



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ARAGON

**ESTUDIO MICROESTRUCTURAL Y DE LA TEXTURA CRISTALOGRAFICA EN LA ALEACION
AL-xSn (x= 0, 4 Y 8, % EN PESO) PROCESADA POR EXTRUSION ANGULAR A SECCION
CONSTANTE**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

INGENIERO MECANICO ELECTRICO

PRESENTA

EMANUEL ASUNCION LOPEZ PEREZ

TUTOR

DR. JOSE GONZALO GONZALES REYES



Universidad Nacional
Autónoma de México



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.

A mi madre Guadalupe y a mi padre Asunción, por todo el amor y apoyo brindado en todos los momentos de mi vida.

Este trabajo está dedicado a ustedes con mucho cariño y amor.

Agradecimientos

Profesionalmente agradezco a mi asesor de tesis Dr. José Gonzalo González Reyes, por todo su apoyo y paciencia en la realización de este trabajo. Este trabajo no habría sido posible sin todo el apoyo y paciencia brindado por el Dr. Gonzalo.

A la UNAM-FES Aragón por haberme cobijado en sus aulas durante un largo periodo. Al instituto de investigaciones en materiales que fue el lugar en donde se llevó acabo la realización del presente trabajo, por haberme dado la oportunidad de ocupar sus instalaciones, así como de los equipos de DRX y MEB. A los técnicos Ing. Carlos Flores, Dr. Omar Novelo, Fis. Josué, Adriana Tejeda, y a la secretaria Rosario Santivañez.

Agradezco el apoyo del Dr. Ignacio Figueroa y de mis compañeros y amigos del IIM UNAM; Carlos Reyes Ruiz, Miguel Ángel Suarez, Liliana Romero, Sebastián, Marco Alejandro, Sergio Alberto Elizalde, Erick Alvarado, Mauro Velasco, Eliezer Mecinas, David Abad, David Ismael, Helios.

Agradezco también a mis hermanos Arcadio, Jessica, Lupita, Donaldo y Santiago con quienes he compartido los mejores momentos de mi vida.

INDICE

Agradecimientos

Índice General

Índice de figuras

Índice de tablas

Abreviaturas

Introducción.....	1
CAPITULO I.....	3
Marco teórico.....	3
1.1 Conceptos básicos de los materiales policristalinos	3
1.1.1 Grano	¡Error! Marcador no definido.
1.1.2 Defectos en policristales	4
1.1.2.1 Defectos lineales (dislocaciones).....	6
1.1.3 Límites de grano	8
1.1.4 Planos cristalinos	9
1.2 Reglas de Hume Rothery.....	11
1.3 Conceptos básicos de endurecimiento en materiales policristalinos	112
1.3.1 Endurecimiento por tamaño de grano.....	12
1.3.2 Endurecimiento por deformación.....	133
1.3.3 Otras formas de endurecimiento.....	155
1.4 Aleaciones Babbitt.....	15
1.5 Aleaciones Al-Sn.....	16
1.5.1 Aleaciones de Al-Sn deformadas por ECAP.....	16
1.5.2 Propiedades tribológicas de la aleación Al-Sn.....	17

1.6 Deformación plástica severa en materiales policristalinos	188
1.6.1 Procesos de conformado que producen deformación plástica severa	20
1.6.2 Refinamiento en el tamaño de grano	20
1.6.3 Límites de grano y deformación en policristales.....	21
1.7 Extrusión en canal angular de sección constante	22
1.7.1 Proceso ECAP.....	22
1.7.2 Operación del proceso ECAP.....	22
1.7.3 Características del proceso ECAP	244
1.7.3.1 Angulo de curvatura	244
1.7.3.2 Rutas del proceso ECAP	255
1.7.4 Deformación de corte simple producida por el proceso ECAP.....	266
1.7.5 Refinamiento del tamaño de grano por ECAP	277
1.7.6 Macrotextura en aleaciones de aluminio.....	28
1.7.7 ECAP aplicado a aleaciones de aluminio.....	30
1.7.8 Sistemas de deslizamiento macroscópicas del proceso ECAP.....	31
1.7.9 Operatividad del proceso ECAP (velocidad de extrusión, temperatura de extrusión, lubricante entre los canales).....	32
CAPITULO II.....	33
Desarrollo experimental	33
2.0 Experimento ECAP	33
2.0.1 Preparación de la aleación Al-Sn.....	34
2.0.2 Características del molde ECAP.....	366
2.0.3 Proceso de extrusión.....	377
2.0.4 Preparación metalográfica de la muestra Al-Sn	388
2.1 Caracterización microestructural.....	40
2.1.1 Microscopía electrónica de barrido (MEB)	40

2.2 Caracterización por difracción de rayos X	42
2.2.1 Refinamiento mediante método Rietveld.....	46
2.2.1.1 Ajuste del DRX.....	48
2.2.2 Textura cristalográfica.....	49
2.3 Ensayo mecánico	51
2.3.1 Dureza (microdureza).....	51
Capítulo III.....	53
3.0 Resultados y discusión	53
3.1 Cambios generados en las aleaciones procesadas por ECAP	53
3.0 Evaluación de la microestructura por Microscopía electrónica de barrido (MEB)	54
3.1 Caracterización por rayos X.....	577
3.1.1 Perfil de los difractogramas obtenidos por rayos X y refinamiento Rietveld ..	577
3.1.2 Figuras de polos.....	699
3.1.3 Función de distribución de orientaciones.....	73
3.2 Endurecimiento local (Dureza Vickers (HV)).....	7676
Capítulo IV	798
Conclusiones.....	798
Contribuciones originales.....	79
Bibliografía.....	81
ANEXO 1.....	85
ANEXO 2.....	85

Índice de figuras

- Figura 1.1** Morfología de un grano policristalino
- Figura 1.2** Defectos presentes en un grano policristalino a) puntuales b) Lineales c) superficie
- Figura 1.3** Generación de dislocaciones por las Fuentes de Frank Read
- Figura 1.4** Límites de grano
- Figura 1.5** Planos cristalinos para estructuras cristalinas fcc y bcc
- Figura 1.6** Movimiento de un plano de deslizamiento.
- Figura 1.7** a) Molde y proceso extrusión de ECAP y b) deformación de corte simple
- Figura 1.8** a) Angulo entre los canales interno ϕ y externo ψ sin ángulo de curvatura b) Canal con ángulo de curvatura
- Figura 1.9** Deformación en función de los ángulos ϕ y ψ
- Figura 1.10** Rutas del proceso ECAP (a) ruta A, (b) ruta Ba, (c) ruta Bc, (d) ruta C
- Figura 1.11** Deformación de la probeta de ECAP
- Figura 1.12** Plano de deslizamiento de una probeta extruida por ECAP
- Figura 1.13** Distorsiones macroscópicas producidas por ECAP en la ruta C
- Figura 2.1** Diagrama de fases de la aleación Al-Sn
- Figura 2.2** Matriz del ECAP
- Figura 2.3** a) Prensa utilizada para el proceso de extrusión junto al protector de madera b) Equipo de ECAP
- Figura 2.4** Direcciones DE, DT, DN para una probeta procesada por ECAP
- Figura 2.5** Pulidora mecánica PRESI-MECAPOL P 230
- FIGURA 2.6** Imagen de la estructura y partes fundamentales de un MEB
- Figura 2.7.** Longitudes de onda del espectro electromagnético
- Figura 2.8** Generación de rayos X
- Figura 2.9** Generación de rayos X al incidir los electrones en un átomo neutro
- Figura 2.10** Difracción de rayos X
- Figura 2.11** Patrón de difracción experimental.

- Figura 2.12** Proyección estereográfica de un plano X
- Figura 2.13** Ensayo de dureza Vickers
- Figura 3.6** Microestructura de las aleaciones Al-0Sn con diferentes pasos de extrusión: a) 0 pasos b) 1 paso c) 2 pasos
- Figura 3.7** Micrografías de las muestras con 4% estaño a diferentes pasos a) 0 pasos 4%Sn b) 1 paso 4% Sn c) 2 pasos 4% Sn
- Figura 3.8** Superficie central de las muestras cortadas procesadas por ECAP con un ángulo $\phi=110^\circ$: a) 0 pasos 8%Sn a 200x y 500x b) 1 paso 8% Sn a 200x y 500x c) 2 pasos 8% a 200x y 500x.
- Figura 3.9** Difractograma calculado correspondiente a una situación de granos aleatorios de aluminio
- Figura 3.10** Difractogramas de las muestras a) 0 Sn 0p, b) 0Sn 1p y c) 0Sn 2p
- Figura 3.11** Planos (111) correspondientes al aluminio con 0,1,2 pasos de ECAP
- Figura 3.12** Difractogramas de muestras con: a) 4% Sn 0 Paso, b) 4% Sn 1 Paso c) 4% Sn 2 pasos.
- Figura 3.13** Planos (111) correspondientes al aluminio con 0,1,2 pasos de ECAP
- Figura 3.14** Difractogramas con 8% Sn a 0,1 y 2 pasos de ECAP a) 8%Sn 0 pasos b) 8%Sn 1 paso y c) 8% Sn 2 pasos.
- Figura 3.15** Planos (111) correspondientes al aluminio con 0,1,2 pasos de ECAP
- Figura 3.16** Direcciones de la probeta analizada extruida por ECAP
- Figura 3.17** Figura de polos para 0 pasos con (0,4,8) % de estaño
- Figura 3.18** a) Figura de polos de la textura cobre, b) Figura inversa de polos de la textura cobre
- Figura 3.19** a) Figura de polos 1 paso de ECAP y b) figura inversa de polos 1 paso de ECAP
- Figura 3.20** a) Figura de polos para 2 pasos ECAP con (0,4,8) % Sn b) Figura inversa de polos
- Figura 3.21** ODF representativa de la textura cobre $\Phi^2 = 0, 45, 65$
- Figura 3.22** ODF's calculadas para 1 paso
- Figura 3.23** ODF representativa de la textura cobre
- Figura 3.24** ODF para 2 pasos de ECAP
- Figura 3.25** Dureza con de 0,1 y 2 pasos de ECAP

Índice de tablas

Tabla 1.1	Sistemas de deslizamiento de materiales policristalinos
Tabla 1.2.	Aleaciones Babbitt (Tecnofric)
Tabla 1.3	Aleaciones Babbitt base Cu
Tabla 1.4	Aleaciones Babbitt base Pb
Tabla 1.5	Aleaciones Babbitt base Sn
Tabla 1.6	Aleaciones procesadas por ECAP con refinamiento microestructural
Tabla 3.1	Resultados de los anchos de los picos a 0,1 y 2 pasos de ECAP con 0Sn
Tabla 3.2	Resultados de los anchos de los picos para ,1 y 2 pasos de ECAP con 4Sn
Tabla 3.3	Resultados de los anchos de los picos para 0,1 y 2 pasos de ECAP con 8Sn
Tabla 3.4	a) Refinamiento para 0, 1y 2 pasos con 0% Sn b) Refinamiento para 0,1 y 2 pasos con 4% Sn c) Refinamiento para 0,1 y 2 pasos con 8

Abreviaturas

DPS	Deformación plástica severa
ECAP	Equal channel angular pressing
ECAE	Equal channel angular extrusion
HPT	High pressure Torsion
ARB	Accumulative Roll Bonding
FCC	Face cubic centered
BCC	Body cubic centered
FGAP	Fronteras de grano de ángulo pequeño
FGAG	Fronteras de grano de ángulo grande
DN	Dirección normal
DE	Dirección de extrusión
DT	Dirección transversal
DRX	Difracción de Rayos X
SEM	Scanning Electron Microscopy
MEB	Microscopía Electrónica de Barrido
FP	Figuras de polos
FIP	Figura inversa de polos
ODF	Orientation distribution function
FDO	Función de distribución de orientaciones
HV	Hardness Vickers

Introducción

La deformación plástica severa en aleaciones metálicas es uno de los campos de la metalurgia física que está recibiendo mayor atención debido a sus aplicaciones para producir materiales nanoestructurados con propiedades mecánicas superiores.

El aluminio nanoestructurado es por otro lado, un área de gran interés debido a que es precisamente la mediana resistencia mecánica general del aluminio y sus aleaciones, la que limita las aplicaciones y es justamente la que puede incrementarse con los procesos de deformación plástica.

Dentro de los procesos más prometedores de la deformación plástica severa, la extrusión angular a sección constante o ECAP es probablemente el más utilizado por su facilidad de implementación y sus resultados desde los primeros pasos, sin embargo, no todas las aleaciones pueden ser extruidas, para ello se requiere de una gran ductilidad de la aleación y muy buena lubricación en los canales de extrusión.

La aleación Al-Sn fue escogida por poseer una excelente ductilidad y también es usada como cojinetes y rodamiento en dispositivos por sus buenas propiedades tribológicas. Es por ello que nos pareció un material ideal para explorar sus capacidades cuando es deformado plásticamente. En este estudio se trabajará con dos composiciones distintas, Al-4% Sn y Al-8 % Sn.

Los objetivos del presente trabajo son los siguientes:

1. Analizar si el proceso ECAP es capaz de refinar el grano de una aleación Al-Sn.
2. Comprender el efecto que tiene el Sn en la formación de la microestructura provocada por ECAP.
3. Medir el efecto que tiene el ECAP sobre la deformación local, a través de la medición del ancho de pico de difracción.
4. Medir el efecto del ECAP sobre la orientación cristalográfica de los granos, y estudiar la consecuencia que cantidades variables del Sn pueden tener sobre la textura cristalográfica.
5. Por último, se pretende relacionar los efectos microestructurales con la dureza del material, que suele ser un aspecto de rápido control en un proceso industrial.

El trabajo está dividido en cuatro partes principales que son las siguientes:

En el capítulo 1 se detallan algunos conceptos básicos del análisis microestructural de metales, en particular los relacionados a la microestructura, tales como el tamaño de grano y mecanismos de endurecimiento por deformación que ayudan a comprender los efectos producidos por los procesos SPD. Por último, se describe el proceso ECAP a detalle.

Posteriormente en el capítulo 2, se explica la metodología seguida para poder cumplir con los objetivos planteados, partiendo de los procesos de extrusión y preparación de la aleación Al-xSn, así como el proceso de preparación metalográfica de las muestras y su posterior caracterización mediante las diferentes técnicas experimentales, las cuales se describen claramente en dicho capítulo.

El capítulo 3 presenta los resultados obtenidos por las diferentes técnicas de caracterización, que son: microscopía electrónica de barrido, difracción de RX incluyendo el refinamiento de estructura por el método de Rietveld, la textura cristalográfica y finalmente los ensayos mecánicos de dureza.

Finalmente, en el capítulo 4 presentamos las conclusiones principales de este trabajo.

CAPITULO I

Marco teórico

1.1 Conceptos básicos de los materiales policristalinos

En el presente capítulo abordaremos algunos conceptos básicos relacionados con la microestructura de los materiales policristalinos. Se tratará el estudio de los granos (cristales) así como los defectos presentes en él, en especial los defectos lineales y su efecto en las propiedades mecánicas. Como una vía para poder introducir distorsiones lineales en los materiales policristalinos nos enfocamos en la deformación plástica severa (DPS) y describimos el proceso ECAP (Equal channel angular pressing) como una de las vías eficientes para poder incrementar la densidad de dislocaciones y disminuir el tamaño de grano con un cambio significativo en las propiedades mecánicas.

1.1.1 Grano

Un grano o cristal es una región formada por átomos ordenados periódicamente con la misma orientación cristalográfica, tiene una forma irregular y las orientaciones en la mayoría de los casos son aleatorias entre un grano y otro. Los granos están delimitados por límites de grano cuya función principal es delimitar los agregados policristalinos. También se le da el nombre de monocristal a este tipo de agregado cristalino. (1)

Los materiales policristalinos están formados por muchos granos con diferentes orientaciones cristalográficas y separados por límites de grano que están formados por átomos con un grado de arreglo irregular.

Los granos son la base estructural de las propiedades de los materiales policristalinos por lo que un cambio producido en la estructura granular tiene consecuencias en las propiedades mecánicas y físicas del material.

Los granos no están exentos de defectos, cabe mencionar que los defectos (puntuales, lineales y de superficie) pueden estar presentes, esto nos lleva a afirmar que estos defectos pueden introducir una energía adicional en los granos del material, debido a los esfuerzos de tensión y compresión que se producen en su interior. (1,2)

Existen varias formas para poder aumentar o disminuir el tamaño de grano esto es dependiente del proceso y de las propiedades específicas que se busquen resaltar. Las formas comunes para modificar el tamaño de grano son los tratamientos térmicos y los

procesos de conformado que únicamente reducen el tamaño de grano del material policristalino.(4)

Es bien sabido que a mayor tamaño de grano los materiales policristalinos poseen mayor ductilidad y conformabilidad, aunque asociamos este caso una menor resistencia mecánica y a menor tamaño de grano obtenemos una disminución de la ductilidad, pero un aumento en la resistencia mecánica. La figura 1.1 muestra la morfología de un grano policristalino

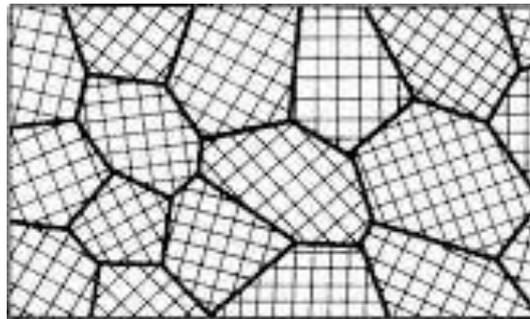


Figura 1.1. Morfología de un grano policristalino

1.1.2 Defectos en policristales

La forma de cómo están colocados los átomos de los materiales policristalinos normalmente difiere de la posición ideal, esto es debido a que los materiales policristalinos reales pueden contener defectos en la red cristalina, los cuales se pueden formar de manera natural, debido al proceso de solidificación del material o también pueden ser introducidos intencionalmente para poder resaltar algunas propiedades como puede ser el caso de los materiales endurecidos mediante; solución sólida, precipitación o deformación de los materiales(2,3).

Los defectos pueden ser de tres tipos básicos: defectos puntuales (vacancias, intersticios), lineales (dislocaciones) y de superficie (fronteras de grano), (en la figura 1.2 se muestran los tipos de defectos que se pueden presentar en un grano) la mecánica de los diferentes defectos al menos la parte cualitativa es entendible y comprobable en la mayoría de los casos (2)

Los defectos pueden ser aprovechados en los materiales para mejorar algunas propiedades que sin los defectos serian difíciles de obtener como es el caso de algunas aleaciones de aluminio endurecidas por solución sólida y aumento en la densidad de dislocaciones por SPD, para el caso de las dislocaciones generadas por SPD tienen un efecto sobre un aumento en la dureza y resistencia mecánica del material. (2)(5)

El caso de los defectos de superficie que es dependiente de un cambio en el tamaño de grano produce cambios en las propiedades mecánicas estos se pueden obtener

mediante dos vías que son: tratamientos térmicos o por deformación plástica convencional o severa.

Los defectos de mayor importancia que se presentan en la deformación plástica severa son: el aumento en la densidad de dislocaciones y defectos de superficie (fronteras de grano) que van estrechamente relacionados ya que se producen bajo el mismo proceso, para este trabajo en particular el proceso SPD es empleado para deformar la aleación aluminio-estaño produciendo dos tipos de defectos básicos como son: aumento en la densidad de dislocaciones y aumento en la cantidad de fronteras de grano.(2)

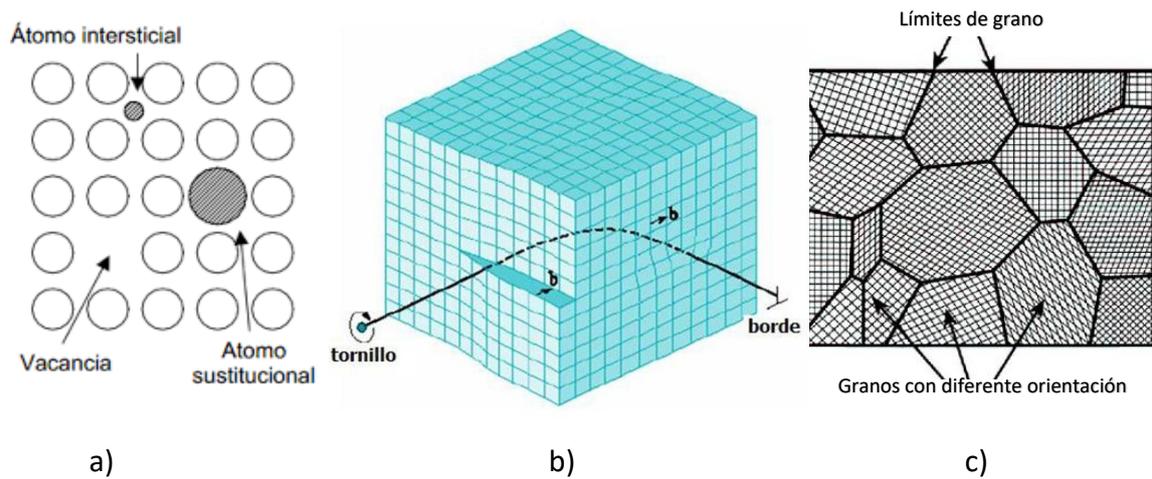


Figura 1.2. Defectos presentes en un grano policristalino a) puntuales b) Lineales c) superficie

1.1.2.1 Defectos lineales (dislocaciones)

Los defectos lineales (dislocaciones) son distorsiones de la red cristalina que afecta la periodicidad de los átomos, son provocadas por la inclusión de un plano adicional (1,2). También podemos definir las en función del vector de Burgers que puede permitirnos pasar de un punto de la red al otro al estar presente un plano adicional que produce la dislocación, estos pueden ser de tres tipos:

1. Dislocación lineal o de borde: Se producen al introducir un plano adicional el cual provoca la distorsión de la red, el vector de Burgers es perpendicular al plano de la dislocación.
2. Dislocación de tornillo: Se producen al aplicar esfuerzos cizallantes el cual forma una superficie en espiral formada de planos atómicos que rodean la línea de dislocación. El vector de Burgers es paralelo al plano de la dislocación.
3. Dislocaciones mixtas: Son formadas por la combinación de las dos anteriores. Las dislocaciones comúnmente encontradas en los materiales son las dislocaciones mixtas.

Existen dos formas para producir este tipo de defectos, estos se pueden producir durante el proceso de solidificación o al deformar plásticamente el material. Las dislocaciones que se producen durante un proceso de solidificación son de alrededor de 10^6 cm^{-2} dislocaciones y estos pueden duplicarse al someter el material por deformación plástica convencional o severa. En un proceso de deformación plástica convencional el aumento en la cantidad de dislocaciones aumenta en una cantidad $> 10^{12} \text{ cm}^{-2}$. Las dislocaciones son los actores principales para poder llevarse a cabo la deformación plástica convencional y severa. (2,4)

Las dislocaciones llevan a cabo el proceso principal del refinamiento de los granos, un aumento en el nivel de deformación tiene como respuesta inmediata un aumento en la densidad de dislocaciones, teniendo como principal efecto la distorsión de los granos policristalinos.

Cuando las dislocaciones se apilan en los límites de grano de ángulo grande (HAGB) crean retro tensiones que impiden la creación de nuevas dislocaciones en las fuentes de Frank Read en el interior de los granos (la figura 1.3 muestra las fuentes de Frank Read). Las dislocaciones presentes en el interior de los granos pueden generar un arreglo que da paso a subgranos formados por dislocaciones de bajo Angulo y baja energía asociada a los límites el cual puede tener como consecuencia un aumento en la resistencia del material (2,3,5).

Al continuar en aumento la tensión de deformación se produce un apilamiento de las dislocaciones bajo estas condiciones desarrollan tensiones cizallantes elevadas que se desplazan fraccionando los límites de grano contiguos. Otro papel importante de las

dislocaciones es la interacción que tiene lugar en el interior de los granos, interviniendo y controlando la última etapa de la deformación que es la resistencia mecánica.

Cuando las dislocaciones presentes en un material se generan por deformación plástica y plástica severa generan distorsiones en la red cristalina, distorsiones que tiene como consecuencia la disminución del tamaño de grano. (1,2,3)

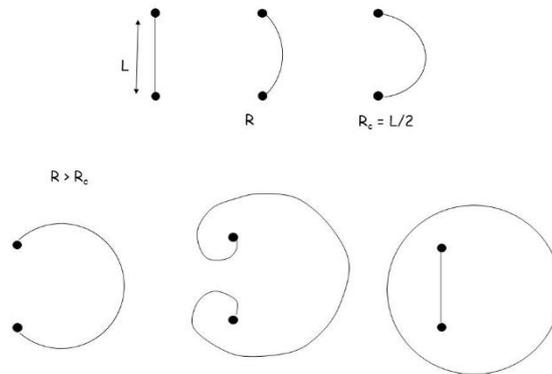


Figura 1.3 Generación de dislocaciones por las Fuentes de Frank Read

Para poder mover una dislocación de un estado de equilibrio es necesario un esfuerzo conocido como esfuerzo de Peierls-Nabarro (ecuación 1.0)

$$\tau = c \exp(-kd/b)$$

ecuación 1.0

en donde

τ = es el esfuerzo cortante requerido para mover la dislocación

d = es la distancia interplanar

b = vector de Burgers

La dislocación al verse sometida a un esfuerzo busca moverse sobre algún sistema de deslizamiento activo en el cual requiera en mínimo consumo de energía, esto se ve favorecido por la longitud del vector de Burgers, la longitud del vector de Burgers deberá estar en zonas con una distancia de repetición pequeña.

1.1.3 Límites de grano

La forma y tamaño de los granos en un material policristalino es dependiente del proceso de solidificación durante la cual se forma la microestructura monocristalina o policristalina. (En la figura 1.4 se muestra los límites de grano entre granos) En los materiales policristalinos los límites de grano actúan como barreras entre un grano y otro. Los límites de grano tienen la función principal de separar a cada grano del material policristalino, de tal manera que permiten que los granos puedan mantener sus características como orientación cristalográfica particular y morfología. Como se mencionó anteriormente un mayor tamaño de grano lleva asociado menor cantidad de límites de grano, y una reducción en el tamaño de grano un aumento en la cantidad de límites de grano por unidad de área. (1)

Cuando la diferencia de orientación entre granos es pequeña la capacidad de esta para impedir el libre movimiento de las dislocaciones es menor a diferencia de los límites de grano de ángulo grande en donde existe una mayor energía superficial mayor y como consecuencia una mayor capacidad para bloquear el paso de las dislocaciones. Esto tiene como consecuencia que el material sea dúctil para el caso de ángulos pequeños entre granos y mayor resistencia mecánica para ángulos grandes entre granos en materiales policristalinos. (1,2)

Clasificación de los límites de grano tomando en cuenta el grado de orientación relativa.

1. Límites de grano de ángulo pequeños. (LAGB) $<5^\circ$
2. Límites de grano de ángulo grandes. (HAGB) $5^\circ < \theta < 15^\circ$

Una característica de los límites de granos HAGB es que tienen la capacidad de bloquear con mayor facilidad las dislocaciones y en los procesos de deformación plástica se busca obtener una mayor cantidad de granos de ángulo grande para poder impedir el libre tránsito de las dislocaciones y así dar paso a una mejora en la resistencia mecánica.

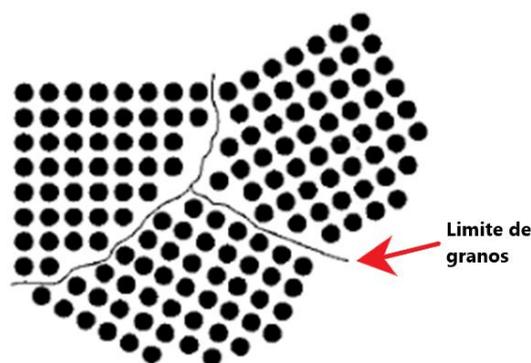


Figura 1.4 Límites de grano

1.1.4 Planos cristalinos

Un sólido cristalino está formado por celdas unitarias en cuyos puntos de red están ubicados los átomos, si realizamos algunos cortes al interior de la celda unitaria notaremos que existen ciertos planos más compactos que otros, los planos más compactos pueden activarse con mayor facilidad durante el proceso de deformación plástica. Durante la deformación ciertos planos se activan en ciertas direcciones para facilitar el proceso de deformación a esta unión del plano de deslizamiento en una dirección es comúnmente llamado sistema de deslizamiento. (3,5)

Las estructuras cristalinas (fcc, bcc, y hcp) tiene planos con alta densidad atómica los cuales durante un proceso de deformación plástica se activan para dar paso a un proceso de deslizamiento de planos y esto como consecuencia el proceso de deformación del material. En la figura 1.5 se muestran los planos en una celda fcc Y bcc.

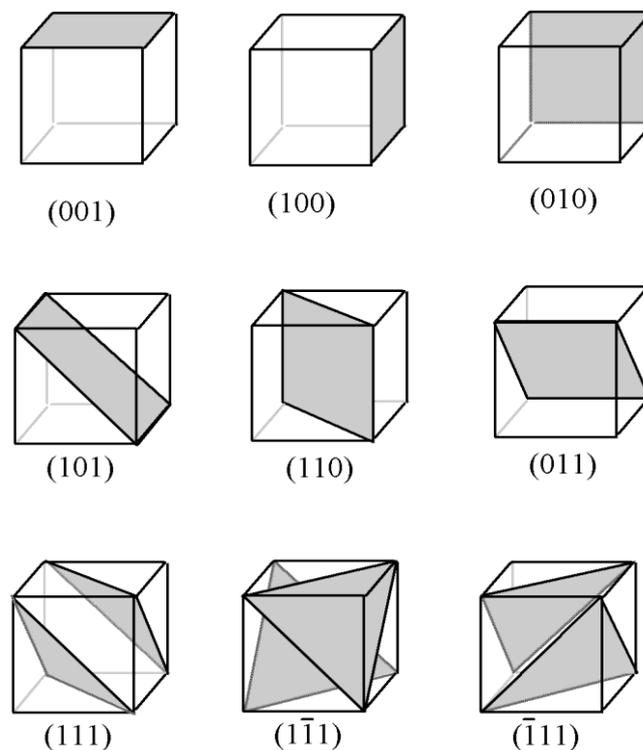


Figura 1.5. Planos cristalinos para estructuras cristalinas fcc y bcc

En las estructuras cristalinas fcc los deslizamientos se producen sobre los planos (111) en las direcciones $\langle 110 \rangle$ por lo cual si se produce un deslizamiento en el plano (111) tendrá que ser en alguna de las direcciones [110], [101], [011] correspondiente a la familia $\langle 110 \rangle$. (4,5)

Existen 12 sistemas de deslizamiento a temperatura ambiente formados por cuatro grupos (111) con tres direcciones $\langle 110 \rangle$ esto permite deformar con más facilidad el material teniendo una mayor cantidad de sistemas de deslizamiento (111) [-110], (111)

[10-1], (111) [0-11]. Los materiales con estructura fcc presentan buena ductilidad y conformabilidad debido a sistemas de deslizamiento activos tanto a temperatura ambiente como a altas temperaturas en algunos casos.

En materiales con estructura bcc también poseen 12 sistemas de deslizamientos. Sin embargo, se ha comprobado experimentalmente que pueden activarse otros sistemas de deslizamiento los cuales están en función de la energía de activación, teniendo así un total de 48 sistemas de deslizamientos. Seis planos de deslizamiento (110) cada plano con una dirección <111> con los que obtenemos 12 sistemas de deslizamiento. También podemos encontrar 24 planos (123) y 12 planos (112) cada uno acompañado con una dirección del tipo <111> del cual obtenemos 36 sistemas de deslizamiento. (4,5)

En los metales con estructura cristalina hexagonal hcp, existen muy pocos planos compactos, el único plano con alta densidad compacta es el plano (0001) y las direcciones compactas son las <1120>. El hecho de contar con pocos planos compactos nos explica la falta de ductilidad de los materiales con estructura hexagonal este hecho tiene como consecuencia en que los materiales con estructura cristalina hexagonal no puedan deformarse plásticamente a temperatura ambiente. (4,5)

En la tabla 1.1 se pueden ver los sistemas de deslizamiento para ciertos materiales (2,4)

Estructura	Sistema de deslizamiento	Material
BCC	<110> {111}	Al, Cu, Ni, Pb, Au, Ag, Fe
FCC	<111> {110}	Latón, Ta, Nb, Mo, W, Fe
FCC	<111> {211}	Fe, Mo, W, Na
FCC	<111> {321}	Fe, k
EHC	<11-20> {0001}	Cd, Zn, Mg, Ti, Be, Co
EHC	<11-20> {10-10}	Ti, Mg, Zr, Be
EHC	<11-20> {10-11}	Ti, Mg

Tabla 1.1 Sistemas de deslizamientos de materiales policristalinos

1.2 Reglas de Hume Rothery

Una forma de poder endurecer los materiales es mediante distorsión de la red cristalina con la introducción de defectos puntuales los cuales pueden ser de dos tipos: sustitucionales e intersticiales.

Los átomos juegan el papel de defectos puntuales y la existencia de diferentes diámetros atómicos lleva a que pueda haber algunas restricciones durante la difusión de los átomos (2,3,4). Las reglas de Hume-Rothery establecen las condiciones para poder presentar solución sólida ilimitada tomando los átomos de la parte de soluto y la del solvente. Las condiciones son las siguientes:

1. Tamaños de los átomos: Establece que los radios atómicos del soluto y el solvente no exceda el 15% respecto a los diámetros atómicos del solvente, ya que si los átomos del soluto son mayores al 15% crearían grandes distorsiones en la red pudiendo de esta manera la posible creación de una nueva fase y si esto ocurre la solubilidad sería limitada. La diferencia se puede calcular mediante la siguiente ecuación 1.0

$$\% \text{ diferencia} = \frac{(\text{Radio}_{\text{soluto}} - \text{Radio}_{\text{solvente}})}{\text{Radio}_{\text{solvente}}} \times 100 \% \leq 15 \%$$

ecuación 1.0

2. Estructura cristalina: misma estructura cristalina de los componentes, ya que al tener diferente estructura cristalina puede haber un punto en donde ocurra una transición de fases teniendo una estructura cristalina distinta.
3. Electronegatividad: La diferencia en las electronegatividades de ambos elementos debe ser mínima para poder obtener una disolución sólida ilimitada. De lo contrario existe una probabilidad muy alta de que pueda llevarse a cabo la formación de compuestos.
4. Valencias: ambos elementos deben de tener la misma valencia; en caso contrario la gran diferencia de electrones de valencia permitiría la formación de compuestos.

Se ha explicado brevemente las reglas de Hume Rothery para tratar de dar las bases para justificar la ausencia de solución sólida entre el aluminio y el estaño, este caso se comprueba en los resultados obtenidos por MEB, en las micrografías se puede ver al estaño ubicado en las fronteras de grano del aluminio, confirmando de esta forma que no existe solución sólida entre ambas fases. Otra forma de poder confirmar este hecho es mediante los difractogramas obtenidos por DRX.

1.3 Conceptos básicos de endurecimiento en materiales policristalinos

1.3.1 Endurecimiento por tamaño de grano

El tamaño de grano de un material policristalino juega un papel importante en el comportamiento de las propiedades mecánicas de los materiales, se ha comprobado que la disminución en el tamaño de grano incrementa la resistencia del material teniendo un efecto marcado principalmente en el aumento del esfuerzo de cedencia del material. Los tamaños de grano menores a 1 μm comúnmente llamados granos ultrafinos UFG (Ultrafine Grain) y los tamaños de grano menores a 100 nm comúnmente denominados granos de tamaño nanométricos o nanocristalinos (NC), los trabajos de Hall (1951) y Petch (1953), abordaron de manera separada la relación entre el límite elástico σ_y , y el tamaño de grano promedio. Cuya relación de ambas variables se puede ver con más facilidad en la conocida ecuación de Hall-Petch (ecuación 1.1) (1,2)

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y / \sqrt{d}$$

Ecuación.1.1

σ_y = esfuerzo de cedencia

σ_0 = tensión de fricción que se opone al movimiento de las dislocaciones

k_y = medida de la extensión del apilamiento de dislocaciones frente a los límites de grano.

d = tamaño medio de grano.

La ecuación de Hall-Petch (ecuación 1.1) predice que a medida que el tamaño de grano disminuye el límite elástico aumenta. σ_0 es la fricción necesaria para poder cambiar de posición una dislocación, cuyo movimiento se lleva a cabo en un plano de deslizamiento. La constante k_y es la medida de la extensión del apilamiento de dislocaciones frente a los límites de grano el cual depende del material, y es independiente de la temperatura y d es el tamaño promedio de grano en un material policristalino. (1,2)

Un aumento en la cantidad de fronteras de grano impide que las dislocaciones puedan tener libertad de movimiento de un grano a otro, los límites de grano no actúan como barreras a temperatura elevada (2). Este aumento en las fronteras de grano puede ocurrir al deformar plásticamente los materiales y al mismo tiempo se producen una cantidad de dislocaciones que depende de la cantidad de deformación en frío.

1.3.2 Endurecimiento por deformación

La deformación plástica en los materiales se produce por métodos comúnmente conocidos como procesos de deformación volumétrica, los cuales son: Laminación, forja, extrusión, estirado, etc. Por otro lado, también existen proceso de deformación de chapas (láminas metálicas) como son: corte, flexión, doblez, troquelado, embutido, etc.

En los procesos de deformación plástica se producen dislocaciones (defectos lineales) que se encuentran dentro de un grano policristalino, por medio de estos defectos se llevan a cabo los deslizamientos de los planos activos, las dislocaciones permiten la existencia de la plasticidad y ductilidad en las aleaciones metálicas, las dislocaciones pueden ser creadas al solidificarse un material y aumentar su densidad mediante deformación plástica severa. (1,4,5)

Al deformar el material se generan por deformación nuevas dislocaciones a partir de las ya existentes y este aumento en la densidad de dislocaciones tiene como efecto principal que se puedan bloquear mutuamente esto es conocido como deslizamiento cruzado.

Las dislocaciones son una distorsión en la red cristalina, una dislocación puede tener libertad de movimiento en el cristal siempre y cuando el esfuerzo cortante resultante sea igual al esfuerzo cortante crítico de acuerdo con la ley de Smith. Esta distorsión lleva asociada esfuerzos de tensión y compresión en las zonas donde se encuentran las dislocaciones. Los esfuerzos internos transmiten un aumento en la energía interna del grano. (2)

El aumento en la densidad de dislocaciones en las fronteras de grano o al interior del grano puede tener como consecuencia positiva un aumento en el endurecimiento del material. Podemos realizar una aproximación de este efecto a través de la ecuación 1.2

$$\sigma = M\alpha Gb \sqrt{\rho_o + \rho_{dis}}$$

Ecuación 1.2

M = es el factor de Taylor

α = coeficiente determinado por el coeficiente cristalino

G = es el módulo cortante

B = vector de Burgers

ρ_o = densidad de dislocaciones entre las fronteras

ρ_{dis} = es la densidad de dislocaciones en las fronteras de grano de ángulo bajo

Podemos calcular **ρ**

$$\rho_{dis} = \frac{1.5 S_v \theta}{b}$$

Ecuación 1.3

S_v = es el área de frontera por unidad de volumen

θ = ángulo de desorientación de frontera

B = vector de Burgers

Una mejora en las propiedades a través del endurecimiento por deformación se obtiene incrementando el número de dislocaciones en el metal. Un material que no ha sido deformado plásticamente contiene en promedio 10^6 cm / cm³ y para materiales deformados plásticamente se generan aproximadamente 10^{12} cm/cm³. El objetivo de los procesos SPD es disminuir el tamaño de grano para poder bloquear el movimiento de las dislocaciones generadas por la deformación transmitida y de este modo mejorar las propiedades del material. (2)

El endurecimiento por deformación también conocido como endurecimiento por trabajo en frío, se puede producir en materiales policristalinos cuando se presenta un fenómeno de deformación del material policristalino, podemos analizar este fenómeno de dos formas:

- 1.- Desde el punto de vista macroscópico con cambios directos significativos en el límite de cedencia del material y la dureza.
- 2.- Desde el punto de vista microestructural se puede definir como los cambios vistos de los resultados de una micrografía, con lo cual podemos observar un cambio inmediato en el tamaño de grano que va de algunos cientos de micras a granos ultrafinos y también de ultrafinos a nanómetros en algunos casos.

Un efecto ligado a estos cambios del material es la existencia de dislocaciones que le proporciona cierta ductilidad al material. Estas dislocaciones presentes pueden aumentarse durante el proceso de deformación. (2)

Las dislocaciones como ya se vio en la sección son una modificación de granos en el cual se producen fraccionamientos de los granos del policristales y esto da paso a la formación de defectos lineales que son las dislocaciones, los cuales ayudan a que el material pueda endurecerse debido a que el aumento en la cantidad de dislocaciones provoca que se puedan bloquear mutuamente.

1.3.3 Otras formas de endurecimiento

Existen otras formas de endurecer el material en donde el endurecimiento trae como respuesta inmediata un aumento en el límite de cedencia del material, estas pueden ser:

- 1.- Endurecimiento por solución sólida.
- 2.- Endurecimiento por precipitación.
- 3.- Endurecimiento debido a defectos puntuales.

Los materiales y aleaciones endurecidas mediante estos métodos se caracterizan por la facilidad de operar a altas temperaturas, a diferencia de los materiales endurecidos por deformación plástica que pueden fallar a temperaturas altas. (2,5)

1.4 Aleaciones Babbitt.

Las aleaciones Babbitt, son utilizadas para cojinetes debido a su propiedad antifricción. Su principal función es contener el conjunto de rodamientos, cuya función de todo el conjunto es dar apoyo a ejes giratorios. Actualmente existen varias aleaciones Babbitt abordamos dos clasificaciones: tecnofric y las reportadas en literatura (tablas 1.2,1.3,1.4,1.5), aunque no son las únicas existentes. Las composiciones de algunas de las aleaciones Babbitt son las siguientes:

Aleación	Base	Composición química (%)			
		Sn	Sb	Pb	Cu
Tecnofric 101	Sn	90-92	4-5	0.35	4-5
Tecnofric 102	Sn	88-90	7-8	0.35	3-4
Tecnofric 103	Sn	83-85	7.5-8.5	0.35	7.5-8.5
Tecnofric 107	Pb	9.3-10.7	14-16	72-75.5	0.50
Tecnofric 108	Pb	4.5-5.5	14-16	77-80	0.50

Tabla1.2 Aleaciones Babbitt (Tecnofric)

Por otro lado, existen otra clasificación de las aleaciones Babbitt las cuales se presentan en la siguiente tabla.

Base	Composición química (%)		
	Cu	Sn	Pb
Cu	67	28	5
Cu	76	10	

Tabla 1.3 Aleaciones Babbitt base Cu

Base	Composición química (%)		
	Pb	Sb	Sn

Pb	75		10
Pb	80	15	15

Tabla 1.4 Aleaciones Babbitt base Pb

Base	Composición química (%)		
	Sn	Sb	Cu
Sn	33		67
Sn	89	7	4

Tabla 1.5 Aleaciones Babbitt base Sn

El tipo de aleación a emplear depende del tipo de carga aplicada sobre los cojinetes, los cojinetes a base de estaño son aleaciones utilizadas para cargas pequeñas a grandes revoluciones. Las aleaciones Babbitt se caracterizan por ser las aleaciones comúnmente empleadas en los cojinetes para rodamientos en el cual la aleación Babbitt no está en contacto directo con los rodamientos, ya que un lubricante generalmente aceite es una capa que se encuentra entre los rodamientos y el metal Babbitt.

Dentro de las aleaciones Babbitt existen aleaciones Al-Sn las cuales al igual que las anteriores son empleadas por sus propiedades antifriccionantes, cabe destacar que este tipo de aleaciones pueden procesarse mediante procesos SPD debido a la alta ductilidad que estas poseen.

Como se puede ver en base a las tablas presentadas, las aleaciones base estaño son utilizadas principalmente por sus propiedades antifriccionantes, un aspecto importante de estas aleaciones es la alta ductilidad que el estaño posee.

1.5 Aleaciones Al-Sn

Las aleaciones Al-Sn son empleadas en cojinetes de rodamientos. Cabe mencionar que dichas aleaciones Al-Sn puede procesarse por deformación plástica severa debido a la gran ductilidad que estas poseen, esto tiene como efecto positivo sobre la resistencia mecánica de dicha aleación. Dicho aumento en la resistencia mecánica tendría grandes efectos positivos sobre su rendimiento en operación de las aleaciones Al-xSn.

1.5.1 Aleaciones de Al-Sn deformadas por ECAP

La aleación de Al-20Sn es la única aleación que ha sido estudiada por el proceso ECAP (10), procesada por la ruta C (rotación de 180° entre cada paso) con 5 pasos de ECAP procesado a temperatura ambiente. Estudiando la microestructura de la aleación Al-Sn, utilizando microscopía electrónica de transmisión se reportó una microestructura formada con alta densidad de dislocaciones, subgranos a escala submicrométrica,

aumentando las propiedades viscoelásticas de la aleación, ayudando de esta forma a disminuir la cantidad de microdeformaciones.

En los estudios de la textura cristalográfica se reportaron las componentes de textura $\{111\} < -110 >$ y $\{112\} < 110 >$ con lo cual se puede constatar que el proceso ECAP puede dar paso a la formación de una componente de textura.

Por otro lado, de acuerdo al trabajo realizado por (10) el papel del Sn en la aleación Al-20Sn se puede ver claramente el aumento de la dureza para 0 % Sn y aunque se logran refinamientos en la microestructura de 1 a 5 pasos, la dureza no aumenta significativamente como es el caso de los trabajos realizados en aleaciones Al-Mg (33,64)

1.5.2 Propiedades tribológicas de la aleación Al-Sn

Las propiedades tribológicas de la aleación Al-Sn permiten que sean empleadas en cojinetes, aunque como ya se mencionó anteriormente existe una variedad de aleaciones con propiedades tribológicas. En la aleación Al-Sn el Sn, puede funcionar como trazador de la deformación, pero también reduce la fricción y el desgaste entre mediante una lubricación correcta entre los cojinetes y los rodamientos, consiguiendo movimientos más rápidos de los componentes acoplados a los cojinetes.

1.6 Deformación plástica severa en materiales policristalinos

La deformación plástica es el cambio permanente que puede presentar un material cuando sobrepasa el límite elástico, a nivel microestructural esta se produce por el deslizamiento de los planos activos en cada material que da origen al desplazamiento de planos con lo cual se generan nuevas dislocaciones.

Los SPD al igual que la deformación plástica convencional son cambios permanentes que se producen en el material policristalino al sobrepasar su límite elástico, pero a diferencia de la deformación plástica convencional, estos cambios permanentes se pueden producir por medio de los procesos como ECAP, HPT, por citar algunos. En los cuales se producen altos esfuerzos de corte y de torsión.

La primera etapa para la obtención de un material es la solidificación. La microestructura de un material metálico solidificado es la microestructura más sencilla con la cual puede servir de referencia después de las posteriores deformaciones al material.

Los resultados microestructurales de la solidificación transmiten ciertas propiedades a toda la estructura del material, con lo cual se ven limitadas sus operaciones de servicio.

Los cambios que producen los SPD en la estructura de solidificación pueden producirse con un tamaño de grano de varios cientos de micras con lo cual obtenemos ciertas propiedades, como un incremento en el límite de cedencia, la tenacidad y las cuales pueden ser mejoradas a través de ciertos tratamientos térmicos para modificar la microestructura obtenida por el moldeo inicial.

La deformación es una forma de finalizar el uso de los materiales, pero en el mejor de los casos la deformación puede tener consecuencias positivas si es aplicada mediante algún proceso que produzca deformación plástica homogénea como es el caso de la deformación plástica en los materiales metálicos policristalinos que tiene como consecuencia un endurecimiento por deformación y que en su interior se produce un aumento en la densidad de dislocaciones que finalizan con una mejora en las propiedades mecánicas, y una prueba directa de los cambios producidos por la deformación plástica se puede ver en un ensayo de tracción.

La deformación plástica se refiere a los cambios a un nivel de deformación el cual se puede obtener calculando su coeficiente de endurecimiento por deformación (coeficiente de acritud) el cual se muestra en la ecuación 1.4.

$$\sigma_t = K \epsilon_t^n$$

Ecuación 1.4

o en forma logarítmica

$$\ln \sigma_t = \ln K + n \ln \epsilon_t$$

La constante K es igual a la tensión cuando $\epsilon_t = 1$

La búsqueda para mejorar las propiedades mecánicas de los materiales y aleaciones nos lleva a centrarnos en la importancia que tiene la deformación plástica severa (SPD), los SPD son una serie de procesos de conformado de materiales en donde uno de los principales cambios generados por los SPD son una marcada disminución en el tamaño de grano del policristal que tiene como consecuencia directa en una mejora en algunas propiedades como el límite de cedencia, dureza, rigidez, tenacidad, etc.(13,15)

Para que un material pueda deformarse plásticamente deben tomarse en cuenta que sistemas de deslizamientos están activos y cuál es el estado inicial de la aleación (solución sólida, precipitados, fases presentes etc.). Por definición, cuando un material se le impone una fuerza y no regresa a su forma original estamos ante un caso de deformación plástica, por el contrario, cuando el material regresa a su forma original al retirar la fuerza que provoca la deformación es el caso de una deformación elástica. (18)

Desde otra perspectiva la deformación plástica en un material se produce al aplicar una fuerza que al estar en fase con los planos de deslizamiento activos produce el movimiento de estos y permite el movimiento de las dislocaciones y genera nuevas a partir del deslizamiento de ciertos planos cristalográficos, esto hace que el material no recupere su forma original y que a nivel microestructural el material cuente con un aumento en la cantidad de fronteras de grano y un aumento en la densidad de las dislocaciones.

Un grano en metalurgia es una región física definida por una única orientación cristalográfica, en general se tiene materiales conformados por múltiples granos también llamados policristalinos, cada uno de ellos con su propia orientación. En los SPD se produce una disminución marcada en el tamaño de grano que va desde varios cientos de micras, esta disminución está en función del proceso SPD empleado.

Una de las principales ventajas de los procesos de deformación plástica severa es que promueven la disminución del tamaño de grano mediante la deformación impuesta, esta disminución del tamaño de grano es dependiente del proceso empleado ya que algunos permiten la disminución en el tamaño de grano de algunos cientos de micras mientras que otros se acercan a tamaño de grano que rondan la región nanométrica.

Aunque los procesos de deformación plástica son diversos y comercialmente viables no son los únicos, existen procesos SPD muy prometedores para lograr tamaños de granos a escala nanométrica, uno de ellos es conocido como "Equal Channel Angular Pressing" (ECAP) es un método de deformación plástica severa con capacidad de transmitir grandes deformaciones a través de esfuerzos cortantes simples. Mencionamos brevemente el proceso ECAP ya que en la sección 1.4 se darán más detalles sobre dicho proceso de deformación plástica severa.

1.6.1 Procesos de conformado que producen deformación plástica severa

Actualmente existen varios métodos para lograr una deformación plástica severa los cuales se encuentran en proceso de investigación como son: (ECAP) Equal channel angular pressing, High pressure torsion(HPT), Hydrostatic extrusion (HE), Accumulative roll bonding (ARB), Friction stir processing (FSP), en donde uno de los procesos prometedores podemos encontrar a ECAP de la cual trataremos en este trabajo con alta capacidad para poder obtener reducciones en el tamaño de grano a escalas nanométricas y con la capacidad de inducir grandes deformaciones a través del manejo de varios pasos de extrusión manteniendo la geometría de la probeta.

1.6.2 Refinamiento en el tamaño de grano

El refinamiento en el tamaño de grano está en función del número de pasos ocupados para deformar el material. La microestructura contiene una mayor cantidad de límites de granos, así como nuevas dislocaciones creadas por las fuentes de Frank-Red. Uno de los efectos inmediatos de los DPS es el refinamiento de la microestructura en función del número de pasos empleados para deformar el material.

El tamaño de grano de un material policristalino se define de acuerdo con la ASTM como el tamaño medio de los granos que se encuentran en una pulgada cuadrada a un aumento de 100 x el cual se puede obtener mediante la ecuación 1.5.

$$n = 2^{N-1} \quad \text{ecuación 1.5}$$

En donde n = número de granos en una pulgada cuadrada a 100x
 N =número de grano ASTM

Cuando hablamos de refinamiento en el tamaño de grano nos referimos a una reducción significativa en el tamaño de grano del material y esta ronda algunos cientos de nanómetros. Este refinamiento puede ser obtenido mediante técnicas SPD como ECAP que tiene un gran potencial para poder obtener reducciones significativas en la microestructura.

Las aleaciones procesadas por DPS tienen un tamaño de grano inicial de (100 a 1000) μm y después de ser procesadas por ECAP podemos obtener una disminución en el tamaño de grano que va de (100 a 1000) nm.

1.6.3 Límites de grano y deformación en policristales

Como se mencionó anteriormente los límites de grano tienen asociada una energía en función de su grado de irregularidad y la orientación entre pares, los límites de grano son barreras para poder impedir el paso de las dislocaciones y generar una zona cerrada contenida con cierta cantidad de átomos y ciertos defectos. En lo que respecta la deformación plástica en materiales policristalinos los límites de grano funcionan como zonas por donde los planos más compactos pueden deslizarse siempre que se pueda vencer el esfuerzo crítico resultante. En la figura 1.6 se puede ver el deslizamiento de un monocristal en el cual una fuerza F es aplicada en perpendicular al área de la superficie de la probeta.

Las leyes que rigen la predicción del comportamiento plástico en materiales policristalinos se apoyan en la predicción del comportamiento de monocristales ya establecidos mediante la ley de Schmid (ecuación 1.6), así que algunas ecuaciones que explican los fenómenos de deslizamiento en el campo monocristalino no puedan explicar los cambios producidos en el campo policristalino.

$$\tau = \sigma \cos \lambda \cos \phi = M\sigma$$

ecuación 1.6

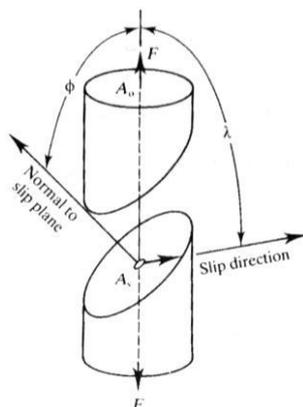


Figura 1.6 Movimiento de un plano de deslizamiento.

Donde

σ = tensión aplicada

El factor $M = \cos \lambda \cos \phi$ es el factor de Schmid, la tensión crítica no depende del sistema de deslizamiento del material, la activación de un sistema de deslizamiento se hace cada vez más probable cuando su factor de Schmid es mucho más grande.

La ley de Smith es una forma de aproximar la deformación en policristales ya que en la deformación de los materiales policristalinos intervienen varias variables como la intervención de varios granos con diferente orientación cristalográfica, defectos lineales y puntuales dentro de los granos, vacancias e intersticios, los cuales hacen que un estudio del proceso de deformación sea complicado.

La deformación plástica genera una gran cantidad de dislocaciones y una disminución en el tamaño de grano, aunque existen ciertas características en los límites de granos policristalinos que pueden ser más efectivos para bloquear dislocaciones y estos son los límites de grano de ángulo alto o grande (LAGB), el cual ha sido documentado con grandes capacidades para impedir el libre tránsito de dislocaciones, teniendo como consecuencia un aumento en la resistencia mecánica de cada material. La deformación de policristales se ve favorecida por la creación de límites LAGB.

Para poder obtener una cantidad apreciable de límites LAGB es necesario imponer grandes deformaciones para el caso de ECAP a partir de $\epsilon=2.30$ correspondiente a dos pasos de ECAP utilizando un molde con una intersección entre canales de 90° .

1.7 Extrusión en canal angular de sección constante

1.7.1 Proceso ECAP

El proceso ECAP fue inventado y desarrollado por Segal durante los años 1970 y 1980, en la ex URSS, la diferencia marcada en el proceso de extrusión hizo que el proceso ECAP cobrara importancia al descubrir el poder que tenía para refinar la microestructura a través de las grandes deformaciones por corte simple que se inducían al material, así como los resultados obtenidos en la resistencia mecánica.

Debido a la capacidad de poder realizar mejoras en las aleaciones procesadas por ECAP, el proceso cobró importancia durante los años siguientes y hasta la fecha numerosas investigaciones se han realizado con la finalidad de profundizar en el entendimiento del proceso. Uno de los grandes atractivos es la disminución marcada en el tamaño de grano que va del rango de micras a cientos de nanómetros.

1.7.2 Operación del proceso ECAP

El equipo ECAP es muy sencillo de entender, un ejemplo que explica el principio de funcionamiento del ECAP se puede ver en la figura 1.7a, en él se puede ver que el equipo consta de dos canales que se interceptan a un ángulo $\phi = 90^\circ$ en cuyos canales las probetas se deformarán al pasar por los canales. La deformación de corte simple que se produce se puede ver en la figura 1.7b, en él se puede observar que el corte simple.

El funcionamiento del experimento ECAP consiste en colocar una probeta de las mismas dimensiones del canal en donde será introducida, se puede observar que después de introducir la probeta, el siguiente paso es presionar con el punzón acoplado a la prensa esto para poder presionar y hacer que la probeta pueda hacer el cambio de canales transitando del vertical al horizontal, el cambio que se produce de un canal a otro da el significado del proceso ECAP.

Lo anterior solo explica el funcionamiento básico del equipo. Aunque en la realidad el equipo de ECAP está formado por dos partes esto para proveer mayor resistencia a la matriz ECAP; en la primera parte constituida por la matriz de extrusión, las características de la matriz son las siguientes; es la parte principal del equipo de extrusión y está formado por dos canales internos que se interceptan. Cuya intersección se construye por medio de un ángulo interno ϕ y otro externo también conocido como el ángulo de curvatura ψ , estos dos ángulos pueden presentar cambios en tamaño. El ángulo interno (ϕ) que puede variar desde 60° a 130° de acuerdo con los reportes de experimentos realizados, otra variable es el ángulo externo (ψ) de los canales, comúnmente llamado ángulo de curvatura del codo que puede presentar variaciones de 0° a 20° .

La parte secundaria, aunque no menos importante es la camisa que encierra a la matriz y que tiene como principal objetivo contrarrestar los esfuerzos generados en las paredes de la matriz interna o principal durante el proceso de extrusión.

El molde ECAP puede presentar cambios en la geometría del canal, la sección de los cuales pueden ser cuadrada o circular, el papel de la geometría va enfocada a la facilidad de poder ocupar rotaciones y giros entre cada paso o rotar fracciones de grado entre cada paso en el caso de la geometría circular, lo anterior nos permite manejar una nueva variable que son las rutas de procesamiento, cuya finalidad es activar sistemas de deslizamientos.

Tenemos que considerar los efectos de fricción que resulta del contacto de la probeta y los canales de ECAP durante el proceso de extrusión. Una forma de minimizar estos efectos es hacer uso de algún lubricante, para este caso ocupamos MoS_2 , el uso de algún lubricante permite la salida sin mayores dificultades de la probeta procesada por ECAP.

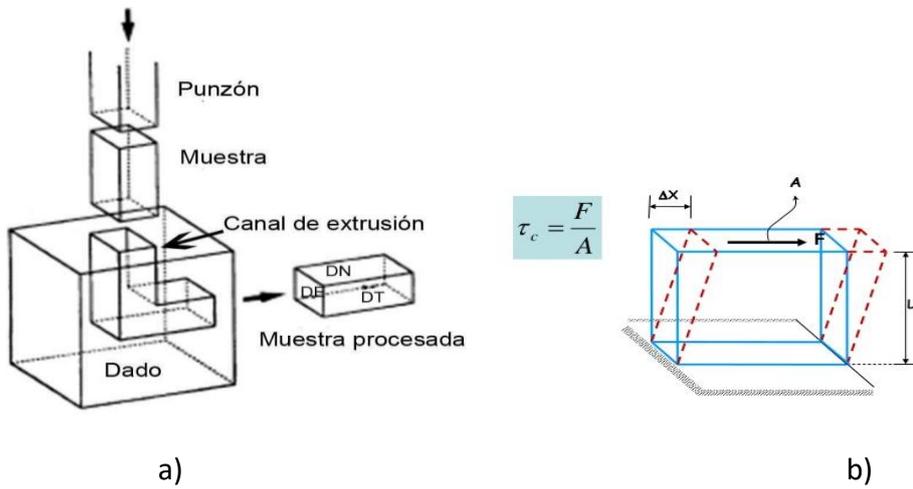


Figura 1.7 a) Molde y proceso extrusión de ECAP y b) deformación de corte simple

1.7.3 Características del proceso ECAP

1.7.3.1 Ángulo de curvatura

El proceso ECAP tiene una característica importante que es el ángulo de intersección (figura 1.8) entre los canales este se puede dividir en dos partes, uno es el ángulo interno ϕ y el otro es el ángulo de curvatura (externo) ψ . Algunos moldes ECAP tienen un ángulo interno $\phi = 90^\circ$ y el ángulo de curvatura ψ máxima a 20° . Aunque los ángulos internos y externos pueden variar, estos tienen valores máximos reportados como interno $\phi = 130^\circ$ y externo $\psi = 20^\circ$.

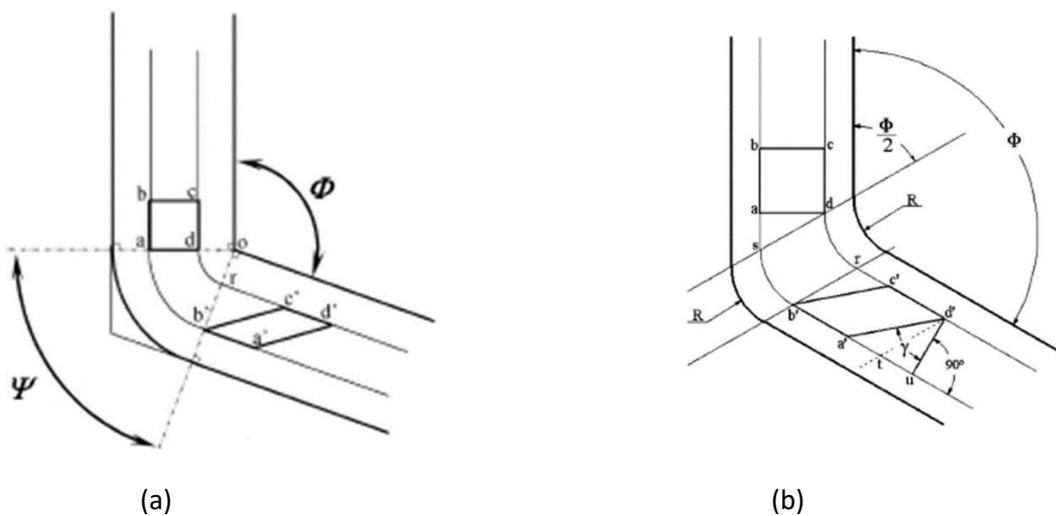


Figura 1.8 a) Ángulo entre los canales interno ϕ y externo ψ sin ángulo de curvatura b) Canal con ángulo de curvatura

Debido a estos cambios en los ángulos internos ϕ y externos ψ , se puede introducir en el material diferentes deformaciones equivalentes al manejar diferentes ángulos internos principalmente ya que es una de las variables que generan mayores cambios sobre la microestructura y que puede presentar cambios desde 45° a 120° en la figura 1.9 se puede ver la contribución del ángulo ϕ y ψ en el cual se observa que los mayores cambios recaen sobre el ángulo interno ϕ

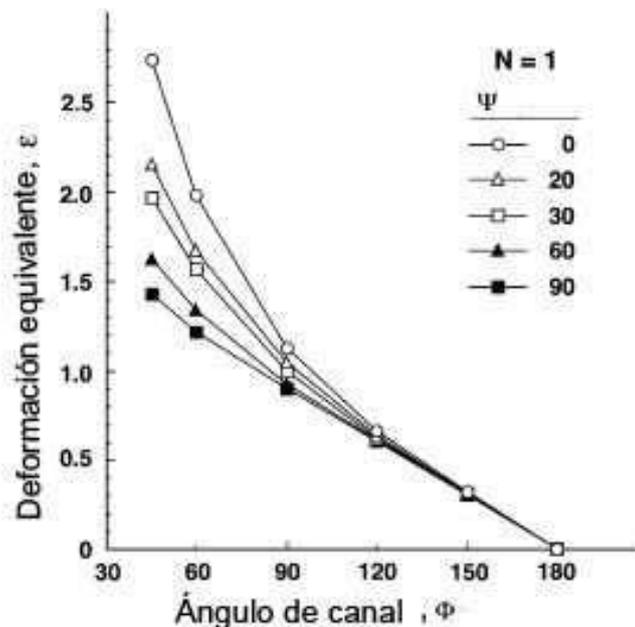


Figura 1.9 Deformación en función de los ángulos ϕ y ψ

1.7.3.2 Rutas del proceso ECAP

Existen dos formas de generar cambios en la microestructura, una de ellas es debido al ángulo interno ϕ y la otra a la ruta de deformación ocupada.

Las características del proceso permiten la posibilidad de realizar rotaciones y giros de las probetas ensayadas por ECAP son comúnmente llamadas por rutas de procesamiento, en donde cada ruta puede iniciar el movimiento de nuevos sistemas de deslizamiento activos presentes en el material, con lo cual al procesar un material por una ruta en particular obtendremos una microestructura característica.

El número de rutas existentes son 4 los cuales se presentan en formas separadas en la fig. 1.10

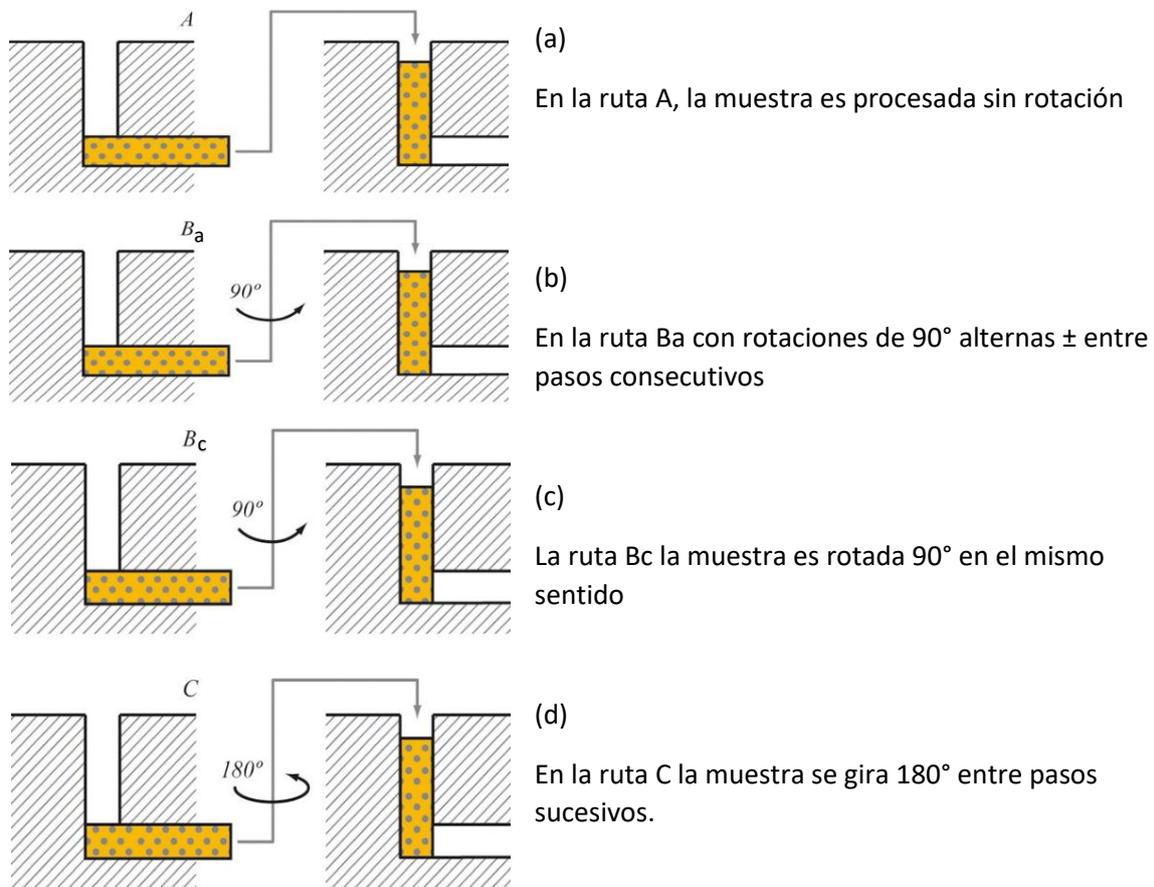


Figura 1.10 Rutas del proceso ECAP (a) ruta A, (b) ruta Ba, (c) ruta Bc, (d) ruta C

Debido a que las rutas ponen en marcha ciertos planos de deslizamiento estos planos y el proceso de deformación promueven la obtención de una microestructura particular característica de la ruta empleada, existe la posibilidad de realizar la combinación de las diferentes rutas ECAP.

1.7.4 Deformación de corte simple producida por el proceso ECAP

Debido a que las muestras pueden ser procesadas en repetidas ocasiones, es importante obtener la magnitud de la deformación que está siendo impuesta por ECAP, esto se puede lograr ocupando los ángulos de intersección ϕ y ψ . Como en la mayor parte de los casos experimentales, llevamos a cabo el análisis idealizando el proceso esto con fines de simplicidad, para este caso en donde todo efecto de contrapresión para el libre tránsito de la muestra es omitido. Para poder llevar a cabo la obtención de la deformación impuesta ocupamos una probeta cuadrada inicial con paso 0 que llamaremos abcd figura 1.11 posteriormente esta muestra pasa a través del canal deformándose y adquiriendo la forma de un paralelogramo a'b'c'd' después del proceso, en la ecuación 1.7 se puede ver el esfuerzo impuesto y en la ecuación 1.8 el esfuerzo equivalente a N pasos de ECAP.

$$\gamma = 2 \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) \quad \text{ecuación 1.7}$$

Para N pasos la deformación equivalente ϵ_N puede expresarse como:

$$\gamma = N / \sqrt{3} \left(2 \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) \right) \quad \text{ecuación 1.8}$$

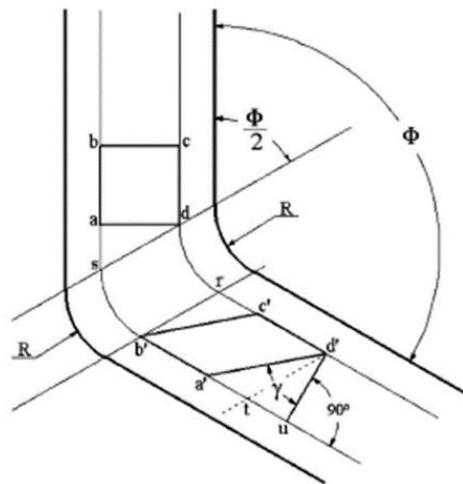


Figura 1.11 Deformación de la probeta de ECAP

1.7.5 Refinamiento del tamaño de grano por ECAP

La disminución en el tamaño de grano que produce el proceso ECAP da paso a un refinamiento microestructural, ya que se produce una mayor cantidad de fronteras de grano, así como dislocaciones en la microestructura.

Para poder obtener un refinamiento del tamaño de grano intervienen factores como el ángulo ϕ , la ruta de proceso y la temperatura de trabajo. En cuanto al ángulo ϕ se ha reportado que a medida que $\phi > 90^\circ$ la disminución en el tamaño de grano decrece por el contrario se han reportado trabajos en donde utilizando un ángulo $\phi < 90^\circ$ se obtienen mayores reducciones en tamaño de grano. La figura 1.11 muestra claramente los efectos de ϕ sobre la microestructura. El caso de la ruta de proceso se han reportado las rutas Bc como una de las rutas con mayor disminución en el tamaño de grano, la temperatura de trabajo si es a temperatura ambiente permite obtener una mayor deformación impuesta y al mismo tiempo una mayor creación de dislocaciones ya que a medida que

se aumenta la temperatura de trabajo el material pierde su capacidad de endurecimiento por deformación.

Esto puede ocurrir con más facilidad después de procesar la muestra más de 4 pasos de ECAP. Podemos mencionar algunos casos en donde se reportan disminuciones en el tamaño de grano del orden de nanómetros los cuales hacen que las técnicas de las DPS se han muy atractivas para mejorar las propiedades mecánicas de aleaciones base aluminio. La tabla 1.6 muestra algunos ejemplos de refinamiento de grano en aleaciones base aluminio.

Autor	Aleación	Refinamiento del tamaño de grano	Número de pasos
[iwahashi] [2]	Al-1%Mg	0.45 μm	6 pasos
Iwahashi	Al-3% Mg	0.27 μm	8 pasos
Furukawa	Al-0.2%Sc-3%Mg	0.20 μm	
Kopylov	Al-1.5%Mg-0.22%Sc-0.15%Zr Al-3%Mg-0.22%Sc-0.15%Zr	(0.33-0.38) μm	
Cheng Xu	Al-1 wt%Mg	0.7 micras	6 pasos
M.Suresh	AA2195 Al-4Cu-1.2Li-0.4Mg—0.4Ag- 0.12Zr	2.8	4 pasos a 250°C

Tabla 1.6 Aleaciones procesadas por ECAP con refinamiento microestructural

Los cambios en el tamaño de grano que produce el proceso ECAP se encuentran entre los parámetros de 100 a 1000 nm. La reducción en el tamaño de grano puede depender de otros factores como la ruta de procesamiento, de acuerdo a la literatura la ruta Bc es una de las rutas más eficientes que permite una mayor reducción en el tamaño de grano.

1.7.6 Macrotextura en aleaciones de Aluminio

1.7.7 ECAP aplicado a aleaciones de aluminio

El proceso ECAP ha sido aplicado exitosamente en diferentes aleaciones de aluminio que debido a la ductilidad que estas poseen es posible deformarlas por DPS.

Por otro lado, es importante considerar que no todas las aleaciones de aluminio pueden procesarse por ECAP a temperatura ambiente, esto es debido a que algunas aleaciones son endurecidas por precipitación como son las series 2XXX, 4XXX, 6XXX, 7XXX, 8XXX en donde una de las vías es trabajarlas en caliente para poder ser extruidas por ECAP.

En la Aleación de aluminio con composición química 4.4% Mg-0.7% Mn-0.15 % Cr-Al (wt. %) extruida a 473 K. partiendo con un tamaño de grano de 20 μm se llegó a un tamaño final de 0.5 μm con 8 pasos de ECAP [38]. En el trabajo realizado por Cheng Xu [54] con una aleación de aluminio 6061 se obtuvo un refinamiento en el tamaño de grano promedio de 150 nm con 4 pasos de ECAP utilizando la ruta Bc.

El trabajo de Saleh N. Alhajeri (42) trabajando con al-1050 partiendo de una microestructura con un tamaño de grano promedio de 44 μm , reportó una disminución en tamaño de grano con dos pasos de ECAP de 1 μm obteniendo una microestructura de subgranos elongados y una desorientación relativa entre límites de grano de ángulo bajo y con bajas densidades de dislocaciones. Con 4 pasos de ECAP logran una disminución hasta 0.9 μm , una microestructura con granos equiaxiales y límites de grano de ángulo grande. De acuerdo a la literatura después de dos pasos se generan una mayor desorientación entre granos, así como una mayor densidad de dislocaciones.

El trabajo de H.K.Lin. (93) procesando una aleación AZ31 Mg por extrusión y ECAP partiendo de 75 μm se obtuvieron tamaños de granos de 2.5 μm y 0.7 μm , también se realizaron pruebas de tensión en donde se obtuvieron 319 MPa y 282 MPa para 8 pasos de ECAP en ello podemos ver que aunque se logra una disminución en el tamaño de grano del orden de nanómetros se hace presente la paradoja resistencia-ductilidad, en donde se puede ver claramente una disminución respecto a las muestras solamente extruidas.

De acuerdo a lo mencionado en este apartado, el proceso ECAP tiene la capacidad de refinar la microestructura en las aleaciones de aluminio resultados que se pueden observar desde el primer paso, una forma de poder afirmar tal hecho es observando las figuras de polos, las cuales pueden ser obtenidas a partir de 1 paso de ECAP. También podemos resaltar la capacidad del ECAP para poder generar una estadística mayor de LGAG.

1.7.8 Sistemas de deslizamiento y distorsiones macroscópicas del proceso ECAP

La descripción fenomenológica de los sistemas de deslizamiento macroscópico de ECAP es completamente dependiente de la ruta empleada, para el caso de la ruta C, que es la ruta empleada en el presente trabajo las deformaciones a corte ocurren sobre el mismo plano en cada paso a través del canal, un cambio importante se produce en la dirección de corte al invertirse en cada paso de extrusión. Los planos 1 y 2 de acuerdo con la figura 1.12 corresponden a los dos primeros pasos de ECAP. Debido a que para la ruta C el plano de corte siempre es el mismo y el único cambio es la dirección que se invierte entre cada paso de extrusión, se considera a la ruta C un proceso redundante.

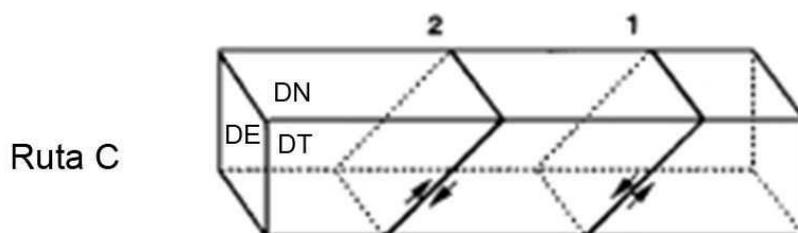


Figura 1.12 Plano de deslizamiento de una probeta extruida por ECAP

La ruta C de ECAP genera distorsiones macroscópicas debido a los sistemas de deslizamientos macroscópicos que se ponen en marcha durante la extrusión. Existe una variable que puede explicar la generación de las dislocaciones se producen al realizar el cambio de dirección del plano. DE (perpendicular a la dirección de extrusión, DT (perpendicular a la dirección transversal), DN (perpendicular a la dirección normal), tomado la muestra física de la probeta a ensayar o ya ensayada. En la figura 1.13 se indican las distorsiones macroscópicas producidas de 1 a 8 pasos, podemos observar que para la ruta C existe un fenómeno de restauración teórica sobre microestructura esto ocurre cada dos pasos de ECAP en los planos DE y DT. No se observa deformaciones significativas sobre el plano DN cuando ocupamos la ruta C.

c	DE	□	◻	□	◻	□	◻	□	◻
	DT	□	▱	□	▱	□	▱	□	▱
	DN	□	□	□	□	□	□	□	□

Figura 1.13 Distorsiones macroscópicas producidas por ECAP en la ruta C

1.7.9 Operatividad del proceso ECAP (velocidad de extrusión, temperatura de extrusión, lubricante entre los canales)

Durante la deformación se producen cambios en la probeta ensayada y debido a las características del proceso reconocemos que hay factores que influyen sobre las características microestructurales de la muestra procesada a “n” pasos. Estos factores son los siguientes:

Factores relacionados a ECAP y proceso

➤ **Geometría de la muestra:**

ECAP en función de la geometría del canal de extrusión y los ángulos internos ϕ y ψ que juegan el papel principal en los cambios microestructurales obtenidos en las muestras procesadas.

➤ **Rutas del proceso:**

Debido a que para cada ruta de ECAP se activan diferentes sistemas de deslizamiento macroscópicos que producen cambios en la microestructura final

Factores relacionados al manejo del proceso

- Velocidad de extrusión
- Lubricación de los canales para reducir la fricción
- Presencia o ausencia de contrapresión

Factores relacionados a la microestructura inicial del material a ensayar.

- La textura cristalográfica inicial puede presentar cambios significativos después del proceso ECAP, la distribución de la desorientación de los granos, esto como consecuencia de los diferentes planos de deslizamiento activos, así como la generación y aumento de las dislocaciones
- Estructura cristalina
- Temperatura de operación.

CAPITULO II

Desarrollo experimental

En este capítulo abordaremos las características del molde ECAP empleado y el proceso de obtención de la aleación (Al-Sn) así como la preparación de las probetas para poder ser extruidas por el proceso ECAP y su posterior análisis mediante las técnicas de rayos x y microscopía electrónica de barrido y transmisión. Abordamos únicamente los principios básicos de los métodos de caracterización utilizados para el presente proyecto.

2.0 Experimento ECAP

El equipo de extrusión ECAP empleado para el presente trabajo consiste en un dado que consta de dos partes que son: la matriz o componente principal que tiene la forma de un cono truncado el cual está formado por dos partes para permitir acoplar las placas móviles del canal de extrusión de ECAP, la segunda parte se compone de una camisa que encierra al dado principal el cual permite cierta deformación elástica durante el proceso de extrusión y proporciona mayor resistencia al cono truncado en el cual se lleva a cabo el proceso de extrusión.

Algunos detalles de los componentes del dado ECAP son los siguientes:

1. Dado principal interior fabricado con acero D2
2. Camisa protectora fabricada con acero D2 y H13 (con los tratamientos térmicos requeridos)
3. Tornillos de alta resistencia

El experimento ECAP consiste en presionar la probeta apoyándonos con un punzón en la parte superior para hacer pasar la probeta a través de la intersección entre los canales, el punzón tiene que presionar la probeta lentamente aproximadamente a una velocidad de 1mm/s con la finalidad de hacer pasar la probeta a la salida del canal del ECAP. Para este caso el ángulo interno $\Phi= 110^\circ$ y el ángulo externo de curvatura $\psi=37^\circ$ que es el ángulo ocupado para este experimento.

El experimento ECAP puede presentar algunos problemas durante el proceso de extrusión por lo cual es importante considerar regular la velocidad de extrusión para tener un mejor control del proceso de extrusión, también es de importancia resaltar y hacer notar la posible existencia de contrapresión por el contacto de las probetas y las paredes del canal del ECAP, para reducir al mínimo los efectos de fricción presentes se lubricaron los canales, así como las probetas extruidas.

2.1.1 Preparación de la aleación Al-Sn.

Para la aleación Al-xSn (x= 2 y 4 % en peso) los elementos que forman la aleación tienen una pureza del 99.9% aproximadamente.

Para llevar a cabo el proceso de fundición se tuvieron que considerar las ventajas y desventajas que presenta el horno de inducción y para poder obtener una aleación en la cual pudiéramos tener la mínima cantidad de partículas que pudieran actuar como refinadores de grano o formar precipitados se optó por ocupar un horno de inducción, enlistamos los motivos por el cual se decidió emplear el horno de inducción:

1. Posibilidad de mantener la atmósfera controlada esto con la finalidad de evitar la oxidación.
2. Mayor eficiencia energética
3. Capacidad de controlar mejor el proceso de fundición
4. Uno de los principales inconvenientes de estos hornos es la incapacidad de refinamiento que para el tema en estudio se ve favorecido al no tener refinamientos durante el proceso de fundición.

Posteriormente se realizó el vaciado en un molde permanente metálico para su posterior solidificación a temperatura ambiente. Después de la solidificación completa del material se procedió a realizar los cortes para obtener las probetas 16 x 16 mm con una longitud de 130 mm.

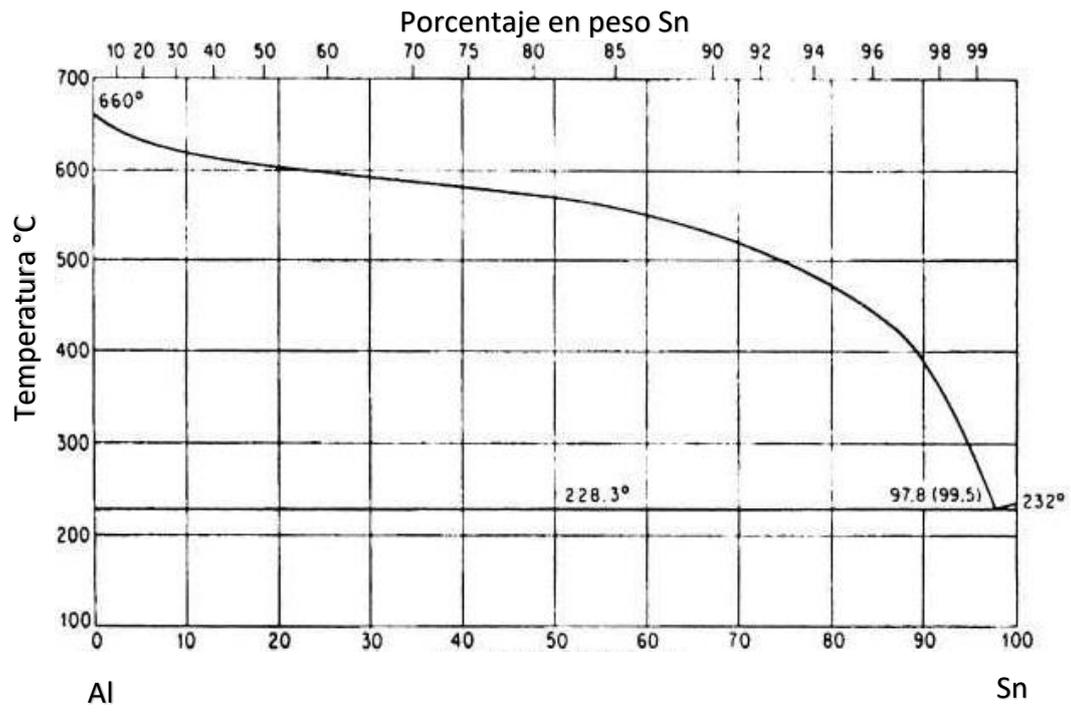


Figura 2.1 Diagrama de fases de la aleación Al-Sn

2.0.2 Características del molde ECAP

El molde ECAP está formado por una matriz principal y una camisa que sirve como soporte a la matriz como se puede ver en la figura 2.2 en él se muestran ver una camisa que actúa como protectora de la matriz que tiene forma de un cono truncado. El cono truncado está formado por dos placas en el cual este contenido el canal de extrusión el cual consta de un ángulo $\phi = 110^\circ$ y un ángulo de curvatura $\psi = 20^\circ$.

El dado ECAP está fabricado con acero d2 y su camisa protectora con acero H13, debido al peso de los componentes es necesario maniobrar para poder realizar el montaje de la camisa protectora sobre la matriz de ECAP. La maniobra es apoyada mediante una grúa deslizante con capacidad de 1 tonelada aproximadamente.

Las placas móviles los cuales dan forma al canal y que están contenidos dentro de la matriz principal, son fijadas mediante tornillos Allen de alta resistencia. La ventaja de utilizar placas para dar forma al canal es que estas pueden ser reemplazadas por placas con mayor o menor ángulo entre canales, lo cual permite poder tener un juego de placas para un solo molde de ECAP.



Figura 2.2 Matriz del ECAP

2.0.3 Proceso de extrusión

Para llevar a cabo el proceso de extrusión del ECAP fueron necesarios realizar el montaje del molde y su ajuste en la plataforma de la prensa hidráulica, esto con la finalidad de que al momento de llevarse a cabo la extrusión el molde no presentará algún deslizamiento perpendicular a la dirección del punzón. Posteriormente se puso en posición el punzón el cual está hecho de un acero grado herramental D2 el cual posee las medidas (16x16) mm con una longitud de 20 cm.

La capacidad de la prensa es de 240 toneladas, y de acuerdo al proceso de extrusión no fue necesario ocupar el 100% de su capacidad, solo fue necesario un 50 % de su capacidad.

Antes de iniciar el proceso de extrusión se llevó a cabo una inspección de todo el equipo de ECAP en el cual los canales deberían de estar lubricados perfectamente con el lubricante MoSo₂, así como el ajuste del punzón con la entrada del canal del molde ECAP.

Una vez realizada la inspección se procedió a llevar a cabo el experimento ECAP el cual se llevó a cabo a temperatura ambiente, en el cual se introdujo la probeta sin procesar previamente desbastada con las dimensiones (16x16) mm con una longitud de 130 mm. El experimento se llevó a cabo a una velocidad de 2mm /s. En la figura 2.3 se puede ver la prensa ocupada y el equipo de ECAP listo para el experimento. Se llevaron a cabo dos pasos de extrusión por cada composición en masa y procesando la muestra por la ruta C en el cual se realizaron giros de 180° respecto a la dirección de extrusión.



a)



b)

Figura 2.3 a) Prensa utilizada para el proceso de extrusión junto al protector de madera
b) Equipo de ECAP

Después de haberse llevado a cabo el primer paso podemos ver la probeta ligeramente con un aumento de volumen después de cada paso de ECAP, en el cual la muestra tiene que ser lijada para poder ser nuevamente introducida en posteriores pasos.

2.0.4 Preparación metalográfica de la muestra Al-Sn

Una vez realizado el experimento ECAP de las muestras de Al-xSn ($x= 0, 4, 8$ %en peso) procesadas con (N= 2, 4) pasos. Identificamos y marcamos las diferentes secciones de la geometría de la muestra con la finalidad de identificar los planos y así poder caracterizar las muestras mediante las diferentes técnicas de rayos X y microscopía de barrido y transmisión, así como las mediciones de microdureza. En la figura 2.4 se puede ver las direcciones de referencia para una probeta procesada.

Definimos las diferentes direcciones y geometría de la muestra para poder llevar a cabo una mejor comprensión de la zona de la muestra deformada que está siendo analizada.

DE= Dirección de extrusión

DT= Dirección transversal

DN= Dirección normal

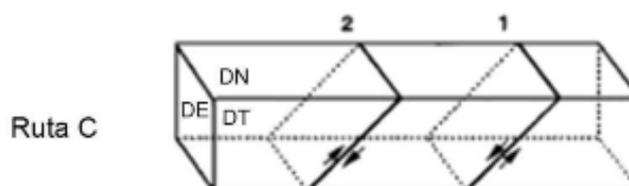


Figura 2.4 Direcciones DE, DT, DN para una probeta procesada por ECAP

La zona analizada para el presente trabajo es el plano 2 que representa la dirección de extrusión, se consideró este plano debido a que es el plano de corte en la probeta cruza del canal superior al inferior.

El modo de preparación metalográfica fue el siguiente:

La preparación metalográfica de las muestras para su posterior análisis por rayos X y MEB fueron las siguientes:

1.- Desbaste grueso. Se inicio el desbaste con una lija del número 600, 800, 1000, 1200. El objetivo fue realizar un desbaste gradual de la superficie por tal motivo se decidió ocupar diferentes calibres de lijas. Las condiciones de esta preparación son desbaste a temperatura ambiente, sometido a un lavado con agua para poder retirar los fragmentos del material sobre la superficie y así continuar un desbaste controlado.

2.- Desbaste semi-fino o intermedio. Posterior al desbaste con lijas de diferente calibre se inició un desbaste con alúmina de 0.5 micras, el modo de empleo fue a través de una solución preparada, teniendo como soluto a la alúmina y como solvente H₂O.

3.- Desbaste fino. Se concluyó la preparación metalográfica utilizando sílica coloidal.

Al final de la preparación de pulido se colocó la muestra en una solución de acetona durante un tiempo de 20 min. En el ultrasonido, esto para poder retirar algún tipo de partícula intrusa sobre la superficie de la muestra y de esta manera visualizar una microestructura libre de partículas ajenas a la aleación. En la figura 2.5 se puede el equipo utilizado para la preparación de la muestra.



Figura 2.5 Pulidora mecánica PRESI-MECAPOL P 230

2.1 Caracterización microestructural

En el proceso de caracterización microestructural se ocuparon diferentes técnicas, algunas tienen la capacidad de realizar mediciones a escala nanométrica como es el caso de las técnicas de microscopía de barrido, otras como el caso de rayos X que pueden analizar una superficie de varios cientos de micras, se aplicaron estas técnicas con la finalidad de obtener resultados que pudieran ser relacionados a los cambios y modificaciones en la microestructura durante el proceso de deformación plástica severa producida por ECAP.

2.1.1 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

El Microscopio electrónico de barrido (MEB) O (SEM, Scanning Electron Microscope) es una técnica de microscopía electrónica. Son muy empleados para poder realizar estudios de la morfología superficial y de los elementos presentes en un material, los materiales que pueden ser analizados pueden ser conductores o no conductores. Existen diferentes técnicas de preparación los cuales son directamente dependientes de cada material y su composición química. En la figura 2.6 se muestra la estructura y partes componentes de MEB.

Esta técnica tiene como principio básico la interacción de un haz de electrones en la superficie de una muestra, el haz de electrones resultante de la colisión incide sobre un detector el cual registra el tipo de señal recibida de la superficie impactada, con lo cual podemos analizar distintos tipos de superficies estando preparadas o sin preparación metalográfica previa según sea el caso.

El funcionamiento consiste en acelerar los electrones utilizando un campo eléctrico, esto permite que los electrones puedan tener un comportamiento ondulatorio y poder ser enfocados. Un generador de barrido es el responsable de producir el movimiento del haz sobre la superficie de la muestra. Estos electrones son acelerados en la columna del microscopio en donde se encuentran ubicados el cañón de electrones, estos tienen que ser enfocados con la ayuda de lentes magnéticas y bobinas de rastreo, la aceleración se produce mediante una diferencia de potencial que oscila entre (50-30 000) voltios. La resolución de un MEB está dentro de los parámetros de (0 a 20 nm).

Cuando el haz incide sobre la superficie de la muestra se producen diferentes interesantes interacciones, se necesitan detectores específicos para analizar las diferentes señales. Cuando los electrones chocan con la muestra, los electrones logran penetrar el material una distancia en micras que es directamente dependiente de la energía del haz e inversamente proporcional del número atómico de los átomos que componen la muestra. Pero provoca que otros electrones salgan despedidos después de la colisión elástica produciendo de esta forma los (electrones secundarios), se pueden producir rayos x entre otros, el más común de estos es el de electrones secundarios con los cuales se pueden realizar los análisis y la obtención de las imágenes de microscopía de barrido.

El análisis importante que se realiza en este trabajo es el de electrones secundarios. Para el caso de los electrones secundarios son emitidos desde la muestra como consecuencia de las ionizaciones producidas producto de las interacciones inelásticas. Poseen baja energía (<50 eV). Pueden darnos una imagen de la morfología de la muestra.

Para el presente trabajo se utilizó un **MEB JEOL 7600 FEG modo BSE (Back scattered electrons)** análisis por electrones secundarios.

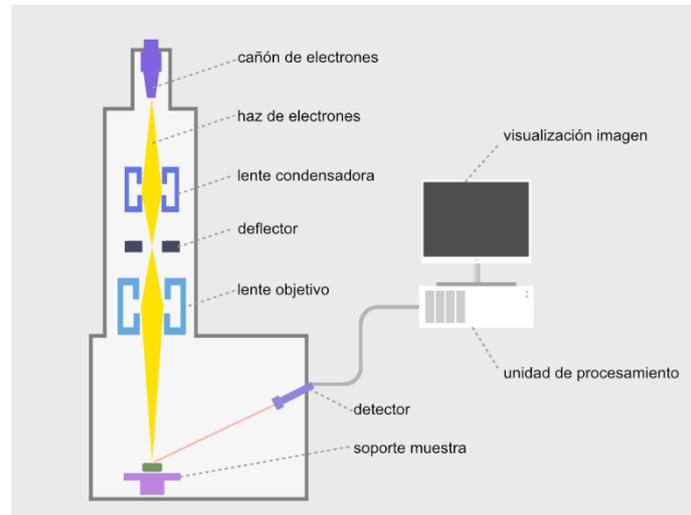


Figura 2.6 Imagen de la estructura y partes fundamentales de un MEB

2.2 Caracterización por difracción de rayos X

En este trabajo de investigación se utilizó la técnica de difracción de rayos X, cuya importancia radica en que con ello se pueden llevar a cabo estudios de los materiales, relacionados con la estructura cristalina, fases presentes, microdeformaciones, tensiones internas, así como la información contenida en la celda unitaria. Para poder obtener detallar en que consiste el fenómeno de difracción de rayos X se explicará el principio del fenómeno de rayos X.

Los rayos X son un tipo de radiación electromagnética con una longitud de onda variable que se ubica entre los parámetros de (10^{-8} y 10^{-10}) el cual es de utilidad a la hora de realizar estudios relacionados a la estructura de los cristales que forman los materiales monocristalinos y policristalinos ya que los parámetros de red de los materiales son cercanos al tamaño de longitud de onda de los rayos X. En la figura 2.7 se muestran las diferentes ondas del espectro electromagnético en el cual se confirma que el poder energético de una onda es inversamente proporcional a su longitud de onda.

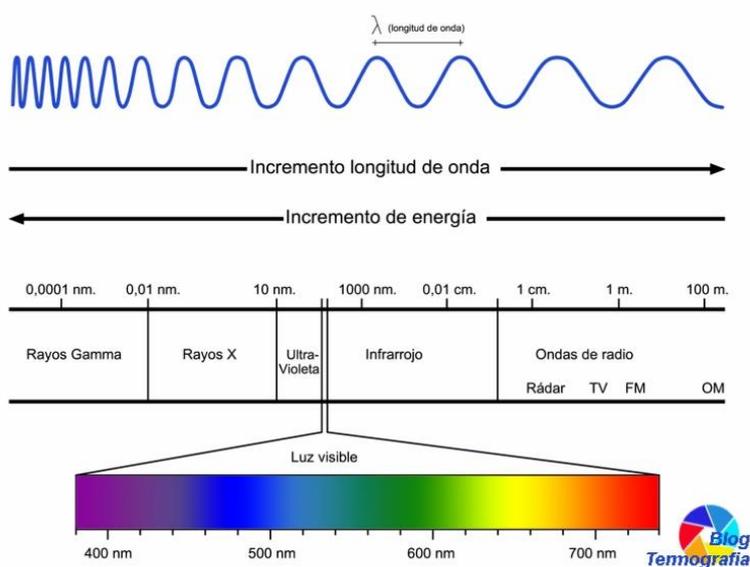


Figura 2.7 Longitudes de onda del espectro electromagnético

Los rayos X son generados en un tubo de rayos X, en donde están dispuestos un cátodo formado por un filamento de Wolframio el cual es acelerado a altos voltajes con la finalidad de desprender electrones y que funciona como emisor de electrones, estos electrones desprendidos viajan a un ánodo el cual está formado por un material comúnmente molibdeno, cobre, cobalto, hierro y cromo. La colisión de los electrones del cátodo con los átomos del ánodo produce la generación de rayos X. (ver figura 2.8)

Posteriormente Cuando los electrones impactan el ánodo se producen dos fenómenos, el primero es el frenado de los electrones que forman el espectro continuo de rayos X, el segundo está relacionado a la colisión que sufren los electrones que impactan con los

electrones del átomo en cuestión los cuales finalizan con la formación del espectro característico de rayos X.

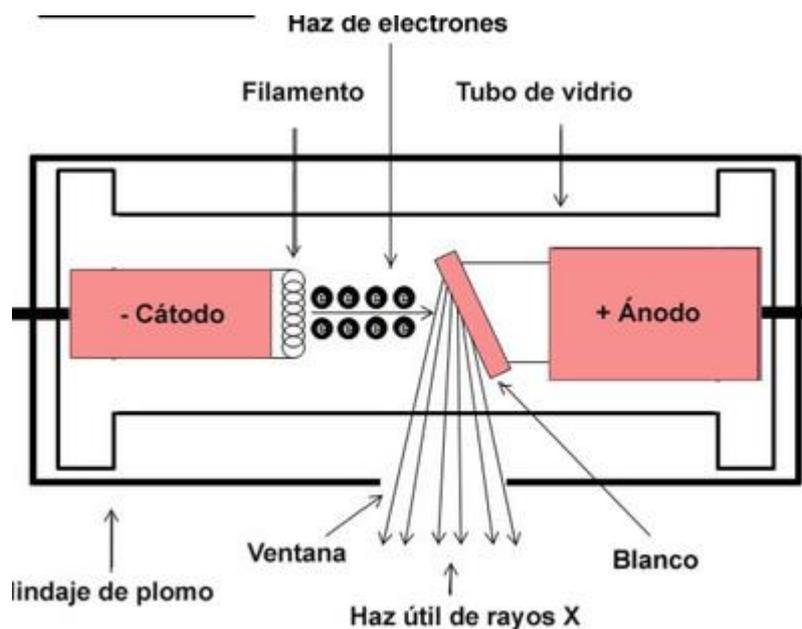


Figura 2.8 Generación de rayos X

El espectro característico de rayos X está asociado a la capacidad de un electrón para producir la salida de un electrón cercano al núcleo, la vacancia generada que producen los electrones se rellena con el salto de un electrón de una capa superior el cual tiene asociada una mayor energía debida al nivel, esa caída de los electrones superiores a los interiores para ocupar las vacancias generadas y estos son comúnmente llamados $K\alpha$, $K\beta$, $L\alpha$, etc. En la figura 2.9 se puede como se producen los $K\alpha$, $K\beta$

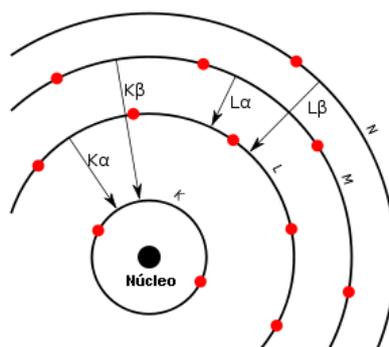


Figura 2.9. Generación de rayos X al incidir los electrones en un átomo neutro

La longitud de onda de los rayos X oscila entre 0.05 y 0.25 nm (0.5 y 2.5 Å) misma distancia entre los átomos en la estructura cristalina de ahí su importancia en el estudio de las diferentes estructuras cristalinas.

Los rayos x son una herramienta muy útil para realizar diferentes estudios y análisis en la estructura cristalina, como los siguientes:

1. El estudio de los elementos componentes.
2. Orientación cristalográfica preferente.
3. Micro deformaciones.
4. Tamaño de cristal.
5. Permite conocer la relación exacta de los átomos del compuesto.
6. Podemos obtener las distancias y ángulos Interplanares.
7. Se obtienen las interacciones intramoleculares.

Para poder obtener los resultados antes mencionados se necesita que los rayos X puedan ser difractados por el material, aunque cabe señalar que no todos los rayos X son difractados ya que interacción con la materia puede dar paso a dos fenómenos los cuales son:

1. El primero ocurre en donde los rayos X se dispersan sobre el material en el cual no se obtiene información alguna ya que los átomos se anulan entre ellos.
2. El segundo caso se produce cuando los rayos X colisionan sobre planos en los cuales puede producirse un fenómeno de difracción en el cual el haz incidente se refuerza debido a que existen planos que contribuyen a que se refuerce, cuando se presenta un fenómeno de esta naturaleza se lleva a cabo la difracción del haz sobre planos específicos, esto se puede explicar mediante la ley de Bragg (ecuación 2.0), en el cual se relaciona el ángulo de incidencia del haz el cual impacta sobre planos con una distancia interplanar y este a su vez forma un ángulo de incidencia.(Ver figura 2.10)

$$\text{Sen } \theta = \frac{\lambda}{2d\text{hkl}}$$

ecuación 2.0

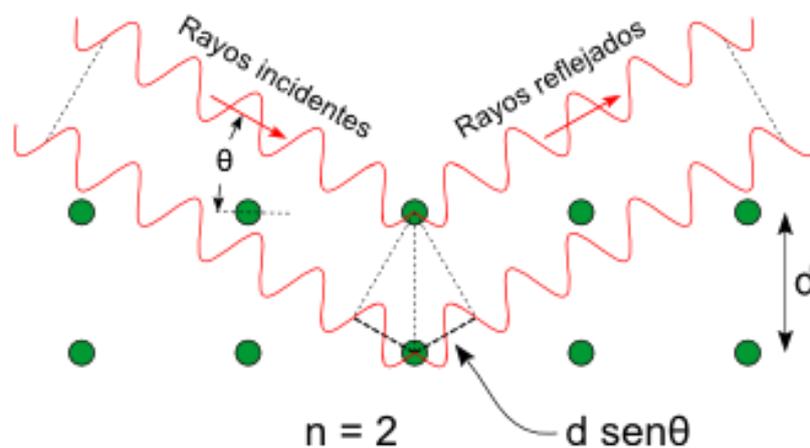


Figura 2.10 Difracción de rayos X

2.2.1 Refinamiento mediante método Rietveld

El método Rietveld es una técnica utilizada para ajustar el patrón de difracción experimental obtenido mediante difracción de rayos X con un modelo teórico, el resultado de este ajuste es un patrón de difracción calculado que se comparará iterativamente con el experimento. Dicho proceso es comúnmente conocido como refinamiento estructural por Rietveld.

Este método permite realizar análisis de tipos cualitativos y cuantitativos siempre apoyándose en el patrón de difracción de rayos X. El refinamiento del patrón se logra con la ayuda del método de mínimos cuadrados, el cual busca ajustar una función teórica al patrón de difracción obtenido previamente. En la figura 2.11 se puede ver un DRX característico en donde se muestran algunos los valores de Y_{obs} (intensidad observada, puntos rojos), Y_{calc} (intensidad calculada, línea negra), $Y_{obs}-Y_{calc}$ (diferencia, línea azul), y la posición de cada pico correspondiente a la posición de Bragg (línea verde)

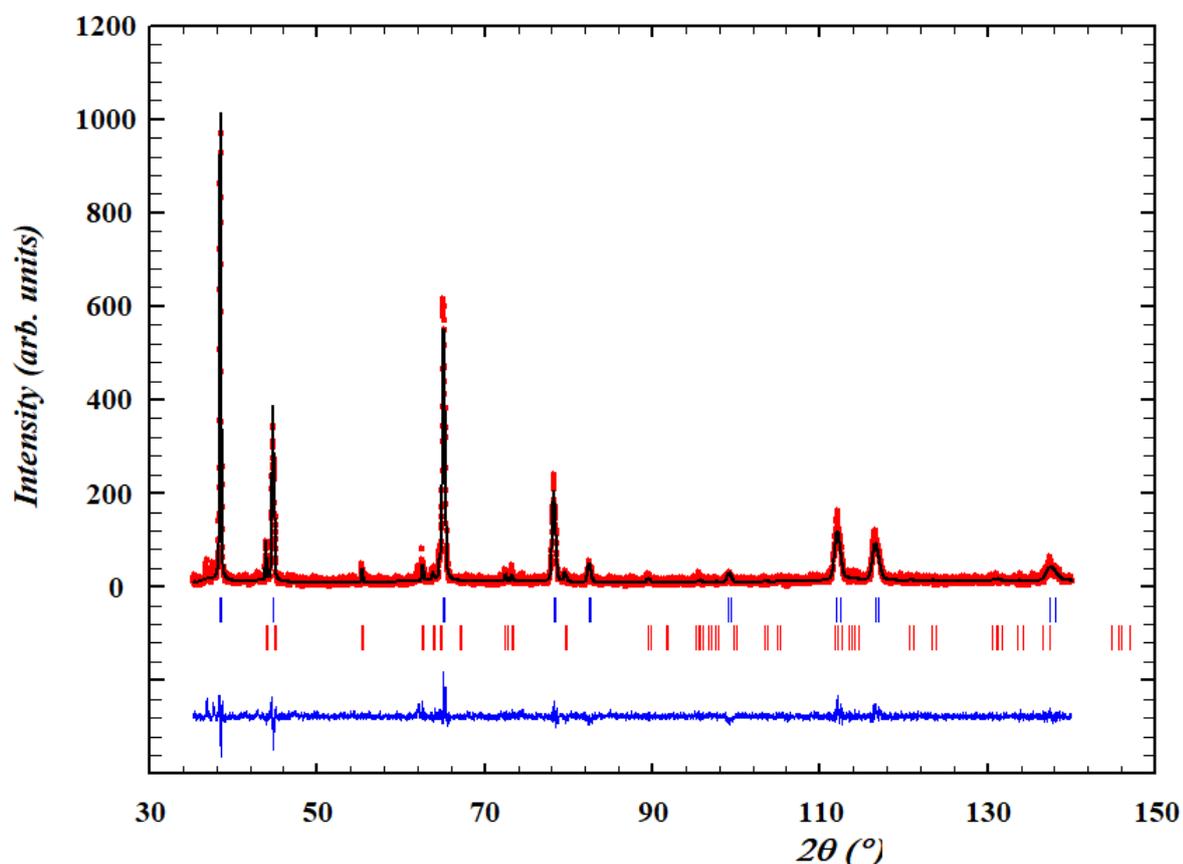


Figura 2.11 Patrón de difracción experimental.

El fundamento teórico consiste en ajustar iterativamente el difractograma experimental y teórico con la ayuda del método de mínimos cuadrados buscando obtener el mejor ajuste entre ambos, siempre buscando minimizar los valores de S_y (función que minimiza la diferencia entre las intensidades teóricas y calculadas) ecuación 2.2.

La intensidad Y_{ci} del patrón calculado en $2\theta_i$ puede ser descrita en términos de la ecuación 2.1.

$$Y_{c,i} = S y \sum_{k=0} (L_k F_k) \Phi(2\theta_i - 2\theta_k) P_k A + Y_{bi} \quad \text{Ecuación 2.1}$$

S= factor de escala

L_k= agrupa los factores de Lorentz, polarización y multiplicidad.

F_k= factor de estructura

Φ(2θ_i-2θ_k) = función que describe el perfil de los picos de difracción

P_k= describe la textura

A= factor de absorción

Y_{bi}= intensidad del fondo en 2θ_i

El difractograma calculado consiste en un modelo en donde se puede recabar los resultados obtenidos los cuales se pueden dividir en tres partes:

Estructurales: grupo espacial, factores térmicos, etc.

Microestructurales: tamaño de cristalito, microdeformaciones, etc.

Instrumentales: cero del goniómetro, aberraciones de la óptica, etc.

$$S y = \sum_i w_i (y_i - y_{ci})^2 \quad \text{ecuación 2.2}$$

Y_i= intensidades experimentales del patrón de difracción

W_i= pesos respectivos dados a estas intensidades

Y_{ci}= intensidades calculadas del patrón de difracción

El proceso de refinamiento del difractograma consiste en que S y tome los valores más pequeños posibles.

2.2.1.1 Ajuste del DRX

Para poder realizar el refinamiento de la estructura cristalina es necesario haber obtenido previamente el patrón de difracción experimental por rayos X.

La interpretación contiene información cualitativa de fases, la medición de parámetros reticulares, evaluación de la textura, caracterización de imperfecciones como las microdeformaciones.

Para llevar a cabo un proceso de refinamiento correcto es importante considerar las siguientes condiciones.

- 1.- Posición de los máximos de difracción
- 2.- Intensidades de los máximos
- 3.- Determinación de los perfiles de difracción (picos)

Una vez tomado las consideraciones anteriores se puede dar paso a enlistar los parámetros principales de refinamiento los cuales están asociados al proceso de Rietveld.

- a) Puntos de la línea base del difractograma, ruido de fondo.
- b) Parámetro de red: la dimensión de la celda unitaria, a , b , c , y α , β , γ
- c) Factor de escala: factor multiplicativo que relaciona el difractograma calculado y experimental.
- d) Factores instrumentales: cero del goniómetro, longitud de onda utilizada
- e) Posiciones atómicas: se refiere coordenadas de los átomos en la celda.

Para realizar el ajuste Rietveld se utilizó el programa FULLPROF, los pasos a seguir para poder realizar el ajuste Rietveld son los siguientes:

Los datos de entrada son los valores 2θ vs intensidad que se registran punto x punto en ángulos 2θ .

Se inicia el ajuste introduciendo los parámetros microestructurales del material analizado, los cuales son: átomos en la celda y posición para cada fase presente, parámetro de red, para poder ajustar los valores teóricos al experimental se procede a refinar iterativamente los valores de (U, X, I_g, Y) , los valores de U y X registran las microdeformaciones en tanto que I_g e Y están relacionados a los tamaños de cristalito.

2.2.2 Textura cristalográfica

La textura cristalográfica de un material metálico es la orientación de los granos dentro de un material policristalino, se dice que un material posee una dirección preferencial cuando una serie de granos están alineados en algunas de las direcciones (x, y, z) del material procesado.

Una de las herramientas para poder obtener la orientación de una celda unitaria es la proyección estereográfica en el cual se proyecta un plano sobre la superficie ecuatorial. En la figura 2.12 se muestra el caso ilustrativo de la proyección estereográfica de un plano.

Cabe mencionar que las mediciones de textura por rayos X pueden realizarse teniendo un trabajo en frío realizado. Para el caso de ECAP está se puede obtener después de aplicar un paso de ECAP en donde se induce una $\epsilon = 1.15$ con $\phi = 90^\circ$ o con $\epsilon = 0.67$ con $\phi = 120^\circ$. Después de 1 paso de ECAP se puede ver una mayor estadística y una textura formada por ECAP.

Pasos para realizar la proyección estereográfica de un plano.

- 1.- Se elije la familia de planos a proyectar
- 2.- Se proyecta la recta normal del plano hacia la esfera
- 3.- El punto de intersección de la recta normal con la esfera se proyecta hacia el polo sur de la esfera
- 4.- El punto de intersección de esta última línea con el plano ecuatorial es la proyección estereográfica del plano.

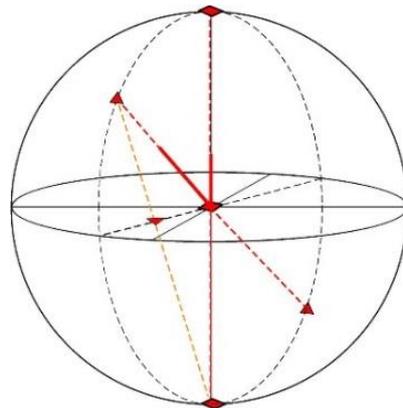


Figura 2.12 Proyección estereográfica de un plano X

Enlistamos algunos de los términos más comunes para el caso de orientación cristalográfica.

Orientación aleatoria: orientación de los granos cristalinos con direcciones variables x, y, z. Por lo tanto, el volumen analizado contendrá tantas direcciones y rotaciones de los granos.

Orientación preferencial o textura: es la orientación de los granos en una sola dirección del material.

En la mayoría de los casos una fuerte orientación preferencial se puede dar por deformación plástica de los materiales, ya que debido a la direccionalidad de ciertos procesos permite que los granos sigan el flujo del esfuerzo impuesto. Dichos cambios anisotrópicos afectan las propiedades físicas y mecánicas de los materiales.

De acuerdo a (9) la influencia de la textura puede provocar un cambio de un 20% a un 50 % en las propiedades de los materiales.

Algunas aplicaciones de los materiales demandan la existencia de una orientación preferencial para poder cumplir con las condiciones de trabajo requeridas, como es el caso de las placas de acero que conforman la parte interna de un transformador en el cual la dirección 001 es la de más fácil magnetización (9).

El análisis de la textura cristalográfica se basa en obtener la proyección estereográfica de los datos experimentales conocidos como figuras de polos obtenidas por difracción de rayos x.

Los cambios producidos en la orientación cristalográfica de un material deformado plásticamente se pueden analizar de una forma estadística esto es comúnmente conocido como macro textura, se analiza apoyado de un DRX obteniendo un barrido de la zona local de aproximadamente ($\frac{1}{2} \times \frac{1}{2}$) cm y con una profundidad aproximada de 10 μm .

Se analizaron los planos 111, 200,220. Los resultados que se obtuvieron se reflejan por medio de las figuras de polos realizadas con el difractómetro de rayos X RIGAKU ULTIMA IV como manchas intensas que indican mayor cantidad de planos con la misma orientación cristalográfica.

El tiempo de análisis con el equipo RIGAKU ULTIMA IV es de aproximadamente de 10 a 12 horas, en el cual se analizaron las familias de planos 111, 200 y 220. Para poder obtener una mejor calidad en los resultados experimentales se recomienda que las dos superficies sean paralelas.

2.3 Ensayo mecánico

2.3.1 Dureza (microdureza)

La dureza es la resistencia superficial que poseen los materiales. Esta resistencia se opone a una deformación superficial por contacto directo. Estos cambios físicos superficiales pueden ser de tres tipos básicos: penetración (indentación), abrasión (capacidad de desgaste por contacto superficial), rayado (capacidad de ser deformado linealmente por un material de mayor dureza). Las mediciones de dureza se llevan a cabo con la finalidad de poder relacionarlo con la resistencia mecánica del material. En la figura 2.13 se puede ver el ensayo de dureza Vickers

En metalurgia la dureza de un material se puede llevar a cabo con la ayuda de un equipo de medición llamado durómetro o microdurómetro. El principio de funcionamiento de un durómetro es el siguiente: un indentador presiona la superficie del material, posteriormente esta información es recabada y emite un valor calculado que es directamente dependiente de la profundidad de la indentación.

Las diferentes escalas para la medición de dureza son: dureza Brinell, dureza Knoop, dureza Rockwell, Rockwell superficial, dureza Rosival, dureza Shore, dureza Vickers, dureza Webster. También se pueden realizar mediciones de dureza en materiales a escala nanométrica, esta técnica es comúnmente conocida como nanoindentación. Solo se menciona este último para conocimiento de la existencia de esta forma de medir nano dureza.

Se explica a continuación el equipo de dureza Vickers

El equipo de medición: el equipo de dureza Vickers consta de una máquina en la cual contiene en la parte superior el indentador y el microscopio, al realizar la medición el indentador baja hacia la parte inferior en donde se encuentra montada la muestra, el indentador presiona la muestra con una carga predeterminada que se aplica durante un periodo de tiempo de contacto entre la muestra y el indentador.

Existen algunas consideraciones importantes que hay que tomar en cuenta para poder realizar una medición confiable. El diseño de la máquina no debe contener balanceos, así como tampoco movimientos de la probeta y del penetrador mientras se realiza el proceso de medición, esto con la finalidad de poder realizar correctamente las mediciones. Después de retirar la carga, se utiliza el microscopio de medición el cual va montado a la máquina y ayuda a poder registrar efectivamente la medición realizada.

Penetrador: el indentador empleado es de diamante y debe estar finamente pulido con aristas bien definidas, la geometría de la base debe ser cuadrada y sus extremos deben formar un ángulo de 136° . Las cuatro caras del penetrador no deben ser mayor a 0.001 mm de longitud.

Microscopio de medición: Mide las diagonales formada por la indentación de una huella.

Es importante tener una buena preparación de pulido y acabado de la muestra, la cantidad de alúmina ocupada no debe ser excesiva para poder llevar un buen desbaste de las imperfecciones, al preparar la muestra es importante tener cuidado para no revenir la superficie durante la preparación metalográfica y de no endurecer por trabajo mecánico durante el pulido.

Consideraciones secundarias:

La magnitud de la carga de prueba puede variar desde 1.96 N hasta 980.7 N, el número de dureza Vickers es independiente de la carga de prueba. El tiempo de aplicación de la carga debe ser de 10 a 15 segundos. La distancia entre huellas debe ser de al menos dos veces y media la longitud de la diagonal de la huella para no interferir en las deformaciones entre cada huella, considerando que, al tener dos huellas, para que no interfiera en las mediciones de las lecturas de los alrededores,

La carga utilizada sobre las probetas fue de 30 kg con un tiempo de carga de 10 segundos.



Figura 2.13 Ensayo de dureza Vickers

Capítulo III

3.0 Resultados y discusión

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos en este estudio. Se discuten y comparan los resultados con los ya reportados en publicaciones que tratan el tema. En primer lugar, se tratará un análisis de imágenes llevado a cabo por microscopía electrónica de barrido, seguido de un análisis de los difractogramas y de estructura por refinamiento Rietveld posteriormente se tratarán los resultados de textura cristalográfica mediante figura de polos y ODFs, Finalmente realizamos un seguimiento de los cambios de dureza en el material procesado por ECAP.

3.1 Cambios generados en las aleaciones procesadas por ECAP

Los efectos producidos por el proceso ECAP de acuerdo a la literatura se puede ver al realizar un análisis microestructural por MEB, por este método podemos observar los cambios en la morfología de los granos, el aumento en la densidad de dislocaciones, así como en la formación de subgranos. De esta forma se pueden observar los cambios microestructurales producidos por ECAP.

Algunos cambios no pueden ser observados por MEB, por ejemplo, la cantidad de microdeformaciones, cambios en el parámetro de red, fases presentes. Para poder observar dichos cambios producidos en la microestructura es necesario emplear la técnica de DRX ya que por medio de esta técnica es posible revelar algunos detalles más finos producidos por los procesos DPS.

Uno de los cambios que se pueden medir directamente y el cual ha sido la forma directa de evaluar los cambios generados sobre la microestructura, es la medición de la dureza de los materiales, en el cual se puede ver el efecto rápido del endurecimiento por deformación.

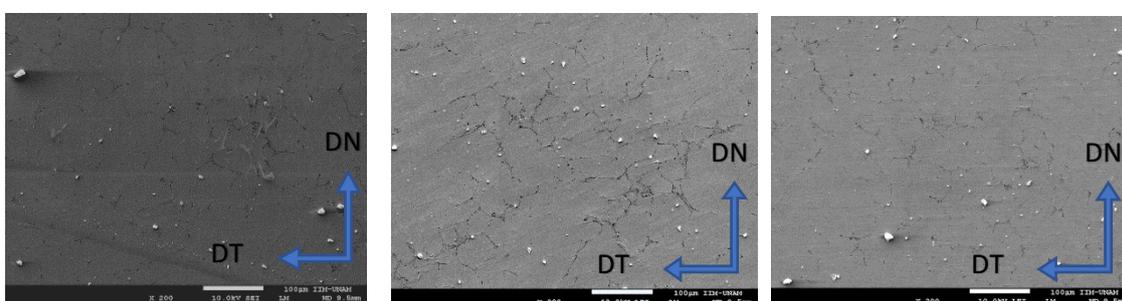
Claramente no son los únicos cambios producidos, los DPS pueden ejercer fuertes cambios sobre las propiedades mecánicas como la fatiga, resistencia mecánica, entre otros. Los cuales por cuestiones de material limitan de momento un análisis sobre dichas propiedades.

3.0 Evaluación de la microestructura por Microscopía electrónica de barrido (MEB)

En esta sección presentamos los resultados de las micrografías por MEB, de las aleaciones Al-xSn ($x=0, 4, 8$, % en peso), se presentan los resultados de acuerdo con la cantidad de pasos manteniendo constante el contenido de estaño.

En las microestructuras presentada en la figura 3.6 a 200x, se logra apreciar una microestructura formada por granos de aluminio, las líneas oscuras son las fronteras de grano que se logran ver debido al electropulido. Las zonas brillantes son partículas de alúmina que son remanentes de la preparación metalográfica.

En las imágenes presentadas se logran ver granos de aluminio en forma poligonal para los tres casos presentados (figuras 3.6 a,b,c).



a)

b)

c)

Figura 3.6 Microestructura de las aleaciones Al-0Sn con diferentes pasos de extrusión: a) 0 pasos b) 1 paso c) 2 pasos

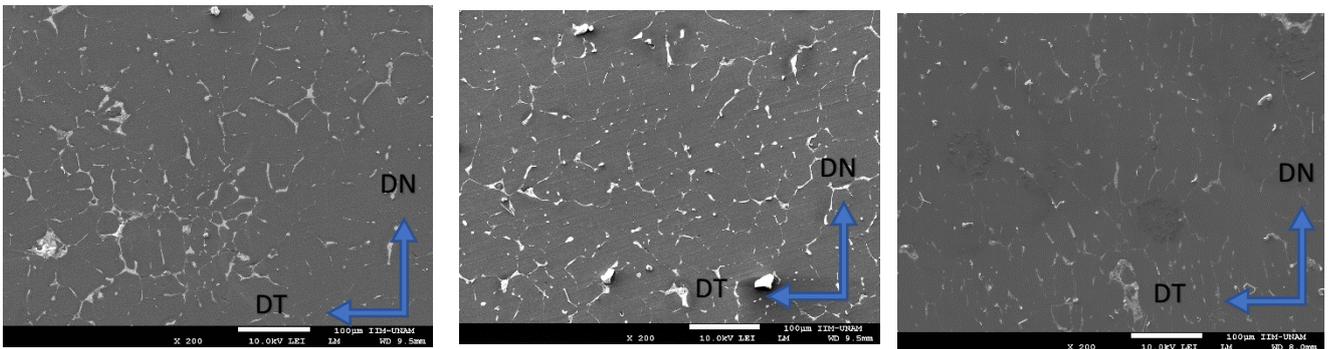
A esta escala no se logran ver los efectos que produce el proceso ECAP sobre la microestructura, pues probablemente el proceso solamente aumenta la densidad de dislocaciones.

Micrografías de la aleación con 4% Sn a 0,1 y 2 pasos

Las imágenes de las micrografías correspondientes a 0,1 y 2 pasos con 4% se muestran en la (figura 3.7). Se muestran dos imágenes para un solo caso correspondientes a 200x.

En las imágenes presentadas se puede ver la distribución de la fase de estaño en las fronteras de grano que son las zonas blancas, las zonas oscuras corresponden a la fase del aluminio, también se logran ver partículas de color blanco, estas son partículas de aluminio que quedaron incrustadas sobre la muestra debidos a efectos de preparación.

Para las tres imágenes mostradas se logra ver una microestructura muy parecida en cuanto a la morfología de los granos.



a)

b)

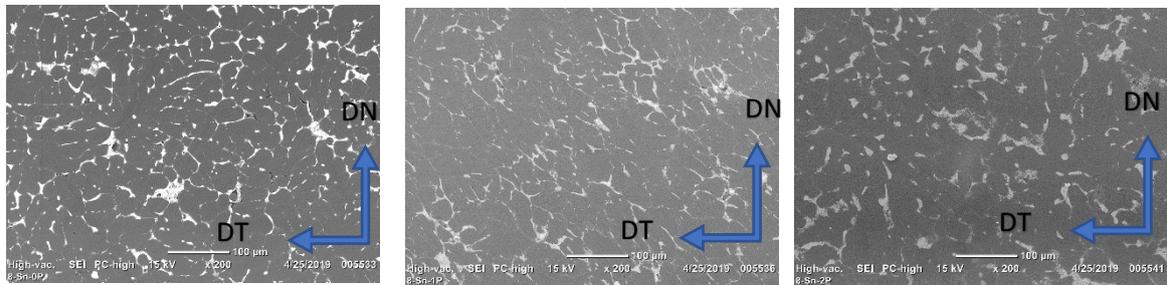
c)

Figura 3.7 Micrografías de las muestras con 4% estaño a diferentes pasos a) 0 pasos b)1 paso y c) 2 pasos

Es importante puntualizar que la distribución del estaño delimita las fronteras de grano del aluminio, pero no es uniforme, pues existen fronteras con mayor cantidad y otras con menor contenido de estaño.

Aleación de aluminio con 8 % Sn a 0,1 y 2 pasos de ECAP

La figura (3. 8a) corresponde a la aleación Al-8%Sn a 1 paso de ECAP se muestra en la parte superior las imágenes a 200x. En ella se logra ver una microestructura en la cual el estaño se encuentra en los límites de grano.



a)

Figura 3.8 Superficie central de las muestras cortadas procesadas por ECAP con un ángulo $\phi=110^\circ$: a) 0 pasos 8%Sn a 200x y 500x b) 1 paso 8% Sn a 200x y 500x c) 2 pasos 8% a 200x y 500x.

En resumen, el contenido de Sn ayuda a delimitar las fronteras de grano del aluminio, que no parecen modificarse con el proceso, por lo cual suponemos que, de haber cambios, éstos serían a nivel de la nanoestructura (aumento en la densidad de dislocaciones).

3.1 Caracterización por rayos X

3.1.1 Perfil de los difractogramas obtenidos por rayos X y refinamiento Rietveld

Los difractogramas presentados a continuación son el resultado de los experimentos obtenidos en base a un refinamiento Rietveld, el cual fue ampliamente discutido en la sección 1.5

Para efectos de comparación presentamos el difractograma del aluminio calculado teóricamente en base a una suposición de una total desorientación de los granos (figura 3.9). Este difractograma será usado como punto de partida para establecer si una muestra tiene o no una orientación preferencial. Para ello bastaría que sus intensidades relativas no coincidieran con las observadas en la figura 3.9.

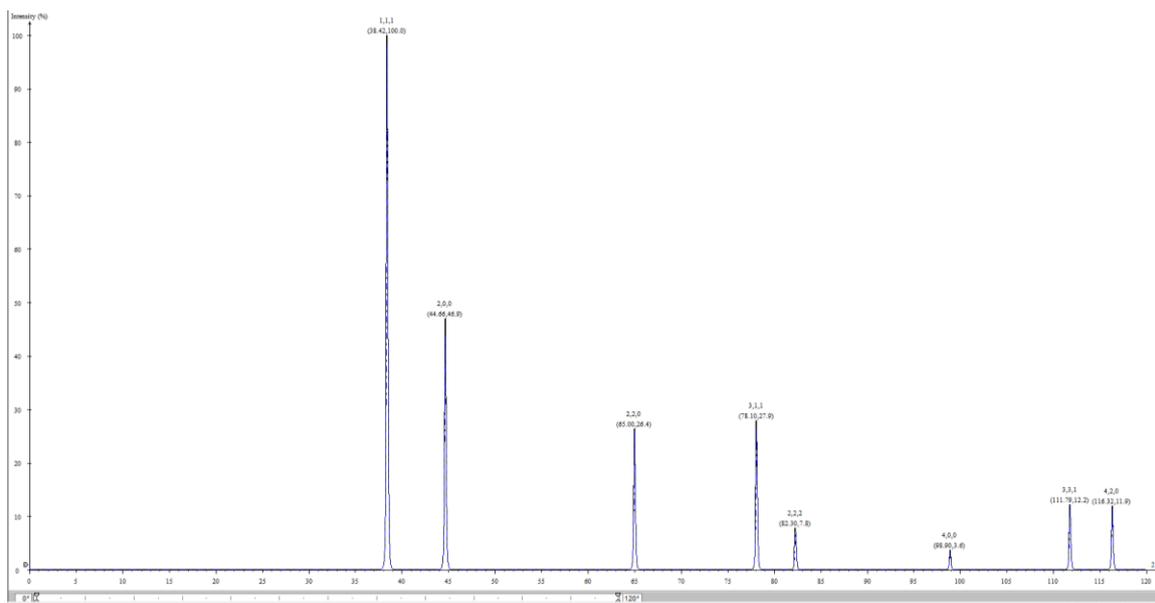


Figura 3.9 Difractograma calculado correspondiente a una situación de granos aleatorios de aluminio.

El estudio experimental a continuación servirá para identificar las fases presentes en la aleación y calcular el parámetro de red tanto del aluminio como del estaño. Se presentan los resultados en función de la cantidad de estaño y del número de pasos de ECAP.

Se presentan a continuación los difractogramas y su correspondiente refinamiento de estructura Rietveld. Los puntos rojos son los datos experimentales, la línea negra

corresponde al cálculo de Rietveld y la línea azul es el resultado de la diferencia entre el difractograma experimental y el calculado. Por lo tanto, idealmente la línea azul debería ser una horizontal. Por último, las marcas verticales debajo de las abscisas corresponden a las posiciones teóricas de los planos de difracción.

Difractogramas del aluminio con 0% Estaño a 0,1 y 2 pasos

En el difractograma de la (figura 3.10a) que corresponde a la muestra 0 Sn 0p, podemos apreciar el pico (111) como el más intenso (mucho más de lo que predice el cálculo) y los picos correspondientes a los planos (200) y (220) que tienen muy baja intensidad en comparación con el pico de la (111).

Para la muestra con 0%Sn a 1 paso (Fig. 3.10b), al igual que en el caso anterior, se puede ver el pico (111) como anormalmente intenso en relación a los picos (200), (311) y (222).

El difractograma con 2 pasos de ECAP (Fig. 3.10c) presenta un número considerable de picos de la fase del aluminio en donde el pico más intenso sigue siendo el pico (111), y una clara diferencia con respecto a los dos casos ya descritos se logra ver la existencia con mayor intensidad de los picos (200), (220), (311), (222), (400), (331) y (420).

El cambio en las intensidades relativas de los picos de difracción del aluminio, se pueden explicar en base a cambios en la textura u orientación de granos como consecuencia del proceso, con lo cual podríamos decir que con 2 pasos de ECAP, el proceso parece haber destruido en gran parte la textura inicial. Sin embargo, para caracterizar con precisión estos cambios de textura, será necesario realizar experimentos directos de análisis la textura como es el caso de las figuras de polos, mismos que serán discutidos en la sección 3.5.

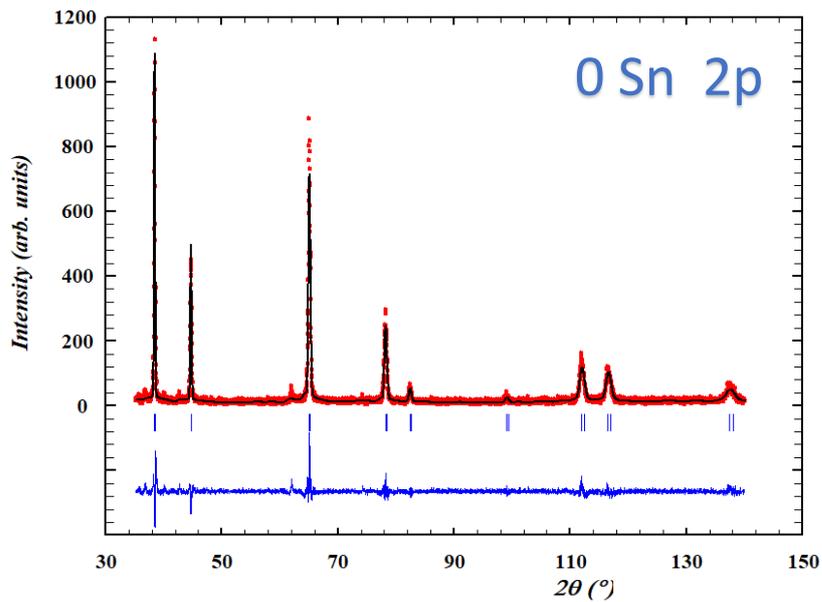
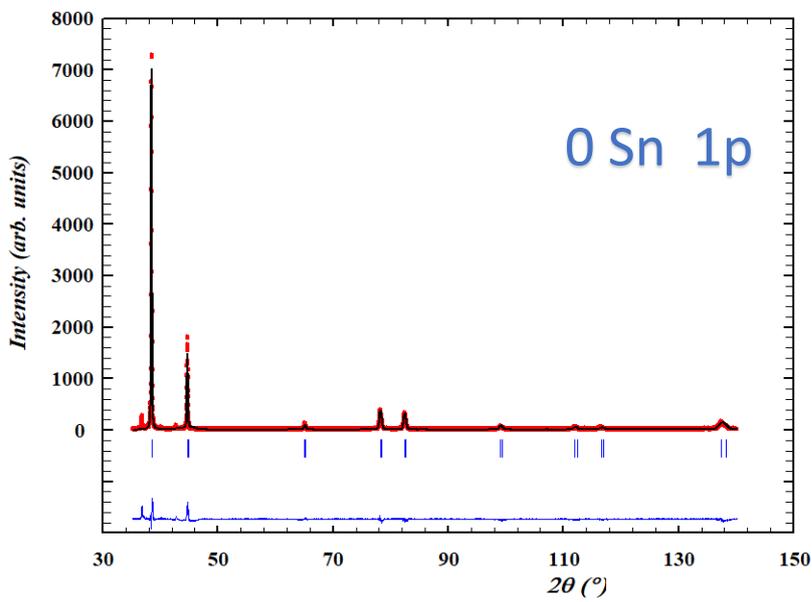
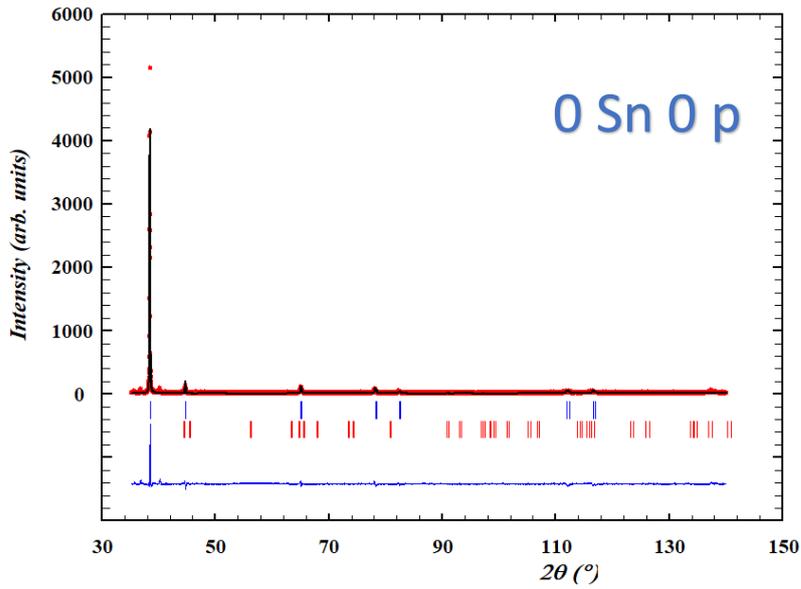


Figura 3.10 Difractogramas de las muestras a) 0 Sn 0p, b) 0Sn 1p y c) 0Sn 2p

Respecto a las variaciones en el ancho de los picos de difracción, la figura 3.11 muestra los picos correspondientes al plano (111) para 0,1 y 2 pasos de ECA en la muestra sin estaño. Se observa el desdoblamiento del pico α_1 y α_2 para el caso de 0 pasos (color rojo). Este hecho es atribuible a alguna de dos cosas, o a una condición de tamaño de grano muy grande, o a una condición de microdeformaciones muy pequeña. Como se verá más adelante, en los resultados de textura cristalográfica, la muestra con 0 pasos posee granos grandes, por lo tanto, el único factor que interviene en el perfil del pico a 0 pasos estaría asociado al tamaño de grano. Para los pasos 1 y 2 el desdoblamiento α_1 y α_2 ya no es apreciable.

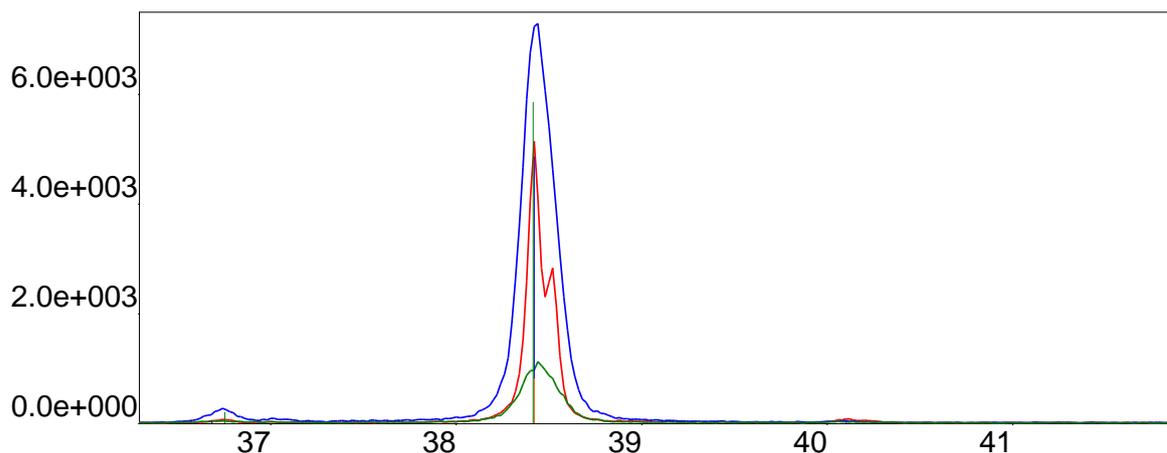


Figura 3.11 Planos (111) correspondientes al aluminio con 0,1,2 pasos de ECAP

En la siguiente tabla 3.1 se muestran los resultados del refinamiento estructural de la aleación Al-0Sn con 0,1 y 2 pasos de ECAP, en donde buscamos resaltar los cambios en los anchos de los picos (FWHM). En él se puede apreciar que existe una correlación clara entre el número de pasos de ECAP y el ensanchamiento de pico de difracción. Lo cual se explica por el efecto combinado de refinamiento de grano con aumento en las microdeformaciones.

Muestra	Parámetros experimentales calculados	
	2θ (grados)	FWHM (grados)
0 Sn 0p (pico rojo)	38.413	0.077
0 Sn 1p (pico azul)	38.438	0.1632
0 Sn 2p (pico verde)	38.438	0.200

Tabla 3.1 Resultados de los anchos de los picos a 0,1 y 2 pasos de ECAP con 0Sn

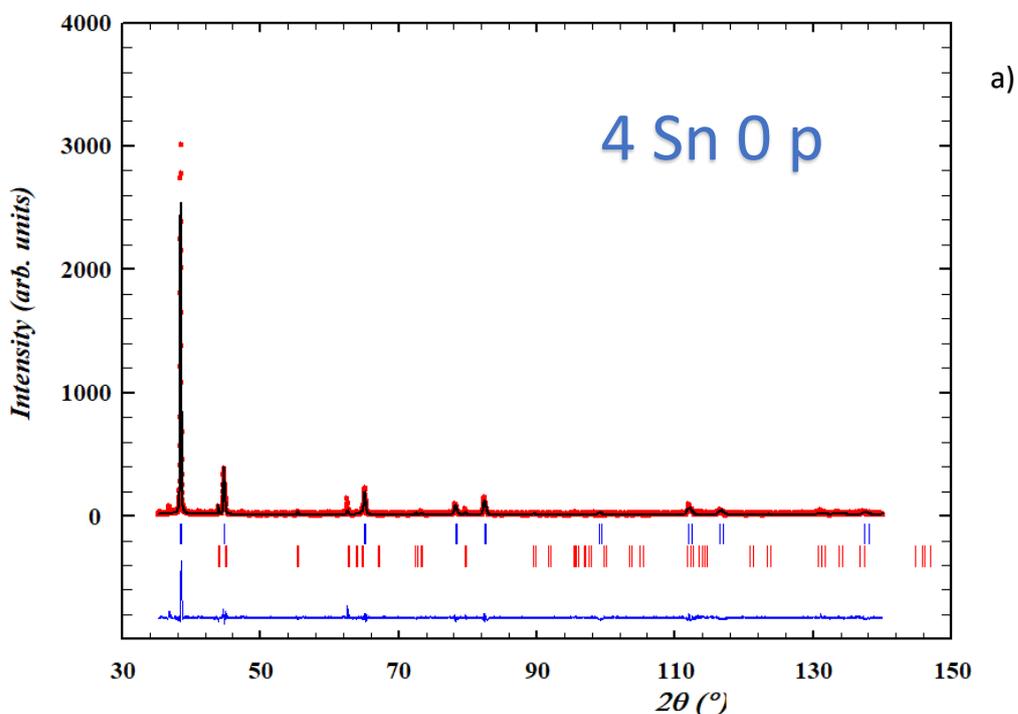
Difractograma con 4% Sn a 0,1 y 2 pasos de ECAP

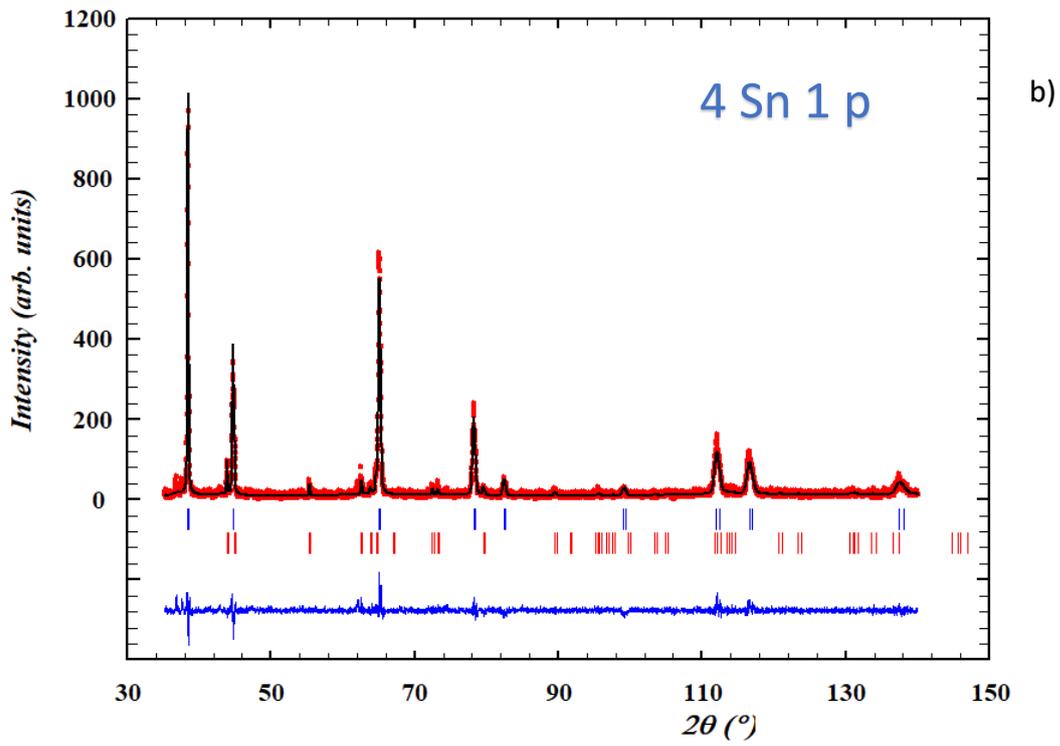
En la figura 3.12 se muestran los difractogramas para 0,1 y 2 pasos de ECAP con 4 Sn. Como se logra apreciar en este difractograma tenemos dos fases las cuales identificaremos con una pequeña barra color azul para el aluminio y con otra de color rojo para el estaño. También se muestra la diferencia entre el difractograma experimental y calculado por el refinamiento Rietveld (línea azul casi horizontal). En el primer caso correspondiente a 4Sn 0 pasos (figura 3.12a) muestra el pico 111 como anormalmente intenso, también se logran ver la contribución de los picos del estaño (líneas verticales de color rojo). La intensidad de los picos de difracción está relacionada a la concentración relativa de cada fase presente, en este caso en particular los picos del aluminio se mantienen como los más intensos debido a que es la fase con mayor concentración en volumen.

Posteriormente con 4Sn 1 paso (figura 3.12b) se logran ver una mayor cantidad de picos del aluminio, el pico (111) del aluminio tiene una intensidad casi normal a los otros picos de la misma fase. Los picos de la fase del estaño también contribuyen en el difractograma como claramente se logra ver el caso del pico (400) a $2\theta = 56.70$

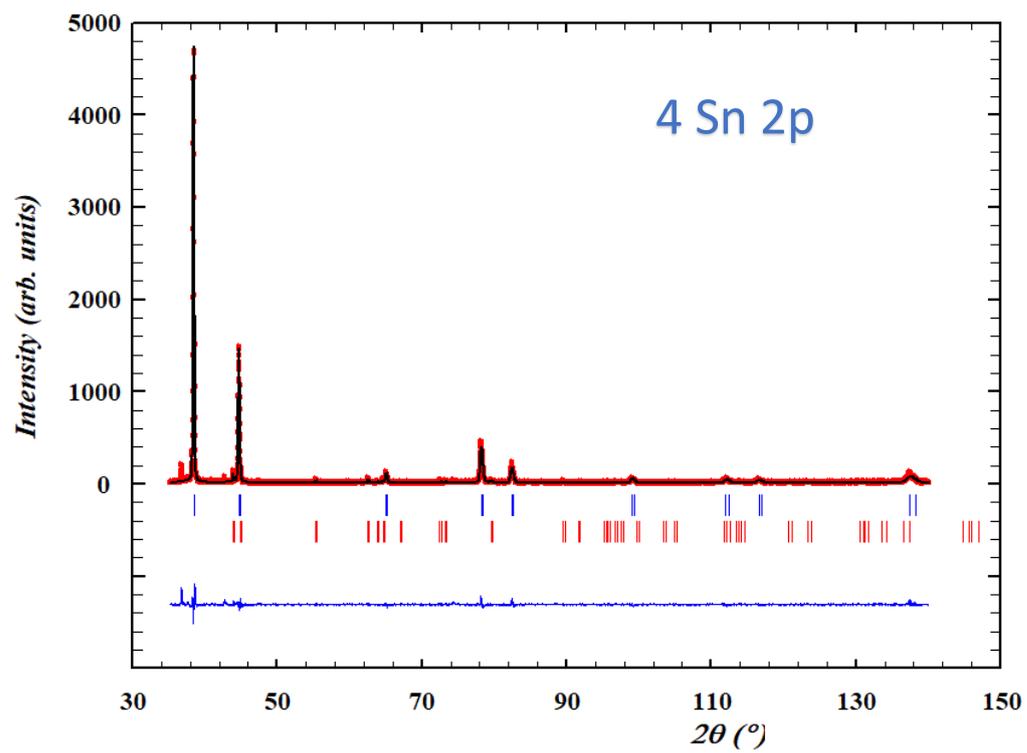
Finalmente, el difractograma para 4Sn 2p se logran ver el mismo hecho del caso anterior, donde plano (111) del aluminio tiene una intensidad relativa casi normal (granos aleatorios) respecto a los picos de la fase.

Como ya se mencionó, la anormal intensidad del pico (111) se pueda explicar en base a un efecto de textura que será mejor detallado en la sección 3.5.





b)



c)

Figura 3.12 Difractogramas de muestras con: **a)** 4% Sn 0 Paso, **b)** 4% Sn 1 Paso **c)** 4% Sn 2 pasos.

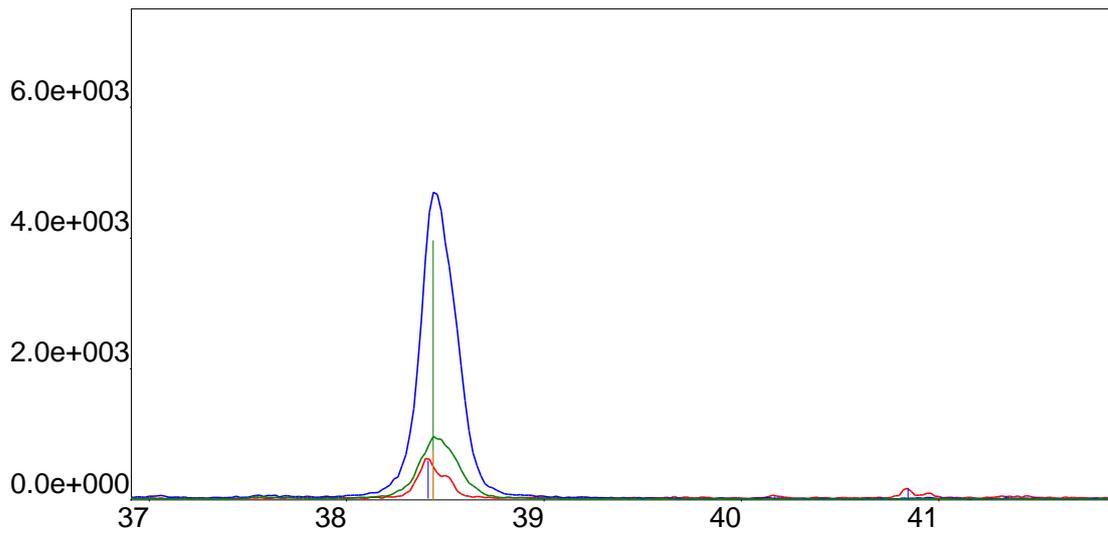


Figura 3.13 Planos (111) correspondientes al aluminio con 0,1,2 pasos de ECAP

Para el análisis de los anchos de los picos difracción, la figura 3.13. muestra los picos correspondientes al plano 111 para 0,1 y 2 pasos de ECAP. Nuevamente se observa una correlación entre la anchura de los picos y el número de pasos de ECAP (tabla 3.2). Sin embargo, el efecto es menor que lo observado en la tabla 3.1, por lo que concluimos que el estaño tiene un efecto de atenuador de las microdeformaciones.

Muestra	Parámetros	
	2θ	FWHM
4 Sn 0p (pico rojo)	38.425	0.095
4 Sn 1p (pico azul)	38.385	0.150
4 Sn 2p (pico verde)	38.458	0.179

Tabla 3.2 Resultados de los anchos de los picos para ,1 y 2 pasos de ECAP con 4Sn

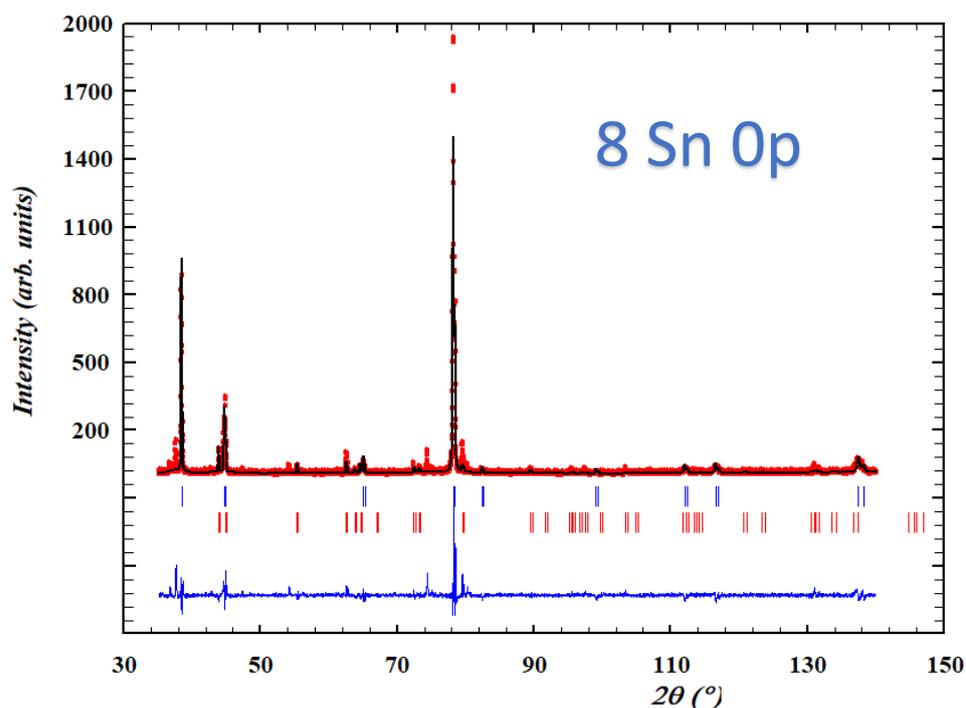
Difractograma con 8%Sn a 0,1 y 2 pasos de ECAP

En la figura 3.14a se puede ver los resultados que corresponden con 8Sn en donde el primer caso para 8Sn-0p podemos ver un difractograma formado por la contribución de los picos del Aluminio principalmente y de la fase del estaño como fase en menor cantidad respecto al primero. Claramente el pico (111) y el pico (311) a $2\theta=78.10$ se muestran como los de mayor intensidad.

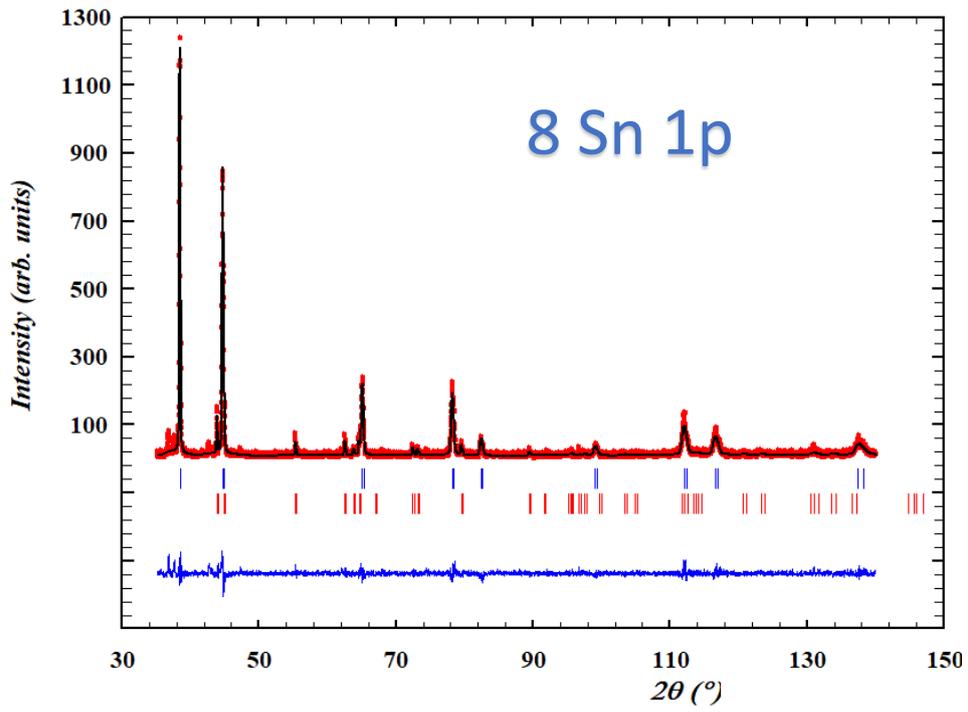
Posteriormente con 8Sn-1p se logra ver la contribución de ambas fases con una marcada diferencia en las intensidades de los picos del aluminio en este caso los picos (111) y (200).

Finalmente, en la figura 3.14c se muestra el difractograma para 8Sn 2p, en el cual se observan las contribuciones de ambas fases.

Al igual que en los casos anteriores, se realizará un estudio de la textura del material para esta composición, la cual se discutirá con más detalle en la sección 3.5

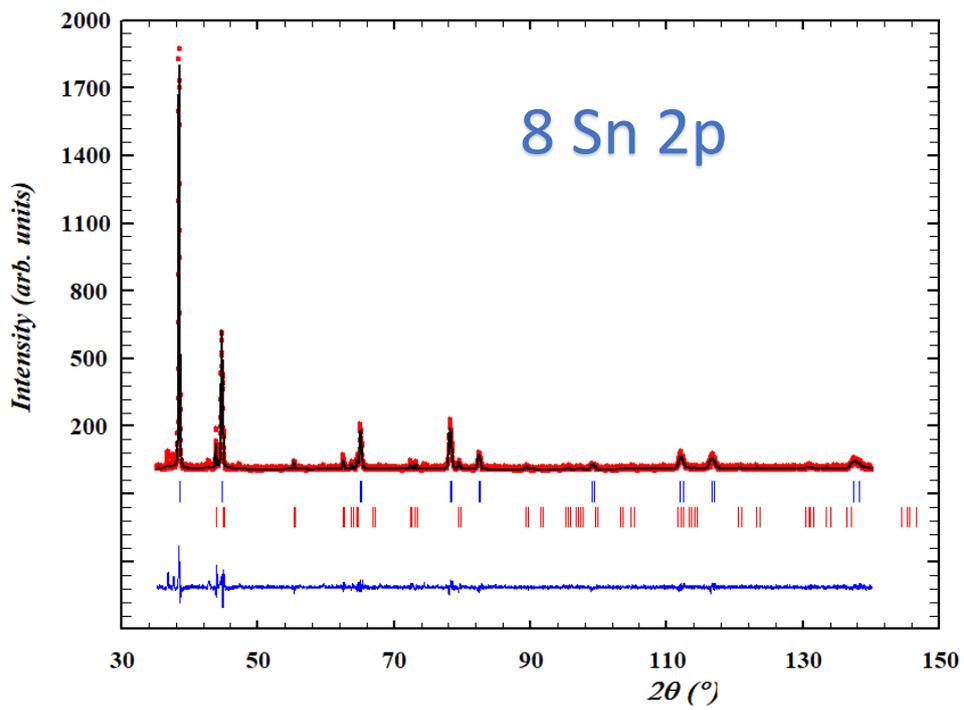


a)



8 Sn 1p

b)



c)

Figura 3.14 Difractogramas con 8% Sn a 0,1 y 2 pasos de ECAP **a)** 8%Sn 0 pasos **b)** 8%Sn 1 paso y **c)** 8% Sn 2 pasos.

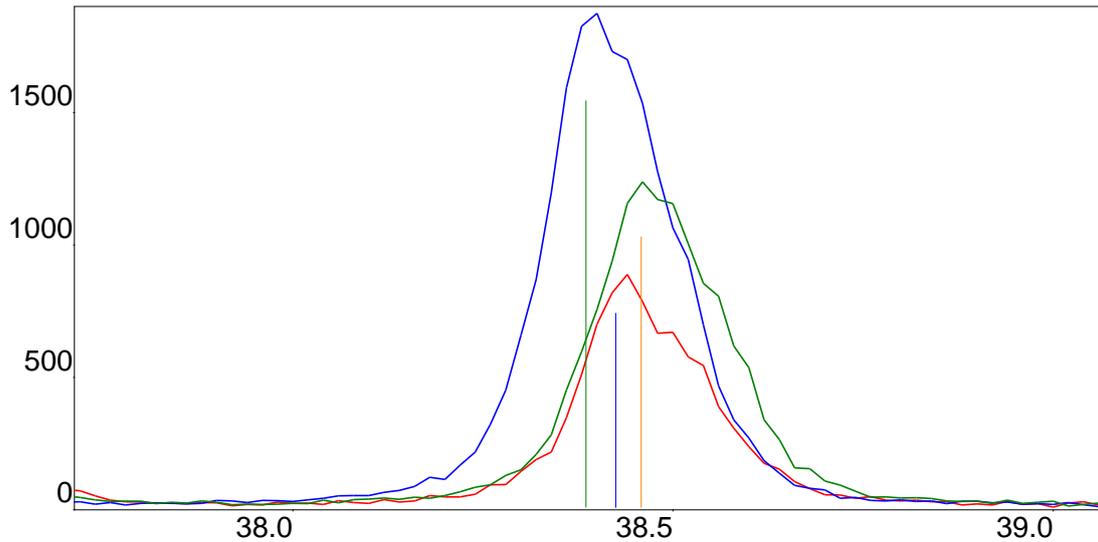


Figura 3.15 Planos (111) correspondientes al aluminio con 0,1,2 pasos de ECAP

En la figura 3.15 se muestran los picos del plano (111) que corresponden al aluminio, los cuales se extrajeron del refinamiento estructural por Rietveld con la finalidad de analizar los anchos de los picos de difracción, el cual como ya se mencionó anteriormente, está relacionado con las microdeformaciones dentro del material.

En la tabla 3.3 podemos ver los diferentes valores de FWHM que están asociados al ancho de los picos (111)). Contrariamente a los casos anteriores, no existe una correlación tan clara entre el número de pasos de ECAP y el ensanchamiento de los picos de difracción. Asumimos que esto es el resultado de la presencia del estaño, que probablemente juega un papel de relevador de esfuerzos dentro del material, hay que recordar que el estaño recristaliza a temperatura ambiente, por lo cual nunca tendrá esfuerzos almacenados debido al proceso.

Muestra	2θ	FWHM
8Sn 0p (pico rojo)	38.425	0.129
8 Sn 1p (pico azul)	38.385	0.150
8Sn 2p (pico verde)	38.458	0.148

Tabla 3.3 Resultados de los anchos de los picos para 0,1 y 2 pasos de ECAP con 8Sn

A continuación, se presentan en forma de tabla los resultados del refinamiento Rietveld de las diferentes muestras correspondientes a las diferentes cantidades de Sn a diferentes pasos de ECAP.

La comparación de los resultados se lleva a cabo de acuerdo con diferentes pasos de ECAP ya que esta forma permite comparar los resultados y visualizar los cambios producidos.

Caso a)

Los resultados presentados en la tabla 3.4a) corresponden a la muestra con 0Sn a 0, 1 y 2 pasos. En el primer caso se puede observar que el parámetro de red permanece constante y debida a la naturaleza de la muestra que no ha sido procesada por ECAP podemos observar una cantidad de microdeformaciones que se ven reflejadas en el valor de ϵ .

A 0Sn 1p de ECAP podemos observar nuevamente un parámetro de red que permanece constante al igual que el caso de anterior, un cambio significativo se produce en la cantidad de microdeformaciones que a 1 paso aumenta a casi tres veces el inicial ubicándose en 22.33.

Finalmente, para este caso con 0%Sn a 2 pasos, se logra ver nuevamente un parámetro de red que permanece constante y en cuanto a la cantidad de las microdeformaciones podemos observar un ligero aumento respecto a la muestra de 0 %Sn a 1 paso de ECAP.

Existen parámetros como las microdeformaciones que se pueden modificarse al incrementarse la deformación plástica en un material. Este fenómeno se presenta para 0Sn 1p, el proceso ECAP produce un incremento en el valor de ϵ significativo con un salto de 0 a 1 paso de ECAP y de 1 a 2 pasos de ECAP el incremento es menor en comparación al primer salto, para el caso en discusión se logra ver un aumento de casi el doble en la cantidad de micro deformaciones y de 1 paso a 2 pasos se logra ver un aumento ligero en el valor de ϵ .

Los resultados obtenidos mediante el método de refinamiento de estructuras por Rietveld, demuestra que la adición del estaño en Aluminio formando la aleación de Al-Sn no modifica los parámetros de red ya que el estaño no forma solución sólida con el aluminio y esto permite que el parámetro de red permanezca constante.

Caso b)

La segunda comparación correspondiente a las muestras de 0,1 y 2 pasos de ECAP con 4Sn, se logra ver casi el mismo fenómeno del caso "a" en el incremento de las microdeformaciones. Un aumento de 0 a 1 paso con casi tres veces de la cantidad de microdeformaciones inicial para el primer salto, y de 1 a 2 pasos un ligero incremento en la misma proporción al del caso "a".

Caso c)

La tercera comparación correspondiente a las muestras de 0,1 y 2 pasos con 8Sn, le logra ver un fenómeno con un primer salto en el incremento de las microdeformaciones de 0 a 1 paso se da en una proporción de casi el doble al igual que el caso "a", y para el caso de 1 paso a 2 pasos solo se produce un ligero cambio lo que conduce a una afirmación muy probable de que el estaño tiene un efecto sobre las microdeformaciones. El cual se puede manifestar como reducción en la cantidad de microdeformaciones a medida que aumenta el número de pasos.

Como resultado de introducir grandes deformaciones en el material se observan cambios en el perfil de los picos para los planos 111,200 y 220. Esto es debido a la creación de una orientación preferencial durante el proceso ECAP.

	0%Sn 0p	0%Sn 1p	0%Sn 2p
Parámetro red	4.049(3)	4.049(2)	4.049(9)
Chi2, RB, Rf	2.98,9.72,5.69	3.95,7.03,3.08	1.67,7.74,6.74
Épsilon x10000	14.7	24.3	26.4

a)

	4%Sn 0p	4%Sn 1p	4%Sn 2p
Parámetro red	4.049(2)	4.049(2)	4.049(6)
Chi2, RB, R	8.86,6.63,3.33	1.88,5.41,3.96	1.54,8.27,4.88
Épsilon x 10000	8.8	22.3	24.2

b)

	8%Sn 0p	8%Sn 1p	8%Sn 2p
Parámetro red	4.048(7)	4.049(4)	4.048(8)
Chi2, RB, R	2.57,10.6,5.69	1.88,9.25,5.87	1.62,8.79,5.26
Épsilon x 10000	8.3	22.4	22.7

c)

Tabla 3.4 a) Refinamiento para 0, 1y 2 pasos con 0% Sn b) Refinamiento para 0,1 y 2 pasos con 4% Sn c) Refinamiento para 0,1 y 2 pasos con 8

3.1.2 Figuras de polos

La interpretación de la textura cristalográfica mediante figura de polos se obtuvo por DRX analizando los planos (111), (200) y (220), es una forma directa de ver la existencia de una posible orientación preferencial debida al proceso de deformación plástica. Cuando es difícil la interpretación directa por medio de las FPs se recurre a las ODFs, en nuestro caso utilizando la paquetería Matlab y el toolbox MTEX.

La interpretación correcta de la textura cristalográfica es importante ya que la existencia de una cierta textura puede afectar las propiedades mecánicas del material.

La presencia del estaño en aluminio a porcentaje a 4% Y 8% no tiene mayores repercusiones en cuanto a los resultados obtenidos de las orientaciones preferenciales que prevalecen en el aluminio, una posible contribución del estaño podría localizarse en las fronteras de grano como ya se mencionó anteriormente en la sección 3.2.

Dicho lo anterior presentamos la primera parte de los resultados que corresponden a las muestras con 0 pasos de ECAP a (0,4 y 8)Sn en donde podemos ver la falta de estadística de planos direccionales se refleja en los resultados obtenidos (figura 3.17) para las muestras de 0 pasos, debido a las condiciones del material se tienen granos relativamente grandes de tamaño de algunos cientos de micras, con lo cual impide obtener la proyección de alguna dirección preferencial y en donde el único resultado posible para un caso de esta naturaleza es la nula visibilidad de zonas puntuales intensas en las figuras de polos.

Un resultado con estas características permite afirmar con certeza que no existe alguna dirección preferencial que cuente con suficiente estadística para poder ser representada mediante figuras de polos.

En la figura 3.13 se puede observar las direcciones DN, DT y DE en él se busca mostrar la forma de cómo se obtuvieron los resultados.

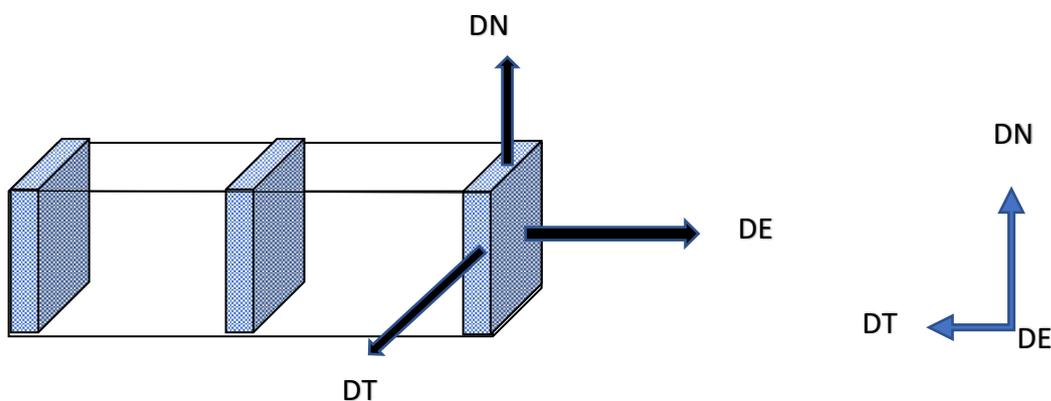


Figura 3.16 Direcciones de la probeta analizada extruida por ECAP

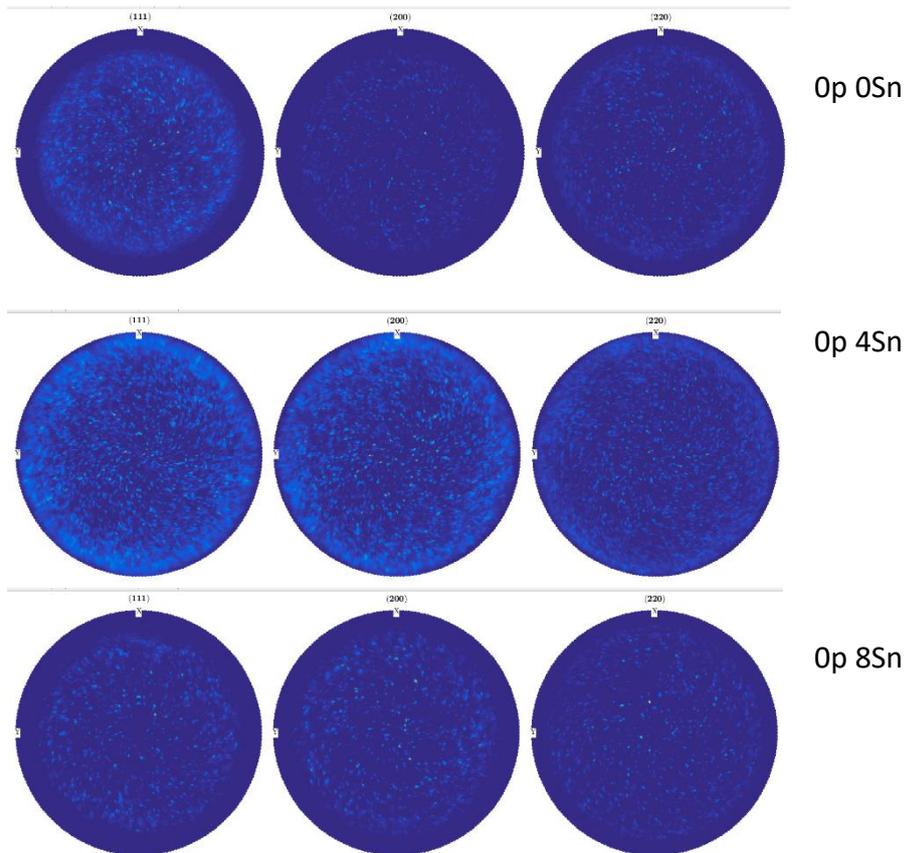


Figura 3.17 Figura de polos para 0 pasos con (0,4,8) % de estaño

Caso I para (1 paso)

Los cambios producidos por el proceso únicamente se logran revelar al analizar las muestras a 1 y 2 pasos independientemente de la cantidad de estaño, para este caso en particular (figura 3.19). La naturaleza de la deformación genera cambios en la microestructura, uno de estos cambios es la alineación de una población de granos en una dirección específica. Para poder analizar e interpretar las figuras de polos e inversa de polos, ilustramos de forma representativa en la figura 3.18 la FP Y FIP de la textura cobre (figura 3.18) cuyas componentes se representan como (112) (11-1).

La textura producida por ECAP se logra observar claramente a 1 paso de ECAP en el cual se manifiesta una textura preferencial. El caso de 1p 0Sn es el punto de partida, aquí se inicia un cambio notable en la textura producida por ECAP, en el cual se logra ver una textura con los componentes (112) (11-1) conocida como textura cobre, para una adición de 4Sn y 8Sn se logra ver las mismas componentes de la textura cobre.

La textura (112) (11-1) generada a 0Sn 1p se mantiene a 1p 4Sn y 1p 8Sn, lo anterior también confirma que el estaño no logra producir cambios determinantes en la textura cristalográfica.

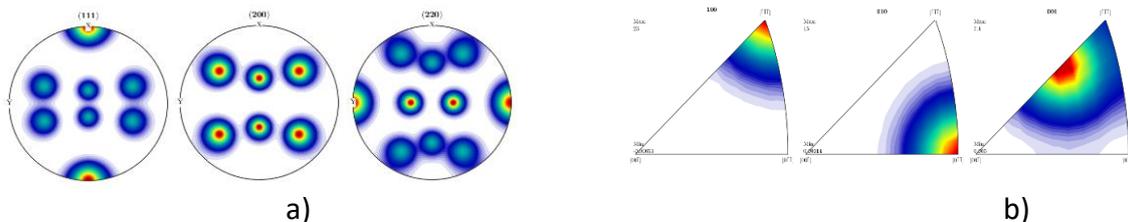


Figura 3.18 a) Figura de polos de la textura cobre, b) Figura inversa de polos de la textura cobre

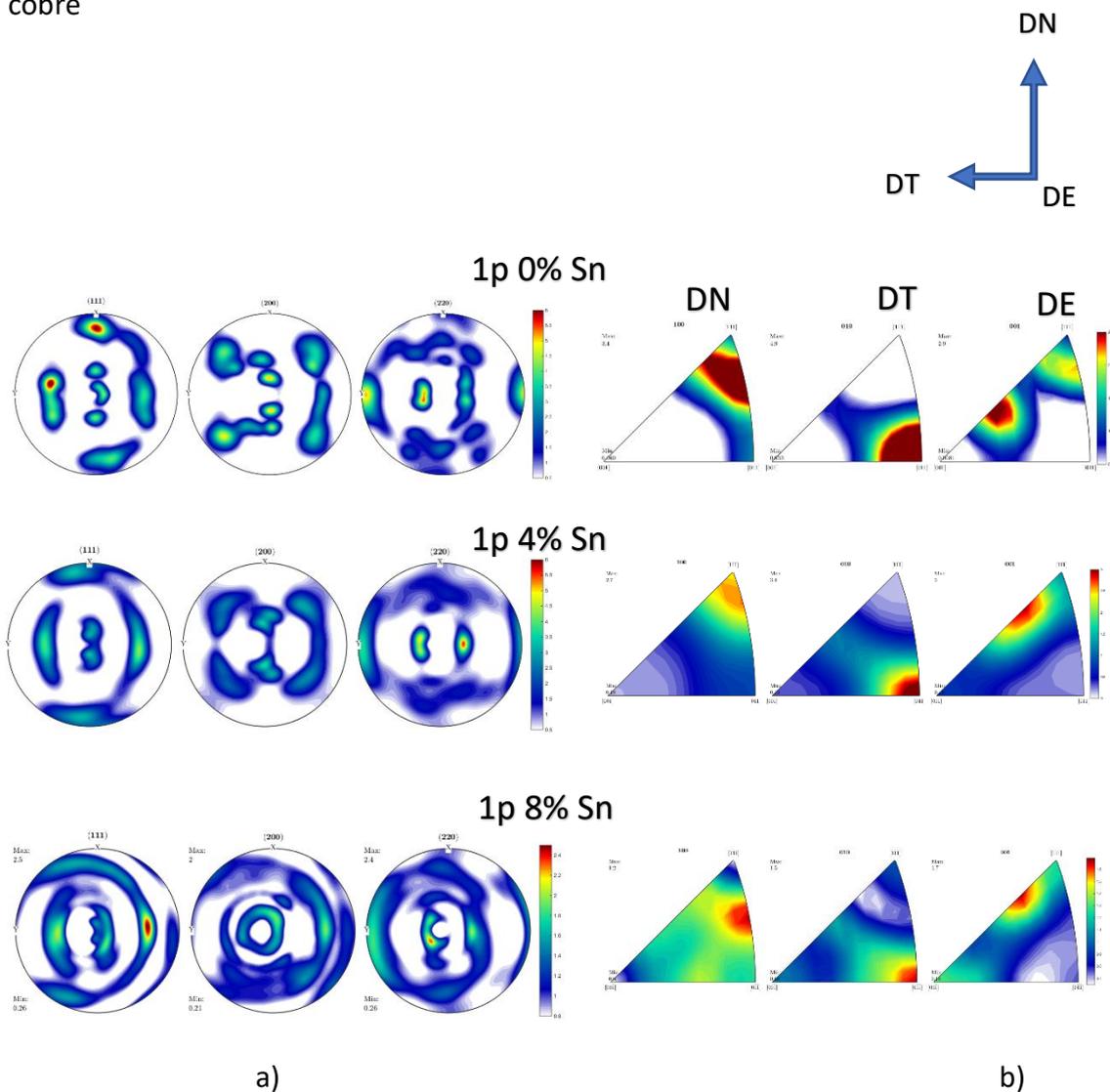


Figura 3.19 a) Figura de polos 1 paso de ECAP y b) figura inversa de polos 1 paso de ECAP

Caso II (2 pasos)

A 2 pasos de ECAP con una adición de (4 y 8) % Sn se puede ver la formación de una textura tipo cobre cuyas componentes son (112) (11-1).

Si analizamos las figuras inversas de polos podemos afirmar para el caso figura 3.20b que los planos (111) están alineados a la dirección extrusión de la muestra con una población relativamente intensa para ambos contenidos de estaño.

El caso II para 2 pasos logra mantener la misma componente de textura con un aumento en la cantidad de granos orientados con la componente (112) (11-1), en donde la textura cobre se mantiene sin modificaciones. El caso de 4Sn no logra tener una contribución directa sobre la textura y este mismo caso se logra ver para el caso de 8Sn.

Las figuras inversas de polos presentadas en la figura 3.20 b) relaciona la orientación de la celda cristalina con los ejes (x, y, z) de la muestra, dicho de otra forma, nos permite ver la alineación de algún plano respecto algunos de los ejes, el caso de 2 pasos 0%Sn muestra una alineación de los planos (001) con la dirección transversal de la muestra para ambos porcentajes de estaño.

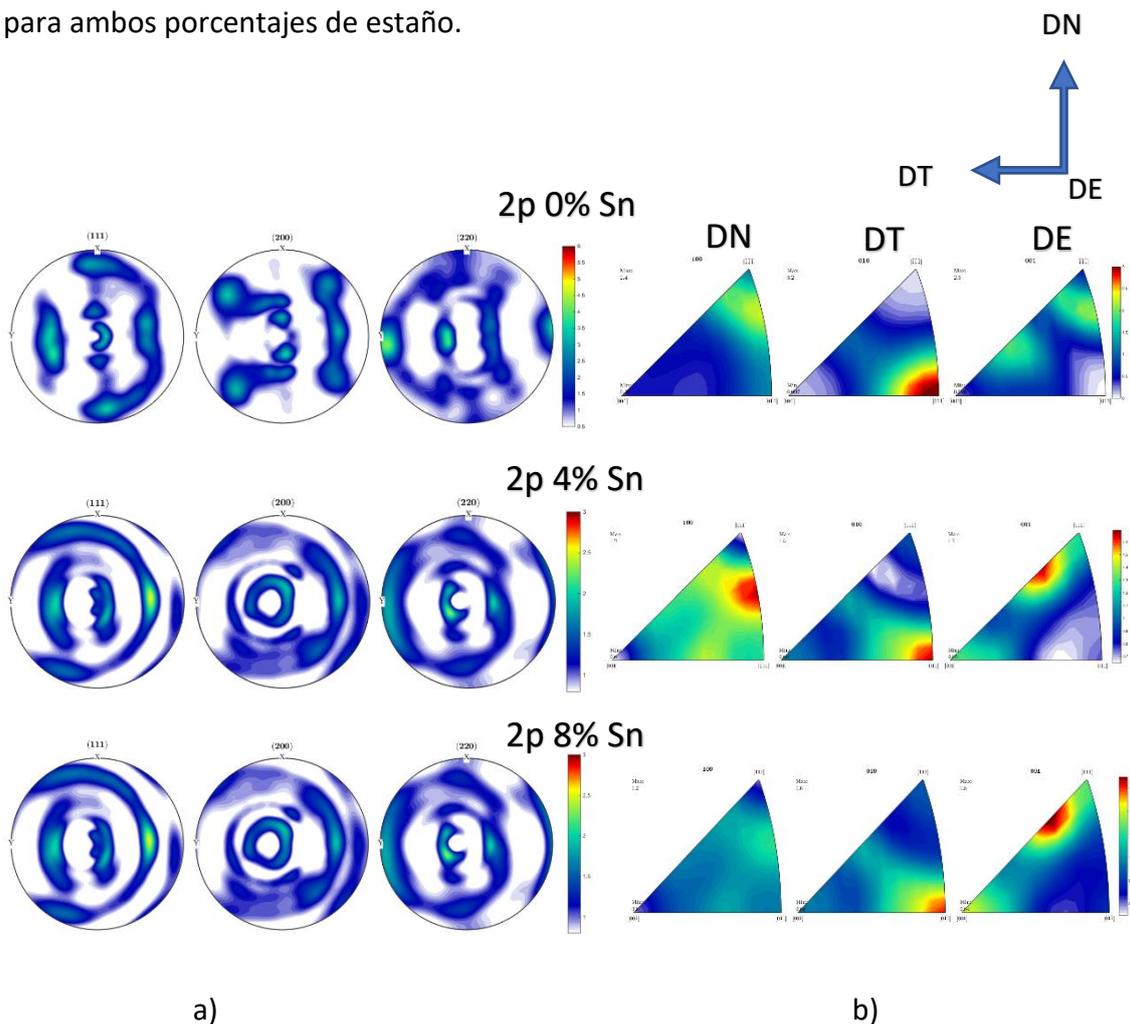


Figura 3.20 a) Figura de polos para 2 pasos ECAP con (0,4,8) % Sn b) Figura inversa de polos

3.1.3 Función de distribución de orientaciones

Las ODF's representativas de la textura de cobre cuya componente principal es (112) [11-1], la cual se usará para poder realizar las comparaciones de las ODF's calculadas.

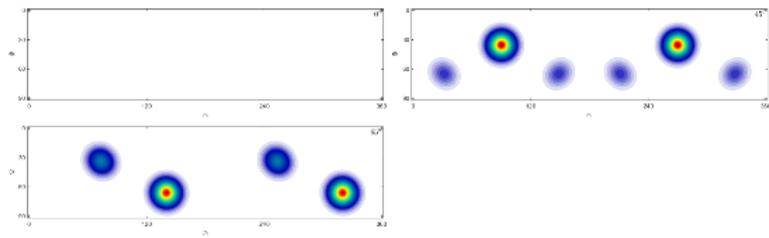
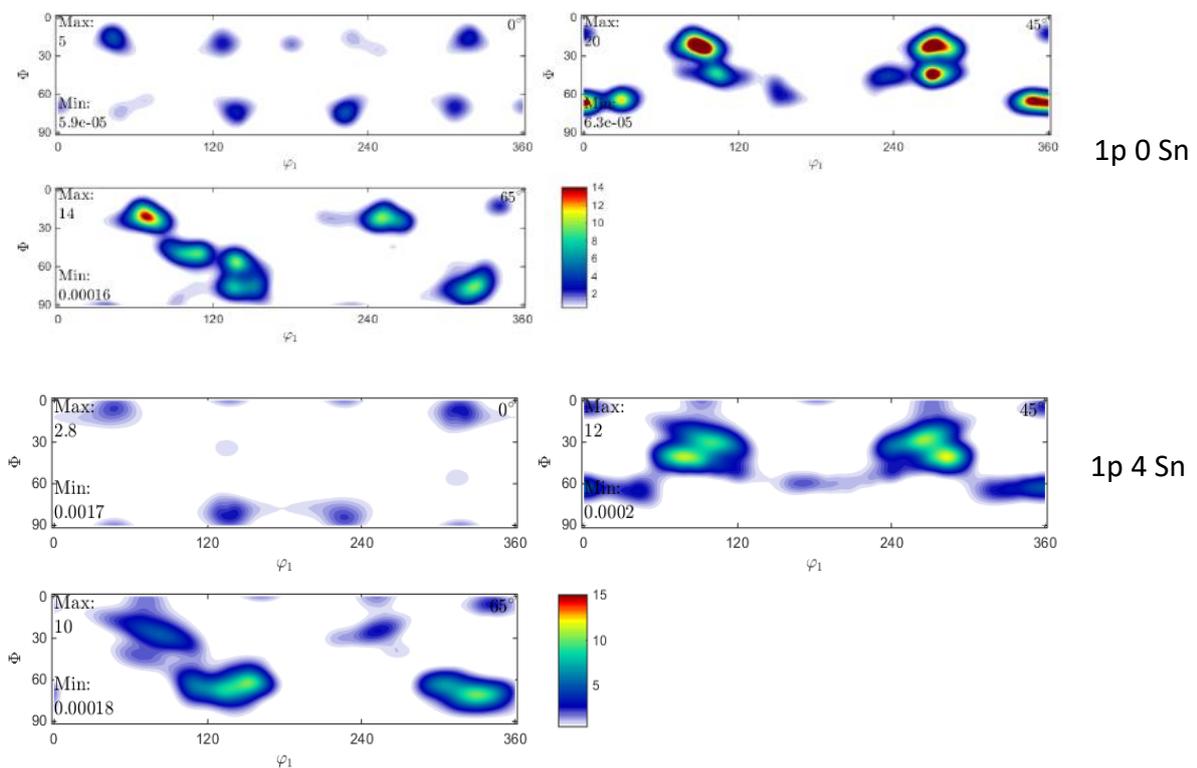
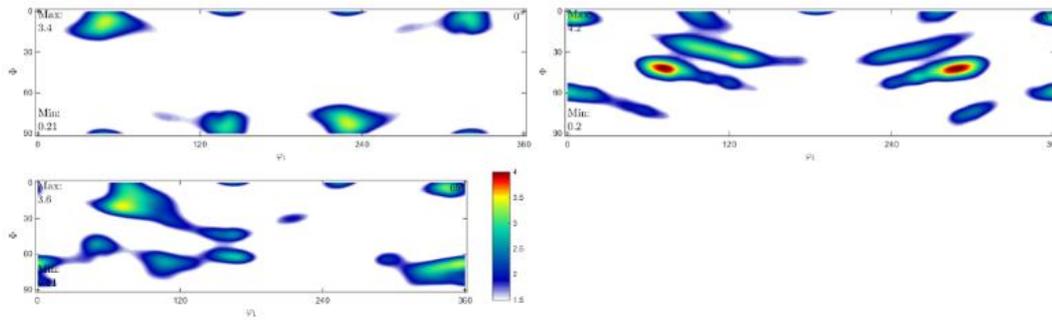


Figura 3.21 ODF representativa de la textura cobre $\Phi_2 = 0, 45, 65$





1p 8 Sn

Figura 3.22 ODF's calculadas para 1 paso

A 1 p xSn (x=0,2,8) se puede ver una textura con la componente de cobre (112) (11-1).

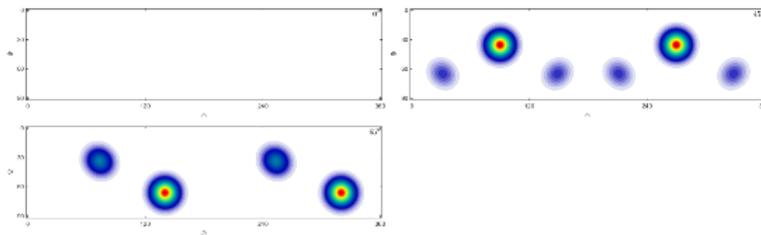
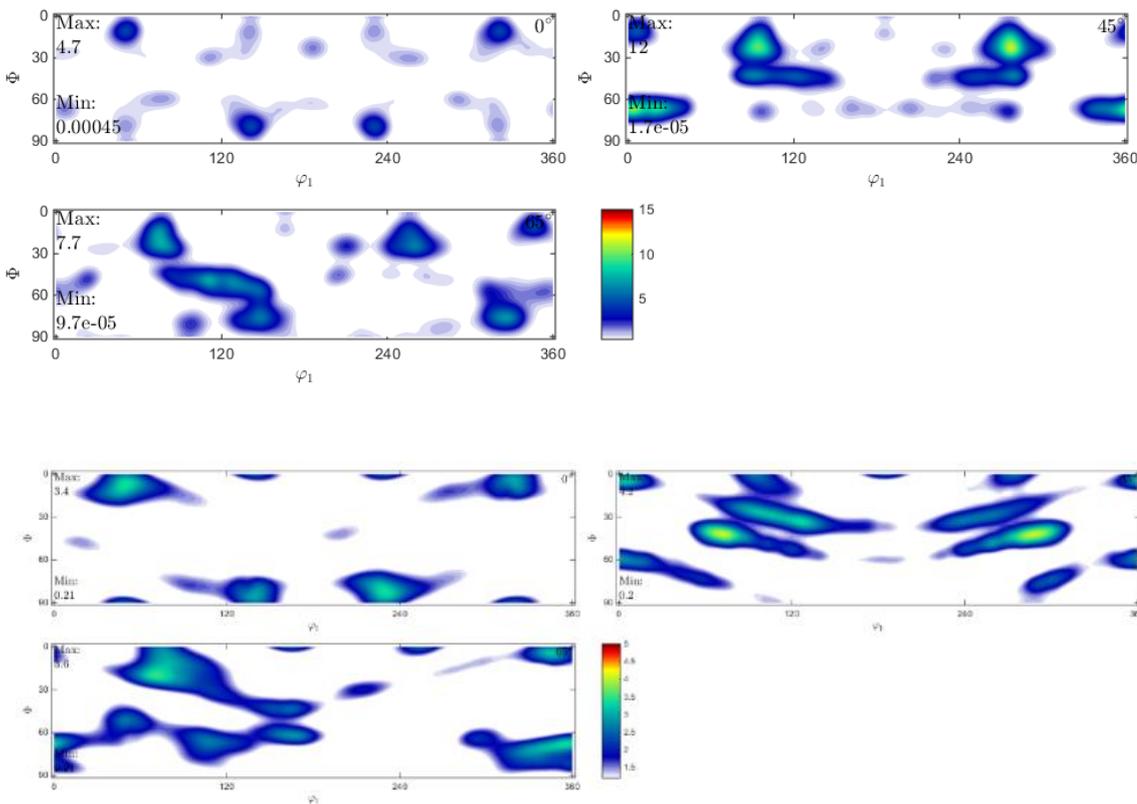


Figura 3.23 ODF representativa de la textura cobre



2p 0 Sn

2p4 Sn

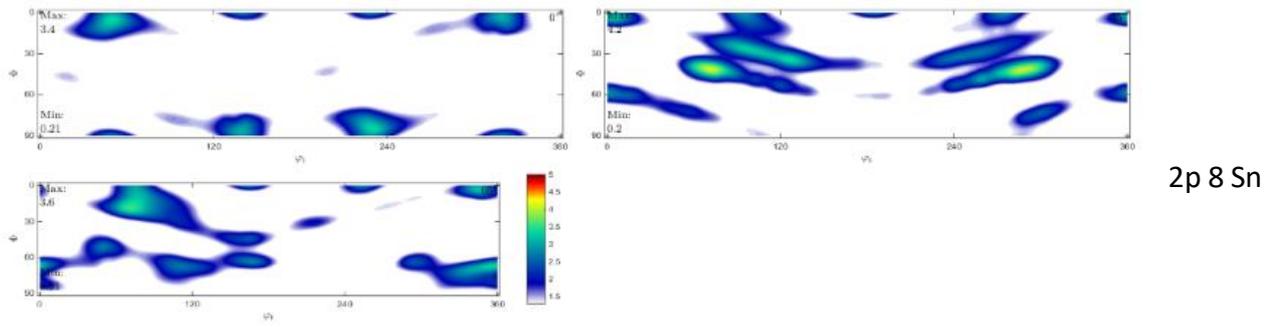


Figura 3.24 ODF para 2 pasos de ECAP

Al igual que las FP las ODF's para 0 pasos se descartan ya que la información contenida en ellas no contiene información de la cual podamos obtener información relevante.

3.2 Endurecimiento local (Dureza Vickers (HV))

La deformación a diferentes pasos de ECAP produce un endurecimiento del material a medida que aumentan los números de pasos, los resultados de dureza para los casos en estudio se realizaron sobre la muestra en dirección diagonal (figura 3.21)

En la figura 3.21. Se muestra la gráfica de las mediciones de dureza para las muestras con 0%Sn, 4%Sn y 8%Sn con 0,1 y 2 pasos de ECAP. En él se puede apreciar que la dureza aumenta a medida que aumenta el número de pasos y que el contenido de Sn juega un papel importante en los pasos 1 y 2 de ECAP.

0 pasos de ECAP

A 0 pasos de ECAP se puede observar de acuerdo con la figura una baja dureza respecto a 1 y 2 pasos de extrusión, en donde los valores logran ubicarse por debajo de 80 HV.

1 paso de ECAP

A 1 paso de ECAP podemos ver un valor máximo en la dureza con 92 HV para la muestra de 0%Sn 1 paso posteriormente con 4%Sn 1 paso se logra ver una disminución de la dureza ubicándose en un valor de 80.5 y el último caso es para 8% Sn 1 paso en el cual la dureza aumenta ligeramente ubicándose en una dureza de 83 HV.

1 pasos de ECAP

El último caso corresponde a 2 pasos de ECAP en el cual se logra ver una disminución de la dureza para 0%Sn 2 pasos respecto a la de 0%Sn 1 paso, un fenómeno muy parecido se aprecia para los casos de 4%Sn 2 pasos y 8%Sn 2 pasos.

De acuerdo a los resultados presentados en la Figura 3.21 Se observa de forma general un aumento en la dureza 95 HV y para 2 pasos con 0% Sn con 95 HV y se puede ver una

disminución de la dureza con 4% de Sn a 2 pasos y una misma tendencia se puede observar con 8%Sn 2 pasos.

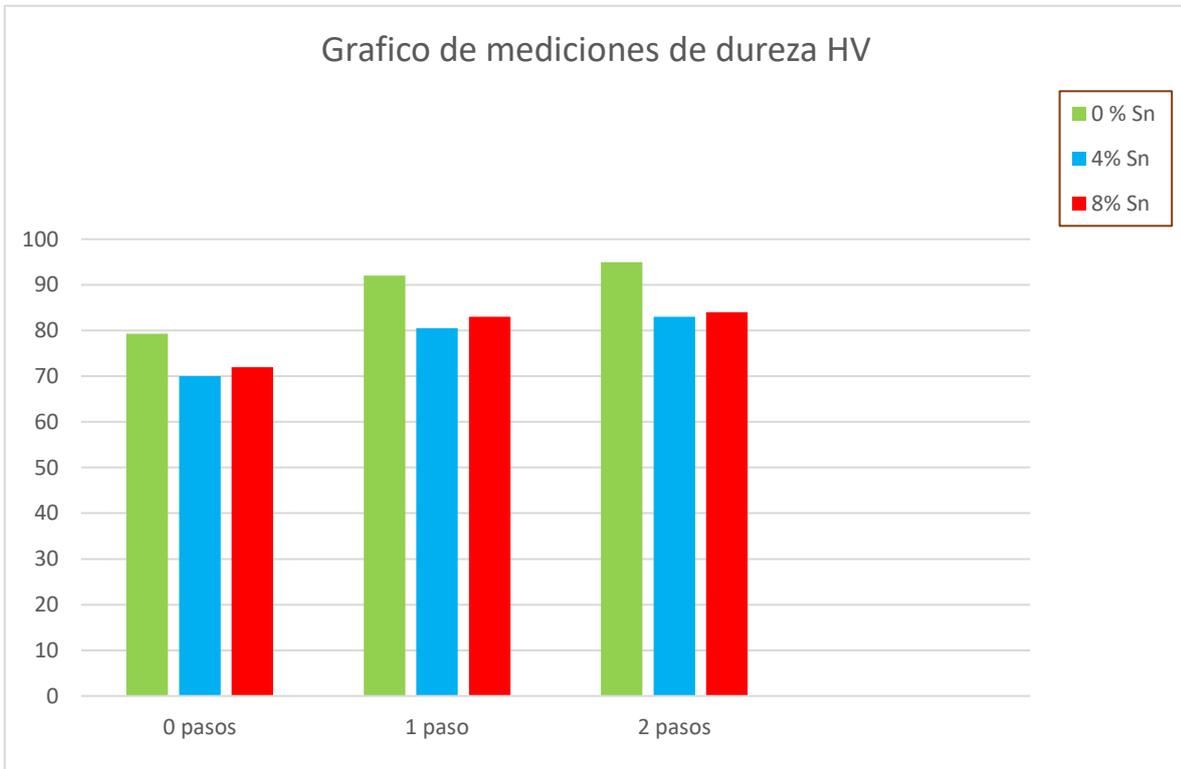


Figura 3.25 Dureza con de 0,1 y 2 pasos de ECAP

De acuerdo a la literatura, la dureza aumenta a medida que aumenta el número de pasos de ECAP, el caso en estudio sucede lo esperado un cambio gradual de las mediciones de dureza llegando a un máximo a 2 pasos de ECAP.

Capítulo IV

Conclusiones

En base a los objetivos planteamos en este estudio, podemos concluir lo siguiente:

1. A nivel microestructural se observa un pequeño refinamiento de grano conforme se aumenta la deformación o el número de pasos. El estaño tiende a delimitar las fronteras de grano haciéndolas claramente visibles.
2. Los resultados de rayos X analizados mediante el refinamiento Rietveld muestran que a medida que aumenta el número de pasos de ECAP podemos ver un aumento en la cantidad de las microdeformaciones. Con la adición de Sn la cantidad de microdeformaciones disminuye a medida que aumenta el número de pasos, por lo cual el Sn contribuye a la relajación de esfuerzos en el material. El parámetro de red del aluminio permanece constante con la adición de (4 y 8) Sn, esto último es debido a que el estaño no tiene solubilidad en el aluminio.
3. La textura del material se obtuvo al analizar las figuras de polo (111), (200) y (220). Se identificó la componente de textura (112) [11-1] formada desde el 1er. paso y que se mantiene hasta el 2do. paso de ECAP. Los resultados anteriores fueron confirmados por la función de distribución de orientaciones.
4. Finalmente, en los tres casos en estudio, se muestra una correlación entre la dureza y la deformación aplicada, logrando una mayor dureza para el caso de 2p0Sn. Los casos para 1 y 2 pasos con 4Sn y 8Sn se logra ver el mismo efecto anterior, pero con valores por debajo del primer caso analizado.

Contribuciones originales

Las contribuciones originales son las siguientes

1. Aplicación de la técnica ECAP en la aleación Al-xSn ($x=0,4,8$, % en peso), para entender el proceso de refinamiento de grano y el efecto sobre la textura cristalográfica.
2. Comprensión del papel del Sn en la aleación durante la deformación por el proceso ECAP.
3. Posible aplicación de la aleación Al-xSn ($x=0,4,8$, % en peso) en cojinetes debido a sus propiedades tribológicas.

Bibliografía

Libros

1. William F. Smith Javad Hashemi. Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales, cuarta edición. 1900
2. Dieter George. Mechanical Metallurgy. Tercera edición. Edit. McGraw-Hill. USA 1986
3. Askeland Donald R. Ciencia e ingeniería de los materiales. cuarta edición. 2006
4. D. Verhoeven. John. Fundamentos de metalurgia física. Primera edición. Editorial Limusa.1987
5. D. Callister William, G. Rethwish. Ciencia e ingeniería de materiales. Segunda edición. Editorial Reverté. 2016
6. Gandarilla Cruz Francisco, Cabañas Moreno Gerardo, Ortega Avilés Mayahuel. Aplicaciones de la Difracción de Rayos X a Materiales Policristalinos.

Artículos especializados

7. Minoru Furukawa, Zenji Horita, Terence G. Langdon. Principles of deformation in single crystals of two different orientations processed by ECAP.
8. Cheng Xu, Terence G. Langdon. Principles of ECAP conform as a continuous process for achieving grain refinement.
9. Ehab A. El-Danaf. Texture evolution and fraction of favorably oriented fibers in commercially pure aluminum processed to 16 ECAP pass.
10. C. Hernandez, I.A. Figueroa, I. Alfonso, C. Braham, P. Castillo, and G. Gonzalez, Microestructure and textura evolution of the Al-20Sn alloy processed by equal channel angular pressing using route C, "Mater. Trans, vol. 56, no. 1, pp. 40-45. 2015
11. Irene J. Beyerlein, László S. Tóth. Texture evolution in ECAP.
12. Olaf Engler-Valerie Randle. Introduction to textura análisis Macrotexture, and Orientation Mapping. CRC Press.
13. Prokofiev, E. A., Jorge, J. M., Botta, W. J., & Valiev, R. Z. (2014). Development of Ultrafine-Grained Metals by Equal-Channel Angular Pressing. Comprehensive Materials Processing, 3, 187–209.

14. Wang, S. C., Starink, M. J., Gao, N., Qiao, X. G., Xu, C., & Langdon, T. G. (2008). Texture evolution by shear on two planes during ECAP of a high-strength aluminum alloy. *Acta Materialia*, 56(15), 3800–3809.
15. El Aal, M. I. A. (2012). The effect of the pre-homogenization treatment on the fracture characteristics and wear properties of ECAPed Al-Cu alloys. *Materials Science and Engineering A*, 539, 308–323.
16. Xu, C., Furukawa, M., Horita, Z., & Langdon, T. G. (2005). The evolution of homogeneity and grain refinement during equal-channel angular pressing: A model for grain refinement in ECAP. *Materials Science and Engineering: A*, 398(1–2), 66–76.
17. Lee, S. C., Ha, S. Y., Kim, K. T., Hwang, S. M., Huh, L. M., & Chung, H. S. (2004). Finite element analysis for deformation behavior of an aluminum alloy composite containing SiC particles and porosities during ECAP. *Materials Science and Engineering: A*, 371(1–2), 306–312.
18. Reyes-Ruiz, C., Figueroa, I. A., Braham, C., Cabrera, J. M., Alfonso, I., & Gonzalez, G. (2015). Texture and lattice distortion study of an Al-6061-T6 alloy produced by ECAP. *Materials Transactions*, 56(11).
19. Alhajeri, S. N., Gao, N., & Langdon, T. G. (2011). Hardness homogeneity on longitudinal and transverse sections of an aluminum alloy processed by ECAP. *Materials Science and Engineering: A*, 528(10–11), 3833–3840.
20. Fukuda, Y., Oh-ishi, K., Furukawa, M., Horita, Z., & Langdon, T. G. (2006). Influence of crystal orientation on ECAP of aluminum single crystals. *Materials Science and Engineering: A*, 420(1–2), 79–86.
21. Venkateswarlu, K., Rajinikanth, V., Ray, A. K., Xu, C., & Langdon, T. G. (2010). The characteristics of aluminum–scandium alloys processed by ECAP. *Materials Science and Engineering: A*, 527(6), 1448–1452.
22. Furui, M., Kitamura, H., Anada, H., & Langdon, T. G. (2007). Influence of preliminary extrusion conditions on the superplastic properties of a magnesium alloy processed by ECAP. *Acta Materialia*, 55(3), 1083–1091.
23. Blum, W., Dvořák, J., Král, P., Eisenlohr, P., & Sklenička, V. (2014). Effect of grain refinement by ECAP on creep of pure Cu. *Materials Science and Engineering: A*, 590, 423–432.
24. Xu, C., Schroeder, S., Berbon, P. B., & Langdon, T. G. (2010). Principles of ECAP–Conform as a continuous process for achieving grain refinement: Application to an aluminum alloy. *Acta Materialia*, 58(4), 1379–1386.
25. Wang, Y. L., Lapovok, R., Wang, J. T., Qi, Y. S., & Estrin, Y. (2015). Thermal behavior of copper processed by ECAP with and without back pressure. *Materials Science and Engineering: A*, 628, 21–29.
26. Stepanov, N. D., Kuznetsov, A. V., Salishchev, G. a., Raab, G. I., & Valiev, R. Z. (2012). Effect of cold rolling on microstructure and mechanical properties of copper subjected to ECAP with various numbers of passes. *Materials Science and Engineering: A*, 554, 105–115.
27. Ranjbar Bahadori, S., Dehghani, K., & Bakhshandeh, F. (2013). Microstructure, texture and mechanical properties of pure copper processed by ECAP and subsequent cold rolling. *Materials Science and Engineering: A*, 583, 36–42.
28. Molodova, X., Gottstein, G., Winning, M., & Hellmig, R. J. (2007). Thermal stability of ECAP processed pure copper. *Materials Science and Engineering: A*, 460–461, 204–213.

29. Khan, A. S., & Meredith, C. S. (2010). Thermo-mechanical response of Al 6061 with and without equal channel angular pressing (ECAP). *International Journal of Plasticity*, 26(2), 189–203.
30. Chowdhury, S. G., Xu, C., & Langdon, T. G. (2008). Texture evolution in an aluminum alloy processed by ECAP with concurrent precipitate fragmentation. *Materials Science and Engineering: A*, 473(1–2), 219–225.
31. Kotan, G., Tan, E., Kalay, Y. E., & Gür, C. H. (2013). Homogenization of ECAPed Al 2024 alloy through age-hardening. *Materials Science and Engineering A*, 559(0921), 601–606.
32. Miyamoto, H., Ikeda, T., Uenoya, T., Vinogradov, A., & Hashimoto, S. (2011). Reversible nature of shear bands in copper single crystals subjected to iterative shear of ECAP in forward and reverse directions. *Materials Science and Engineering: A*, 528(6), 2602–2609.
33. Zha, M., Li, Y., Mathiesen, R., Bjørge, R., & Roven, H. J. (2014). Microstructure, hardness evolution and thermal stability of binary Al-7Mg alloy processed by ECAP with intermediate annealing. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 24(7), 2301–2306.
34. Li, B., Joshi, S., Azevedo, K., Ma, E., Ramesh, K. T., Figueiredo, R. B., & Langdon, T. G. (2009). Dynamic testing at high strain rates of an ultrafine-grained magnesium alloy processed by ECAP. *Materials Science and Engineering: A*, 517(1–2), 24–29.
35. Xu, C., Furukawa, M., Horita, Z., & Langdon, T. G. (2003). Using ECAP to achieve grain refinement, precipitate fragmentation and high strain rate superplasticity in a spray-cast aluminum alloy. *Acta Materialia*, 51(20), 6139–6149.
36. Mckenzie, P. W. J., & Lapovok, R. (2010). ECAP with back pressure for optimum strength and ductility in aluminium alloy 6016. Part 1: Microstructure. *Acta Materialia*, 58(9), 3198–3211.
37. Deng, G. Y., Lu, C., Su, L. H., Liu, X. H., & Tieu, A. K. (2012). Modeling texture evolution during ECAP of copper single crystal by crystal plasticity FEM. *Materials Science and Engineering: A*, 534, 68–74.
38. Wang, S. C., Starink, M. J., Gao, N., Xu, C., & Langdon, T. G. (2005). GRAIN STRUCTURE AND TEXTURE DEVELOPMENT DURING ECAP OF TWO HEAT-TREATABLE AL-BASED ALLOYS. *Mechanical Engineering*.
39. Chen, Y. J., Chai, Y. C., Roven, H. J., Gireesh, S. S., Yu, Y. D., & Hjelen, J. (2012). Microstructure and mechanical properties of Al-xMg alloys processed by room temperature ECAP. *Materials Science and Engineering: A*, 545(7491), 139–147.
40. Físicas, F. D. E. C., & Si, a L. Y. A.-. (2008). EFECTO DEL PROCESADO POR EXTRUSIÓN EN CANAL ANGULAR CONSTANTE (ECAP) EN LA MICROESTRUCTURA Y LAS PROPIEDADES MECÁNICAS DE DOS ALEACIONES DE ALUMINIO: AL 7075 Y AL-7%SI MEMORIA. *Tesis*.
41. El-Danaf, E. a., Soliman, M. S., Almajid, A. a., & El-Rayes, M. M. (2007). Enhancement of mechanical properties and grain size refinement of commercial purity aluminum 1050 processed by ECAP. *Materials Science and Engineering: A*, 458(1–2), 226–234.
42. Yang Gon Kim. Effect of equal channel angular pressing routes on high strain rate deformation behavior of ultra-fine
43. Aal, M. I. A. El. (2011). Influence of the pre-homogenization treatment on the microstructure evolution and the mechanical properties of Al-Cu alloys

- processed by ECAP. *Materials Science and Engineering A*, 528(22–23), 6946–6957.
44. Liang, W., Bian, L., Xie, G., Zhang, W., Wang, H., & Wang, S. (2010). Transformation matrix analysis on the shear characteristics in multi-pass ECAP processing and predictive design of new ECAP routes. *Materials Science and Engineering: A*, 527(21–22), 5557–5564.
 45. Wang, S. C., Starink, M. J., Gao, N., Qiao, X. G., Xu, C., & Langdon, T. G. (2008). Texture evolution by shear on two planes during ECAP of a high-strength aluminum alloy. *Acta Materialia*, 56(15), 3800–3809.
 46. Saleh N. Alhajeri. A convergent-beam electron diffraction study of strain homogeneity in severely strained aluminum processed by equal-channel angular pressing
 47. Kotan, G., Tan, E., Kalay, Y. E., & Gür, C. H. (2013). Homogenization of ECAPed Al 2024 alloy through age-hardening. *Materials Science and Engineering A*, 559(0921), 601–606.
 48. Lee, S., Utsunomiya, a., Akamatsu, H., Neishi, K., Furukawa, M., Horita, Z., & Langdon, T. G. (2002). Influence of scandium and zirconium on grain stability and superplastic ductilities in ultrafine-grained Al-Mg alloys. *Acta Materialia*, 50(3), 553–564.
 49. Reyes-Ruiz, C., Figueroa, I. A., Braham, C., Cabrera, J. M., Zanellato, O., Baiz, S., & Gonzalez, G. (2017). *Deformation heterogeneity study of a 6061-T6 aluminum alloy processed by equal channel angular pressing. Materials Science Forum* (Vol. 905 MSF).
 50. Kim, H. S., & Estrin, Y. (2005). Microstructural modelling of equal channel angular pressing for producing ultrafine grained materials. *Materials Science and Engineering: A*, 410–411, 285–289.
 51. Jining, Q., Han, J.-H., Guoding, Z., & Lee, J.-C. (2004). Characteristic of textures evolution induced by equal channel angular pressing in 6061 aluminum sheets. *Scripta Materialia*, 51(2), 185–189.
 52. Kim, J. K., Jeong, H. G., Hong, S. I., Kim, Y. S., & Kim, W. J. (2001). Effect of aging treatment on heavily deformed microstructure of a 6061-aluminum alloy after equal channel angular pressing. *Scripta Materialia*, 45(8), 901–907.
 53. Skrotzki, W., Scheerbaum, N., Oertel, C.-G., Brokmeier, H.-G., Suwas, S., & Tóth, L. S. (2007). Recrystallization of high-purity aluminium during equal channel angular pressing. *Acta Materialia*, 55(7), 2211–2218.
 54. Stoica, G. M., Fielden, D. E., McDaniels, R., Liu, Y., Huang, B., Liaw, P. K., ... Langdon, T. G. (2005). An analysis of the shear zone for metals deformed by equal-channel angular processing. *Materials Science and Engineering: A*, 410–411, 239–242.
 55. Lee, J. W., & Park, J. J. (2002). Numerical and experimental investigations of constrained groove pressing and rolling for grain refinement. *Journal of Materials Processing Technology*, 130–131, 208–213.
[https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(02\)0E1-Danaf, E. a. \(2011\). Mechanical properties, microstructure and texture of single pass equal channel angular pressed 1050, 5083, 6082 and 7010 aluminum alloys with different dies. *Materials & Design*, 32\(7\), 3838–3853.](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(02)0E1-Danaf, E. a. (2011). Mechanical properties, microstructure and texture of single pass equal channel angular pressed 1050, 5083, 6082 and 7010 aluminum alloys with different dies. Materials & Design, 32(7), 3838–3853.)
 56. Hernández, C., Figueroa, I. A., Alfonso, I., Braham, C., Castillo, P., & Gonzalez, G. (2015). Microstructure and Texture Evolution of the Al-20Sn Alloy

- Processed by Equal-Channel Angular Pressing Using Route C. *Materials Transactions*, 56(1), 40–45.
57. Nagasekhar, a. V., Tick-Hon, Y., & Seow, H. P. (2007). Deformation behavior and strain homogeneity in equal channel angular extrusion/pressing. *Journal of Materials Processing Technology*, 192–193, 449–452.
 58. Azzeddine, H., Mehdi, B., Hennet, L., Thiaudière, D., Alili, B., Kawasaki, M., ... Langdon, T. G. (2014). An in situ synchrotron X-ray diffraction study of precipitation kinetics in a severely deformed Cu–Ni–Si alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 597, 288–294.
 59. Cheng Xu, Principles of ECAP Conform as a continuous process for achieving grain refinement: Application to an aluminum alloy
 60. Mishra, a., Martin, M., Thadhani, N. N., Kad, B. K., Kenik, E. a., & Meyers, M. a. (2008). High-strain-rate response of ultra-fine-grained copper. *Acta Materialia*, 56(12), 2770–2783.
 61. Skrotzki, W., Scheerbaum, N., Oertel, C.-G., Arruffat-Massion, R., Suwas, S., & Tóth, L. S. (2007). Microstructure and texture gradient in copper deformed by equal channel angular pressing. *Acta Materialia*, 55(6), 2013–2024.
 62. Zha, M., Li, Y., Mathiesen, R. H., Bjørge, R., & Roven, H. J. (2015). Microstructure evolution and mechanical behavior of a binary Al-7Mg alloy processed by equal-channel angular pressing. *Acta Materialia*, 84, 42–54.
 63. Furukawa, M., Utsunomiya, a., Matsubara, K., Horita, Z., & Langdon, T. G. (2001). Influence of magnesium on grain refinement and ductility in a dilute Al-Sc alloy. *Acta Materialia*, 49(18), 3829–3838.
 64. Horita, Z., Fujinami, T., Nemoto, M., & Langdon, T. G. (2001). Improvement of mechanical properties for Al alloys using equal-channel angular pressing. *Journal of Materials Processing Technology*, 117, 288–292.
 65. Xu, C., Furukawa, M., Horita, Z., & Langdon, T. G. (2004). Severe plastic deformation as a processing tool for developing superplastic metals. *Journal of Alloys and Compounds*, 378(1–2), 27–34.
 66. Liu, S. (2003). Fatigue properties of 8090 Al–Li alloy processed by equal-channel angular pressing. *Scripta Materialia*, 48(10), 1421–1426.
 67. Morris, D. G., & Muñoz-Morris, M. a. (2002). Microstructure of severely deformed Al-3Mg and its evolution during annealing. *Acta Materialia*, 50(16), 4047–4060.
 68. Gao, N., Starink, M. J., Furukawa, M., Horita, Z., Xu, C., & Langdon, T. G. (2005). Microstructural evolution in a spray-cast aluminum alloy during equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, 410–411, 303–307.
 69. Furukawa, M., Horita, Z., & Langdon, T. G. (2009). Principles of deformation in single crystals of two different orientations processed by equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, 503(1–2), 21–27.
 70. Pürçek, G. (2005). Improvement of mechanical properties for Zn–Al alloys using equal-channel angular pressing. *Journal of Materials Processing Technology*, 169(2), 242–248.
 71. Kim, D.-K., Jung, K.-H., Park, W.-W., Im, Y.-T., & Lee, Y.-S. (2014). Numerical study of the effect of prior deformation history on texture evolution during equal channel angular pressing. *Computational Materials Science*, 81, 68–78.
 72. Han, W. Z., Zhang, Z. F., Wu, S. D., & Li, S. X. (2007). Influences of crystallographic orientations on deformation mechanism and grain refinement

- of Al single crystals subjected to one-pass equal-channel angular pressing. *Acta Materialia*, 55(17), 5889–5900.
73. Hernández, C., Figueroa, I. A., Braham, C., Novelo-Peralta, O., Lara-Rodriguez, G. A., & Gonzalez, G. (2013). Microstructural and mechanical study of the Al-20Sn (mass%) alloy processed by equal-channel angular pressing by route C. *Materials Transactions*, 54(6).
 74. Kim, J. K., Jeong, H. G., Hong, S. I., Kim, Y. S., & Kim, W. J. (2001). Effect of aging treatment on heavily deformed microstructure of a 6061-aluminum alloy after equal channel angular pressing. *Scripta Materialia*, 45(8), 901–907.
 75. Beyerlein, I. J., & Tóth, L. S. (2009). Texture evolution in equal-channel angular extrusion. *Progress in Materials Science*, 54(4), 427–510.
 76. Zuyan, L., Gang, L., & Wang, Z. R. (2000). Finite element simulation of a new deformation type occurring in changing-channel extrusion. *Journal of Materials Processing Technology*, 102(1), 30–32.
 77. Liu, Z., Chen, X., Han, X., & Gu, Y. (2010). The dissolution behavior of θ' phase in Al-Cu binary alloy during equal channel angular pressing and multi-axial compression. *Materials Science and Engineering A*, 527(16–17), 4300–4305.
 78. Prados, E. F., Sordi, V. L., & Ferrante, M. (2013). The effect of Al₂Cu precipitates on the microstructural evolution, tensile strength, ductility and work-hardening behaviour of a Al-4 wt.% Cu alloy processed by equal-channel angular pressing. *Acta Metallurgica*, 61(12), 2105–2115.
 79. 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.
 79. Szczygiel, P., Roven, H. J., & Reiso, O. (2008). Annealing of Al–Si alloys after equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, 493(1–2), 202–206.
 80. Roven, H. J., Nesboe, H., Werenskiold, J. C., & Seibert, T. Mechanical properties of aluminium alloys processed by SPD: Comparison of different alloy systems and possible product areas. *Materials Science and Engineering: A*, 410–411, 426–429. (2005).
 81. Jia, H., Bjørge, R., Marthinsen, K., & Li, Y. (2017). The deformation and work hardening behaviour of a SPD processed Al-5Cu alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 697, 239–248.
 82. Saravanan, M., Pillai, R., Ravi, K., Pai, B., & Brahmakumar, M. (2007). Development of ultrafine grain aluminium–graphite metal matrix composite by equal channel angular pressing. *Composites Science and Technology*, 67(6), 1275–1279.
 83. Reyes-Ruiz, C., Figueroa, I. A., Braham, C., Cabrera, J. M., Zanellato, O., Baiz, S., & Gonzalez, G. (2016). Residual stress distribution of a 6061-T6 aluminum alloy under shear deformation. *Materials Science and Engineering A*, 670.
 84. Lowe, T. C., & Zhu, Y. T. (2003). Commercialization of Nanostructured Metals Produced by Severe Plastic Deformation Processing. *Advanced Engineering Materials*, 5(5), 373–378.
 85. Naghdy, S., Kestens, L., Hertelé, S., & Verleysen, P. (2016). Materials Characterization Evolution of microstructure and texture in commercial pure aluminum subjected to high pressure torsion processing. *Materials Characterization*, 120, 285–294.
 86. 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, 130–207.

87. M, S. (2013). Mechanical Behaviour of Pure Aluminum Processed by Constrained Groove Pressing. *Journal of Material Science & Engineering*, 02(03).
88. Ebrahimi, M., Attarilar, S., Djavanroodi, F., Gode, C., & Kim, H. S. (2014). Wear properties of brass samples subjected to constrained groove pressing process. *Materials and Design*, 63, 531–537.
89. Zhu, Y., & Varyukhin, V. (2006). Nanostructured materials by high-pressure severe plastic deformation. *Libro*. Retrieved from
90. Ebrahimi, M., Attarilar, S., Djavanroodi, F., Gode, C., & Kim, H. S. (2014). Wear properties of brass samples subjected to constrained groove pressing process. *Materials and Design*, 63, 531–537.
91. Węglowski, M. S. (2018). Friction stir processing – State of the art. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 18(1), 114–129.
92. Hahn, H. (2004). Nanomaterials by Severe Plastic Deformation, 109871993, 1–10.
93. Peng, K., Zhang, Y., Shaw, L. L., & Qian, K. W. (2009). Microstructure dependence of a Cu-38Zn alloy on processing conditions of constrained groove pressing. *Acta Materialia*, 57(18), 5543–5553.
94. 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.
95. Lee, H. J., Ahn, B., Kawasaki, M., & Langdon, T. G. (2015). Evolution in hardness and microstructure of ZK60A magnesium alloy processed by high-pressure torsion. *Journal of Materials Research and Technology*, 4(1), 18–25.
96. Mou, X., Peng, K., Zeng, J., Shaw, L. L., & Qian, K. W. (2011). The influence of the equivalent strain on the microstructure and hardness of H62 brass subjected to multi-cycle constrained groove pressing. *Journal of Materials Processing Technology*, 211(4), 590–596.
97. Pardis, N., & Ebrahimi, R. (2009). Deformation behavior in Simple Shear Extrusion (SSE) as a new severe plastic deformation technique. *Materials Science and Engineering A*, 527(1–2), 355–360.
98. Valiev, R. Z. (2003). Paradoxes of Severe Plastic Deformation. *Advanced Engineering Materials*, 5(5), 296–300. <https://doi.org/10.1002/adem.200310089>
99. Katholieke, P., & Leuven, U. (2006). PROGRESS REPORT 2003 IAP-action : phase V From microstructure towards plastic behavior of single- and multiphase materials, (Paris 13), 1–50.

ANEXO 1

A.1 Sistemas de deslizamiento de las rutas A, Ba y Bc

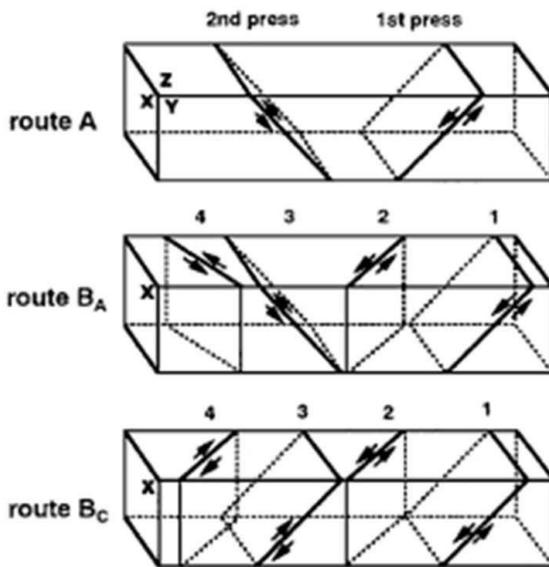


Figura A.1 Sistemas de deslizamiento macroscópicos de las rutas A, Ba y Bc.

ANEXO 2

Route	Plane	Number of pressings								
		0	1	2	3	4	5	6	7	8
A	X	□	□	□	□	□	□	□	□	□
	Y	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Z	□	□	□	□	□	□	□	□	□
BA	X	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Y	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Z	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
BC	X	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Y	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱
	Z	□	□	▱	▱	▱	▱	▱	▱	▱

Figura A.2 Distorsiones macroscópicas vistas desde los diferentes ejes x,y,z, por cada paso de ECAP