



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

**Efecto de la microestructura sobre
el comportamiento termoelástico de
la aleación Al 1100 procesada por
RCS**

TESIS

Que para obtener el título de
Ingeniero Mecánico

P R E S E N T A

Helios Ocaña Ruiz

DIRECTOR DE TESIS

Dr. José Gonzalo González Reyes



Ciudad Universitaria, Cd. Mx., 2019



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 mi mamá que siempre me escuchó y confió en mí: No me has dejado de enseñar sobre la vida y, aunque ahora estés lejos, sé que compartirías este logro conmigo. A mi papá por apoyarme incondicionalmente a lo largo de todo este camino y darme la inspiración para superarme siempre. Gracias a ustedes soy.

El presente trabajo fue realizado en el Instituto de Investigaciones en Materiales (IIM) de la UNAM, donde tuve la oportunidad de conocer a mi asesor, el Dr. José Gonzalo González Reyes, quien siempre estuvo dispuesto a compartir su conocimiento y me enseñó, entre muchas otras cosas, a hacer ciencia. Asimismo, gracias a los técnicos académicos Eriseth Reyes, Adriana Tejeda y Eliezer Hernández, quienes fueron parte vital en la experimentación de este trabajo. De igual forma, agradezco al equipo de trabajo por sus comentarios y propuestas, así como a José María Cabrera y Sergio Elizalde, quienes desde la Universidad Politécnica de Cataluña realizaron los análisis de EBSD. De igual modo, al programa PAPIIT-UNAM IN109917 por el financiamiento.

Por último, a mis amigos: Juan, Ulises, Darío, Diego, Sidney, Delmar, César, Valde, Max, Vilchis, Clarisa, Octavio, Kike, Fitz y muchos más que ya no me caben aquí, por haber sido uno de mis más grandes apoyos durante mi paso por la universidad.

Índice

Agradecimientos.....	0
Lista de figuras.....	5
Capítulo I. Introducción.....	8
Objetivos:.....	9
Capítulo II. Antecedentes.....	10
2.1 Estructura cristalina.....	10
2.2 Dislocaciones y mecanismos de endurecimiento.....	12
2.3 Procesos de deformación plástica severa.....	15
2.4 Corrugado planchado repetitivo (RCS).....	17
2.5 Estudios previos del proceso RCS sobre aluminio 1100.....	20
Capítulo III. Desarrollo experimental.....	23
3.1 Materiales: Aluminio 1100.....	23
3.2 Procedimiento del proceso RCS.....	24
3.3 Diseño del tratamiento térmico.....	27
3.4 Caracterización microestructural por difracción de rayos X.....	29
3.5 Análisis por figuras de polo y ODF (orientation distribution function).....	32
3.6 Análisis mecánico dinámico.....	34
3.7 Calorimetría diferencial de barrido.....	37
3.8 Difracción de electrones por retrodispersión (EBSD).....	39
Capítulo IV. Resultados y discusión.....	40
4.1 Análisis de microestructura por difracción de rayos X.....	40
4.2 Análisis de microestructura por EBSD.....	45

4.3 Análisis mecánico diferencial (DMA).....	47
4.4 Calorimetría diferencial de barrido.....	50
4.5 Análisis de textura cristalográfica por difracción de rayos X.....	53
Capítulo V. Conclusiones.....	59
Perspectivas:	60
Bibliografía	61
Anexo 1. Transformación de ángulos de Bunge-Euler a plano dirección (hkl) [uvw]	64
Anexo 2. Textura del aluminio 1100.....	66

Lista de abreviaciones.

UFG: Ultra fine grained (Grano de tamaño ultrafino)

RCS: Repetitive Corrugation and Straightening (Corrugado planchado repetitivo).

BCC: Body Centered Cubic (Cúbico centrado en el cuerpo).

FCC: Face Centered Cubic (Cúbico centrado en la caras).

SPD: Severe Plastic Deformation (Deformación plástica severa).

ECAP: Equal Channel Angular Processing (Extrusión en canal angular constante).

HPT: High Pressure Torsion (Torsión a alta presión).

ARB: Accumulative Roll Bonding (Laminado acumulativo).

TE: Multi-axial forging, Twist Extrusion (Forja multiaxial).

CGP: Constrained Groove Pressing.

ODF: Orientation Distribution Function (Función de distribución de orientaciones).

DMA: Dynamical Mechanical Analysis (Análisis mecánico dinámico).

DSC: Differential Scanning Calorimetry (Calorimetría diferencial de barrido).

EBSD: Difracción de electrones por retrodispersión.

TT: Tratamiento térmico.

STT: Sin tratamiento térmico.

Lista de figuras.

Figura 2.2.1: Diagrama de formación de subgranos al someterse a un proceso de deformación.	13
Figura 2.3.1: Diagrama de proceso ECAP.....	16
Figura 2.4.1: Diagrama del proceso RCS con el diseño de dado en V en el paso de corrugado.	17
Figura 2.4.2: Comparación de diferentes dados para el proceso RCS. Perfil acanalado en V (Izquierda), perfil acanalado plano (Derecha), perfil semicircular (Abajo). [12].....	19
Figura 2.5.1: Micrografías de aluminio 1100 procesado por a) 0, b) 1, c) 3 y d) 6 pasos de RCS [13].....	20
Figura 2.6.1: Etapas del proceso de recocido: a) estado original del material deformado, b) etapa de recuperación, c) etapa de recristalización y d) etapa de crecimiento de grano. [7].....	22
Figura 3.2.1: Perfil del molde usado en el proceso RCS.	24
Figura 3.2.2: Vista superior de las dos partes que conforman el dado RCS.....	25
Figura 3.2.3: Diagrama de flujo que define un paso de RCS.	25
Figura 3.2.4: Máquina universal de pruebas INSTRON modelo 1125, usada en el proceso de deformación plástica severa.	26
Figura 3.3.1: Curvas de temperatura de nucleación y recristalización al 50% en función del porcentaje de deformación en frío, de aluminio pureza comercial. [15]	27
Figura 3.3.2: Diagrama del tratamiento térmico realizado.	28
Figura 3.4.1: Emisión de radiación característica K_{α} y K_{β} . [16].	29

Figura 3.4.2: Fotografía del equipo Rigaku Ultima IV.....	31
Figura 3.6.1: Diagrama de ondas de esfuerzo y deformación en una prueba DMA, donde F_d es la fuerza dinámica periódica y δ el retraso entre ambas ondas [19].....	35
Figura 3.6.2: Foto de muestra de aluminio 1100 para ser analizada por DMA.....	36
Figura 3.6.3: Diagrama del cantiléver en la prueba DMA.....	36
Figura 3.7.1: Muestra de aluminio 1100 procesado por RCS para un análisis por DSC...38	
Figura 4.1.1: Difractogramas del pico (420) del aluminio a 4 diferentes temperaturas: 40°C, 100°C, 270°C y 350°C, así como para a) 0 pasos de RCS, b) 1 paso de RCS y c) 6 pasos de RCS.	41
Figura 4.1.2. Desplazamiento de pico de difracción contra temperatura.....	42
Figura 4.1.3: Gráfica de ancho de pico contra temperatura de aluminio procesado por 0, 1 y 6 pasos de RCS, dividida en tres regiones características. 43	
Figura 4.2.1. Mapa de desorientaciones obtenido por EBSD junto con gráfica de frecuencia de desorientaciones para a) 0 y b) 6 pasos de RCS.	45
Figura 4.3.1: Módulo de almacenamiento en muestras de aluminio procesadas por 0, 1 y 6 pasos de RCS, con y sin tratamiento térmico a 300°C por 45 min.....	47
Figura 4.4.1: Calorimetría de aluminio procesado por 6 pasos de RCS con y sin tratamiento térmico de 300°C por 45 minutos.....	51
Figura 4.5.1: ODF completa en 3D de aluminio 1100 después de 6 pasos de RCS. Se marcaron los puntos de mayor intensidad con C cuando corresponden a textura cubo y con T cuando corresponden a la nueva textura generada $(\bar{1} 4 \bar{2}) [2 1 1]$	54

Figura 4.5.2: Simulación por WinWulff de proyección estereográfica de la textura $(\bar{1} 4 \bar{2}) [2 1 1]$ (izquierda), orientación de la celda unitaria en la misma textura (derecha).	55
Figura 4.5.3: ODF de aluminio con a) 0, b) 1 y c) 6 pasos de RCS antes y después del tratamiento térmico, en cortes de 0° , 45° y 65° en φ_2	56
Figura 4.5.4: Corte a $\varphi_2 = 45^\circ$ de ODF de aluminio con 1 paso de RCS y tratamiento térmico de 300°C por 45 minutos, donde se definen dos familias de textura cubo.	57
Figura 4.5.5: Vista superior de la celda unitaria en textura cubo ideal y las textura “cubo” rotadas 10°	58
Figura B.1: ODF de aluminio AA1100 antes de laminado y recocido (Superior). ODF de fibra β simulada en MTEX. (Inferior).....	66

Capítulo I.

Introducción.

El aluminio tanto como sus aleaciones son el material no ferroso más usado en la industria actual; sus aplicaciones se extienden en el campo aeroespacial, automotriz y de la construcción. Esto gracias a su baja densidad y buena resistencia a la corrosión, así como su buena maquinabilidad, soldabilidad y propiedades mecánicas aceptables, todo esto a un relativo bajo costo de producción [1].

No obstante, desde el punto de vista de resistencia mecánica, sus propiedades son mediocres en comparación a aleaciones de Cu, Ni, Ti y por supuesto los aceros, por lo que se ha buscado mejorar dichas propiedades, principalmente, por tres caminos:

1. Mejoras a través de tratamientos térmicos para lograr precipitación controlada (Aluminios de la serie 2xxx, 6xxx y 7xxx).
2. Mejorar a través de procesos de deformación plástica (Aluminios de la serie 3xxx y 5xxx).
3. Otros métodos como pueden ser la deformación plástica severa para formar granos de tamaño ultrafino.

En los dos últimos métodos el mejoramiento de propiedades mecánicas se da gracias al refinamiento del tamaño de grano, el cual al disminuirse incrementa el límite de cedencia del material [2]. Al llevar dicho principio al extremo, obtenemos los procesos de deformación plástica severa, donde se busca que el tamaño de grano esté desde 100 nm hasta 1,000 nm [3], formando así materiales con tamaño de grano ultrafino (UFG por sus siglas en inglés).

La técnica de corrugado planchado repetitivo (RCS por sus siglas en inglés) es un proceso de deformación plástica severa el cual ha demostrado aumentar la dureza de aleaciones de aluminio [4], sin embargo, es una técnica relativamente nueva de la cual se tiene poco conocimiento, por lo que se proponen los siguientes objetivos.

Objetivos:

- i. Analizar la capacidad del proceso RCS para modificar la microestructura de la aleación Al 1100.
- ii. Determinar los cambios en las propiedades termo-mecánicas de muestras tratadas por RCS a través de su comportamiento en curvas de caracterización dinámica.
- iii. Observar los cambios en la temperatura de recristalización provocados por el proceso RCS.
- iv. Determinar si el proceso RCS es capaz de generar una textura propia.

Para facilitar la lectura, el presente trabajo fue dividido en cinco capítulos, el primero siendo una introducción. En el segundo capítulo se abordan los conceptos físicos necesarios para comprender el trabajo, así como los avances en el área de la deformación plástica severa. El tercer capítulo describe los métodos y experimentos realizados para alcanzar los objetivos. El cuarto capítulo presenta y discute los resultados obtenidos por dicha experimentación mientras que el quinto y último capítulo finaliza el trabajo mostrando los resultados más importantes y sus conclusiones.

Capítulo II.

Antecedentes.

2.1 Estructura cristalina.

En los materiales cristalinos, los átomos se acomodan de manera ordenada en el espacio, de tal modo que algunas de sus propiedades dependan de dicho ordenamiento. Todos los materiales metálicos, en condiciones de solidificación normales, tienen estructura cristalina, por lo que resulta importante abordar este tema en el presente trabajo.

La unidad más pequeña en un material cristalino que al repetirse es capaz de recrear toda la estructura cristalina es llamada celda unitaria, sin embargo, solo existen dos tipos de celdas cúbicas: Cúbica centrada en el cuerpo (BCC), cúbica centrada en las caras (FCC). A continuación, se muestra una tabla de diferentes metales puros y su tipo de celda a temperatura ambiente donde se observa que el aluminio tiene una celda tipo FCC:

Metal.	Tipo de celda.
Aluminio	FCC
Cobre	FCC
Molibdeno	BCC
Oro	FCC
Plomo	FCC

Tabla 2.1.1: Tipo de celdas en diferentes metales puros a temperatura ambiente [5].

La celda tipo FCC en metales da como resultado una excelente ductilidad en comparación a las demás celdas, lo que permite que dichos materiales sean usados en procesos de manufactura tales como el embutido.

Otra de las principales ventajas de que el aluminio tenga celda tipo FCC es que en la estructura, los planos compactos (111) tienen una alta multiplicidad (8), lo cual facilita su deformación plástica (son los planos densos quienes se deslizan al deformarse) [6].

A continuación, se hablará de mecanismos de endurecimiento ya que la deformación plástica es uno de ellos.

2.2 Dislocaciones y mecanismos de endurecimiento.

Las dislocaciones son defectos lineales en las redes cristalinas, estas son introducidas al material en los procesos de solidificación y deformación. Son relevantes en materiales metálicos ya que ayudan a explicar los procesos de deformación. [7].

Existen tres tipos de dislocaciones:

- a. Dislocación de tornillo.
- b. Dislocación de borde.
- c. Dislocación mixta.

Donde las dislocaciones mixtas son las más comunes y relevantes ya que son una combinación de la dislocación de tornillo y la dislocación de borde.

Cuando se aplica un esfuerzo externo suficientemente grande sobre una estructura cristalina, las dislocaciones tienden a moverse dentro del material hasta toparse con algo que lo impida, que puede ser una frontera de grano u otra dislocación perpendicular. Es este movimiento de dislocaciones el que define a una deformación plástica.

De forma análoga, si limitamos el movimiento de las dislocaciones estaríamos obligando al material a resistirse a la deformación o dicho de otra manera, mejorando la resistencia del material. Es importante hacer hincapié en que los materiales metálicos al ser deformados almacenan una cantidad de energía principalmente por medio de dislocaciones, mientras que la demás energía es disipada como calor.

Existen múltiples mecanismos de endurecimiento en metales, uno de los principales y más estudiados es el endurecimiento por reducción del tamaño de grano.

En materiales metálicos, los granos son volúmenes que poseen la misma orientación cristalográfica y son separados de otros volúmenes con diferente orientación por medio de los límites de grano.

La refinación del tamaño de grano se da cuando las dislocaciones se bloquean al toparse con una frontera de grano u otra dislocación. Al no poderse mover, se van acumulando y forman subgranos, que después rotan y crean límites de grano con ángulo bajo y finalmente, si la deformación es muy alta, límites de grano con ángulo alto.

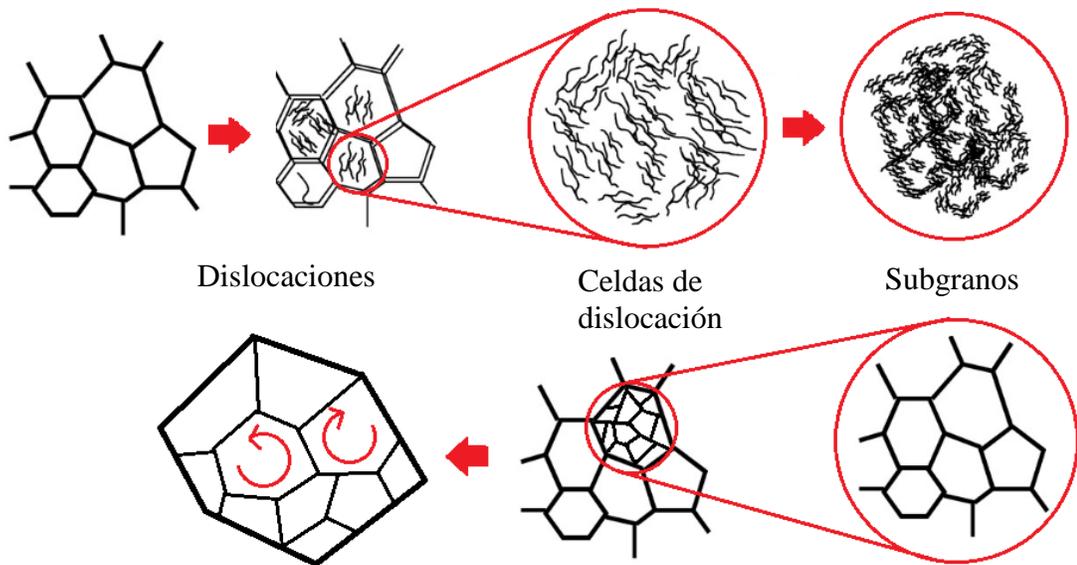


Figura 2.2.1: Diagrama de formación de subgranos al someterse a un proceso de deformación.

Al crearse nuevos granos pequeños, el tamaño promedio de los granos disminuye, lo cual, de acuerdo con la ecuación de Hall-Petch, aumenta el límite de cedencia, endureciendo al material como se observa a continuación:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} \quad (\text{Ec. 2.2.1})$$

Donde σ_y es el esfuerzo de cedencia, σ_0 y k_y son constantes que dependen del material y d es el diámetro promedio de los granos.

Otro mecanismo de endurecimiento es el endurecimiento por solución sólida. La característica principal de este mecanismo es introducir impurezas dentro de la estructura cristalina de un material, con el fin de distorsionarla y hacer más difícil el movimiento de las dislocaciones.

Dependiendo del tamaño del átomo el cuál se va a introducir a la estructura, la impureza puede ser intersticial o sustitucional. Normalmente, cuando el tamaño del átomo a introducir es mucho menor al tamaño de los átomos de la estructura original, se produce una impureza intersticial, donde la impureza se acomoda dentro de los espacios intersticiales de la estructura, mientras que si el átomo a introducir es del mismo tamaño o mayor a los átomos de la estructura original se produce una impureza sustitucional, donde el átomo introducido sustituye completamente a alguno de los átomos de la estructura original.

En ambos casos se produce una deformación de la celda, que puede ser detectada experimentalmente por difracción de rayos X (a través del corrimiento de los picos de difracción).

Por último, existen los procesos de deformación plástica severa que también son un mecanismo de endurecimiento en materiales metálicos. Estos procesos tienen el mismo principio físico que el endurecimiento por reducción de tamaño de grano, pero llevado al extremo, donde la densidad de dislocaciones y la reducción del tamaño de grano son muy altas. De estos procesos se hablará más a detalle en la siguiente sección.

2.3 Procesos de deformación plástica severa.

Los procesos de deformación plástica severa son definidos como un proceso de conformado donde se utiliza una gran presión hidrostática para aplicar un esfuerzo muy grande sobre un metal sin que éste sufra cambios drásticos en las dimensiones pero que, a su vez, tenga la posibilidad de lograr un refinamiento de grano extraordinario.

La principal diferencia entre un SPD (proceso de deformación plástica severa por sus siglas en inglés) y un proceso de conformado tradicional es que, en este último, el refinamiento de grano alcanza únicamente unos micrómetros mientras que en los SPDs, el refinamiento de tamaño de grano es mucho mayor y este se clasifica en dos grupos: UFG (ultra fine grained) donde el tamaño de grano promedio está entre 100-1000 nm y tamaño de grano nanométrico donde el tamaño de grano promedio es menor a 100 nm [8].

Aunque aún no existe ningún modelo general aceptado por la comunidad científica que describa cuales son los mecanismos por los cuales se lleva a cabo el refinamiento de grano en estos procesos, experimentalmente se ha visto que disminuciones en la temperatura, aumentos en la presión hidrostática de conformado y la adición de elementos aleantes contribuyen al refinamiento y a la obtención de un tamaño de grano menor [6].

Uno de los principales retos en los procesos SPDs es el someter al material a esfuerzos y deformaciones muy altas sin provocar cambios significativos en las dimensiones de éste. Para ello se necesita del diseño de herramientas con geometrías específicas que impidan el libre flujo del material y por ende generen una gran presión hidrostática.

Un claro ejemplo de esto es el proceso ECAP (Equal channel angular extrusión), donde se hace pasar una probeta a través de un canal que tiene un ángulo diferente de

entrada que de salida, sometiendo al material a enormes esfuerzos pero manteniendo las dimensiones de la probeta casi intactos, lo que permite repetir el proceso varias veces e incrementar la deformación inducida.

El proceso ECAP (Figura 2.3.1) es uno de los más desarrollados y estudiados actualmente [9], sin embargo, se han propuesto muchos otros SPDs como son: High-Pressure Torsion (HPT), accumulative roll bonding (ARB), Multi-axial forging, Twist Extrusion (TE), repetitive corrugation and straightening (RCS) entre otros.

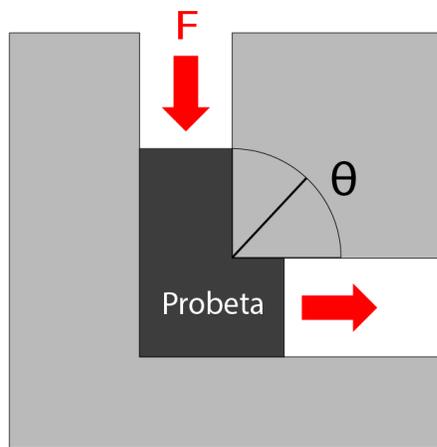


Figura 2.3.1: Diagrama de proceso ECAP.

En el presente trabajo se utilizó la técnica RCS, por lo que se abordara más a fondo en la siguiente sección.

2.4 Corrugado planchado repetitivo (RCS)

El corrugado planchado repetitivo es un proceso de deformación plástica severa relativamente nuevo ya que la primera propuesta fue en el 2001 y esta fue realizada sobre muestras de cobre [10]. El proceso RCS fue planteado como una alternativa de proceso de deformación plástica severa y tiene como principal ventaja que se puede escalar fácilmente a volúmenes de material mucho más grandes, manteniendo las dimensiones de las piezas finales casi intactas.

Para obtener el refinamiento del tamaño de grano, las láminas del material son presionadas con un dado de cierta geometría que obliga a la lámina a deformarse y por tanto induce una gran cantidad de dislocaciones que reducen el tamaño de grano, esto es llamado corrugado (Figura 2.4.1), traducida de [10]. En seguida del corrugado, la lámina es presionada pero ahora con dados planos, con el fin de regresarla a su forma original y permitir repetir el proceso. A este último paso se le conoce como planchado.

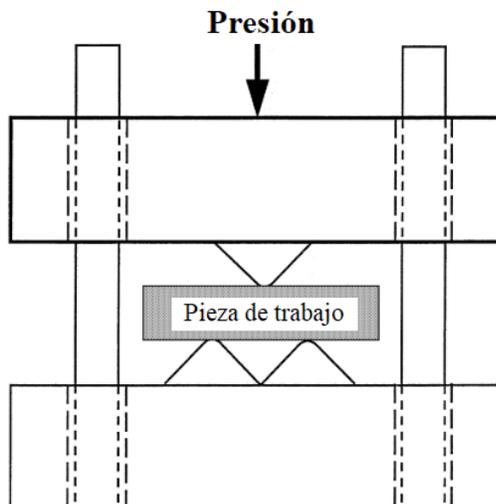


Figura 2.4.1: Diagrama del proceso RCS con el diseño de dado en V en el paso de corrugado.

Una vez que la pieza recupera la forma original, es girada 90° y vuelta a corrugar, con el fin de deformar partes de la pieza que no fueron deformadas en el primer corrugado y así obtener una distribución más homogénea de la deformación. Después del segundo corrugado se dice que la muestra fue procesada por 1 paso de RCS.

Asimismo, se propuso un método de deformación plástica severa muy similar al RCS: Constrained Groove Pressing (CGP), donde el procedimiento es idéntico al RCS con la única diferencia que en el CGP la pieza es restringida en los extremos, con el fin de aumentar la fuerza hidrostática y así conseguir un mayor refinamiento, sin embargo, se ha demostrado que ambos procesos tienen resultados muy similares, donde la ventaja principal del RCS sobre el CGP es que se requiere menor fuerza en el primer paso de deformación [11].

El principal reto del proceso RCS es el diseño de la geometría de los dados, donde se busca obtener la mayor cantidad de deformación sin fracturar al material. En estudios anteriores se propusieron tres diseños de dados (Figura 2.4.2), donde se encontró que el más eficaz era con perfil semicircular, ya que este permitía mayores deformaciones sin fracturas y un refinamiento de grano uniforme sobre muestras de Al-Mg [12].

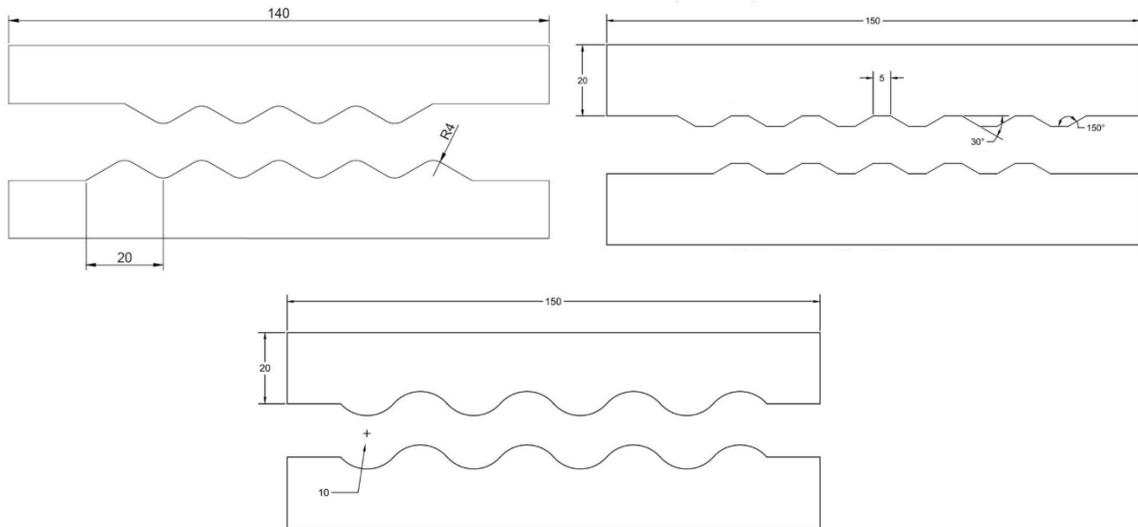


Figura 2.4.2: Comparación de diferentes dados para el proceso RCS. Perfil acanalado en V (Izquierda), perfil acanalado plano (Derecha), perfil semicircular (Abajo). [12]

El proceso RCS ya se ha utilizado en muestras de aluminio 1100, dando como resultado un refinamiento de la microestructura, así como la mejora de ciertas propiedades mecánicas, dichos resultados se presentarán a continuación.

2.5 Estudios previos del proceso RCS sobre aluminio 1100.

El presente estudio se origina como la continuación de otro trabajo realizado en el mismo grupo de investigación, cuyos resultados más importantes se presentan a continuación.

En la Figura 2.5.1 se observa como el proceso RCS logró formar estructuras con tamaño de grano micrométrico.

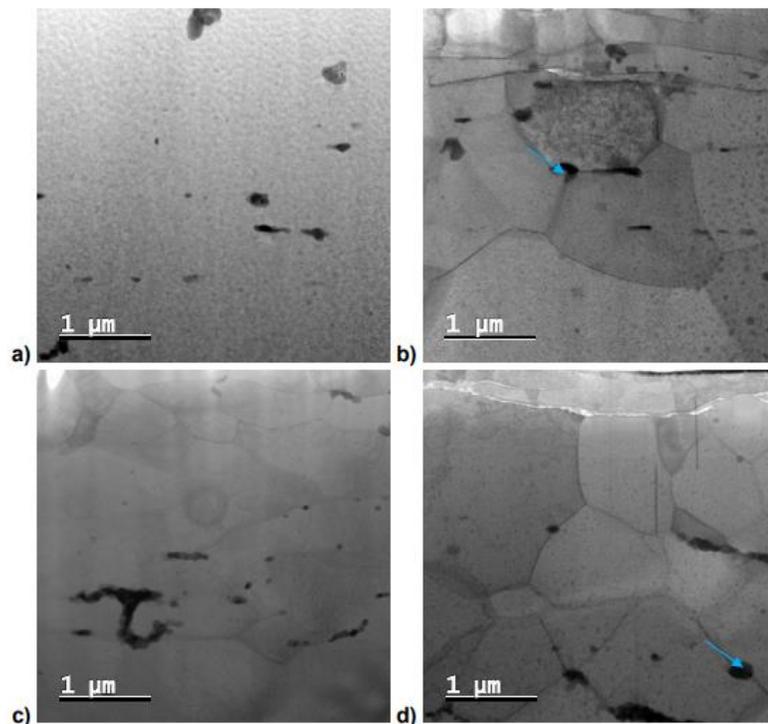


Figura 2.5.1: Micrografías de aluminio 1100 procesado por a) 0, b) 1, c) 3 y d) 6 pasos de RCS [13].

Dicha disminución en el tamaño de grano dio como resultado un incremento del 47% en el límite de cedencia, no obstante reduciendo la ductilidad en un 42% [13], por lo que es imperante conocer los mecanismos de recristalización con el fin de proponer un tratamiento térmico el cual pueda mejorar la ductilidad sin sacrificar demasiado el aumento

en el límite de cedencia. En la siguiente sección se abordarán dichos mecanismos de recristalización. 2.6 Recocido y recristalización en metales.

Como se mencionó en la sección 2.2, los metales almacenan cierta energía al ser deformados, principalmente en forma de dislocaciones. Ese exceso de energía los hace termodinámicamente inestables aunque a temperatura ambiente estén en un régimen metaestable. No obstante, al aumentar la temperatura por arriba de cierto punto, se desencadena la reacción termodinámica por la cual se reemplaza la microestructura previamente deformada por granos nuevos, a este proceso se le llama recristalización estática. El tratamiento térmico asociado a esta reacción es llamado recocido.

La temperatura a la cual, después de una hora, la microestructura deformada es completamente reemplazada por una nueva, es llamada temperatura de recristalización y típicamente se encuentra ubicada alrededor de la mitad de la temperatura de fusión, aunque ésta puede variar por diferentes factores intrínsecos de cada material como es el tipo de celda, concentración de elementos aleantes y distribución del tamaño de las otras fases que compongan al material [14].

Otro factor de vital importancia en la determinación de la temperatura de recristalización es la cantidad de deformación acumulada en el material, ya que si no existiera deformación previa el proceso de recristalización no se llevaría a cabo debido a que el material se encontraría en su estado más estable. De igual forma, entre más deformación acumulada exista, menor será la temperatura de recristalización. Este tema será abordado más a detalle en la sección 3.3.

Para facilitar el estudio de este proceso se divide en tres etapas, donde cada una es gobernada por diferentes mecanismos.

La primer etapa es llamada recuperación. En ésta, la energía que ingresa al sistema es utilizada en mover las dislocaciones y formar límites de un nuevo sistema de celdas de dislocación. Este movimiento de dislocaciones reduce los esfuerzos residuales dentro del material. A pesar de ello, la densidad de dislocaciones se mantiene prácticamente igual, lo cual hace que las propiedades mecánicas también se mantengan casi iguales.

La segunda etapa es llamada recrystalización. Esta se caracteriza por la nucleación de nuevos granos en los bordes las celdas de dislocación, lo que disminuye drásticamente la densidad de dislocaciones, aumentando la ductilidad del material.

Por último, la tercera etapa es llamada crecimiento de grano, donde los granos de menor tamaño desaparecen mientras que los de mayor tamaño crecen y los límites de grano adoptan una configuración de menor energía. En algunas circunstancias, este crecimiento de grano puede ser selectivo a ciertos granos específicos y ocasionar un crecimiento exagerado de estos. Este proceso es llamado crecimiento de grano anormal (abnormal grain growth) o recrystalización secundaria.

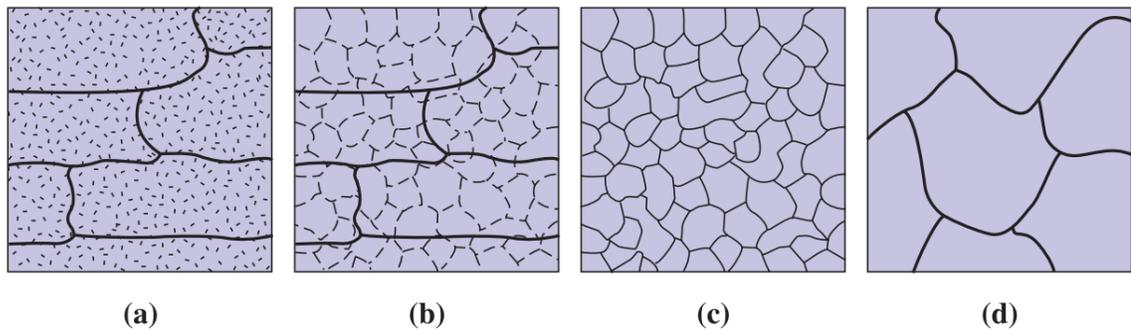


Figura 2.6.1: Etapas del proceso de recocido: a) estado original del material deformado, b) etapa de recuperación, c) etapa de recrystalización y d) etapa de crecimiento de grano.

[7]

Capítulo III.

Desarrollo experimental.

3.1 Materiales: Aluminio 1100.

En este estudio se utilizó una aleación de aluminio 1100 de pureza comercial (99 %), donde al no tener elementos aleantes importantes se simplifica su estudio con el fin de ser una referencia para estudios posteriores con aleaciones más complejas.

El material fue laminado para formar secciones de 10 x 10 cm de ancho y largo, con 1 milímetro de espesor. Esto con el fin de acoplarse a las medidas del molde. La reducción de espesor fue necesaria para evitar someter al molde a demasiada presión y así prever cualquier fractura sobre el mismo.

Como es bien sabido, el proceso de laminación modifica la microestructura y debido a que se busca analizar únicamente los cambios que se dan debido al proceso RCS, las láminas fueron sometidas a un tratamiento térmico de recocido con el fin de reducir considerablemente los cambios microestructurales ocasionados por la laminación, así como para obtener una textura cristalográfica base conocida, que en este caso fue la textura cubo, de la que se hablará más adelante, en la sección 4.4.

El tratamiento térmico realizado fue a 350°C por dos horas; tiempo y temperatura suficiente para lograr todos los pasos de la recristalización que se mencionaron en la sección 2.5. Posterior a esto, se realizó el proceso de deformación plástica severa el cual se aborda en la siguiente sección.

3.2 Procedimiento del proceso RCS.

Con el fin de maximizar la deformación impuesta al material por medio del proceso, se diseñó un dado innovador el cual consiste en dos moldes con perfiles sinusoidales (Figura 3.2.1). Dichos perfiles tienen tangentes menores a 45° lo que los hace más suaves que otros perfiles utilizados en la literatura, esto con el fin de prever fracturas en el material.

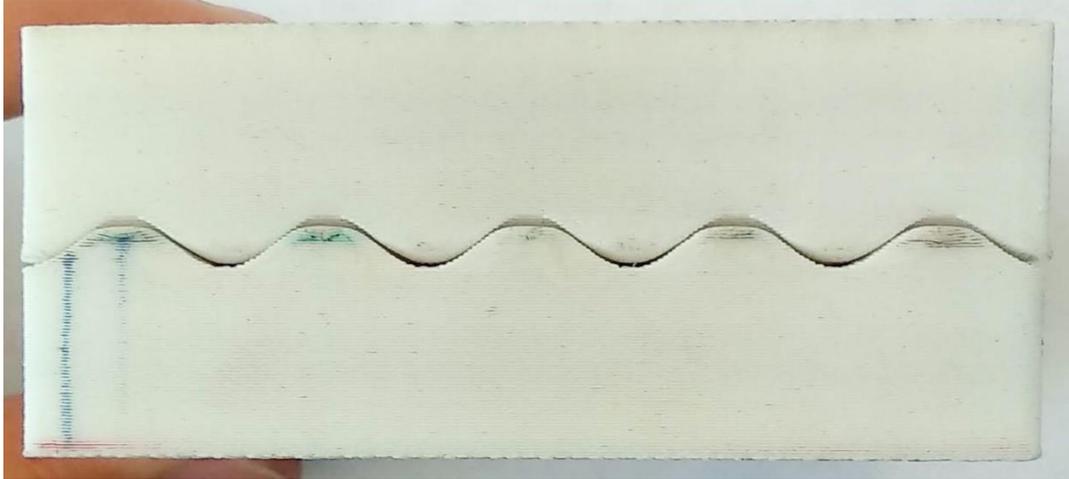


Figura 3.2.1: Perfil del molde usado en el proceso RCS.

El dado utilizado en este estudio fue fabricado de policarbonato mediante una impresión 3D, teniendo dimensiones de 8 x 8 cm y siendo un prototipo para la validación de la fabricación de otro dado con la misma geometría, hecho de acero D2 por medio de maquinado por control numérico.

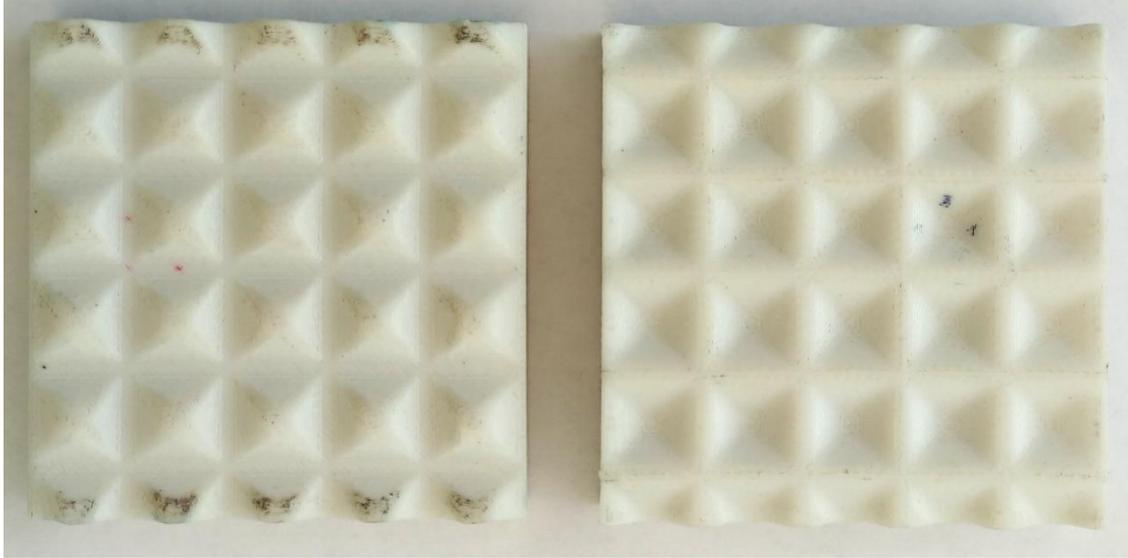


Figura 3.2.2: Vista superior de las dos partes que conforman el dado RCS.

Los pasos se definieron de manera análoga a la literatura (ver sección 2.4), donde en un paso, la lámina es corrugada y planchada una vez, girada noventa grados y vuelta a corrugar y planchar, con el propósito de deformar las zonas previamente no deformadas.

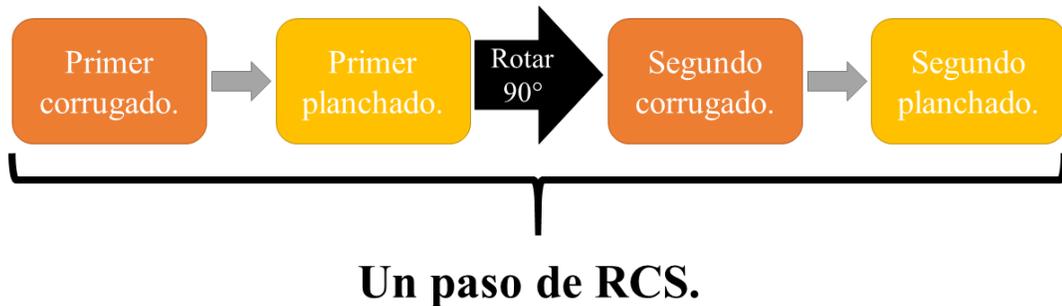


Figura 3.2.3: Diagrama de flujo que define un paso de RCS.

El proceso de deformación plástica severa se llevó a cabo en una máquina universal de pruebas Instron (Figura 3.2.4), manteniendo una carga constante de 35 kN para todos los pasos, así como una velocidad de cruceta (cabezal) de 2 mm/min.



Figura 3.2.4: Máquina universal de pruebas INSTRON modelo 1125, usada en el proceso de deformación plástica severa.

Se fabricaron muestras con 1 y 6 pasos de RCS las cuales, fueron sometidas a un tratamiento térmico del cual se hablará a continuación.

3.3 Diseño del tratamiento térmico.

Como se mencionó en la sección 2.6, la temperatura de recristalización depende altamente de la cantidad de deformación en frío que tenga el material, en la Figura 3.3.1 se observa dicha dependencia.

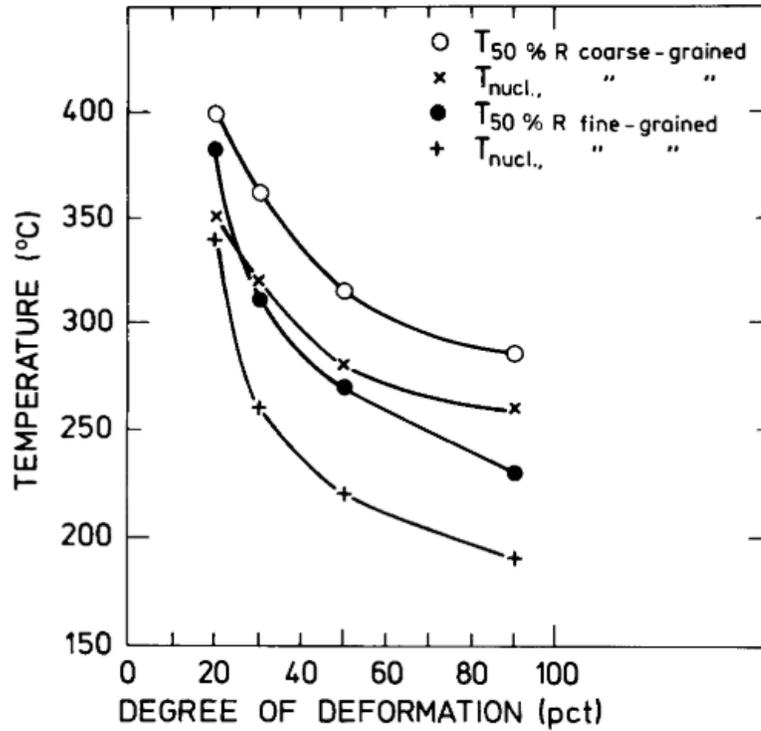


Figura 3.3.1: Curvas de temperatura de nucleación y recristalización al 50% en función del porcentaje de deformación en frío, de aluminio pureza comercial. [15]

En específico, para el aluminio de pureza comercial, la temperatura a la cual empiezan a nuclearse nuevos granos puede variar desde 200°C hasta 350°C [15], como se puede ver en la Figura 3.3.1.

En el presente estudio se buscaba realizar una recristalización parcial del material, por lo que se escogió una temperatura suficientemente alta como para promover la

recristalización, sin embargo, con un tiempo reducido, con el fin de no perder la memoria del proceso de deformación plástica severa.

Es por estos motivos que se optó por una temperatura de 300°C por únicamente 45 minutos. Enseguida, las muestras fueron enfriadas al aire, esto debido a que gracias a su pequeño tamaño lograban alcanzar temperatura ambiente rápidamente. El diagrama de este proceso se puede observar en la Figura 3.3.2.

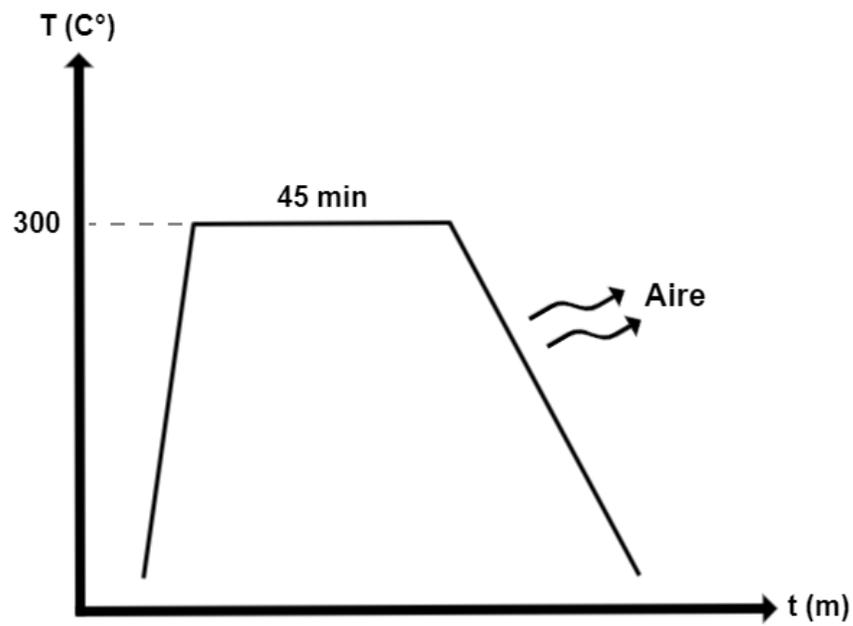


Figura 3.3.2: Diagrama del tratamiento térmico realizado.

Para analizar la eficacia de dicho tratamiento térmico, así como analizar los cambios en la microestructura y propiedades de las muestras, se utilizaron varias técnicas de caracterización.

3.4 Caracterización microestructural por difracción de rayos X.

Los rayos X son producidos cuando electrones altamente acelerados chocan con un ánodo y son rápidamente desacelerados por la fuerza resistiva de las nubes atómicas de dicho material, debido a esta rápida desaceleración, parte de su energía es emitida como fotones de rayos X.

Cuando la aceleración de los electrones es aún mayor, estos tienen la energía suficiente para no solo chocar y desacelerar, sino para remover electrones de las diferentes capas electrónicas del ánodo (en este trabajo fue utilizado el Cu como ánodo). Al remover un electrón de la capa electrónica K, electrones de capas con mayor energía bajan a esta última, buscando su estado de menor energía potencial. Este proceso emite radiación con longitudes de onda específicas dependiendo del número atómico del ánodo, llevando como nombre: radiación característica.

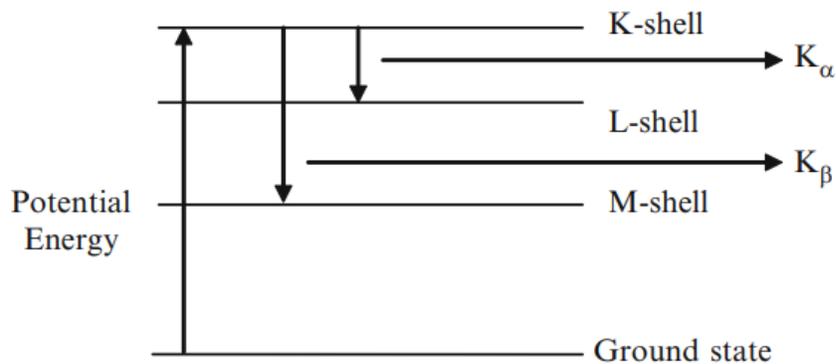


Figura 3.4.1: Emisión de radiación característica K_{α} y K_{β} . [16].

En un experimento de caracterización por difracción de rayos x, un haz de radiación K_{α} se hace incidir sobre un material cristalino y por medio de un detector, se mide la intensidad del haz difractado, lo cual nos da información acerca de la distancia interplanar de las celdas por medio de la ley de Bragg, que se muestra a continuación.

$$n\lambda = 2d \sin(\theta) \quad (\text{Ec. 3.4.1})$$

Donde n es el orden de la reflexión (siempre un número entero), λ es la longitud de onda de los rayos X, d es la distancia interplanar de la celda y 2θ es el ángulo entre el haz transmitido y el haz difractado.

Dependiendo de la geometría y acomodo entre emisor y detector de rayos X, esta técnica nos puede dar no solo información sobre la distancia interplanar, sino también información acerca de la textura cristalográfica de los granos (figura de polos) o de los esfuerzos residuales dentro del material.

Para la obtención de los difractogramas del aluminio, pico (420), se utilizó la geometría Bragg-Brentano barriendo ángulos de 114° a 118° , ya que dicho pico difracta a 116° , aproximadamente. Al mismo tiempo, se utilizó la cámara térmica del difractómetro Rigaku Ultima IV (Figura 3.4.2) y se hicieron mediciones a 40°C , 100°C , 270°C y 350°C .

La altura de los picos de difracción ($K_{\alpha 1}$) y su ancho se midieron con ayuda del software de análisis PDXL 2©.



Figura 3.4.2: Fotografía del equipo Rigaku Ultima IV.

Por otro lado, también se realizó un análisis de textura por medio de figuras de polos y ODFs (acrónimo del inglés por Orientation Distribution Function), del cual se hablará a continuación.

3.5 Análisis por figuras de polo y ODF (orientation distribution function).

La textura cristalográfica se refiere a la orientación preferencial de los granos dentro de un material metálico y esta juega un papel importante en la determinación de ciertas propiedades mecánicas del material, como es la facilidad de conformado [17].

La técnica utilizada para la visualización de la textura se llama figura de polo y es obtenida mediante un ensayo de difracción de rayos X. A diferencia de la geometría Bragg-Brentano, la cual se utilizó en la sección 3.4, en este ensayo el ángulo entre emisor y detector se mantiene constante, mientras que se hacen variar otros dos ángulos, α y β , con el fin de hacer un mapeo de las intensidades de un pico de difracción específico en una proyección estereográfica.

Los picos de difracción analizados fueron aquellos asociados a los planos (111), (200) y (220) ya que, al ser los primeros tres picos de difracción del aluminio, poseen mayor intensidad. El tiempo aproximado de análisis para cada muestra fue de 12 horas y los datos fueron exportados con el software 3D Explore©, para después ser procesados y analizados en MTEX, una paquetería especializada en cristalografía diseñada en Matlab©.

No obstante, muchas veces la figura de polos no es suficiente para hacer una interpretación de textura, por lo que se recurre a la ODF que suele ser más clara cuando múltiples componentes de textura, como en el presente estudio.

El método ODF es un cálculo por el cual se transforman los datos obtenidos en el análisis de figura de polos a un espacio tridimensional donde las coordenadas son los diferentes ángulos de Euler.

Los ángulos de Euler, a su vez, describen las transformaciones necesarias para llevar los ejes de un cristal dado, a los ejes de la muestra. Este método fue descrito por primera vez en 1969 [18].

Al ser espacios tridimensionales, las ODFs, por lo general, son analizadas con cortes característicos a ciertos ángulos, dependiendo de la simetría que exista en la textura de la muestra. No obstante, en algunos casos dichos cortes no dan la información suficiente para ser concluyente por lo que, en el presente estudio, algunas ODFs se muestran completas y sin asumir simetría. De igual forma que con las figuras de polos, los datos fueron analizados y procesados usando la paquetería MTEX en Matlab©.

3.6 Análisis mecánico dinámico.

El análisis mecánico dinámico DMA (dynamical mechanical analysis), es una técnica de caracterización que surgió del campo de la reología pero que ha ganado popularidad en muchas otras ramas de la ciencia ya que puede dar información de las transiciones vítreas en polímeros, o de la capacidad de amortiguamiento, así como la energía almacenada y disipada en materiales metálicos.

El DMA se puede definir, a grandes rasgos, como la respuesta de un material ante una fuerza oscilatoria. Dicha respuesta cambia en función de la temperatura, por lo que otra parte fundamental del DMA es que se hace un barrido de temperaturas con el fin de observar cambios en la respuesta del material y asociarlos a las diferentes transiciones vítreas (en el caso de polímeros).

El esfuerzo oscilatorio aplicado en el material genera una deformación periódica, la cual es medida y comparada con la función original del esfuerzo aplicado con el fin de obtener el retraso entre la onda de esfuerzo y la onda de deformación, ambas ondas se ven en la Figura 3.6.1.

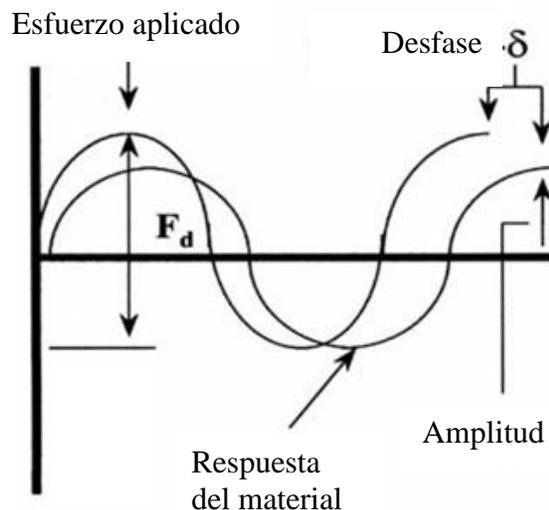


Figura 3.6.1: Diagrama de ondas de esfuerzo y deformación en una prueba DMA, donde F_d es la fuerza dinámica periódica y δ el retraso entre ambas ondas [19].

Una vez obtenido el desfase entre ambas ondas se puede calcular el módulo complejo E^* del material, el cual consiste en una parte real y una parte imaginaria. La parte real se llama módulo de almacenamiento (E') y describe la capacidad del material de almacenar energía, mientras que la parte imaginaria llamada módulo de pérdida (E''), describe la capacidad del material de disipar energía.

$$E^* = E' + iE'' \quad (\text{Ec. 3.6.1})$$

De la misma manera, E' y E'' están definidas como:

$$E' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} \cos(\delta) \quad (\text{Ec 3.6.2})$$

$$E'' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} i \sin(\delta) \quad (\text{Ec 3.6.3})$$

Por último existe otra identidad conocida como $\tan(\delta)$, la cual relaciona ambas partes del módulo complejo y brinda información acerca de la capacidad del amortiguamiento del material. Se define de la siguiente manera:

$$\tan(\delta) = \frac{E''}{E'} \quad (\text{Ec. 3.6.4})$$

Es importante recordar que estas definiciones no son más que diferentes maneras de visualizar la información del desfase entre ambas ondas, es decir, dicen lo mismo de maneras distintas. Asimismo, aunque en principio parecería que el módulo elástico es igual al módulo de Young obtenido en una curva de esfuerzo deformación tradicional se debe hacer hincapié en que no lo es, ya que se tienen regímenes distintos en ambos experimentos [19].

Las pruebas se hicieron en un equipo DMA Q-800 de TA Instruments, donde las muestras se cortaron en dimensiones de 35 x 5 x 1 [mm], las cuales se muestran en la Figura 3.6.2, y fueron analizadas en modo cantiléver por su pequeño tamaño, donde la fuerza oscilatoria se aplicaba en el extremo libre, como se muestra en la Figura 3.6.3.

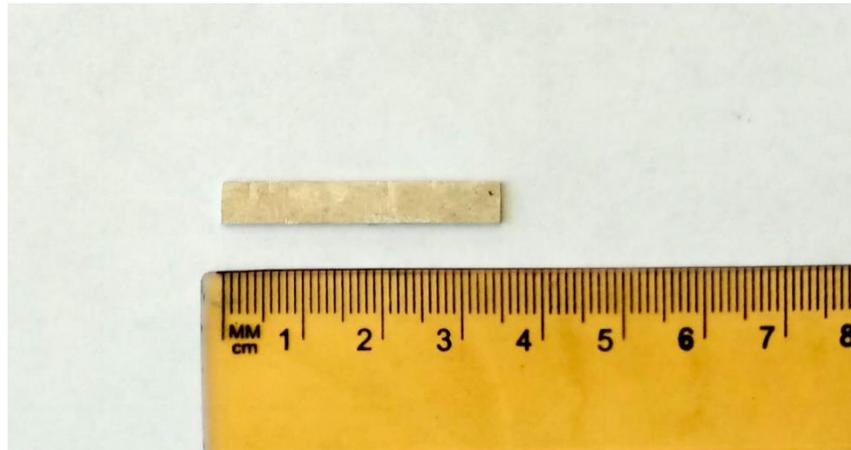


Figura 3.6.2: Foto de muestra de aluminio 1100 para ser analizada por DMA.



Figura 3.6.3: Diagrama del cantiléver en la prueba DMA.

La frecuencia de carga utilizada fue de 1 Hz con una amplitud de 100 micrómetros. La temperatura fue elevada con una rampa de 3°C/min, desde temperatura ambiente hasta 200°C.

3.7 Calorimetría diferencial de barrido.

El objetivo de una calorimetría es la medición de calor, sin embargo, lo que se miden son los cambios en la temperatura de la muestra. Debido a que muchas reacciones químicas y físicas, tales como la recristalización, liberan o absorben calor, una calorimetría es un proceso por el cuál podemos investigar dichas reacciones.

Específicamente, la calorimetría diferencial de barrido, DSC (differential scanning calorimetry), se puede definir como: “La medición de un cambio en el flujo de calor a una muestra y a una referencia mientras ambas son sometidas a un programa controlado de temperatura.” [20]

Experimentalmente, se colocan dos pequeñas charolas de un material de referencia caracterizado térmicamente. Dentro de una de ellas se acomoda la muestra del material que se busca analizar, que debió de haber sido pesada previamente, y se someten a las mismas condiciones de rampa de temperatura. Durante el experimento, se mide la temperatura de cada charola continuamente.

Al final del experimento se obtienen dos curvas de flujo de calor contra temperatura, una asociada a la charola del material de referencia y la otra asociada a la charola con la muestra que se busca analizar. Con el fin de que los resultados sean únicamente de la muestra, se le resta a su curva, la curva asociada al material de referencia, de ahí el nombre calorimetría diferencial.

Las pruebas se hicieron en un equipo DSC Q100 de TA Instruments, donde se hizo un barrido desde temperatura ambiente hasta 370°C, con el fin de buscar cambios en la temperatura de recristalización del aluminio.

Las muestras para esta prueba consistieron en pequeños fragmentos de lámina (Ver Figura 3.7.1), las cuales fueron cortadas con el fin de que tuvieran las dimensiones necesarias para situarse dentro de la charola de análisis, que tiene aproximadamente 4 [mm] de diámetro.

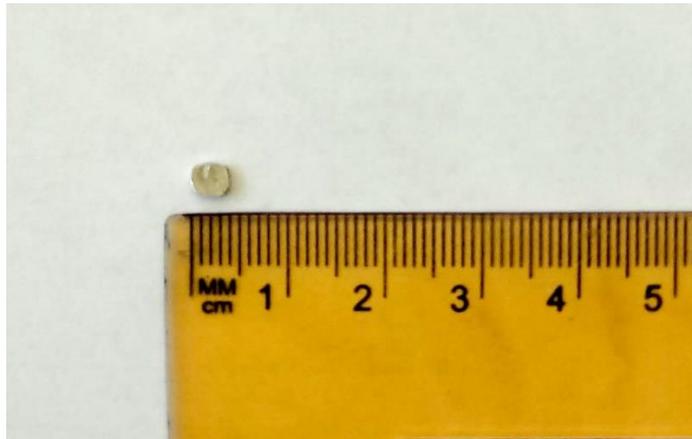


Figura 3.7.1: Muestra de aluminio 1100 procesado por RCS para un análisis por DSC.

3.8 Difracción de electrones por retrodispersión (EBSD).

La técnica de difracción de electrones retrodispersados es una herramienta muy útil para observar cambios en la microestructura de un material ya que permite analizar la orientación cristalina local en un material.

Dichas orientaciones locales son usadas para crear un mapa de orientaciones, el cual, entre otras cosas, tiene información sobre los ángulos de desorientación entre granos y subgranos.

Para obtener dicho mapa se hace un barrido sobre la superficie de la muestra con un haz de electrones, los cuales son difractados y captados por un detector. Como resultado se obtienen patrones de difracción, conocidos como patrones de Kikuchi, los cuales tienen bandas cuyo ancho corresponde a un plano cristalino.

El análisis por EBSD se realizó en un equipo SEM-JEOL JSM-7001F, usando la zona con mayor deformación de las muestras.

Capítulo IV.

Resultados y discusión.

A continuación, se presentan y analizan los distintos resultados obtenidos de la experimentación que fue detallada en el capítulo III.

4.1 Análisis de microestructura por difracción de rayos X.

La difracción de RX como técnica general en el estudio de materiales se enfoca principalmente en la identificación de las fases cristalinas. Sin embargo, en este caso, las fases son conocidas y la técnica de difracción de RX fue usada como medio para analizar los cambios en la microestructura con base en el cambio del ancho de pico de difracción.

Por otro lado, se caracterizó la evolución del ancho de pico en función de la temperatura. Se espera que cuando se incrementa ésta, el ancho de los picos de difracción debe reducirse como consecuencia al crecimiento del tamaño de grano, asimismo tendría lugar una cierta relajación de los esfuerzos internos del material, producto del movimiento y aniquilación de las dislocaciones.

Se examinaron los picos asociados al plano (420), es conocido que a mayores ángulos de difracción existe una mayor sensibilidad a variaciones en la distancia interplanar [21], por esa razón, en este estudio, decidimos escoger un plano de alto ángulo de difracción, aproximadamente 116° .

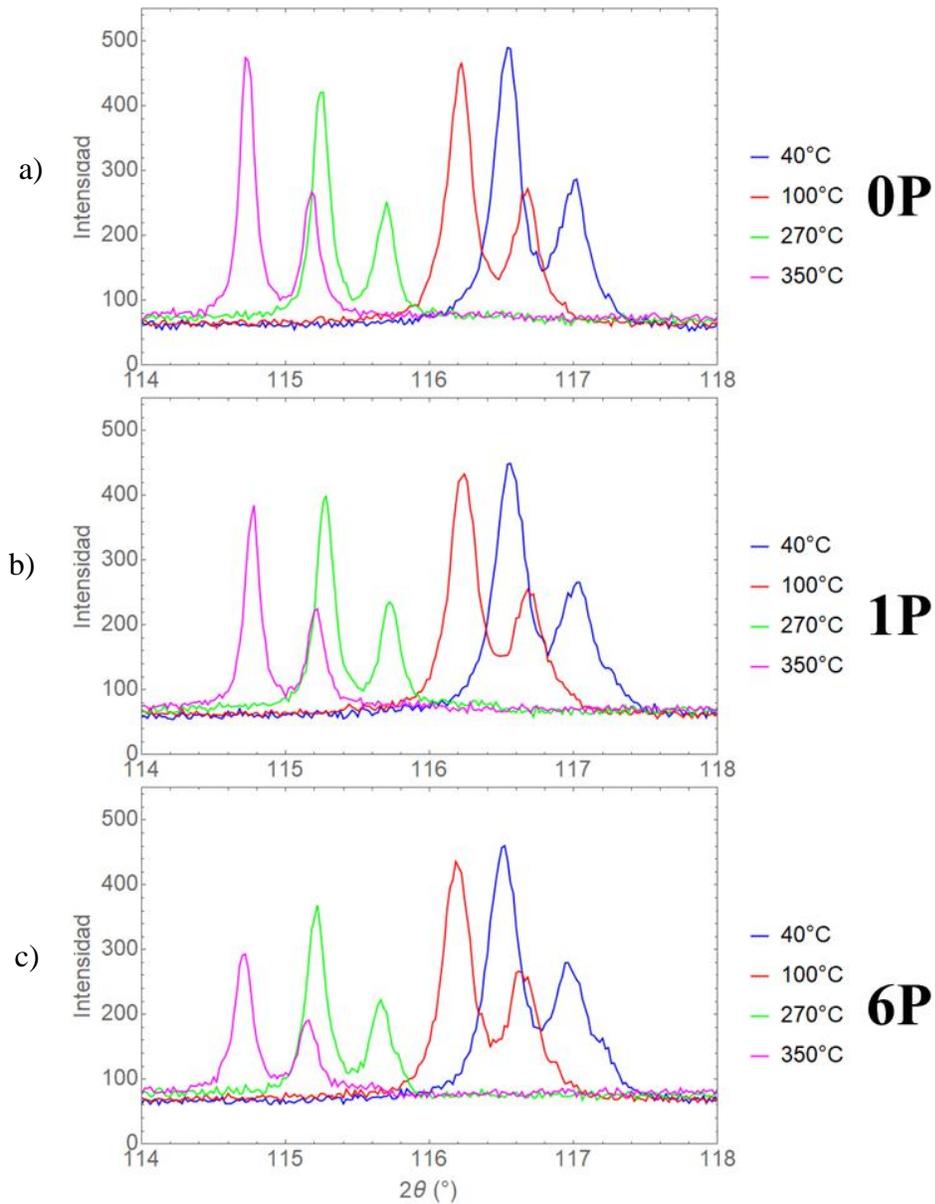


Figura 4.1.1: Difractogramas del pico (420) del aluminio a 4 diferentes temperaturas: 40°C, 100°C, 270°C y 350°C, así como para a) 0 pasos de RCS, b) 1 paso de RCS y c) 6 pasos de RCS.

En la Figura 4.1.1 se observa como el incremento de temperatura desplaza hacia la izquierda todos los picos de difracción, sin importar el estado de deformación previo del material. Esto debido a que, al aumentar la temperatura, existe un fenómeno de dilatación

térmica el cual incrementa el parámetro de red cristalino de forma que los picos de difracción se ven desplazados hacia la izquierda como una consecuencia lógica de la ley de Bragg, donde el ángulo de difracción es inversamente proporcional al parámetro de red..

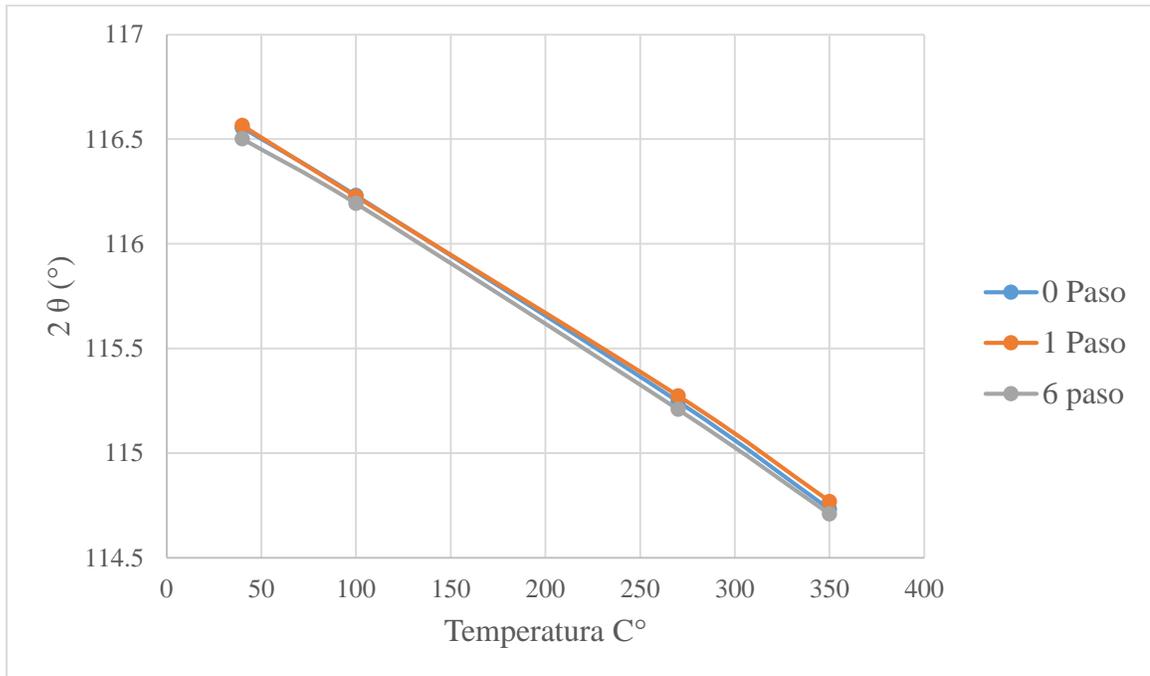


Figura 4.1.2. Desplazamiento de pico de difracción contra temperatura.

De igual forma, en la Figura 4.1.2 se observa que los picos de difracción de las muestras de 0, 1 y 6 pasos tienen el mismo desplazamiento y a su vez, siguen un comportamiento casi lineal. Esto está relacionado a que el fenómeno de dilatación térmica depende del coeficiente de expansión térmica del material y este, a su vez, depende del enlace atómico del material, el cual no cambia con la deformación [7].

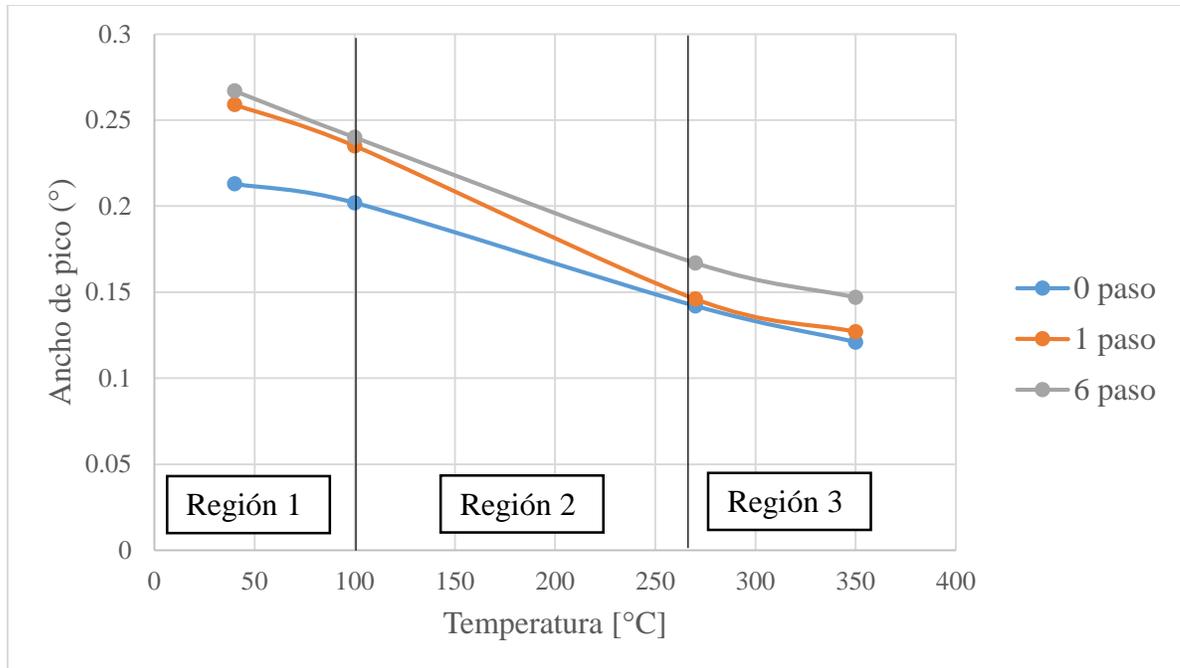


Figura 4.1.3: Gráfica de ancho de pico contra temperatura de aluminio procesado por 0, 1 y 6 pasos de RCS, dividida en tres regiones características.

El cambio en los anchos de picos a media altura de la Figura 4.1.1 se graficó en términos de la temperatura y se obtuvo la Figura 4.1.3, la cual muestra en tres regiones que pueden ser identificadas en términos de fenómenos físicos.

En la región 1, de 40° a 100°C, las curvas de 1 y 6 pasos parecen tener un comportamiento lineal y de pendiente similar. Contrariamente, la curva de 0 pasos es casi horizontal.

En la región 2, de 100° a 270°C, tanto la curva de 6 pasos como la de 0 pasos mantienen un comportamiento lineal con pendiente similar, mientras que la curva de 1 paso tiene una pendiente más negativa que las dos anteriores y termina con un valor muy parecido a la curva de 0 pasos.

Por último, en la región 3, de 270° a 350° C, todas las curvas tienen la misma pendiente, con la curva de 1 paso teniendo un valor muy cercano a la curva de 0 pasos.

Los resultados anteriores, serán explicados en términos del crecimiento de grano y densidad de dislocaciones.

En la región 1 predomina la aniquilación de las dislocaciones y el crecimiento de grano es marginal. En la región 2 no hay predominio marcado y tanto la aniquilación de dislocaciones como crecimiento de grano son importantes. En la región 3, se da el caso opuesto a la región 1, en donde el fenómeno preponderante es el crecimiento de grano.

En términos de la evolución del ancho del pico, la curva asociada a 6 pasos de RCS es la que tiene un mayor ancho de pico porque la deformación inducida por el proceso aumentó la densidad de dislocaciones y refinó el tamaño de grano. Por ello la curva de 1 paso de RCS (menor densidad de dislocaciones) está por debajo de la curva de 6 pasos (mayor densidad de dislocaciones). Por último, la curva de 0 pasos tiene el menor ancho de pico ya que no existió ninguna deformación que modificara la microestructura.

Por último, interpretar los cambios de pendiente de las curvas en términos de fenómenos físicos hubiera sido deseable, sin embargo, no es conveniente hacerlo puesto que no disponemos un número suficiente de puntos para caracterizar las pendientes con certeza. No se pudieron tomar más puntos ya que el incremento de temperatura propio del experimento podría haber afectado los resultados.

4.2 Análisis de microestructura por EBSD.

En la figura 4.2.1 se muestra el mapa de desorientaciones para las muestras de 0 y 6 pasos de RCS, así como la frecuencia del ángulo de desorientación.

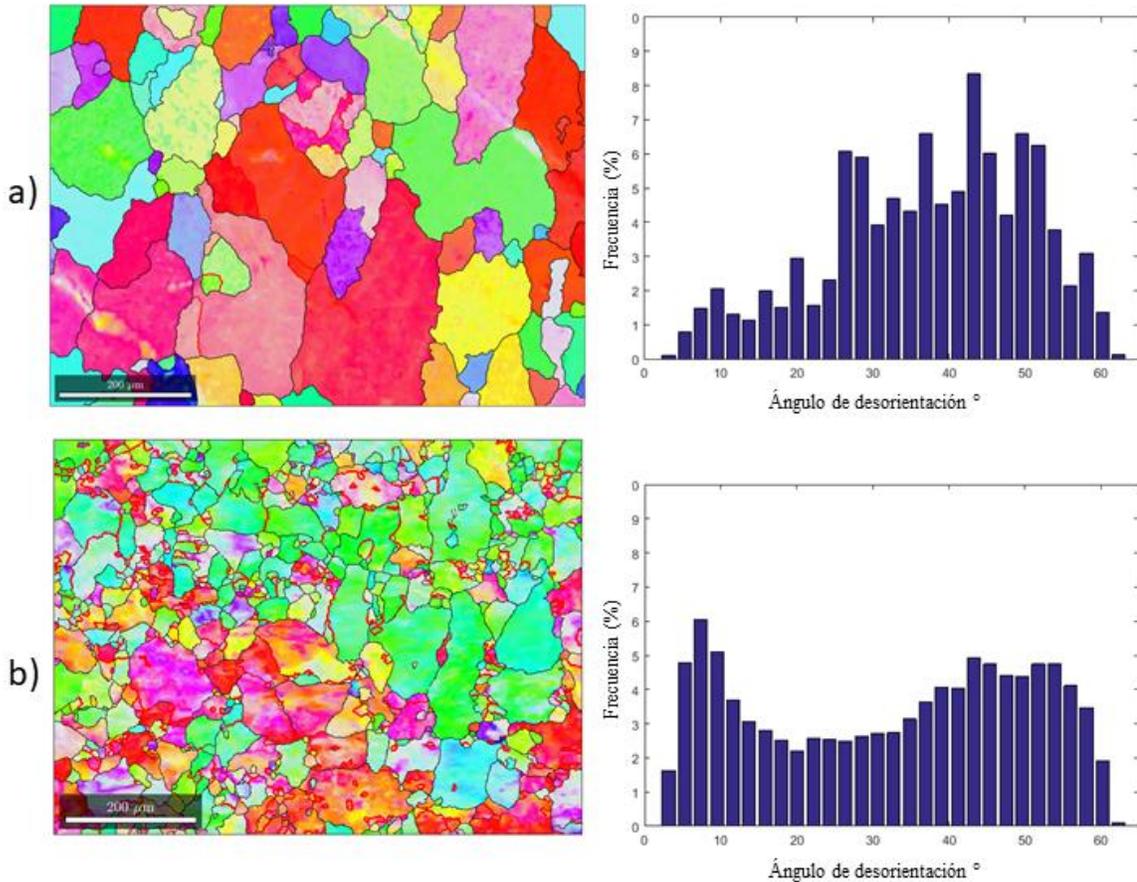


Figura 4.2.1. Mapa de desorientaciones obtenido por EBSD junto con gráfica de frecuencia de desorientaciones para a) 0 y b) 6 pasos de RCS.

Es evidente una reducción del tamaño de grano debida al proceso RCS, así como la formación de subgranos. Asimismo, en el caso de 6 pasos de RCS, se observa la coexistencia de granos grandes junto con granos chicos.

En términos del ángulo de desorientación, la muestra con 6 pasos de RCS tiene una mayor frecuencia de fronteras de grano con ángulo bajo, en comparación con la muestra con 0 de pasos de RCS, donde la mayoría de las fronteras son de ángulo alto.

Las fronteras de ángulo bajo son creadas cuando el proceso de deformación plástica severa rota los subgranos recién formados, mientras que las fronteras de ángulo alto son atribuidas a la recristalización debida al tratamiento térmico de recocido.

Los cambios en la microestructura del aluminio 1100 antes mencionados debido al proceso RCS deberían, por consiguiente, ocasionar cambios en otras propiedades que también dependan de la microestructura, entre ellas se destacan algunas propiedades termomecánicas de las que se hablará a continuación.

4.3 Análisis mecánico diferencial (DMA).

Como se comentó en la sección 3.6, a diferencia de un ensayo de tracción estándar, el DMA nos brinda información únicamente sobre la zona elástica del material y debido a que los materiales se diseñan para funcionar en dicha zona, este experimento nos da más detalle del comportamiento del régimen al cual va a estar sometido el material.

A continuación, se presentan las curvas del módulo de almacenamiento (Figura 4.3.1) en muestras sometidas por 0, 1 y 6 pasos, con y sin tratamiento térmico.

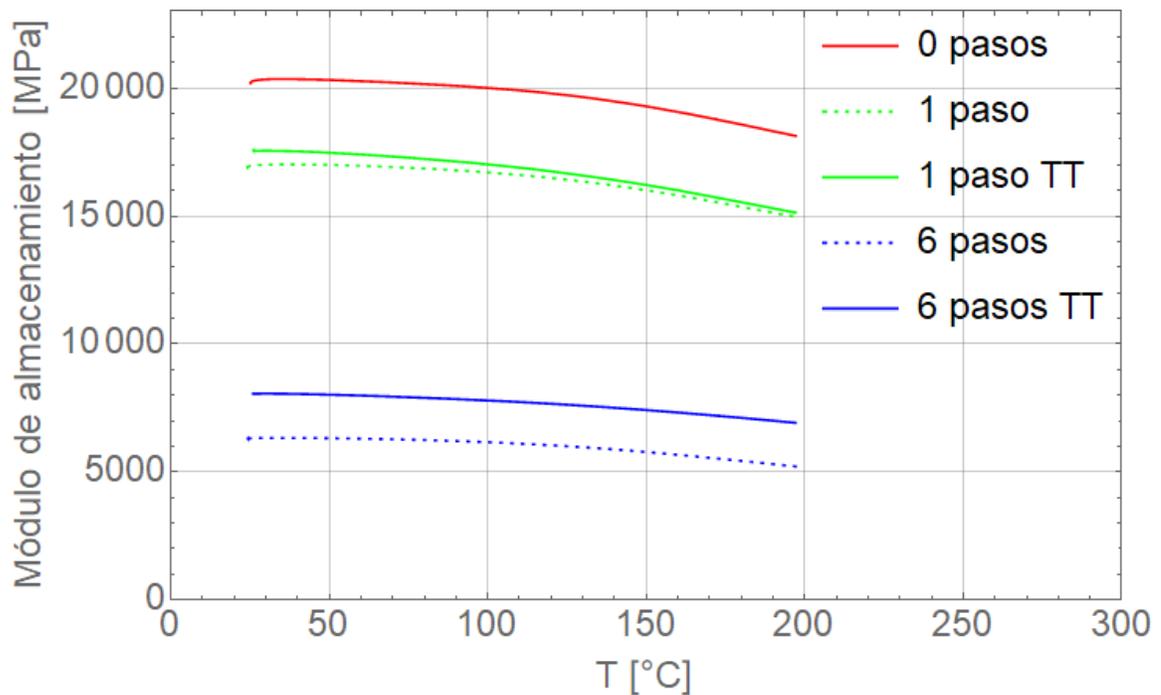


Figura 4.3.1: Módulo de almacenamiento en muestras de aluminio procesadas por 0, 1 y 6 pasos de RCS, con y sin tratamiento térmico a 300°C por 45 min.

En la figura 4.3.1 se observa que a mayores pasos de deformación RCS, la disminución en el módulo de almacenamiento es mayor. De igual forma, en 6 pasos de RCS, la curva de tratamiento térmico está separada de la curva sin tratamiento térmico,

mientras que en 1 paso de RCS, al principio ambas curvas están muy cercanas y conforme incrementa la temperatura estas terminan casi con el mismo valor.

Partiendo de la definición de módulo de almacenamiento que se abordó en la sección 3.6, se sabe que éste depende del $\cos(\delta)$, donde δ es el desfase temporal entre la fuerza impartida y la respuesta del material. El máximo valor del coseno sucede al acercarse a 0, por lo que a menor desfase, mayor sería el módulo elástico. De manera inversa, si el desfase es muy alto, cerca de $\pi/2$, el valor del módulo será menor.

En materiales metálicos cristalinos, los defectos son considerados como las fuentes principales de disipación de energía elástica, dichos defectos incluyen: dislocaciones, fronteras de grano, interfaces entre otros [22]. En el material analizado, los límites de grano y las dislocaciones están disipando energía elástica, lo cual genera un desfase entre las ondas. Por ello, el desfase δ está correlacionado con la densidad de dislocaciones e indirectamente con el número de pasos de RCS.

En términos de los tratamientos térmicos, se observa que en el caso de 6 pasos de RCS, el tratamiento térmico aumenta de manera considerable el módulo de almacenamiento, es decir que el tratamiento térmico logró reducir la densidad de dislocaciones y límites de grano, lo cual disminuyó la disipación de energía. Esto sin perder la memoria del proceso, ya que aún con tratamiento térmico, su módulo de almacenamiento es menor que las muestras tratadas por 1 paso de RCS.

Por otra parte, en el caso de 1 paso de RCS con tratamiento térmico, la curva está ligeramente por encima de la curva sin tratamiento, no obstante, el aumento de temperatura propio del experimento pudo haber reducido la pequeña densidad de dislocaciones que diferenciaban ambas curvas, de manera que conforme incrementaba la temperatura, se

reducía la densidad de dislocaciones, de forma que al final del experimento, a 200°C, ambas curvas parecen ser casi idénticas y tener el mismo número de defectos dentro de ellas, lo cual indica que el tratamiento térmico en muestras con 1 paso no fue tan eficaz como en 6 pasos. Por este motivo, en la sección 4.3 únicamente se utilizaron muestras de 6 pasos.

Debido a que las propiedades termomecánicas cambiaron con el número de pasos de RCS, es decir, con la cantidad de deformación inducida, se esperaba que dicha deformación también influya en otras propiedades del material, como es la temperatura de recristalización, ya que el material utilizaría parte de la energía almacenada para abatir dicha temperatura, esto será abordado en la siguiente sección.

4.4 Calorimetría diferencial de barrido.

Se utilizó la calorimetría diferencial de barrido (DSC) ya que se ha demostrado que es una técnica útil para estudiar los procesos de recristalización [23], en específico se ha utilizado para investigar el comportamiento en la temperatura de recristalización de láminas de aluminio [24].

En nuestro caso, se busca demostrar que la energía mecánica almacenada debería generar una disminución en la temperatura de recristalización. Para notar dicha disminución fue necesario recurrir a deformaciones grandes, es decir, seis pasos de RCS.

A continuación, la figura 4.4.1 muestra los resultados de la prueba de calorimetría diferencial de barrido para dicho aluminio con y sin tratamiento térmico de 300°C por 45 minutos:

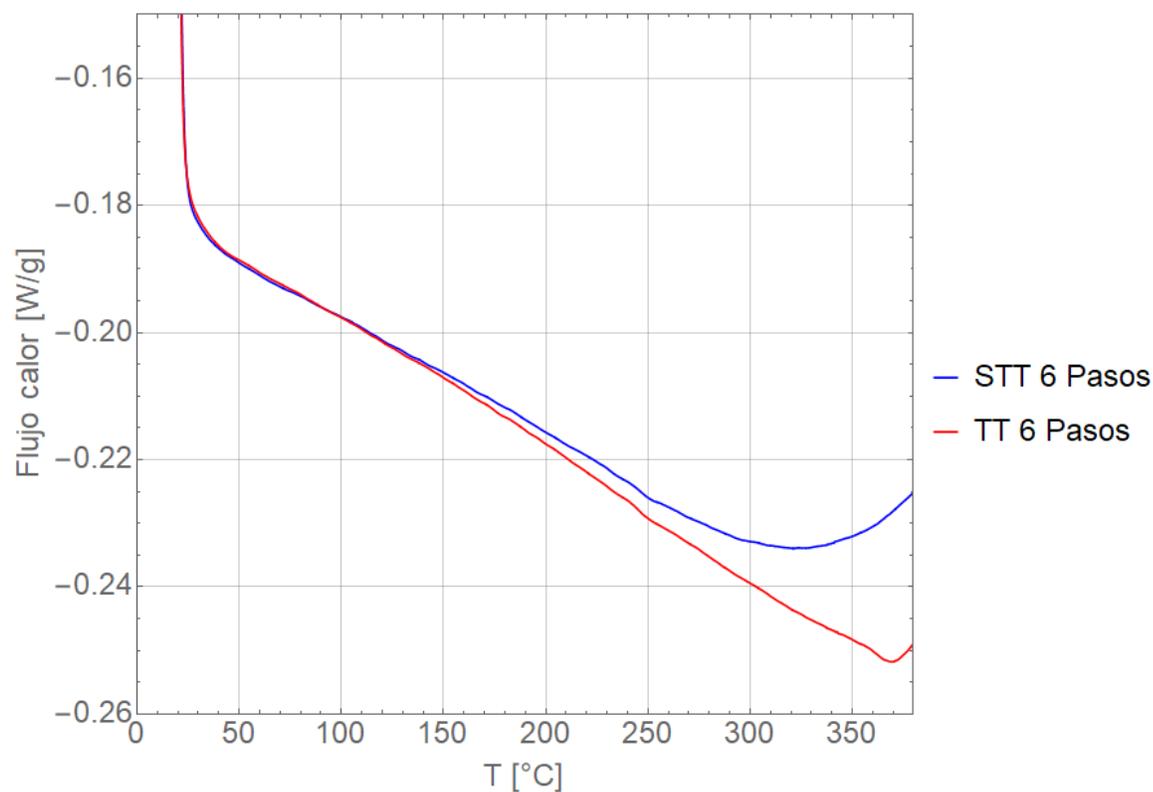


Figura 4.4.1: Calorimetría de aluminio procesado por 6 pasos de RCS con y sin tratamiento térmico de 300°C por 45 minutos.

En la figura 4.4.1 se observa que a temperaturas bajas (de 20°C a 125°C), las curvas tienen los mismos valores. Es a partir de 125°C donde la curva asociada al aluminio sin tratamiento térmico tiene un cambio de pendiente y se separa de la curva del aluminio con tratamiento térmico.

Finalmente, en aproximadamente 320°C, la curva del aluminio sin tratamiento térmico tiene otro cambio de pendiente drástico asociado a una reacción exotérmica, mientras que la curva del aluminio con tratamiento térmico se mantiene con pendiente constante hasta que alcanza una temperatura de 370°C, donde tiene un cambio de pendiente drástico asociado a otra reacción exotérmica. Dichas reacciones exotérmicas corresponden a la liberación de la energía almacenada gracias al proceso de recristalización. [23].

El primer cambio de pendiente de la curva del aluminio sin tratamiento térmico se debe a que una parte de la energía que se está suministrando al sistema se utiliza en el movimiento de las dislocaciones. Por el contrario, el aluminio que tuvo tratamiento térmico previo tiene una menor densidad de dislocaciones, por lo que la energía necesaria para moverlas no es apreciable en un cambio de pendiente.

De igual modo, se observa que el inicio de la recrystalización para el aluminio sin tratamiento térmico se da a 320°C mientras que, cuando existe un tratamiento térmico previo de 300°C por 45 minutos, la temperatura de inicio de la recrystalización aumenta a 370°C . Esto debido a que los materiales almacenan parte de la energía con la cual se deforman, y dicha energía fue utilizada para abatir la temperatura de recrystalización.

Como se dijo anteriormente en la sección 2.5, la recrystalización es el crecimiento de nuevos granos, sin embargo, es importante saber si dichos granos se orientan de una manera aleatoria o si siguen algún patrón preferencial, lo cual puede ser visto en los resultados del análisis de textura que se presentan a continuación

4.5 Análisis de textura cristalográfica por difracción de rayos X.

Como fue descrito en la sección 3.5, la difracción por rayos X es una técnica que permite observar cambios en la textura de los materiales, lo cual es de vital importancia en este estudio ya que se ha demostrado que los procesos termomecánicos producen cambios en la textura [25].

Cuando el aluminio es procesado por únicamente 1 paso de RCS el cambio en la textura entre dichas muestras es despreciable, esto debido a que la deformación inducida por el proceso no es suficientemente grande y se mantiene la textura cubo generada por el proceso descrito en la sección 3.1. Para notar cambios considerables en la textura hay que analizar las láminas procesadas por 6 pasos de RCS, en la cual se utilizó la ODF en 3D completa (Figura 4.5.1).

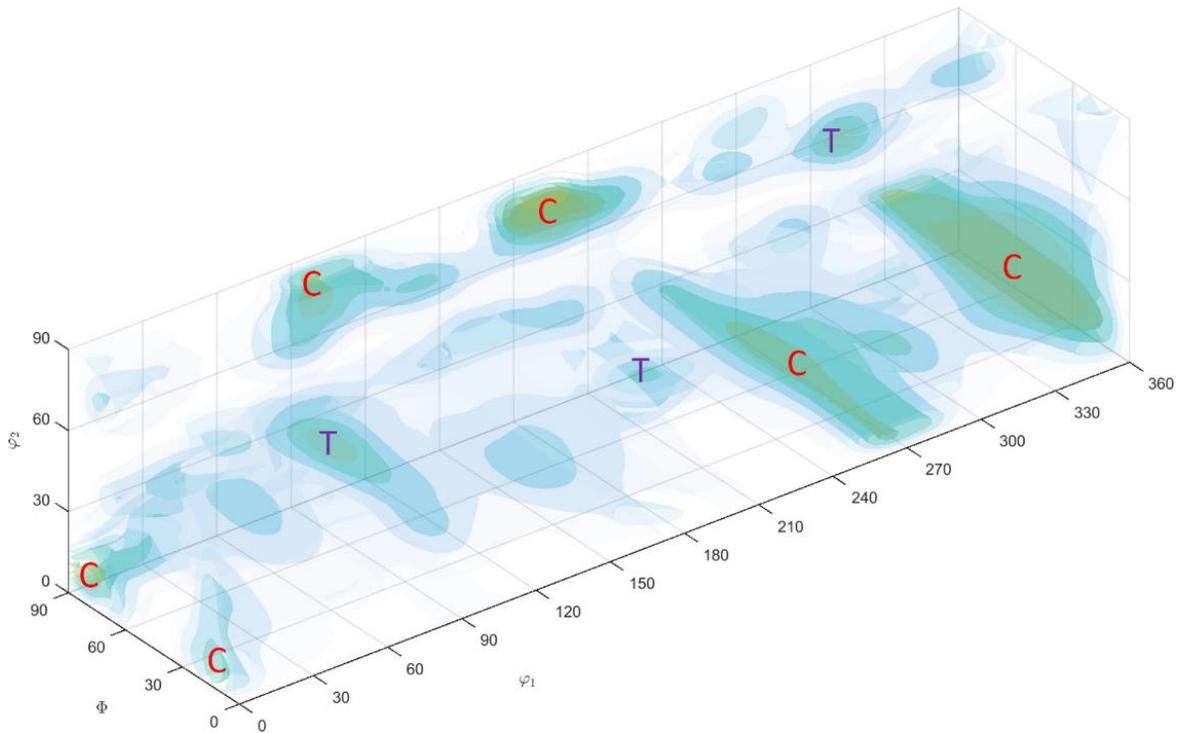


Figura 4.5.1: ODF completa en 3D de aluminio 1100 después de 6 pasos de RCS. Se marcaron los puntos de mayor intensidad con C cuando corresponden a textura cubo y con T cuando corresponden a la nueva textura generada $(\bar{1} 4 \bar{2}) [2 1 1]$.

Como se puede ver en la Figura 4.5.1, al procesar las láminas por 6 pasos de RCS se puede identificar un componente de textura cubo además de generarse una nueva textura cuyas coordenadas en ángulos de Euler (Bunge) son $\varphi_1 = 207^\circ$, $\Phi = 67^\circ$ y $\varphi_2 = 15^\circ$ las cuales corresponden aproximadamente al componente $(\bar{1} 4 \bar{2}) [2 1 1]$. en notación de plano dirección (Ver anexo 1).

El proceso entonces estaría generando una textura propia con orientación plano dirección $(-1 4 -2) [2 1 1]$, así como manteniendo cierta textura cubo previamente formada.

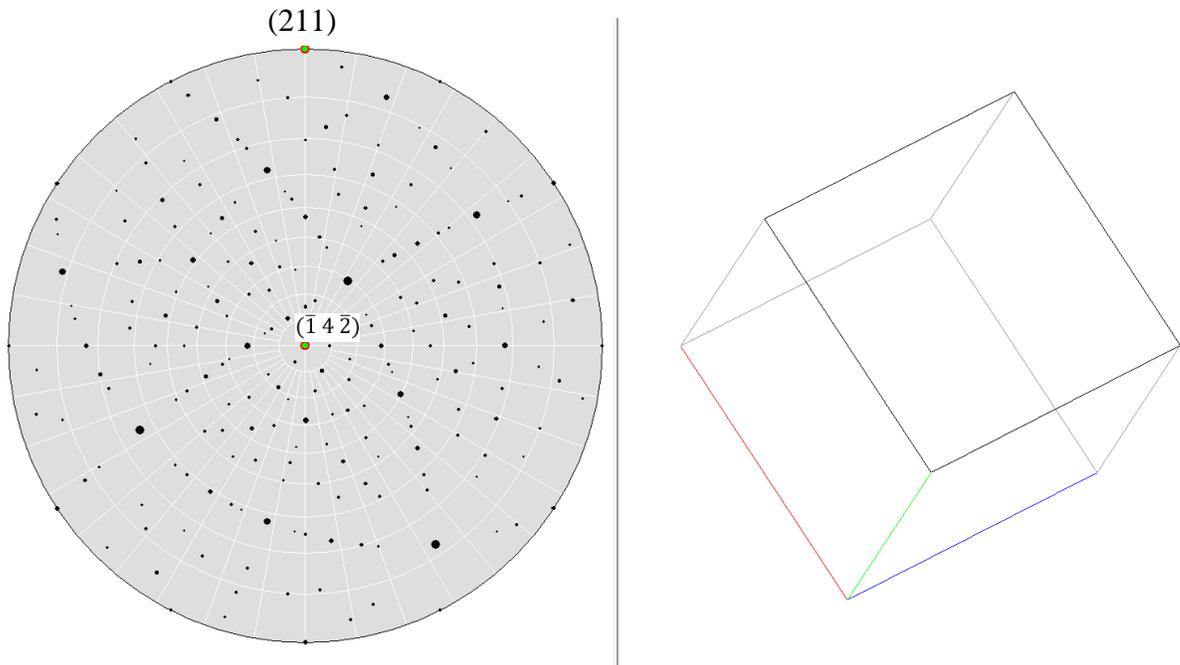


Figura 4.5.2: Simulación por WinWulff de proyección estereográfica de la textura $(\bar{1} 4 \bar{2}) [2 1 1]$ (izquierda), orientación de la celda unitaria en la misma textura (derecha).

De igual forma, usando el software WinWulff© se simuló una proyección estereográfica donde en el centro se encuentra el vector del plano $(\bar{1} 4 \bar{2})$ y en el polo norte el vector de dirección $[2 1 1]$ para poder observar la representación estereográfica de la nueva textura generada por el proceso, así como la orientación física de la celda unitaria (Ver Figura 4.5.2).

Por otro lado, se presentan en la Figura 4.5.3, cortes en φ_2 de las ODFs a 0° , 45° y 65° asociados a las muestras antes y después de someterse al tratamiento térmico del cual se abordó en la sección 3.3.

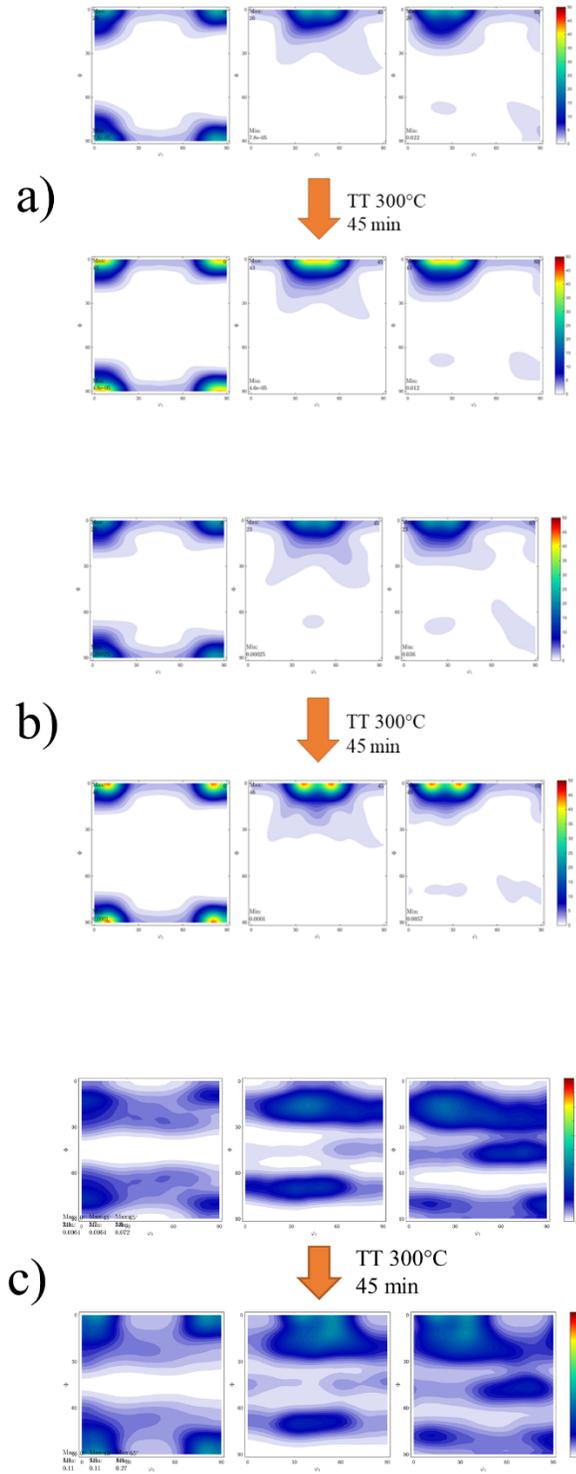


Figura 4.5.3: ODF de aluminio con a) 0, b) 1 y c) 6 pasos de RCS antes y después del tratamiento térmico, en cortes de 0° , 45° y 65° en φ_2 .

En la Figura 4.5.3, se observa como, sin importar el número de pasos de RCS, el tratamiento térmico refuerza la intensidad de los puntos de la textura cubo.

Es por ello que se puede inferir que el tratamiento térmico recristaliza al aluminio en textura cubo, donde las zonas no identificadas en 6 pasos de RCS se podrían interpretar como rezagos de la textura previamente formada por el proceso, la cual no tuvo tiempo de reordenarse pues el tratamiento térmico no permite una recristalización completa.

En la Figura 4.5.4 se muestra un corte a $\varphi_2 = 45^\circ$, sin asumir ninguna simetría, de la muestra procesada por 1 paso de RCS después del tratamiento térmico, donde se pueden apreciar dos componentes cercanos a la textura cubo ideal. Dicha imagen puede ser interpretada como un efecto de alineación del eje de rolado en ± 10 grados. En este caso se tendrían dos variantes beta de laminación separadas de 20 grados, que al recristalizar generarían dos componentes “cubo” igualmente rotados (Figura. 4.5.5). El cambio de la intensidad relativa entre estas variantes se explicaría por la posible inclinación de $\pm 10^\circ$ grados al introducir la lámina al rodillo de laminación.

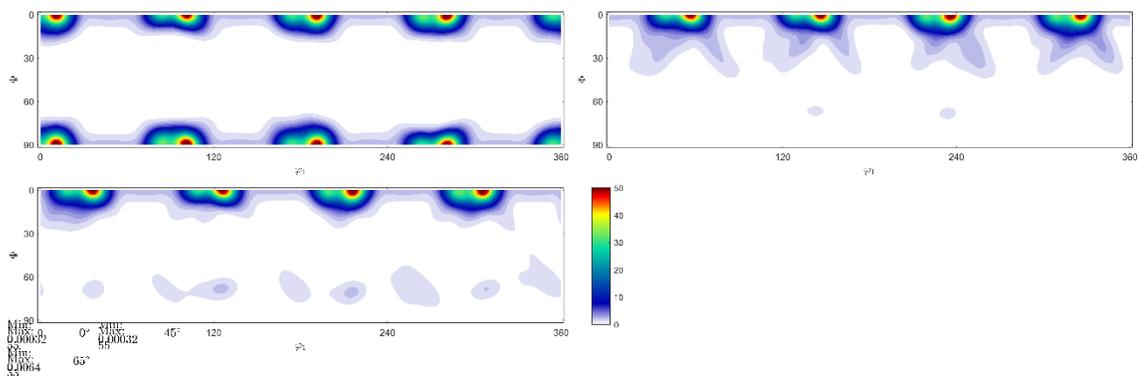


Figura 4.5.4: Corte a $\varphi_2=45^\circ$ de ODF de aluminio con 1 paso de RCS y tratamiento térmico de 300°C por 45 minutos, donde se definen dos familias de textura cubo.

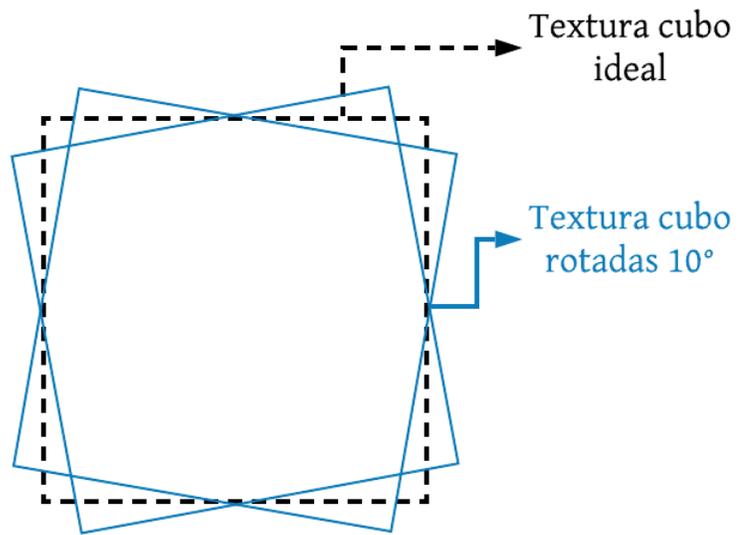


Figura 4.5.5: Vista superior de la celda unitaria en textura cubo ideal y las textura “cubo” rotadas 10°

Capítulo V.

Conclusiones.

1. El proceso RCS fue capaz de modificar la microestructura del aluminio 1100, lo cual es evidente en el ensanchamiento de los picos de difracción (Aproximadamente de 0.1°). Esto implica un menor tamaño de grano promedio y una densidad mayor de dislocaciones. Asimismo, se identificaron tres regiones características del valor del ancho de pico a diferentes temperaturas, donde en cada una se da una competencia entre el movimiento de dislocaciones y crecimiento de grano, los cuáles son independientes del estado de deformación previo del material.
2. Con base en los resultados de las pruebas de análisis dinámico mecánico (DMA), se concluye que al efectuar 1 paso de RCS, se reduce el módulo de almacenamiento un 16%, mientras que, si se procesa por 6 pasos de RCS, se reduce dicho módulo un 69%. Esta reducción se debe al aumento de los defectos (dislocaciones y fronteras de grano) dentro del material, producto del proceso RCS. Por otro lado, si se somete al aluminio procesado por 6 pasos de RCS a un tratamiento térmico a 300°C por 45 minutos se abate el módulo de almacenamiento por un 60%. Esto se atribuye a una disminución de los defectos antes señalados.

3. El aluminio 1100 almacena en forma de dislocaciones y límites de grano una parte de la energía del proceso RCS. Dicha energía es utilizada para iniciar la recristalización a menor temperatura; en el caso de 6 pasos, la temperatura de inicio de la recristalización es de 320°C, sin embargo, al someterse a un tratamiento térmico a 300°C por 45 minutos, parte de la energía almacenada por el proceso RCS es liberada, por lo que la temperatura del inicio de la recristalización se incrementa hasta 370°C.

4. El proceso RCS genera una textura propia $(\bar{1} 4 \bar{2}) [2 1 1]$, la cual es evidente únicamente al procesar por 6 pasos, asimismo se mantiene cierta textura cubo previamente formada. El tratamiento térmico en todos los casos provoca textura cubo como textura de recristalización.

Perspectivas:

Se podría analizar el impacto del tratamiento térmico propuesto con un ensayo de tracción con objeto de investigar los cambios en el límite de cedencia, así como la posible mejora en la ductilidad. Asimismo, se podría iterar con los tiempos y temperaturas del tratamiento térmico buscando una optimización de las propiedades mecánicas.

Bibliografía

- [1] I. Sabirov, M. Y. Murashkin, and R. Z. Valiev, “Nanostructured aluminium alloys produced by severe plastic deformation: New horizons in development,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 560, pp. 1–24, 2013.
- [2] E. O. Hall, “The deformation and ageing of mild steel: II Characteristics of the Lüders deformation,” *Proc. Phys. Soc. Sect. B*, vol. 64, no. 9, pp. 742–747, 1951.
- [3] R. Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T. G. Langdon, M. J. Zehetbauer, and Y. Zhu, “Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation: Ten Years Later,” *Jom*, vol. 68, no. 4, pp. 1216–1226, 2016.
- [4] V. Rajinikanth, G. Arora, N. Narasaiah, and K. Venkateswarlu, “Effect of repetitive corrugation and straightening on Al and Al-0.25Sc alloy,” *Mater. Lett.*, vol. 62, no. 2, pp. 301–304, 2008.
- [5] D. D. Callister, William Jr., G. Rethwisch, *Materials science and engineering.*, 9th ed. Wiley, 2006.
- [6] G. Faraji, H. S. Kim, and H. T. Kashi, “Fundamentals of Severe Plastic Deformation,” *Sev. Plast. Deform.*, pp. 19–36, 2018.
- [7] W. J. W. Donald R. Askeland, Pradeep P. Fulay, *The science and engineering of materials.*, 6th ed. Cengage Learning, 2010.
- [8] T. G. Langdon, “Processing by Severe Plastic Deformation: Historical Developments and Current Impact Terence,” *Mater. Sci. Forum*, vol. 667–669, pp. 943–948, 2011.
- [9] Y. Estrin and A. Vinogradov, “Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science,” *Acta Mater.*, vol. 61, no. 3, pp.

782–817, 2013.

- [10] Y. T. Zhu, H. Jiang, J. Huang, and T. C. Lowe, “A new route to bulk nanostructured metals,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 32, no. 6, pp. 1559–1562, 2001.
- [11] N. Solhjoei, A. R. Varposhty, H. Mokhtarian, and A. Manian, “A Comparative Study To Evaluate the Efficiency of RCS and CGP Processes,” *Indian J.Sci.Res*, vol. 1, no. 2, pp. 563–572, 2014.
- [12] N. Thangapandian, S. Balasivanandha Prabu, and K. A. Padmanabhan, “Effects of die profile on grain refinement in Al-Mg alloy processed by repetitive corrugation and straightening,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 649, pp. 229–238, 2016.
- [13] “Análisis microestructural y mecánico de una aleación Al-1100 procesada por RCS.,” Tesis de E. E. A. López, Universidad Nacional Autónoma de México, 2018.
- [14] T. Sakai, A. Belyakov, R. Kaibyshev, H. Miura, and J. J. Jonas, “Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 60, no. 1, pp. 130–207, 2014.
- [15] B. Bay and N. Hansen, “Recrystallization in Commercially Pure Aluminum.,” *Metall. Trans. A, Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 15 A, no. 2, pp. 287–297, 1984.
- [16] Sanat K. Chatterjee, *Crystallography and the world of symmetry.*, vol. 53, no. 9. India: Springer, 2008.
- [17] M. Kuroda, “Effects of texture on mechanical properties of aluminum alloy sheets and texture optimization strategy,” *AIP Conf. Proc.*, vol. 778 A, pp. 445–450, 2005.

- [18] H.-J. Bunge, *Texture analysis in materials science*. Berlin, 1969.
- [19] K. P. Menard, *Dynamic Mechanical Analysis*. USA: CRC Press LLC, 1999.
- [20] H. G. W. Höhne, W. F. Hemminger, and H.-J. Flammersheim, *Differential scanning calorimetry.*, 2nd ed. Alemania: Springer, 2003.
- [21] C. H. Ma, J. H. Huang, and H. Chen, “Residual stress measurement in textured thin film by grazing-incidence X-ray diffraction,” *Thin Solid Films*, vol. 418, no. 2, pp. 73–78, Oct. 2002.
- [22] J. Zhang, R. J. Perez, and E. J. Lavernia, “Dislocation-induced damping in metal matrix composites,” *J. Mater. Sci.*, vol. 28, no. 3, pp. 835–846, 1993.
- [23] G. Benchabane, Z. Boumerzoug, I. Thibon, and T. Gloriant, “Recrystallization of pure copper investigated by calorimetry and microhardness,” *Mater. Charact.*, vol. 59, pp. 1425–1428, 2008.
- [24] W. H. Hildebrandt, “Differential scanning calorimetry evaluations of recrystallization behavior in aluminum sheet,” *Metall. Trans. A*, vol. 10, no. 8, pp. 1045–1048, 1979.
- [25] J. J. Sidor, R. H. Petrov, and L. Kestens, “Recrystallization Textures in Aluminum Alloys: Experimental Study and Modelling,” *Mater. Sci. Forum*, vol. 702–703, pp. 611–614, 2011.
- [26] J. J. Sidor and L. A. I. Kestens, “Analytical description of rolling textures in face-centred-cubic metals,” *Scr. Mater.*, vol. 68, no. 5, pp. 273–276, 2013.
- [27] T. A. D. Rollet, “Texture Components and Euler Angles.” 2005. [Online]. Recuperado de: http://www.material.ntnu.no/ebsd/EBSD/Bunge_notation.ppt.

Anexo 1.

Transformación de ángulos de Bunge-Euler a plano dirección (hkl) [uvw]

De la matriz de transformación de ángulos de Bunge-Euler a índices de Miller se despejan las siguientes ecuaciones [27]:

$$\begin{aligned}h &= n \sin \Phi \sin \varphi_2 \\k &= n \sin \Phi \cos \varphi_2 \\l &= n \cos \Phi \\u &= n' (\cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi) \\v &= n' (-\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi) \\w &= n' \sin \Phi \sin \varphi_1\end{aligned}$$

Donde n y n' son factores para que los índices de Miller sean números enteros. Sabemos para nuestro caso que $\varphi_1 = 207^\circ$, $\Phi = 67^\circ$ y $\varphi_2 = 15^\circ$ por lo tanto, se sustituyen y se obtiene lo siguiente:

$$h = \text{sen}(67^\circ) \text{sen}(15^\circ) = 0.238$$

$$k = \text{sen}(67^\circ) \cos(15^\circ) = 0.889$$

$$l = \cos(67^\circ) = 0.390$$

$$u = \cos(207^\circ) \cos(15^\circ) - \text{sen}(207^\circ) \text{sen}(15^\circ) \cos(67^\circ) = -0.814$$

$$v = -\cos(207^\circ) \text{sen}(15^\circ) - \text{sen}(207^\circ) \cos(15^\circ) \cos(67^\circ) = 0.402$$

$$w = \text{sen}(67^\circ) \sin(207^\circ) = -0.417$$

Es importante expresar los índices de Miller como números enteros por lo que se hace mínimo común múltiplo además de redondear con el fin de obtener índices de Miller de orden pequeño, de forma que se obtiene lo siguiente:

$$(1\ 4\ 2) [\bar{2}\ 1\ \bar{1}]$$

Por último, se busca un plano y dirección equivalente las cuales al calcular la ODF den como resultado la ODF calculada por medio de los ángulos de Bunge-Euler:

$$(\bar{1}\ 4\ \bar{2}) [2\ 1\ 1]$$

Anexo 2.

Textura del aluminio 1100.

Con el fin de confirmar que las componentes de textura “cubo” mencionadas en la sección 4.4, fueron creadas como parte del proceso y no estaban presentes en la aleación, se calcularon las ODFs del aluminio 1100 antes del laminado y recocido descrito en la sección 3.1 (Figura B.1). Dando como resultado una textura principalmente de fibra β .

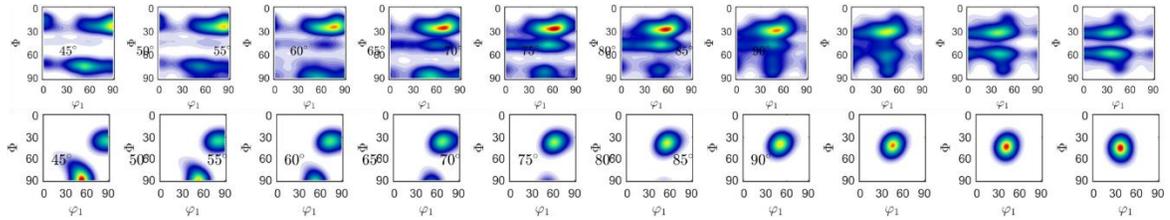


Figura B.1: ODF de aluminio AA1100 antes de laminado y recocido (Superior). ODF de fibra β simulada en MTEX. (Inferior)

Para comparar las ODFs se generó en la paquetería MTEX una textura simulada con las coordenadas de fibra β propuestas por [26].