inicial en doce barras de 150x50x9.5 mm por las dimensiones de la laminadora. Posteriormente se realizó un tratamiento térmico de solubilizado a 530°C durante dos horas y se templó en agua (para lograr la laminación). El proceso de laminado se llevó a cabo con un rodillo de 16 cm de diámetro. Las reducciones realizadas hasta llegar a un espesor de 0.9 mm se pueden observar en la tabla 2.2.

Tabla 2.2 Reducciones en laminado.

Reducción mm	$l_i = 9.5 \text{ mm}$
1	9.27
1	8.64
0.5	7.91
0.5	7.5
0.5	6.92
0.5	6.47
0.5	5.88
0.5	5.37
0.5	4.9
0.5	4.4
0.5	3.94
0.5	3.4
0.5	3.23
0.5	2.84
0.5	2.38
0.5	1.86
0.5	1.44
0.25	1.20
0.25	1.15
0.1	1.05
0.1	0.96
0.1	0.93
0.1	0.9

Se cortaron las láminas en rectángulos de 120x110x0.9 mm para facilitar el proceso de corrugado planchado, y la aplicación de tratamientos térmicos.

2.2 Tratamientos Térmicos

Los procesos de deformación plástica severa que se aplican en aleaciones que presentan endurecimiento por precipitados, se pueden aplicar en dos condiciones: (1) posteriormente a un tratamiento de solución sólida, lo cual puede llegar a disolver segundas fases debido a la deformación plástica severa o, (2) en condición de máxima dureza: es decir, posterior a un tratamiento de solución sólida junto con envejecimiento artificial (comúnmente, conocido como condición T6) [10].

Una desventaja de los procesos de deformación plástica severa es la gran pérdida de ductilidad, debido a esto se propone una etapa de validación mediante la aplicación de dos tratamientos térmicos, esto con la finalidad de analizar el impacto de los tratamientos térmicos en la ductilidad. Por lo tanto, se comparan las condiciones de envejecido Pre-RCS y Post-RCS, aplicando los tratamientos como se ilustra en la figura 2.1. Los cuales consisten

en una etapa de solubilizado de los elementos presentes en el aluminio y un temple en agua a temperatura ambiente y finalmente un envejecido a 180°C con enfriamiento al aire.

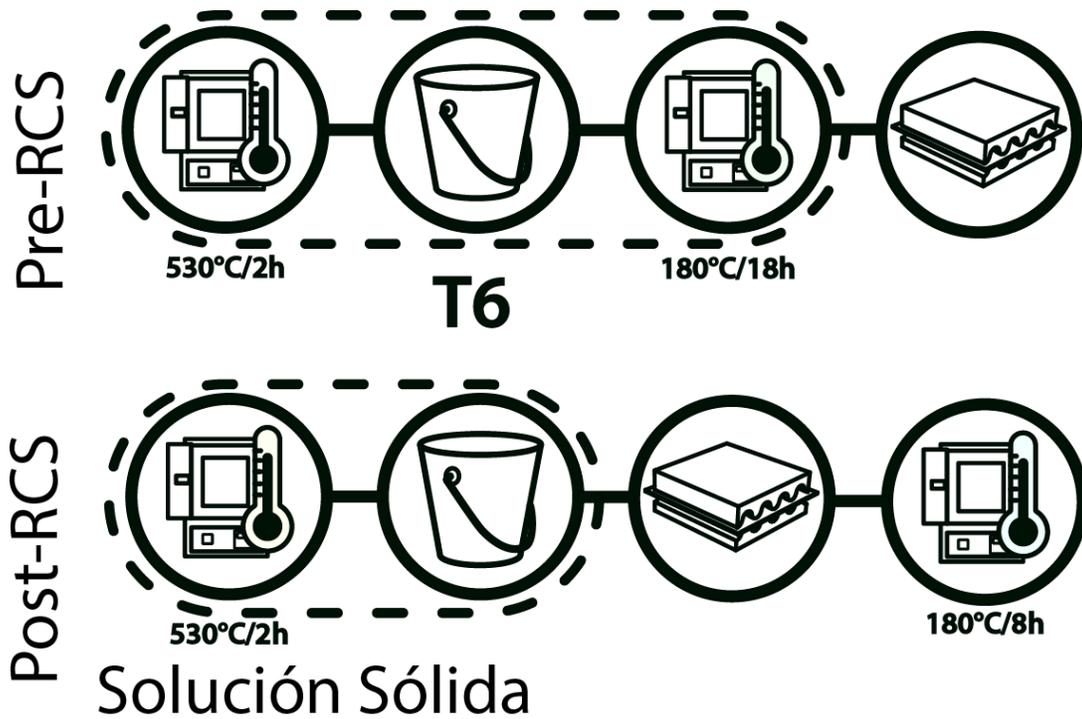


Figura 2.1 Condiciones de tratamientos térmicos aplicados en las condiciones Pre-RCS y Post-RCS

2.3 Diseño del dado para corrugado planchado

El diseño propuesto del dado para el proceso de RCS, se basa en la idea de una matriz que genere una deformación heterogénea, buscando zonas con alta densidad de dislocaciones y manteniendo zonas con baja densidad de dislocaciones con la finalidad de compensar la pérdida de ductilidad que se genera en los materiales altamente deformados. Por lo tanto, se propuso una matriz en dos dimensiones con un corte longitudinal y transversal de forma sinusoidal (véase figura 2.2).

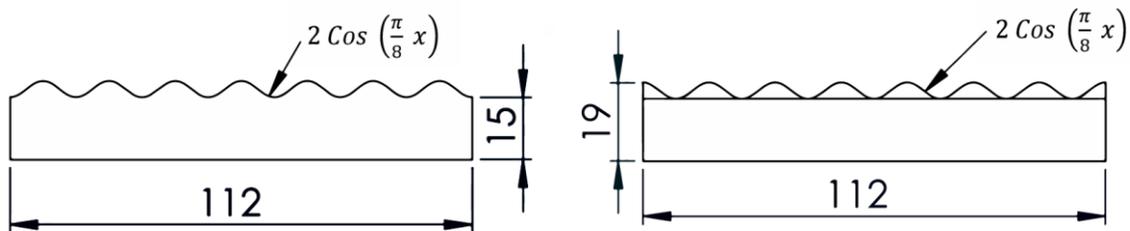


Figura 2.2 Especificaciones geométricas del dado piramidal para RCS.

Para lograr obtener heterogeneidad en la deformación, se planteó una geometría del dado que al girar 90 grados permite que los valles y las crestas se alternen (tal y como se observa en la figura 2.3), concentrando la deformación en los valles.

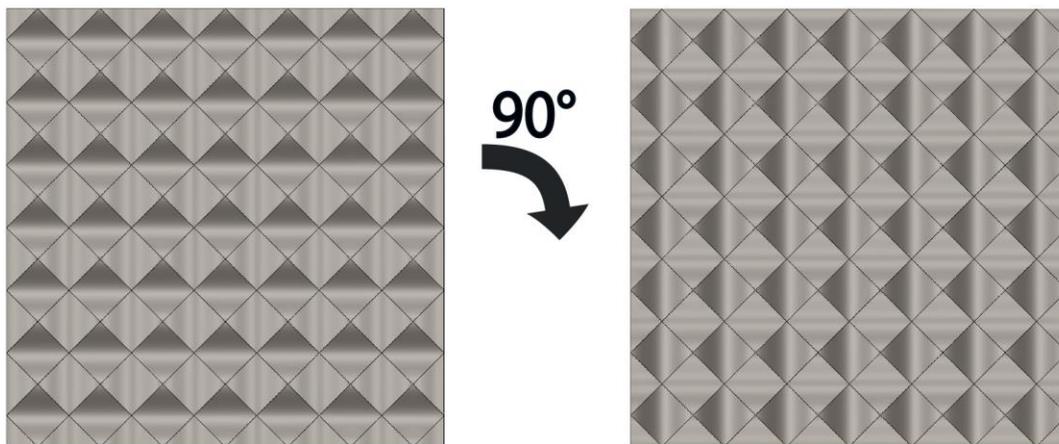


Figura 2.3 Rotación de 90° de dado piramidal.

Finalmente se maquinó el dado macho y hembra con las dimensiones antes mencionadas en acero D2, considerando que la resistencia permita trabajar a altas cargas y lograr deformar materiales duros sin afectar la integridad del dado.

2.4 Modelado mediante análisis de elemento finito

Se realizó una simulación numérica mediante el uso de la paquetería de análisis de elemento finito SIMULIA Abaqus/Standard® para analizar la distribución de la deformación. Así mismo se comparó y correlacionó la distribución de dureza a través de la superficie. El proceso fue simulado con la geometría del dado que se diseñó previamente. El dado se consideró discretamente rígido tipo superficie con elementos quad-dominated con cuatro nodos (R3D4). Se tomó únicamente la cara que tiene contacto con la unidad base de la lámina con la finalidad de reducir el tiempo de computo.

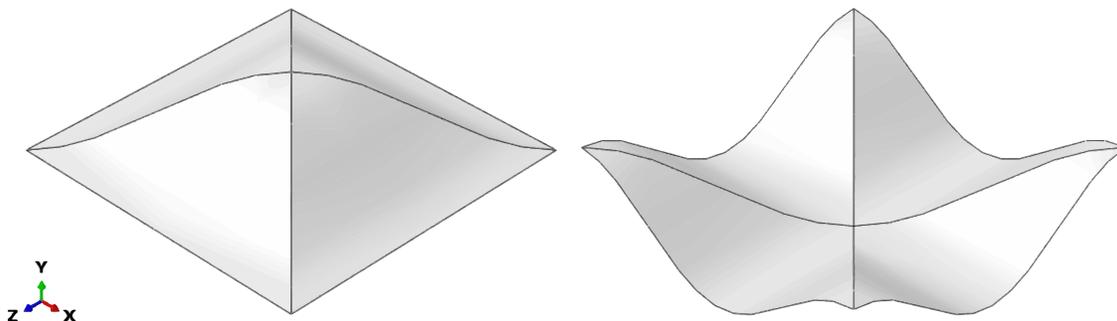


Figura 2.4 Geometría equivalente de dado piramidal para simulación de la etapa de corrugado.

El aplanador se modeló con las dimensiones de la celda básica en la que se repite el proceso ($16\text{mm} \times 16\text{mm}$) se consideró discretamente rígido con geometría tipo superficie con elementos quad con cuatro nodos (R3D4).

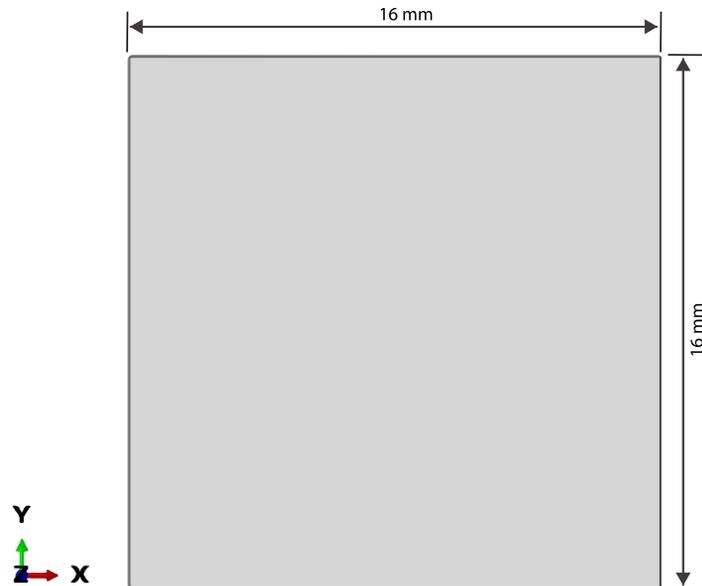


Figura 2.5 Geometría equivalente del aplanador para simulación de la etapa de planchado.

La lámina se modela como sólido deformable utilizando análisis de esfuerzos 3D con hexaedros lineales de 8 nodos (C3D8R), empleando las mismas dimensiones del aplanador y simetría en las caras x y z como se observa en la figura.

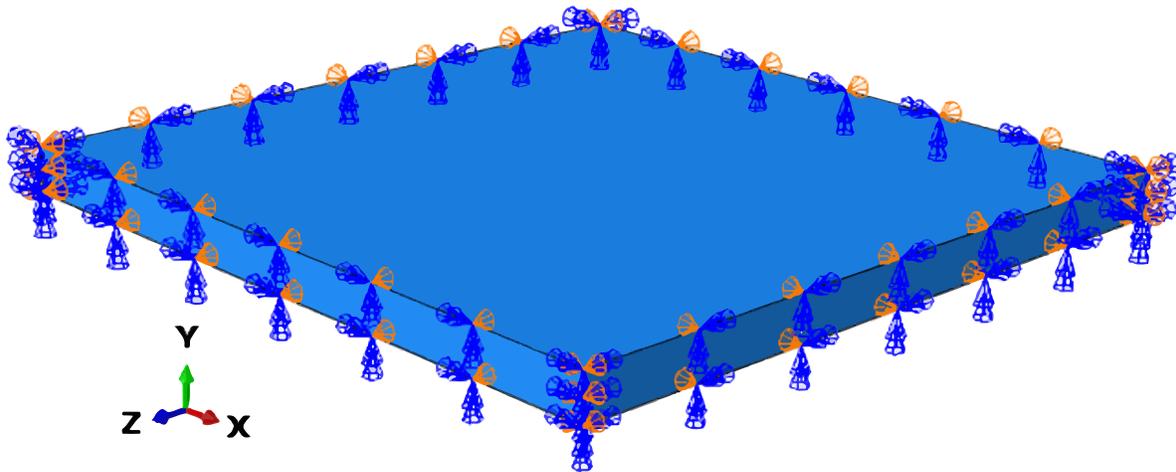


Figura 2.6 Simetría empleada en la lámina para reproducir un material de dimensiones infinitas.

Se asignó un material con comportamiento elasto-plástico al sólido deformable, considerando endurecimiento por deformación, e independiente de la velocidad de deformación y temperatura. El ensamble (véase Fig. 2.7) se realizó con interacciones entre dado-lámina de contacto superficie con superficie. Para comparar con la distribución de dureza se realizó con un coeficiente de fricción estándar de $\mu = 0.6$ [47], correspondiente a un proceso de contacto tangencial sin lubricación entre acero y aluminio.

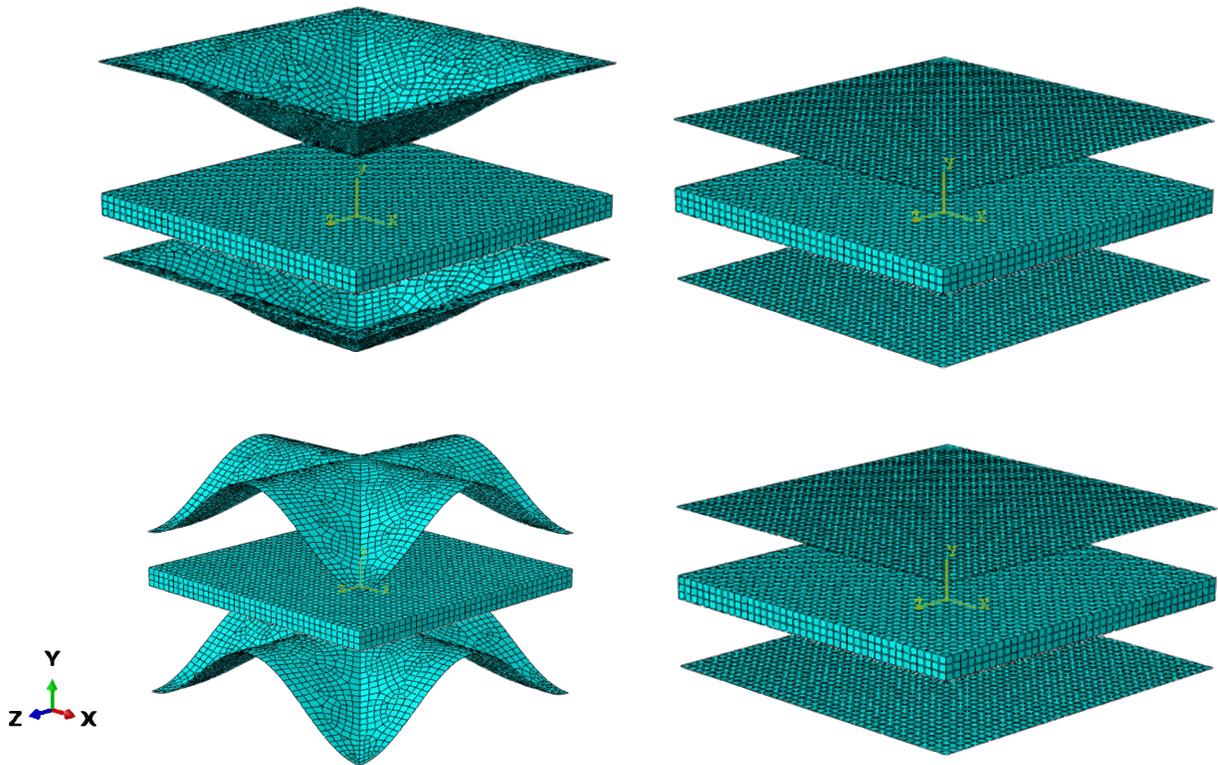


Figura 2.7 Etapas del proceso RCS para completar un paso.

El proceso completo de cuatro pasos se simuló en 16 Steps de carácter Dynamic Implicit con la opción de no linealidad geométrica activada, con duración de 1 segundo cada Step, un número máximo de incrementos de 10000, y la técnica de solución empleada fue Full Newton con la condición de no simetría en la matriz activada. Finalmente, la malla de la lámina se modeló con 6724 nodos y 6559 elementos

2.5 Ensayos de corrugado planchado.

El material fue procesado por RCS utilizando el dado ilustrado en la figura 2.8, mediante una prensa con capacidad de 10 ton, logrando un total de cuatro pasos antes de la fractura, lo cual da una deformación ~ 0.8 por cada paso de acuerdo con las simulaciones de elemento finito.

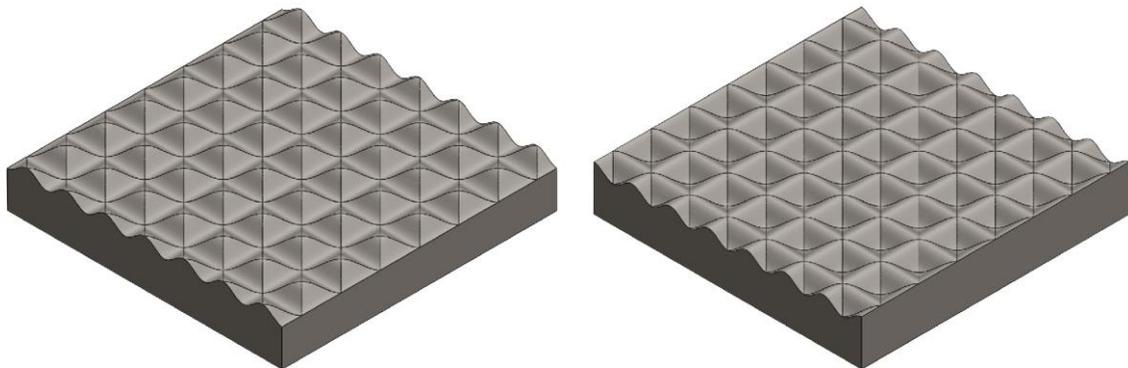


Figura 2.8 Dado piramidal para proceso de RCS.

El proceso se llevó a cabo a temperatura ambiente sin lubricación, con una velocidad máxima de deformación de $\sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, se siguió la ruta T la cual se describe en la figura 2.9, dicha ruta se caracteriza por la aplicación de un giro de 180° en la lámina entre cada paso, esto con la finalidad de alternar el estado de esfuerzo tensional en la cara superior e inferior, así logrando una deformación aproximada de ~ 3 para cuatro pasos en las zonas con mayor deformación.

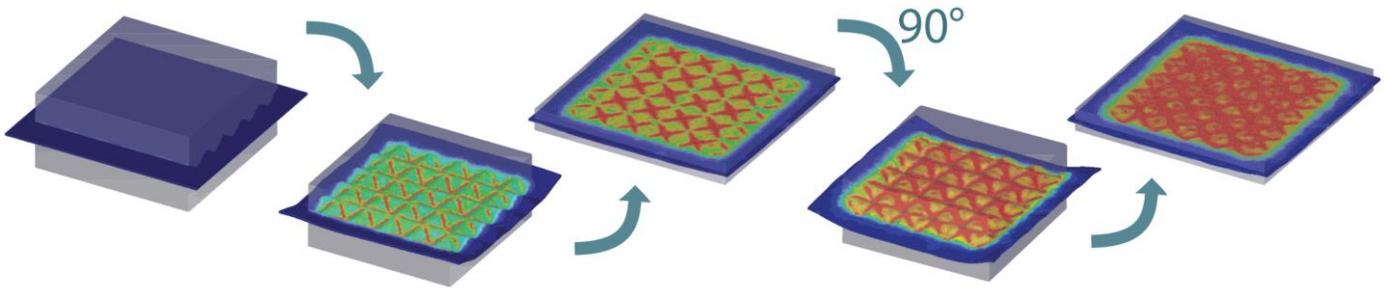


Figura 2.9 Ruta T: Ruta empleada para generar una deformación heterogénea en el proceso de RCS.

2.6 Ensayo de Microdureza Vickers.

La caracterización del material procesado comienza con una validación de las propiedades mecánicas logradas en combinación del proceso y los tratamientos térmicos planteados, comenzando con el ensayo de microdureza Vickers. La dureza de un material implica la resistencia a la deformación, para materiales metálicos es una medida de la resistencia a la deformación plástica. Como propiedad mecánica del material, esta información es complementaria a otros ensayos mecánicos, tales como tracción o compresión, que proporcionan información crítica del rendimiento estructural.

Esta técnica es de fácil aplicación y puede ser empleada para evaluar la severidad y homogeneidad en la deformación. Una ventaja de realizar ensayos de microdureza es la posibilidad de realizar mapeos micrométricos, sin alterar la integridad de la pieza ensayada, para realizar los mapeos de microdureza Vickers se utilizó un durómetro marca Shimadzu el cual se puede observar en la figura 2.10.



Figura 2.10 Durómetro modelo Shimadzu.

Se realizaron mediciones de microdureza de las siguientes condiciones: (1) condición del material en estado de recepción, (2) en solución sólida, (3) en condición T6, (4) tratamiento térmico de envejecido a 180°C durante 8 horas. Así mismo se realizaron 49 mediciones de dureza a lo largo de la base unitaria del proceso en 1, 2, 3 y 4 pasos de RCS en las condiciones Pre-RCS y Post-RCS, esto con la finalidad de comparar el efecto de los tratamientos térmicos aplicados previo y posterior a la deformación aplicada en el material, y así validar junto con los ensayos de tensión que condición presenta mejores propiedades mecánicas y enfocar el estudio en dicha condición.

Para medir la homogeneidad de la deformación, se realizaron mapeos en las condiciones de 1, 2, 3 y 4 pasos de RCS, haciendo 256 mediciones con un paso de 1 mm en un área de $16\text{ mm} \times 16\text{ mm}$, utilizando una carga de 100 g con un holding time de 10 segundos, dichas mediciones se realizaron en el centro del área de la base unitaria del proceso que se puede observar en la figura 2.11

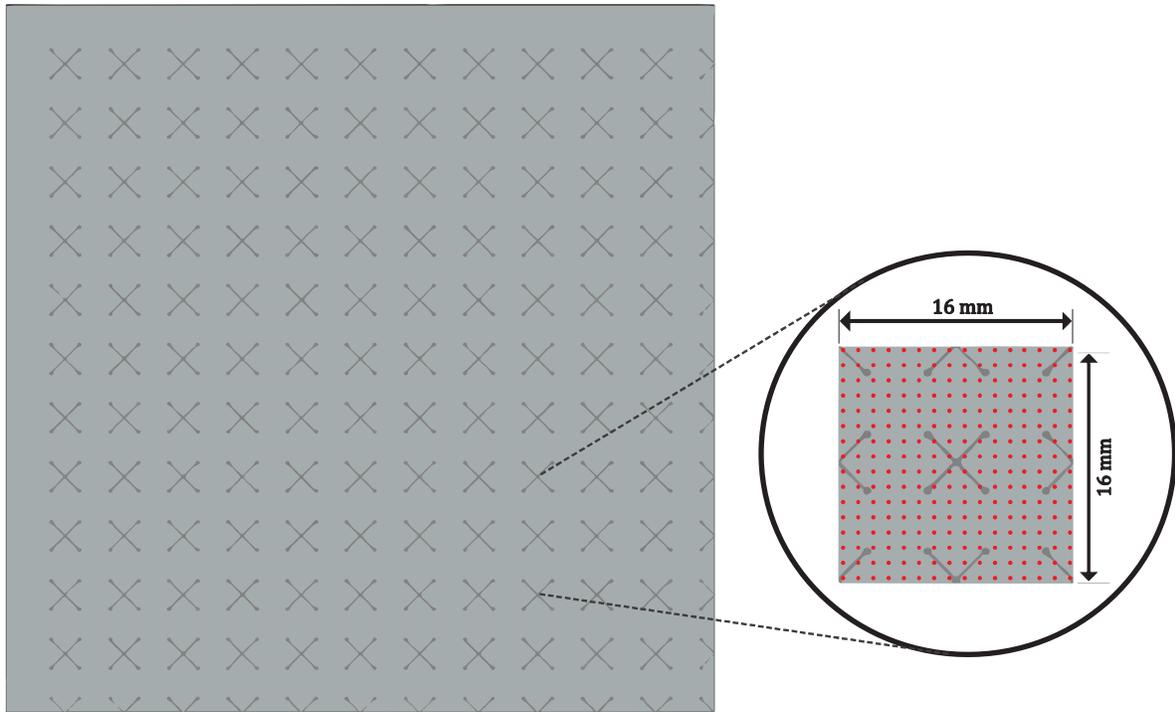


Figura 2.11 Configuración utilizada para mapeo de microdureza.

2.7 Ensayos de Tensión

Uno de los ensayos más comunes para evaluar las propiedades mecánicas de los materiales metálicos es el ensayo de tracción uniaxial, para que los resultados de este ensayo sean válidos, se tiene que basar en los parámetros establecidos de la norma ASTM E8 o su equivalente. La base del ensayo consiste en obtener datos de carga vs desplazamiento de la muestra ensayada, estos datos son procesados para calcular la curva esfuerzo vs deformación característica del material. La información básica que se puede extraer de esta curva es la resistencia a la fluencia (σ_y), módulo de elasticidad (E), resistencia última a la tensión (UTS), resistencia a la fractura (σ_f), índice de endurecimiento por deformación (n) y ductilidad (ϵ_f).

Existe una relación para el cálculo de la curva esfuerzo vs deformación reales a partir de los datos ingenieriles para los que se utilizaron las siguientes relaciones:

$$\sigma = S(1 + e)$$

$$\epsilon = \ln(1 + e)$$

Para evaluar el cambio de la resistencia mecánica y ductilidad en función del número de pasos del proceso de RCS y validar que condición presenta mejores propiedades mecánicas, se realizaron ensayos de tracción uniaxial estáticos a una velocidad de deformación $\sim 3 \times 10^{-4}$, en las condiciones de envejecido Pre-RCS y Post-RCS, para 1, 2, 3 y 4 pasos de RCS.

Las dimensiones de las probetas se basaron en la norma ASTM E8M, haciendo un ajuste al ancho necesario para colocar el extensómetro.

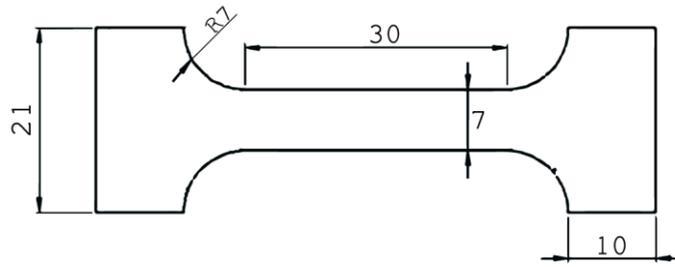


Figura 2.12 Dimensiones de probetas para ensayos de tensión a temperatura ambiente.

Los ensayos se llevaron a cabo en una máquina de ensayos universal Instron 1125, equipada con una celda de carga de 100 kN y extensómetro con fondo de escala de 25 mm. Para evaluar uno de los parámetros que afectan el conformado del material, se realizó un ajuste lineal de la región plástica en escala logarítmica ($\log \sigma$ vs $\log \epsilon$) de acuerdo con la ecuación de Hollomon ($\sigma = K \epsilon^n$), esto con la finalidad de obtener el coeficiente de endurecimiento por deformación n , que representa la deformación real en la cual el material localiza la deformación también conocido como *necking*. Por lo tanto, entre más alto sea el valor de n , mejores serán las propiedades de conformado del material [37].

Un objetivo alternativo de los ensayos de tracción fue emplear los datos de las curvas esfuerzo vs deformación real para describir el comportamiento elasto-plástico utilizado en las simulaciones de elemento finito.

2.8 Difracción de rayos X

Los rayos X son ondas electromagnéticas generadas principalmente, por el impacto de electrones de alta energía contra un objetivo de metal (generalmente el objetivo es de cobre). Al producirse el impacto, se pueden generar dos procesos de pérdida de energía: el primero de ellos es en forma de calor (en su mayoría) y el segundo corresponde a la energía liberada en forma de rayos X. En la figura 2.13 se puede observar el método convencional para la producción de rayos X, donde el cátodo se calienta hasta llegar a una alta temperatura y al aplicar un alto voltaje, se produce un campo eléctrico que impulsa a los electrones haciéndolos impactar contra el ánodo. Los electrones del ánodo son excitados a un orbital de mayor energía y cuando regresan a su estado basal, emiten energía en forma de radiación electromagnética en el rango de los rayos X [33].

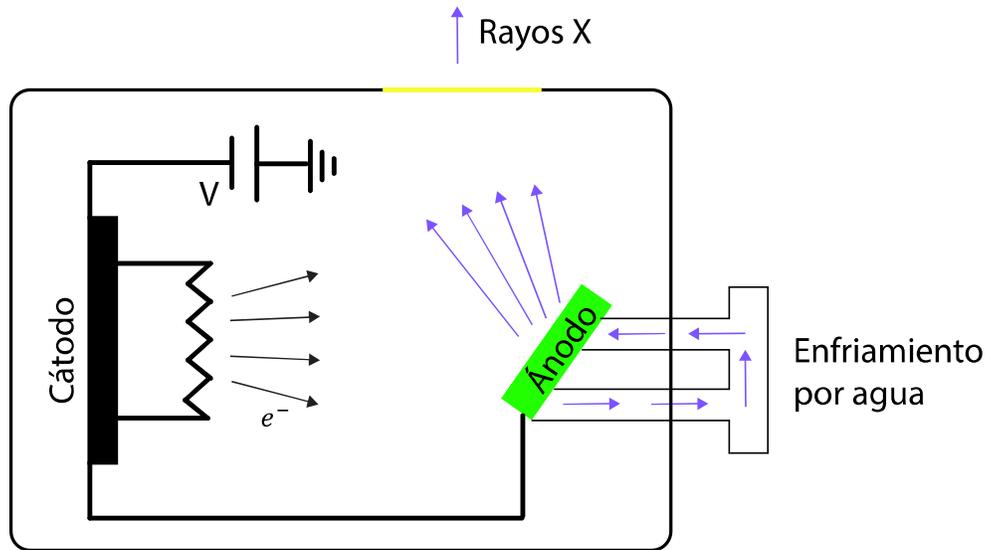


Figura 2.13 Método convencional empleado para producir rayos X.

Los cambios en la estructura cristalina, tales como el tamaño del dominio cristalino o la deformación en la red cristalina, se pueden caracterizar mediante las modificaciones en la forma, intensidad o cambio en la posición 2θ que sufren los picos de difracción. En la figura 2.14 se puede observar la diferencia entre una deformación uniforme y no uniforme en la red cristalina. Si tenemos una estructura sin deformación (Fig. 2.14a), la posición 2θ esta dada por la distancia interplanar d_0 de acuerdo a la ley de Bragg. Sin embargo, si se le aplica una deformación de tensión uniforme (Fig. 2.14b), la distancia interplanar aumenta en todo el dominio cristalino, por lo que la posición 2θ disminuye y la forma del pico permanece igual. Este cambio en la posición del pico con respecto a la del material sin deformar es la base del método por difracción de rayos X para medir estados de macro esfuerzos en la red cristalina. Si representamos la deformación no uniforme (Fig. 2.14c), como un estado de flexión, en la parte superior (tensión) la distancia interplanar será mayor a la original $d_t > d_0$ y en la parte inferior será menor que la original $d_c < d_0$, esto genera una convolución en los picos difractados por las diferentes distancias interplanares, generando un ensanchamiento en el pico [34].

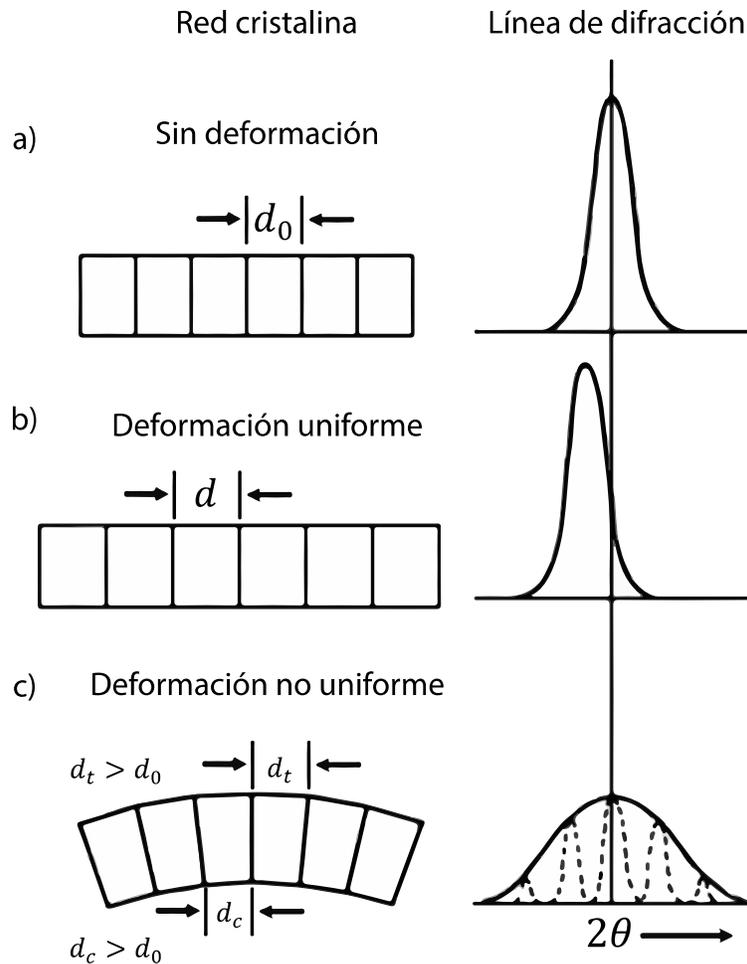


Figura 2.14 Cambio de posición y ancho de pico en un policristal [10].

El ensanchamiento de los picos del difractograma puede deberse a una deformación no uniforme de la red o una disminución en el tamaño del dominio cristalino. Sin embargo, es posible diferenciar la contribución producida por el tamaño de dominio cristalino gracias a que el ensanchamiento del pico producido viene dado por $1/\cos \theta$, mientras que la deformación varía conforme a $\tan \theta$. Por lo tanto, el ancho integral de materiales con gran cantidad de defectos como son los procesados por SPD pueden tener ambas contribuciones. Para analizar la contribución del tamaño de dominio cristalino y microdeformaciones se siguen las relaciones de Scherrer y Stokes-Wilson respectivamente: [34,46,10].

$$\beta = \frac{\lambda}{D \cos \theta} \qquad \beta = \eta \tan \theta$$

Donde:

β es el ancho integral de pico

λ longitud de onda

D es el tamaño de dominio cristalino

η es una variable que contempla el efecto de las microdeformaciones

Cuando existe la posibilidad de tener ambas contribuciones en el ancho de pico es necesario emplear un método para diferenciar el efecto de cada una, un método ampliamente usado con este propósito es el de Williamson-Hall (WH) en el cual el tamaño de dominio cristalino y la microdeformación siguen una distribución Lorentziana, donde el ancho de pico se representa de la siguiente manera:

$$\beta = \frac{\lambda}{D \cos \theta} + \eta \tan \theta \quad \rightarrow \quad \frac{\beta \cos \theta}{\lambda} = \frac{1}{D} + \frac{\eta}{\lambda} \sin \theta$$

Donde $\eta = 4 \varepsilon_{xy}^{max}$ debido a que las diferentes direcciones en las que puede haber deformación tienen la misma probabilidad de afectar el ensanchamiento de pico [33,35,46], por lo tanto, se obtiene la siguiente relación entre el tamaño de dominio cristalino y las microdeformaciones:

$$\beta \cos \theta = \frac{\lambda}{D} + 4 \varepsilon \sin \theta$$

Como se ha visto, la técnica de difracción de rayos X permite caracterizar cambios microestructurales como la deformación en la estructura cristalina, refinamiento de grano, así como la evolución de los precipitados a través del proceso. En el presente trabajo se obtuvieron difractogramas de rayos X convencionales en un difractómetro Rigaku Rultima IV para las muestras de las condiciones de uno a cuatro pasos en Pre-RCS. Se utilizó una longitud de onda $\lambda_{Cu} = 0.15405 \text{ nm}$ ($Cu - K\alpha$), en un intervalo 2θ de 20 a 120°, con un paso de 0.02° y una velocidad de 0.9°/min.

Para analizar las microdeformaciones y el cambio en el tamaño de dominio cristalino, se realizó un análisis de los difractogramas por el método de refinamiento Rietveld mediante el software FULLPROF, calibrando el ancho instrumental del equipo con LaB₆. En el refinamiento Rietveld se tomó en cuenta un perfil con contribución Lorentziana H_l y Gaussiana H_g para la forma de los picos, las cuales tienen las siguientes relaciones:

$$H_l = X \tan \theta + \frac{Y}{\cos \theta} \quad H_g^2 = U \tan^2 \theta + \frac{I_g}{\cos^2 \theta}$$

Donde:

U y X son valores que dependen de la deformación.

Y e I_g son valores que dependen del tamaño de cristal.

En un perfil pseudo-Voigt el ancho integral está relacionado con H y η , por lo que se pueden relacionar los parámetros H_l y H_g de las contribuciones Lorentzianas y Gaussianas con la siguiente ecuación:

$$\beta = \frac{\pi^2}{360} \frac{H}{\eta + (1 - \eta)\sqrt{\pi \ln 2}}$$

Sin embargo, es necesario separar las contribuciones Lorentzianas y Gaussianas, para ello, se consideró una ecuación de pseudo-Voigt Thompson-Cox-Hastings donde:

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

Finalmente, una vez que se obtiene el ancho integral se sustituyen en las ecuaciones de Sherrer y Stokes-Wilson para el cálculo del tamaño de cristal y microdeformaciones.

2.9 Orientación cristalográfica

El aluminio al ser un material policristalino está compuesto de pequeños cristales o granos, los cuales se componen de planos atómicos con una orientación relativa respecto a un punto fijo de referencia. Dicha orientación depende de los procesos termo-mecánicos a los que el material fue sometido. La orientación cristalográfica preferencial o textura puede llegar a afectar en las propiedades del material hasta un 50%, por lo que es importante su correcta determinación e interpretación [36].

En la figura 2.12 se puede observar las cuatro categorías principales para clasificar las componentes de textura [10]:

- Textura aleatoria*: no existe una orientación preferencial
- Textura de fibra*: una dirección de gran número de cristales es paralela a una dirección de referencia, pudiendo tener una simetría rotacional.
- Textura biaxial*: dos direcciones coinciden con la dirección de referencia.
- Textura monocristal*: las direcciones del cristal coinciden con las direcciones de referencia

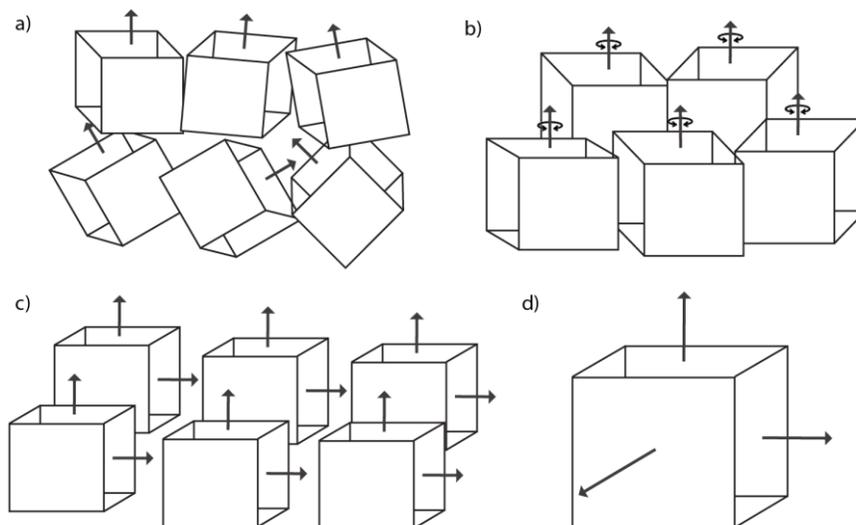


Figura 2.15 Representación de las clasificaciones de componentes de textura [10].

La mayoría de los metales al estar compuestos por una gran cantidad de granos, sus propiedades son resultado de la combinación de la orientación cristalográfica, sin embargo, al presentar una textura dichas propiedades pueden llegar a ser anisotrópicas. Una de las aplicaciones que presentan las láminas de aluminio, es la de embutido profundo (para realizar partes de automóviles o latas de refresco). En este tipo de procesos, la textura juega un papel importante, debido a que, si se logra tener una combinación de textura específica, se puede llegar a ahorrar material en el proceso de fabricación evitando así, el fenómeno de *earing* (véase figura 2.16).



Figura 2.16 Fenómeno de *earing* producido por un proceso de embutido [36].

El análisis de textura se puede dividir en [36]:

- **Macrotextura.** Medida de la fracción volumétrica de una familia de planos particulares distribuidos en el volumen total de la muestra. Para medir esta textura, usualmente se utiliza la técnica de difracción de rayos x, utilizando un goniómetro especial.
- **Microtextura.** Este tipo de textura, indica cómo están distribuidos los granos a través del material y proporciona una estadística de orientación de una población localizada de granos individuales. Para determinar la microtextura de un material, se emplea la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD, por sus siglas en inglés).

2.9.1 Descripción de la orientación cristalográfica

La orientación cristalográfica se puede representar mediante los ángulos de Euler ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$). Estos ángulos representan tres rotaciones secuenciales que transforman las direcciones cristalográficas del material en el sistema de referencia externo del material, en otras palabras, especifica la orientación.

La orientación de un cristal cubico dentro de un material se representa en la figura 2.16, el sistema de referencia externo se denota mediante los vectores unitarios [100], [010], [001], el sistema de referencia local del cristal se denota mediante los ejes (ND, RD, TD), la línea de nodos (RD'). El ángulo φ_1 indica el giro necesario entre RD y la línea de nodos, Φ indica el ángulo entre el eje ND y [001], φ_2 es el ángulo entre la línea de nodos y [100].

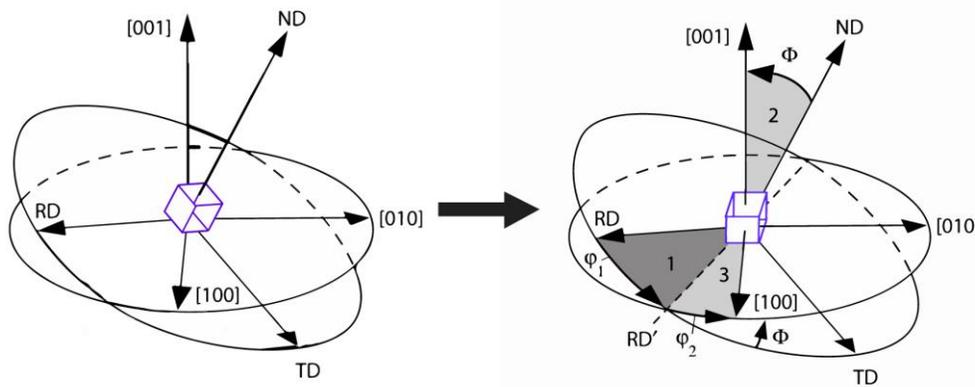


Figura 2.17 Representación de ángulos de Euler de una estructura cubica a partir de un sistema de referencia general [36].

Debido a que los ángulos de Euler presentan la identidad $g\{\varphi_1 + \pi, 2\pi - \Phi, \varphi_2 + \pi\} = g\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$, se definen φ_1 y φ_2 entre 0 y $\pi/2$ y Φ entre 0 y π .

2.9.2 Evolución de Macrotextura

La obtención de figuras de polos mediante rayos x es la fuente de información más común para la medición de macrotextura por su facilidad de llevar a cabo el ensayo y el bajo coste que implica. Tiene la ventaja de proveer un promedio aceptable de textura sobre un área razonablemente grande. Si se considera que la medición se hace en un área de 25 mm^2 y se tiene un tamaño de grano aproximado de $20 \mu\text{m}$, la cantidad de granos asegura una viabilidad en cuestiones estadísticas.

Un plano cristalográfico puede ser representado como un punto en una esfera de referencia mediante el vector normal al plano. El punto de intersección entre la esfera y el vector normal se le conoce como polo. Para representar en dos dimensiones una figura de polos se requiere hacer una proyección estereográfica utilizando el plano ecuatorial de la esfera de referencia. La posición de cada polo en una proyección estereográfica se define mediante dos ángulos, el ángulo azimutal α y el ángulo β que caracteriza la rotación del polo a través del eje polar.

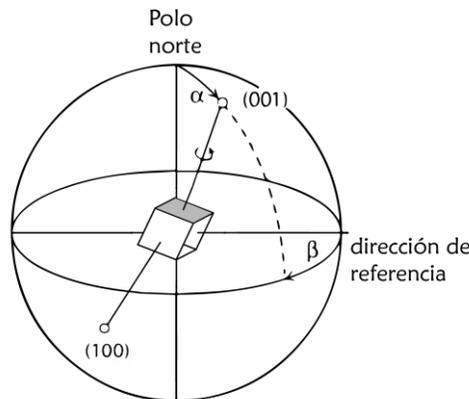


Figura 2.18 Orientación del plano (100) en una estructura cubica tomando un sistema de referencia externo mediante los ángulos α y β [36].

En la figura 2.19 se puede observar la representación de los polos correspondientes a la familia de planos $\langle 111 \rangle$ de una estructura cubica, junto con su proyección estereográfica.

Figura de polo $\langle 111 \rangle$

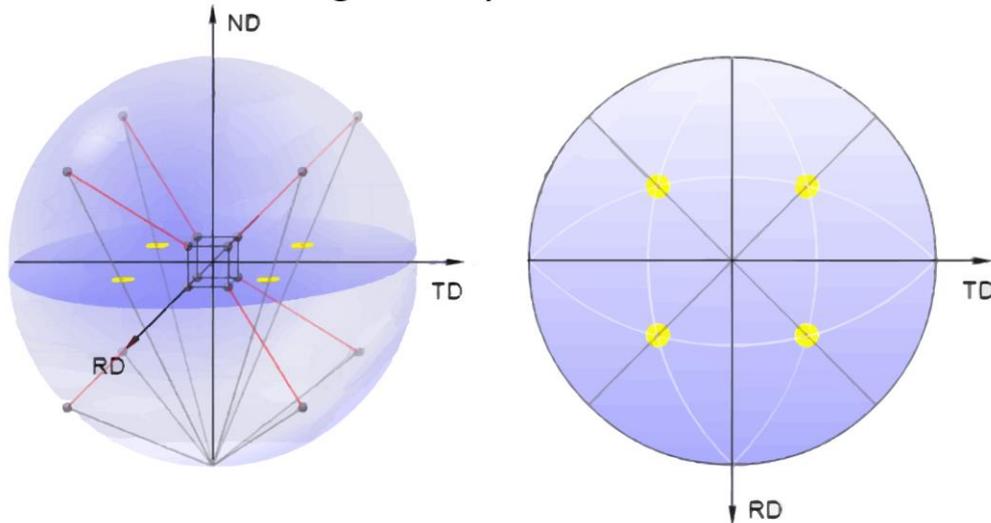


Figura 2.19 Proyección estereográfica de los planos de la familia $\{111\}$ de una estructura cubica.

Una figura de polos es un mapa de densidad de una dirección cristalográfica específica con respecto a la referencia de la muestra, dicha densidad representa la intensidad de difracción de una familia de planos $\{h k l\}$ con un ángulo 2θ constante para todas las direcciones. La intensidad de difracción es directamente proporcional a la cantidad de planos que difractan en cierta dirección.

Así como se puede representar la orientación de los granos del material con respecto a un sistema de referencia del material, también se puede representar un sistema coordenado externo proyectado en el sistema coordenado del cristal, a esto se le conoce como figura de polos inversa. Para materiales con simetría cúbica, se suele usar el triángulo unitario compuesto por los vértices $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ y $\langle 111 \rangle$.

Para estudiar la evolución de la textura cristalográfica a través del proceso de RCS, se compara el cambio entre la condición T6 y cuatro pasos en la condición Pre-RCS. Los datos se obtuvieron mediante difracción de rayos x, utilizando un difractómetro Rigaku Ultima-IV con radiación de Cu ($\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$). Las mediciones se realizaron en modo "in plane" dando valores a α en un rango de 0.5 a 90° con un paso de 0.4 , y β de 0 a 360° con una velocidad de $120^\circ \text{ min}^{-1}$.

Los polos estudiados corresponden a los picos de difracción (111) , (200) y (220) . La configuración de la muestra analizada se puede observar en la figura 2.20, para lograr la correcta medición, se pulió la muestra hasta dejarla plana.

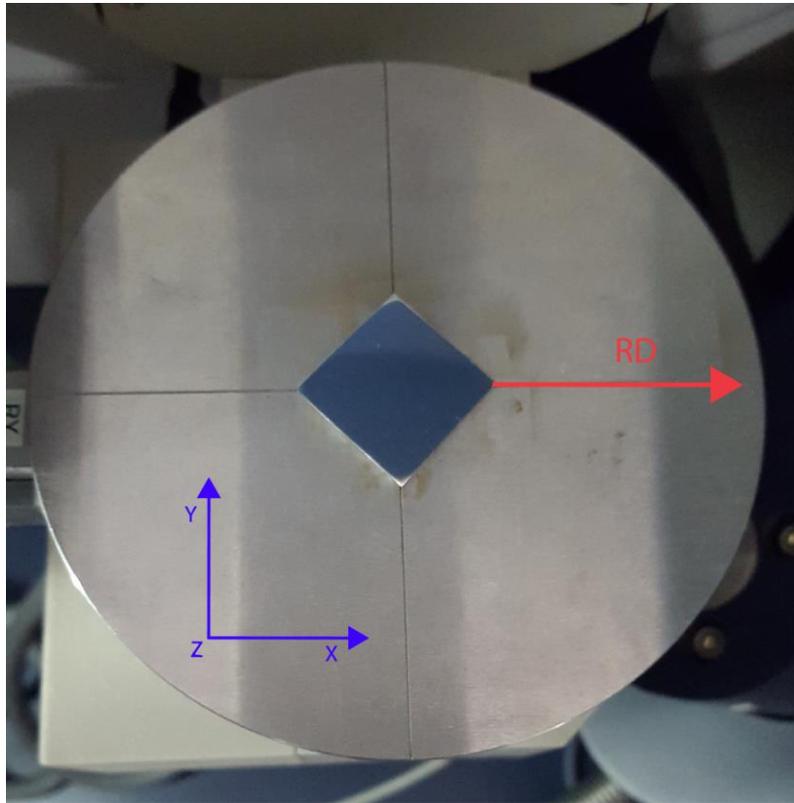


Figura 2.20 Posición de muestras para la obtención de figuras de polos.

Para el análisis de textura y la construcción de las figuras de polo se requieren procesar los datos de difracción que se realizan mediante el software 3DExplorer®, dando un suavizado, eliminación de ruido y exportación.

Para representar la orientación cristalográfica del material en el espacio de Euler se emplea la función de distribución de orientación (ODF por sus siglas en inglés). La generación de las ODF's se realizó mediante el software MatLab®, en el cual se realizaron los cálculos de las figuras de polo, figuras de polo inversa y ODF's, utilizando un código MTEX de acceso público.

2.9.3 Evolución de Microtextura

La microscopía electrónica de barrido es una poderosa herramienta para adquirir datos de microtextura, caracterizando la orientación cristalina local de un material, esto puede realizarse mediante diferentes técnicas siendo la más común la difracción de electrones retrodispersados. Esta técnica permite determinar la orientación cristalina punto a punto para construir un mapa de orientaciones, del cual se puede obtener la desorientación relativa de los granos o subgranos y la fracción de fronteras de grano de ángulo alto o bajo.

El mapa de orientaciones de la difracción de los electrones retrodispersados se obtiene al realizar un barrido en la superficie de la muestra con el haz de electrones. Dicha difracción es captada por un detector de fósforo que resulta en una serie de patrones de difracción de Kikuchi. Los patrones de Kikuchi consisten en un par de líneas paralelas en el cual cada par o también conocido como banda, tiene un ancho que corresponde a un plano cristalino. La

intersección de las bandas corresponde a un polo o eje de zona. Por lo tanto, la simetría y orientación local del cristal se puede determinar mediante la relación angular que existe entre las bandas y el espaciamento entre las mismas. Esta técnica requiere que la muestra este inclinada a un ángulo de $\sim 60 - 70^\circ$ con respecto al haz incidente con la intención de coleccionar la mayor cantidad de electrones retrodispersados.

El haz de electrones interactúa con los primeros $\sim 50 \text{ nm}$ de la muestra, dependiendo del tipo de material y el voltaje utilizado. Debido a esto se requiere una muestra pulida y sin deformación superficial [36].

La preparación de muestras en piezas deformadas resulta una tarea complicada. Para materiales metálicos el procedimiento de desbaste grueso resulta general, pero para el pulido fino se tienen diferentes variables dependiendo de la naturaleza del material, por lo que no se pueden definir condiciones para un material en específico.

En el presente trabajo la superficie de la muestra queda marcada por la geometría del molde, por lo que para la preparación se requirió un desbaste mecánico grueso hasta borrar las marcas del molde. Posteriormente se desbastó la pieza de manera progresiva hasta lograr llegar a un pulido fino con silica coloidal. El procedimiento de preparación se resume en la tabla 2.3.

Tabla 2.3 Metodología de preparación de muestras para EBSD.

Paso	Método	Lubricante	Tiempo (min)
1	Papel abrasivo SiC 400	Agua	10-15
2	Papel abrasivo SiC 800	Agua	3-5
3	Papel abrasivo SiC 1200	Agua	3-5
4	Papel abrasivo SiC 2400	Agua	3-5
5	Papel abrasivo SiC 4000	Agua	5-10
6	Solución diamante $9 \mu\text{m}$	Etanol	10-15
7	Solución diamante $6 \mu\text{m}$	Etanol	10-15
8	Solución diamante $3 \mu\text{m}$	Etanol	10-15
9	Solución diamante $1 \mu\text{m}$	Etanol	10-15
10	Silica coloidal $0.05 \mu\text{m}$	Etanol	20-30

El análisis de EBSD se realizó en un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-7001F, a con un paso de $0.2 \mu\text{m}$ para las muestras de uno a cuatro pasos. El área analizada se puede observar en la figura 2.21. Para realizar el análisis EBSD se seleccionó la zona central de la base unitaria del proceso, es decir, la zona que presenta mayor deformación.

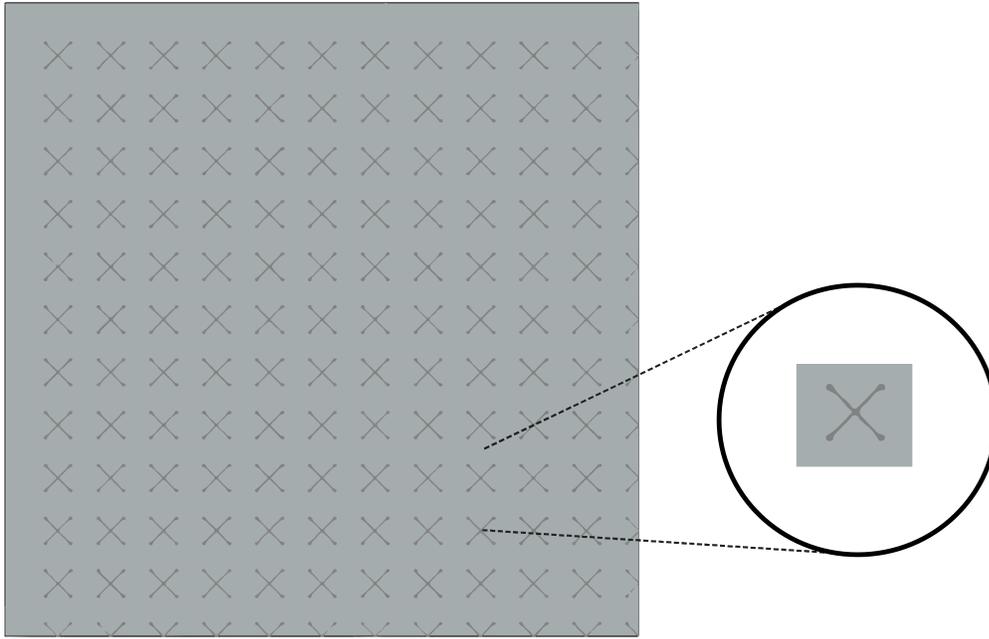


Figura 2.21 Área empleada para preparar muestras para EBSD.

2.10 Microscopia electrónica de transmisión.

La microscopia electrónica de transmisión (TEM por sus siglas en inglés) se basa en analizar la interacción que existe entre el impacto de electrones en una muestra conductora. La imagen correspondiente se obtiene a través de la recolección de los electrones o fotones resultantes de este impacto. Existen diferentes tipos de interacciones entre los electrones bombardeados y la muestra, algunos pueden traspasar la muestra sin ningún tipo de interacción, otros pueden traspasar, pero pueden ser dispersados de forma elástica (sin pérdida de energía) o inelástica (con pérdidas de energía), y otros pueden ser absorbidos. Así mismo se pueden producir fotones como consecuencia de los saltos energéticos en los electrones de los átomos de la muestra. Dependiendo del tipo de interacción, se produce una señal que se detecta después del impacto del haz y así se puede obtener diferente tipo de información sobre la estructura de la muestra [35].

La orientación cristalográfica también puede ser medida mediante microscopia electrónica de transmisión, esto en casos en los cuales la resolución espacial es un factor importante. Las técnicas más empleadas para obtener la orientación cristalográfica son [35]:

- Microscopia electrónica de transmisión de alta resolución (HRTEM por sus siglas en inglés): Esta técnica se puede emplear para obtener la orientación de manera local en un volumen muy pequeño. En dicha técnica se pueden observar columnas atómicas lo que permite obtener conclusiones de la estructura cristalina.
- Análisis de patrones de difracción en un área seleccionada (SAD por sus siglas en inglés): El análisis de la orientación en un policristal mediante esta técnica se basa en la premisa de que, para cada orientación de un cristal, corresponde un patrón de difracción, que con su simetría nos da información sobre la orientación del cristal. Si se realiza el análisis en un material policristalino lo que se observa es la formación de anillos concéntricos, formados por la contribución de cada cristal que lo compone.

Dado que en esta técnica los electrones requieren traspasar la muestra, las dimensiones del material en su espesor deben de ser el orden de $\sim 100 \text{ nm}$, por lo que se requiere una preparación especial. En el presente trabajo las muestras se prepararon mediante micromaquinado por haz de iones focalizados (FIB por sus siglas en inglés) en un equipo JEOL JEM 9320-FIB. En la figura 2.22 se puede observar el último paso de la preparación de la muestra, en la cual se obtiene una lamela con $\sim 100 \text{ nm}$ de espesor.

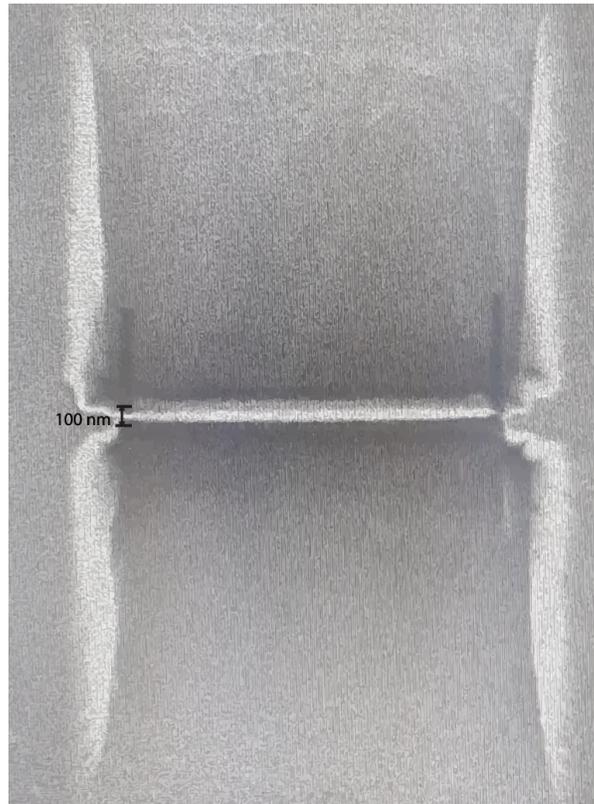


Figura 2.22 Última etapa de preparación de muestra para TEM mediante FIB.

Con la finalidad de observar el refinamiento de grano local en las zonas de mayor deformación, así como la generación de subgranos, concentración de dislocaciones y su efecto en la generación de granos con frontera de grano de ángulo grande, se realizaron micrografías en campo claro en un microscopio electrónico de transmisión JEM-ARM200F. Adicionalmente se obtuvieron micrografías de alta resolución para observar detalles de dislocaciones, condición de precipitados y desorientación de subgranos-granos.

Las micrografías antes mencionadas se obtuvieron para las condiciones: (1) máxima dureza (T6) y (2) cuatro pasos en la condición Pre-RCS. Ya que la información que se obtiene por esta técnica presenta una estadística muy baja por ser localizada en la zona de mayor deformación, se empleó esta técnica para realizar un análisis puntual complementando los estudios realizados por difracción de rayos X y microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés).

2.11 Efecto de la temperatura y velocidad de deformación.

Uno de los parámetros importantes en la determinación de las propiedades mecánicas es la velocidad de deformación $\dot{\epsilon}$, definida por:

$$\dot{\epsilon} = \frac{d\epsilon}{dt} \text{ [s}^{-1}\text{]}$$

En general se puede observar un aumento en la resistencia máxima conforme aumenta la velocidad de deformación, así mismo se observa un aumento en la ductilidad conforme disminuye la velocidad de deformación y aumenta la temperatura. Un parámetro importante para calcular la velocidad de deformación es la velocidad de la cruceta, que es la forma más común de controlar los ensayos de tensión, dicha velocidad se puede representar por:

$$v = \frac{dL}{dt} = \dot{L}$$

La velocidad de deformación ingenieril es proporcional a la velocidad de la cruceta. Sin embargo, no representa la velocidad real de deformación, por lo tanto, para representar la velocidad real de deformación (al igual que en el caso de la deformación ingenieril y deformación real), se considera que la velocidad de deformación real es en un instante de tiempo, por lo que se calcula de la siguiente manera.

La velocidad de deformación ingenieril:

$$\dot{e} = \frac{de}{dt} = \frac{d\left(\frac{L - L_0}{L_0}\right)}{dt} = \frac{1}{L_0} \frac{dL}{dt} = \frac{v}{L_0} = \frac{\dot{L}}{L_0}$$

La velocidad de deformación real:

$$\dot{\epsilon} = \frac{d\left[\ln\left(\frac{L}{L_0}\right)\right]}{dt} = \frac{1}{L} \frac{dL}{dt} = \frac{v}{L} = \frac{\dot{L}}{L}$$

Para facilitar el cálculo de la deformación real se puede relacionar \dot{e} con $\dot{\epsilon}$ mediante la siguiente relación:

$$\dot{\epsilon} = \frac{v}{L} = \frac{L_0}{L} \frac{de}{dt} = \frac{1}{1 + e} \frac{de}{dt} = \frac{\dot{e}}{1 + e}$$

Dado que $\dot{\epsilon}$ es inversamente proporcional a la longitud instantánea de la muestra, si la velocidad de la cruceta es constante, la velocidad de deformación real disminuirá conforme se alargue la probeta.

Para evaluar la sensibilidad a la velocidad de deformación, se relaciona la resistencia máxima a la tensión de ensayos realizados (variando la velocidad de deformación), esta relación se hace mediante la siguiente ecuación:

$$\sigma = C \dot{\epsilon}^m$$

Donde m es la sensibilidad a la velocidad de deformación y se obtiene de la pendiente de $\ln \sigma$ vs $\ln \dot{\epsilon}$

Una forma alternativa de analizar la sensibilidad a la velocidad de deformación es unificando los puntos de las diferentes velocidades de deformación y temperaturas mediante la ecuación $\dot{\epsilon} = A_1(\sinh \alpha_1 \sigma)^{n_1} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$. Sin embargo, se ha demostrado que cuando se toma en cuenta la dependencia del módulo de elasticidad en función de la temperatura y como energía de activación el coeficiente de autodifusión en función de la temperatura (siempre y cuando el deslizamiento y escalamiento de dislocaciones sean el principal factor en el mecanismo de deformación), se puede calcular la sensibilidad a la velocidad de deformación empleando la siguiente ecuación [38]:

$$\frac{\dot{\epsilon}}{D_v(T)} = A \left(\sinh \left(\frac{\alpha \sigma}{E(T)} \right) \right)^{n_1}$$

Donde:

$A, \alpha \rightarrow$ son constantes del material.

$n_1 = 1/m \rightarrow$ exponente de creep.

$D_v(T) \rightarrow$ Coeficiente de autodifusión en función de la temperatura.

$\sigma \rightarrow$ tensión considerada

Para calcular el módulo de elasticidad y coeficiente de autodifusión en función de la temperatura se emplearon las siguientes ecuaciones [40]:

$$G(T) = G_0 \left(1 + \frac{(T - 300) T_M}{T_M} \frac{dG}{G_0 dT} \right); \quad E(T) = 2(1 + \nu) G(T)$$

Donde:

$G(T)$: modulo de corte en función de la temperatura

$G_0 = 25400 \text{ MPa} \rightarrow$ modulo de corte a 300 K

$T_M = 933 \text{ K} \rightarrow$ Temperatura de fusión del aluminio

$E(T)$: modulo de elasticidad en función de la temperatura

ν : relación de Poisson

$$\frac{T_M}{G_0} \frac{dG}{dT} = -0.5$$

$$D_v(T) = D_{ov} \exp - \frac{Q_v}{RT}$$

Donde:

$D_{ov} = 1.7 \times 10^{-4} \frac{m}{s^2} \rightarrow$ coeficiente de difusión.

$Q_v = 142 \frac{kJ}{mol} \rightarrow$ energía de activación

$R = 8.3144 \frac{J}{mol K} \rightarrow$ constante de los gases

Otro parámetro que afecta el comportamiento del material en los procesos de conformado es el valor de la sensibilidad a la velocidad de deformación, entre mayor es el valor del parámetro m , más se reduce el efecto de *necking* durante la aplicación de esfuerzos de tensión en el material, lo cual es una característica deseable para los procesos de manufactura de láminas [9,37].

Para determinar el comportamiento de la aleación 6061 procesada por RCS en condiciones de alta temperatura y analizar el efecto de la velocidad de deformación se realizaron ensayos de tracción uniaxial en temperaturas de 573.15, 673.15 y 773.15 K. Las dimensiones de las probetas se pueden observar en la figura 2.8, las cuales están basadas en la norma ASTM E8M.

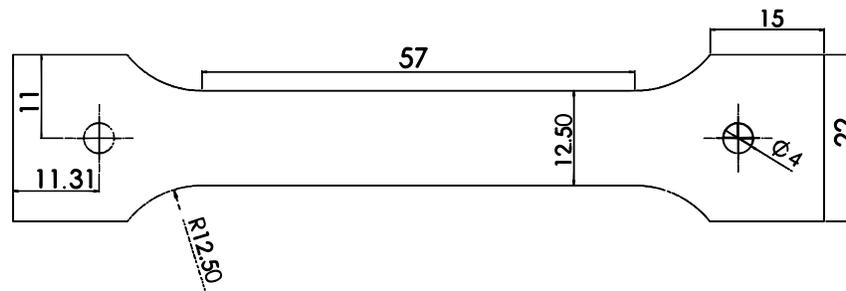


Figura 2.23 Dimensiones de probetas para ensayos de tensión a alta temperatura.

Los ensayos se realizaron en una máquina de ensayos universales Instron 5584 equipada con una celda de carga de 100 kN, utilizando tres diferentes velocidades de la cruceta, 0.1, 1 y 10 mm/min , lo que resulta un rango de velocidades de deformación de $\sim 3 \times 10^{-5}$ a $\sim 3 \times 10^{-3}$, los ensayos se llevaron a cabo en la condición Pre-RCS de uno y dos pasos, combinando las tres velocidades con las tres temperaturas antes mencionadas.



Figura 2.24 Máquina universal de ensayos Instron 5584.

2.12. Estudio de límite de conformado

El conformado de piezas en forma de lámina es una característica clave en los procesos de manufactura debido a que se evita el maquinado final del producto. Comparando con las piezas que se realizan por fundición o forja, los productos manufacturados con láminas tienen ciertas ventajas, tales como bajo peso y/o variedad en las formas finales.

Para manufacturar productos con láminas se emplean diferentes procesos, los cuales la mayoría se realizan a temperatura ambiente. Para las aplicaciones antes mencionadas del aluminio los procesos más comunes son el conformado por estiramiento o el embutido profundo, en ambos casos se requiere evaluar los límites de conformado para evaluar la viabilidad del proceso.

Las variables que se involucran en los procesos de conformado son: (1) propiedades del material, (2) el diámetro del punzón, (3) las tolerancias entre el dado y el punzón y finalmente (4) la fricción. De las variables antes mencionadas la característica que tiene mayor impacto en el producto final son las propiedades del material.

Para evaluar las propiedades de un material en forma de lámina para lograr forma requerida sin mostrar alguna falla, tal como fractura, rugosidad, localización de la deformación (*necking*) o desgarre, se hacen ensayos de conformado, también conocido como ensayo Erichsen.

Como se puede observar en la figura 2.25, en el ensayo Erichsen la muestra es sujeta por dos pisadoras circulares, y un punzón esférico realiza una fuerza en la lámina hasta que se observa la fractura.

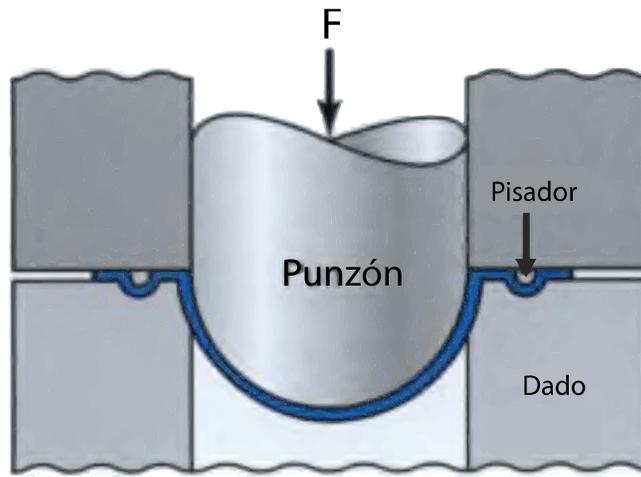


Figura 2.25 Representación de ensayo Erichsen.

Una forma estándar para comparar las propiedades de conformado de un material es mediante los diagramas de límite de conformado (FLD por sus siglas en inglés), o también conocidos como curvas de límite de conformado (FLC por sus siglas en inglés). Para construir los FLD se siguen los estándares descritos en la norma ASTM E 2218, en la cual se enlistan las características de la maquinaria y muestras para que el ensayo sea válido.

Para construir el diagrama, primero se debe realizar una malla en la muestra para posteriormente realizar mediciones de la deformación mayor y menor. La malla puede estar compuesta por cuadrados o círculos, entre más fina sea la malla, más precisos serán los resultados. Así mismo, se puede realizar una medición de la deformación mediante el uso de un software de correlación digital de imagen.

Para simular la deformación no uniforme típica de un proceso real de conformado, se cortan muestras variando el espesor. En la figura 2.26 se puede observar las diferentes geometrías que se emplean. En la geometría 1 se representa el estado uniaxial que es equivalente a un ensayo de tensión simple, en la geometría 2 y 3 el estado de deformación varía conforme el espesor hasta llegar a un estado de deformación biaxial en la geometría 4.



Figura 2.26 Geometrías empleadas para generar diferentes estados de deformación en un ensayo Erichsen.

Los diagramas de límite de conformado se componen de dos ejes, el eje de deformación mayor y el eje de deformación menor.

La deformación mayor es la deformación en la dirección con mayor alargamiento y siempre es positiva, mientras que la deformación menor puede ser tanto como positiva o negativa. Esto se debe a que la deformación menor puede ser de alargamiento o contracción y se mide en la dirección transversal a la deformación mayor. Comparando el área calibrada antes y después del ensayo se puede determinar si el espesor de la muestra cambio durante la deformación, debido a que el volumen se mantiene constante en la deformación plástica.

Una vez obtenidos los datos de las diferentes geometrías y plasmados en la gráfica se puede trazar la curva FLC, la cual representa los límites entre la zona de falla y la zona segura del material. De la figura 2.27 se puede observar que entre más arriba este la curva, mejor será el comportamiento que presente el conformado en el material. Es importante destacar que es deseable obtener una deformación menor negativa, debido a que en esa zona la deformación mayor tiene un valor más alto.

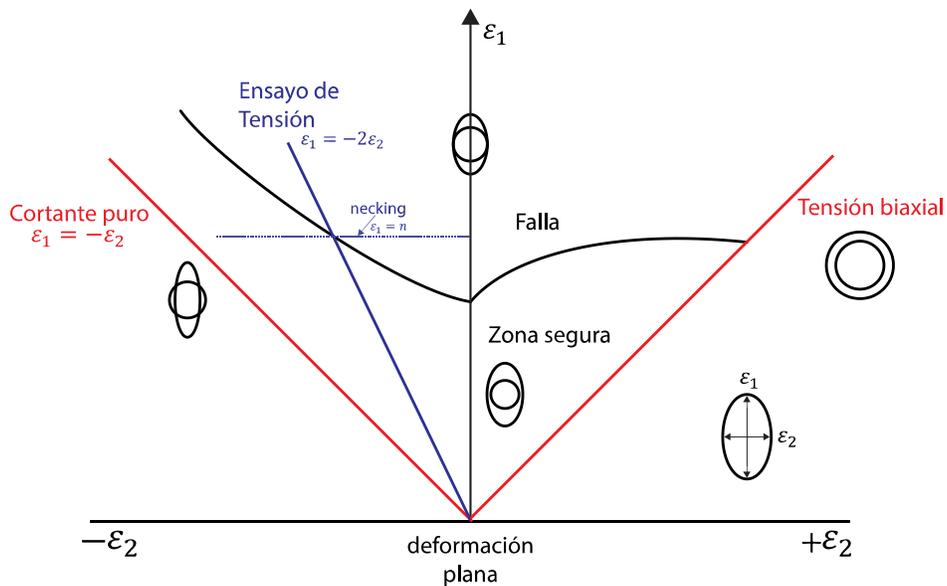


Figura 2.27 Descripción de zonas en un diagrama de límite de conformado.

Con la finalidad de evaluar una posible aplicación del material procesado y comparar las propiedades de conformado con diferentes materiales, se realizaron ensayos Erichsen en el centro tecnológico CTM en Barcelona, España. Los ensayos se llevaron a cabo en una prensa de doble actuador con capacidad de 50 ton para el pisador y 150 ton en el punzón. Se utilizó un punzón de 50 mm de diámetro a una velocidad de 1mm/s y la lubricación fue mediante una capa de teflón y PVC.



Figura. 2.28 Prensa de doble actuador, CTM Barcelona.

Se analizó el cambio en las propiedades de conformado para uno y dos pasos de la condición Pre-RCS y así mismo para la condición T6. Para cada condición se maquinaron tres probetas con las geometrías que se pueden observar en la figura 2.29.

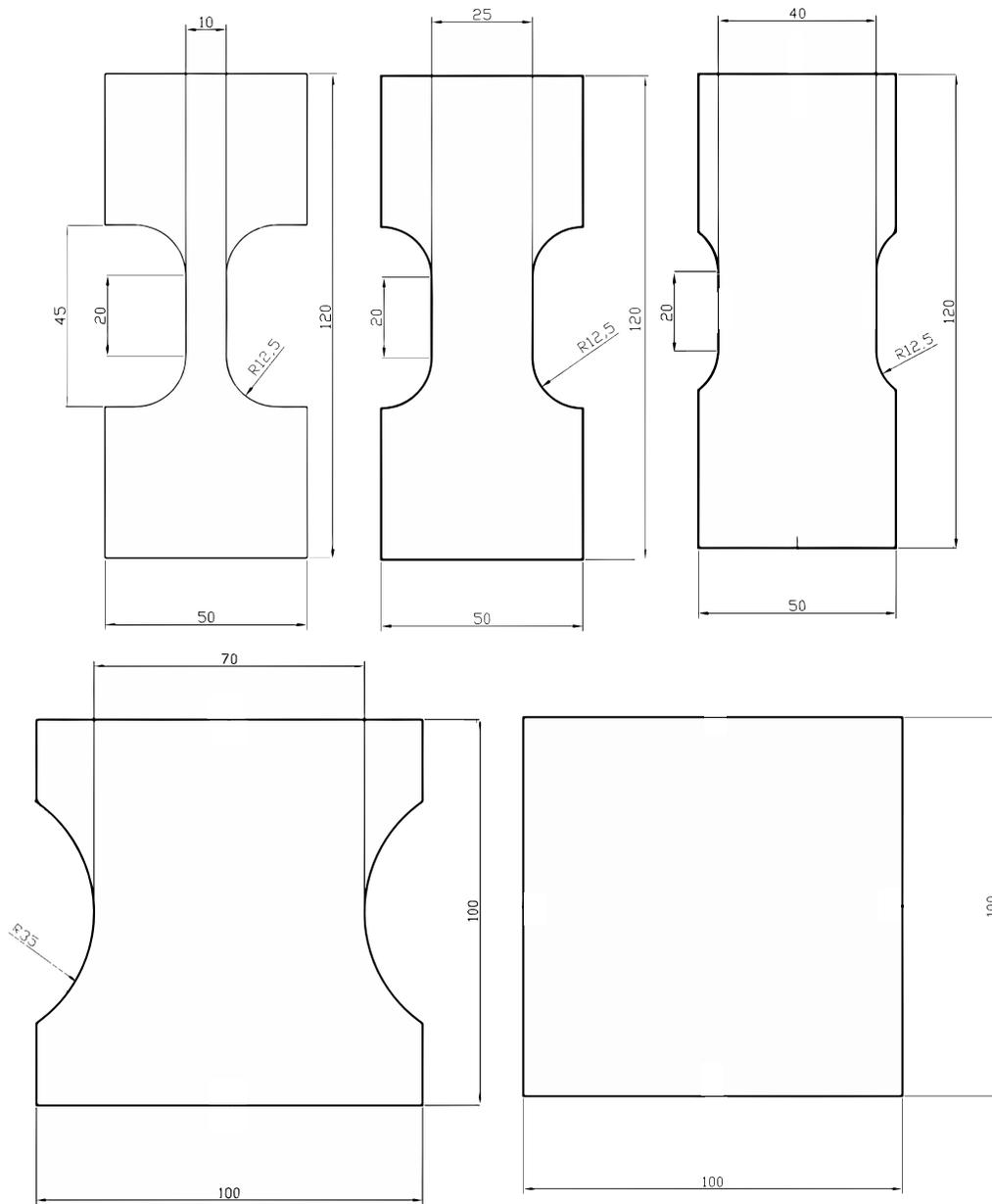


Figura. 2.29 Dimensiones de probetas maquinadas para ensayos Erichsen.

Las mediciones de las deformaciones se realizaron mediante el software de correlación de imagen Aramis Profesional®. La obtención de datos de deformación se llevó a cabo mediante un sistema de dos cámaras montadas sobre el ensayo, las cuales permiten realizar el seguimiento de puntos marcados en las muestras, las marcas se pueden observar en la figura 2.30. Para realizar los puntos se pintaron las muestras con pintura blanca en aerosol y posteriormente se roció ligeramente con pintura negra.

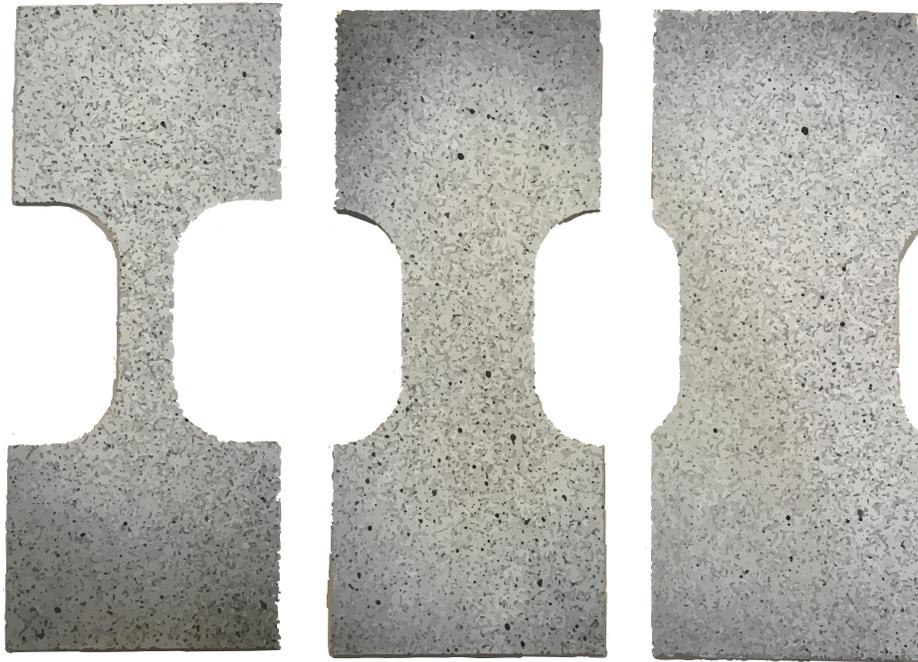


Figura. 2.30 Probetas marcadas para cálculo de deformación mediante software de correlación de imagen.

Una vez obtenidos los datos se calcularon las deformaciones principales desde la etapa inicial hasta la fractura y, con esos datos se procedió a construir los diagramas de límite de conformado en las condiciones anteriormente descritas.

3. Resultados y Discusión

En este capítulo, se presentarán los resultados de los experimentos descritos en el capítulo anterior. Así mismo, se presenta el análisis de las discusiones asociadas a cada uno de ellos.

3.1 Proceso de corrugado planchado (RCS)

Uno de los problemas que se presentaron en el proceso RCS fue la baja deformación plástica que soporta la aleación 6061. En cada paso del proceso se analizó la integridad de las muestras, logrando procesar hasta cuatro pasos en ambas condiciones (Pre-RCS y Post-RCS), observando fracturas macroscópicas al intentar realizar cinco pasos. En la figura 3.1 se pueden apreciar las muestras procesadas, que presentan marcas en forma de X características del proceso. La fractura en el quinto paso de RCS, se presentó en las zonas marcadas (X) generadas por la geometría del molde.

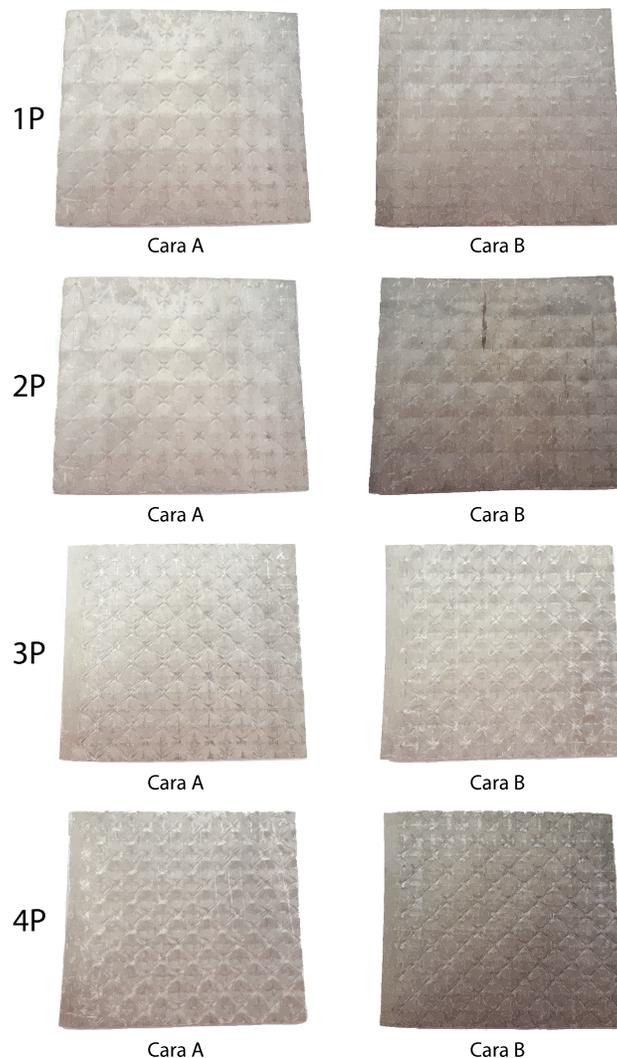


Figura. 3.1 Láminas procesadas por RCS de uno a cuatro pasos. (Dimensiones las láminas: 112x112mm)

Una vez obtenidas las muestras procesadas de uno a cuatro pasos de RCS se procedió a la preparación de las muestras para cada técnica de caracterización descrita en el capítulo 2.

3.2 Modelado mediante análisis de elemento finito.

3.2.1 Análisis de la deformación.

La distribución de deformación plástica equivalente de la celda base en el proceso de RCS, se analizó mediante simulación de elemento finito. En la figura 3.2 se puede observar que para un paso de RCS, la deformación muestra una distribución heterogénea a lo largo de la superficie, también se apreció una diferencia en la cara A con respecto a la B, teniendo una mayor concentración y magnitud en la zona central en la cara B. Para el caso de dos pasos de RCS se puede observar que la deformación en la cara A y B muestra una distribución similar, este comportamiento fue causado por el giro en la lámina de 180° entre cada pasada de RCS. Para los pasos subsecuentes la distribución de la deformación no varió con respecto a la de dos pasos, únicamente se observó un ligero aumento en la magnitud en la cara B en el caso de tres pasos y, finalmente para el caso de cuatro pasos las magnitudes se igualaron. La deformación equivalente en las zonas más deformadas es de ~ 0.8 , lo que es menor que lo predicho por la ecuación mostrada en la sección 1.5.1, esto se debe a que la ecuación se aplica a un diseño similar pero no igual, y también se puede tener una disminución por efectos de fricción.

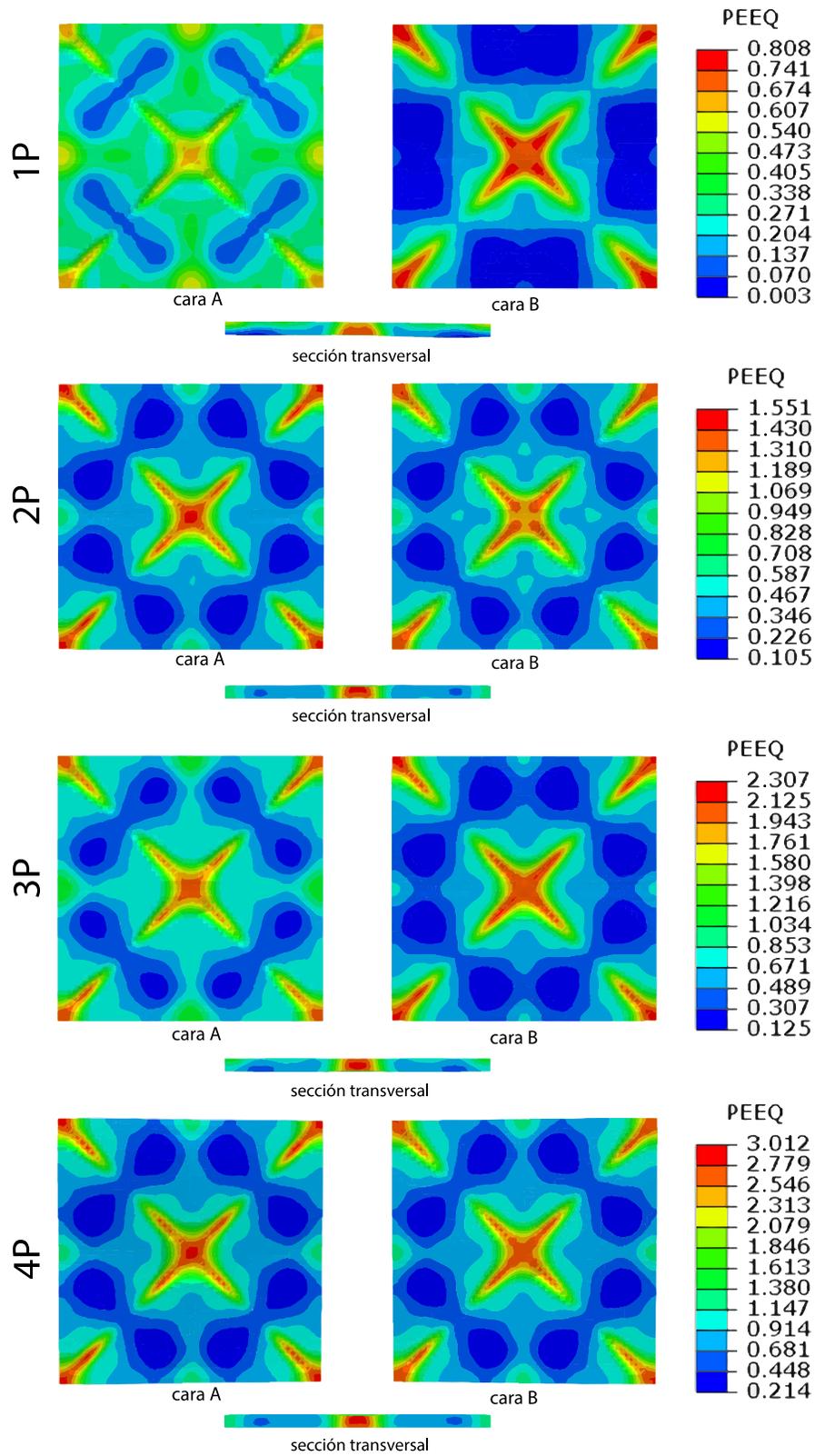


Figura. 3.2 Distribución de deformación plástica equivalente a través del proceso de RCS desde un paso hasta cuatro pasos (Dimensiones: 16x16 mm).

3.3 Etapa de validación

3.3.1 Microdureza Vickers

El material en estado de recepción presenta una microdureza HV de 80. Después de realizar el laminado y solubilizado se obtiene un valor de 75 HV. Aplicando el tratamiento térmico de envejecido durante 18 horas a 180°C (condición T6) se obtuvo una microdureza HV de 120. Sin embargo, el valor que se obtuvo es ligeramente mayor a lo reportado para una aleación 6061 comercial en la condición de máxima dureza (115 HV) [30]. En la figura 3.3 se puede observar el aumento de la dureza promedio a través del proceso en la condición Pre-RCS, en el cual se obtuvo un incremento total debido al proceso de 24 HV entre cero pasos (T6) y cuatro pasos. El mayor aumento en dicha condición se da entre la condición inicial T6 y el primer paso del proceso con un incremento de 20 HV pasando de 120 a 140 HV. Finalmente, para los pasos subsecuentes se presenta un comportamiento asintótico, teniendo un valor promedio de dureza de 147 y 144 HV para las condiciones de dos y cuatro pasos del proceso respectivamente, siendo la condición de dos pasos la que presenta la máxima dureza.

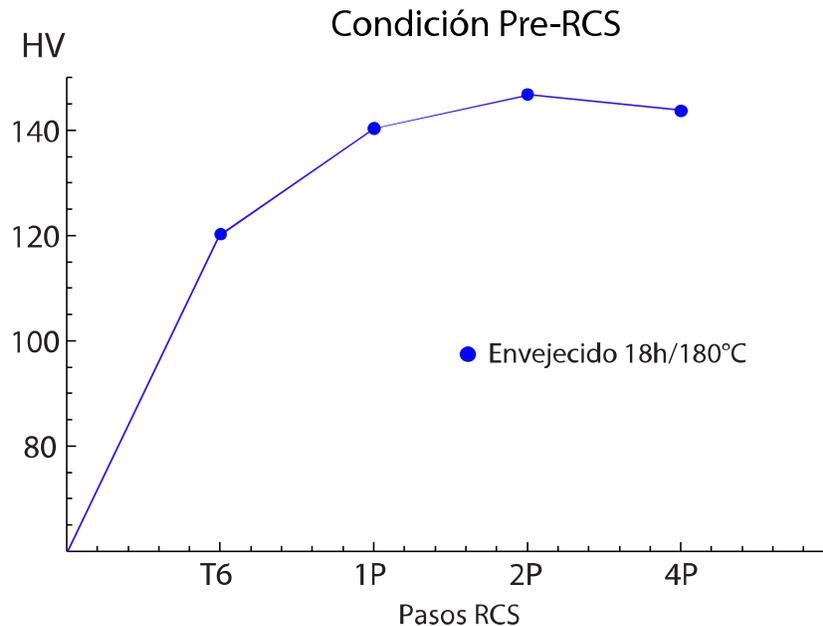


Figure 3.3 Evolución de microdureza Vickers a través del proceso de RCS en la condición Pre-RCS.

Al realizar un tratamiento de envejecido parcial durante 8 horas a 180°C se obtuvo un valor de microdureza HV de 92, aumentando 16 HV respecto a la condición de solución sólida. En la figura 3.4 se puede observar el aumento de la dureza a través del proceso en la condición Post-RCS, mostrando un incremento máximo debido solo a la deformación del proceso de 45 HV pasando de 75 a 120 HV entre la condición solución sólida y cuatro pasos sin ningún envejecido. De manera análoga a la condición Pre-RCS el mayor incremento se da entre la condición de solución sólida y el primer paso del proceso, con un aumento de 28 HV pasando de 75 a 103 HV. En la condición de un paso, al aplicarle el tratamiento de envejecido antes descrito en la sección 2.2 se obtiene un ligero aumento de 8 HV, llegando al valor de 111 HV, siendo muy poco el aumento debido al tratamiento térmico de envejecido. Finalmente

se obtiene el valor máximo de 120 HV para cuatro pasos en la condición donde solo se aplica la deformación. El tratamiento de envejecido posterior a la deformación podría estar generando una recristalización y esto genera la disminución de la dureza.

Condición Post-RCS

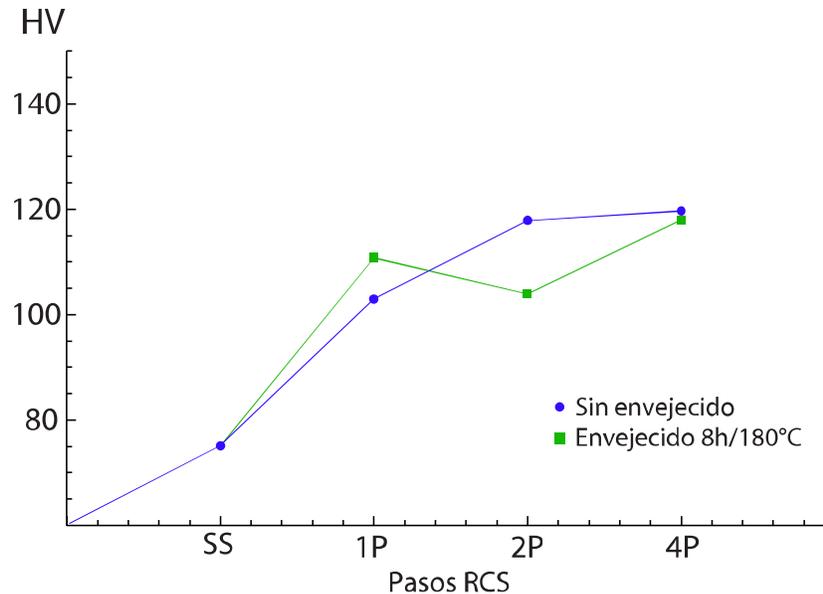


Figura. 3.4 Comparación de la evolución de microdureza Vickers a través del proceso de RCS en la condición Pre-RCS antes y después del tratamiento térmico de envejecido.

Comparando el valor máximo de dureza del presente trabajo con resultados de otros procesos de deformación plástica severa, se puede observar un valor intermedio de dureza teniendo una deformación menor que los otros procesos.

Tabla 3.1 Comparación de Microdureza Vickers de diferentes procesos de SPD.

Proceso	HV	ϵ
ECAP	168	~6
ARB	132	~4
TCP	110	~3
HPT	173	~6
RCS	147	~1.6

La distribución de la dureza a lo largo de la superficie del material deformado está relacionada con la distribución de la deformación plástica equivalente acumulada. En la condición inicial se puede inferir que presenta una distribución de dureza homogénea en el material debido a que el tratamiento térmico de solubilizado y envejecido generan una microestructura donde los efectos de la deformación del laminado previo se relajan, lo cual se corrobora mediante el mapeo de dureza presentado en la figura 3.5. Cabe mencionar que la simulación por elemento finito genera una distribución ideal en la deformación y las marcas se realizan en coordenadas específicas, y en el proceso real al ajustar la lámina se pueden tener ligeras desviaciones en cuanto a la alineación.

En la distribución de dureza a través de la superficie analizada se puede observar una concentración de la dureza en la zona central, que va aumentando en función de los pasos de RCS. En la condición de cuatro pasos se observa una mayor concentración en la zona central, lo que concuerda ligeramente con la distribución de deformación obtenida mediante la simulación por elemento finito. Los valores para la muestra con un paso varían de 120 a 164 HV y para la muestra de cuatro pasos (4P) se puede observar una variación desde 119 a 180 HV, esto indica que la heterogeneidad de la deformación incrementa conforme aumenta el número de pasos, logrando el objetivo de diseño propuesto en la geometría del dado.

Distribución de dureza para la condición Pre-RCS

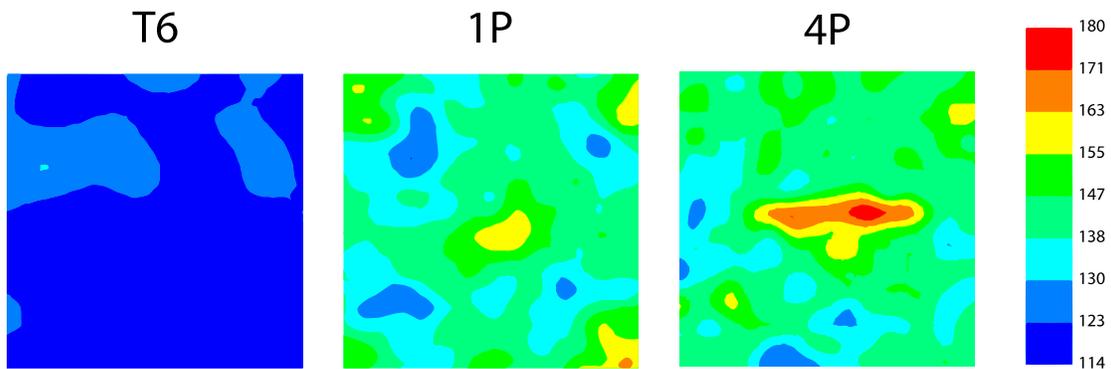


Figura. 3.5 Comparación entre la distribución de dureza a través del proceso RCS (Dimensiones: 16x16 mm).

Mediante la simulación por elemento finito se puede observar que para la condición de un paso se espera una concentración en la dureza en la parte central junto con un patrón de deformación alrededor (Fig. 3.23), lo que coincide con el mapeo de dureza realizado para la muestra de un paso de RCS. Sin embargo, existe una clara variación, la cual puede ser efecto de la reducción de espesor debido a la preparación de la muestra para realizar el ensayo de microdureza Vickers y/o a la alineación de la muestra al ser procesada.

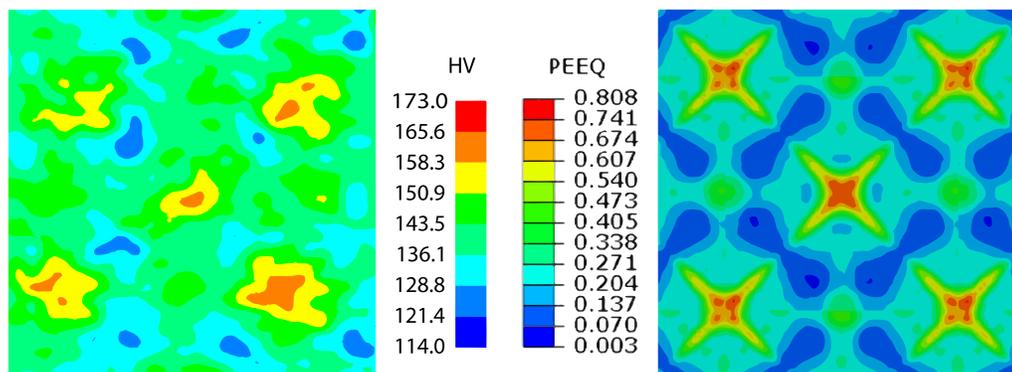


Figura 3.6 Comparación entre mapeo de dureza y la deformación plástica equivalente calculada mediante FEM para un paso (Dimensiones: 25x25 mm).

3.3.2 Ensayos de Tensión.

Los ensayos de tracción uniaxial muestran un cambio en las propiedades mecánicas de la aleación 6061 a temperatura ambiente en función de los diferentes pasos, los cuales se pueden observar en la figura 3.7 (para la condición Pre-RCS). De manera análoga a los ensayos de dureza se puede observar que en el primer paso de RCS se obtiene el mayor incremento en la resistencia a la fluencia, la cual incrementa con un paso de RCS un 13%, pasando de 319 MPa en condición T6 a 367 MPa en un paso, mientras que el alargamiento a la fractura (ductilidad) se reduce drásticamente de 11.5% a 4.5%. El valor máximo para la resistencia a la fluencia se encuentra en dos pasos de RCS con un valor de 385 MPa y una ductilidad de 3.5%. Finalmente se puede observar una ligera reducción en la resistencia para tres y cuatro pasos, con un valor de 371 MPa y 377 MPa, respectivamente.

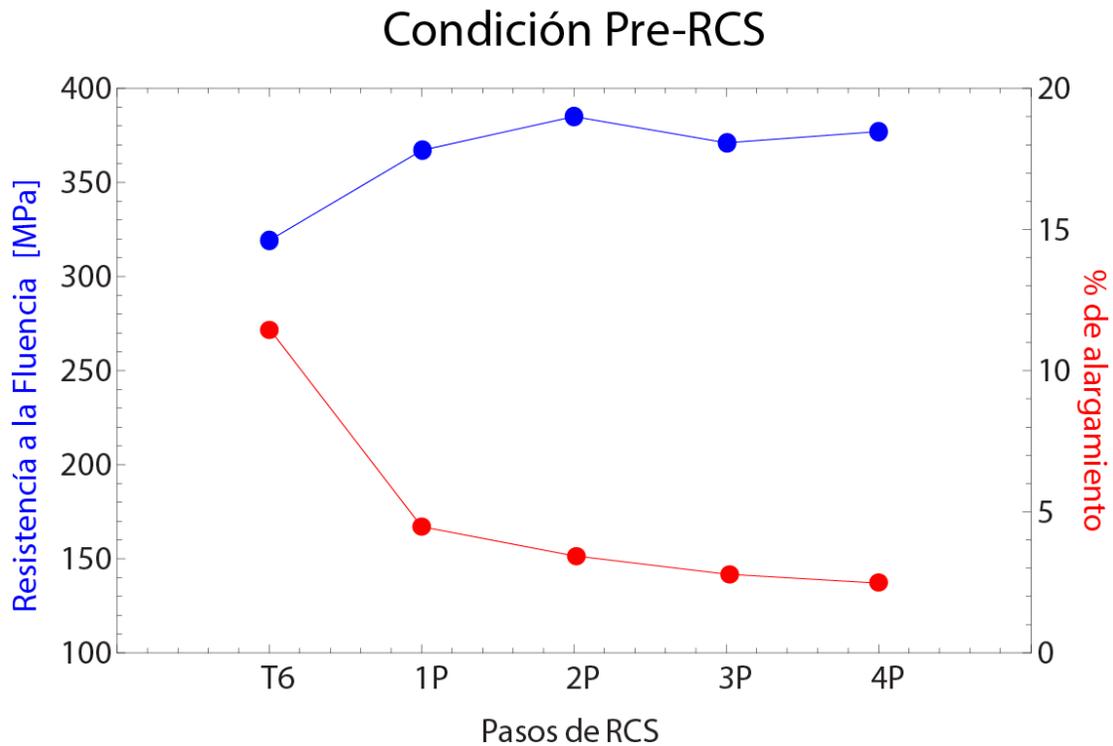


Figure 3.7 Evolución de resistencia a la fluencia y ductilidad en la condición Pre-RCS.

Para la condición Post-RCS se evalúa el cambio en las propiedades mecánicas producido por el proceso de RCS en conjunto con el tratamiento térmico de envejecido posterior a la deformación, esto debido a que la aleación presenta envejecido natural a pocas horas de realizar el tratamiento de solución sólida, por lo que se buscó una condición más estable para realizar las mediciones.

En la figura 3.8 se puede observar la evolución de la resistencia a la fluencia y ductilidad en la condición Post-RCS. Como es característico de los procesos de deformación plástica severa y como se observó en la condición Pre-RCS se obtiene el mayor incremento en la primera pasada del proceso, aumentando un 63%, pasando de 171 MPa en condición de solución sólida a 279 MPa para un paso. Así mismo, la ductilidad tiene un decremento de

19% a 2.2%. Para dicha condición se presenta una disminución para los dos pasos subsecuentes y al cuarto paso aumenta nuevamente la resistencia, al igual que se observó en los ensayos de dureza. En dos y tres pasos se obtiene una resistencia a la fluencia de 257 MPa y 222 MPa, respectivamente. Por último, el valor máximo para la resistencia a la fluencia se encuentra en cuatro pasos con un valor de 295 MPa y una ductilidad de 1.9%.

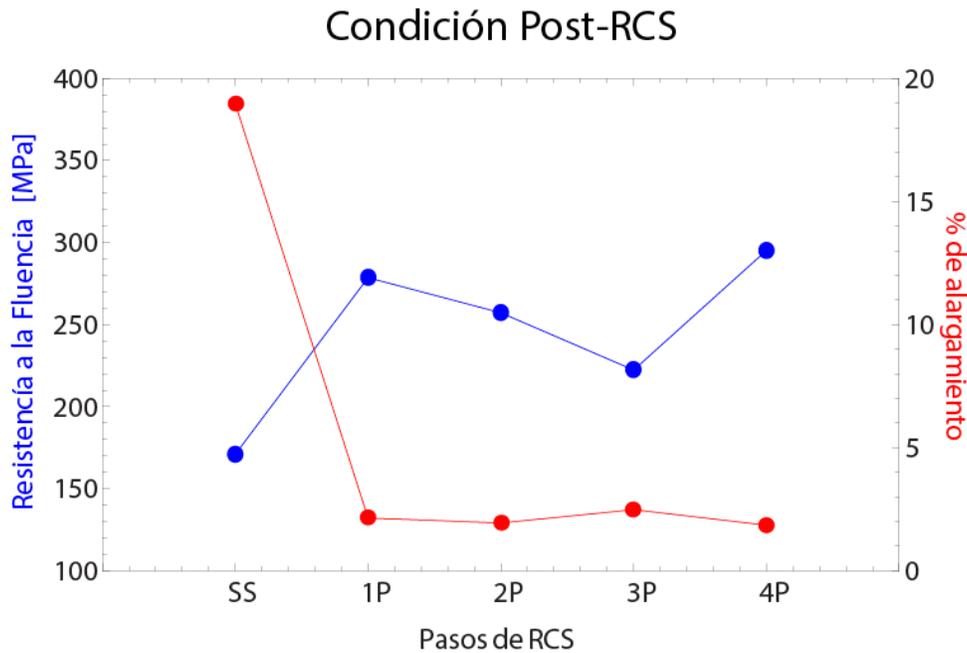


Figura. 3.8 Evolución de resistencia a la fluencia y ductilidad en la condición Pre-RCS.

Comparando las condiciones con tratamiento térmico de envejecido previo y posterior a la deformación se puede observar en la figura 3.9 que cuando se parte de la condición de máxima dureza T6 se obtienen mejores propiedades mecánicas, tanto en resistencia a la fluencia como en ductilidad. De la comparación general, se puede decir que la mejor condición es la de un paso Pre-RCS, debido a que se tiene una mejor relación entre la resistencia y la ductilidad. Sin embargo, los valores de ductilidad evalúan el comportamiento general del proceso y no del material como tal. Esto, debido a que, en los ensayos de tracción, al llegar a la región plástica se localizaba la deformación en las X de las muestras.

Comparación entre condición Pre-RCS y Post-RCS

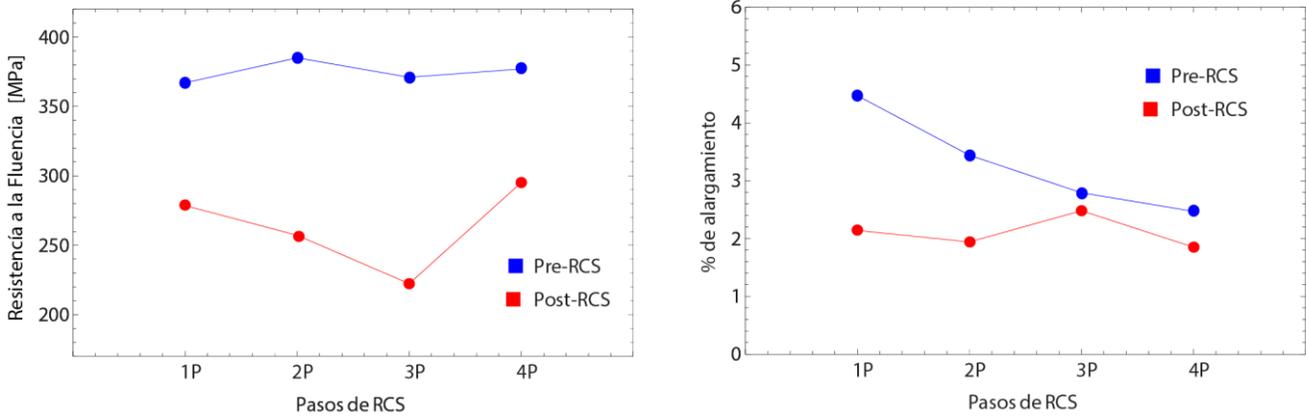
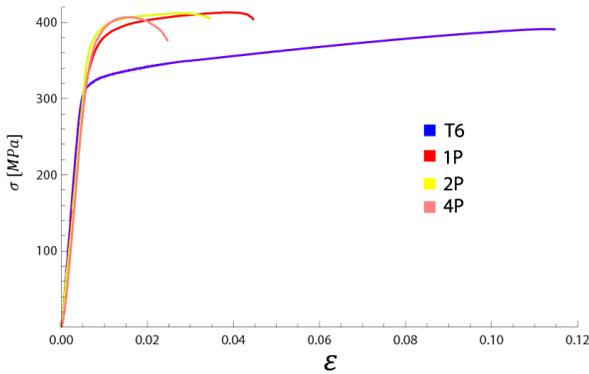


Figura. 3.9 Comparación de la evolución de la resistencia y ductilidad entre las condiciones Pre-RCS y Post-RCS.

En la condición Pre-RCS y Post-RCS se obtiene un decremento en el valor de la resistencia para tres pasos, siendo consistente con el comportamiento en la dureza. La reducción para tres pasos en la condición Post-RCS está más marcada que para la condición Pre-RCS, esto puede ser debido a que el tratamiento térmico de envejecido promueva una recuperación en el material, reduciendo la densidad de dislocaciones y, por tanto, la resistencia mecánica.

Comparación de curvas esfuerzo-deformación Pre-RCS



Comparación de curvas esfuerzo-deformación Post-RCS

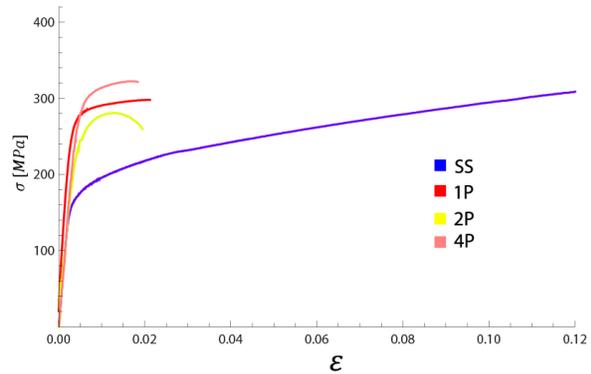


Figura 3.10 Evolución de curvas esfuerzo deformación a través del proceso para las condiciones Pre-RCS y Post-RCS.

En la figura 3.10 se puede observar que el aumento en la resistencia corresponde al endurecimiento por deformación de la condición inicial para cada caso. Finalmente, se concluye que la condición Pre-RCS en la cual el tratamiento de envejecido se realiza previo al proceso de RCS, presenta propiedades mecánicas superiores a la condición Post-RCS por lo que la caracterización posterior a la etapa de validación se realizó únicamente en la condición Pre-RCS.

3.4 Caracterización microestructural.

3.4.1 Difracción de rayos X

Mediante el análisis de los difractogramas de rayos X es posible caracterizar los cambios en la microestructura producidos por procesos de deformación plástica severa, tales como deformaciones inducidas en la estructura cristalina, tamaño del dominio cristalino, evolución de precipitados y macrotextura. A continuación, se presenta el análisis de los difractogramas en las condiciones T6 y cuatro pasos, los cuales se obtuvieron en la configuración Bragg-Brentano.

Los difractogramas de rayos X se tomaron en muestras con un área de 510 mm^2 por lo que se puede considerar una buena estadística en el análisis (esto no implica que el área que abarca el análisis de RX sea la misma). Para identificar los picos característicos de la fase de aluminio se utilizó la tarjeta número 96-901-2956 de la base de datos del software Match 2. En la figura 3.11 se puede observar de manera cualitativa que el material en condición T6 tiene una textura marcada, esto debido a una gran intensidad del pico correspondiente al plano (200) en relación con los demás picos, teniendo en cuenta que nominalmente el pico del plano (111) es más intenso que el (200). Para la condición de 4P se puede observar un aumento en la intensidad para el pico antes mencionado, mostrando que la textura no tiene un gran cambio debido al proceso. Sin embargo, el análisis de la evolución de textura se realizó mediante figuras de polos en la sección 3.4.3.

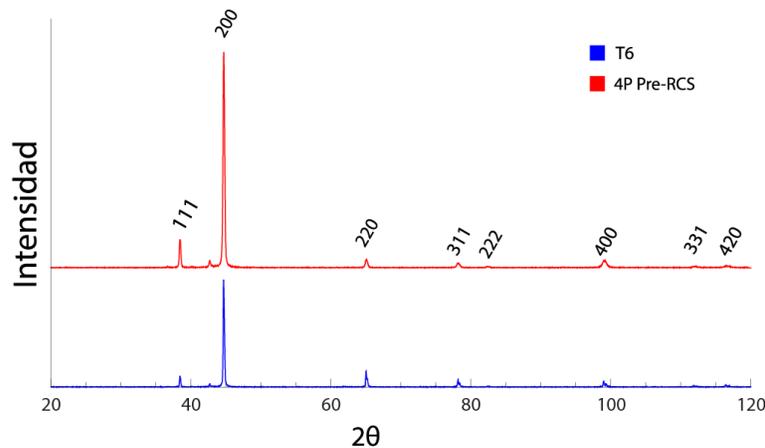


Figura. 3.11 Difractogramas de rayos X en diferentes pasadas del proceso RCS.

La técnica de difracción de rayos X permite diferenciar las fases presentes en un material mediante la posición de los picos e intensidad, debido a esto es posible analizar la condición de los precipitados de manera cualitativa en el material de estudio. En la figura 3.12 se puede observar la presencia de precipitados $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ y Mg_2Si y su evolución durante el proceso de RCS [20]. Los precipitados de Mg_2Si corresponden a la fase β , la cual es la fase estable en el proceso de precipitación en la aleación 6061 [9,14]. La presencia de precipitados en fase estable no contradice la condición de máxima dureza ya que se debe de tomar en cuenta la heterogeneidad química del material en un proceso de fabricación. Comparando la condición T6 con la de cuatro pasos se puede observar que los precipitados encargados del endurecimiento del material no sufren cambios durante el proceso.

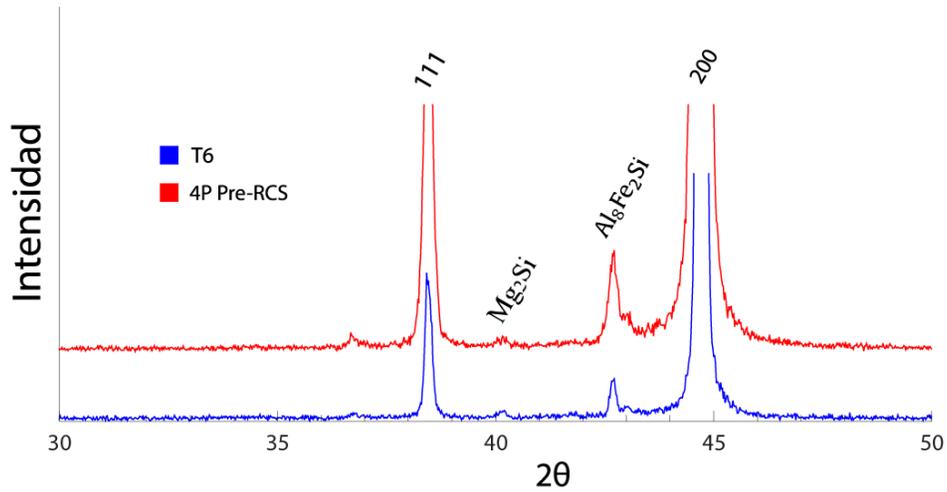


Figura. 3.12 Comparación de difractogramas entre condición inicial y cuatro pasadas para análisis de precipitados presentes en la aleación.

Para el análisis cualitativo en el ensanchamiento de pico en función de los pasos del proceso, se analizaron los cambios en el pico correspondiente al plano (400) desde la condición inicial (T6) hasta cuatro pasos de RCS. En la figura 3.13 se puede observar el efecto del proceso de RCS en el ancho de pico, como es característico en los procesos de deformación plástica severa, el mayor cambio se tiene entre la condición inicial y el primer paso del proceso. Así mismo, se puede observar que en la condición inicial se puede percibir la contribución de $K\alpha_1$ y $K\alpha_2$ y para las condiciones de uno y cuatro pasos se ve únicamente la convolución de ambas señales, esto ocasionado por el ensanchamiento del pico que presenta. Finalmente se puede observar un corrimiento hacia la izquierda en el pico correspondiente a la condición de un paso y regresando a la posición inicial en la condición de cuatro pasos, esto indica un ligero cambio en el parámetro de red entre las diferentes condiciones. Como ya se mencionó en la sección 2.9 el ensanchamiento de pico se debe a la deformación no uniforme de la red o una disminución en el tamaño del dominio cristalino y para poder diferenciar las contribuciones es necesario realizar un refinamiento Rietveld para aplicar el método de Williamson-Hall (WH).

Comparación de ancho de pico en condición Pre-RCS

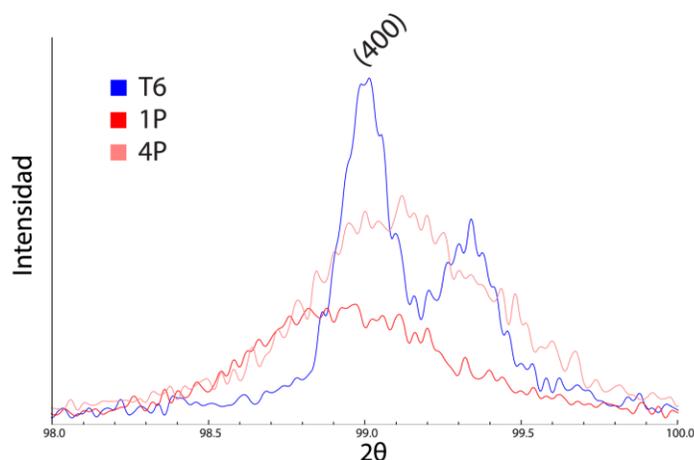


Figura. 3.13 Comparación de ancho pico para el plano (400) entre la condición de máxima dureza y cuatro pasadas.

En la tabla 3.2 se pueden observar los valores del parámetro de red y coeficientes de ajuste para las diferentes condiciones obtenidos mediante refinamiento Rietveld. Como se había observado en la comparación de los picos correspondientes al plano (400), se tiene un aumento en el parámetro de red para un paso del proceso y volviendo al valor inicial en la condición de tres y cuatro pasos. Esto indica una gran distorsión en la red, debido a la gran densidad de dislocaciones en la condición de un paso. Para las condiciones posteriores las dislocaciones podrían estarse agrupando para formar subgranos, reduciendo la distorsión en la red y por lo tanto, el parámetro de red. Este análisis se realizará con mayor profundidad mediante la técnica de microscopia electrónica.

Tabla 3.2 Coeficientes de ajuste y evolución de parámetro de red a través del proceso RCS.

Condición	χ^2	<i>Bragg R</i> [%]	<i>RF</i> [%]	<i>a</i> [Å]
T6	2.38	4.82	2.83	4.050
1P	1.63	6.00	3.89	4.054
2P	1.66	6.01	4.03	4.049
3P	2.38	6.21	3.66	4.050
4P	3.85	7.85	3.41	4.050

En la figura 3.14 se puede observar el análisis de las microdeformaciones y reducción del tamaño de grano mediante una gráfica de Williamson-Hall (WH), en el cual se puede observar un incremento drástico de la pendiente entre la condición inicial (T6) y un paso, lo que implica un gran aumento en la microdeformación en la red cristalina. Entre la condición de un paso y dos pasos, la pendiente se mantiene y para la condición de cuatro pasos aumenta ligeramente. Así mismo se puede observar que la recta se eleva desde la condición inicial hasta un máximo en la condición de cuatro pasos, esto indica que el tamaño de grano se reduce drásticamente desde la condición inicial hasta un paso de RCS y posteriormente el cambio en el tamaño de grano (al igual que en las microdeformaciones) es considerablemente menor.

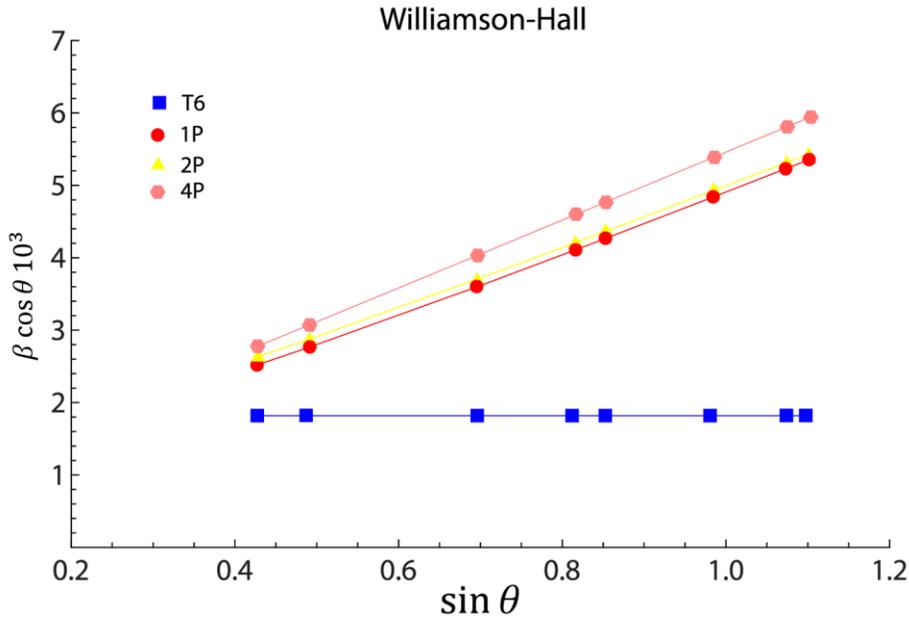


Figura 3.14 Gráficas Williamson-Hall para diferentes pasadas de RCS.

En el análisis mediante difracción de rayos X se puede concluir que las microdeformaciones aumentan en función del número de pasos, llegando a una estabilidad posterior a la primera pasada del proceso, esto podría ser debido a una saturación en las zonas de mayor deformación, generando una recuperación dinámica en la microestructura, así mismo observamos de manera cualitativa que hay disminución en el tamaño de grano, por lo cual se realizara un análisis más detallado mediante microscopia electrónica.

Tabla 3.3 Valores de microdeformación y tamaño de dominio cristalino por Williamson-Hall.

Condición	$4\varepsilon \times 10^4$	λ/D
T6	0	1.82
1P	4.22	0.69
2P	4.17	0.82
4P	4.68	0.77

3.4.2 Macrotextura

De las figuras de polos obtenidas mediante difracción de rayos x se analizó el cambio de textura a través del proceso RCS. El análisis se realizó para las familias de planos cristalinos {111}, {100} y {110}, en las condiciones de máxima dureza (T6) y cuatro pasos del proceso RCS. Los resultados experimentales se muestran en la figura 3.8.

Desde la condición de solución sólida se espera tener una componente de textura (001)[100] tipo cúbico. Esta componente de textura es característica de aleaciones de aluminio promovida por los tratamientos térmicos, en la cual se espera un aumento de intensidad para la condición T6 debido al mayor tiempo sometido a alta temperatura [9]. De las figuras de polos obtenidas de manera experimental se confirma la presencia de una componente textura tipo cúbico, que se mantiene estable a través del proceso, únicamente mostrando un aumento en la intensidad en las figuras de polos en la condición de cuatro pasos respecto a la condición inicial (T6). Este resultado es favorable debido a que el proceso permite mejorar las propiedades mecánicas, manteniendo la componente de textura previa al proceso.

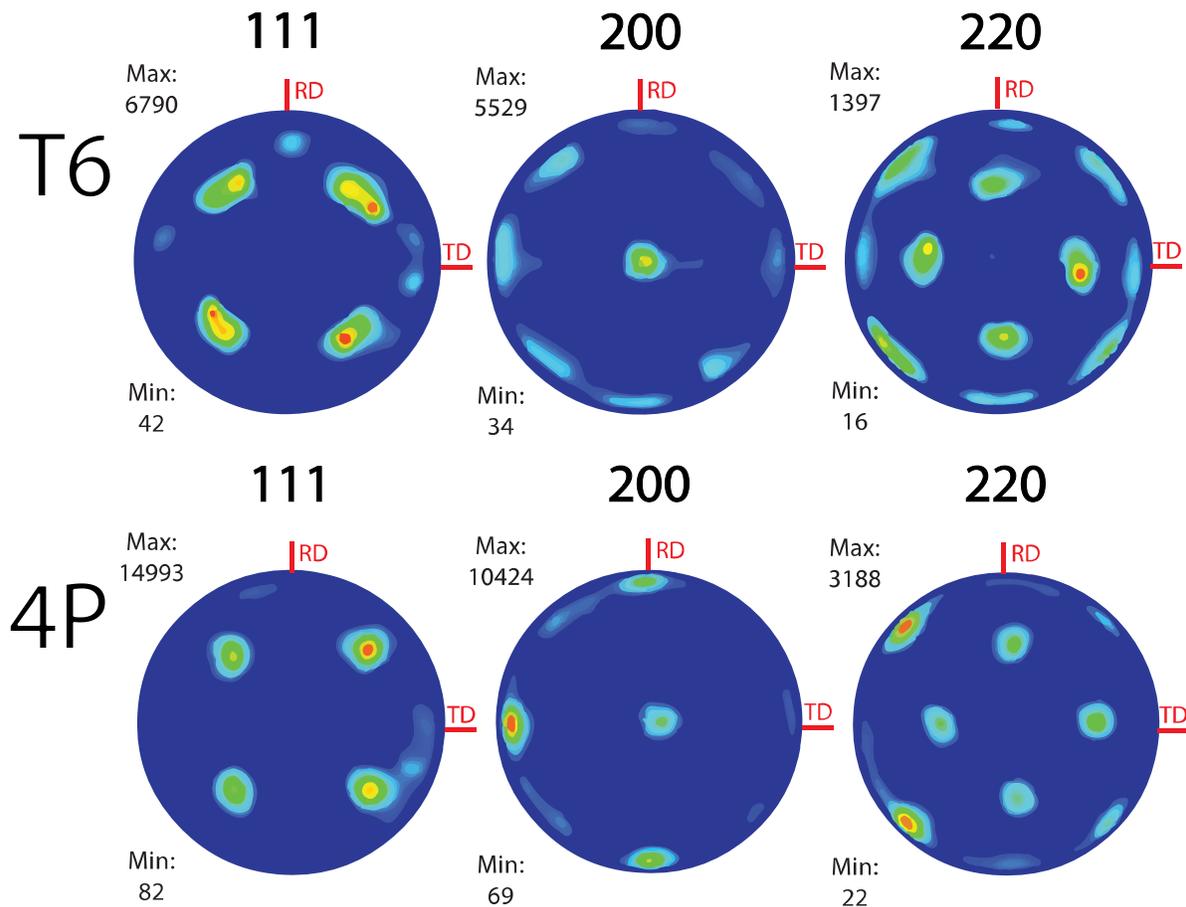


Figura 3.15 Figuras de polos experimentales para comparación de la evolución de Macrotextura a través del proceso RCS.

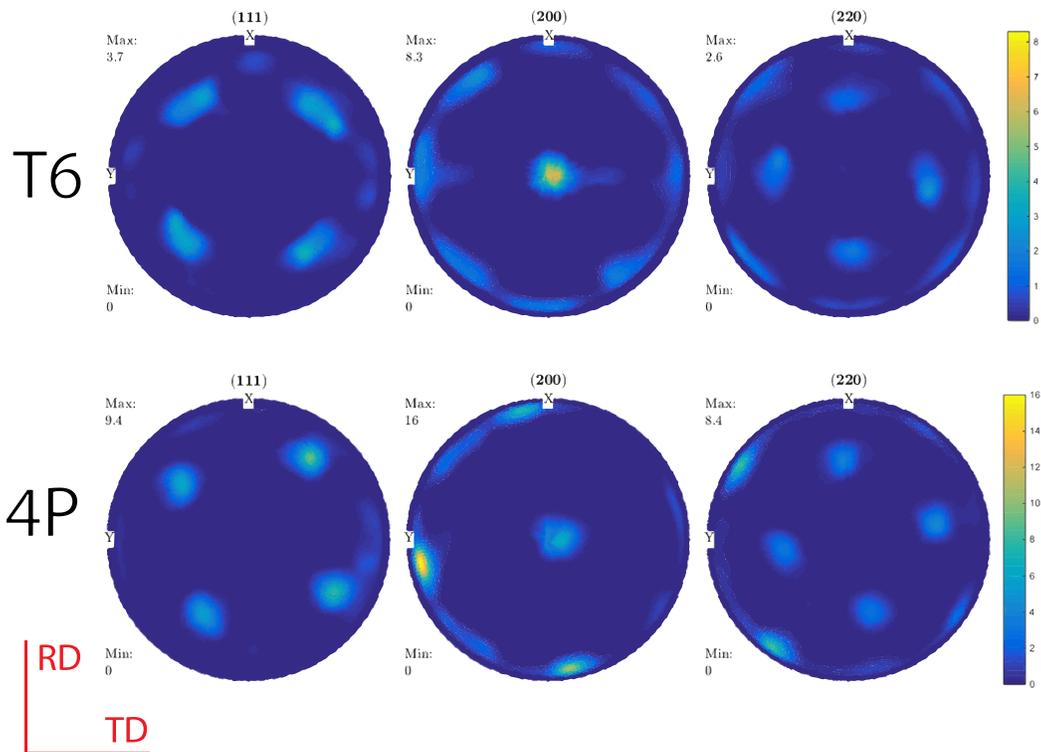


Figura. 3.16 Figuras de polos calculadas para comparación de la evolución de Macrotextura a través del proceso RCS.

En la muestra procesada por cuatro pasos se puede observar una ligera rotación en la dirección normal al plano (200), esta se puede apreciar mejor si se analizan las figuras de polo inversas (Fig. 3.10). En dicho análisis se confirma que existe una ligera rotación en la dirección (010) la cual corresponde a la dirección normal a la muestra.

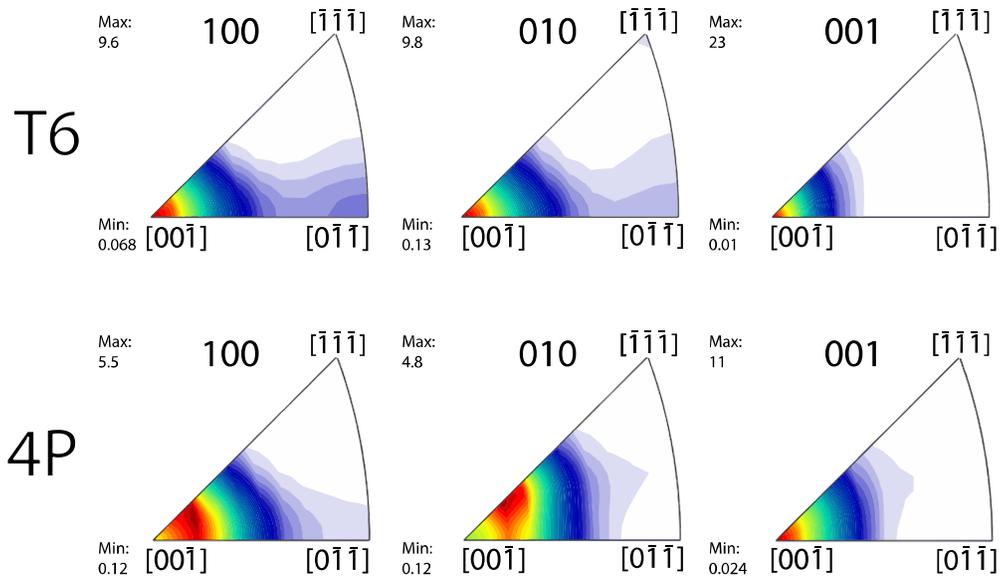


Figura. 3.17 Figuras de polos inversas para el análisis del cambio de orientación respecto a un sistema de referencia externo obtenidas mediante DRX.

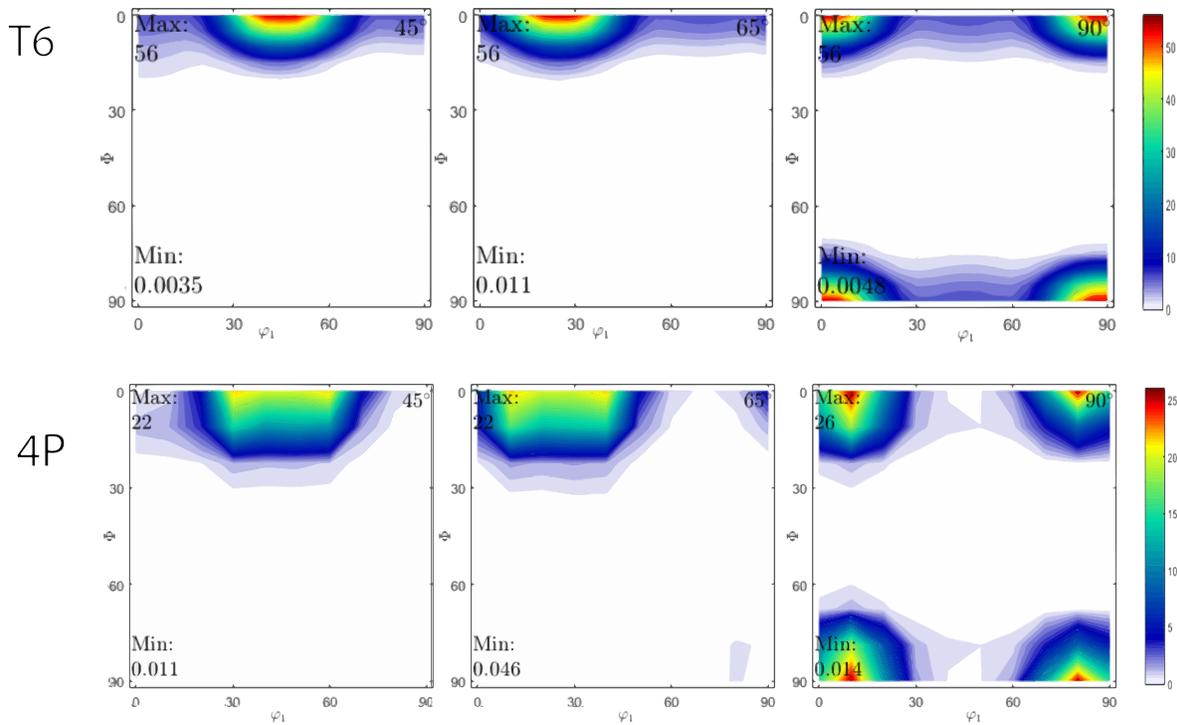


Figura. 3.18 Secciones de ODF's a 45, 65 y 90° para las condiciones de T6 y 4P.

Para descartar la presencia de una componente de textura diferente a la analizada mediante figuras de polos, se calcularon las funciones de distribución de orientación asumiendo una distribución ortorrópica del material dada por la dirección de laminación (RD por sus siglas en inglés), la dirección transversal (TD por sus siglas en inglés) y la dirección normal (ND por sus siglas en inglés). Las orientaciones se expresan mediante la notación Bunge de tres ángulos ($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$) en las secciones de $\varphi_2 = 45^\circ, 65^\circ$ y 90° .

En la condición inicial (T6) (Fig. 3.11) se puede observar claramente una textura tipo cubo (001)[100] sin remanencia de textura característica de laminación. La textura característica de laminación tiene las componentes (1 2 3)[6 3 -4], esta textura se conoce como tipo S y se puede observar en la figura 3.21.

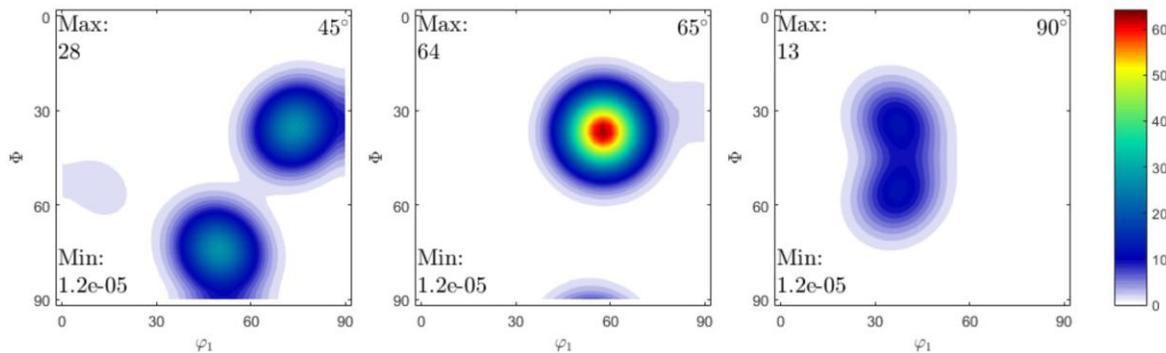


Figura. 3.19 Secciones de ODF's a 45, 65 y 90° para textura tipo S con las componentes (1 2 3)[6 3 -4].

3.4.3 Microtextura

La microestructura del material en condición de T6 presenta una distribución en su mayoría de granos equiaxiales, esto debido al tratamiento termomecánico que se llevó a cabo para obtener la forma final del material. Los granos presentan una distribución de tamaño de grano relativamente uniforme, presentando un tamaño de grano, de un diámetro promedio de $\sim 17\mu m$. En la figura 3.13 se puede observar las fronteras de grano de ángulo alto ($>15^\circ$) en negro y las fronteras de ángulo bajo ($5^\circ < \theta < 15^\circ$) en plateado. Se puede observar que la condición T6 presenta una estructura con baja cantidad de subgranos, esto indica que la microestructura tiene una recristalización debido al tratamiento térmico posterior a la laminación, cabe mencionar que las fronteras de los subgranos se pueden observar principalmente en los granos que son ligeramente alargados.

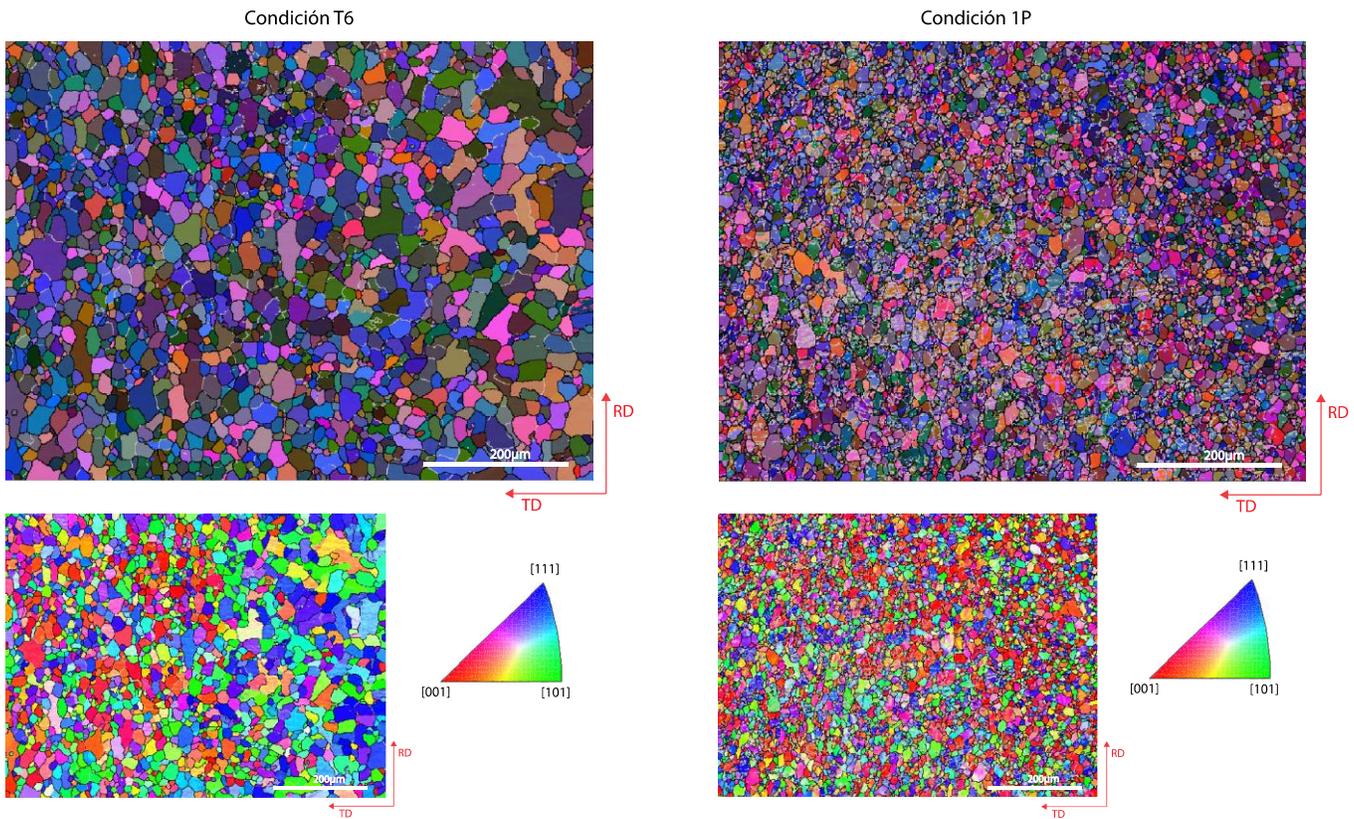


Figura. 3.20 Mapa de EBSD para las condiciones de T6 y 1P con límites de subgranos ($5^\circ < \theta < 15^\circ$) de plateado y de grano ($\geq 15^\circ$) en negro

En la figura 3.13 se puede observar la evolución de la microestructura desde la condición inicial a un paso de RCS, observando una reducción considerable en el tamaño de grano, llegando a un valor de diámetro promedio de $\sim 9\mu m$. La microestructura de un paso mantiene la distribución de granos equiaxiales y generando una gran cantidad de fronteras de ángulo bajo.

La distribución de granos y orientación se mantiene para la condición de dos pasos siendo de granos equiaxiales, entre los cuales se puede observar que disminuye la cantidad de subgranos en su interior respecto a la condición de un paso. En la condición de dos pasos la distribución del tamaño de grano comienza a ser heterogénea, reduciendo ligeramente en el

tamaño de grano, teniendo un diámetro promedio de $\sim 8 \mu m$. La reducción del tamaño de grano y el aumento de subgranos generados son un indicio de que el material presenta un proceso de recristalización dinámica debido a la alta energía almacenada en la red del material (la cual es consecuencia de las grandes deformaciones aplicadas al material).

De manera cualitativa para la condición de dos pasos no se observan grandes cambios en la orientación en comparación con la condición de un paso. Se sigue observando una coincidencia con la evolución de textura presentada mediante DRX (sección 3.3.2). En la condición de cuatro pasos se observa que la distribución heterogénea en el tamaño de grano aumenta, teniendo granos y subgranos de tamaño mínimo de $\sim 0.23 \mu m$. El tamaño de grano promedio para la condición de cuatro pasos es $\sim 6.3 \mu m$.

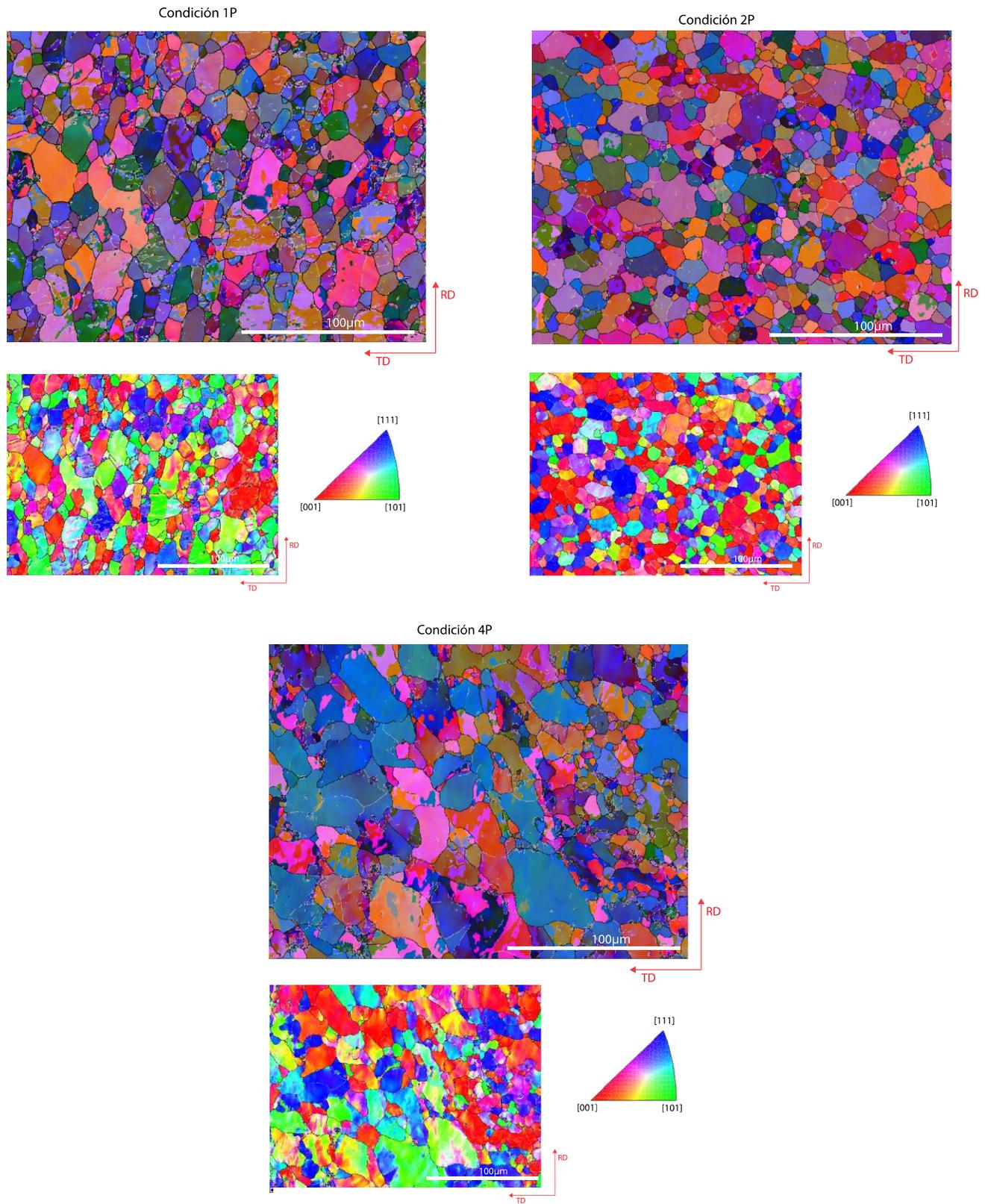


Figura. 3.21 Mapa de EBSD para las condiciones de 1P, 2P y 4P con límites de subgranos ($5^\circ < \theta < 15^\circ$) de plateado y de grano ($\geq 15^\circ$) en negro

Mediante el mapeo obtenido por EBSD se puede observar la orientación de cada grano en relación con un sistema de referencia exterior. Analizando las figuras de polo inversas para las condiciones T6, un paso, dos pasos y cuatro pasos, en la dirección (010) se puede observar una coincidencia con la textura tipo cubo (001)[100] obtenida mediante DRX, teniendo gran cantidad de granos alineados en la dirección normal de la pieza con la dirección [010] de la microestructura.

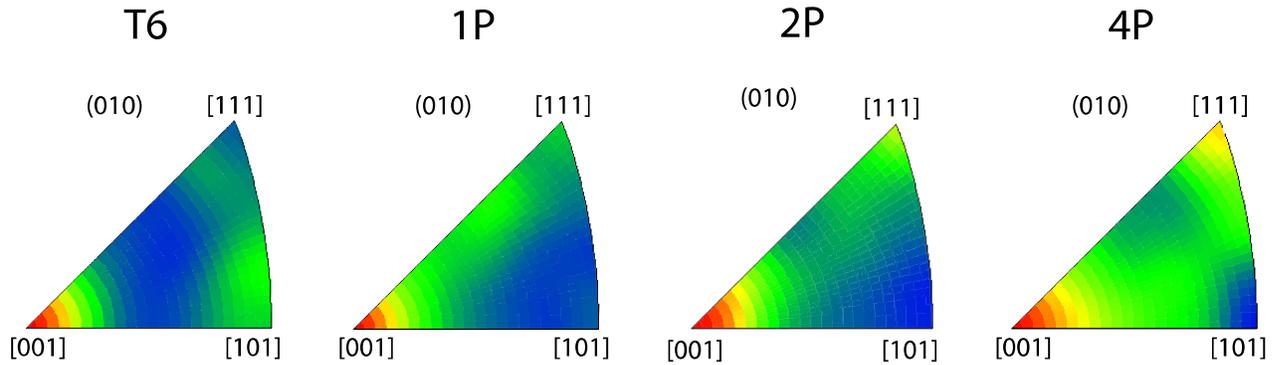


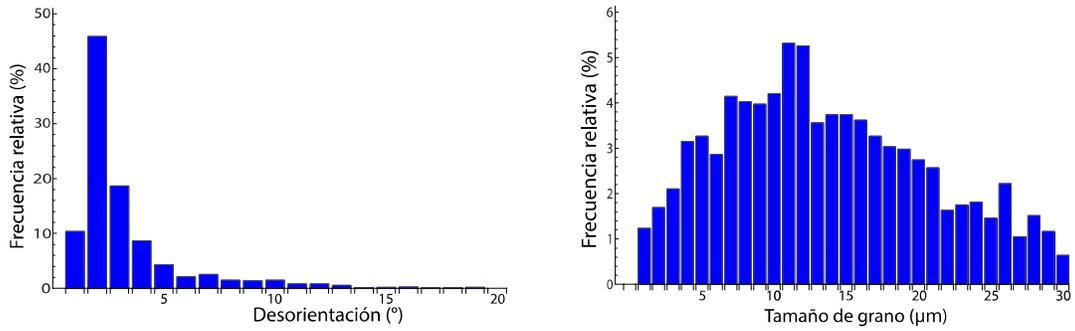
Figura. 3.22 Figura de polos en la dirección (010) para las condiciones de T6, 1P, 2P y 4P.

La distribución de tamaño de grano del área analizada y la desorientación relativa dentro de los granos para la condición T6 presentan una distribución log-normal (Fig. 3.14). La desorientación dentro de los granos es en su mayoría menor a 5°.

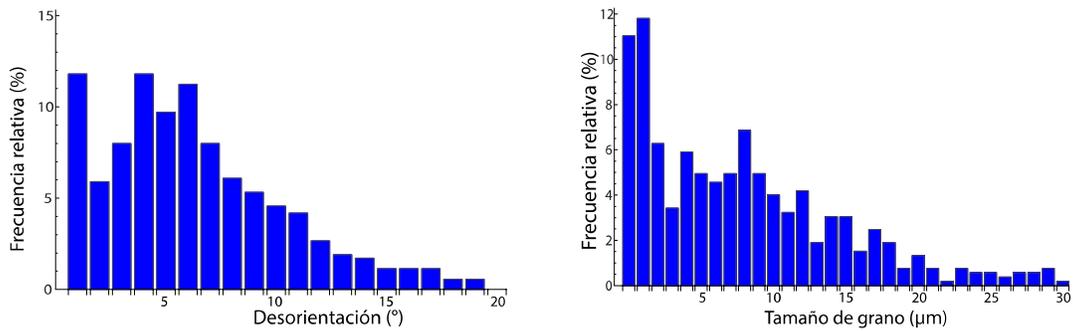
La distribución del tamaño de grano (Fig. 3.16), cambia en relación con la condición inicial, mostrando un incremento en la proporción de los granos de tamaño ultrafino (<5µm). La desorientación en el interior de los granos aumenta ligeramente, siendo característica de una gran cantidad de dislocaciones presentes. Esto genera el aumento de las fronteras de grano de ángulo bajo y posteriormente, la formación de subgranos conforme aumenta la cantidad de deformación.

Estos resultados concuerdan con el comportamiento en el parámetro de red calculado mediante difracción de rayos X (sección 3.3.1). Se confirma que existe una agrupación de las dislocaciones para la condición de dos pasos, generando subgranos en la microestructura y posteriormente, presentando una recristalización más marcada para la condición de cuatro pasos. Sin embargo, el análisis mediante EBSD está limitado a tamaños de grano equivalente al paso realizado en el ensayo, por lo que se realizará un análisis puntual mediante microscopía electrónica de transmisión.

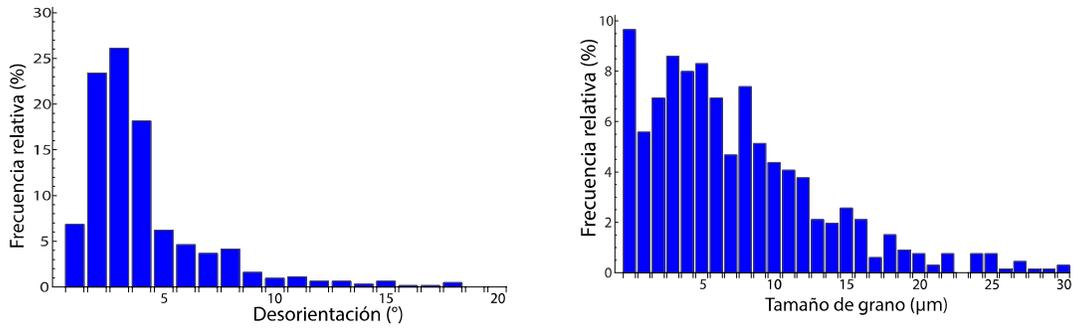
Condición T6



Condición 1P



Condición 2P



Condición 4P

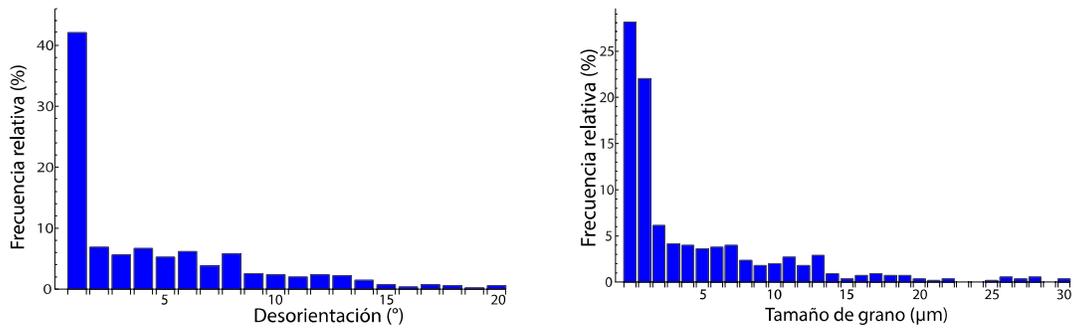


Figura. 3.23 Distribución de tamaño de grano y desorientación para las condiciones T6, 1P, 2P y 4P.

3.4.4 Microscopia electrónica de transmisión.

La técnica de microscopia electrónica de transmisión nos permite analizar zonas puntuales de la microestructura, debido a esto y una vez analizada mediante las diferentes técnicas presentadas previamente, queda realizar un análisis del cambio en la microestructura en las zonas de mayor interés en el proceso de RCS. Si se tiene en cuenta que el proceso genera una deformación heterogénea, se observó el refinamiento de grano mediante micrográficas tomadas en la zona de mayor deformación. En la figura 3.24 se puede observar la transición de una zona sin dislocaciones para la condición de T6 a una gran acumulación de dislocaciones cercanas a la frontera de grano en la condición de cuatro pasos. Así mismo se puede observar un cambio en el patrón de difracción, mostrando una ligera formación de anillos para la condición de cuatro pasos, este comportamiento es característico de una disminución en el tamaño de grano, debido a la desorientación que genera la presencia de subgranos.

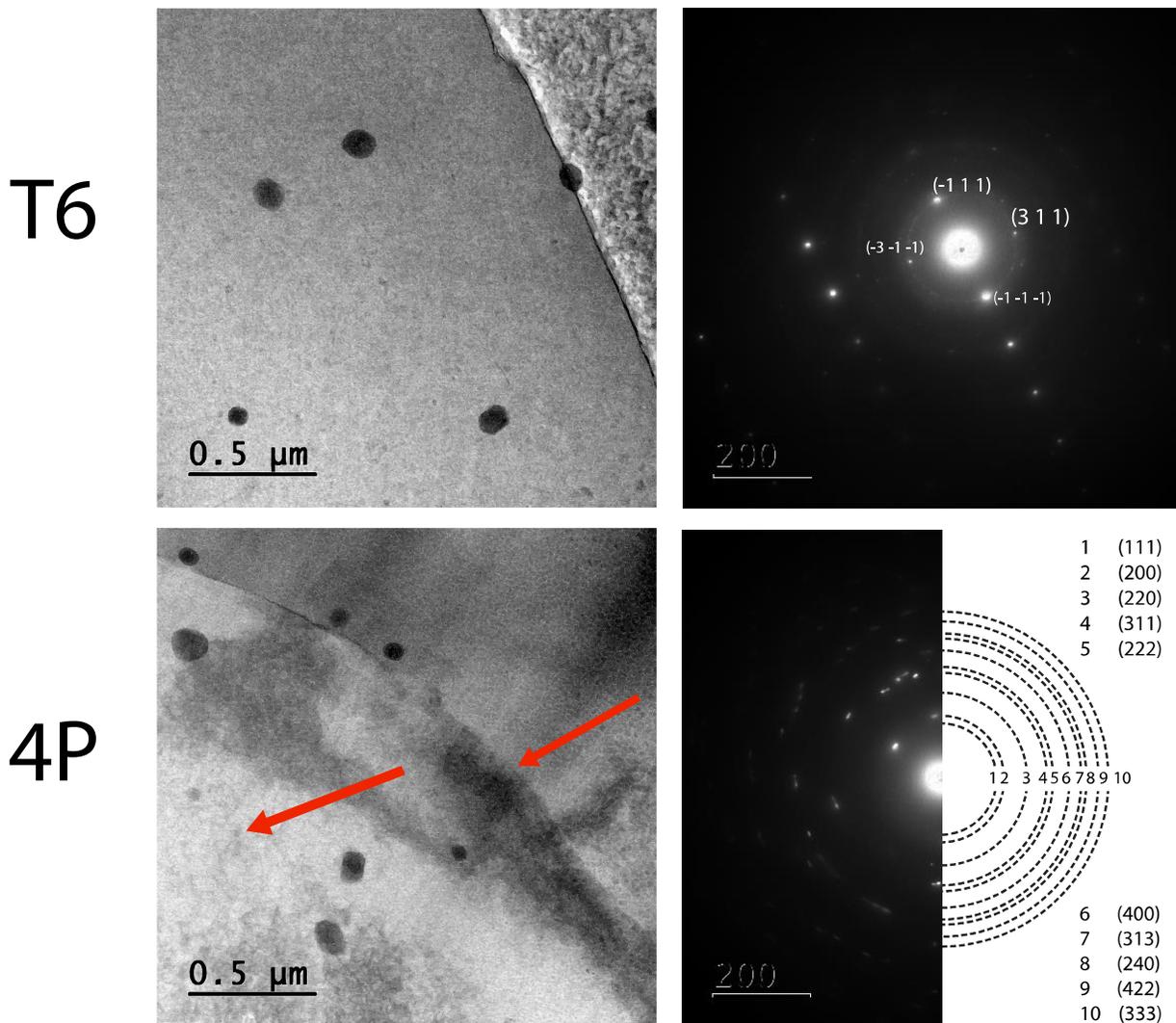


Figura. 3.24 Micrográficas de TEM y patrones de difracción de electrones para la condición T6 y 4P.

Mediante micrografías de alta resolución se pueden observar detalles de la microestructura tales como el refinamiento de grano y desorientación entre granos o subgranos a escala nanométrica. En la figura 3.25 se puede observar que para la muestra de cuatro pasos se obtuvieron subgranos con un tamaño de aproximadamente 50 nm con una desorientación mayor a 15° en algunos casos. Este comportamiento se puede observar cerca de una frontera de grano inicial del material, por lo que no se espera una distribución homogénea del tamaño de grano dentro del material. Por otro lado, se puede apreciar una desorientación relativa en columnas atómicas lo que podría ser un conjunto de dislocaciones, provocando la desorientación en los planos atómicos.

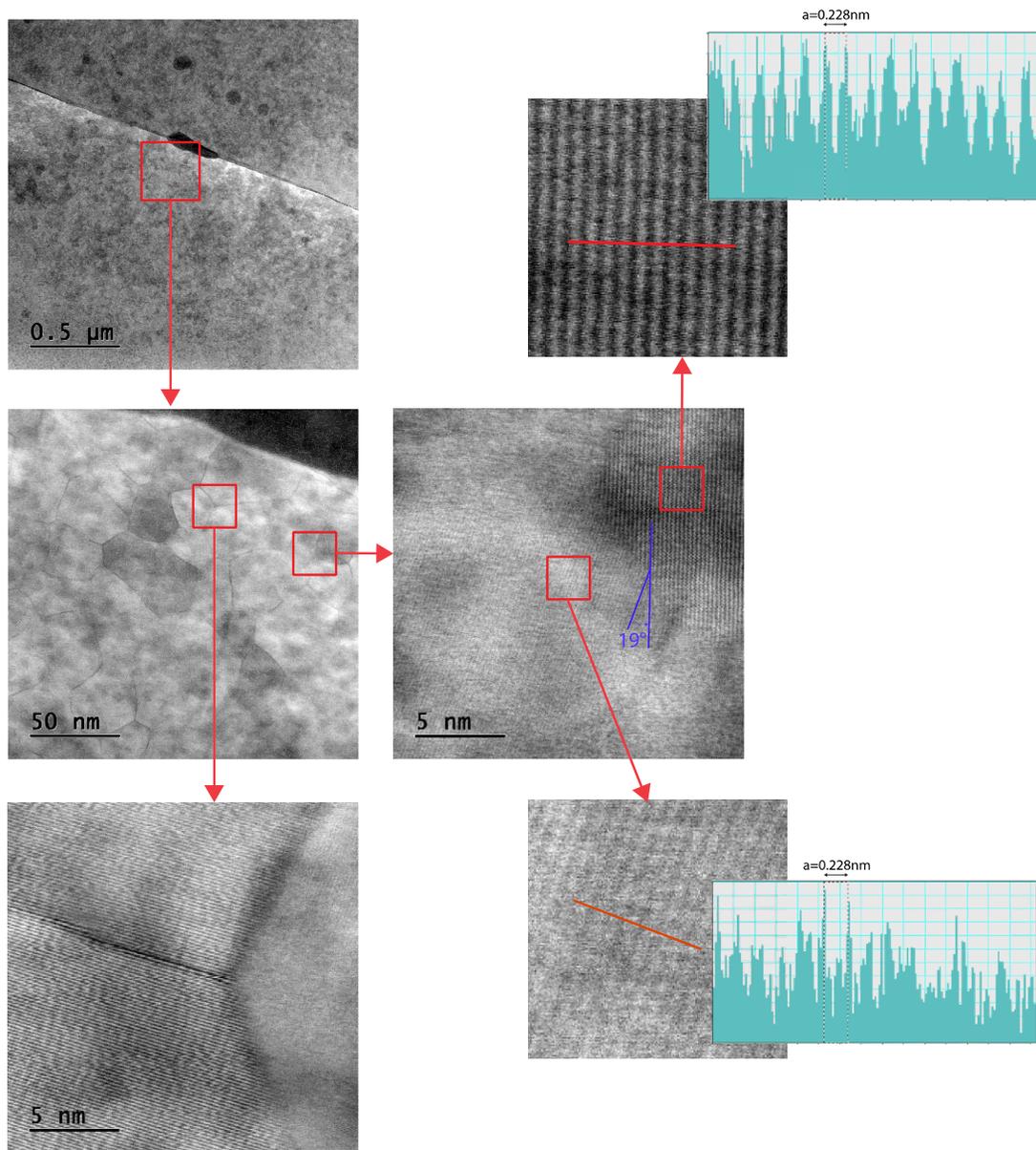


Figura. 3.25 Micrografías de HRTEM de la condición de 4P para el análisis de desorientación de la subestructura.

Analizando la micrografía de alta resolución se puede observar una zona con granos con una desorientación de 19° . Los planos que se observan pertenecen a la familia $\{111\}$ debido a la distancia interplanar medida con la ayuda del software Digital Micrograph. Esta desorientación entre granos que tienen la misma dirección normal es característica del proceso de poligonización en la recrystalización. Por lo que se confirma que existe una recrystalización dinámica en el proceso de RCS.

Una vez analizados los cambios principales en la microestructura causados por el proceso de RCS, se analiza la posible aplicación del material.

3.5 Evaluación de aplicación.

Para analizar la evolución de las propiedades mecánicas de interés estructural y de conformado, se realizó el siguiente tratamiento de datos a través de los pasos del proceso de deformación plástica severa.

3.5.1 Efecto de la temperatura y velocidad de deformación.

Como se mencionó en la sección 2.10.1 se realizaron ensayos de tensión a altas temperaturas para evaluar la sensibilidad a la velocidad de deformación de la aleación 6061 procesada por RCS. De los datos obtenidos de las curvas esfuerzo vs deformación en las condiciones previamente definidas en la sección 2.10.1 se trazaron las gráficas $\ln \sigma$ vs $\ln \dot{\epsilon}$ para el cálculo del coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación. En la figura 3.26 se puede observar el resumen de datos para la condición de un paso en las tres temperaturas definidas previamente. Se obtuvo un valor de la sensibilidad a la velocidad de deformación cercano a $m \sim 0.3$ para las tres diferentes temperaturas. Para los ensayos realizados a 573.15 K se obtiene un valor de $m = 0.26$, a 673.15 K se observa el valor máximo con $m = 0.3$ y finalmente a 773 K un valor de $m = 0.27$.

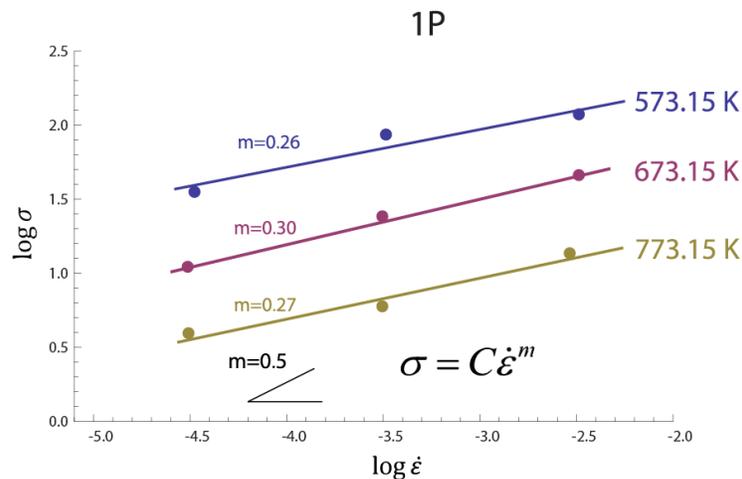


Figura 3.26 Sensibilidad a la velocidad de deformación a altas temperaturas $>0.5T_f$ para la condición de 1P.

Para la condición de dos pasos se puede observar que la mayor sensibilidad de deformación se presenta a 573 K con un valor de $m = 0.35$, posteriormente se tiene una disminución progresiva para las temperaturas de 673 y 773 K con valores de $m = 0.26$ y $m = 0.24$, respectivamente.

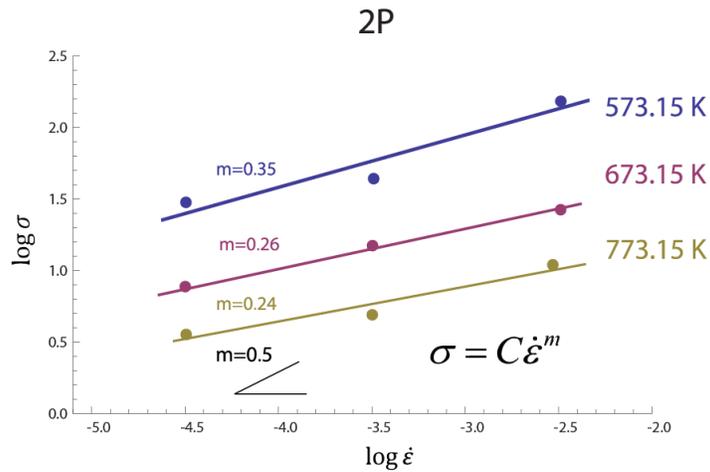


Figura 3.27 Sensibilidad a la velocidad de deformación a altas temperaturas $>0.5T_f$ para la condición de 2P.

Los valores unificados para la condición de un paso se pueden observar en la figura 3.28. Se obtuvo una pendiente de ~ 3.49 , lo que corresponde a un coeficiente a la sensibilidad de deformación de $m = 0.28$, siendo consistente con los resultados evaluados mediante la relación entre el esfuerzo máximo y la velocidad de deformación por temperaturas.

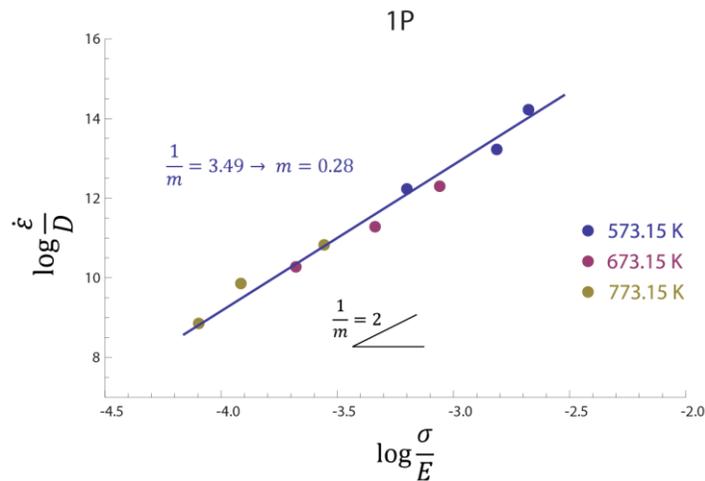


Figura 3.28 Sensibilidad a la velocidad de deformación a altas temperaturas $>0.5T_f$ para la condición de 1P.

Para la condición de dos pasos no se obtiene un cambio significativo con respecto a la condición de un paso. La pendiente de los valores unificados muestra un valor de 3.51 lo que corresponde igualmente a un coeficiente de sensibilidad a la velocidad de deformación de $m = 0.284$,

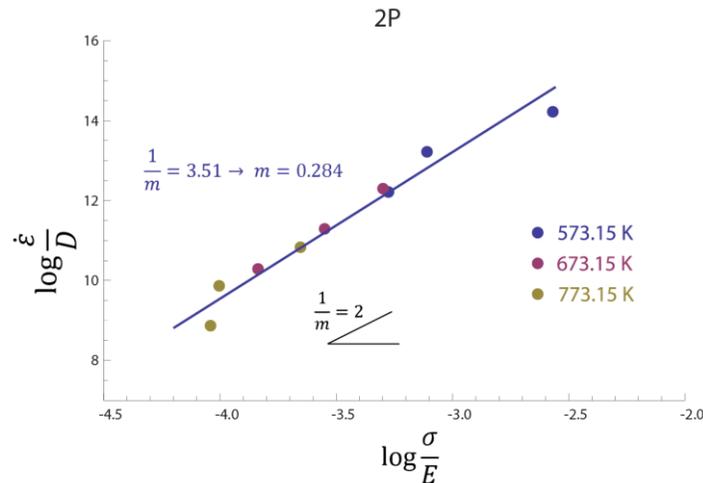


Figura 3.29 Sensibilidad a la velocidad de deformación a altas temperaturas $>0.5T_f$ para la condición de 2P.

Kovacs-Csetenyi et al, reporta un valor de $m = 0.16$ para la aleación 6061 en un intervalo de temperatura entre 773 y 843 K [44]. Los valores correspondientes para $m \sim 0.28 \rightarrow n \sim 3.5$ indican que el mecanismo de deformación está siendo afectado por el deslizamiento de las fronteras de grano. El cambio en el mecanismo de deformación es afectado principalmente por tamaño de grano, pasando de un mecanismo de deslizamiento de dislocaciones a un mecanismo combinado entre deslizamiento de dislocaciones y deslizamiento de fronteras de grano [45]. Este comportamiento genera una disminución del efecto de necking en la deformación del material, logrando mayores deformaciones plásticas sin localizar la deformación, siendo deseable en los procesos de manufactura en láminas.

3.5.2 Límite de conformado.

Para el análisis del conformado del material, se presenta en la tabla 3.3 una comparación de las propiedades mecánicas que afectan en los ensayos de conformado entre las condiciones estudiadas, así como las propiedades de un aluminio 2024-T6 y 7020-T6 debido a que son materiales con aplicaciones estructurales similares a la de la aleación 6061-T6 [42,43].

Tabla 3.4 Tabla de propiedades mecánicas de aleaciones de aluminio [43].

Condición	σ_y [MPa]	Ductilidad %	UTS [MPa]	n	K [MPa]	m ($\uparrow T$)
T6	319.2	11.48	391	0.071	452.73	0.16
1P	367	4.47	413.4	0.049	482.9	0.280
2P	385	3.44	413.8	0.039	487.84	0.284
7020-T6	441	10	565	0.07	840	-
2024-T6	360	12.3	420	0.093	700	

En la figura 3.30 se pueden observar los resultados experimentales de los ensayos Erichsen en la condición T6. Del diagrama de límite de conformado, en la zona de tensión-tensión se tiene un límite de 24.2% y 22.2% para la deformación mayor y menor respectivamente. En la zona de tensión-compresión se tiene un límite de 30.22% y -6.1% en la deformación mayor

y menor respectivamente, y finalmente, en la condición de esfuerzo plano se tiene un límite de deformación de 18%.

Condición T6

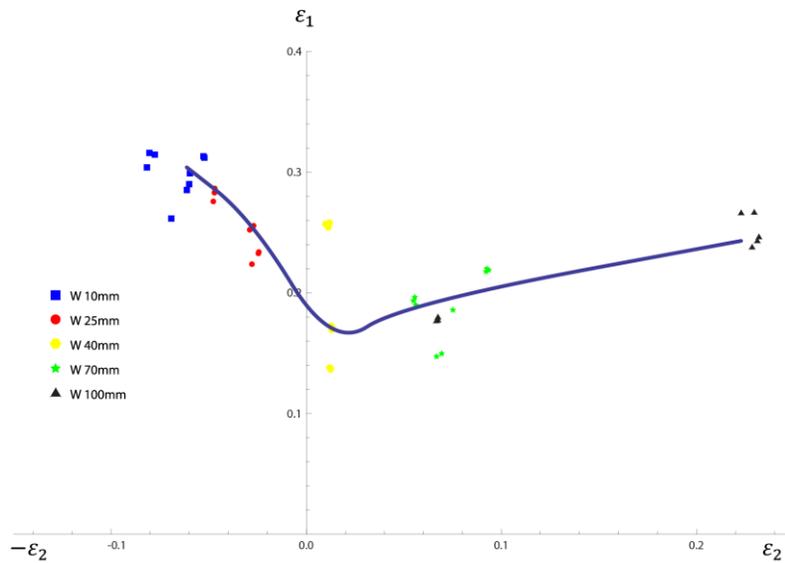


Figura 3.30 FLD y FLC para la condición T6

Del diagrama de límite de conformado para la condición de un paso (Fig. 3.31), se puede observar que en la zona de tensión-tensión se tiene un límite de 18.6% y 15.32% para deformación mayor y menor, respectivamente. En la zona de tensión-compresión se tiene un límite de 21.52% y -5.86% en la deformación mayor y menor, respectivamente. En la condición de esfuerzo plano se tiene un límite de deformación de 15.33%.

Condición 1P

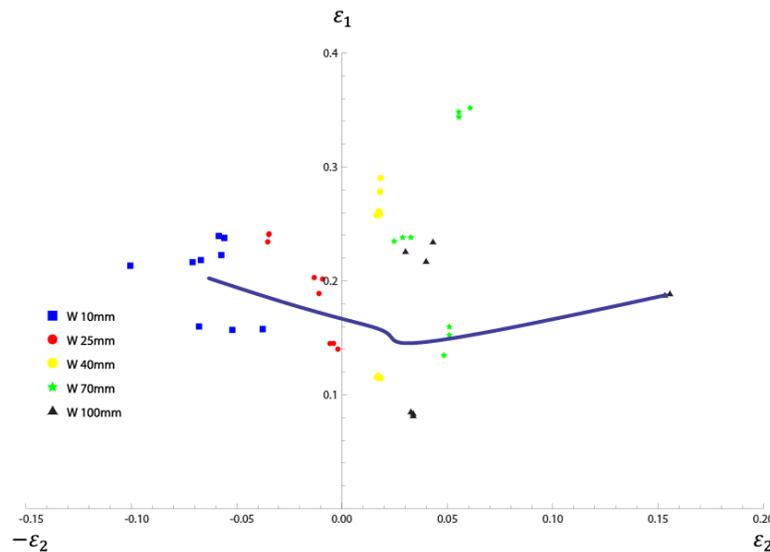


Figura 3.31 FLD y FLC para la condición de 1P.

Finalmente, para la condición de dos pasos debido a que se obtiene una mayor dispersión de los datos, se discriminaron datos para la construcción de la curva del límite de conformado, esto se realizó con base al análisis físico del material fracturado. En la figura 3.32 se pueden observar los resultados del diagrama de límite de conformado junto con el ajuste realizado de la curva límite. En la zona de tensión-tensión se tiene un límite de 14.78% y 0.041% para deformación mayor y menor, respectivamente. En la zona de tensión-compresión se tiene un límite de 17.21% y -1.59% en la deformación mayor y menor respectivamente. En la condición de esfuerzo plano se tiene un límite de deformación de 10.88%.

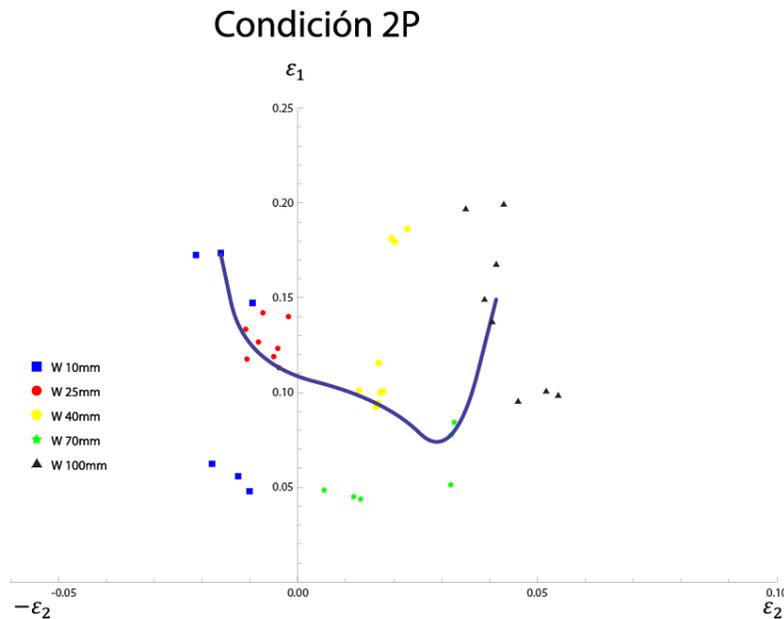


Figura 3.32 FLD y FLC para la condición de 2P.

Comparando las diferentes condiciones de la aleación 6061, se puede observar que la condición de un paso presenta un comportamiento similar a la aleación 2024-T6 y una ligera diferencia a favor en comparación con la aleación 7020-T6. Por lo que la condición de un paso puede tener una aplicación similar a la aleación 2024-T6. Sin embargo, para la condición de dos pasos sería difícil encontrar una aplicación en la cual la deformación del proceso de conformado este debajo del límite de seguridad para esta condición. Por lo tanto, se puede concluir que la condición óptima para alguna aplicación industrial en la cual la forma de la pieza se logre mediante conformado de lámina es la de un paso.

Comparación

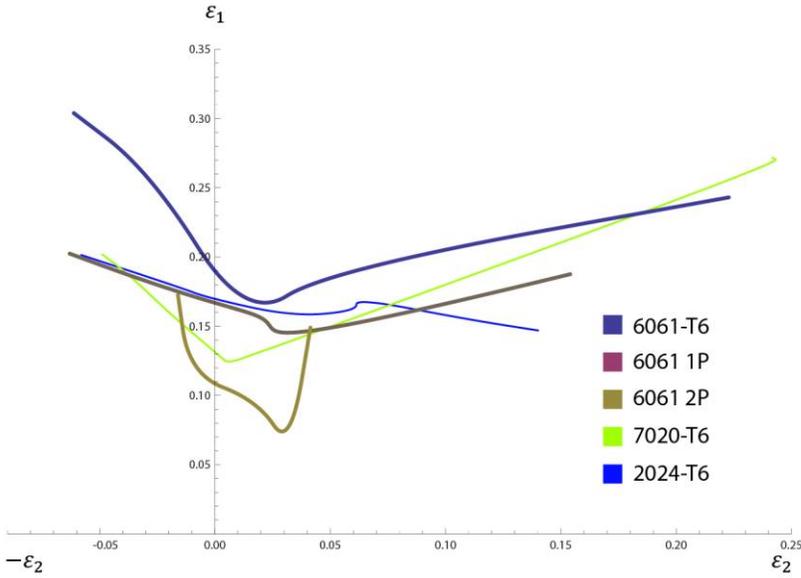


Figure 3.33 Comparación de FLD entre diferentes aleaciones de aluminio y la aleación 6061 procesada por 1 y 2 pasos.

4. Conclusiones

Se logró procesar la aleación 6061 hasta cuatro pasos a temperatura ambiente, mediante el proceso de deformación plástica severa corrugado planchado RCS sin observar fallas en el material, para las condiciones Pre-RCS y Post RCS.

La distribución de la deformación plástica equivalente analizada mediante elemento finito muestra una distribución heterogénea, lo que concuerda con el mapeo de microdureza para la condición de un paso. Así mismo, se observó una concentración de dureza en la parte central de la zona deformada, aumentando dicha concentración en función del número de pasos.

De las condiciones estudiadas, la condición Pre-RCS presentó mejores propiedades mecánicas. En dicha condición se logró una mejora en la resistencia a la fluencia de 21% entre la condición T6 y dos pasos, y un aumento de microdureza Vickers de 22.5 %, logrando una resistencia a la fluencia máxima de 358 MPa y una dureza máxima promedio de 147 HV para dos pasos del proceso respectivamente.

La fase estable de precipitados β no muestra un cambio a través del proceso, lo que indica que no se tienen cambios notables en los precipitados presentes debido a la deformación del proceso. Se obtuvo un incremento en el ancho del pico correspondiente al plano (400) en función de los pasos del proceso, llegando a un ancho máximo para la condición de cuatro pasos. Este comportamiento, indica que se presentó un aumento en la micro-deformación y reducción del tamaño en el dominio cristalino.

La textura del material se conserva a través del proceso, manteniendo una componente de textura (100) [001] tipo cubo. La intensidad de la microtextura aumenta ligeramente pasando de unos máximos de 3.7 a 9.4, 8.3 a 16, 2.6 a 8.4 para los polos (111), (200) y (220), respectivamente. Así mismo, se puede observar una ligera rotación respecto al eje transversal de las figuras de polos entre las condiciones T6 y cuatro pasos. El tener un proceso que aumente las propiedades mecánicas manteniendo la textura es una ventaja si la textura previa al material es de interés para el proceso de conformado del material.

Mediante el mapeo de EBSD se puede observar la generación de subgranos en la condición de un paso, esto junto con una reducción del tamaño de grano, pasando de un diámetro promedio de $\sim 17\mu m$ a $\sim 9\mu m$ desde la condición de T6 a un paso. Para la condición de cuatro pasos se observó un aumento en la generación de granos con desorientación mayor a 15° y se logró llegar a un diámetro promedio de grano de $\sim 6\mu m$. La orientación cristalina en todas las condiciones concuerda con la medida mediante difracción de rayos X. Las imágenes tomadas mediante el microscopio electrónico de transmisión muestran una evolución microestructural desde la condición inicial T6 compuesta por granos con tamaño del orden micrométrico hasta una microestructura formada de subgranos del orden de nanómetros y una alta densidad de dislocaciones.

Finalmente, el material procesado por un paso presenta un límite de conformado $\varepsilon_1 \approx 0.18$ y $\varepsilon_2 \approx 0.15$ y $\varepsilon_1 \approx 0.21$ y $\varepsilon_2 \approx -0.05$ en la zona de tensión-tensión y tensión-compresión, respectivamente. Este límite es similar a otras aleaciones de aluminio (2024-T6), con la ventaja de tener una mayor resistencia, siendo factible alguna aplicación industrial para esta condición.

Resumiendo, el proceso de corrugado planchado logra una deformación heterogénea a lo largo de la superficie y debido a esto, se obtiene un refinamiento de grano localizado, lo cual generó una mejora en las propiedades mecánicas tales como el esfuerzo de fluencia y la dureza. La condición de un paso con un tratamiento térmico de envejecido previo a el proceso, resultó ser la condición con mejores propiedades en relación con resistencia, ductilidad y límite de conformado

Como perspectiva de este trabajo, se sugiere el diseño de otro tipo de dado para el proceso de RCS (de protuberancias esféricas por ejemplo), que genere un marcado menos intenso en la superficie de la lámina pero manteniendo la distribución heterogénea de la deformación.

5. Referencias Bibliográficas.

- [1] M.A. van Huis, J.H. Chen, M.H.F. Sluiter, H.W. Zandbergen, Phase stability and structural features of matrix-embedded hardening precipitates in Al–Mg–Si alloys in the early stages of evolution, *Acta Materialia*: Volume 55, Issue 6, 2007, Pages 2183-2199.
- [2] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, *Progress in Materials Science*: Volume 45, Issue 2, 2000, Pages 103-189.
- [3] Hailiang Yu, Lihong Su, Cheng Lu, Kiet Tieu, Huijun Li, Jintao Li, Ajit Godbole, Charlie Kong, Enhanced mechanical properties of ARB-processed aluminum alloy 6061 sheets by subsequent asymmetric cryorolling and ageing, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 674, 2016, Pages 256-261.
- [4] Jianyu Huang, Yuntian T. Zhu, David J. Alexander, Xiaozhou Liao, Terry C. Lowe, Robert J. Asaro, Development of repetitive corrugation and straightening, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 371, Issue 1, 2004, Pages 35-39.
- [5] Ali Alhamidi, Zenji Horita, Grain refinement and high strain rate superplasticity in aluminium 2024 alloy processed by high-pressure torsion, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 622, 2015, Pages 139-145.
- [6] Mohamed Ibrahim Abd EL AAL, 3D FEM simulations and experimental validation of plastic deformation of pure aluminum deformed by ECAP and combination of ECAP and direct extrusion, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*: Volume 27, Issue 6, 2017, Pages 1338-1352.
- [7] Askeland, D. R. (2012). *Ciencia e Ingeniería de materiales* (6 ed.). Cengage Learning.
- [8] Polmear, I. J. (2006). *Light alloys from traditional alloys to nanocrystals* (4 ed.). Butterworth-Heinemann.
- [9] G. E. Totten and D. S. MacKenzie, Eds., *Handbook of Aluminum*. Marcel Dekker AG.
- [10] Reyes, C. (2016). *Estudio microestructural y mecánico de una aleación de aluminio 6061-t6 sometida a un proceso de extrusión angular en canal de sección constante (ECAP)* (tesis de doctorado). Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad de México, México.
- [11] Dieter, G. E. (1988). *Mechanical Metallurgy*. McGraw-Hill.
- [12] Bobruk, E. V., Kazykhanov, V. U., Murashkin, M. Y., & Valiev, R. Z. (2015). Enhanced Strengthening in Ultrafine-Grained Al-Mg-Si Alloys Produced via ECAP with Parallel Channels. *Advanced Engineering Materials*, 17(12), 1733–1737.

- [13] Carlos Arturo Bohórquez A, Mauricio Sierra Cetina , Javier Lemus, Influence of aging heat treatment on the mechanical properties of aluminum 6061 T6 and 6063 T5, *AVANCES Investigación en Ingeniería*, Volumen 13, 2010.
- [14] Edwards, G. A., Stiller, K., Dunlop, G. L., & Couper, M. J. (1998). The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys. *Acta Materialia*, 46(11), 3893–3904.
- [15] Higuera, O. (2013). *Relación microestructura y propiedades de cobre sometido a deformación plástica severa mediante presión en canal angular de sección constante*, (tesis de doctorado). Universidad Politécnica de Cataluña, Barcelona, España.
- [16] Sakai, T., Belyakov, A., Kaibyshev, R., Miura, H., & Jonas, J. J. (2014). Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. *Progress in Materials Science*, 60(1), 130–207.
- [17] Valiev, R. Z., & Langdon, T. G. (2006). Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, 51(7), 881–981.
- [18] Rosochowski, A. (2005). Processing Metals by Severe Plastic Deformation. *Solid State Phenomena*, 101–102, 13–22.
- [19] Gupta, A. K., Maddukuri, T. S., & Singh, S. K. (2016). Constrained groove pressing for sheet metal processing. *Progress in Materials Science*, 84, 403–462.
- [20] Farshidi, M. H., Kazeminezhad, M., & Miyamoto, H. (2013). Severe plastic deformation of 6061 aluminum alloy tube with pre and post heat treatments. *Materials Science and Engineering A*, 563, 60–67.
- [21] Saito, Y., Utsunomiya, H., Tsuji, N., & Sakai, T. (1999). Novel ultra-high straining process for bulk materials—development of the accumulative roll-bonding (ARB) process. *Acta Materialia*, 47(2), 579–583.
- [22] Sunil, B. R. (2015). Repetitive Corrugation and Straightening of Sheet Metals. *Materials and Manufacturing Processes*, 30(10), 1262–1271.
- [23] Thangapandian, N., Balasivanandha Prabu, S., & Padmanabhan, K. A. (2016). Effects of die profile on grain refinement in Al-Mg alloy processed by repetitive corrugation and straightening. *Materials Science and Engineering A*, 649, 229–238.
- [24] Wang, Z. S., Guan, Y. J., Wang, G. C., & Zhong, C. K. (2015). Influences of die structure on constrained groove pressing of commercially pure Ni sheets. *Journal of Materials Processing Technology*, 215(1), 205–218.
- [25] Pandey, S. C., Joseph, M. A., Pradeep, M. S., Raghavendra, K., Ranganath, V. R., Venkateswarlu, K., & Langdon, T. G. (2012). A theoretical and experimental evaluation of repetitive corrugation and straightening: Application to Al-Cu and Al-Cu-Sc alloys. *Materials Science and Engineering A*, 534, 282–287.

- [26] Shin, D. H., Park, J. J., Kim, Y. S., & Park, K. T. (2002). Constrained groove pressing and its application to grain refinement of aluminum. *Materials Science and Engineering A*, 328(1), 98–103.
- [27] Sunil, B. R. (2015). Repetitive Corrugation and Straightening of Sheet Metals. *Materials and Manufacturing Processes*, 30(10), 1262–1271.
- [28] Hosseini, E., & Kazeminezhad, M. (2011). Implementation of a constitutive model in finite element method for intense deformation. *Materials and Design*, 32(2), 487–494.
- [29] Solhjoei, N., Varposhty, A. R., Mokhtarian, H., & Manian, A. (2014). a Comparative Study To Evaluate the Efficiency of Rcs and Cgp Processes. *Indian J.Sci.Res*, 1(2), 563–572.
- [30] Kim, W. J., Kim, J. K., Park, T. Y., Hong, S. I., Kim, D. I., Kim, Y. S., & Lee, J. D. (2002). Enhancement of strength and superplasticity in a 6061 Al alloy processed by equal-channel-angular-pressing. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 33(10), 3155–3164.
- [31] Rezaei, M. R., Toroghinejad, M. R., & Ashrafizadeh, F. (2011). Effects of ARB and ageing processes on mechanical properties and microstructure of 6061 aluminum alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, 211(6), 1184–1190.
- [32] Nurislamova, G., Sauvage, X., Murashkin, M., Islamgaliev, R., & Valiev, R. (2008). Nanostructure and related mechanical properties of an Al-Mg-Si alloy processed by severe plastic deformation. *Philosophical Magazine Letters*, 88(6), 459–466.
- [33] Marc de Graef, M. E. (2007). *Structure of Materials: An Introduction to Crystallography, Diffraction, and Symmetry*. Cambridge.
- [34] Khorsand Zak, A., Abd. Majid, W. H., Abrishami, M. E., & Yousefi, R. (2011). X-ray analysis of ZnO nanoparticles by Williamson-Hall and size-strain plot methods. *Solid State Sciences*, 13(1), 251–256.
- [35] Técnicas Microscópicas de Caracterización por Universitat de Barcelona, <https://www.coursera.org/learn/tecnicas-microscopicas-caracterizacion/home/welcome>
- [36] V. Randle and O. Engler, *Introduction to texture analysis, macrotexture, microtexture and orientation mapping*. Gordon and Breach Science Publishers, 2000.
- [37] Serope Kalpakjian, S. R. (2014). *Manufacturing engineering and technology*. (7 ed.). Pearson.
- [38] Mirzadeh, H., Cabrera, J. M., & Najafizadeh, A. (2011). Constitutive relationships for hot deformation of austenite. *Acta Materialia*, 59(16), 6441–6448.
- [39] Cabrera, J. M., Ponce, J., & Prado, J. M. (2003). Modeling thermomechanical processing of austenite. *Journal of Materials Processing Technology*, 143–144(1), 403–409.
- [40] Ashby, H. J. F. and M. F. (1982). *Deformation Mechanisms Maps*,

- [41] Barnwal, V. K., Raghavan, R., Tewari, A., Narasimhan, K., & Mishra, S. K. (2017). Effect of microstructure and texture on forming behaviour of AA-6061 aluminium alloy sheet. *Materials Science and Engineering A*, 679(June 2016), 56–65.
- [42] Yue, Z. M., Badreddine, H., Dang, T., Saanouni, K., & Tekkaya, A. E. (2015). Formability prediction of AL7020 with experimental and numerical failure criteria. *Journal of Materials Processing Technology*, 218, 80–88.
- [43] Journal, D. (2010). Low Cycle Fatigue Behavior of Aluminum Alloys Aa2024-T6 and Aa7020-T6, 127–137.
- [44] Kovacssetenyi, E., Torma, T., Turmezey, T., Chinh, N. Q., Juhasz, A., & Kovacs, I. (1992). Superplasticity of AlMgSi Alloys. *Journal of Materials Science*, 27(22), 6141–6145.
- [45] Mohamed, F. A., & Langdon, T. G. (1974). Deformation mechanism maps based on grain size. *Metallurgical Transactions*, 5(11), 2339–2345.
- [46] Romero, L. (2016). *Efecto de la deformación plástica severa sobre la textura, microestructura y dureza de una aleación Al-2017* (tesis de maestría). Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad de México, México.
- [47] Serway, J. (2004). *Physics for Scientists and Engineers* (6 ed.). Thomson Brooks.