



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

**“EFECTO DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA SOBRE EL COMPORTAMIENTO
MECÁNICO, MICROESTRUCTURAL Y FRENTE A CORROSIÓN DE LA
AA7075”**

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

PRESENTA:
LILIANA ROMERO RESÉNDIZ

TUTOR PRINCIPAL
DR. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ REYES
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES – UNAM, MÉXICO

CO-TUTOR:
DR. VICENTE AMIGÓ BORRÁS
UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA, ESPAÑA

MIEMBRO DE COMITÉ DOCTORAL:
DR. JOSÉ REYES GASGA
INSTITUTO DE FÍSICA – UNAM, MÉXICO

MIEMBRO DE COMITÉ DOCTORAL:
DR. JOSÉ ALEJANDRO GARCÍA HINOJOSA
FACULTAD DE QUÍMICA – UNAM, MÉXICO]

CIUDAD UNIVERSITARIA, CD. MX., MAYO DE 2021



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

DEDICATORIA

Dedico esta tesis a quienes son mi fuente diaria de motivación y mi mayor soporte: **Mi familia.**

*A mi madre, que es también mi mejor ejemplo, mi consejera y mi mejor amiga: **Patricia Reséndiz.***

*A mi pareja, que es también mi apoyo, mi amigo y mi fuente de paz: **Manmohan Jain.***

*Agradezco también a mis hermanos, **Paty y Gustavo** que para reír y llorar siempre están conmigo.*

*A mi nueva familia que me ha dado otra fuente de motivación: **Mithilesh Jain, Vinod Kumar Jain, Ashi Jain, Mohit Kumar Jain.***

*A mis amigos: **Sara Miraldi, Tania Sandoval, Erik López, Giovani Solis y Gerardo Cedillo,** por siempre estar conmigo para celebrar, trabajar, reír o llorar juntos.*

Asimismo, dedico esta tesis a todas las personas que se esfuerzan cada día por contribuir positivamente a la mejora de su entorno y al bienestar social, ya sea mediante su trabajo, su alegría, sus ideas, su honestidad, su sencillez, etc.

Y por último, dedico esta tesis a todas las víctimas de COVID-19, cuyas familias espero encuentren pronta resignación y esperanza.

AGRADECIMIENTOS

*A mi asesor de tesis que me tuvo tanta paciencia y me llenó de inspiración, a quién siempre presumí por su incomparable calidad profesional y humana: **Dr. Gonzalo González Reyes**. Si algún día buscan a un verdadero científico nato con alma curiosa y alegre al descubrir algo nuevo, solo deben ver al Dr. Gonzalo para descubrirlo.*

*A mi co-tutor, que me brindó grandes oportunidades de crecimiento y me ha permitido aprender de él. Gracias por siempre tiene preparadas una sonrisa, un buen consejo y un nuevo objetivo científico por indagar: **Dr. Vicente Amigó Borrás**.*

*A los distinguidos miembros de mi Comité Doctoral y del Comité Jurado, quiénes nutrieron la presente tesis con sus valiosos comentarios y experiencias: **Dr. José Reyes Gasga, Dr. José Alejandro García Hinojosa, Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas, Dr. Jesús Ángel Arenas Alatorre, Dra. Alba Covelo Villar y Dr. Lauro Bucio Galindo**.*

*A quienes me enseñaron las bases de la metalurgia con gran paciencia y dedicación: **Ing. Jorge Esteban Araujo Osorio e Ing. Luis Lauro Rosas Morales**. Sus enseñanzas siempre serán el fundamento de cada uno de mis logros.*

*Al cuerpo de profesores que siempre están dando lo mejor de sí a la comunidad y que me honraron con su amistad: **Dra. Estrella Ramos, Dr. José María Cabrera, Dr. Luis Felipe del Castillo (QEPD) y Fís. Josué Romero**.*

*A todos los investigadores que me dieron diversas oportunidades para aprender de ustedes, especialmente: **Dr. Miguel Ángel Hernández, Dra. Alba Covelo, Dr. Julio Juárez Islas, Dr. José María Cabrera, Dr. Ignacio Figueroa, Dr. Diego Solís**.*

*A mis compañeros de grupo de investigación (metallic team): **Erik López, Carlos Reyes, Marco Ezequiel, Sergio Elizalde, David Pineda, Sebastián Espinosa y Carlos de la Trinidad**.*

*Agradezco por el apoyo técnico de; **M. en C. Adriana Tejeda, Ing. Carlos Flores, Fís. Josué Romero, Dr. Omar Novelo, Dr. Gabriel Lara, M. en C. Eliezer Hernández, M. en C. Sergio Elizalde, Dr. Ángel Vicente Escuder, Mtro. Rafael Ibarra, Lic. Omar Alejandro Pompa, M. en C. Alberto López, M. en C. Ana Bobadilla y Lic. Alan Ortega**.*

*A mis compañeros y amigos del Capítulo Estudiantil, de donde me llevo valiosas experiencias y recuerdos: **Gerardo Cedillo, Andrés Galdámez, Jenifer Salazar, Jorge Gutiérrez, Ulises Rosales, Brandon Ortiz, Sara Pérez, Brenda Carreño y Manuel Pérez (QEPD)**.*

*A quienes me apoyaron y me concedieron su amistad durante la estancia de investigación en la UPV: **Kenia, Miriam Vicens, Karla, Pau Zamora, José Pulloquina, Loli de la Rosa, Jessica Olvera, Raúl Ibañez, Prakash Mohan, Jenifer Zambrano, Eber de Santi y Lilian**.*

*Agradezco también a las autoridades del IIM por brindarme distintas oportunidades de crecimiento personal y profesional, así como por apoyarme en cada iniciativa, especialmente: **Dr. Israel Betancourt Reyes, Dr. Ignacio Figueroa y Dr. Argel Ibarra**.*

Asimismo, agradezco a cada miembro de la comunidad del IIM por todo el apoyo brindado: Lic. Rosario Santibañez, Lic. María Isabel Gómez, Lic. Diana Arias, Lic. Esther Carrillo, Lic. Griselda Pablo, Lic. Graciela España y Lic. Leticia Reséndiz.

Agradezco también el apoyo brindado por CONACYT mediante la beca doctoral otorgada con número de CVU: 592722, así como por medio de la beca mixta para la realización de la estancia de investigación en la UPV, Valencia.

Agradezco a cada uno de ustedes por su apoyo, su trabajo, su paciencia, sus enseñanzas y por dejar cada día algo mejor para la sociedad. Esta tesis ha sido concluida gracias a ustedes.

CONTENIDO

ÍNDICE DE FIGURAS	7
ÍNDICE DE TABLAS	11
ÍNDICE DE ABREVIATURAS	12
RESUMEN	13
ABSTRACT	14
OBJETIVOS	15
INTRODUCCIÓN	16
CAPÍTULO I. MARCO TEÓRICO	19
1.1. ALEACIÓN Al-7075	20
1.2. PROCESOS DE DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA	21
1.2.1. <i>CORRUGADO – PLANCHADO REPETITIVO</i>	22
1.2.2. <i>ROLADO ACUMULATIVO</i>	23
1.3. EFECTO DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA	25
1.3.1. <i>ESTRUCTURA Y TEXTURA CRISTALOGRÁFICA</i>	25
1.3.2. <i>PROPIEDADES MECÁNICAS Y ESFUERZOS RESIDUALES</i>	28
1.3.3. <i>RESISTENCIA A LA CORROSIÓN</i>	31
1.4. ESTADO DEL ARTE DE CORRUGADO – PLANCHADO REPETITIVO APLICADO A ALEACIONES DE BASE ALUMINIO	32
1.5. ESTADO DEL ARTE DE ROLADO ACUMULATIVO APLICADO A ALEACIONES DE BASE ALUMINIO	35
1.6. HIPÓTESIS	38
CAPÍTULO II. METODOLOGÍA	39
2.1. MATERIALES EMPLEADOS	40
2.1.1. LAMINADO Y DEFORMACIÓN PLÁSTICA APLICADA	40
2.1.2. CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL Y CRISTALOGRÁFICA	41
2.1.3. EVALUACIÓN MECÁNICA Y DE ESFUERZOS RESIDUALES	41
2.1.4. COMPORTAMIENTO ELECTROQUÍMICO	41
2.2. EQUIPOS EMPLEADOS	42
2.2.1. DEFORMACIÓN PLÁSTICA APLICADA	42
2.2.2. CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL Y CRISTALOGRÁFICA	42
2.2.3. EVALUACIÓN MECÁNICA Y DE ESFUERZOS RESIDUALES	42
2.2.4. COMPORTAMIENTO ELECTROQUÍMICO	42

2.3. METODOLOGÍA	43
2.3.1. <i>DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA</i>	44
2.3.2. <i>CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL Y CRISTALOGRÁFICA</i>	48
2.3.3. <i>EVALUACIÓN DE PROPIEDADES MECÁNICAS Y ESFUERZOS RESIDUALES</i>	49
2.3.4. <i>EVALUACIÓN DE RESISTENCIA A LA CORROSIÓN</i>	51
CAPÍTULO III. RESULTADOS	53
3.1. CARACTERÍSTICAS MICROESTRUCTURALES DE LA CONDICIÓN INICIAL	54
3.1. PROCESO RCS	55
3.1.1. ESTRUCTURA Y TEXTURA CRISTALOGRÁFICA	55
3.1.2. PROPIEDADES MECÁNICAS	74
3.1.3. RESISTENCIA A LA CORROSIÓN	78
3.1.4. INTEGRACIÓN DE RESULTADOS DE RCS: RELACIÓN TEXTURA – PROPIEDADES MECÁNICAS – RESISTENCIA A LA CORROSIÓN	86
3.2. PROCESO ARB.....	88
3.2.1. ESTRUCTURA Y TEXTURA CRISTALOGRÁFICA	88
3.2.2. PROPIEDADES MECÁNICAS	101
3.2.3. RESISTENCIA A LA CORROSIÓN	103
3.2.4. INTEGRACIÓN DE RESULTADOS DE ARB: RELACIÓN TEXTURA – PROPIEDADES MECÁNICAS – RESISTENCIA A LA CORROSIÓN	109
3.3. PROCESOS ARB Y RCS	111
3.3.1. ESTRUCTURA Y TEXTURA CRISTALOGRÁFICA	111
3.3.2. PROPIEDADES MECÁNICAS	135
3.3.4. INTEGRACIÓN DE RESULTADOS DE ARB + RCS Y RCS + ARB: RELACIÓN TEXTURA – PROPIEDADES MECÁNICAS	136
CAPÍTULO IV. DISCUSIÓN: COMPARACIÓN ENTRE LAS RUTAS DE DEFORMACIÓN EMPLEADAS	137
CAPÍTULO V. CONCLUSIONES	146
INVESTIGACIONES A FUTURO	149
REFERENCIAS	150

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 1. REPRESENTACIÓN DE DATOS EMPLEADOS EN EL PRIMER ARTÍCULO REPORTADO DEL PROCESO RCS. IMAGEN ADAPTADA DEL TRABAJO ORIGINAL [27].	23
FIGURA 2. ESQUEMA GENERAL DE LA TÉCNICA DE ROLADO ACUMULATIVO (ARB). ADAPTADO DE [19].	24
FIGURA 3. MÓDULO ELÁSTICO DE HIERRO MONOCRISTALINO COMO FUNCIÓN DE LA DIRECCIÓN DEL CRISTAL [59].	27
FIGURA 4. CAUSAS DE LA GENERACIÓN DE ESFUERZOS RESIDUALES, ADAPTADA DE [60].	29
FIGURA 5. ESTADO DE ESFUERZOS EN EL MODELO DE ESFUERZOS PLANOS.	30
FIGURA 6. GEOMETRÍAS DE DATOS PARA CORRUGADO QUE HAN SIDO EMPLEADAS CON FINES COMPARATIVOS EN LA LITERATURA. ADAPTADA DE [28].	34
FIGURA 7. GEOMETRÍA DE LOS DATOS DE RCS EMPLEADOS. LAS DIRECCIONES TRANSVERSAL Y DE ROLADO SON INDICADAS POR TD Y RD, RESPECTIVAMENTE.	40
FIGURA 8. OBTENCIÓN DE LÁMINAS DE CONDICIÓN INICIAL DE AA7075.	43
FIGURA 9. RUTAS DE PROCESAMIENTO DE LA ALEACIÓN 7075 SEGUIDAS EN ESTE TRABAJO. 1) RCS, 2) ARB, 3) RCS MÁS ARB.	44
FIGURA 10. UBICACIÓN DE LAS MUESTRAS TOMADAS PARA DISTINTOS ESTUDIOS DE CARACTERIZACIÓN DESPUÉS DEL PROCESO RCS: EN ROJO PARA DUREZA Y XRD, EN AMARILLO PARA MICROSCOPÍA ÓPTICA O ELECTRÓNICA Y EN AZUL PARA ENSAYOS DE DOBLEZ Y SCC. ND Y RD CORRESPONDEN A LAS DIRECCIONES NORMAL Y DE ROLADO, RESPECTIVAMENTE.	45
FIGURA 11. UBICACIÓN DE LAS MUESTRAS TOMADAS PARA DISTINTOS ESTUDIOS DE CARACTERIZACIÓN DESPUÉS DEL PROCESO ARB: EN ROJO PARA DUREZA Y XRD, EN AMARILLO PARA MICROSCOPÍA ÓPTICA O ELECTRÓNICA Y EN AZUL PARA ENSAYOS DE DOBLEZ Y SCC. ND Y RD CORRESPONDEN A LAS DIRECCIONES NORMAL Y DE ROLADO, RESPECTIVAMENTE.	46
FIGURA 12. IDENTIFICACIÓN DE FASES PRESENTES A) MEDIANTE XRD, B, C) SEM Y D, E) TEM EN LA MUESTRA DE CONDICIÓN INICIAL (OROA).	54
FIGURA 13. MORFOLOGÍA DE LA FASE Al_2CuMg EN LAS MUESTRAS DE A) CONDICIÓN INICIAL (OROA), B) UN PASO (1R) Y C) CUATRO PASOS (4R) DE DEFORMACIÓN POR RCS. IMÁGENES OBTENIDAS POR SEM.	56
FIGURA 14. PRECIPITADOS DE $MgZn_2$ VISTOS POR TEM PARA A) CONDICIÓN INICIAL (OROA) Y B) DESPUÉS DE CUATRO PASOS DE DEFORMACIÓN POR RCS (4R).	57
FIGURA 15. MAPEOS POR EBSD DE LAS MUESTRAS PROCESADAS POR RCS. LAS MICROGRAFÍAS MUESTRAN LA ORIENTACIÓN PREFERENCIAL DE LOS GRANOS TOMANDO COMO REFERENCIA LA DIRECCIÓN DE ROLADO (RD), DIRECCIÓN NORMAL (ND) O DIRECCIÓN TRANSVERSAL (TD). EL TRIÁNGULO CON EL CÓDIGO DE COLOR INDICA LA ORIENTACIÓN PREFERENCIAL DE CADA COLOR EN LAS IMÁGENES.	59
FIGURA 16. ESQUEMA DE A) SISTEMA REFERENCIA DE LA MUESTRA INDICADO POR DIRECCIONES DE ROLADO (RD), NORMAL (ND) Y TRANSVERSAL (TD), ASÍ COMO SISTEMA COORDENADO DEL CRISTAL INDICADO POR X, Y Y Z. B) ORIENTACIÓN CONOCIDA COMO CUBO EN LA CUAL LOS EJES DE ALGUNOS CRISTALES CORRESPONDEN CON LOS EJES DE LA MUESTRA OROA.	60
FIGURA 17. HISTOGRAMAS DE TAMAÑO DE GRANO PARA LAS MUESTRAS DE A) CONDICIÓN INICIAL (OROA), B) UNO, C) DOS, D) TRES Y E) CUATRO PASOS DE DEFORMACIÓN POR RCS.	61
FIGURA 18. PARTE 1 DE LAS GRÁFICAS DE DESORIENTACIÓN DE LAS MUESTRAS OROA, 1R Y 2R: A) HISTOGRAMA DE DESORIENTACIÓN NO CORRELACIONADA, B) HISTOGRAMA DE DESORIENTACIÓN CORRELACIONADA O DE BORDES DE GRANO, C) DISTRIBUCIÓN DE GRANOS DE ACUERDO A SU DESORIENTACIÓN Y D) MICROGRAFÍA DE BORDES DE GRANO DE ACUERDO AL CÓDIGO DE COLOR INDICADO EN C).	64
FIGURA 19. PARTE 2 DE LAS GRÁFICAS DE DESORIENTACIÓN DE LAS MUESTRAS 3R Y 4R: A) HISTOGRAMA DE DESORIENTACIÓN NO CORRELACIONADA, B) HISTOGRAMA DE DESORIENTACIÓN CORRELACIONADA O DE BORDES DE GRANO, C) DISTRIBUCIÓN DE GRANOS DE ACUERDO A SU DESORIENTACIÓN Y D) MICROGRAFÍA DE BORDES DE GRANO DE ACUERDO AL CÓDIGO DE COLOR INDICADO EN C).	65
FIGURA 20. FUNCIÓN DE DENSIDAD TEÓRICA PARA EL ÁNGULO DE DESORIENTACIÓN. EN GRIS EL HISTOGRAMA DE DESORIENTACIÓN NO CORRELACIONADO DE LA MUESTRA 4R. LOS PUNTOS NEGROS DENOTAN ESTIMACIONES REALIZADAS POR MACKENZIE EN UN MUESTREO ALEATORIO. DISTRIBUCIÓN TEÓRICA ADAPTADA DE [115].	66
FIGURA 21. FIGURAS DE POLO PARA LOS PLANOS (111), (200) Y (220) DE LAS MUESTRAS A) OR, B) 1R, C) 2R, D) 3R Y E) 4R, ASÍ COMO F) CUADRO GUÍA DE LAS PRINCIPALES TEXTURAS DE ROLADO. LAS FIGURAS DE COLOR NEGRO SÓLIDO Y LAS BLANCAS INDICAN POSICIONES TEÓRICAS DE ALTA Y BAJA INTENSIDAD, RESPECTIVAMENTE.	67
FIGURA 22. CORTES DE LAS FUNCIONES DE DISTRIBUCIÓN DE ORIENTACIÓN (ODFs) EN $\varphi_2 = 0^\circ, 45^\circ$ Y 60° DE LAS MUESTRAS A) OR, B) 1R, C) 2R, D) 3R Y E) 4R, ASÍ COMO F) CUADRO GUÍA DE LOS COMPONENTES DE TEXTURA IDENTIFICADOS. LAS	

COMPONENTES DE TEXTURA SON DADAS EN NOTACIÓN DE BUNGE DONDE EL PRIMER, SEGUNDO Y TERCER DÍGITOS CORRESPONDEN A φ_1 , Φ Y φ_2 , RESPECTIVAMENTE.	69
FIGURA 23. CÁLCULOS TEÓRICOS DE A) FIGURAS DE POLO (111), (200) Y (220), ASÍ COMO FUNCIONES DE DISTRIBUCIÓN DE ORIENTACIÓN EN CORTES DE $\varphi_1=0^\circ$, 45° Y 60° PARA UNA DISTRIBUCIÓN DE ORIENTACIÓN CRISTALOGRAFICA ALEATORIA. .	71
FIGURA 24. A) DIFRACTOGRAMA DEL PICO (311) DE AL EMPLEADO PARA OBSERVAR EL ENSANCHAMIENTO DE GRANO COMO RESULTADO DE LA DEFORMACIÓN. B) GRÁFICA DE ANCHO DE ALTURA MEDIA (FWHM) Y C) GRÁFICA DE LA POSICIÓN DEL PICO, AMBAS CON RESPECTO A LA DEFORMACIÓN EQUIVALENTE APLICADA POR RCS.	73
FIGURA 25. GRÁFICA DE DSC PARA LA CONDICIÓN INICIAL (OROA) Y LAS MUESTRAS CON DEFORMACIÓN APLICADA HASTA 4 PASOS.	74
FIGURA 26. GRÁFICA DE ESFUERZO DE CEDENCIA EN DOBLEZ CONTRA DEFORMACIÓN EQUIVALENTE PARA LA CONDICIÓN INICIAL (OROA) Y LAS MUESTRAS DEFORMADAS (1R A 4R).....	75
FIGURA 27. GRÁFICA DE DUREZA CONTRA DEFORMACIÓN EQUIVALENTE PARA LAS MUESTRAS DE CONDICIÓN INICIAL (OROA) Y LAS MUESTRAS DEFORMADAS POR RCS (1R A 4R).....	76
FIGURA 28. MAPEO DE MICRODUREZA VICKERS PARA LA MUESTRA 1R.	76
FIGURA 29. GRÁFICAS DE DEFORMACIÓN EN FUNCIÓN DEL $\text{seno}^2\psi$, LAS CUALES PERMITEN OBSERVAR LOS PERFILES DE MACRO-ESFUERZOS RESIDUALES EN A) LA CONDICIÓN INICIAL LIBRE DE DEFORMACIÓN Y EN LA SUPERFICIE DE LAS MUESTRAS B) 1R Y C) 4R.	78
FIGURA 30. GRÁFICAS DE ESPECTROSCOPÍA DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA PARA LAS MUESTRAS DE A) CONDICIÓN INICIAL (OROA), B) UN PASO Y C) CUATRO PASOS DE RCS.	80
FIGURA 31. GRÁFICAS DE BODE A PARTIR DE LAS MEDICIONES DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA A DISTINTOS TIEMPOS DE MEDICIÓN PARA LAS MUESTRAS DE A) CONDICIÓN INICIAL (OROA), B) UN PASO Y C) CUATRO PASOS DE DEFORMACIÓN POR RCS.	81
FIGURA 32. GRÁFICAS DE DENSIDAD DE CORRIENTE CON RESPECTO AL TIEMPO A PARTIR DE LAS MEDICIONES DE EN PARA LAS MUESTRAS DE A) CONDICIÓN INICIAL (OROA), B) UNO Y C) CUATRO PASOS DE DEFORMACIÓN POR RCS.	83
FIGURA 33. RESULTADOS DEL ENSAYO DE SCC, A) CONTABILIZACIÓN DE GRIETAS CON RESPECTO A SU POSICIÓN EN LAS MUESTRAS, B) CONTABILIZACIÓN DE GRIETAS CON RESPECTO AL TAMAÑO PRESENTADO.	86
FIGURA 34. MICROGRAFÍAS QUE MUESTRAN LA MORFOLOGÍA DE Al_2Cu PRESENTE EN A) LA CONDICIÓN INICIAL (OROA), B) UN PASO, C) DOS PASOS Y D) TRES PASOS DE PROCESAMIENTO POR PROCESO ARB.	89
FIGURA 35. MAPEOS POR EBSD DE LAS MUESTRAS PROCESADAS POR ARB. LAS MICROGRAFÍAS MUESTRAN LA ORIENTACIÓN PREFERENCIAL DE LOS GRANOS TOMANDO COMO REFERENCIA LA DIRECCIÓN DE ROLADO (RD), DIRECCIÓN NORMAL (ND) O DIRECCIÓN TRANSVERSAL (TD). EL TRIÁNGULO CON EL CÓDIGO DE COLOR INDICA LA ORIENTACIÓN PREFERENCIAL DE CADA COLOR EN LAS IMÁGENES.	90
FIGURA 36. HISTOGRAMAS DE TAMAÑO DE GRANO PARA LAS MUESTRAS DE A) CONDICIÓN INICIAL (OROA), B) UNO, C) DOS Y D) TRES PASOS DE DEFORMACIÓN POR ARB.	91
FIGURA 37. GRÁFICAS DE DESORIENTACIÓN DE LAS MUESTRAS OROA, 1A Y 3A: A) HISTOGRAMA DE DESORIENTACIÓN NO CORRELACIONADA, B) HISTOGRAMA DE DESORIENTACIÓN CORRELACIONADA O DE BORDES DE GRANO, C) DISTRIBUCIÓN DE GRANOS DE ACUERDO A SU DESORIENTACIÓN Y D) MICROGRAFÍA DE BORDES DE GRANO DE ACUERDO AL CÓDIGO DE COLOR INDICADO EN C).	93
FIGURA 38. FIGURAS DE POLO PARA LOS PLANOS (111), (200) Y (220) DE LAS MUESTRAS A) OR, B) 1A, C) 2A Y D) 3A, ASÍ COMO E) CUADRO GUÍA DE LAS PRINCIPALES TEXTURAS DE ROLADO. LAS FIGURAS DE COLOR NEGRO SÓLIDO Y LAS BLANCAS INDICAN POSICIONES TEÓRICAS DE ALTA Y BAJA INTENSIDAD, RESPECTIVAMENTE.	95
FIGURA 39. CORTES DE LAS FUNCIONES DE DISTRIBUCIÓN DE ORIENTACIÓN (ODFs) EN $\varphi_2=0^\circ$, 45° Y 60° DE LAS MUESTRAS A) OROA, B) 1A, C) 2A Y D) 3A, ASÍ COMO CUADROS GUÍA DE LOS COMPONENTES DE TEXTURA IDENTIFICADOS PARA LA E) CONDICIÓN INICIAL Y F) MUESTRAS PROCESADAS POR ARB. LAS COMPONENTES DE TEXTURA SON DADAS EN NOTACIÓN DE BUNGE DONDE EL PRIMER, SEGUNDO Y TERCER DÍGITOS CORRESPONDEN A φ_1 , Φ Y φ_2 , RESPECTIVAMENTE.	97
FIGURA 40. A) DIFRACTOGRAMA DEL PICO (311) DE AL EMPLEADO PARA OBSERVAR EL ENSANCHAMIENTO DE GRANO COMO RESULTADO DE LA DEFORMACIÓN. B) GRÁFICA DE ANCHO DE ALTURA MEDIA (FWHM) Y C) GRÁFICA DE LA POSICIÓN DEL PICO, AMBAS CON RESPECTO A LA DEFORMACIÓN EQUIVALENTE APLICADA POR ARB.	99
FIGURA 41. GRÁFICA DE DSC PARA LA CONDICIÓN INICIAL (OROA) Y LAS MUESTRAS CON DEFORMACIÓN APLICADA HASTA 3 PASOS DE ARB.....	100
FIGURA 42. GRÁFICA DE ESFUERZO DE CEDENCIA EN DOBLEZ CONTRA DEFORMACIÓN EQUIVALENTE PARA LA CONDICIÓN INICIAL (OROA) Y LAS MUESTRAS DEFORMADAS (1A A 3A).	101
FIGURA 43. GRÁFICA DE DUREZA CONTRA DEFORMACIÓN EQUIVALENTE PARA LAS MUESTRAS DE CONDICIÓN INICIAL (OROA) Y LAS MUESTRAS DEFORMADAS POR ARB (1A A 3A).	102

FIGURA 44. GRÁFICAS DE DEFORMACIÓN EN FUNCIÓN DEL $\text{seno}^2\theta$, LAS CUALES PERMITEN OBSERVAR LOS PERFILES DE MACRO-ESFUERZOS RESIDUALES EN A) LA CONDICIÓN INICIAL LIBRE DE DEFORMACIÓN Y EN LA SUPERFICIE DE LAS MUESTRAS B) 1A Y C) 3A.	103
FIGURA 45. GRÁFICAS DE ESPECTROSCOPÍA DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA PARA LAS MUESTRAS DE A) CONDICIÓN INICIAL (OROA) Y B) UN PASO DE ARB.	105
FIGURA 46. GRÁFICAS DE BODE A PARTIR DE LAS MEDICIONES DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA A DISTINTOS TIEMPOS DE MEDICIÓN PARA LAS MUESTRAS DE A) CONDICIÓN INICIAL (OROA) Y B) UN PASO DE DEFORMACIÓN POR ARB.	106
FIGURA 47. GRÁFICAS DE DENSIDAD DE CORRIENTE ELECTROQUÍMICA CON RESPECTO AL TIEMPO A PARTIR DE LAS MEDICIONES DE EN PARA LAS MUESTRAS DE A) CONDICIÓN INICIAL (OROA) Y B) UN PASO DE DEFORMACIÓN POR ARB.	107
FIGURA 48. RESULTADOS DEL ENSAYO DE SCC, A) CONTABILIZACIÓN DE GRIETAS CON RESPECTO AL ÁREA DE MEDICIÓN Y SU POSICIÓN EN LAS MUESTRAS, B) CONTABILIZACIÓN DE GRIETAS CON RESPECTO AL ÁREA DE MEDICIÓN Y AL TAMAÑO PRESENTADO.	109
FIGURA 49. MAPEOS POR EBSD DE LAS MUESTRAS PROCESADAS POR UNA COMBINACIÓN DE PROCESOS ARB Y RCS COMENZANDO POR ARB. LAS MICROGRAFÍAS MUESTRAN LA ORIENTACIÓN PREFERENCIAL DE LOS GRANOS TOMANDO COMO REFERENCIA LA DIRECCIÓN DE ROLADO (RD), DIRECCIÓN NORMAL (ND) O DIRECCIÓN TRANSVERSAL (TD). EL TRIÁNGULO CON EL CÓDIGO DE COLOR INDICA LA ORIENTACIÓN PREFERENCIAL DE CADA COLOR EN LAS IMÁGENES. LAS LÍNEAS BLANCAS INDICAN PRESENCIA DE BANDAS DE DEFORMACIÓN.	112
FIGURA 50. HISTOGRAMAS DE TAMAÑO DE GRANO PARA LAS MUESTRAS DE A) CONDICIÓN INICIAL (OROA), B) 1A1R, C) 1A2R, D) 1A3R, E) 2A1R Y E) 2A2R PROCESADAS MEDIANTE LA COMBINACIÓN DE ARB Y RCS COMENZANDO POR ARB.	114
FIGURA 51. PARTE 1 DE GRÁFICAS DE DESORIENTACIÓN DE LAS MUESTRAS OROA, 1A1R Y 1A2R: A) HISTOGRAMA DE DESORIENTACIÓN NO CORRELACIONADA, B) HISTOGRAMA DE DESORIENTACIÓN CORRELACIONADA O DE BORDES DE GRANO, C) DISTRIBUCIÓN DE GRANOS DE ACUERDO A SU DESORIENTACIÓN Y D) MICROGRAFÍA DE BORDES DE GRANO DE ACUERDO AL CÓDIGO DE COLOR INDICADO EN C).	116
FIGURA 52. PARTE 2 DE GRÁFICAS DE DESORIENTACIÓN DE LAS MUESTRAS 1A3R, 2A1R Y 2A2R: A) HISTOGRAMA DE DESORIENTACIÓN NO CORRELACIONADA, B) HISTOGRAMA DE DESORIENTACIÓN CORRELACIONADA O DE BORDES DE GRANO, C) DISTRIBUCIÓN DE GRANOS DE ACUERDO A SU DESORIENTACIÓN Y D) MICROGRAFÍA DE BORDES DE GRANO DE ACUERDO AL CÓDIGO DE COLOR INDICADO EN C).	117
FIGURA 53. FIGURAS DE POLO PARA LOS PLANOS (111), (200) Y (220) DE LAS MUESTRAS A) OR, B) 1A1R Y C) 1A2R, ASÍ COMO D) CUADRO GUÍA DE LAS PRINCIPALES TEXTURAS DE ROLADO. LAS FIGURAS DE COLOR NEGRO SÓLIDO Y LAS BLANCAS INDICAN POSICIONES TEÓRICAS DE ALTA Y BAJA INTENSIDAD, RESPECTIVAMENTE. PARTE 1 DE LAS MUESTRAS PROCESADAS POR ARB SEGUIDO DE RCS.	119
FIGURA 54. FIGURAS DE POLO PARA LOS PLANOS (111), (200) Y (220) DE LAS MUESTRAS A) 1A3R, B) 2A1R Y C) 2A2R, ASÍ COMO D) CUADRO GUÍA DE LAS PRINCIPALES TEXTURAS DE ROLADO. LAS FIGURAS DE COLOR NEGRO SÓLIDO Y LAS BLANCAS INDICAN POSICIONES TEÓRICAS DE ALTA Y BAJA INTENSIDAD, RESPECTIVAMENTE. PARTE 2 DE LAS MUESTRAS PROCESADAS POR ARB SEGUIDO DE RCS.	120
FIGURA 55. CORTES DE LAS FUNCIONES DE DISTRIBUCIÓN DE ORIENTACIÓN (ODFs) EN $\varphi_2 = 0^\circ, 45^\circ$ Y 60° DE LAS MUESTRAS A) OROA, B) 1A1R, C) 1A2R, D) 1A3R, E) 2A1R Y F) 2A2R, ASÍ COMO CUADROS GUÍA DE LOS COMPONENTES DE TEXTURA IDENTIFICADOS PARA LA G) CONDICIÓN INICIAL Y H) MUESTRAS PROCESADAS POR ARB Y RCS, COMENZANDO POR ARB. LAS COMPONENTES DE TEXTURA SON DADAS EN NOTACIÓN DE BUNGE DONDE EL PRIMER, SEGUNDO Y TERCER DÍGITOS CORRESPONDEN A φ_1 , Φ Y φ_2 , RESPECTIVAMENTE.	122
FIGURA 56. COMPARACIÓN ENTRE DISTRIBUCIÓN ALEATORIA TEÓRICA DE MACKENZIE Y DISTRIBUCIÓN EXPERIMENTAL DE DESORIENTACIÓN DE LA MUESTRA 2A2R. EL PERFIL DE DISTRIBUCIÓN ALEATORIA FUE ADAPTADO DE [115].	124
FIGURA 57. MAPEOS POR EBSD DE LAS MUESTRAS PROCESADAS POR UNA COMBINACIÓN DE PROCESOS ARB Y RCS COMENZANDO POR RCS. LAS MICROGRAFÍAS MUESTRAN LA ORIENTACIÓN PREFERENCIAL DE LOS GRANOS TOMANDO COMO REFERENCIA LA DIRECCIÓN DE ROLADO (RD), DIRECCIÓN NORMAL (ND) O DIRECCIÓN TRANSVERSAL (TD). EL TRIÁNGULO CON EL CÓDIGO DE COLOR INDICA LA ORIENTACIÓN PREFERENCIAL DE CADA COLOR EN LAS IMÁGENES. LAS LÍNEAS BLANCAS INDICAN PRESENCIA DE BANDAS DE DEFORMACIÓN.	125
FIGURA 58. HISTOGRAMAS DE TAMAÑO DE GRANO PARA LAS MUESTRAS DE A) CONDICIÓN INICIAL (OROA), B) 1R1A Y C) 2R1A PROCESADAS MEDIANTE LA COMBINACIÓN DE ARB Y RCS COMENZANDO POR RCS.	126
FIGURA 59. GRÁFICAS DE DESORIENTACIÓN DE LAS MUESTRAS OROA, 1R1A Y 2R1A: A) HISTOGRAMA DE DESORIENTACIÓN NO CORRELACIONADA, B) HISTOGRAMA DE DESORIENTACIÓN CORRELACIONADA O DE BORDES DE GRANO, C) DISTRIBUCIÓN DE GRANOS DE ACUERDO A SU DESORIENTACIÓN Y D) MICROGRAFÍA DE BORDES DE GRANO DE ACUERDO AL CÓDIGO DE COLOR INDICADO EN C).	128

FIGURA 60. FIGURAS DE POLO PARA LOS PLANOS (111), (200) Y (220) DE LAS MUESTRAS A) OR, B) 1R1A Y C) 2R1A, ASÍ COMO D) CUADRO GUÍA DE LAS PRINCIPALES TEXTURAS DE ROLADO. LAS FIGURAS DE COLOR NEGRO SÓLIDO Y LAS BLANCAS INDICAN POSICIONES TEÓRICAS DE ALTA Y BAJA INTENSIDAD, RESPECTIVAMENTE.	129
FIGURA 61. CORTES DE LAS FUNCIONES DE DISTRIBUCIÓN DE ORIENTACIÓN (ODFs) EN $\varphi_2 = 0^\circ, 45^\circ$ Y 60° DE LAS MUESTRAS A) OROA, B) 1R1A Y C) 2R1A, ASÍ COMO CUADROS GUÍA DE LOS COMPONENTES DE TEXTURA IDENTIFICADOS PARA LA D) CONDICIÓN INICIAL Y E) MUESTRAS PROCESADAS POR RCS Y ARB, COMENZANDO POR RCS. LAS COMPONENTES DE TEXTURA SON DADAS EN NOTACIÓN DE BUNGE DONDE EL PRIMER, SEGUNDO Y TERCER DÍGITOS CORRESPONDEN A φ_1, Φ Y φ_2 , RESPECTIVAMENTE.....	131
FIGURA 62. A) DIFRACTOGRAMA DEL PICO (311) DE AL EMPLEADO PARA OBSERVAR EL ENSANCHAMIENTO DE GRANO COMO RESULTADO DE LA DEFORMACIÓN. B) GRÁFICA DE ANCHO DE ALTURA MEDIA (FWHM) Y C) GRÁFICA DE LA POSICIÓN DEL PICO, AMBAS CON RESPECTO A LA DEFORMACIÓN EQUIVALENTE APLICADA POR LA COMBINACIÓN DE PROCESOS ARB Y RCS.	133
FIGURA 63. GRÁFICAS DE ANÁLISIS POR DSC PARA LAS MUESTRAS CON DEFORMACIÓN COMBINADA POR RCS Y ARB.....	134
FIGURA 64. GRÁFICA DE MICRODUREZA VICKERS CONTRA DEFORMACIÓN EQUIVALENTE PARA LA CONDICIÓN INICIAL (OROA) Y LAS MUESTRAS DEFORMADAS MEDIANTE LA COMBINACIÓN DE RCS Y ARB.	135
FIGURA 65. COMPARATIVO DE TAMAÑOS DE GRANO PROMEDIO OBTENIDOS MEDIANTE LAS DISTINTAS RUTAS DE PROCESAMIENTO PLÁSTICO APLICADAS.	139
FIGURA 66. ESQUEMAS TRIDIMENSIONALES DE LAS FUNCIONES DE DISTRIBUCIÓN DE ORIENTACIÓN PARA LAS MUESTRAS CON LA MÁXIMA DEFORMACIÓN APLICADA EN CADA RUTA DE PROCESAMIENTO.....	140
FIGURA 67. GRÁFICA DE DUREZA PROMEDIO PARA LAS DISTINTAS RUTAS DE PROCESAMIENTO EMPLEADAS.	141
FIGURA 68. GRÁFICA COMPARATIVA ENTRE LOS ESFUERZOS RESIDUALES (RS) ESTIMADOS EN LA SUPERFICIE DE LAS MUESTRAS PROCESADAS POR ARB Y SU ESFUERZO DE CEDENCIA PROMEDIO (YS).....	142
FIGURA 69. GRÁFICA COMPARATIVA ENTRE LOS ESFUERZOS RESIDUALES (RS) ESTIMADOS EN LA SUPERFICIE DE LAS MUESTRAS PROCESADAS POR RCS Y SU ESFUERZO DE CEDENCIA PROMEDIO (YS).	142
FIGURA 70. COMPARACIÓN DE GRÁFICAS DE A) NYQUIST, B) BODE Y C) DENSIDAD DE CORRIENTE ELECTROQUÍMICA PARA LAS MUESTRAS OROA, 1A Y 1R.	144
FIGURA 71. GRÁFICAS COMPARATIVAS DE A) CANTIDAD DE GRIETAS CON RESPECTO A SU POSICIÓN Y B) CON RESPECTO AL TAMAÑO PRESENTADO EN LAS MUESTRAS DE CONDICIONES OROA, 1A Y 1R SOMETIDAS AL ENSAYO DE SCC BAJO ESFUERZO CONSTANTE IGUAL A 1 Y 1.2 VECES EL YS.	145

ÍNDICE DE TABLAS

TABLA 1. PROPIEDADES MECÁNICAS NOMINALES DE LA AA7075 EN DISTINTAS CONDICIONES DE TRATAMIENTO TÉRMICO [20]. ...	21
TABLA 2. COMPILADO DE MUESTRAS Y TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN EMPLEADAS EN EL PRESENTE ESTUDIO.	48
TABLA 3. DIMENSIONES DE LAS MUESTRAS ANALIZADAS MEDIANTE EL ENSAYO FLEXIÓN A 3 PUNTOS Y PARÁMETROS EMPLEADOS. .	50
TABLA 4. COMPOSICIÓN NOMINAL Y REAL DE LA ALEACIÓN AL-7075.	55
TABLA 5. COMPONENTES DE TEXTURA PRESENTES Y ESTIMACIÓN DE FRACCIÓN VOLUMEN EN LA MUESTRA DE CONDICIÓN INICIAL (ORO), ASÍ COMO EN LAS MUESTRAS DEFORMADAS HASTA 4 PASOS POR RCS (1R, 2R, 3R Y 4R).	70
TABLA 6. COMPONENTES DE TEXTURA PRESENTES Y ESTIMACIÓN DE FRACCIÓN VOLUMEN EN LA MUESTRA DE CONDICIÓN INICIAL (ORO), ASÍ COMO EN LAS MUESTRAS DEFORMADAS HASTA 3 PASOS POR ARB (1A, 2A Y 3A).	98
TABLA 7. COMPONENTES DE TEXTURA PRESENTES Y ESTIMACIÓN DE FRACCIÓN VOLUMEN EN LA MUESTRA DE CONDICIÓN INICIAL (ORO), ASÍ COMO EN LAS MUESTRAS DEFORMADAS MEDIANTE LA COMBINACIÓN DE TÉCNICAS ARB SEGUIDO POR RCS (1A1R, 1A2R, 1A3R, 2A1R Y 2A2R).	123

ÍNDICE DE ABREVIATURAS

- OROA: Muestra de condición inicial (libre de deformación)
- 1R, 2R, 3R y 4R: Muestras con uno, dos, tres y cuatro pasos de deformación por RCS, respectivamente.
- 1A, 2A y 3A: Muestras con uno, dos y tres pasos de deformación por ARB, respectivamente.
- 1R1A, 2R1A, 3R1A, 3R2A, 1A1R, 1A2R, 1A3R, 2A1R, 2A2R: Muestras deformadas mediante una combinación de procesos RCS y ARB. El primer número indica los pasos acumulados de la primera técnica de deformación aplicada, la primera letra indica cuál fue la primera técnica aplicada (RCS=R y ARB= A), el segundo número indica los pasos acumulados de la segunda técnica aplicada, la segunda letra indica cual fue la segunda técnica aplicada (RCS=R y ARB=A).
- AA7075: Aleación de base aluminio 7075
- ARB: Rolado acumulativo
- DSC: Calorimetría diferencial de barrido
- EBSD: Difracción de electrones retrodispersados
- EIS: Espectroscopía de impedancia electroquímica
- EN: Ruido electroquímico
- FCC: estructura cúbica centrada en caras (face centered cubic)
- GNB: Dislocaciones geoméricamente necesarias
- HAGB: bordes de grano de ángulo alto (>15°)
- HVN: Número de dureza Vickers
- LAGB: bordes de grano de ángulo bajo (<15°)
- OM: Microscopía óptica
- ODF: Función de distribución de orientación
- PF: Figura de polo
- RCS: Corrugado – planchado repetitivo
- RS: Esfuerzos residuales
- SEM: Microscopia electrónica de barrido
- SCC: Agrietamiento inducido bajo corrosión y esfuerzos
- SCE: Electrodo de calomel saturado
- SPD: Deformación plástica severa
- TEM: Microscopía electrónica de transmisión
- YS: Esfuerzo de cedencia
- XRD: Difracción de rayos-X

RESUMEN

La aleación de base aluminio 7075 (AA7075) es altamente empleada en diversas industrias, especialmente para componentes estructurales. Dentro de sus grandes ventajas se encuentra una elevada relación resistencia mecánica/peso, sin embargo, también cuenta con algunas limitantes que restringen su empleo, especialmente la baja resistencia a la corrosión en medios salinos. Aunque se han reportado diversos esfuerzos por disminuir dicha restricción de la AA7075, no se han obtenido resultados que satisfagan las distintas aplicaciones de la aleación. En el presente trabajo se eligieron dos técnicas de deformación plástica severa (SPD) conocidas como corrugado – planchado repetitivo (RCS) y rolado acumulativo (ARB), ambas son técnicas ampliamente reportadas por las excepcionales propiedades mecánicas que generan a partir de microestructuras submicrométricas o nanométricas. Hasta la fecha, no tenemos conocimiento de ningún trabajo previo que haya relacionado dichas microestructuras y propiedades mecánicas con el comportamiento electroquímico y la susceptibilidad al agrietamiento inducido por corrosión y esfuerzos (SCC) en la aleación 7075 procesada. En el presente trabajo se estudiaron algunas características estructurales, mecánicas y electroquímicas de la AA7075 procesada por cuatro rutas: i) RCS, ii) ARB, iii) ARB + RCS y iv) RCS + ARB. A manera de resultado, se observó un considerable refinamiento de grano desde el primer paso de deformación plástica aplicada en cualquiera de las cuatro rutas, evolucionando en todos los casos, de granos micrométricos hasta el rango nanométrico. En todos los casos, las microestructuras mostraron distribuciones continuas y anchas de tamaño de grano. La ruta de procesamiento mediante RCS mostró una tendencia hacia la pérdida de textura preferencial, mientras que las otras tres rutas formaron componentes de textura propios de cada proceso. Las propiedades mecánicas estimadas mediante flexión a tres puntos y microdureza Vickers mostraron incrementos considerables en todos los casos desde el primer paso de deformación, siendo mayores con la deformación aplicada para ARB. Por su parte, el comportamiento electroquímico evaluado mediante espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS), ruido electroquímico (EN) y agrietamiento inducido bajo corrosión y esfuerzos (SCC), resultaron en mejoras de estabilidad electroquímica para todas las rutas estudiadas. Adicionalmente, el primer paso de deformación por ARB mostró una mejora en la resistencia a la corrosión de aleación. De manera general y considerando todos los resultados obtenidos, puede decirse que el orden de mayor a menor eficiencia de las rutas estudiadas es: ARB > ARB + RCS > RCS + ARB > RCS. Dentro de las rutas mencionadas, el caso más exitoso para factibilidad industrial y mejor combinación de propiedades resultantes de cada ruta de deformación aplicada fue la muestra con un paso de deformación por ARB.

ABSTRACT

The aluminum-based alloy 7075 (AA7075) is widely used in several industries, mainly for structural components. Among its great advantages is a high mechanical resistance / weight ratio, however, it also has some limitations that restrict its use, especially the low resistance to corrosion in saline environments. Although various efforts have been reported to reduce this restrictive AA7075, no results have been obtained that satisfy the different applications of the alloy. In the present work, two severe plastic deformation techniques (SPD) known as repetitive corrugation and straightening (RCS) and accumulative roll-bonding (ARB) were chosen. Both techniques are widely reported for its exceptional produced mechanical properties, which result from submicron or nanometric microstructures. To date, we are not aware of any previous work that has related such microstructures and mechanical properties to electrochemical behavior and susceptibility to stress-induced cracking (SCC) in processed 7075 alloy. In the present work, structural, mechanical and electrochemical characteristics of the AA7075 processed by four routes were studied: i) RCS, ii) ARB, iii) ARB + RCS y iv) RCS + ARB. As a result, a considerable grain refinement was observed from the first plastic deformation pass in any of the four routes, evolving in all cases, from micrometric grains to the nanometric range. In all cases, the microstructures showed continuous and wide grain size distributions. The processing route using RCS showed a trend towards the loss of preferential texture, while the other three routes formed own-texture components of each process. The mechanical properties estimated by three-point bending test and Vickers microhardness showed considerable increases in all cases from the first deformation pass, being greater with the deformation applied for ARB. The electrochemical behavior evaluated by electrochemical impedance spectroscopy (EIS), electrochemical noise (EN) and stress corrosion cracking (SCC), resulted in improvements in electrochemical stability of the samples processed by any of the four studied routes. Additionally, the first ARB deformation pass showed an improvement in the corrosion resistance of the alloy. Considering all the obtained results, it can be concluded that the order from highest to lowest efficiency of the routes studied is: ARB > ARB + RCS > RCS + ARB > RCS. The most successful condition for industrial feasibility and the best combination of mechanical properties was obtained for the sample with a single ARB deformation pass.

OBJETIVOS

Objetivo general

Estudiar el efecto de la microestructura generada por los procesos RCS y ARB en las propiedades mecánicas, electroquímicas y en la susceptibilidad al agrietamiento inducido bajo corrosión y esfuerzos de la AA7075. Así como comparar la evolución microestructural, cristalográfica y mecánica de las combinaciones de ambos procesos de deformación aplicados a la AA7075.

Objetivos específicos

1. Evaluar el efecto de la deformación plástica inducida mediante los procesos RCS y ARB sobre la microestructura, orientación cristalográfica, comportamiento mecánico y susceptibilidad electroquímica de la aleación Al-7075.
2. Evaluar el efecto de la deformación plástica inducida mediante la combinación de procesos RCS y ARB sobre la microestructura, orientación cristalográfica y comportamiento mecánico de la aleación Al-7075.
3. Comparar los efectos de las cuatro rutas de deformación plástica severa sobre la aleación Al-7075 para determinar la más eficiente en términos estructurales y mecánicos.

INTRODUCCIÓN

La aleación de base aluminio 7075 (AA7075) es una de las aleaciones de base aluminio con mayor empleo industrial, especialmente para componentes de la industria aeroespacial, automotriz, así como en algunos recipientes a presión. La serie 7xxx del Al, en general, se caracteriza por una excelente relación resistencia/peso, así como elevada resistencia mecánica, lo cual le ha valido su amplio uso industrial. Sin embargo, la AA7075 tiene baja resistencia a la corrosión y al desgaste, lo cual ha limitado el amplio campo de aplicaciones al que podría llegar. Numerosos reportes han tratado de disminuir los mencionados puntos débiles de la serie 7xxx mediante tres rutas: 1) modificaciones químicas, 2) modificación de la microestructura mediante tratamientos térmicos, o bien, 3) mediante procesos de deformación plástica severa (SPD).

En cuanto a la ruta química, algunos autores se han enfocado en la variación de los contenidos de Zn, Mg y Cu en aleaciones de la serie 7xxx. Se ha reportado un incremento de 140 a 150% en el esfuerzo último a la tensión, así como un incremento de 150 a 180% en la elongación en aleaciones libres de Cu con cantidades minoritarias de Zr y Ti, esto en comparación con una referencia de aleación comercial A356 [1]. Además de esto, ha sido reportado que una relación en %peso cercana a tres veces Zn y una de Mg es necesaria para optimizar las propiedades mecánicas de la serie 7xxx [2]. Diferentes contenidos de Mn también han sido reportados para incrementar la tenacidad a la fractura [3]. Se han hecho esfuerzos para reducir impurezas de Fe y Si con la finalidad de mejorar las propiedades mecánicas y comportamiento a la corrosión [4]. Sin embargo, las propiedades mecánicas resultantes son generalmente más bajas en comparación con las obtenidas por las otras dos rutas.

Por otro lado, se han aplicado tratamientos térmicos a la serie 7xxx enfocados a mejorar la susceptibilidad al agrietamiento inducido por corrosión y esfuerzos (SCC). El uso de tratamientos de sobre-envejecido ha resultado en la reducción de susceptibilidad al SCC, sacrificando la resistencia mecánica [5]. Una solución alternativa al problema anterior, ha sido la aplicación de un tratamiento de envejecido de dos etapas, resultando en el decrecimiento de SCC y en el incremento de resistencia mecánica [6]. El tratamiento térmico de retrogresión y re-envejecido a diferentes temperaturas no fue eficiente en el establecimiento de una buena combinación entre SCC y dureza [7]. Sin embargo, en todos los casos, los tratamientos térmicos para componentes industriales usualmente son caros y consumidores de tiempo.

Finalmente, la mejora de susceptibilidad a SCC ha sido estudiada a través de la utilización de técnicas de deformación plástica severa. El comportamiento a SCC en juntas soldadas de AA2195 fue estudiado usando granallado por impacto con láser (LSP por sus siglas en inglés), obteniendo una

mejor resistencia a la corrosión localizada en comparación con las muestras sin LSP [8]. La susceptibilidad a SCC también ha sido probada en juntas soldadas de AA7075 después de la aplicación LSP, reportando el decremento de agrietamiento inducido bajo corrosión y esfuerzos después de SCC en comparación con las muestras sin LSP [9]. Las técnicas que involucran granallado son consideradas como procesos superficiales de SPD. Hasta ahora, no hay reportes del estudio del mecanismo de SCC cuando un proceso es aplicado en todo el volumen de la muestra, tal como las técnicas de SPD, las cuales afectan al volumen entero del material procesado. Además, el efecto de microestructuras heterogéneas donde granos micrométricos y ultrafinos coexisten no ha sido estudiado. Este tipo de microestructuras puede ser generadas por técnicas SPD, tales como el corrugado-planchado repetitivo (RCS) y el rolado acumulativo (ARB), los cuales son procesos usados para productos planos [10,11]. El proceso RCS se basa en la aplicación de ciclos de corrugado y planchado en la pieza de trabajo mientras se mantiene la misma sección transversal. Numerosas aleaciones de base aluminio han sido estudiadas por esta técnica, obteniendo microestructuras que permiten el incremento de propiedades mecánicas, tal como el caso de aluminio puro [12], así como aleaciones Al-Cu y Al-Cu-Sc [10], AA5083 [13], AA5754 [14], y AA6061 [11]. Por su parte, el proceso ARB consiste en la aplicación de esfuerzos cortantes mediante laminado severo en un solo paso a través de los rodillos. Considerando que el material de entrada al proceso ARB consiste en dos placas apiladas y que la reducción es del 50%, se puede decir que este proceso también conserva la geometría inicial de las muestras. Numerosos grupos de investigación han obtenido incrementos sustanciales en propiedades mecánicas de aleaciones base Al procesadas por ARB, algunos ejemplos son para las aleaciones Al-1100 [15], AA6061 [16] y AA7075 [17]. Adicionalmente, se ha reportado el decremento de susceptibilidad a la corrosión localizada [18,19] como resultado de los cambios microestructurales generados por el proceso ARB.

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

Capítulo I: Marco teórico que contiene aspectos relacionados a generalidades y conceptos necesarios para entender el contenido de la tesis. Incluye una introducción a la aleación Al-7075, sus aplicaciones y propiedades. Así mismo, se incluyó un apartado básico de los dos procesos de deformación plástica severa (SPD) empleados en este trabajo, es decir, RCS y ARB. Con base en los reportes de ambas técnicas de SPD mencionadas, se describieron los principales efectos en aleaciones de aluminio, específicamente, en materia estructural, cristalográfica, mecánica y electroquímica. Este capítulo

concluye con el estado del arte, o bien, los avances más relevantes de la aplicación de ambas técnicas de SPD en aleaciones de base aluminio.

Capítulo II: en este capítulo se describen los materiales, equipos y parámetros empleados tanto para la deformación plástica de la aleación, como para su caracterización post-proceso. A partir de aquí se sigue la misma estructura para presentación de metodología, resultados, discusión y conclusiones, la cual es: i) comportamiento estructural y cristalográfico, ii) comportamiento mecánico y iii) evaluación electroquímica. Dicha estructura ayudará al lector a volver más ágil la lectura y comprensión de la presente tesis.

Capítulo III: incluye la presentación de resultados de las distintas técnicas de caracterización descritas en el Capítulo II, así como su interpretación e integración en términos individuales de cada ruta de procesamiento empleada.

Capítulo IV: presenta la discusión de resultados en términos de la comparación entre los efectos estructurales, mecánicos y electroquímicos de cada ruta de deformación empleada sobre la aleación Al-7075. Así mismo, presenta las rutas de procesamiento de acuerdo a su eficiencia para mejorar el comportamiento mecánico o electroquímico de la aleación estudiada.

Capítulo V: Incluye las conclusiones finales de la tesis con base en los hallazgos mostrados previamente en los Capítulos III y IV.

CAPÍTULO I. MARCO TEÓRICO

En el presente capítulo se desarrolla una descripción de los principios básicos que el lector debe conocer para la comprensión del proyecto de tesis. Comenzando por esta sección en adelante, la disposición de subtemas en cada capítulo sigue el mismo orden, es decir, descripción o resultados de; deformación aplicada, microestructura y textura cristalográfica, comportamiento mecánico y esfuerzos residuales, finalizando con comportamiento electroquímico.

1.1. ALEACIÓN Al-7075

De manera general, las aleaciones de aluminio poseen una elevada tenacidad a la fractura, suelen mostrar fractura de tipo dúctil asociadas con nucleación en partículas de intermetálicos, dicha fractura dúctil es causada por la nucleación de huecos y su coalescencia. Por su parte, la serie 7xxx del aluminio tiene un amplio uso industrial principalmente en los campos automotriz y aeronáutico por su alta resistencia mecánica. En el sector aeroespacial la AA7075 es la aleación preferida debido a las propiedades nominales que se muestran en la tabla 1, especialmente cuando se trata de recubrimiento de alas, "stringers" y estabilizadores. Sin embargo, dentro de las limitantes de su aplicación están una menor resistencia al desgaste y menor formabilidad por extrusión en comparación con otras aleaciones de resistencia mecánica similar. Las bajas tasas de extrusión se deben a la elevada resistencia mecánica y al bajo punto de fusión de algunas de sus fases. El contenido de cobre es el otro factor que genera el conjunto de elevada resistencia mecánica, baja formabilidad por extrusión y baja resistencia a la corrosión. Su baja tenacidad a la fractura y baja tolerancia al daño limitan su aplicabilidad, por lo que recientemente se ha trabajado en cambios a la composición química, especialmente en cuanto a la relación Zn/Mg/Cu, así como en el contenido de Si y Fe [1,4].

La alta resistencia de las aleaciones Al-Zn-Mg-Cu también se asocia con el efecto combinado de la densidad y relación de aspecto de los precipitados de fase η' presentes en forma de placas, los cuales se forman en los planos $\{111\}_\alpha$. La fase η es el intermetálico más común en la aleación 7075, el cual se encuentra en condición metaestable η' después del tratamiento T6, pasa de η' a η en el T76 y es totalmente estable en T73. El aluminio se combina bien con metales de transición, cromo, manganeso y zirconio y forma fases intermetálicas con poca o nula solubilidad en la matriz de aluminio, esto da lugar al dispersoide más común para la aleación 7075 que es $\text{Al}_{12}\text{Mg}_2\text{Cr}$, este dispersoide presenta además una habilidad para nuclear η a temperaturas elevadas. Los constituyentes más comunes en la aleación 7075 son $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, $\text{Al}_{12}(\text{Fe}, \text{Mn})_3\text{Si}$, $\text{Al}_6(\text{Fe}, \text{Mn})$, Mg_2Si y SiO_2 [20].

Tabla 1. Propiedades mecánicas nominales de la AA7075 en distintas condiciones de tratamiento térmico [20].

Condición	UTS (MPa)	Elongación (%)	Dureza Brinell (HB _{10/500})
O	230	16	60
T6	570	11	150
T73	505	-	140

La AA7075 es de tipo endurecible por precipitación, lo cual indica que en su condición inicial (T6) posee precipitados finos y dispersos en la matriz. Para ser procesada por RCS y ARB es necesario un tratamiento térmico que reduzca de manera parcial la resistencia mecánica sin un elevado efecto sobre el tamaño de grano, es decir, un recocido, de acuerdo con la literatura base para aluminio y sus aleaciones [21], se recomienda un tratamiento térmico en dos etapas; 1) 425°C por 2 h, seguido de un enfriamiento al aire para controlar el tamaño de grano y 2) sostener la temperatura a 230°C por 2 horas y un consecutivo enfriamiento al aire. De esta manera, se obtendría una estructura con tamaño de grano micrométrico y precipitados también micrométricos dispersos en la matriz.

1.2. PROCESOS DE DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA

El inicio de los procesos de deformación plástica severa (SPD) se remonta a la década de 1930s por P. W. Brindgman, quien estudió el efecto de combinar presiones hidrostáticas con deformaciones de corte [22]. La familia de técnicas SPD se definen como procesos que infieren grados de deformación más elevados en comparación con las técnicas convencionales. Previamente al empleo de las técnicas de SPD, el refinamiento de grano era comúnmente obtenido mediante deformación plástica convencional y un subsecuente recocido que generaba recristalización por nucleación y crecimiento (recristalización discontinua). Mediante estas técnicas, se obtenían típicamente tamaños de grano mayores a 10 μm , mientras que en procesos SPD se obtienen comúnmente tamaños de grano ultrafinos (menores a 1 μm) e incluso nanométricos (menores 100 nm). Este incremento en refinamiento de grano mediante las técnicas SPD se debe, al grado de deformación que es sustancialmente mayor con respecto a las técnicas convencionales, por ejemplo, un rolado convencional permite reducciones totales de espesor de alrededor de 60 a 80%, lo cual corresponde a una deformación equivalente de alrededor de 1 a 1.8, mientras que los procesos de SPD aplican deformaciones de al menos 4.0 en los materiales procesados. Dicha capacidad para refinar el grano permite el incremento de propiedades mecánicas sin la necesidad de aplicar tratamientos térmicos

posteriores, esta ventaja sumada con la hibridación de buenas propiedades ópticas, eléctricas, térmicas, etc., las cuales prevalecen en la aleación debido a que conserva la misma composición química, son el valor agregado de las técnicas de SPD [23,24]. Con base en las virtudes de la familia de técnicas de SPD, están siendo ampliamente estudiadas por numerosos grupos de investigación alrededor del mundo. Dentro de los más notables hallazgos a este respecto, se encuentran los trabajos de Valiev, et. al. [25,26], en donde se describen las bondades de las microestructuras ultrafinas y nanométricas formadas mediante SPD. Dos de los procesos de SPD más prometedores para productos planos, son el corrugado – planchado repetitivo y el rolado acumulativo, los cuales han reportado múltiples ventajas en cuanto a evolución microestructural, propiedades mecánicas y facilidad de habilitación tanto a nivel industrial como a nivel laboratorio, siendo por lo anterior que fueron elegidos para la presente tesis. Una descripción a detalle el principio que rige ambos procesos se presenta en las siguientes secciones.

1.2.1. CORRUGADO – PLANCHADO REPETITIVO

La técnica de corrugado – planchado repetitivo (RCS por sus siglas en inglés) fue patentada por Zhu y colaboradores en el año 2000. Esta técnica sirvió a la necesidad de un proceso que lograra una sinergia entre los beneficios de la deformación plástica severa (sección 1.2), la posibilidad de ser aplicado en muestras con geometría altamente empleada en componentes industriales y la alternativa de ser un proceso de tipo continuo. El creador del método RCS, reportó por primera vez los resultados del proceso aplicado sobre cobre de alta pureza [27], resultando en un considerable refinamiento de grano, el cual partió de tamaños micrométricos y llegó hasta los ultrafinos, así como en un incremento de dureza. Dicho artículo incluyó también la descripción de lo que se denomina un ciclo de deformación por RCS, el cual consiste en: 1) corrugado de la lámina mediante la aplicación de carga a dos dados con la geometría mostrada en la Fig. 2 entre los cuales se encuentra la lámina del material a ser procesado, y 2) planchado del material previamente corrugado mediante la aplicación de presión entre dos dados de caras planas. Cabe destacar que el modo de deformación aplicada mediante esta técnica de SPD es predominantemente por dobléz para dados de corrugado con perfil sinusoidal y de tipo corte para aquellos con perfil trapezoidal [28,29]. Es por lo anterior, que la geometría del dado corrugado tiene un impacto importante sobre la deformación equivalente aplicada y el estado de esfuerzos logrado. Diferentes dados de corrugado resultan en distintas propiedades y microestructuras, aunque en un gran número de casos dichas microestructuras resultan en distribuciones anchas y de morfología no equiaxial, es decir, en la obtención de una

coexistencia entre granos pequeños (nanométricos o ultrafinos) y granos gruesos (micrométricos) [11,30,31].

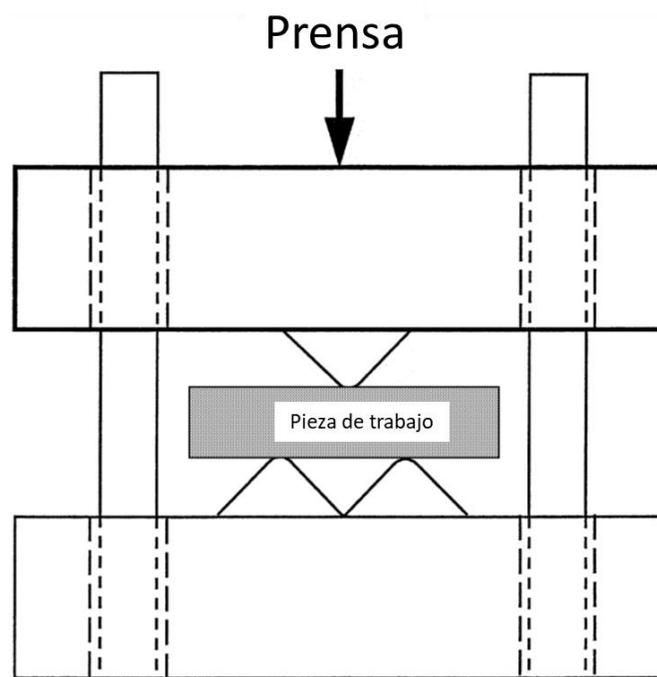


Figura 1. Representación de dados empleados en el primer artículo reportado del proceso RCS. Imagen adaptada del trabajo original [27].

A la fecha, se han publicado algunos trabajos de la adaptación del proceso RCS como método de deformación continuo [32] y se han realizado numerosas investigaciones en torno a las condiciones microestructurales y propiedades mecánicas logradas mediante esta técnica.

1.2.2. ROLADO ACUMULATIVO

El proceso de rolado acumulativo, ARB por sus siglas en inglés (Accumulative Roll-Bonding), es un proceso que permite producir materiales en bulto y se caracteriza por su facilidad para ser aplicado de manera continua. Fue desarrollado por Saito y colaboradores, publicando sus primeros reportes en los años de 1998 y 1999 [33,34]. Fue presentado como una técnica que permite establecer una sinergia entre las propiedades logradas por SPD y las características de un proceso de alta productividad; menor costo de elaboración de dados, menor capacidad de carga requerida en los equipos empleados y muestras con geometrías que son hondamente aplicables en componentes industriales (láminas). De manera general, este proceso se basa en el apilamiento de 2 o más placas, las cuales pueden ser del mismo o distinto material, para posteriormente realizar una reducción de

50% en espesor en un solo paso de deformación. Lo anterior genera además de una reducción de espesor, una unión de tipo química/mecánica producida a partir de la presión suministrada durante el proceso, así como por la activación de procesos difusivos debido al alto grado de deformación y al incremento de temperatura debido a ello. La Figura 2 esquematiza de manera general el proceso ARB. La preparación de las placas suele realizarse mediante cepillado superficial con cerdas de un material más duro, por ejemplo acero, así como una limpieza y desengrasado, realizado comúnmente con acetona. El proceso no emplea lubricación debido a que se ve favorecido por un alto coeficiente de fricción. Algunas ocasiones es necesario el empleo de temperaturas elevadas durante el proceso. Una vez que las placas han sido roladas y que la placa final tiene el espesor inicial, se procede a cortar en dos partes y posteriormente apilar nuevamente para repetir el proceso de rolado de manera secuencial. Cada vez que las placas apiladas pasan por los rodillos se considera un paso de deformación por ARB. El proceso ARB induce esfuerzos de corte y esfuerzos de rolado de manera simultánea.

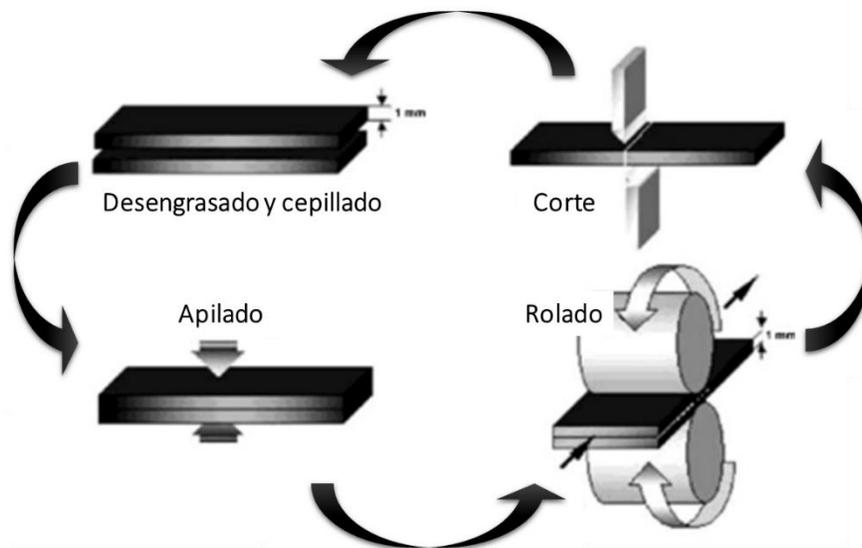


Figura 2. Esquema general de la técnica de Rolado Acumulativo (ARB). Adaptado de [19]

Se tiene que la deformación equivalente por cada paso de rolado acumulativo con una reducción de espesor de 50% es de alrededor de 0.8, siendo acumulativa, de tal manera que la deformación equivalente después de n pasos de rolado es 0.8^n [35]. El proceso ARB debe superar una deformación crítica que permita la ocurrencia de la unión entre láminas, la cual depende del material procesado pero siempre es mayor a 35% por cada paso. Es un proceso eficiente para producir tamaños de grano ultrafino (debajo de $1 \mu\text{m}$). La morfología de grano típicamente lograda mediante este proceso es de

tipo elongada con una elevada densidad de límites de grano de ángulo grande ($\geq 15^\circ$). Típicamente se logran granos de tamaño promedio entre 100 a 200 nm, aunque los metales puros tienden a presentar un tamaño de grano final mayor. Por otra parte, las propiedades mecánicas suelen incrementarse entre 2 a 4 veces con respecto a la condición inicial.

1.3. EFECTO DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA

Es sabido que el incremento en la tasa de deformación, incrementa también la concentración de esfuerzos en el material. En pequeñas deformaciones, el endurecimiento por trabajo es prominente y el ablandamiento dinámico es pequeño, mientras que el incremento en tasa de deformación incrementa también la energía almacenada que permite el ablandamiento. A mayores deformaciones se aceleran los mecanismos de ablandamiento y el flujo de esfuerzos llega a una saturación temporal que después cae, posteriormente los mecanismos de ablandamiento y endurecimiento llegan a un balance y el flujo de esfuerzos a una estabilidad permanente [36]. Dicho mecanismo es de sumo interés para los procesos de deformación plástica y en especial para las técnicas de la familia SPD, ya que los pasos de procesamiento aplicados, los cuales acumulan mayor deformación equivalente en el material, son un parámetro de gran importancia ante los efectos microestructurales y mecánicos en la aleación de trabajo [26,37,38]. Entre los cambios más significativos que pueden resultar de la aplicación de procesos SPD, y más específicamente, de ARB y RCS, están los cambios a nivel microestructural, es decir, morfología, tamaño y distribución de granos, precipitados y su orientación cristalográfica; cambios mecánicos, los cuáles se refieren al desempeño de la aleación ante la aplicación de esfuerzos y cargas de distintos tipos; y cambios electroquímicos, los cuales permiten conocer la respuesta de la aleación cuando se encuentra en contacto con medios corrosivos y/o la aplicación de corriente eléctrica en un sistema cerrado. Las secciones consecutivas detallarán un poco más las características de cada punto.

1.3.1. ESTRUCTURA Y TEXTURA CRISTALOGRAFICA

Dentro de los cambios microestructurales que pueden generarse a partir de la aplicación de procesos de SPD en materiales metálicos, están el refinamiento de grano, siendo un fenómeno que describe el incremento en densidad de bordes de grano debido a la formación de nuevos granos; fragmentación o re-distribución de precipitados, que se refiere a la reducción en tamaño de segundas fases presentes en la aleación como resultado de esfuerzos cortantes aplicados, o bien, al

establecimiento de un nuevo perfil de ubicación de las segundas fases como resultado de la deformación recibida por la matriz; cambios en la orientación cristalográfica de los granos, lo cual se debe a rotaciones de los cristalitos a partir de su posición inicial en la muestra; aunque existen diversos efectos microestructurales que pueden ser obtenidos a partir de procesos de deformación, los tres mencionados con los más relevantes para la presente tesis.

El refinamiento de grano en función de la deformación aplicada depende en gran medida del tipo de esfuerzos aplicados, así como de la severidad de la deformación impuesta. El re-dimensionamiento de los granos podría llegar hasta los tamaños ultrafinos ampliamente reportados para diversas aleaciones de base aluminio procesadas por SPD [11,39,40], o bien, hasta tamaños nanométricos [41]. Cabe mencionar que múltiples autores han diferenciado entre granos de tamaños ultrafino y nanométricos, considerando ultrafinos cuando están en el rango entre 1 y 0.1 μm [26,42] y nanométricos cuando son menores a 0.1 μm [43,44]. Debido a la relación inversa ampliamente reportada y conocida entre el tamaño de grano y la resistencia mecánica de materiales metálicos, también conocida como la relación de Hall-Petch [45], el refinamiento de grano hasta tamaños ultrafinos suele tener un efecto positivo sobre el comportamiento mecánico de la aleación procesada. Sin embargo, cuando dicho refinamiento llega hasta dimensiones nanométricas, el resultado en el comportamiento mecánico sale de la aplicabilidad de la clásica relación Hall-Petch y se torna en una relación cercanamente directa entre el tamaño de grano y la resistencia mecánica [46–48], dicho fenómeno ha sido tratado de explicar con base en la probable absorción de dislocaciones y átomos adyacente por la frontera de grano, decreciendo con ella la resistencia la densidad de dislocaciones y la resistencia que el material pone ante la continuidad de la deformación [49]. Dentro del estudio de los mecanismos de deformación que generan las excepciones arriba descritas, está el trabajo de Meyers, et. al. [50], que de manera general, sostiene que los materiales nanoestructurados suelen presentar baja ductilidad debido a su bajo endurecimiento por trabajo y a la localización de deformación y fallas, además de una capacidad menor de acomodar grietas después de una extensa deformación aplicada. Cabe resaltar que es bien conocido que el endurecimiento por trabajo es inefectivo para las aleaciones de aluminio de la serie 7xxx.

Por su parte, los precipitados podrían fragmentarse hasta tamaños nanométricos [51,52], re-absorberse en la matriz [53,54] o no ser alterados considerablemente por el proceso de deformación [55]. El tamaño, la distribución y la estabilidad termodinámica de los precipitados juegan un rol importante en las propiedades mecánicas de la aleación de trabajo. Clásicamente, la presencia de segundas fases en distribuciones y tamaños favorables, puede incrementar considerablemente la

dureza de diversos materiales metálicos incluyendo aleaciones de base aluminio [56,57]. Sin embargo, también se han reportado algunas excepciones al comportamiento de endurecimiento clásico por segundas fases, especialmente cuando el sistema de trabajo confiere alta difusión de defectos estructurales en la aleación, tales como defectos de Frenkel, vacancias, etc. [58].

Los cambios microestructurales previamente descritos, traducidos como cambios en morfología y tamaño de granos y precipitados, no es la única forma de evaluar la evolución micro o nano estructural de la aleación deformada. La rotación y/o deslizamiento de granos genera cambios en orientación que son estudiados a través de análisis de macro y micro textura en el material [59]. La textura cristalográfica se refiere a la ocurrencia de patrones de orientación de granos, es decir, con orientaciones que no son al azar. Este fenómeno ocurre por factores como la naturaleza del material, el tipo de nucleación, gradientes de temperatura durante la solidificación o deformaciones añadidas durante el conformado. De esta manera, los procesos de deformación plástica severa suelen generar texturas propias del proceso debidas a la evolución microestructural que se detalló previamente.

La textura en materiales es tan importante que se ha demostrado que afecta entre 20% y 50% del valor total de las propiedades de materiales. La Figura 3 muestra un ejemplo de lo anterior indicando la variabilidad del módulo elástico de monocristales de hierro de acuerdo con la dirección del cristal, observando valores muy distintos del módulo elástico conocido para hierro isotrópico de 210 GPa [59].

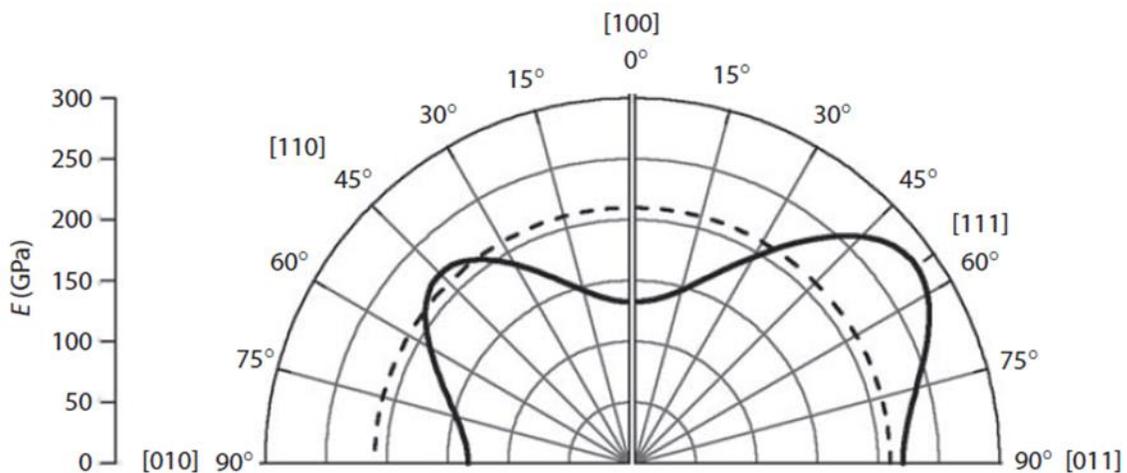


Figura 3. Módulo elástico de hierro monocristalino como función de la dirección del cristal [59].

La textura tiene dos vertientes para su estudio conocidas como macrotextura y microtextura, la primera se refiere a la determinación de orientación preferencial de los granos a través de la

estructura del policristal, por su parte la microtextura se refiere a la medición de desorientación entre granos, es decir, que sabiendo que los granos no se distribuyen totalmente alineados sino que entre ellos existe una rotación de ángulo pequeño o grande, la microtextura es capaz de medir el ángulo de dichas rotaciones. El estudio de microtextura puede realizarse mediante microscopía electrónica de barrido con un detector de electrones retrodispersados (EBSD) de alto ángulo acoplado.

El estudio de macrotextura puede realizarse mediante medición de la distribución de planos cristalinos paralelos a distintos ángulos por medio de difracción de rayos X, es decir, en la orientación promedio. La muestra es incidida por radiación monocromática en un ángulo de Bragg para reflexión de planos (hkl) y el detector se coloca en un ángulo 2θ con respecto al haz, la intensidad difractada es medida por el detector si los planos están orientados de tal manera que su normal corresponda a la bisectriz del ángulo formado entre los haces incidente y difractado, por lo anterior la muestra debe ser rotada sistemáticamente en ángulos bien definidos que hagan posible la difracción de todos los planos puestos en condición de Bragg y sus intensidades son registradas en función de los ángulos de rotación, es decir, las intensidades indican la fracción volumen de cristalitos colocados en posición de difracción, generando representaciones 2D conocidas como figuras de polo.

1.3.2. PROPIEDADES MECÁNICAS Y ESFUERZOS RESIDUALES

El término esfuerzos residuales se refiere a la energía acumulada en la estructura del material debido a deformaciones plásticas o elásticas no uniformes en la totalidad de volumen. Es un fenómeno común y se considera que no existe un material de uso industrial que no contenga esfuerzos residuales, debido a que es complicado controlar el efecto de cada variable de operación en el material. Bastan gradientes de temperatura, geometrías que dificulten el flujo homogéneo o variaciones en la velocidad de deformación para generar esfuerzos residuales. Es por lo anterior que la microestructura, la textura y el estado de esfuerzos definen las propiedades mecánicas del material. De manera general, la Figura 4 muestra un esquema de las causas de los esfuerzos residuales en un material.



Figura 4. Causas de la generación de esfuerzos residuales, adaptada de [60].

Los efectos de la deformación en frío se clasifican en dos tipos, el primero corresponde a la aplicación de esfuerzos de tensión y compresión uniformes que incrementan o disminuyen el parámetro de red, también llamados macroesfuerzos, o esfuerzos de tipo I, su efecto en un difractograma se observa por el corrimiento de la posición 2θ de los picos hacia la izquierda si aumenta o hacia la derecha si decrece el parámetro de red. El segundo efecto corresponde a esfuerzos de tensión y compresión no uniformes que producen ensanchamientos simétricos en los patrones de difracción debido a que tienden a deformar los conjuntos de celdas de manera arqueada, por lo que las celdas que se encuentren en un campo de tensión tendrán una distancia interplanar mayor con respecto a las celdas que se encuentren en condición de compresión, ocasionando con ello una distribución de valores de distancia interplanar, d , equivalente a un rango de valores 2θ , estos se conocen como microesfuerzos, o esfuerzos de tipo II y III.

- a) Los macroesfuerzos suelen ser evaluados por medio del método del $\text{sen}^2\Psi$ que se basa en medir el espaciamiento interplanar en distintos ángulos (Ψ) donde Ψ se refiere al ángulo formado entre la normal a la muestra y la normal al plano de difracción. Dichos esfuerzos se calculan con base en un ajuste no lineal.

Este método se basa en un modelo de esfuerzos planos, es decir, donde no existen esfuerzos perpendiculares a la superficie. Sin embargo, se cuenta un componente normal a la superficie resultante de las contracciones explicadas mediante la relación de Poisson. De esta manera, la deformación es función del módulo de Young (E), el coeficiente de Poisson (ν) y los ángulos cosenos del vector deformación ($\alpha_1 = \cos\phi \sin\psi$ y $\alpha_2 = \sin\phi \sin\psi$) tal como se indica en la Figura 5. Como resultado de la consideración del modelo de esfuerzos planos, la siguiente relación es obtenida:

$$\sigma_\phi = (E/(1+\nu))_{hkl} \cdot 1/d_{\phi_0} \cdot [(\partial d_{\phi\psi})/(\partial \sin^2\psi)]$$

Ec. 1. Estimación de macro-esfuerzos residuales considerando el modelo de esfuerzos planos [61].

En donde σ_ϕ es la estimación de esfuerzos, E y ν son las constantes elásticas del material (módulo elástico y coeficiente de Poisson), d_{ϕ_0} es el espaciado interplanar en una red libre de esfuerzos y ψ es el ángulo formado entre la normal a la muestra y la bisectriz del ángulo de difracción.

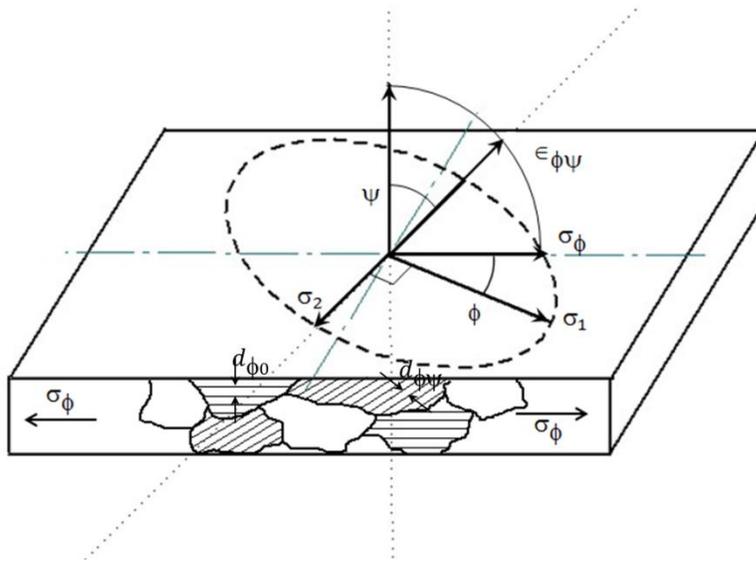


Figura 5. Estado de esfuerzos en el modelo de esfuerzos planos.

- b) Por su parte los microesfuerzos son estimados con base en el modelo de Williamson-Hall que relaciona el ancho integral (área total bajo el pico dividida entre la altura del mismo) de los picos característicos de la aleación con sus contribuciones que son el tamaño del cristalito y la deformación debida a defectos en la red. Debido a lo anterior, el ancho integral de cristales con defectos volumétricos puede escribirse como sigue:

$$(\beta \cos\theta)/\lambda=1/D+4\varepsilon \sin\theta/\lambda$$

Ec. 2. Ecuación de Williamson-Hall para estimación de micro-esfuerzos residuales [62].

En donde β es el ancho integral, λ la longitud de onda de la fuente de radiación, D es el tamaño de cristalito, ε es la micro-deformación aparente y θ el ángulo de difracción.

La forma anterior de evaluar la magnitud y naturaleza de los esfuerzos residuales presentes en el material procesado, permite asociar dichos resultados con la factibilidad del material para determinadas aplicaciones y el tipo de esfuerzos a los que puede ser sometido en servicio.

Con base en que la deformación plástica es un proceso que ocurre debido al deslizamiento que es permitido por la presencia de dislocaciones (las cuales incrementan su densidad al recibir mayor grado de deformación durante procesos con nula recuperación dinámica), éstas dislocaciones pueden asociarse también con el incremento de esfuerzos residuales, los cuales ya se han indicado como resultado de mayores cantidades de deformación heterogénea. De manera paralela, es bien sabido que el incremento de dislocaciones contribuye al aumento en propiedades mecánicas tales como dureza y resistencia máxima a la tracción [56,63]. En este punto consiste una parte del valor agregado de los procesos de deformación plástica severa (SPD), los cuales generan relaciones paradójicas tales como incrementos en resistencia mecánica con una pérdida nula o baja de ductilidad [24].

1.3.3. RESISTENCIA A LA CORROSIÓN

De manera general, los mecanismos de corrosión pueden clasificarse como: a) corrosión general, siendo la corrosión que se da uniforme en materiales isotrópicos y homogéneos, b) corrosión localizada, cuando la degradación se da selectivamente en materiales heterogéneos, comenzando por las zonas de mayor actividad química, regularmente fronteras de granos, c) corrosión influenciada metalúrgicamente, la cual es promovida por características microestructurales generadas por el historial termo-mecánico del material, d) degradación asistida mecánicamente, por ejemplo en componentes bajo esfuerzos de fatiga y e) agrietamiento inducido en medios específicos, tales como en presencia de hidrogeno, cloruros, sulfuros, etc [64].

Con base en el tipo de medios y esfuerzos más comunes que se relacionan con los sectores aeronáutico y automotriz, en los que la AA7075 es ampliamente usada [20], se considera importante evaluar el desempeño del material bajo condiciones de agrietamiento inducido por esfuerzos en

presencia de cloruros, siendo uno de los medios más severos para esta aleación, así como la evaluación de corrosión bajo esfuerzos cíclicos y la corrosión por picadura debido a heterogeneidades microestructurales explicadas previamente en la sección 1.3.1. Con base en lo anterior y en que se sabe que las series del aluminio 2xxx, 5xxx y 7xxx son susceptibles al agrietamiento bajo corrosión y esfuerzos [65], es que uno de los objetivos del presente proyecto es evaluar el desempeño de la aleación en este tipo de condiciones, ya que en las industrias aeronáutica, automotriz, militar o de construcción, podría causar fallas de tipo catastróficas. Cabe destacar, que para que el agrietamiento bajo corrosión y esfuerzos (SCC por sus siglas en inglés) ocurra, deben juntarse tres condiciones base; 1) los elementos de aleación son susceptibles al SCC, 2) el material está sujeto a esfuerzos de tracción con magnitud mayor al límite impuesto por su historial termo-mecánico y 3) el medio en el que se desempeña promueve este tipo de agrietamiento, reconociéndose como medios agresivos, por ejemplo, a las soluciones acuosas con iones Cl^- , Br^- , I^- , así como aire húmedo y agua destilada. Es claro, que las tres condiciones precursoras del SCC son comúnmente encontradas en las industrias que emplean componentes fabricados con la serie 7xxx del aluminio. De los tres factores anteriores, el más importante es la composición química de la aleación, la cual puede afectar la capa de pasivación del material, así como las fronteras de grano, las propiedades mecánicas, tamaño y morfología de grano, segregaciones y esfuerzos residuales [66]. Siendo por lo anterior, que la aplicación de deformación plástica severa en aleaciones de base aluminio y su consecuente evolución microestructural, puede jugar un rol muy importante en las propiedades electroquímicas de la aleación.

1.4. ESTADO DEL ARTE DE CORRUGADO – PLANCHADO REPETITIVO APLICADO A ALEACIONES DE BASE ALUMINIO

Como se vió en la sección 1.2.1., la técnica de presión acanalada (GP) y corrugado – planchado repetitivo (RCS) tienen un principio de operación similar, en donde se distingue entre ambas por la geom

etría del dado de corrugado, siendo ésta, la razón por la que se presentan resultados de ambas técnicas aplicados a aleaciones de base aluminio.

Dentro de los trabajos reportados de la técnica GP, fue comparada la evolución estructural del aluminio comercialmente puro procesado a temperatura ambiente y en condiciones criogénicas, ambos resultados mostraron la formación de estructuras ultrafinas sin diferencias significativas entre

ellos [67]. Otro estudio se enfocó a los cambios en capacidad límite de conformado del aluminio comercialmente puro estudiando dicha evolución en 3 direcciones distintas a partir de la dirección de rolado, obteniendo mejoras en formabilidad para las muestras procesadas a 0° y 45° de la dirección de rolado, obteniendo además, texturas de corte [68]. Mediante el estudio del proceso CGP aplicado a una aleación Al-Mn también se encontró que la sensibilidad a la tasa de deformación medida a partir de ensayos de tensión, incrementó en mayor magnitud entre la condición inicial y hasta el tercer paso de deformación, posteriormente el incremento se vuelve menor [69]. La ocurrencia de refinamiento de grano, además de la mejora en dureza y resistencia mecánica en aluminio de alta pureza después de ser procesado por CGP también fue corroborado unos años más tarde [70]. Un estudio posterior en aleación de base Al-Mn-Si, contiene los resultados de variar la dirección de rolado en muestras previamente sometidas al proceso GP restringido, concluyendo que variar la dirección de rolado no tiene un efecto significativo en los resultados microestructurales ni mecánicos de la aleación procesada [71].

Mediante proceso RCS también se ha estudiado la evolución mecánica del aluminio comercialmente puro, el cual fue comparado con los resultados del mismo proceso aplicado en una aleación de Al-0.2Sc, los resultados mostraron que empleando una ruta con rotaciones de 90° del dado de corrugado entre cada paso de deformación, se obtuvo una mayor dureza en ambas aleaciones en comparación con la ruta sin rotación, mientras que la Al-0.2Sc mostró más efectividad en el endurecimiento post-deformación que el Al comercialmente puro [12]. Un estudio sobre aluminio de alta pureza corroboró la capacidad de refinamiento de grano generada por el proceso RCS, observando la formación de bandas de deformación con celdas de dislocación, y obteniendo además incrementos en resistencia mecánica que llegan a un punto máximo después del cuarto paso de procesamiento [72]. En otro estudio se corroboró que el empleo de la ruta con giros de 90° permite la obtención de mayores valores de dureza y mejor homogeneidad en la deformación aplicada sobre aleaciones de base Al-Cu y Al-Cu-Sc [10]. Con la finalidad de estudiar el efecto de distintos parámetros del proceso RCS sobre el tamaño de grano, microdureza y resistencia mecánica resultantes en aluminio con esfuerzo de cedencia máximo de 145 MPa, se emplearon el método Taguchi y la técnica de análisis de varianza (ANOVA), los resultados mostraron una probabilidad de contribución del número de pasos de deformación del 77.8%, y de contribución de la tasa de deformación del 12.1%, parámetros como el espesor de la muestra y efectos combinados resultaron ser menos significativos [73]. En otro estudio fue comparado el efecto microestructural y en propiedades mecánicas sobre una aleación Al-Mg (AA5083) empleando tres geometrías distintas de dado de corrugado; ranurado

en v, ranurado plano y semicircular (Fig. 1), obteniendo que: 1) la mayor deformación permitida por el material (15 pasos) fue empleando el dado semicircular, 2) las geometrías de dado más efectivas para refinar el tamaño de grano fueron semicircular y ranurado plano y 3) los valores más elevados de dureza y resistencia mecánica fueron obtenidos mediante corrugado con el dado ranurado plano [28]. El efecto de parámetros como temperatura y velocidad de deformación en RCS también ha sido estudiado sobre una AA5083, obteniendo refinamiento de grano a temperatura ambiente, mientras que a 300°C predominan los fenómenos de recristalización y crecimiento de grano, mientras que en lo relativo a la velocidad de deformación, se reportó que una velocidad de 0.5 mm/s logra mayor refinamiento de grano en comparación con una de 2 mm/s, reportando que el tiempo disponible para el reordenamiento de dislocaciones depende fuertemente de este parámetro [13]. El efecto de la rotación de 90° entre cada paso de deformación por RCS y la carencia de rotación fue comparado, obteniendo mayor refinamiento de grano y dureza en las muestras que fueron rotadas [74].

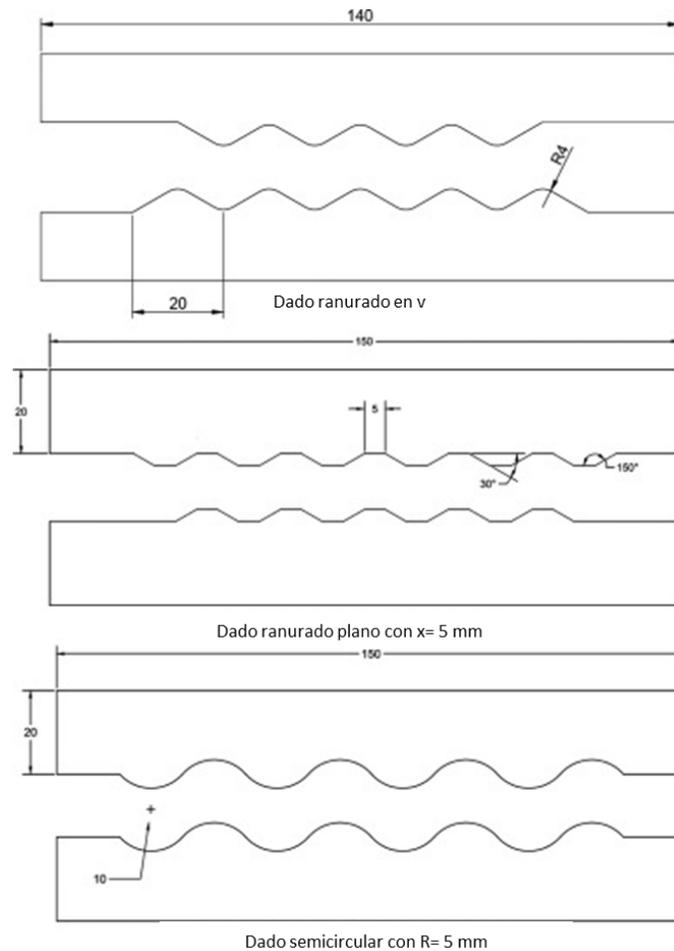


Figura 6. Geometrías de dados para corrugado que han sido empleadas con fines comparativos en la literatura. Adaptada de [28].

Los métodos de RCS y GP restringido (CGP) también han sido estudiados por elemento finito [36], los resultados mostraron que a un elevado grado de deformación se llega a un estado de flujo de esfuerzos saturado, además de que la dureza producida por RCS es mayor que la producida por CGP con mayor uniformidad en todos los pasos de deformación.

1.5. ESTADO DEL ARTE DE ROLADO ACUMULATIVO APLICADO A ALEACIONES DE BASE ALUMINIO

Dentro de los trabajos reportados del proceso de rolado acumulativo (ARB) en aleaciones de aluminio, está el reportado por Saito, et. al., [33] quienes reportaron por primera vez el procesamiento de una aleación de base aluminio (AA1100) por medio del proceso ARB, el cual dió por resultado un incremento en propiedades en resistencia mecánica como función de la deformación aplicada, además de un fuerte decrecimiento en elongación desde el primer paso de deformación manteniéndose casi constante en etapas sucesivas, a partir del sexto paso de deformación se consideró la obtención de una microestructura ultrafina. Posteriormente, el mismo grupo de Saito [34] reportó la aplicación del proceso ARB en dos distintas aleaciones de base Al (1100 y 5083), concluyendo que se trata de una técnica apropiada para lograr buen refinamiento de grano, incremento de resistencia mecánica y para la alta productividad de materiales en bulto. Otros autores [16] han reportado la obtención de microestructuras con granos ultrafinos en a AA6061 y el incremento de resistencia mecánica hasta valores por arriba de los nominales para la condición T6, así como un decrecimiento considerable de la ductilidad después del primer paso de deformación y un decremento pequeño después de dicho paso, así mismo, se mencionó un mapeo heterogéneo de dureza en lo que respecta a la sección transversal, obteniendo distintos valores en superficie y centro de las muestras procesadas, lo cual habla de posibles heterogeneidades de tipo microestructurales. Posteriormente, Huang y colaboradores [75], compararon la microestructura obtenida en un aluminio de pureza comercial por ARB y mediante rolado convencional en frío, obteniendo resultados microestructurales similares, y una mayor rapidez en incremento de ángulo de fronteras de grano durante el proceso ARB. Adicionalmente, Tsuji y colaboradores [35] han reportado la obtención de tamaños de grano hasta niveles ultrafinos en la AA7075 procesada por ARB hasta un total de 5 pasos a 250°C. Por su parte, Pirgazi y colaboradores [76] describieron la técnica ARB como eficiente para refinamiento de grano e incremento de resistencia mecánica hasta tamaños ultrafinos en la aleación AA1100. Quadir y colaboradores [77] estudiaron las etapas iniciales de formación de fronteras de

grano de ángulo bajo en aluminio de alta pureza y en aleación de Al.03Sc, encontrando que en una microestructura de bandas paralelas, las fronteras de grano de ángulo bajo ($<15^\circ$) tienden a formarse paralelas a los límites de bandas ya existentes. Otro grupo de investigación que ha estudiado los resultados de la AA7075 después de ser procesada por ARB, esta vez a 300°C , reportó en el 2012 [78] la obtención de microestructuras con subgranos finos y equiaxiados, la textura tipo fibra beta se intensificó con el incremento de deformación y la elongación incrementó hasta el cuarto paso de procesamiento, posteriormente se obtuvo un decrecimiento. P. Chekhonin, et. al. [79] produjo placas con capas alternadas de aluminio de pureza comercial y aluminio de alta pureza, obteniendo propiedades mecánicas anisotrópicas, así como refinamiento de grano hasta tamaños ultrafinos por recristalización discontinua en capas de aluminio de alta pureza y por recristalización continua en las capas de aluminio de pureza comercial. El mismo grupo de Chekhonin [80] ha publicado otro reporte relacionado a la aplicación del proceso ARB para producir un material compuesto por capas alternadas de aluminio comercialmente puro y aluminio de alta pureza, obteniendo distintos tipos de recristalización que generan texturas de tipo cubo, así como un cese en la nucleación de nuevos granos después de entre 9 y 10 pasos de deformación por ARB. Otros autores [81] han reportado la unión de aleaciones de base aluminio 2219 y 5086 mediante proceso ARB, obteniendo un considerable refinamiento de granos hasta tamaños ultrafinos, así como la fragmentación de la aleación 5086 después de 7 u 8 pasos de deformación. En otro estudio de ARB aplicado a la AA5083 a temperatura ambiente [82], indicó la obtención de un material nanoestructurado con nano bandas de corte y mayor resistencia mecánica, dureza y homogeneidad en la deformación al incrementar los pasos de procesamiento. Morovvati y colaboradores [83] reportaron el procesamiento de la aleación 1200 hasta 6 pasos de deformación por proceso ARB, obteniendo como resultado una microestructura de granos finos homogénea, incremento en resistencia mecánica, mayor dureza y menor límite de formabilidad. Otro trabajo [84] reportó los resultados de aluminio de alta pureza después de ser procesado por ARB, obteniendo que con excepción de un área pequeña, en su mayoría se obtuvieron granos gruesos. Arigela y colaboradores [85] han publicado además un estudio comparativo entre la microestructura y propiedades mecánicas después de procesamiento ARB de las aleaciones 6063, 2014 y un compuesto formado por capas alternadas de ambas, obteniendo incrementos en resistencia mecánica en todos los casos desde el segundo paso de deformación, mientras que en el caso del compuesto formado por capas de ambas aleaciones, la resistencia mecánica total resultó ser cercana al promedio de valores individuales de cada aleación.

Las características microestructurales fomentadas por el proceso ARB bajo distintas condiciones térmicas también ha sido estudiado empleando temperaturas criogénicas sobre la aleación 1060 [86], obteniendo incrementos en resistencia mecánica desde el primer paso de procesamiento, así como una fuerte evolución de textura que fortaleció la presencia de la fibra beta.

En cuanto a la parte electroquímica y propiedades físicas resultantes en aleaciones procesadas por ARB, está el trabajo de Naeini y colaboradores [19], en donde reportaron el decremento en resistencia a la corrosión por picadura en las muestras de aleación 5052 después de ser procesadas por ARB, los autores explicaron esto como un fenómeno debido a la pobre formación de películas pasivantes en las muestras que cuentan con grano ultrafino, mientras que en los últimos pasos de deformación mediante ARB, la severidad de ataque por picadura se atribuyó al efecto de nucleación a partir de las partículas intermetálicas presentes. Posteriormente, Degner y colaboradores [18] realizaron un material multicapa de aleaciones 7075 y 1050, donde obtuvieron mejora en la resistencia a la corrosión siendo un efecto, según los autores, debido al refinamiento de grano generado por el proceso.

Por último, en los últimos años se han reportado resultados de variaciones del proceso ARB que parecen ser prometedoras desde el punto de vista mecánico. Tal como el caso de la comparación microestructural y mecánica obtenida entre los procesos de rolado acumulativo y rolado acumulativo cruzado (con rotación de 90° sobre el eje normal), obteniendo mayor resistencia mecánica, elongación, porcentaje de fronteras de grano de ángulo alto y menor tamaño de grano promedio, todo resultante del ARB cruzado en comparación con el ARB sin rotación [87].

1.6. HIPÓTESIS

Con base en el marco teórico y el estado del arte previamente detallados, se presenta la hipótesis general para el trabajo de investigación:

Considerando que la máxima deformación equivalente aplicada mediante los procesos RCS y ARB es de ~ 0.8 , sin embargo, ARB proporciona un patrón de deformación más homogéneo a lo largo del material que el proceso RCS, se espera que la evolución microestructural generada por el proceso ARB sea más notable. Como consecuencia, se espera un mayor refinamiento de grano en las muestras procesadas por ARB en comparación con las procesadas por RCS. Aunque debido a lo anterior, se prevén mejoras en el comportamiento mecánico de todas las muestras procesadas por ARB y por RCS, o por sus combinaciones, se esperan mayor resistencia mecánica y dureza en las muestras procesadas por ARB con respecto a las muestras procesadas por RCS. En cuanto a la susceptibilidad a la corrosión de la aleación de Al-7075, se espera que el refinamiento de grano debajo del rango ultrafino (mayor densidad de fronteras con elevada actividad química) generado por ambos procesos provea mayor adhesión de la capa de pasivación superficial, y con ello un incremento en la estabilidad electroquímica de la capa de óxidos formada. Se espera que la combinación de procesos RCS y ARB aplicados a la aleación Al-7075 resulte en la activación de distintos sistemas de deslizamiento del material y en la formación de orientaciones preferenciales únicas de tales rutas de procesamiento.

CAPITULO II. METODOLOGÍA

En este capítulo podrá encontrarse todo lo necesario para la reproducción de la experimentación, así como para la trazabilidad de las materias primas y equipos. Cabe destacar, que los capítulos II y III de metodología y resultados, respectivamente, siguen el mismo orden con la finalidad de agilizar su lectura y comprensión. Dicho orden es: 1) proceso de deformación plástica aplicada, 2) caracterización estructural y de textura cristalográfica, 3) propiedades mecánicas y 4) comportamiento electroquímico.

2.1. MATERIALES EMPLEADOS

A continuación puede encontrarse la lista completa de materiales empleados durante el presente trabajo.

2.1.1. LAMINADO Y DEFORMACIÓN PLÁSTICA APLICADA

1. Termopar tipo K acoplado al horno de tratamientos térmicos.
2. Tarjeta Instron acoplada al horno de tratamientos térmicos con software Labview NXG para gráfica de temperatura contra tiempo.
3. Placas de 12.5 mm de espesor de aleación comercial de base aluminio 7075 en condición T4 (Al-5.3Zn-2.2Mg-1.8Cu-0.3Fe-0.28Cr-0.06Ti-0.01Ni, en %peso). Proveedor la paloma.
4. Cizalla manual para láminas metálicas marca Ivainox.
5. Medidor de espesores de precisión con resolución de 0,001 mm marca Femto.
6. Acetona marca Jalmek.
7. Placas de teflón de 0.39 mm de espesor como lubricante del proceso RCS.
8. Dados de acero herramienta grado D2 para proceso RCS. La Figura 7 muestra la geometría de los dados de RCS empleados. Cabe destacar, que se trata de un diseño propio del grupo de investigación.

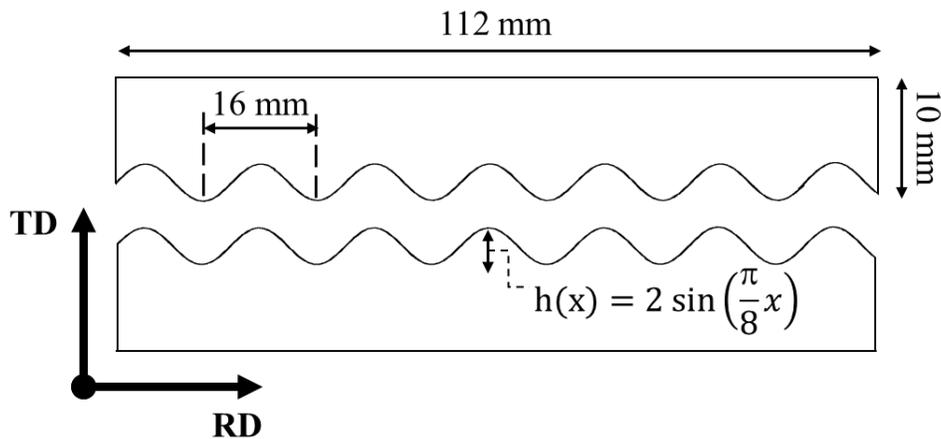


Figura 7. Geometría de los dados de RCS empleados. Las direcciones transversal y de rolado son indicadas por TD y RD, respectivamente.

9. Indicador de nivel mecánico de ángulo recto para el posicionamiento del sistema de RCS.
10. Material de seguridad en laboratorio: lentes de seguridad, guantes de carnaza, bata de laboratorio, calzado industrial.

2.1.2. CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL Y CRISTALOGRÁFICA

1. Lubricante líquido para cortadora de disco abrasivo de diamante.
2. Lijas abrasivas de SiC grados 600 a 2000.
3. Paños de pulido marca PRESI; tipos NT y SUPRA5.
4. Lubricante líquido para pulido marca Presi.
5. Suspensión de diamante con tamaño de partícula de 1 μm , marca Presi.
6. Suspensión de silica coloidal con tamaño de partícula de 0.06 μm , marca Buehler.
7. Alcohol isopropílico al 99%.
8. Resina conductora para montaje.
9. Programa 3D Explore 2.5 para visualización y correcciones de fondo de figuras de polo experimentales.
10. Programa MTEX (MATLAB toolbox R2014b) para cálculo de funciones de distribución de orientación.

2.1.3. EVALUACIÓN MECÁNICA Y DE ESFUERZOS RESIDUALES

1. Lubricante líquido para cortadora de disco abrasivo de diamante.
2. Acetona grado reactivo Sigma-Aldrich.
3. Cizalla manual para láminas metálicas.
4. Programa TrapeziumX software para análisis de curvas de ensayos de flexión.

2.1.4. COMPORTAMIENTO ELECTROQUÍMICO

1. NaCl 99.0% puro marca J. T. Baker.
2. Agua destilada.
3. Instrumental para medición volumétrica y almacenamiento: probeta, pipeta y matraces.
4. Balanza analítica.
5. Celdas para mediciones electroquímicas de diseño propio del laboratorio CENISA de la Facultad de Ingeniería de la UNAM.
6. Electroodos de calomel saturados con solución de KCl.
7. Punta de platino de aprox. 1 mm de diámetro y 4 cm de largo.
8. Placa de carbono de 1 mm de espesor y área transversal equivalente a la muestra metálica sometida al ensayo electroquímico.
9. Soportes de acrílico de diseño propio para sostener verticalmente las muestras sometidas a SCC.

2.2. EQUIPOS EMPLEADOS

A continuación puede encontrarse la lista completa de equipos empleados durante el presente trabajo.

2.2.1. DEFORMACIÓN PLÁSTICA APLICADA

1. Horno para tratamientos térmicos.
2. Laminadora de rodillos.
3. Máquina universal para ensayos mecánicos, Instron 8802 de 200 kN

2.2.2. CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL Y CRISTALOGRAFÍA

1. Cortadora de disco abrasivo.
2. Montadora en caliente.
3. Pulidora mecánica semi-automática marca presi.
4. Mesa vibratoria para pulido mecánico marca VibroMet 2.
5. Microscopio óptico Nikon LV100.
6. Microscopio electrónico de barrido marca Zeiss modelo Auriga Compact para observación de morfología.
7. Difractómetro de R-X D2 Phaser Bruker para difractogramas.
8. Difractómetro de R-X Rigaku Ultima-IV para figuras de polo.
9. Microscopio electrónico de barrido marca Jeol JSM-7001F con detector Bruker Quantax acoplado para análisis de EBSD.
10. Microscopio electrónico de transmisión marca JEOL ARM-200F.
11. Analizador de calorimetría diferencial de barrido (DSC) Q100 V9.8.

2.2.3. EVALUACIÓN MECÁNICA Y DE ESFUERZOS RESIDUALES

1. Máquina universal para ensayos mecánicos Shimadzu AGX para ensayos de flexión.
2. Microdurómetro Vickers Shimadzu HMV-FA2.
3. Difractómetro de R-X Rigaku Ultima-IV para mediciones de esfuerzos residuales

2.2.4. COMPORTAMIENTO ELECTROQUÍMICO

1. Equipo para espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) Autolab PGSTAT 302N.
2. Potenciostato Gill AC para estudios de ruido electroquímico.

2.3. METODOLOGÍA

La aleación AA7075 fue procesada mediante dos técnicas de deformación plástica severa, corrugado – planchado repetitivo y rolado acumulativo, RCS y ARB, respectivamente. La Figura 8 indica la metodología empleada para la obtención de las láminas estudiadas y referidas a lo largo del texto como condición inicial. La obtención de láminas de condición inicial para el presente estudio consistió en la aplicación de un tratamiento térmico de homogeneizado a las placas de AA7075 con dimensiones de 130 x 50 x 12.5 mm, dicho tratamiento siguió el objetivo de asegurar una microestructura con tamaño y morfología de granos homogéneos, así como micrométricos, lo cual facilita el proceso de deformación. El tratamiento térmico mencionado ha sido reportado para la misma aleación 7075 [21] y constó de las siguientes etapas: 1) calentamiento hasta 420°C, 2) temperatura constante por 2 horas, 3) enfriamiento al aire, 4) calentamiento hasta 230°C, 5) temperatura constante por 2 horas, 6) enfriamiento al aire. Posteriormente, se laminaron las placas hasta obtener un espesor de 1 mm y se sometieron a un tratamiento térmico de liberación de esfuerzos y homogeneización para asegurar la microestructura dúctil previa al proceso de RCS. Las láminas resultantes son identificadas a lo largo del presente trabajo como la condición inicial de estudio (ver Figura 8). Posteriormente, se aplicaron tres distintas rutas de deformación plástica, las cuáles son esquematizadas en la Figura 9 y fueron planeadas con la finalidad de comparar los efectos de las distintas deformaciones en los comportamientos estructurales, mecánicos y físicos de la aleación. Las secciones posteriores se enfocan en detallar las metodologías de la deformación y su posterior caracterización.

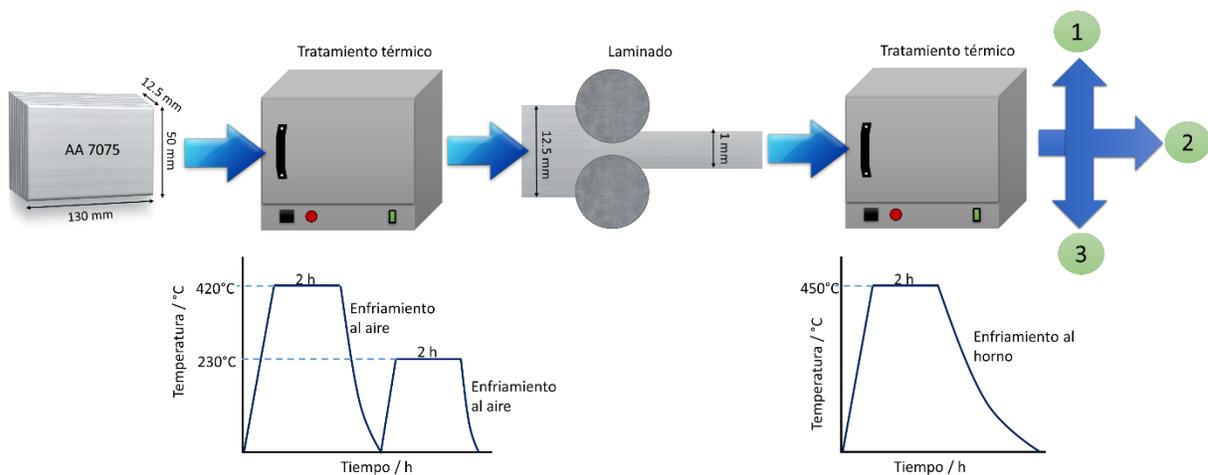


Figura 8. Obtención de láminas de condición inicial de AA7075.

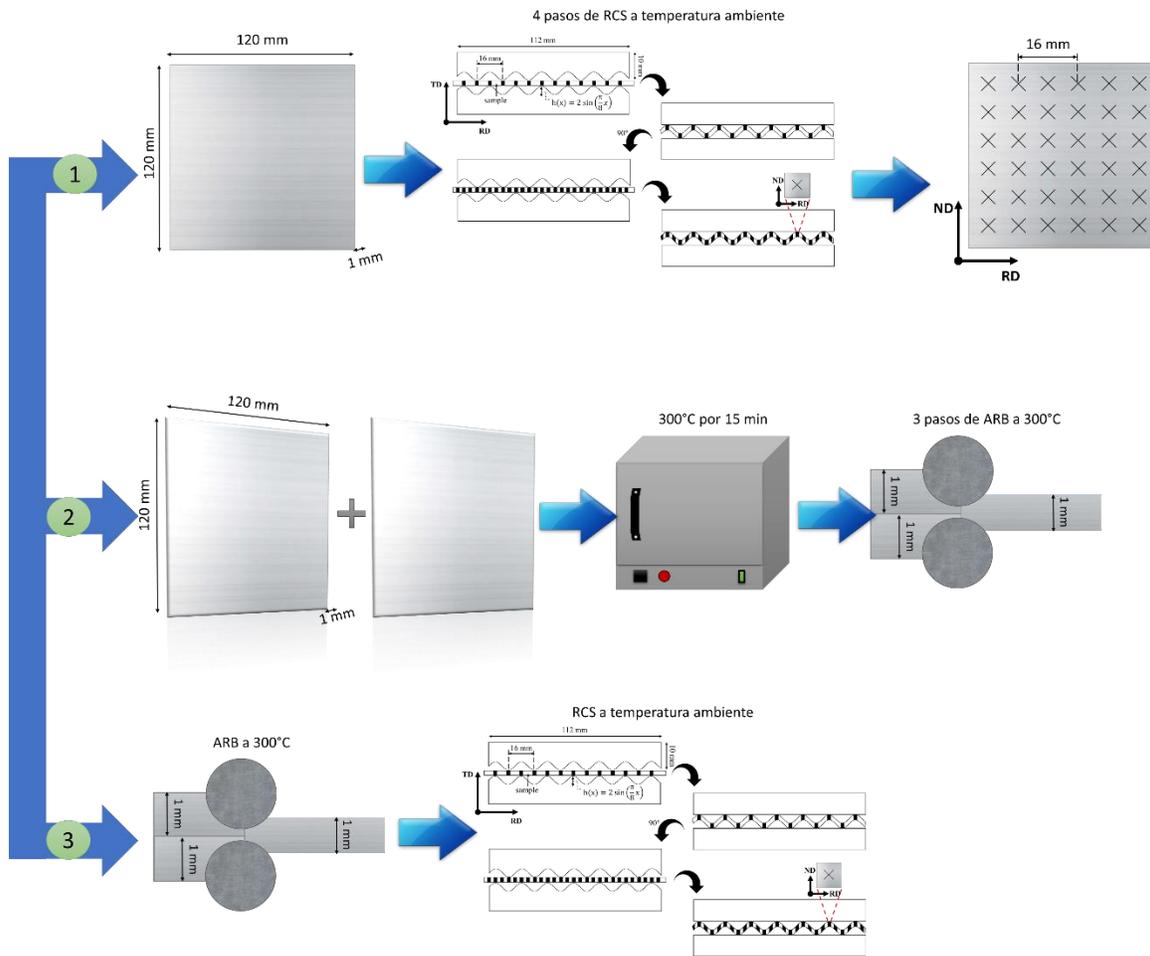


Figura 9. Rutas de procesamiento de la aleación 7075 seguidas en este trabajo.
 1) RCS, 2) ARB, 3) RCS más ARB.

2.3.1. DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA

Distintos procesos de deformación someten a distintos tipos y grados de esfuerzos a la aleación 7075, siendo por lo anterior, que por fines comparativos, se aplicaron tres distintas rutas de procesamiento plástico. Las metodologías empleadas se detallan a continuación.

2.3.1.1. PROCESO RCS

Como resultado de la laminación y posterior tratamiento térmico de liberación de esfuerzos y homogeneización (Figura 8), las placas fueron cortadas en dimensiones de 120 X 120 mm con 1 mm de espesor. Dichas placas fueron procesadas mediante RCS a temperatura ambiente hasta 4 pasos de deformación. Para fines del presente trabajo, un paso de deformación se refiere al siguiente proceso de 5 etapas: 1) corrugado, 2) posterior planchado, 3) rotación de 90° sobre el eje transversal

(TD en Figura 7), 4) aplicación de un segundo corrugado y 5) un segundo planchado. Los dados de RCS empleados fueron producidos de acero grado herramienta D2 con un perfil sinusoidal para la etapa de corrugado (previamente esquematizado en Figura 7) y dos placas planas para la etapa de planchado. El procesado se llevó a cabo en una prensa hidráulica bajo carga constante hasta una presión máxima de 200 kN y se emplearon placas de politetrafluoroetileno de espesor de 0.39 mm con la finalidad de reducir la fricción entre la muestra y el dado de deformación. Se ha reportado previamente que dicha configuración de dados genera una deformación equivalente de 0.8 en la zona de máxima deformación y alrededor de 0.5 en la zona central, y es acumulativa con los pasos aplicados [11]. La ubicación de las muestras extraídas para los distintos análisis de caracterización es mostrada en la Figura 10.

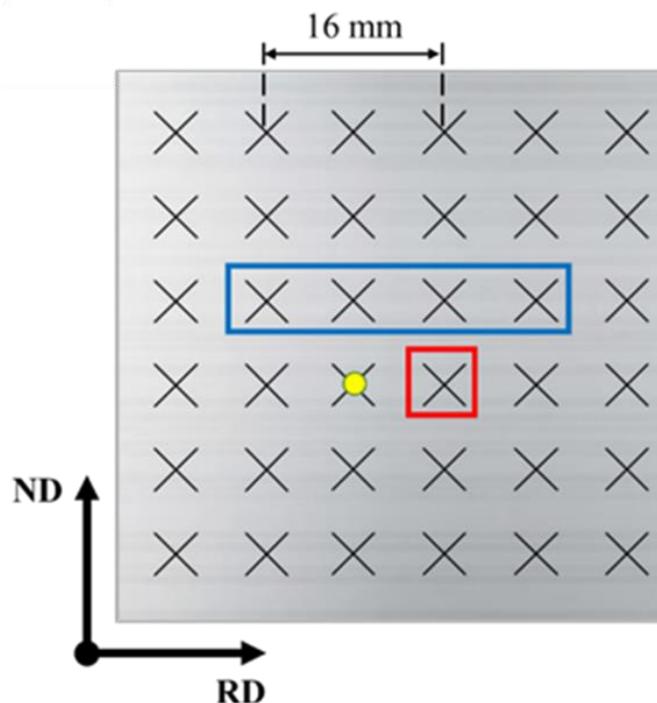


Figura 10. Ubicación de las muestras tomadas para distintos estudios de caracterización después del proceso RCS: en rojo para dureza y XRD, en amarillo para microscopía óptica o electrónica y en azul para ensayos de doblez y SCC. ND y RD corresponden a las direcciones normal y de rodado, respectivamente.

2.3.1.2. PROCESO ARB

Como resultado de la laminación y posterior tratamiento térmico de liberación de esfuerzos y homogeneización (Figura 8), las placas fueron cortadas en dimensiones de 100 X 100 mm con 1 mm de espesor. Dichas placas fueron procesadas mediante ARB a 300°C con la finalidad de facilitar su

paso por los rodillos y activar los mecanismos de difusión que permiten la unión mecánica entre placas. El pre-calentamiento de las muestras fue realizado en un sistema abierto en el cual cada muestra (consistente en dos placas apiladas de 100 X 100 X 1 mm) se introdujo 15 min en una mufla a 300°C y al extraerse fue colocada directamente en los rodillos de laminación para su reducción de espesor. La distancia entre la mufla y la laminadora de rodillos fue de 1.2 metros. Dicha metodología fue inspirada en reportes previos de la literatura [17,78]. Para fines del presente trabajo, un paso de deformación por ARB se refiere al siguiente proceso de 2 etapas: 1) apilado de dos placas con la geometría previamente indicada, 2) laminado único con una reducción de 50% en espesor. El proceso se llevó a cabo en una laminadora de rodillos a velocidad constante de 20 RPS. La ubicación de las muestras extraídas para los distintos análisis de caracterización aplicados a las muestras deformadas por ARB es mostrada en la Figura 11. Considerando la reducción de espesor por paso empleada en el presente trabajo, la deformación equivalente estimada para cada paso de procesamiento por ARB es de 0.8 [35].

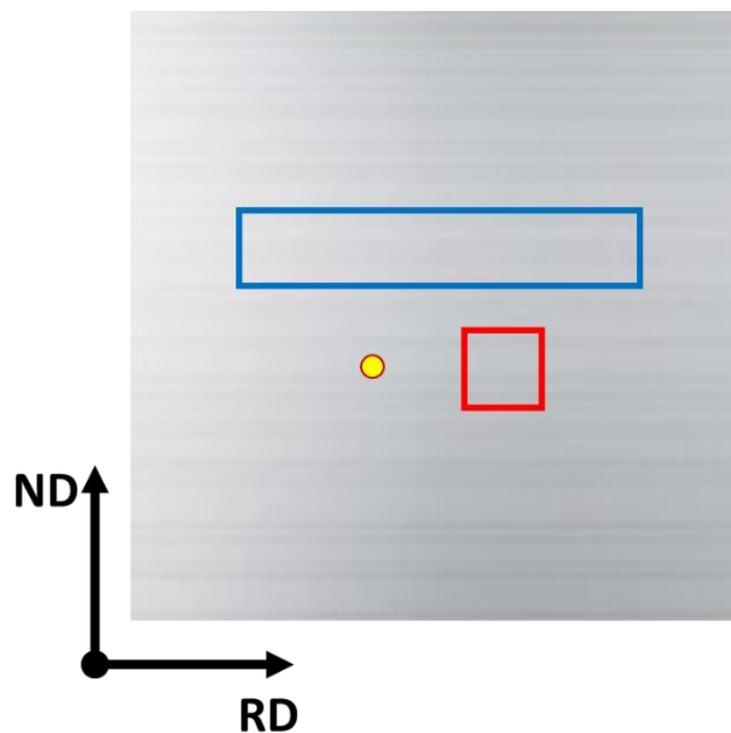


Figura 11. Ubicación de las muestras tomadas para distintos estudios de caracterización después del proceso ARB: en rojo para dureza y XRD, en amarillo para microscopía óptica o electrónica y en azul para ensayos de doblez y SCC. ND y RD corresponden a las direcciones normal y de rolado, respectivamente.

2.3.1.3. COMBINACIÓN DE PROCESOS RCS MÁS ARB

La combinación de ambos procesos de deformación plástica se llevó a cabo mediante la aplicación secuencial de técnicas de deformación, a modo de ejemplo, una muestra con 2 pasos de RCS y 2 pasos de ARB fue procesada mediante la siguiente secuencia de etapas: 1) obtención de condición inicial (general para todo el estudio) mediante laminado y tratamiento térmico de liberación de esfuerzos, 2) aplicación de 1 paso de RCS, 3) aplicación de 1 paso de ARB, 4) aplicación de un segundo paso de RCS y 5) aplicación de un segundo paso de ARB. En algunos casos, el orden de aplicación de los procesos RCS y ARB fue invertido con fines comparativos. La identificación de las muestras permite conocer el orden de aplicación de los procesos, de tal manera, que si la primera letra de la identificación es "R" refiere al comienzo de la deformación mediante RCS, mientras que si la primera letra es "A" indica el comienzo de procesamiento por vía de ARB. La Tabla 2 contiene un resumen de la identificación de las muestras estudiadas en la presente tesis, la misma tabla incluye las técnicas de caracterización que fueron aplicadas a cada muestra. Es importante mencionar, que por razones geométricas, de distorsión excesiva de las muestras ante la acumulación de deformación o por ser un resultado intermedio previsible, no se realizó la aplicación de todas las técnicas de caracterización para todas las muestras, la Tabla 2 incluye las notas correspondientes para cada caso particular. Cada proceso de deformación, RCS o ARB, fue realizado siguiendo la misma metodología estricta que ha sido descrita en las secciones previas (2.3.1.1 y 2.3.1.2).

Tabla 2. Compilado de muestras y técnicas de caracterización empleadas en el presente estudio.

Muestra	ϵ	Estudios realizados									
		SEM	EBSD	DSC	RS	HVN	BT	EIS	SCC	EN	TEM
OR0A	0	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
R1	0.5	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
R2	1.0	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
R3	1.5	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
R4	2.0	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
A1	0.8	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
A2	1.6	✓	✓	✓	✓	✓	✓	D	✓	D	✓
A3	2.4	✓	✓	✓	✓	✓	✓		✓		✓
1R1A	1.3	✓	✓	✓	D	✓	G		G		D
2R1A	1.8	✓	✓	✓		✓		✓			
3R1A	2.3	✓	P	✓		✓		✓			
3R2A	3.1	✓		✓		✓		✓			
1A1R	1.3	✓	✓	✓		✓		✓			
1A2R	1.8	✓	✓	✓		✓		✓			
1A3R	2.3	✓	✓	✓		✓		✓			
2A1R	2.1	✓	✓	✓		✓		✓			
2A2R	2.6	✓	✓	✓	✓	✓					

Abreviaturas de técnicas de caracterización empleadas:
 ϵ : deformación equivalente aplicada, EBSD: Difracción de electrones retrodispersados, DSC: Calorimetría diferencial de barrido, RS: Macro-esfuerzos residuales, HVN: Microdureza Vickers, BT: Ensayo de flexión, EIS: Espectroscopía de impedancia electroquímica, SCC: Agrietamiento inducido bajo corrosión y esfuerzos y EN: Ruido electroquímico.

Abreviaturas de razones por las que la muestra no fue caracterizada:
G: razones geométricas, D: por distorsión excesiva de las muestras ante la acumulación de deformación y P: por ser un resultado intermedio previsible.

2.3.2. CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAL Y CRISTALOGRAFICA

Para la caracterización estructural y de orientación cristalográfica se cortaron muestras con dimensiones de 1 X 1 cm en las zonas ya indicadas previamente en las Figura 10 y Figura 11 para los materiales procesados por RCS y por ARB, respectivamente. Todas las muestras fueron preparadas mediante metalografía convencional comenzando por desbaste con lijas de SiC grados 600 a 2000, posteriormente pulido suspensiones coloidales de Al₂O₃ de 3 μ m y de diamante de 0.1 μ m hasta obtener un terminado a espejo. Todas las muestras fueron limpiadas mediante baño ultrasónico con

acetona. Dicha preparación previa fue empleada para estudios morfológicos por microscopía óptica (OM), microscopía electrónica de barrido (SEM) y microscopía electrónica de transmisión (TEM), así como para el estudio de orientación cristalográfica vía difracción de rayos X (XRD). Para llevar a cabo el análisis por EBSD, un pulido mecánico mediante mesa vibratoria con silica coloidal de $0.3 \mu\text{m}$ fue aplicado. Los cálculos de funciones de distribución de orientación (ODF), figuras de polo (PF), así como estimaciones de fracción volumen de componentes de textura fueron realizados con el software matlab y las herramientas de mtex versión 5.6. Los histogramas correlacionados y no correlacionados, así como las micrografías con límites de grano indicando rangos de desorientación fueron obtenidas con el software Sprit de Bruker versión 1.9. Las observaciones morfológicas de granos y segundas fases fueron realizadas mediante OM, SEM y TEM empleando los equipos ya mencionados en la sección 2.2.2. Las mediciones de XRD para indexación de fases se realizaron empleando una radiación de $\text{Cu-K}\alpha$, con 30 KV y 10 mA como condiciones de voltaje y corriente, respectivamente. Los difractogramas fueron obtenidos en el rango de 20° a 120° en 2θ y un tamaño de paso de 0.02° . Los análisis de EBSD fueron obtenidos empleando 15 KV. Para las mediciones de DSC todas las muestras fueron equilibradas a una temperatura de 20°C y después calentadas hasta 525°C a una velocidad de $10^\circ\text{C}/\text{min}$ bajo una atmosfera de argón.

2.3.3. EVALUACIÓN DE PROPIEDADES MECÁNICAS Y ESFUERZOS RESIDUALES

Ensayos de microdureza Vickers y flexión a 3 puntos fueron realizados en muestras tomadas de las secciones ya indicadas previamente en las Figuras 10 y 11. La geometría de las muestras de RCS y ARB para ensayos de dureza fue de $1 \times 1 \text{ cm}$, las cuales fueron montadas en caliente y pulidas mediante metalografía convencional hasta pulido espejo siguiendo la misma metodología ya expresa en la sección 2.3.2. Por su parte, la geometría de las muestras para ensayos de flexión fue la indicada en la Tabla 3. Las muestras ensayadas mediante flexión fueron desengrasadas superficialmente con acetona previamente al ensayo para evitar deslizamientos indeseados durante la prueba mecánica.

Tabla 3. Dimensiones de las muestras analizadas mediante el ensayo flexión a 3 puntos y parámetros empleados.

Muestra	Dimensiones / mm	Radio de punzón y puntos de apoyo / mm	Separación entre puntos de apoyo / mm
OROA, 1R, 2R, 3R, 4R	115.0 X 16.0 X 1.0	5.0	100.0
1A	60.0 X 10.0 x 1.0	5.0	50.0
2A	40.0 X 10.0 X 1.0	5.0	30.0
3A	35.0 X 10.0 X 1.0	2.5	25.0

Las pruebas de flexión fueron realizadas ejerciendo una carga concéntrica en el centro de las muestras y empleando a una velocidad de deformación de 2 mm/min. En todos los casos la longitud de las muestras fue paralela a la dirección de rolado (ver Figuras 10 y 11). Los resultados fueron graficados por medio del software TrapeziumX. Por otro lado, las pruebas de dureza se realizaron con una carga aplicada de 100 gf durante 10 s, dicha carga ha sido documentada para estudio de la AA7075 sometida a distintas condiciones de deformación [88,89]. Las mediciones de dureza fueron tomadas de manera perpendicular a la dirección transversal (ver Figuras 10 y 11). Al menos 10 mediciones de microdureza fueron realizadas para cada muestra en zonas comparables de deformación.

Los macro-esfuerzos residuales fueron evaluados en la superficie de muestras de 3 X 3 cm tomadas de las zonas ya indicadas en las Figuras 10 y 11. Las muestras no tuvieron ninguna preparación previa de tal manera, que los esfuerzos generados por el proceso de deformación no fueran alterados, únicamente se realizó limpieza superficial con acetona. El modelo del $\text{sen}^2\psi$ fue empleado como base para dicha estimación, de manera general, este modelo se basa en la relacionar del esfuerzo interno con la pendiente de la gráfica de $d_{\phi\psi}$ (distancia interplanar de planos a un ángulo ψ de la superficie) contra $\text{sen}^2\psi$ (ángulo formado entre la normal a la muestra y la normal al plano de difracción) [90]. Tomando como base el pico (422), se obtuvieron al menos 10 valores experimentales en distintos ángulos ψ .

2.3.4. EVALUACIÓN DE RESISTENCIA A LA CORROSIÓN

El comportamiento electroquímico de la aleación AA7075 fue evaluado mediante espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS), mediciones de ruido electroquímico, por microscopía electroquímica de barrido, así como por agrietamiento inducido por esfuerzos (SCC). Previamente a realizar los ensayos de EIS, las muestras de 1 X 1 cm fueron sometidas a metalografía convencional y posterior limpieza con acetona tal como se indicó en la sección 2.3.1., esto con la finalidad de limpiar la superficie, dejarla plana y sin concentradores de esfuerzos que pudieran alterar las mediciones o la formación de la capa pasiva superficial. Tal como ha sido reportado en múltiples fuentes para la AA7075 [9,91,92], se empleó una solución de 3.5% peso NaCl, las muestras fueron sumergidas 30 min previamente al inicio de la primera medición con la finalidad de estabilizar el potencial de circuito abierto. Las mediciones de EIS se realizaron empleando un sistema con tres electrodos: electrodo de calomel saturado (SCE) con KCl usado como electrodo de referencia; una lámina de grafito (con área superficial equivalente al electrodo de trabajo) como contraelectrodo y la muestra de aleación AA7075 como electrodo de trabajo. Una perturbación sinusoidal de 10 mV de amplitud y una frecuencia de barrido de 10^6 a 10^{-1} Hz fueron empleadas durante las mediciones. Los resultados fueron recopilados mediante el software Nova 2.1 y analizados mediante el software Zview. Para corroborar la reproducibilidad de las mediciones, 3 muestras de cada condición fueron analizadas por EIS.

La evaluación de ruido electroquímico (EN) se llevó a cabo en el mismo medio salino empleado para EIS y empleando las mismas celdas electroquímicas. Ambas mediciones, EIS y EN, se realizaron de manera simultánea comenzando por EN. Se empleó un sistema electroquímico con cuatro electrodos: un electrodo SCE como referencia, la muestra de AA7075 como electrodo de trabajo y una punta de platino de aproximadamente 5 cm de longitud y 1 mm de diámetro como segundo electrodo de trabajo. Se obtuvieron series de tiempo de 4096 puntos cada 0,5 s. Los resultados fueron recopilados mediante el software Gill AC. Para corroborar la reproducibilidad de las mediciones, 3 muestras de cada condición fueron estudiadas por EN.

La evaluación de susceptibilidad al agrietamiento inducido por esfuerzos fue realizada en tres muestras de cada condición de deformación en una solución de 3.5% peso de NaCl por 168 horas a temperatura ambiente. Previamente a la colocación de las muestras en el medio corrosivo, su superficie fue limpiada con acetona. A través de sistemas de soportes de base acrílico de diseño propio y específico para estas pruebas, se aplicó un esfuerzo de flexión constante igual a 1 y 1.2 veces el esfuerzo de cedencia en flexión. Cabe destacar que dicho esfuerzo fue obtenido usando el criterio

del 0.2% de deformación [93] en las gráficas de esfuerzo vs deformación obtenidas a partir de las pruebas de flexión ya descritas en la sección 2.3.3. Los ensayos fueron realizados en muestras con las mismas dimensiones ya indicadas en la Tabla 3, la longitud de las muestras fue siempre paralela a la dirección de rolado (ver Figuras Figura 10 y Figura 11). El estudio de SCC fue llevado a cabo de acuerdo con la norma ISO 9591. Posteriormente a los ensayos, las muestras fueron preparadas mediante metalografía convencional para la observación y cuantificación de grietas por OM.

CAPÍTULO III. RESULTADOS

En este capítulo podrán encontrarse los resultados obtenidos mediante las caracterizaciones microestructurales, mecánicas y electroquímicas realizadas en la aleación AA7075, así como la descripción de los fenómenos observados. La presentación de resultados se divide en tres secciones, cada una correspondiente con las rutas de deformación empleadas: 1) RCS, 2) ARB y 3) Combinaciones de procesos ARB+RCS y RCS+ARB. Al final de cada sección, podrá encontrarse un apartado para la integración de resultados, permitiendo comprender los fenómenos ocurridos de manera global en cada ruta de deformación, así como las relaciones existentes entre microestructura – propiedades de la aleación deformada.

3.1. CARACTERÍSTICAS MICROESTRUCTURALES DE LA CONDICIÓN INICIAL

Con la finalidad de caracterizar la condición inicial de la aleación de base aluminio 7075, se realizaron análisis de XRD. El difractograma mostrado en la Figura 12 permite observar las fases dominantes en la muestra OROA. Tales fases son aluminio, el cuál es el principal elemento en la aleación, así como las segundas fases de Al_2Cu y MgZn_2 . Las Figura 12.b y 9.c muestran la morfología de la fase Al_2Cu , los cuáles son globulares con diámetros en el rango de 1 a 10 μm . Se aprecia una distribución de esta fase principalmente delimitando los bordes de grano. Esta fase ha sido reportada como una fase común en aleaciones Al-Zn-Mg [94–96]. Por otro lado, la Figura 12.d muestra que MgZn_2 es el precipitado mayormente encontrado en la aleación de trabajo, siendo ampliamente documentado en la misma aleación Al-7075 [91,97]. La fase MgZn_2 se presenta en dos morfologías distintas, las cuales corresponden a barras y glóbulos, en longitudes que van de 90 a 900 nm y diámetros de 10 a 130 nm, respectivamente. La morfología en barra pertenece a la fase estable (η), mientras que la globular es una fase intermedia semicoherente denominada η' [96]. Se ha reportado que la fase η aparece como resultado de tratamientos térmicos de envejecido, incrementado la resistencia mecánica de la aleación [97]. Por su parte, la fase η' es típicamente observada como resultado de procesos de homogeneización.

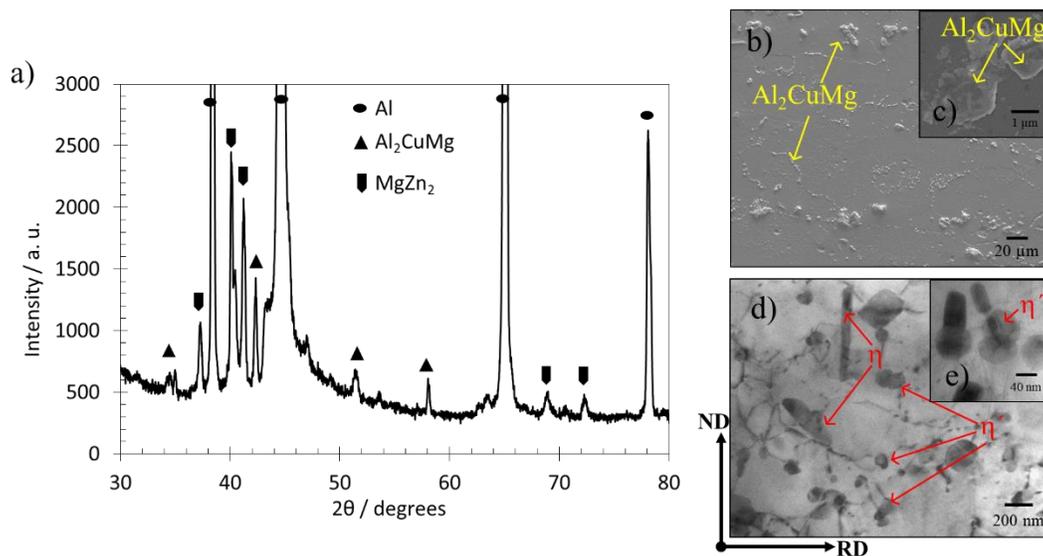


Figura 12. Identificación de fases presentes a) mediante XRD, b, c) SEM y d, e) TEM en la muestra de condición inicial (OROA).

Los resultados anteriores son totalmente compatibles con la composición química real de la aleación de trabajo. La composición química medida a través de espectroscopía de fluorescencia de rayos-X se presenta en la Tabla 4. Se puede observar que las tres fases identificadas mediante XRD, Al_2Cu y MgZn_2 y Al, se componen de los principales elementos aleantes presentes en la aleación.

Tabla 4. Composición nominal y real de la aleación Al-7075.

Composición (% peso) / Elemento	Mg	Cu	Zn	Fe	Cr	Ti	Ni	Al
Real	2.20	1.80	5.30	0.40	0.30	0.06	0.01	resto
Nominal	2.10-2.90	1.20-2.00	5.10-6.10	0.50	0.20-0.30	0.20	—	resto

3.1. PROCESO RCS

3.1.1. ESTRUCTURA Y TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

Con la finalidad de evaluar el efecto del proceso RCS sobre la microestructura, y específicamente, sobre la morfología y tamaño de las segundas fases presentes, la Figura 13 permite establecer una comparación entre las muestras de condición inicial (0R0A), un paso (1R) y cuatro pasos (4R) de deformación por RCS. Es posible confirmar la presencia del mismo tipo de segunda fase micrométrica de Al_2CuMg desde la condición inicial hasta la máxima deformación aplicada. La morfología de esta fase permanece similar con la aplicación de deformación, sin embargo, las partículas de longitud cercana a $15\ \mu\text{m}$ desaparecen desde la aplicación del primer paso de deformación. Es importante mencionar que la fase Al_2CuMg posee una estructura cristalina de tipo ortorrómbica [98,99]. Es sabido que existen distintas fases intermedias de Al_2CuMg con distintos niveles de coherencia con la matriz de aluminio [99,100], sin embargo, el tamaño micrométrico en las muestras analizadas permite considerar que corresponde a la fase en equilibrio. De acuerdo con la literatura, dicha fase estable es no coherente con la matriz de aluminio de estructura tipo FCC [101]. Es importante recalcar dos puntos: 1) la no coherencia entre la fase Al_2CuMg y la matriz de aluminio, y 2) la baja formabilidad plástica intrínseca, lo cual es un resultado de un menor número de sistemas de deslizamiento en la estructura ortorrómbica del Al_2CuMg en comparación con la estructura cúbica del aluminio. Los factores anteriores sugieren que la fase Al_2CuMg puede ser sensible a la deformación y esfuerzos de la matriz, por lo que para liberar esfuerzos se separarán de la matriz o se romperá ella misma. Este mecanismo de fractura de segundas fases ha sido previamente descrito en la literatura [97]. El

refinamiento de partículas tan grandes como $15\ \mu\text{m}$ en la condición inicial, hasta una longitud mínima de $1\ \mu\text{m}$ desde el primer paso de deformación, puede explicarse por los argumentos previamente descritos. La fragmentación de segundas fases en la AA7075 ha sido reportada como resultado de otras técnicas de deformación en donde se aplicó una deformación equivalente cercana o incluso menor a la del presente trabajo, ejemplos de esto son shoot peening [91], RCS continuo [102] y ARB [103].

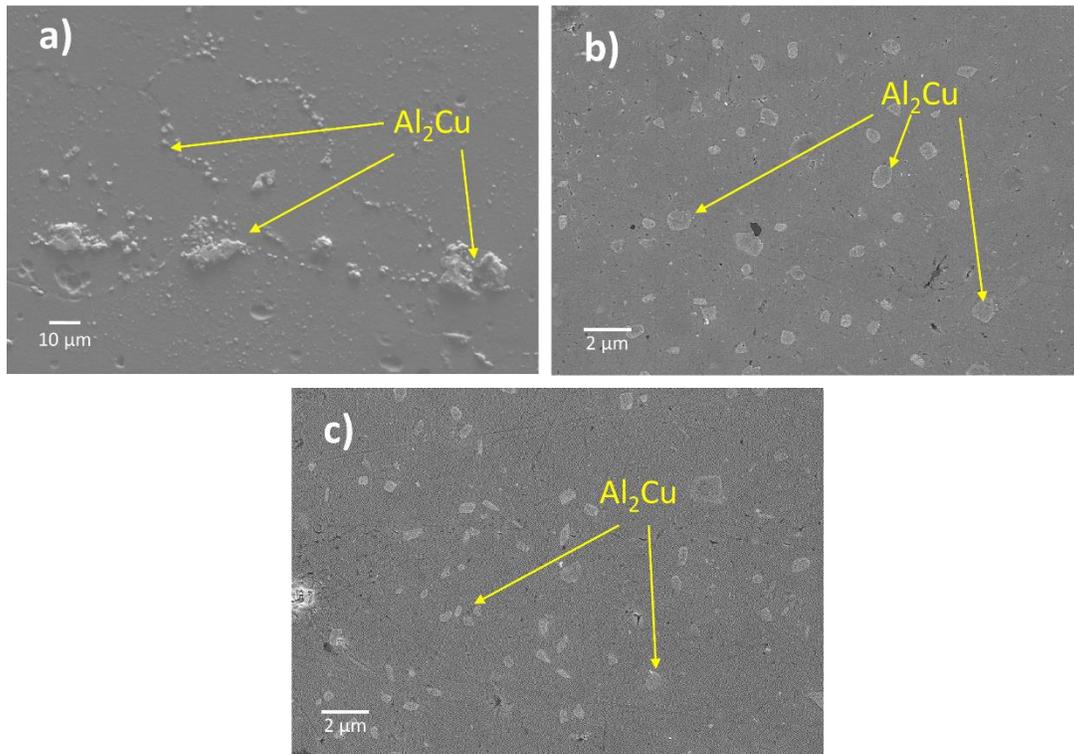


Figura 13. Morfología de la fase Al_2CuMg en las muestras de a) condición inicial (OROA), b) un paso (1R) y c) cuatro pasos (4R) de deformación por RCS. Imágenes obtenidas por SEM.

Como complemento al análisis de precipitados presentes en la aleación Al-7075 antes y después de la deformación, la Figura 14 permite observar las fases η y η' antes y después de la deformación aplicada. La fase η' corresponde a una fase metaestable intermedia y semi-coherente de MgZn_2 [96], siendo una fase esperada como resultado de procesos de homogeneización en el material. Se ha reportado que la fase η' puede inhibir la recristalización y el crecimiento de grano, y debido a que es semi-coherente con la matriz, podría inducir fracturas transgranulares mediante nucleación de huecos [97]. La fase η' posee una estructura hexagonal [104][105] y a menudo se forma en los subgranos [96]. Mediante observaciones en distintas zonas de las muestras procesadas, la fase η' está presente en tamaños que van de 10 a 100 nm desde OR hasta 4R, esto implica que no se observa

un cambio aparente de tamaño con la deformación aplicada. También se observa una mayor cantidad de fase η' en comparación con la fase η , lo cual podría haber resultado de un proceso de homogeneización parcial. Por otro lado, la fase η es incoherente con la matriz y es una fase estable de $MgZn_2$, es un resultado común después de tratamientos de envejecido y generalmente ayuda a incrementar la resistencia mecánica de la aleación [97]. La fase η posee una estructura hexagonal [94] y es frecuentemente evolucionada a partir de los límites de grano [96]. Los precipitados de fase η se encuentran distribuidos desde los tamaños ultrafinos (400 nm) hasta los nanométricos (90 nm) en la matriz desde la condición inicial (OROA) hasta la máxima deformación aplicada (4R).

Por otro lado, la Figura 14 permite observar que en las muestras estudiadas es común encontrar segundas fases cerca de dislocaciones, lo cual puede deberse a que los precipitados actúan como concentradores de esfuerzos, lo cual activa la generación de más dislocaciones [13] y fomentan el incremento de dureza en el material. También es importante mencionar el evidente incremento de densidad de dislocaciones en la muestra 4R en comparación con la muestra OR. En la condición inicial las dislocaciones se presentan de manera aleatoria (Figura 14.a), mientras que en la muestra 4R las dislocaciones formadas por el proceso se ordenan y dan lugar a la formación de bandas de dislocaciones (Figura 14.b), las cuales resultaron del incremento en densidad de dislocaciones. Similares estructuras de dislocaciones han sido reportadas como resultado de procesos de deformación plástica en aleaciones de aluminio [88].

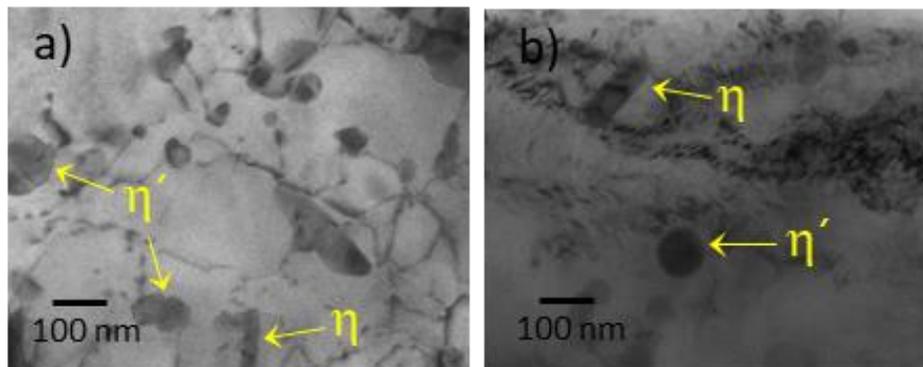


Figura 14. Precipitados de $MgZn_2$ vistos por TEM para a) condición inicial (OROA) y b) después de cuatro pasos de deformación por RCS (4R).

De manera complementaria al análisis microestructural, el refinamiento de grano y la orientación cristalográfica se estudiaron mediante análisis por difracción de electrones retrodispersados (EBSD), los resultados para la condición libre de deformación, así como para las muestras de 1 a 4 pasos de

RCS se presentan en la Figura 15. Las micrografías permiten relacionar la orientación de los cristales con respecto al sistema de referencia externo, en donde RD es la dirección de rolado, ND es la dirección normal y TD es la dirección transversal (ver Figura 16). A partir del código de orientación incluido en la parte superior izquierda de la Figura 15, es posible vincular un color determinado para orientaciones cristalográficas definidas.

Para comprender de mejor manera dicho análisis, se tomará como ejemplo la orientación ampliamente documentada denominada tipo cubo, en la cual el cristal se encuentra posicionado de tal manera que los ejes del cristal corresponden con los ejes del sistema de la muestra [106,107], en el presente caso se dice que los ejes RD, ND y TD de la muestra corresponden con X, Y y Z del cristal, o bien, con las direcciones [100], [010] y [001]. En la Figura 16.b se observan algunos de los planos de la familia {100} en posición de difracción en la muestra OROA, los cuales son fácilmente reconocibles por su color rojo, puede observarse que algunos granos conservan el mismo color rojo en las tres representaciones desde la RD, ND y TD, lo cual indica que su sistema de referencia externo y del cristal siempre corresponden, esto es conocido en el campo de orientación cristalográfica como textura tipo cubo.

De manera general, en la Figura 15 se observa que los cristales presentes en la muestra OROA vistos desde la RD cuentan con una fracción mayoritaria predominantemente orientada hacia la dirección [111], la cual corresponde al color azul, mientras que vistos desde las ND y TD parecieran estar preferentemente orientados hacia direcciones cercanas a [001] y [101], las cuales son visibles por las gamas de colores desprendidas del rojo y el verde, respectivamente. Al comparar lo anterior con los colores de las muestras 1R a 4R, se observa que dicha orientación parcial pareciera perderse en las tres representaciones en RD, ND y TD con el incremento de la deformación aplicada. Al observar la muestra 4R puede notarse que no hay una evidente predominancia de ningún color, pareciendo una distribución de textura tendiente a la aleatoriedad.

Además de la orientación cristalográfica, es posible observar que una distribución heterogénea de tamaño de grano, compuesta por granos de tamaño micrométrico ($>1 \mu\text{m}$) y submicrométrico ($100 \text{ nm} < X < 1 \mu\text{m}$) [108,109], fue observada desde la condición inicial (OROA) hasta la máxima deformación aplicada (4R). Dicha distribución heterogénea de tamaño de grano se vuelve más evidente con el mayor grado de deformación. El refinamiento de grano es un resultado indiscutible desde el primer paso de deformación por RCS, esto es, se pasó de tener granos de tamaño predominantemente micrométrico a una mayor densidad de granos submicrométricos al comparar la condición inicial (OROA) con el último paso de deformación (4R). La mayor longitud de granos

encontrados en la muestra 1R es de 300 μm , mientras que dicho valor se reduce a 80 μm después del cuarto paso de deformación. Para tener un análisis más claro del refinamiento de grano generado con la deformación, es necesario graficar la distribución de granos.

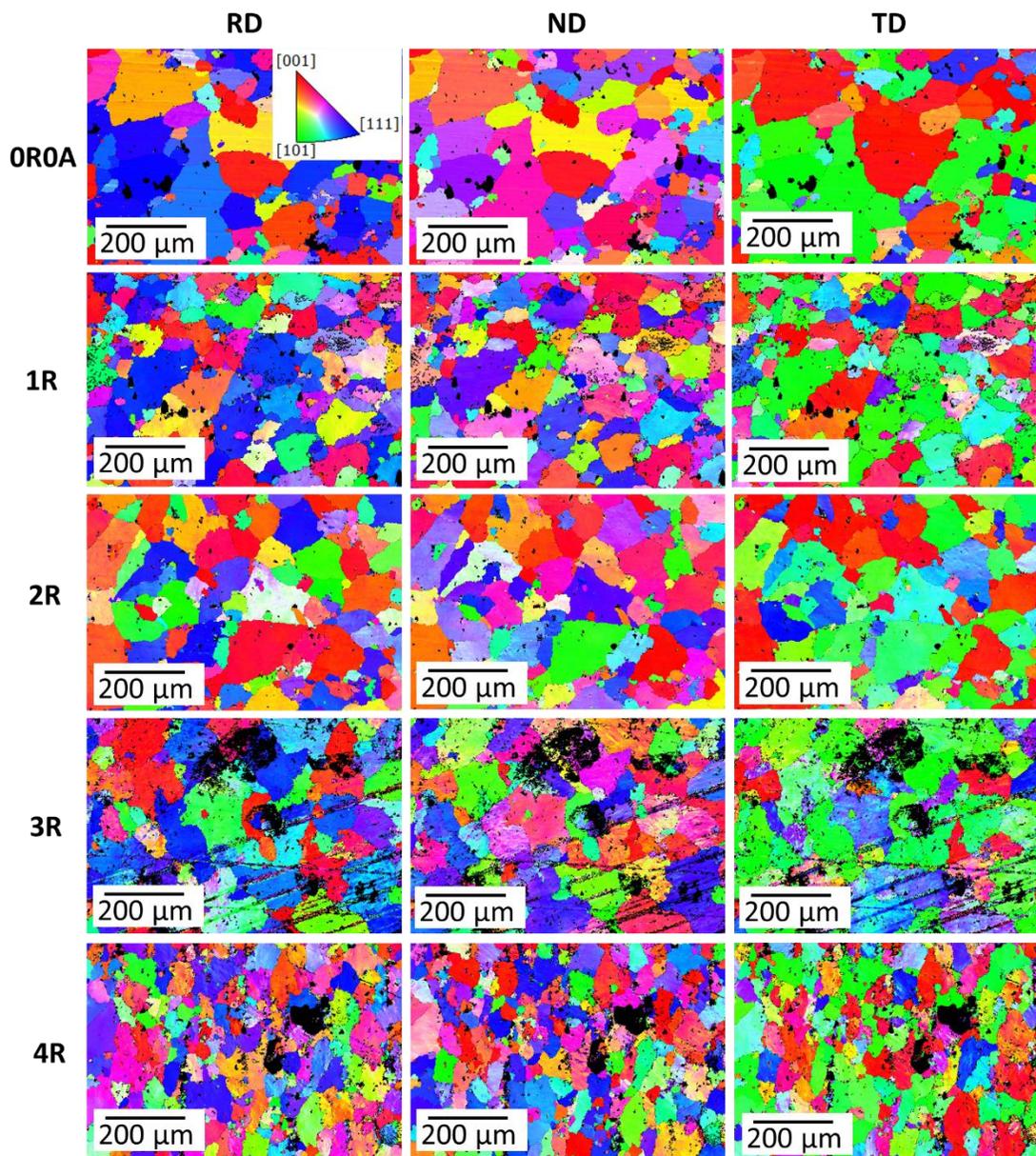


Figura 15. Mapeos por EBSD de las muestras procesadas por RCS. Las micrografías muestran la orientación preferencial de los granos tomando como referencia la dirección de rolado (RD), dirección normal (ND) o dirección transversal (TD). El triángulo con el código de color indica la orientación preferencial de cada color en las imágenes.

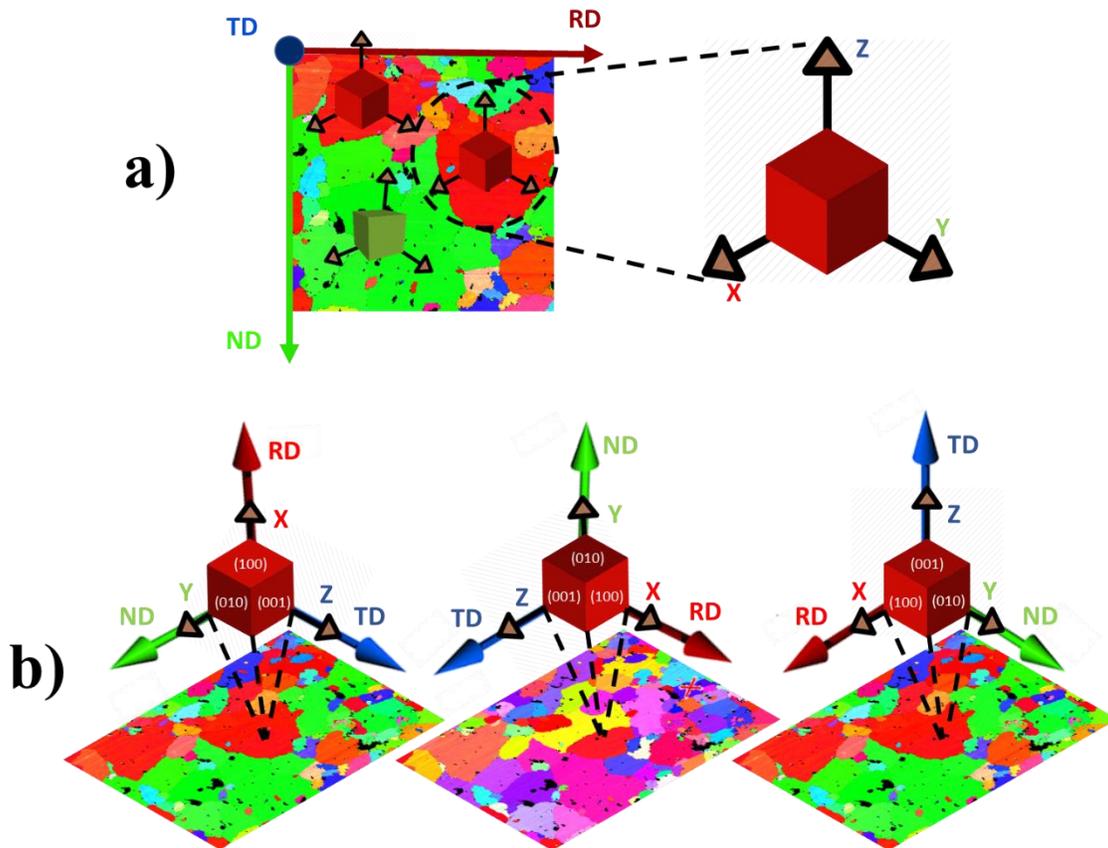


Figura 16. Esquema de a) sistema referencia de la muestra indicado por direcciones de rolado (RD), normal (ND) y transversal (TD), así como sistema coordenado del cristal indicado por X, Y y Z. b) Orientación conocida como cubo en la cual los ejes de algunos cristales corresponden con los ejes de la muestra OROA.

La distribución de tamaños de grano en las muestras OROA, 1R, 2R, 3R y 4R son mostradas en la Figura 17. Aunque al tratarse de distribuciones de grano con perfiles no simétricos, los valores de tamaño de grano promedio se consideran solo para comparaciones de carácter cualitativo, observándose que disminuyen de manera sustantiva con la deformación aplicada. Los promedios de $126 \mu\text{m}$ para la muestra OROA a $56.1 \mu\text{m}$ después del cuarto paso de deformación son claramente congruentes con la reducción de tamaño de grano visible en la Figura 15. Mientras en la muestra OROA la mayor parte de los granos se encuentran en un rango de 60 a $110 \mu\text{m}$, en la muestra de 4R se observan una gran cantidad de granos en el rango de 35 a $70 \mu\text{m}$. La mayor fracción de granos en la primera columna (0 a $5 \mu\text{m}$) del histograma de 4R, sugiere la presencia de mayor cantidad de granos submicrométricos,

para confirmar este fenómeno es necesario contar con gráficas de desorientación de fronteras de grano.

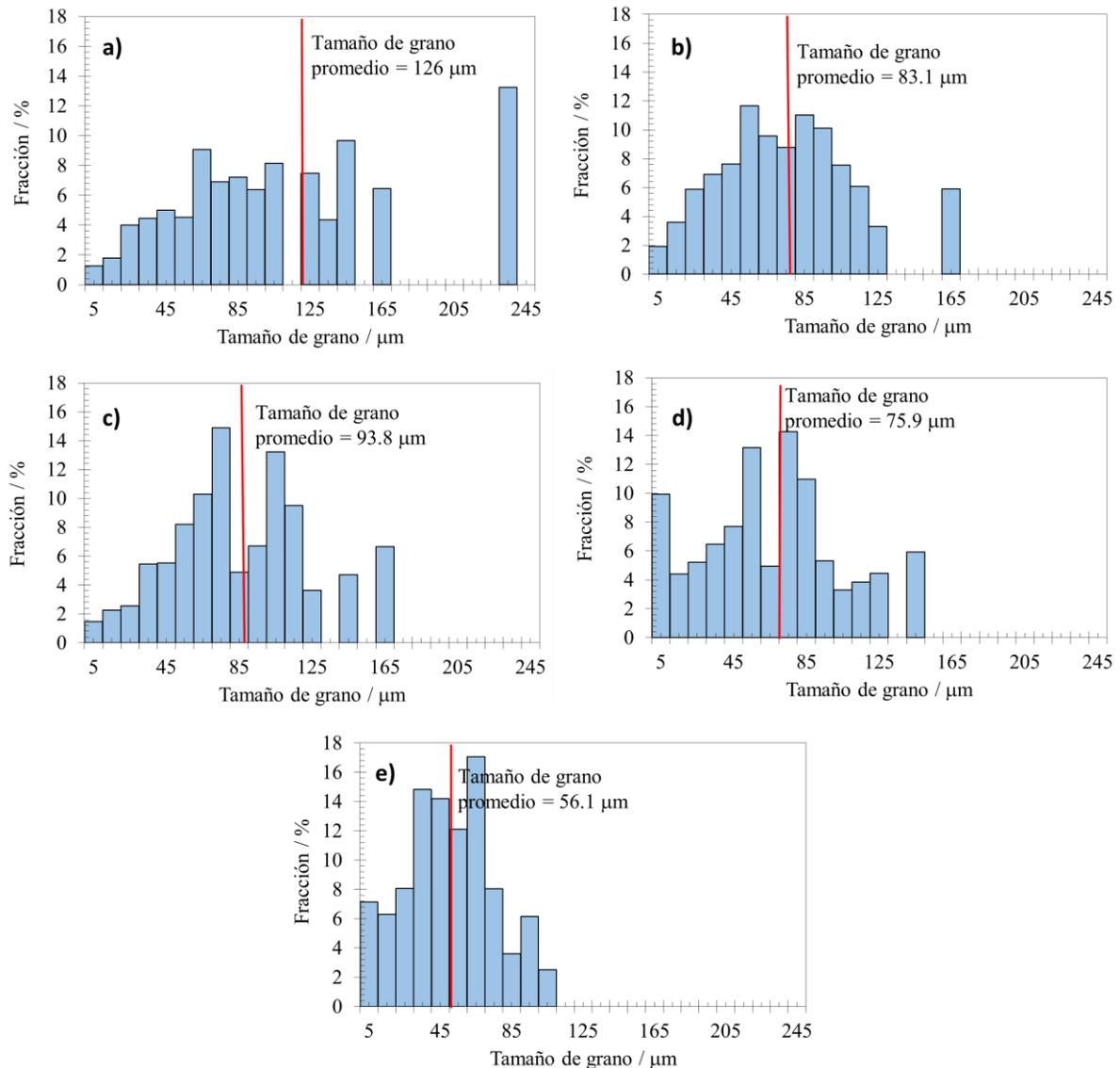


Figura 17. Histogramas de tamaño de grano para las muestras de a) condición inicial (OROA), b) uno, c) dos, d) tres y e) cuatro pasos de deformación por RCS.

Las Figura 18 muestran los histogramas correlacionados y no correlacionados de desorientación en las muestras OROA, 1R, 2R, 3R y 4R, así como la distribución de fracciones de granos para rangos determinados de desorientación y las micrografías con los bordes de grano remarcados en colores distintivos de dichos rangos. Los histogramas no correlacionados de la Figura 18.a (también llamados

derivados de la textura) no asumen una correlación espacial entre los píxeles, es decir, que contabilizan todas las misorientaciones posibles incluyendo las existentes entre puntos que no son adyacentes entre sí e incluso entre distintos granos [110], por lo que sirven para visibilizar la deformación existente a lo largo de la muestra entera, la cual podría traducirse en rotaciones de granos como resultado de la deformación aplicada, o bien, en la formación de nuevos granos con nuevas misorientaciones. Por otra parte, los histogramas correlacionados (también llamados de fronteras de grano) son el resultado de mediciones de ángulo entre píxeles contiguos [111], dando como resultado una elevada densidad de valores en ángulos bajos menores a 2° (la mayor fracción de área de las muestras pertenece al interior de granos y no a las fronteras), siendo la razón de que en las gráficas de la Figura 18.b se grafique a partir de 2° de desorientación.

Puede observarse que en el caso de la muestra OROA, la mayor densidad de fronteras se encuentra en valores de desorientación mayores a 15° , lo cual entra en la clasificación de fronteras de grano de ángulo alto o HAGB por sus siglas en inglés ($>15^\circ$) [112,113]. La elevada cantidad de HAGBs es consistente con la microestructura micrométrica resultado del tratamiento térmico de homogeneizado, el cual promovió la re-estructuración de la microestructura y la reducción de defectos debidos al proceso de laminación previo. En la muestra OROA los histogramas correlacionados y de bordes de grano tienen perfiles similares, indicando que tanto al interior de los granos como en el vecindario de los mismos existe una desorientación similar, es decir, que se encuentra libre de subestructuras o defectos que pudieran hacer variar la desorientación de manera evidente.

Por su parte, las muestras 1R y 2R siguen presentando más del 90% de granos dentro del rango de HAGBs, esto a pesar del refinamiento de grano mostrado a partir de la Figura 17, lo cual indica que hasta este punto la formación de subestructuras (también conocidos como subgranos) no se encuentra en elevada densidad, sin embargo la muestra 2R muestra una evolución del histograma no correlacionado hacia un perfil más delineado hacia un máximo en aproximadamente 45° .

Por su parte, en las gráficas de la muestra 3R se denota la aparición de mayor cantidad de fronteras de ángulo bajo, vistas por medio del crecimiento de las primeras columnas en el histograma correlacionado (Figura 19.a), mientras que el histograma no correlacionado continua perfilando más la distribución hacia un pico máximo en alrededor de 45° , por lo que muestra su continuidad a partir de la muestra 2R.

Dicha evolución en las distribuciones de desorientación llega a su punto culminante en la muestra 4R. la cual permite observar una evidente diferencia entre ambos histogramas, lo cual es sinónimo

de la presencia de subgranos resultantes del proceso de poligonización de defectos lineales [111]. Lo anterior puede entenderse como una diferencia sustancial entre la desorientación de los granos individuales y el conjunto, significando deformación intra- e intergranular existente a lo largo de la muestra y siendo fácil de vincular con las distribuciones de tamaños de grano (Figura 17) en donde lejos de observar una morfología equiaxial y un tamaño homogéneo, se obtienen gradientes de tamaño que van desde los submicrométricos hasta los micrométricos, indicando que mientras algunos granos ya han pasado o se encuentran en la etapa de poligonización, varios otros siguen acumulando dislocaciones que al aumentar en densidad serán re-orientadas. Es importante destacar la presencia de elevada cantidad de fronteras de grano de ángulo bajo ($<15^\circ$) [76,114] como resultado de la deformación, indicando una elevada formación de subgranos generados por la poligonización de dislocaciones [56] y siendo congruente con las diferencias existentes entre histogramas. Por otro lado, es importante decir que la distribución de desorientación no correlacionada de la muestra 4R es altamente similar a la distribución de frecuencia con respecto al ángulo de desorientación para perfiles aleatorios, o distribución de Mackenzie para estructuras tipo FCC [115], la cual puede observarse en la Figura 20. Dicha distribución indica la gradual pérdida de orientación preferencial con el incremento de la deformación plástica aplicada, siendo totalmente congruente y esperado a partir de la aparición de coloraciones aleatorias con el aumento de la deformación en la Figura 15. Debe recalcar, sin embargo, que a pesar de los evidentes cambios microestructurales, la muestra 4R sigue presentando la predominancia de HAGBs, lo cual según diversos reportes podría ser un indicador positivo para la ductilidad del material sin un alto sacrificio de resistencia mecánica en diversas aleaciones [14,72,116]. Dicho fenómeno ha sido explicado en términos de la naturaleza de formación de granos nuevos como resultado de la deformación, en donde se inicia con la formación y acumulación de defectos lineales, los cuales darán paso a su re-orientación o poligonización generando nuevas fronteras de ángulo bajo, los cuales absorberán las dislocaciones y se volverán HAGBs [62,117]. Dicho decrecimiento de dislocaciones permitirá la permanencia de ductilidad en el material. Hasta este punto, ha sido evidente la ocurrencia de refinamiento de grano hasta tamaños submicrométricos con la aplicación del proceso RCS en la AA7075, asimismo, se ha observado que la condición inicial cuenta con cierta orientación preferencial que evoluciona con el proceso RCS hacia perfiles de textura aleatorios. Sin embargo, los componentes de textura presentes aún no han sido identificados. Con la finalidad de identificar el efecto del proceso RCS en la textura cristalográfica de la aleación AA7075, es necesario realizar un análisis cualitativo y semi-cuantitativo de los componentes de textura presentes.

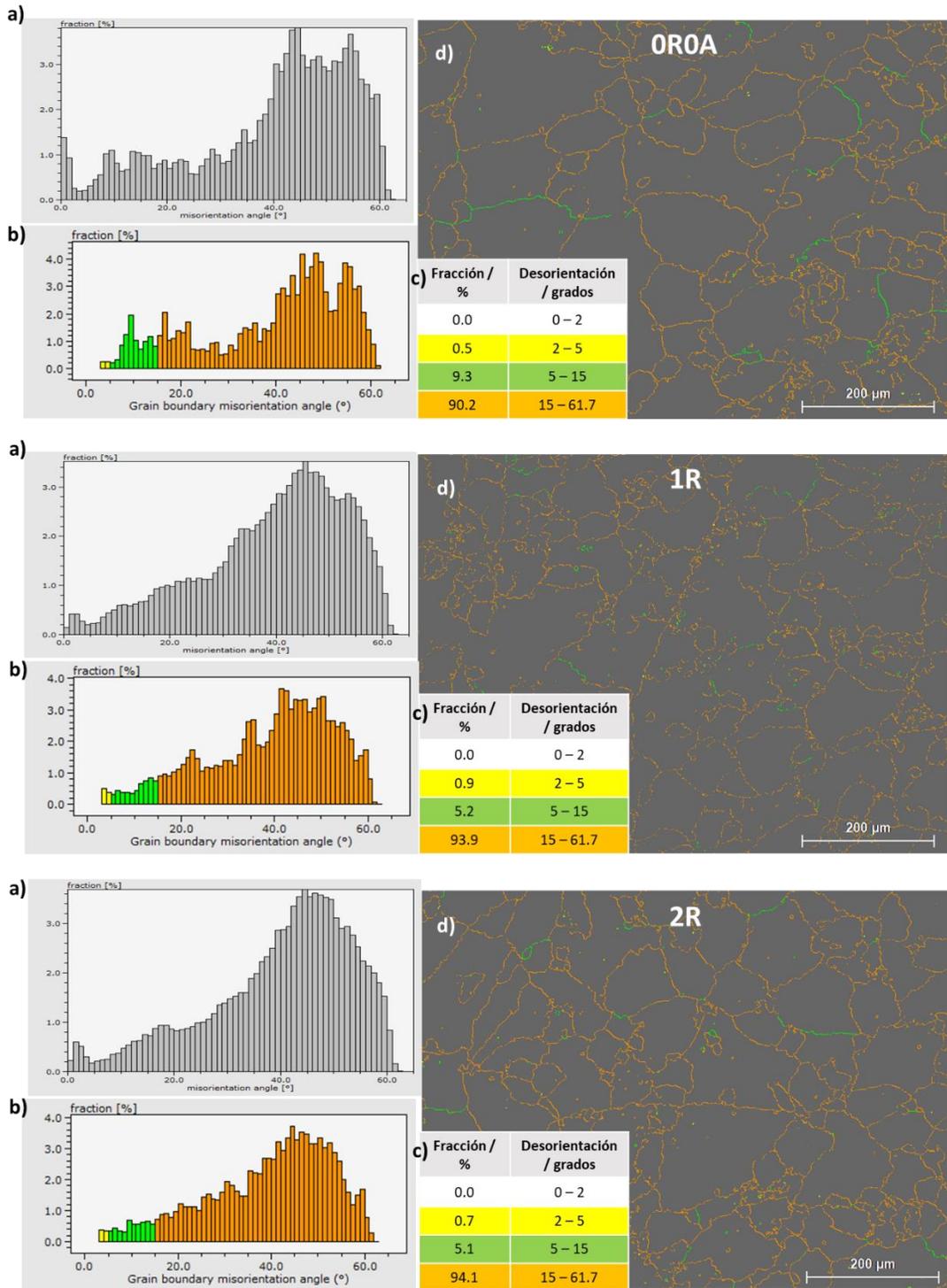


Figura 18. Parte 1 de las gráficas de desorientación de las muestras 0ROA, 1R y 2R: a) Histograma de desorientación no correlacionada, b) Histograma de desorientación correlacionada o de bordes de grano, c) distribución de granos de acuerdo a su desorientación y d) micrografía de bordes de grano de acuerdo al código de color indicado en c).

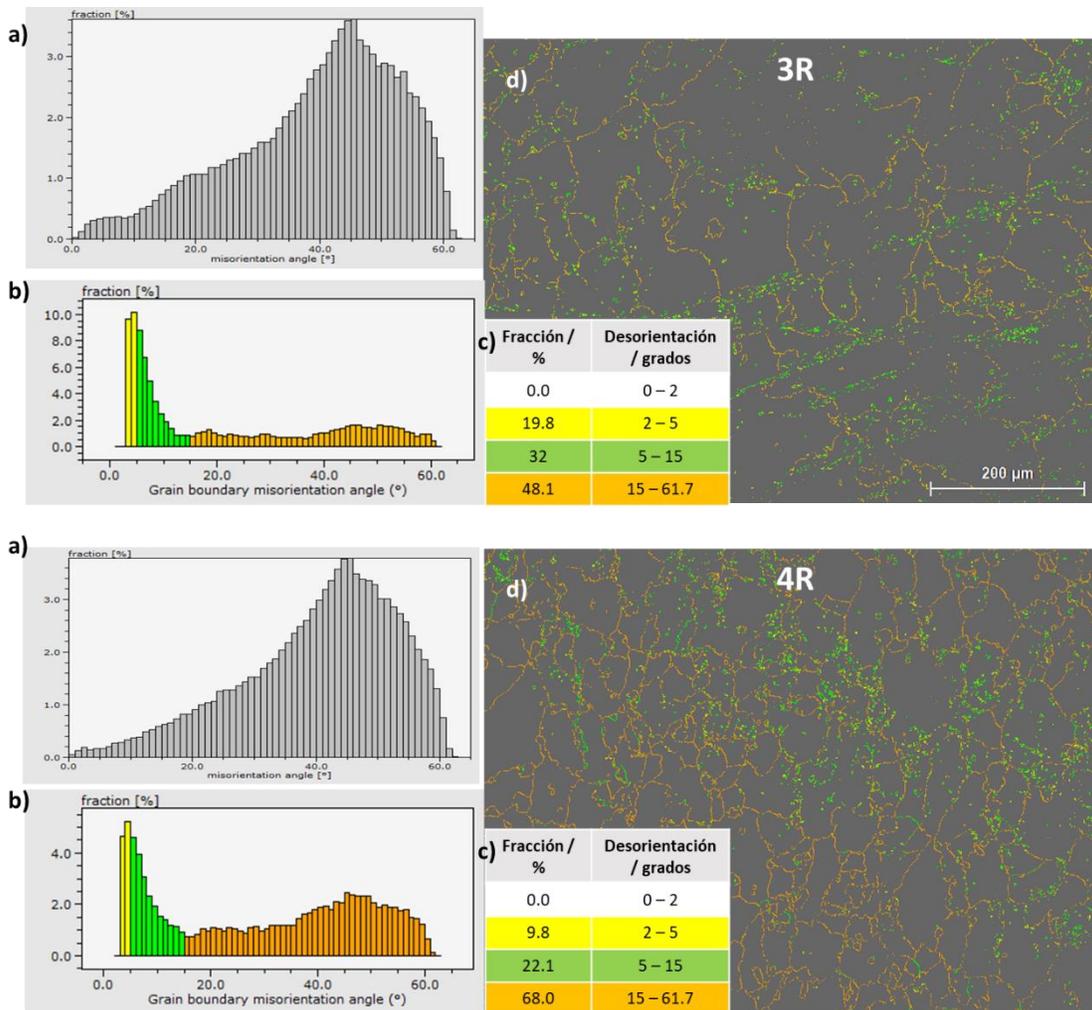


Figura 19. Parte 2 de las gráficas de desorientación de las muestras 3R y 4R: a) Histograma de desorientación no correlacionada, b) Histograma de desorientación correlacionada o de bordes de grano, c) distribución de granos de acuerdo a su desorientación y d) micrografía de bordes de grano de acuerdo al código de color indicado en c).

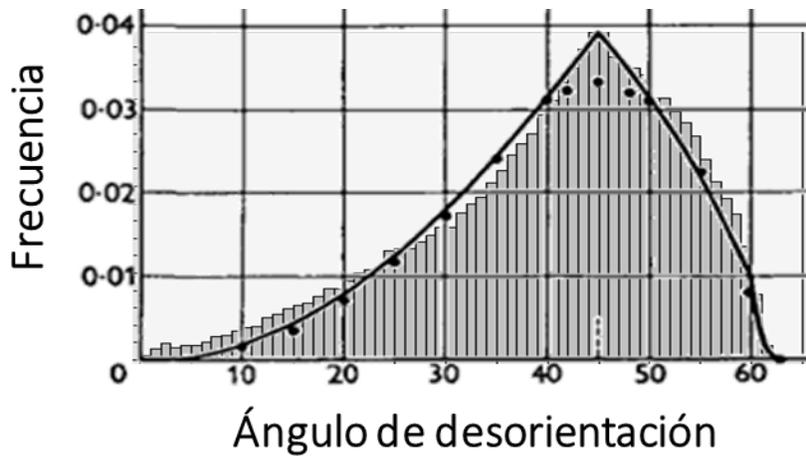


Figura 20. Función de densidad teórica para el ángulo de desorientación. En gris el histograma de desorientación no correlacionado de la muestra 4R. Los puntos negros denotan estimaciones realizadas por Mackenzie en un muestreo aleatorio. Distribución teórica adaptada de [115].

La Figura 21 presenta las figuras de polo (FP) de las muestras 0R0A, 1R, 2R, 3R y 4R, así como el cuadro guía de componentes de textura de rolado, los cuales permiten establecer la comparación entre dichos componentes teóricos y los resultados experimentales [107,118]. Considerando el proceso de laminación previo de las muestras (antes de la deformación por RCS) y el tratamiento térmico de homogeneizado, sería probable la presencia de texturas compatibles con las de rolado (goss, s, brass y copper) [119], o bien, con la textura de recristalización posterior a procesos de deformación (tipo cubo). Las figuras de polo no coinciden completamente con ninguna de las texturas de rolado, lo cual podría ser debido al efecto del tratamiento térmico aplicado posterior al laminado y previo al proceso RCS (más detalle en Capítulo II de metodología).

Por su parte, la condición inicial muestra una cierta tendencia hacia la presencia de textura tipo cubo, sin embargo, las posiciones de las manchas graficadas mediante figuras de polo no permiten la clara observación del componente, lo cual podría deberse a la estadísticas de señales captadas a partir de una microestructura con granos grandes. Adicionalmente, es posible comparar las intensidades de las FP de la Figura 21, para notar que la densidad de cristales orientados de manera preferencial se ve reducida con la deformación aplicada. Para obtener una mejor visualización de los componentes de textura, funciones de distribución de orientación son necesarias.

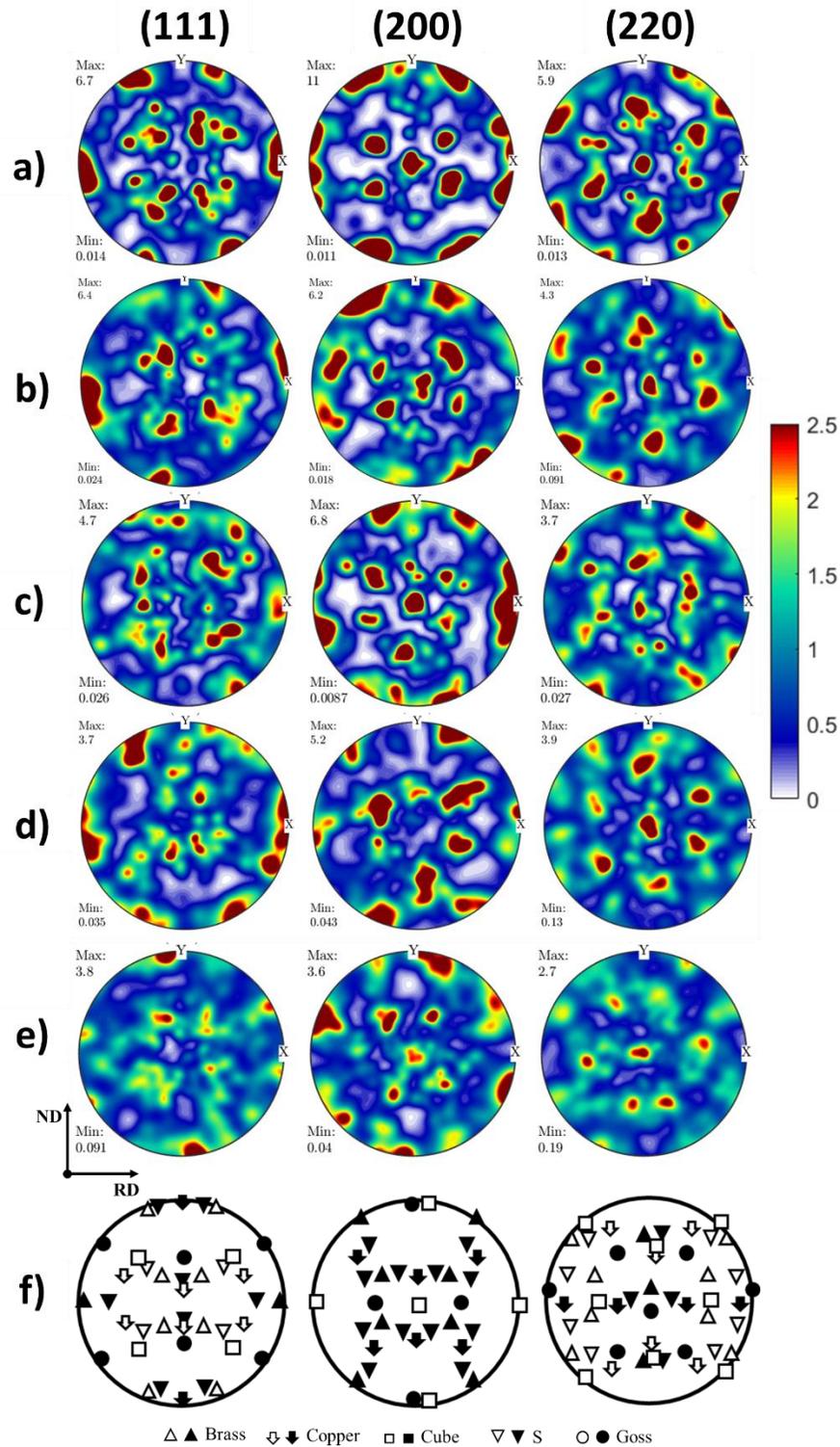


Figura 21. Figuras de polo para los planos (111), (200) y (220) de las muestras a) 0R, b) 1R, c) 2R, d) 3R y e) 4R, así como f) cuadro guía de las principales texturas de rolado. Las figuras de color negro sólido y las blancas indican posiciones teóricas de alta y baja intensidad, respectivamente.

La Figura 22 muestra las funciones de distribución de orientación para las muestras de condición inicial (OROA) y hasta cuatro pasos de procesamiento por RCS (1R, 2R, 3R y 4R), así como el cuadro guía que permite comparar las posiciones teóricas de los componentes de textura identificados. Los componentes de textura han sido expresados en notación de Bunge (φ_1 , Φ , φ_2). En dicha Figura, puede observarse las orientaciones cristalográficas con mayor incidencia en las muestras.

Todas las muestras desde OROA hasta 3R presentan los mismos componentes de textura, los cuales van perdiendo intensidad conforme aumenta la deformación aplicada. Lo anterior sugiere que la textura inicial tuvo un efecto importante en la evolución de textura con la deformación, el cual es un fenómeno ampliamente documentado en aleaciones de base aluminio [120], en donde además se sabe que se requiere mayor grado de deformación para cambiar los componentes de textura mediante deformación a partir de componentes tipo cubo en comparación con otras variantes, tales como la cubo rotada a 45° [121].

Los componentes de textura son enlistados, junto con las estimaciones de fracción volumen en la Tabla 5. El componente que sobresale en la condición inicial es la textura tipo cubo ($\varphi_1=0$, $\Phi=0$, $\varphi_2=0$), el cual era esperado al ser ampliamente documentado como un resultado de procesos de recristalización en materiales de tipo FCC [122] los cuales han sido sometidos a procesos de laminación previamente [123,124] y que, por lo tanto, tiene su origen en texturas de rolado. Con el comienzo de la deformación, la textura de recristalización, o tipo cubo, decrece en intensidad hasta que en la muestra 3R es casi nula. Dicho decremento de textura tipo cubo con el aumento de la deformación es congruente con diversos reportes de rolado en aleaciones base aluminio [121,125,126], y pudo haber sido ocasionado por la formación de defectos, tal como bandas de deformación, que favorecen la obtención de distintos componentes de textura durante la formación de nuevos granos [127]. La naturaleza de la deformación inducida mediante el proceso RCS también pudo haber influido en la desaparición de la textura tipo cubo, debido a que las dislocaciones geoméricamente necesarias (GNB por sus siglas en inglés) tienden a apilarse a lo largo de los planos de deslizamiento {111}, resultando en fronteras de grano de ángulo bajo paralelas a {111} [108]. Por su parte, la muestra 4R permite observar distribuciones con elevado ruido de fondo que parecen esparcirse a lo largo de las ODFs, esta distribución es congruente con el histograma de desorientación no correlacionado mostrado previamente en la Figura 19.

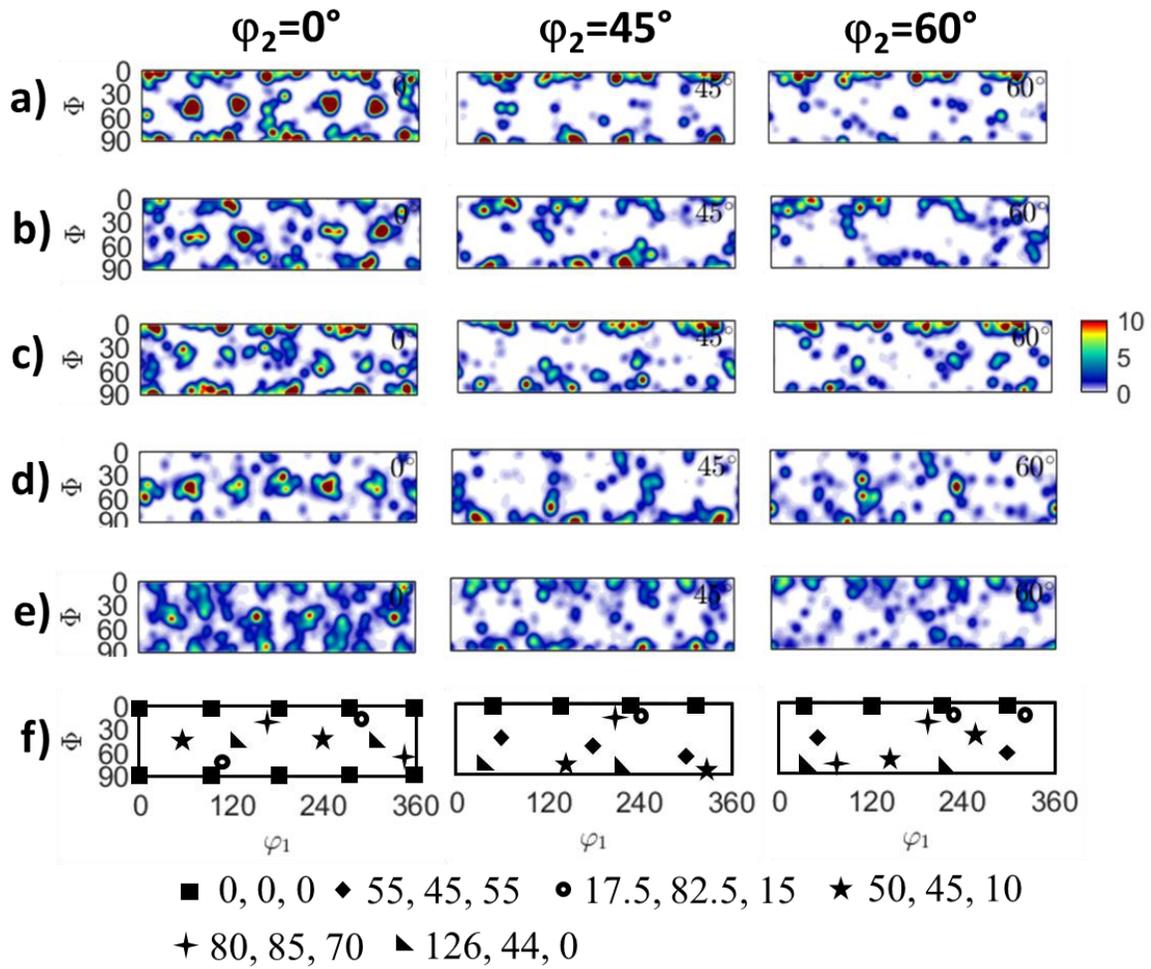


Figura 22. Cortes de las funciones de distribución de orientación (ODFs) en $\varphi_2=0^\circ, 45^\circ$ y 60° de las muestras a) 0R, b) 1R, c) 2R, d) 3R y e) 4R, así como f) cuadro guía de los componentes de textura identificados. Las componentes de textura son dadas en notación de Bunge donde el primer, segundo y tercer dígitos corresponden a φ_1 , Φ y φ_2 , respectivamente.

Tabla 5. Componentes de textura presentes y estimación de fracción volumen en la muestra de condición inicial (OROA), así como en las muestras deformadas hasta 4 pasos por RCS (1R, 2R, 3R y 4R).

Muestra	Componente en notación de Bunge [ϕ_1, Φ, ϕ_2]/grados	Fracción volumen* / %
OROA	0, 0, 0	9.2
	55, 45, 55	3.3
	17.5, 82.5, 15	4.6
	50, 45, 10	15.8
	80, 85, 70	3.2
	126, 44, 0	12.6
1R	0, 0, 0	5.4
	55, 45, 55	0.7
	17.5, 82.5, 15	2.4
	50, 45, 10	6.4
	80, 85, 70	1.6
	126, 44, 0	13.4
2R	0, 0, 0	1.9
	55, 45, 55	1.3
	17.5, 82.5, 15	2.4
	50, 45, 10	6.8
	80, 85, 70	5.3
	126, 44, 0	4.3
3R	0, 0, 0	1.3
	55, 45, 55	1.18
	17.5, 82.5, 15	1.5
	50, 45, 10	7.6
	80, 85, 70	3.5
	126, 44, 0	9.3
4R	Textura aleatoria	
*El resto del volumen de cristales posee una orientación no discernible.		

La Figura 23 muestra las representaciones teóricas de PFs y ODFs de una distribución cristalográfica completamente aleatoria. Se observa el gran parecido con las PF y ODF de la muestra 4R en las Figuras 21 y 22. Cabe mencionar, que a pesar de tratarse de una simulación de textura aleatoria en donde se esperaría una distribución totalmente homogénea, parece haber máximos de intensidad. Dicha variabilidad se debe al hecho de que para el análisis de texturas, se emplean funciones continuas cuando los valores experimentales en realidad son valores discretos [120], por lo que dichos “máximos” en la representación aleatoria no reflejan densidades de orientación cristalográfica reales. Sin embargo, las imágenes sí permiten observar una dispersión más homogénea en comparación con las muestras OROA, 1R, 2R y 3R. Para facilitar la comprensión física del fenómeno, es necesario mostrar de manera gráfica las posiciones de los cristales en las muestras.

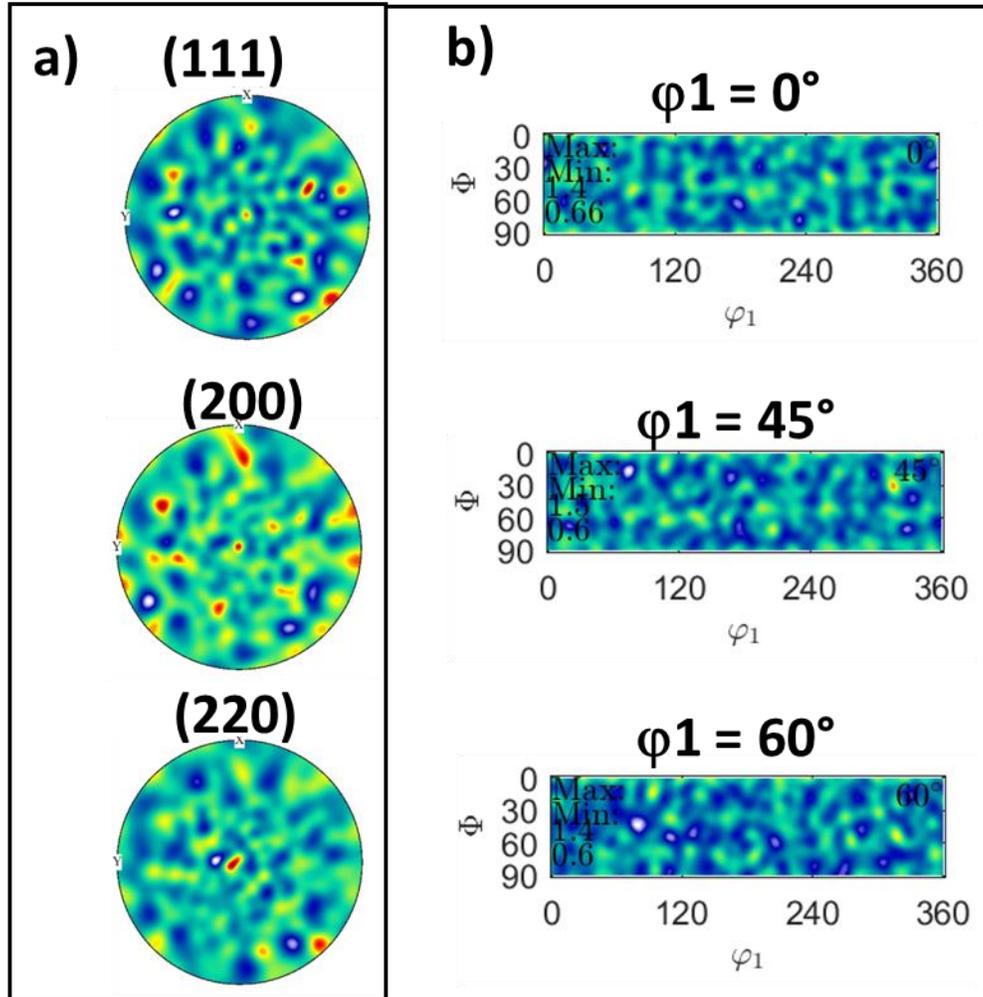


Figura 23. Cálculos teóricos de a) figuras de polo (111), (200) y (220), así como funciones de distribución de orientación en cortes de $\phi_1=0^\circ$, 45° y 60° para una distribución de orientación cristalográfica aleatoria.

Debido a las limitantes del análisis de EBSD, tal como la baja estadística de granos en comparación con otras técnicas como XRD, es necesario usar algunas técnicas complementarias para el análisis microestructural. La Figura 24|Error! No se encuentra el origen de la referencia..a muestra la zona representativa del difractograma de rayos-X correspondiente al pico (311). El ensanchamiento de pico observado en dicha imagen permite corroborar la ocurrencia de refinamiento de grano producido por el proceso de RCS. Debe mencionarse que con la finalidad de apreciar claramente el ensanchamiento de pico ocurrido, los difractogramas fueron ligeramente desplazados en 2θ . La magnitud del ensanchamiento del pico (311) con la deformación aplicada puede ser claramente apreciada en la Figura 24|Error! No se encuentra el origen de la referencia..b, la cual muestra la tendencia al incremento de FWHM con respecto a la deformación equivalente aplicada, pasando de

0.31 hasta un máximo de 0.59 en la muestra 3R. Cabe decir, que el ensanchamiento de grano es dependiente de más factores además del tamaño de cristalito, tal como la presencia de defectos lineales, microdeformaciones, etc. [128]. Las principales diferencias observadas se dieron entre la muestra no deformada y el primer paso de deformación. La diferencia de ancho de pico entre las muestras 1R y 4R es más pequeña y podría entrar dentro del error experimental. Es importante mencionar que dicho ensanchamiento de grano, el cual es suficientemente grande para hacer desaparecer el doblete característico de $K-\alpha$ y $K-\alpha_2$ es resultado de cristales que se encuentran en el rango detectado por la técnica de XRD y la óptica del equipo, el cuál típicamente es menor a 100 o 150 nm, esto quiere decir que el ensanchamiento de grano es principalmente provocado por la presencia cada vez mayor de nanoestructuras generadas por el proceso RCS. Esto, además de confirmar la presencia de nano- y sub-estructuras como resultado de la deformación aplicada, también es congruente con la aparición de mayores fracciones de fronteras de ángulo bajo para las muestras 3R y 4R en los histogramas de la Figura 19.

Por otra parte, el desplazamiento de pico sugiere cambios en la distancia interplanar, por ley de Bragg es bien sabido que incrementos en la distancia interplanar resultan en desplazamientos hacia menores valores de 2θ , mientras que decrementos de distancia interplanar ocasionan corrimiento de los picos hacia la derecha [129], tales cambios de distancia interplanar podrían ser derivados de esfuerzos internos de largo alcance originados a partir de la deformación plástica aplicada [128]. Después del primer paso de deformación por RCS, el deslizamiento de pico se da hacia mayores ángulos de 2θ , mientras que a partir del segundo paso, un ligero corrimiento se da en dirección contraria y se mantiene cercanamente constante hasta el cuarto paso de deformación por RCS. Tales corrimientos de pico pueden estar relacionados con la elevada cantidad de esfuerzos residuales de largo alcance (macro-esfuerzos o de orden I) impuestos por el proceso, mientras que el primer paso tiende hacia un estado predominantemente compresivo pasando de 116.31° en la OROA a 116.43° en la 1R, a partir del segundo paso se observa una tendencia cercanamente invariante (116.30° para 4R) que pudiera ser el resultado de la relajación parcial de esfuerzos mediante la re-organización de dislocaciones formadas durante el primer paso de deformación y su posterior conversión en subgranos, lo cual es congruente con la información proporcionada por los histogramas de las Figuras 18 y 19.

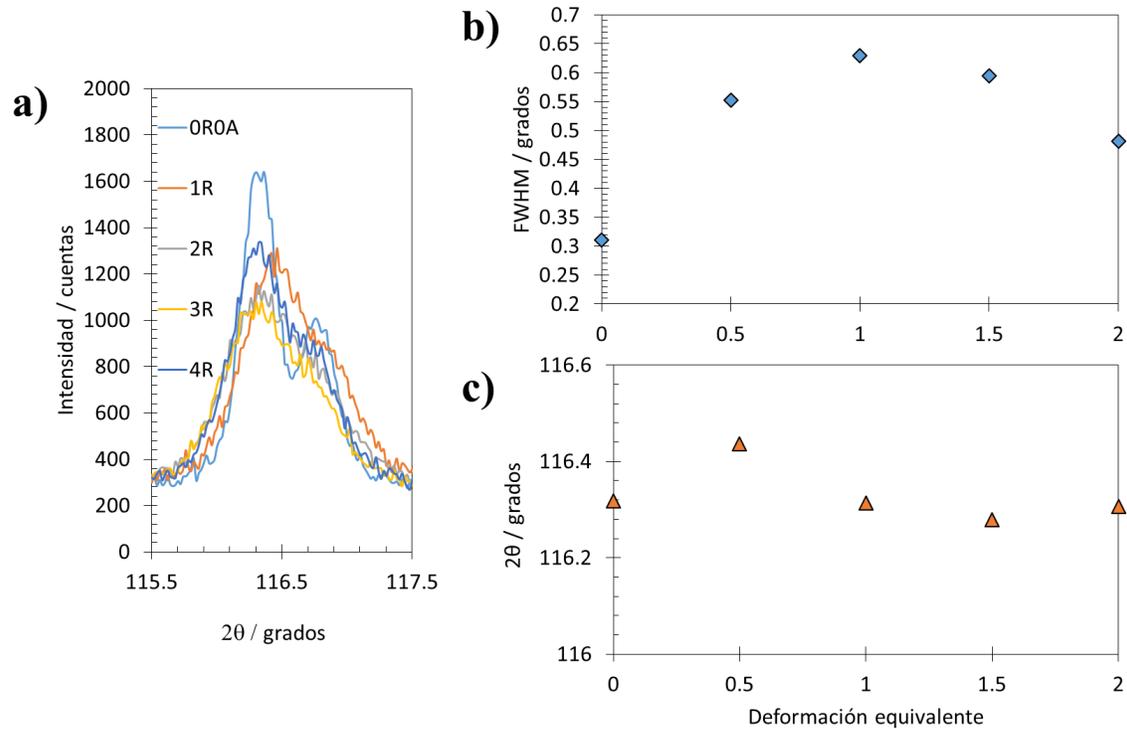


Figura 24. a) Difractograma del pico (311) de Al empleado para observar el ensanchamiento de grano como resultado de la deformación. b) Gráfica de ancho de altura media (FWHM) y c) gráfica de la posición del pico, ambas con respecto a la deformación equivalente aplicada por RCS.

Ante la evolución microestructural de la aleación con la deformación plástica aplicada, es importante estudiar posibles cambios en la estabilidad térmica. Con base en los resultados anteriores, en donde se observó un considerable refinamiento de grano, así como incremento en la densidad de dislocaciones, es probable que las muestras deformadas se encuentren en un estado energético alterado que a su vez impacte en su comportamiento térmico. La Figura 25 permite observar las gráficas obtenidas por DSC para las muestras desde condición inicial hasta la máxima deformación aplicada en este trabajo. En esta figura, particularmente para la muestra 2R, es posible observar un incremento en el flujo de calor hacia valores exotérmicos, lo cual podría deberse a la elevada sensibilidad de la técnica con la masa de material empleada durante el análisis. Por otro lado, la aparición de un pequeño mínimo en una posición cercana a 500°C en la abscisa (muestra 2R), podría ser un indicativo de la transformación de segundas fases en una fase más estable. Sin embargo, es un comportamiento único de la muestra 2R, por lo que sugiere un posible comienzo del proceso de recristalización, el cual no es seguido por la muestra 3R. Ninguna de las muestras reveló alteraciones

en la temperatura del mínimo, por lo que el proceso aplicado de RCS hasta 4 pasos no se considera como alterador de la estabilidad térmica de la aleación.

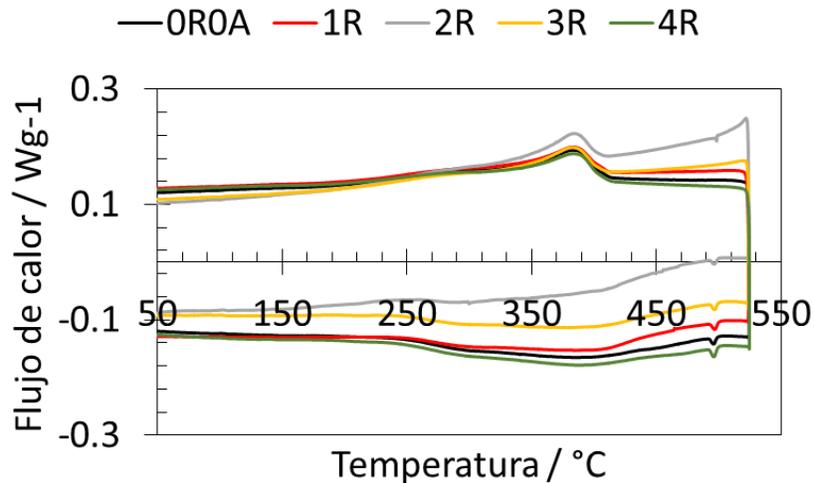


Figura 25. Gráfica de DSC para la condición inicial (OROA) y las muestras con deformación aplicada hasta 4 pasos.

3.1.2. PROPIEDADES MECÁNICAS

El comportamiento mecánico de las muestras fue evaluado con respecto al grado de deformación aplicada mediante ensayos de flexión a 3 puntos y mediciones de microdureza Vickers. La Figura 26 presenta los resultados de la prueba de flexión contra la deformación equivalente, cabe mencionar que mediante simulación de elementos finitos con el diseño de dados de RCS empleados en esta tesis, la deformación equivalente aproximada por cada paso de RCS es de 0.8 en las zonas más deformadas y de 0.5 en las zonas centrales (ver Figura 10) y es aproximadamente acumulativa con los pasos de deformación aplicados [11]. Se puede observar que el esfuerzo de cedencia en flexión incrementó cerca de 1.8 veces después del primer paso de RCS. Este resultado está en concordancia con otros reportados en la literatura donde las propiedades mecánicas mejoran desde el primer paso de procesamiento por RCS, esto ha sido reportado para aleaciones Al-Mg, Al-Cu y Al-Cu-Sc [10,28]. Después del segundo paso de deformación, el esfuerzo de cedencia cayó ligeramente para después permanecer casi constante al incrementar los pasos de deformación. El incremento máximo alcanzado en el esfuerzo de cedencia en flexión fue de 1.62 veces con respecto a la condición inicial. Incrementos similares han sido reportados para aleaciones de base aluminio procesadas por RCS, tal

como el caso de la AA5083 que después de dos pasos de ARB reportó un aumento de 2.7 veces en esfuerzo de cedencia bajo tensión en comparación con su condición inicial [13].

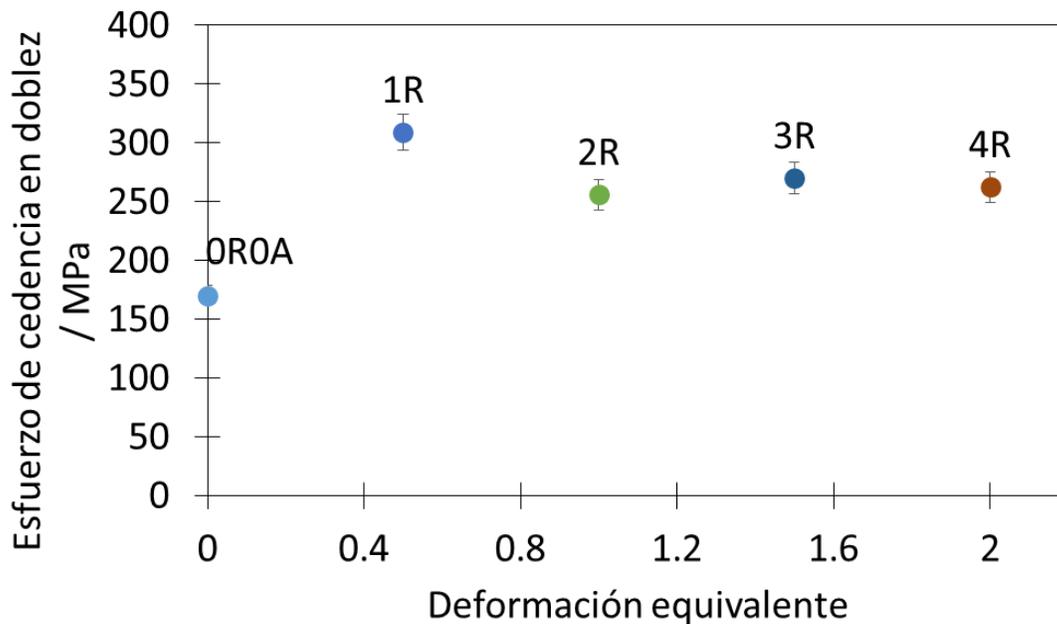


Figura 26. Gráfica de esfuerzo de cedencia en doblez contra deformación equivalente para la condición inicial (OROA) y las muestras deformadas (1R a 4R).

Por otro lado, los resultados de dureza en la Figura 27 mostraron un incremento de aproximadamente 15% para la muestra 1R cuando es comparada con la condición inicial. De manera similar al comportamiento en flexión, los valores de dureza permanecen casi constantes después del segundo paso de deformación por RCS, esto puede ser atribuido al efecto simultáneo de granos micrométricos, submicrométricos y nanométricos coexistiendo en las mismas muestras. Mientras que los granos de tamaño micrométrico permiten mayores deformaciones y con ellos mayor ductilidad, los granos nanométricos actúan como barreras a la generación y deslizamiento de dislocaciones, incrementando la resistencia mecánica de la aleación. Cabe mencionar, que dichos resultados de dureza bien podrían ser válidos tanto para la parte central de cada "X" o puntos de mayor deformación marcados por el proceso RCS (ver Figura 10) como para las zonas adyacentes, lo cual es confirmado mediante el mapeo de perfil de dureza tomado cada 0.1 mm en el plano transversal de la muestra 1R presentado en la Figura 28. Considerando que la dureza es una medición de resistencia a la deformación sub-superficial, es complementaria la estimación de esfuerzos residuales medidos en la superficie de las muestras, los cuales podrían arrojar información sobre el estado de esfuerzos inducido por el proceso de deformación y por la fricción durante el mismo.

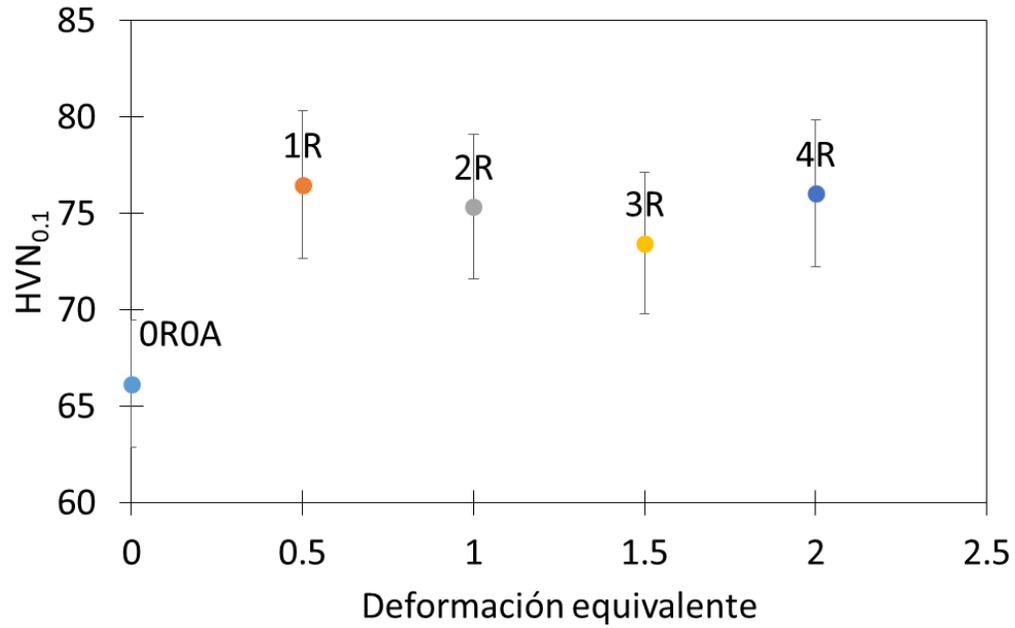


Figura 27. Gráfica de dureza contra deformación equivalente para las muestras de condición inicial (OROA) y las muestras deformadas por RCS (1R a 4R).

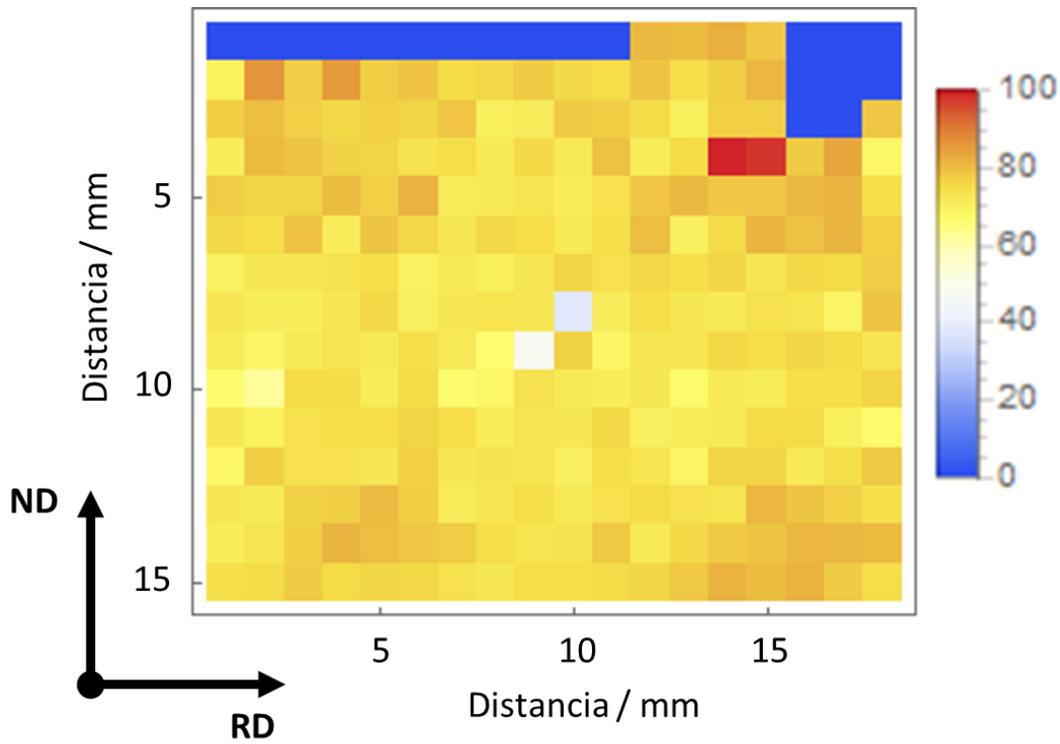


Figura 28. Mapeo de microdureza Vickers para la muestra 1R.

Los perfiles de macroesfuerzos residuales para las muestras 0R, 1R y 4R se muestran en la Figura 29. Se pueden observar comportamientos cercanamente lineales para todas las muestras, lo cual denota un alineamiento de los esfuerzos principales con los ejes de la muestra, es decir, que los esfuerzos de corte no tienen un efecto dominante. Observando la muestra 0R, de condición inicial, se identifica un perfil cercanamente horizontal que es un indicativo de esfuerzos nulos, es decir, que la muestra se encuentra cercanamente relajada de esfuerzos internos. A pesar de lo anterior, los puntos en valores negativos de deformación indican una ligera tendencia hacia esfuerzos compresivos, considerando que se trata de la muestra sin deformación previa, dichos esfuerzos podrían deberse al homogeneizado parcial posterior al proceso de laminado, el cual no logró la recristalización completa de los granos y que es congruente con la presencia de granos submicrométricos en el histograma de la Figura 17.a. Para el caso de las muestras con 1 y con 4 pasos de RCS, se observan perfiles de esfuerzos de tipo compresivos y de tensión, respectivamente, los cuales están fuertemente relacionados con la capa superficial altamente distorsionada por efecto del proceso y de la fricción inherente. Las estimaciones de macroesfuerzos residuales fueron de -19.2, -89.4 y 71.9 MPa para las muestras 0R, 1R y 4R, respectivamente. Cabe destacar, que los esfuerzos residuales estimados para la muestra 1R corresponden al 29% del esfuerzo de cendencia en flexión mostrado en la Figura 26, mientras que equivalen a un 27.3% del YS de la muestra 4R. El valor mayor en 1R en comparación con 4R es a su vez congruente con el pico en propiedades mecánicas (doble y dureza) que se observó previamente en las Figuras 26 y 27.

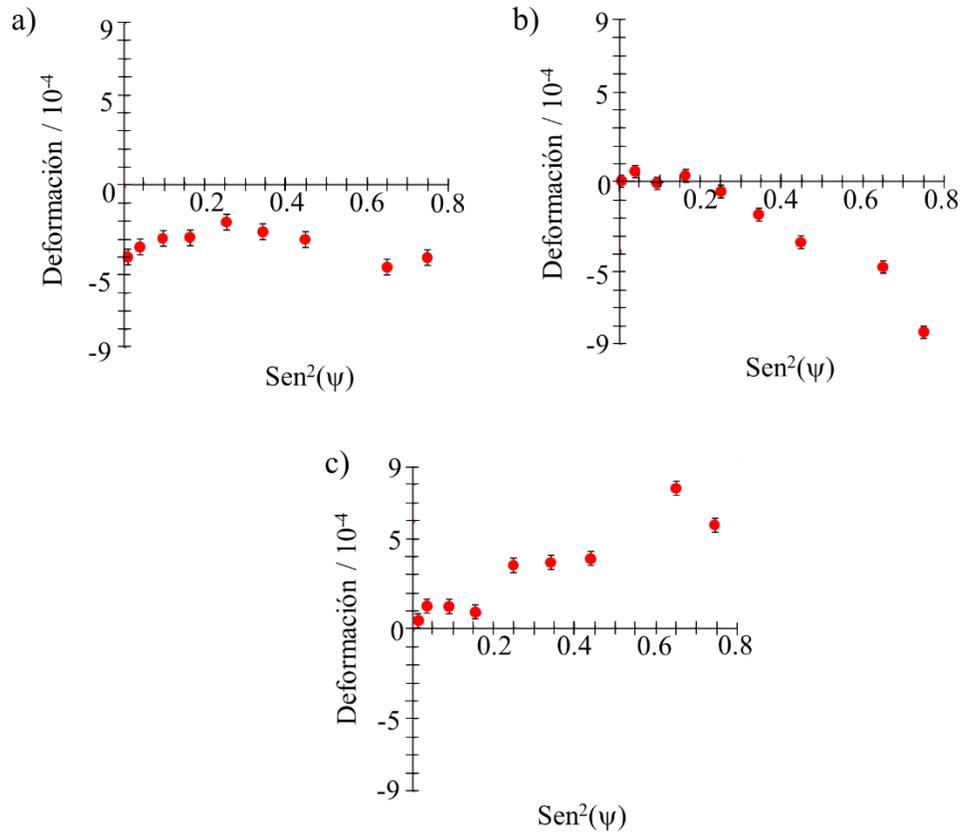


Figura 29. Gráficas de deformación en función del seno² ψ , las cuales permiten observar los perfiles de macro-esfuerzos residuales en a) la condición inicial libre de deformación y en la superficie de las muestras b) 1R y c) 4R.

3.1.3. RESISTENCIA A LA CORROSIÓN

Para analizar el efecto del proceso RCS sobre el comportamiento electroquímico de la aleación Al-7075, mediciones de EIS fueron obtenidas. La Figura 30 permite observar las gráficas de Nyquist para la condición inicial (0R0A), así como para las muestras 1R y 4R. Es posible observar que la condición inicial posee tendencia como semi-círculo capacitivo-resistivo de 10^6 a aproximadamente 10^{-1} Hz, sin embargo, un lazo inductivo fue observado de 10^{-1} a 10^{-2} Hz. Dicho comportamiento inductivo podría relacionarse con la formación de una capa pasiva en la superficie de la aleación de aluminio, siendo un comportamiento similar al reportado para esta misma aleación con distinto historial termo-mecánico [130]. La reducción del arco inductivo sugiere una menor resistencia a la corrosión con el tiempo, tal como se observa durante la tendencia a 384 horas. Los comportamientos electroquímicos

de las muestras 1R y 4R exhiben características similares a la de la muestra OROA, excepto por un comportamiento de difusión incipiente que es posible visualizar a bajas frecuencias después de las 384 horas de prueba. Dicho fenómeno puede ser observado mediante el cambio de tendencia de los arcos inductivos (cercanamente al final de los mismos) hacia mayores valores de impedancia. Los acercamientos realizados en las Figura 30a-c muestran el decremento de la resistencia a la corrosión de acuerdo al tiempo de inmersión, lo cual indica pérdida de eficiencia de la capa de pasivación para proteger el sistema inmerso en el medio corrosivo [131]. La muestra OROA exhibió inestabilidad electroquímica del óxido de aluminio superficial, ocasionando cambios en el lazo inductivo durante la medición. Este comportamiento es una prueba de la disolución continua del metal subyacente [132]. Sin embargo, como se indicó en los resultados de EIS, la tendencia de muestra 1R permanece casi constante a lo largo del tiempo de medición.

Además, todas las mediciones de EIS revelaron altos valores de impedancia (a elevadas frecuencias) desde la medición al tiempo de 0 horas (favor de ver acercamientos en Figura 30a-c). A partir de la Figura 31 que presenta los diagramas de Bode obtenidos mediante EIS, se observan perfiles similares en las cuatro muestras, aunque las muestras 1R y 4R tienen una mayor estabilidad electroquímica en función del tiempo en comparación con la muestra OROA. Dicha estabilidad electroquímica es sugerida por los valores cercanos del módulo de impedancia al variar el tiempo de medición (tendencia cercanamente horizontal a elevadas frecuencias) para las muestras 1R y 4R, mientras que la muestra OROA mostró diversas variaciones con el tiempo, lo cual infiere una menor capacidad para formar una capa de óxido estable. Por último, en la condición de 4R también se observaron cambios en los diámetros de los semi-círculos (Figura 30.a) así como en la morfología de los espectros de EIS a bajas frecuencias (para 384 y 552 horas de inmersión), lo cual es un indicativo de continuas modificaciones superficiales. Con base en la explicación anterior, se observó un efecto positivo del proceso RCS en la estabilidad electroquímica de la capa pasiva de la aleación de Al-7075, especialmente para el primer paso de deformación. Con la finalidad de analizar las posibles fluctuaciones de potencial y corriente dadas en el sistema, mediciones de EN serán presentadas a continuación.

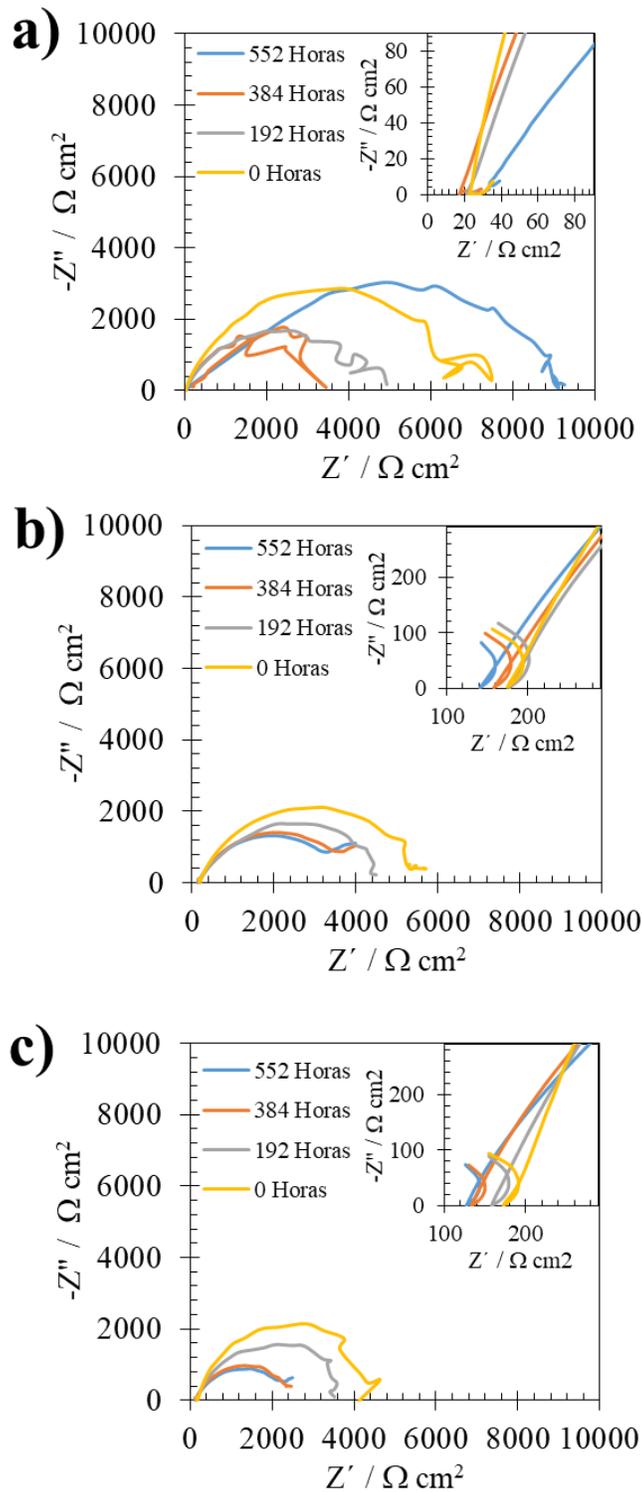


Figura 30. Gráficas de espectroscopía de impedancia electroquímica para las muestras de a) condición inicial (OROA), b) un paso y c) cuatro pasos de RCS.

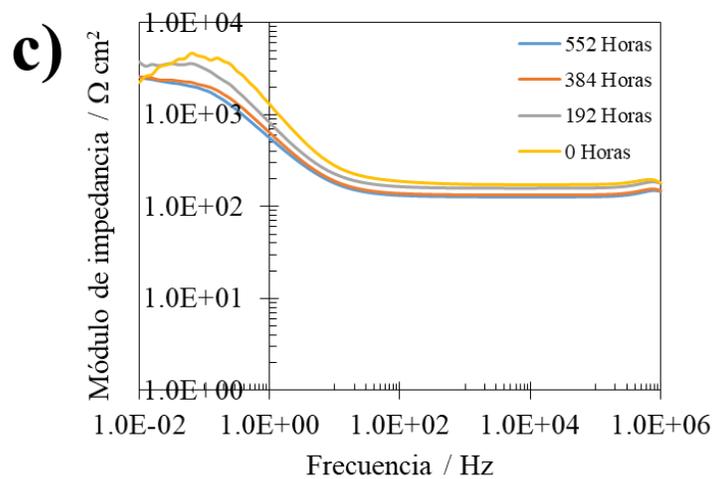
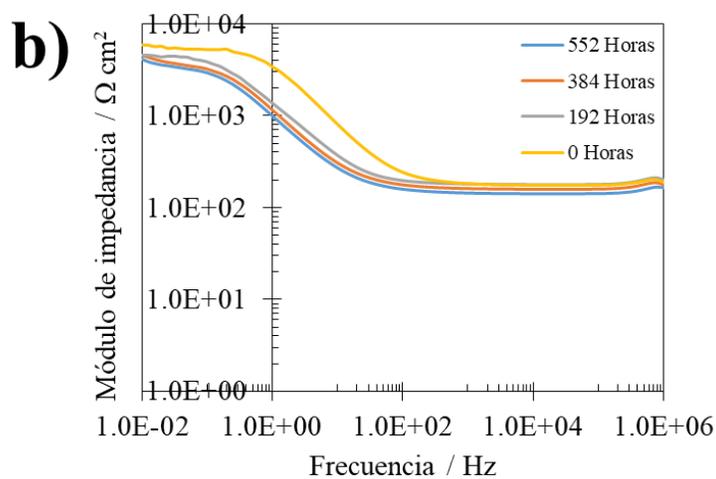
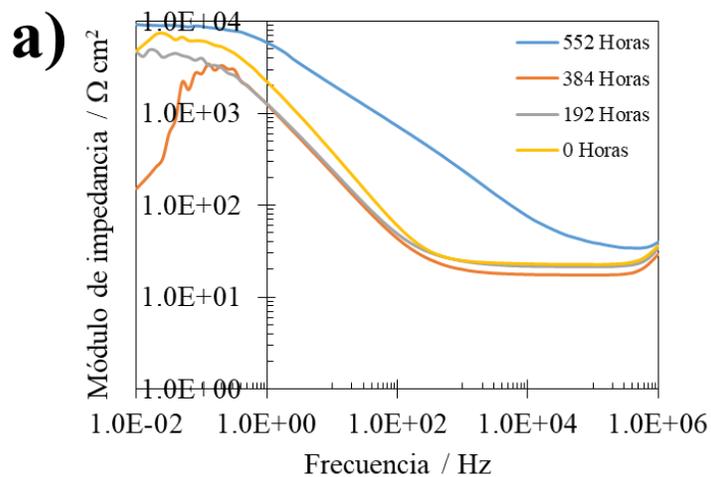


Figura 31. Gráficas de Bode a partir de las mediciones de impedancia electroquímica a distintos tiempos de medición para las muestras de a) condición inicial (OROA), b) un paso y c) cuatro pasos de deformación por RCS.

La Figura 32 presenta los resultados de densidad de corriente en función del tiempo arrojados mediante EN para las muestras de OROA, 1R y 4R. Se pueden observar tendencias similares de corriente con respecto al tiempo de medición para las muestras OROA y 1R. Los valores de densidad de corriente consiguen estabilizarse en tiempos de alrededor de 4.1, 2.5 y 7.8 min para las muestras OROA, 1R y 4R, respectivamente. Se observa que a manera de media, la muestra 4R presenta valores de densidad de corriente menores a los de las muestras OROA y 1R. Lo anterior es confirmado por la cercanía de los perfiles medidos desde 0 hasta las 552 horas en la muestra 4R, mientras que las condiciones OROA y 1R presentan oscilaciones reiteradas de densidad de corriente electroquímica, lo cual indica mayores variaciones de potencial e inestabilidad de la capa de pasivación.

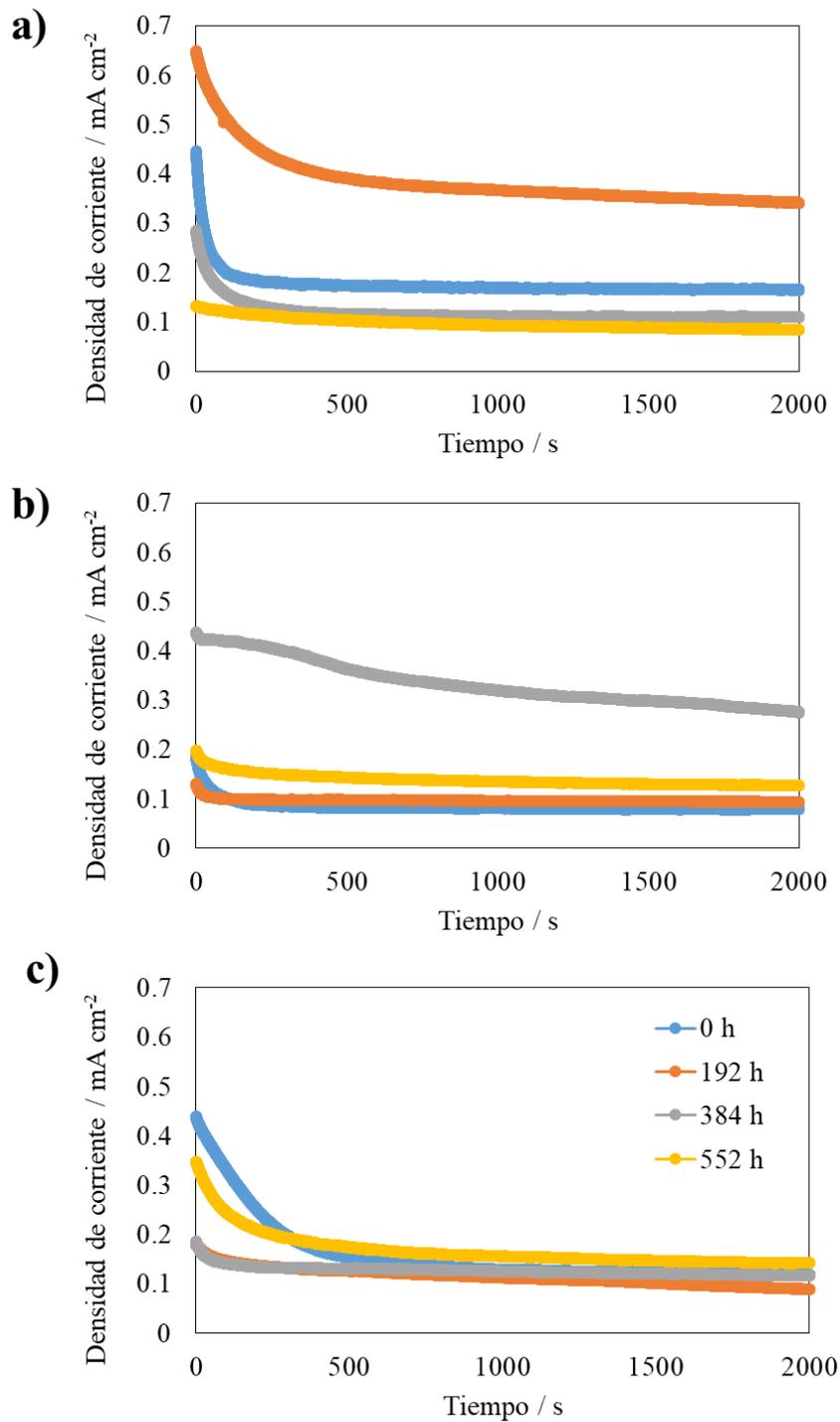


Figura 32. Gráficas de densidad de corriente con respecto al tiempo a partir de las mediciones de EN para las muestras de a) condición inicial (OROA), b) uno y c) cuatro pasos de deformación por RCS.

La Figura 33 muestra la cuantificación de grietas resultantes de la prueba de agrietamiento inducido por corrosión y esfuerzos (SCC) para las muestras de condición inicial (OROA), así como con 1 paso (1R) y 4 pasos (4R) de deformación. La Figura 33.a presenta el conteo de grietas presentes al finalizar el ensayo de SCC con respecto a su posición en la muestra, en donde los rangos de $0 < x < 4$ y $8 \leq x \leq 12$ pertenecen a la orilla de las muestras, mientras que $4 \leq x < 8$ hace referencia al centro de las mismas. Debe resaltarse que debido a la naturaleza del ensayo, el centro es mayormente sometido a esfuerzos de doblez en comparación con las orillas. La Figura 33.a también permite establecer una comparación con la aplicación de 1 y 1.2 veces el esfuerzo de cedencia en doblez (YS) en las muestras analizadas. Es evidente que en todas las muestras existe una mayor concentración de grietas en el centro que en las orillas, lo cual es consistente con el estado de esfuerzos de la aleación al ser ensayada. También se observa que la aplicación de mayor esfuerzo de doblez (1.2 veces) fomenta el incremento en número de grietas. En comparación con el primer paso de deformación por RCS, la muestra 4R resultó en 9% y 2.5% menor cantidad de grietas durante la aplicación de 1 y 1.2 veces el YS, respectivamente. La Figura 33.b esquematiza la distribución por tamaño de grietas, al menos el 64% de las grietas se encuentran en el rango entre 20 a 100 μm para todos los casos. El incremento en los valores del esfuerzo aplicado en la prueba (1.2 veces el YS), generó un incremento significativo en el número de grietas mayores a 100 μm para todas las condiciones analizadas. Sin embargo, la muestra 4R obtuvo 15% y 10% menor cantidad de grietas en el rango entre 20 y 100 μm en comparación con la muestra 1R para la aplicación de 1 y 1.2 veces el YS, respectivamente.

Para explicar la probable razón de la reducción a la sensibilidad en ambientes corrosivos y con esfuerzos aplicados, se detallará la relación existente entre la distribución amplia de tamaño de grano previamente mostrada en la Figura 17 y el comportamiento en SCC. Partiendo de que las microestructuras bimodales (granos micrométricos rodeados por otros nanométricos) se han reportado como promovedoras de grietas en comparación con distribuciones de grano con un máximo más ancho [133]. Dicho comportamiento se debe al fuerte gradiente electroquímico que se establece entre granos micro- y nanométricos vecinos en una misma microestructura. Con base en la explicación previa, la distribución ancha de tamaños de grano, en donde dichos granos de distintas dimensiones se distribuyen aleatoriamente en las muestras deformadas, podría ser responsable de la baja heterogeneidad química existente en la aleación cuando el grado de deformación incrementa. Este fenómeno pudo haber causado la caída en susceptibilidad al SCC en la muestra 4R.

Por otro lado, es importante analizar las características principales de las grietas formadas por SCC: se sabe que éstas son comúnmente originadas de macro-discontinuidades inherentes al proceso de

deformación, en este caso RCS [66]. De la literatura, existen tres mecanismos principales sobre el origen del SCC: 1) disolución anódica, el cual se basa en la disolución preferente de límites de grano en comparación con el centro del mismo, 2) rotura de película pasiva, cuyo fundamento es el quiebre de la película superficial debido a esfuerzos aplicados, y 3) agrietamiento inducido por hidrógeno, el cual se caracteriza por el debilitamiento de fronteras de grano a través de la absorción de hidrógeno atómico [65]. Mientras que el primer y el segundo mecanismos tienen una fuerte dependencia con la cantidad de bordes de grano, el tercer mecanismo (agrietamiento inducido por hidrógeno) es controlado por la cantidad de sitios de hidrógeno. El mecanismo dominante de SCC en este estudio para la aleación Al-7075 es probablemente relacionado con el agrietamiento inducido por hidrógeno, esto debido al número de grietas que pareció decrecer con la deformación aplicada. Se sabe que algunos defectos estructurales provocados por procesos de deformación, tales como dislocaciones, así como concentradores de esfuerzos locales pueden actuar como trampas de hidrógeno, decreciendo la susceptibilidad del material al SCC [66,134]. Esto podría explicar el decremento en el número de grietas cuando la deformación incrementa, el tamaño de grano se refina y existe una mayor densidad de fronteras de grano. El mecanismo de agrietamiento inducido por hidrógeno ha sido mencionado como el mecanismo dominante en aleaciones de base Al-Zn-Mg no sobre-envejecidas [135,136].

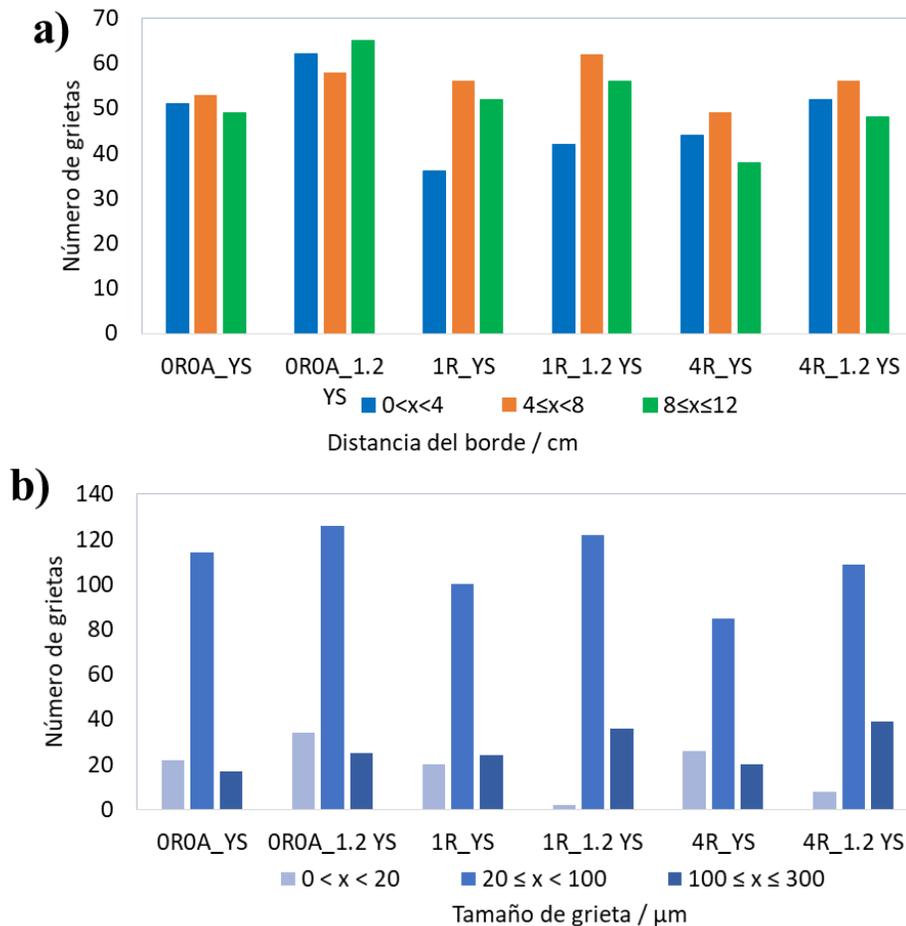


Figura 33. Resultados del ensayo de SCC, a) contabilización de grietas con respecto a su posición en las muestras, b) contabilización de grietas con respecto al tamaño presentado.

3.1.4. INTEGRACIÓN DE RESULTADOS DE RCS: RELACIÓN TEXTURA – PROPIEDADES MECÁNICAS – RESISTENCIA A LA CORROSIÓN

Con base en los resultados presentados en secciones previas (3.1.1 a 3.1.3), se sabe que el proceso RCS generó considerable refinamiento de grano en la aleación Al-7075, partiendo de distribuciones de grano predominantemente en tamaños micrométricos en su condición libre de deformación (OROA) hasta la obtención de granos en escala nanométrica para la máxima deformación aplicada (4R). El efecto de dicha evolución microestructural se vio reflejado en la fragmentación de la segunda fase micrométrica de Al_2Cu con la deformación aplicada, así como en los valores estimados de macro-esfuerzos residuales para las muestras 1R y 4R que corresponden (en valor absoluto) respectivamente al 29% y 27.3% de su YS. Dichos esfuerzos residuales de tipo predominantemente

compresivos para la muestra 1R y de tracción para la 4R fueron congruentes con el corrimiento en picos de XRD hacia la mayores y menores valores de 2θ , respectivamente.

La caracterización del comportamiento mecánico (Figuras 26 y 27) permitió identificar grandes cambios esencialmente entre las muestras OROA y 1R con posteriores comportamientos casi constantes, lo cual podría deberse a que el gradiente más elevado de defectos lineales por deformación se obtiene entre la condición relajada y al comienzo de la deformación [55], posterior a eso, un probable proceso de reordenamiento de dislocaciones y relajado de esfuerzos podría resultar en una ligera caída de propiedades en la muestra 2R. En cuanto al comportamiento casi constante en dureza y resistencia mecánica después del segundo paso de deformación, podría deberse a la sinergia entre granos micrométricos y nanométricos coexistiendo en la misma muestra, mientras los primeros aceptan mayor deformación y permiten el deslizamiento y formación de nuevas dislocaciones, los segundos proporcionan mayor resistencia mecánica debido a su mayor densidad de defectos lineales y obstaculización al movimiento de dislocaciones. Lo anterior quiere decir, que mientras los granos micrométricos proporcionan ductilidad al material, los nanométricos le otorgan mayor resistencia mecánica. Algunos autores han reportado este fenómeno como un gradiente de deformación en el material que permite la combinación de propiedades mecánicas (ductilidad y resistencia) que de otro modo llevan una proporción inversa [137,138].

Por otro lado, se comprobó, mediante el estudio de propiedades electroquímicas de la aleación, que la estabilidad electroquímica del material resulta mejor en la muestra 1R en comparación con la condición libre de deformación (OR) y con la muestra 4R. Mediante los estudios de EIS y EN (Figuras 31 a 33) se identificó una tendencia hacia una menor resistencia a la corrosión con el tiempo de inmersión en el medio corrosivo, así como con el incremento del esfuerzo aplicado durante la prueba, sin embargo, a medida que el tiempo de inmersión incrementa en la muestra OROA se observa una pérdida de estabilidad que sugiere ciclos constantes de rotura y formación de la capa de pasivación, volviendo variante su comportamiento electroquímico. A diferencia de la OROA, las muestras procesadas por RCS, especialmente la muestra 1R, mostraron mejor estabilidad electroquímica mediante valores más constantes en las gráficas de Bode (Figura 31), lo cual indica una mejor estabilidad de la capa protectora, esto a pesar de tener menores valores de resistencia electroquímica que la OR. La mejora en estabilidad electroquímica de la AA7075 con la deformación, pudo haber sido un resultado de las particulares distribuciones de granos en las muestras 1R a 4R, en donde los granos se encuentran aleatoriamente dispersos en tamaños que decrecen de manera continua desde los micrométricos hasta los nanométricos, es decir, sin grandes gradientes entre

zonas adyacentes de la misma muestra. Lo anterior significa, que esas distribuciones de granos tan particulares podrían ser las responsables por los bajos gradientes electroquímicos encontrados a lo largo de la muestra, volviéndola más estable en comparación con distribuciones bimodales en donde los gradientes son mayores. Algunos autores han mencionado a las microestructuras bimodales (con granos micrométricos rodeados por granos nanométricos) como promovedoras de grietas en comparación con distribuciones anchas de grano en donde diversos tamaños de grano coexisten de manera uniforme [133]. Los mediciones por microscopía electroquímica de barrido (Figura 34) corroboraron una tendencia electroquímica menormente activa en la muestra 1R en comparación con las muestras de condiciones 2R a 4R. Por su parte, los ensayos de SCC (Figura 33) mostraron un menor número de grietas con el incremento de la deformación aplicada por RCS, lo cual podría relacionarse con la particular distribución de tamaños de grano ya mencionada.

Con base en los resultados obtenidos, puede decirse que de la comparación entre la condición libre de deformación y la aplicación de hasta 4 pasos de procesamiento RCS, la muestra 1R es la más apta para aplicaciones industriales. Lo anterior debido a que la muestra 1R presentó la mejor combinación de propiedades mecánicas, estabilidad electroquímica y una ligera menor susceptibilidad al SCC en comparación con la condición OROA, asimismo, por requerir solo un paso de deformación es también la más factible en términos económicos y de tiempo para la producción de componentes industriales.

3.2. PROCESO ARB

3.2.1. ESTRUCTURA Y TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

Tal como se explicó previamente en la sección 3.1.1, la aleación de Al-7075 cuenta con tres fases dominantes identificadas como la matriz de Al, además de las segundas fases de Al_2Cu y MgZn_2 . Ambas fases ya han sido previamente identificadas mediante EDS y TEM. La Figura 34 permite comparar la morfología de las segundas fases de Al_2Cu desde la condición inicial (OROA) hasta después de 3 pasos de deformación (3A) por proceso ARB. De manera similar a lo ocurrido después del primer paso de deformación por RCS, un solo paso de deformación por ARB fue suficiente para fragmentar las partículas más grandes de Al_2Cu que en la Figura 34.a se presentan de hasta $15\ \mu\text{m}$. La razón de tal fragmentación se atribuye principalmente a la falta de coherencia entre la segunda fase y la matriz de aluminio, tal como se explicó con mejor detalle en la sección 3.1.1. Puede observarse que la morfología globular y el tamaño promedio de $1\ \mu\text{m}$ de la fase de Al_2Cu es visiblemente constante

desde el primer paso de deformación por ARB y hasta la máxima deformación aplicada mediante este proceso.

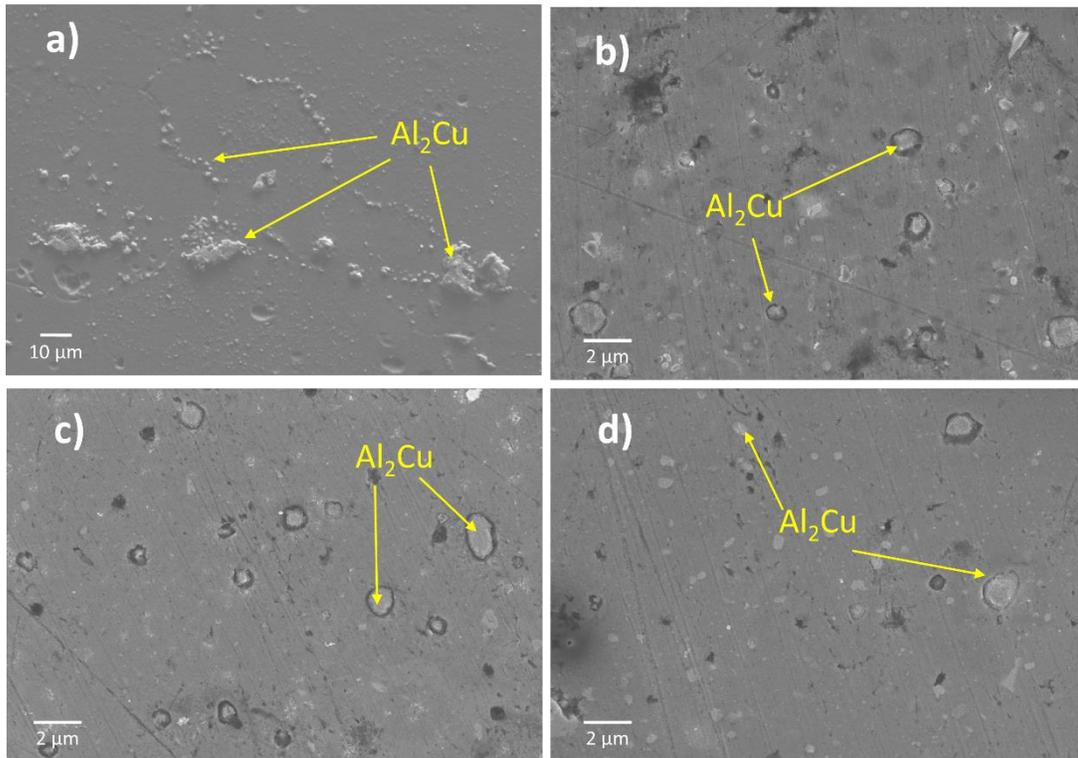


Figura 34. Micrografías que muestran la morfología de Al_2Cu presente en a) la condición inicial (OROA), b) un paso, c) dos pasos y d) tres pasos de procesamiento por proceso ARB.

Con la finalidad de observar el cambio microestructural que el proceso ARB tuvo sobre la morfología y tamaño de grano, la Figura 35 permite visualizar las micrografías obtenidas por medio de EBSD. Dichas micrografías muestran los granos en posición de difracción con respecto a las direcciones de rolado (RD), normal (ND) y transversal (TD). Tal como se mencionó previamente, en la sección 3.1.1, la condición inicial no está libre de textura, es decir, la orientación de sus cristales no es aleatoria y se acomodan particularmente hacia las direcciones [101] y [001]. Por su parte, los granos en las muestras procesadas por ARB muestran una particular dirección preferencial hacia las direcciones [111] y [101] a partir del primer paso de procesamiento, indicando que el proceso ARB podría fomentar la generación de nuevas texturas. La Figura 35 también permite observar la ocurrencia de refinamiento de grano desde el primer paso de deformación por ARB, pasando de granos micrométricos tan grandes como 250 μm , 7 μm y 3 μm para la condición inicial (OROA), un paso y tres pasos de deformación por ARB, respectivamente. Es importante mencionar, la observación de una

probable banda de deformación en la muestra 1A, la cual puede distinguirse por una zona con coloración extendida en la Figura 35, diversos reportes han mencionado la generación de bandas de deformación en aleaciones procesadas por ARB, especialmente cuando existen segundas fases que promueven la deformación heterogénea en el material [87,139].

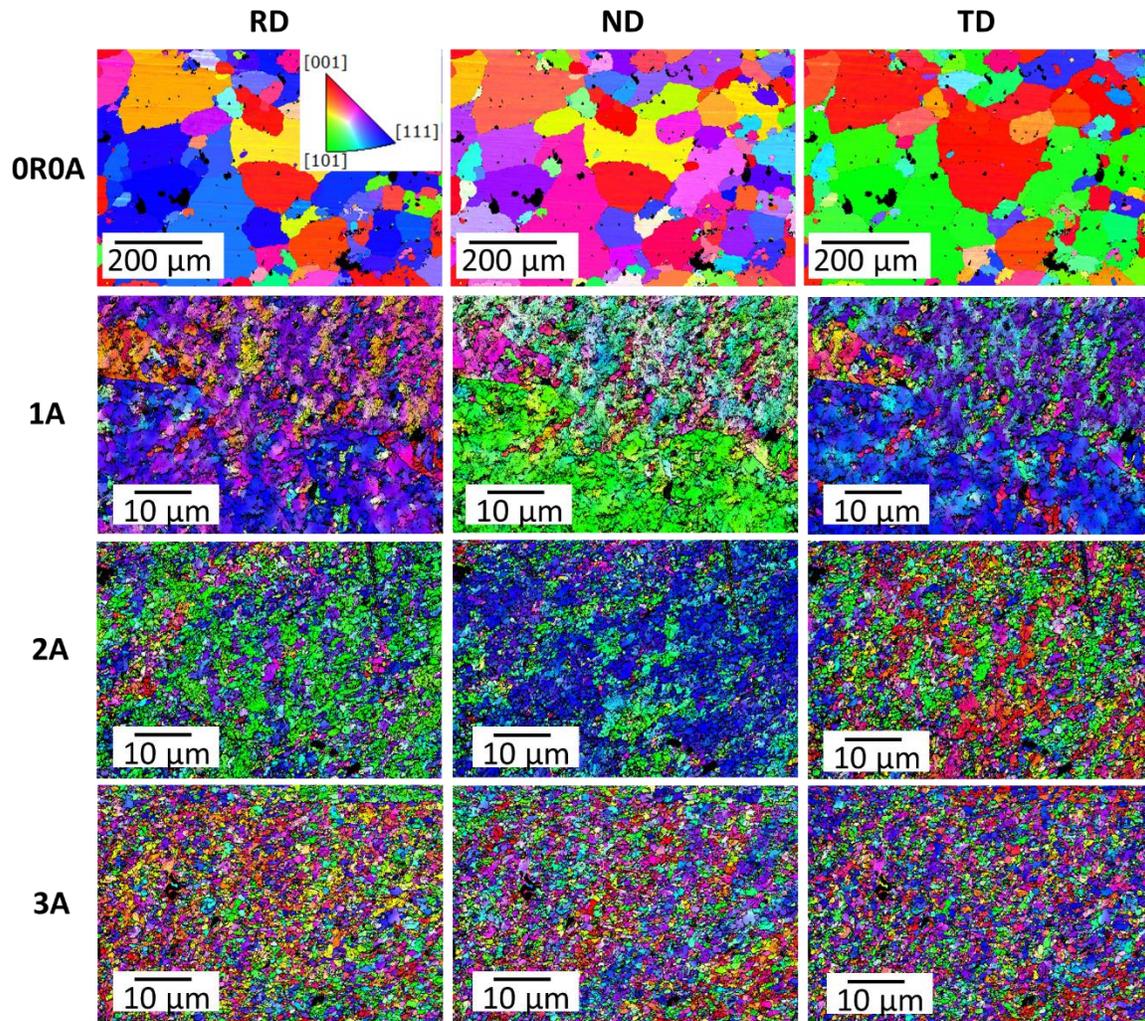


Figura 35. Mapeos por EBSD de las muestras procesadas por ARB. Las micrografías muestran la orientación preferencial de los granos tomando como referencia la dirección de rolado (RD), dirección normal (ND) o dirección transversal (TD). El triángulo con el código de color indica la orientación preferencial de cada color en las imágenes.

Con la finalidad de analizar el refinamiento de grano con mayor precisión, la Figura 36 presenta las distribuciones de tamaño de grano para las muestras 0R0A, 1A, 2A y 3A. Debe resaltarse, que la gráfica 36.a de la condición inicial tiene distinta escala en el eje x para permitir una adecuada visibilidad del perfil. Los tamaños de grano promedio permiten observar una reducción de 126 a 0.8

μm , es decir, de alrededor de 99.4% de la 3A con respecto a la OROA. A partir del segundo paso de deformación por ARB la totalidad de los granos se encuentran en tamaños debajo de $4 \mu\text{m}$ con su mayor porcentaje en los tamaños submicrométricos ($<1 \mu\text{m}$), lo cual resultó en perfiles unimodales ligeramente sesgados hacia la derecha sesgo positivo. Con la finalidad de observar el efecto de los cambios microestructurales en la distribución de desorientación en las muestras, es necesario analizar sus perfiles de distribución.

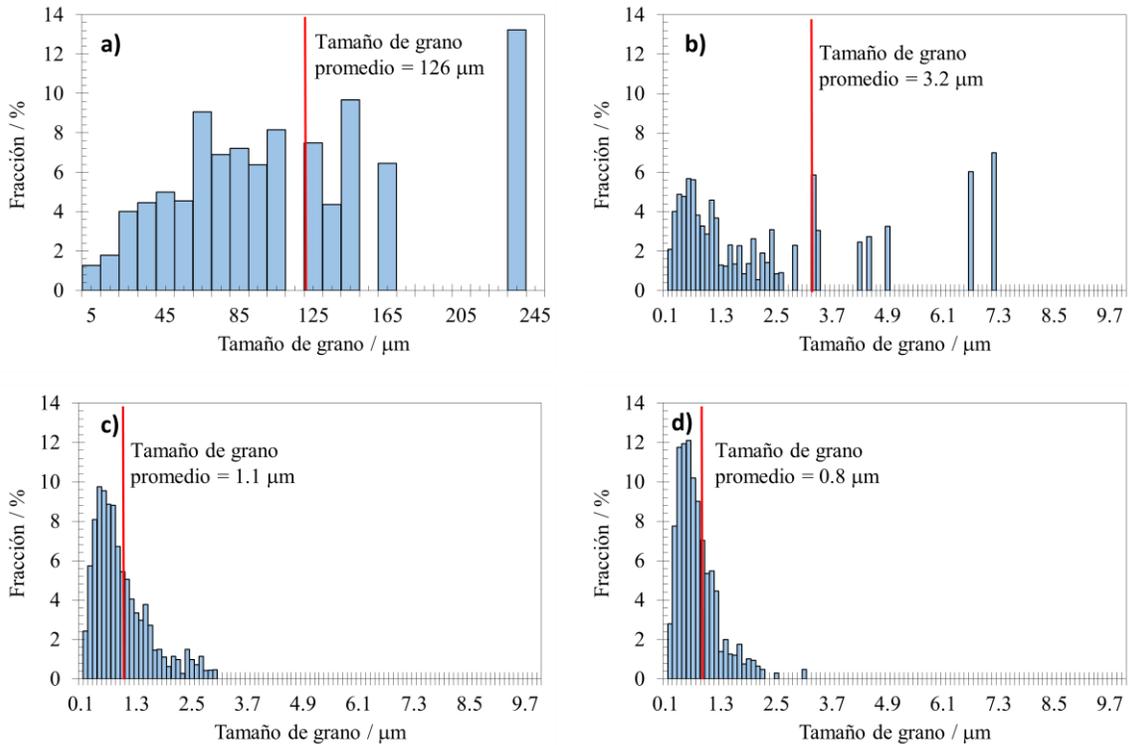


Figura 36. Histogramas de tamaño de grano para las muestras de a) condición inicial (OROA), b) uno, c) dos y d) tres pasos de deformación por ARB.

La Figura 37 presenta las distribuciones de desorientación no correlacionada (37.a), correlacionada o de fronteras de grano (37.b), las fracciones de fronteras de grano con determinados valores de desorientación (37.c) y las correspondientes micrografías que muestran las fronteras de grano a colores (37.d) siguiendo el código de las tablas 37.c. Mientras los histogramas de desorientación y de fronteras de grano de la muestra de condición inicial se muestran similares, indicando que no existe una gran cantidad de deformación o subestructuras en dicha muestra (para más detalle ver sección 3.1.1), las muestras con 1 y 3 pasos de procesamiento de ARB presentan grandes diferencias. Lo anterior es un resultado de la gran densidad de subestructuras formadas como resultado de la

deformación, mientras que los histogramas correlacionados, o de fronteras de grano, muestran el incremento de LAGBs con el aumento de deformación, los histogramas no correlacionados de tipo multimodal sugieren un mayor grado de deformación cuando se miden parejas de puntos aleatorios a lo largo de las muestras. A partir del segundo paso de deformación por ARB, se observan que al menos el 5% de las fronteras tienen misorientaciones menores a 5° , esto en contraste con solo el 0.5% en la muestra OROA. Los cambios continuos en los histogramas de desorientación de las muestras deformadas sugieren que la AA7075 no llega a una estabilidad microestructural al menos hasta los tres pasos de procesamiento aplicados. Con la finalidad de estudiar más a fondo los cambios microestructurales resultantes de la deformación aplicada, es necesario presentar estudios de textura cristalográfica.

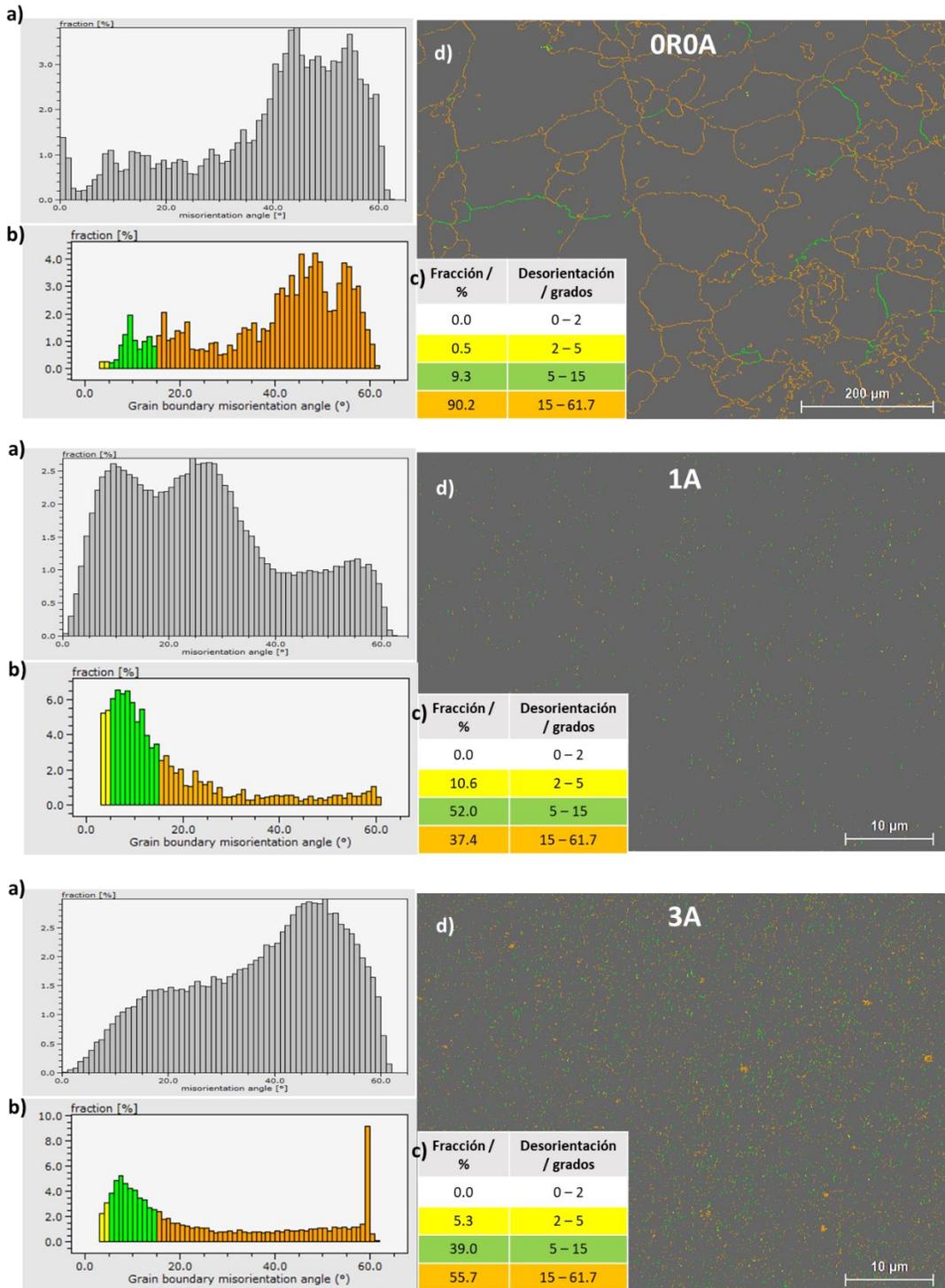


Figura 37. Gráficas de desorientación de las muestras 0R0A, 1A y 3A: a) Histograma de desorientación no correlacionada, b) Histograma de desorientación correlacionada o de bordes de grano, c) distribución de granos de acuerdo a su desorientación y d) micrografía de bordes de grano de acuerdo al código de color indicado en c).

La Figura 38 permite observar las figuras de polo (111), (200) y (220) para las muestras sin deformación (OROA), así como con uno, dos y tres pasos de deformación por ARB. La Figura 38.f permite observar el cuadro guía de posiciones teóricas de los componentes de textura de rolado. Es notoria la disminución de intensidad conforme aumenta la deformación aplicada, lo cual implica una menor densidad de cristales ordenados de manera preferencial. Además, es evidente que el proceso ARB genera componentes de textura distintos a los presentes en la condición inicial, siendo un indicativo de que el proceso ARB es capaz de inducir una textura propia del proceso. A pesar de la aplicación de un proceso de rolado acumulativo (ARB) en la AA7075, los componentes de textura presentes no parecen empatar con los componentes teóricos e ideales para aleaciones deformadas por rolado. Considerando que el modo de deformación por ARB consiste en una combinación de esfuerzos compresivos planos y corte, la generación de dispersión a partir de las posiciones de textura ideales puede ser esperada [87,140]. Adicionalmente, durante el proceso de deformación, los granos pueden subdividirse por la formación de bandas de deformación, tal subdivisión de granos podría conducir a la dispersión alrededor de los componentes ideales de la textura [140], esta teoría es congruente con la banda de deformación observada desde el primer paso de procesamiento ARB y pudo haber sido un mecanismo acelerado por la realización del proceso ARB sin lubricante, lo cual incrementa los esfuerzos de corte y acelera el refinamiento de grano [141]. Con la finalidad identificar los componentes generados por el proceso ARB, se presentarán ODFs, las cuales separan los componentes que pudieran tener un traslape parcial en las figuras de polo, permitiendo una mejor observación de los mismos.

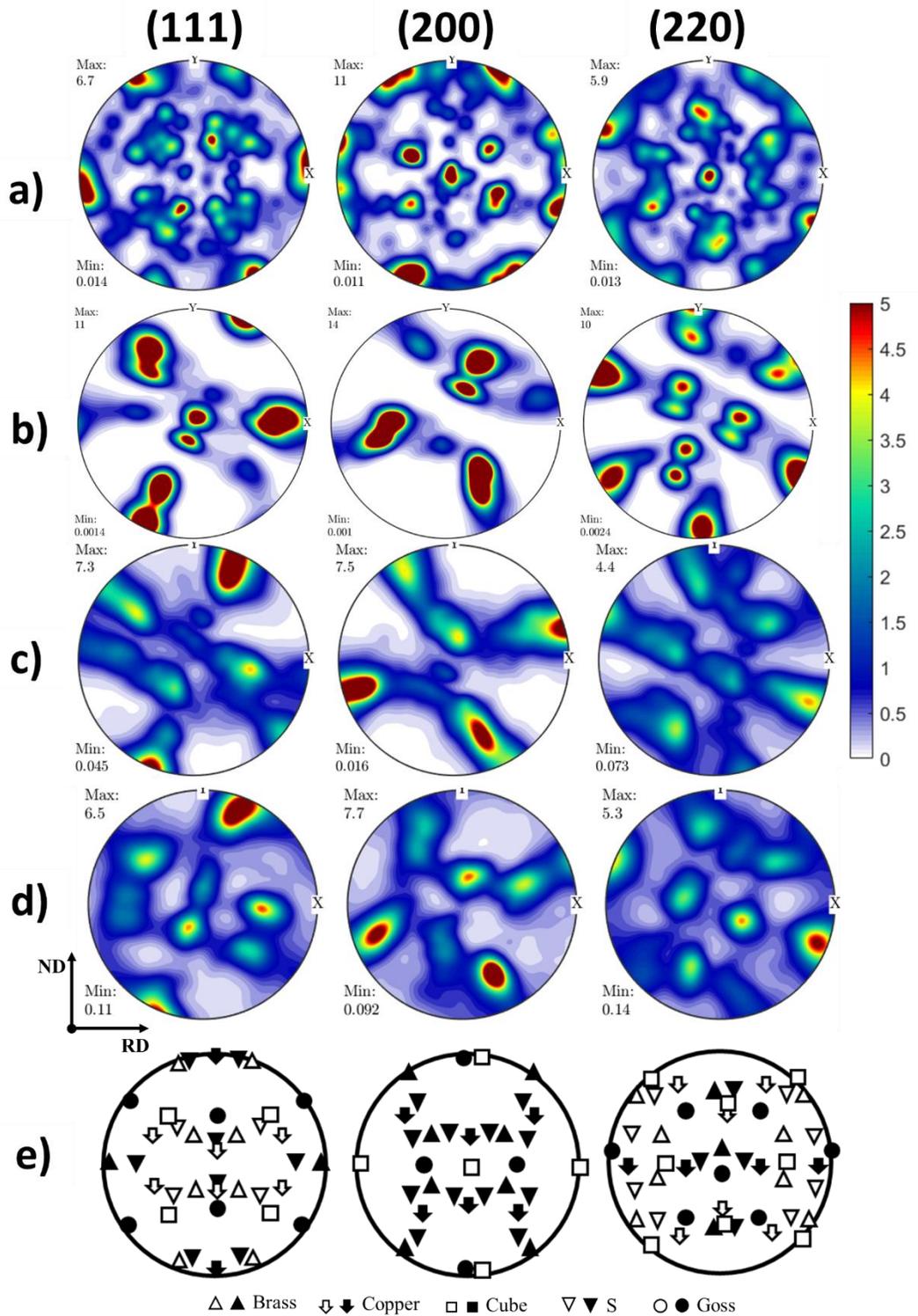


Figura 38. Figuras de polo para los planos (111), (200) y (220) de las muestras a) OR, b) 1A, c) 2A y d) 3A, así como e) cuadro guía de las principales texturas de rolado. Las figuras de color negro sólido y las blancas indican posiciones teóricas de alta y baja intensidad, respectivamente.

La Figura 39 permite observar las funciones de distribución de orientación (ODFs) de las muestras 0R0A, 1A, 2A y 3A. El listado de componentes de textura identificados para las mismas muestras es presentado en la Tabla 6 junto con el resultado semi-cuantitativo de fracción volumen. Es posible corroborar la evolución de componentes de textura, los cuales son totalmente nuevos desde el primer paso de procesamiento por ARB. La muestra 1A presenta orientaciones preferenciales identificadas como los siguientes cuatro componentes de textura en notación de Bunge: i) $\varphi_1=347.3^\circ$, $\Phi=20.9^\circ$ y $\varphi_2= 30.5^\circ$, ii) $\varphi_1=167.7^\circ$, $\Phi=22.9^\circ$ y $\varphi_2= 211.2^\circ$, iii) $\varphi_1=148.1^\circ$, $\Phi=38.6^\circ$ y $\varphi_2= 232.1^\circ$ y iv) $\varphi_1=37.5^\circ$, $\Phi=52.8^\circ$ y $\varphi_2= 305.6^\circ$. De los cuatro componentes anteriores, los tres primeros perduran hasta el tercer paso de deformación, mientras que el iv desaparece desde la muestra 2A. Mientras que el componente i se mantiene cercanamente constante a lo largo de la deformación aplicada, el componente ii incrementa desde 6% para la condición 1A hasta 20% después de tres pasos de deformación aplicados. Por su parte, el componente iii decrece después del segundo paso de deformación pasando de 28% en 1A a 13% en 3A. Los cambios mencionados previamente, son un indicativo de que el proceso ARB no lleva a una estabilidad microestructural dentro de los primeros tres pasos de procesamiento, lo cual es congruente con las diferencias encontradas entre los histogramas correlacionados y no correlacionados de las muestras procesadas por ARB en la Figura 37.

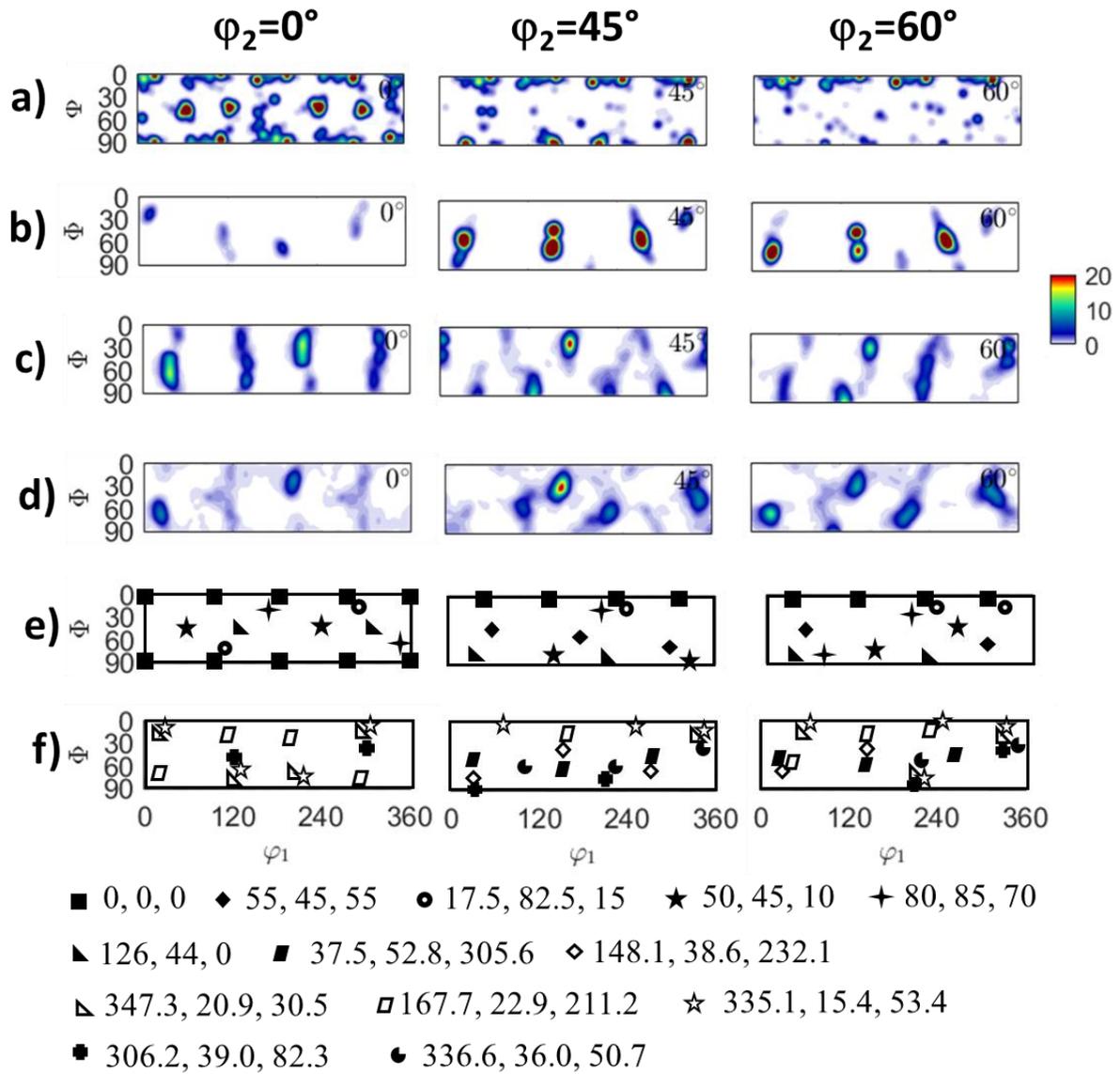


Figura 39. Cortes de las funciones de distribución de orientación (ODFs) en $\varphi_2=0^\circ$, 45° y 60° de las muestras a) 0ROA, b) 1A, c) 2A y d) 3A, así como cuadros guía de los componentes de textura identificados para la e) condición inicial y f) muestras procesadas por ARB. Las componentes de textura son dadas en notación de Bunge donde el primer, segundo y tercer dígitos corresponden a φ_1 , Φ y φ_2 , respectivamente.

Tabla 6. Componentes de textura presentes y estimación de fracción volumen en la muestra de condición inicial (OROA), así como en las muestras deformadas hasta 3 pasos por ARB (1A, 2A y 3A).

Muestra	Componente en notación de Bunge [ϕ_1, Φ, ϕ_2]/grados	Fracción volumen* / %
OROA	0, 0, 0	9.2
	55, 45, 55	3.3
	17.5, 82.5, 15	4.6
	50, 45, 10	15.8
	80, 85, 70	3.2
	126, 44, 0	12.6
1A	347.3, 20.9, 30.5	5.9
	167.7, 22.9, 211.2	6.0
	148.1, 38.6, 232.1	28.0
	37.5, 52.8, 305.6	40.9
2A	336.6, 36.0, 50.7	4.2
	306.2, 39.0, 82.3	7.5
	347.3, 20.9, 30.5	7.2
	335.1, 15.4, 53.4	6.9
	167.7, 22.9, 211.2	21.2
	148.1, 38.6, 232.1	6.7
3A	336.6, 36.0, 50.7	10.6
	306.2, 39.0, 82.3	4.7
	347.3, 20.9, 30.5	4.2
	335.1, 15.4, 53.4	4.2
	167.7, 22.9, 211.2	20.4
	148.1, 38.6, 232.1	13.2

*El resto del volumen de cristales posee una orientación no discernible.

Como se mencionó anteriormente, la estadística de los análisis por EBSD no es suficiente para concluir sobre el cambio microestructural ocasionado por el proceso ARB, es por ello que un análisis con mayor estadística de granos y volumen analizado del material es presentado en la Figura 40. El ensanchamiento de pico como resultado de la reducción de tamaño de grano se aprecia en la Figura 40.a, en donde los picos fueron ligeramente desplazados en 2θ con la finalidad de observar claramente el ensanchamiento.

La magnitud de ensanchamiento mediante el ancho de altura media (FWHM) puede ser fácilmente observada en la Figura 40.b en donde se pasa de 0.31° en la condición inicial hasta 0.52° después del primer paso de deformación por ARB. Tal como se indicó anteriormente en la sección 3.1.1, el ensanchamiento de pico depende de diversos factores estructurales, los cuales pueden ser analizados mediante modelos tales como el propuesto por Williamson-Hall [62], sin embargo, uno de los requerimientos para la aplicación de este modelo es considerar el ancho instrumental del equipo

de medición, el cual pierde sensibilidad para cristalitas mayores a aproximadamente 1000 Å, siendo un parámetro no cumplido por las muestras analizadas. De manera similar al proceso RCS, se observa que el mayor cambio en ancho de pico ocurrió entre la condición inicial y el primer de deformación por ARB, a partir de ahí, los cambios son más ligeros y podrían entrar dentro de la dispersión del cálculo.

La Figura 40.c permite observar el desplazamiento de pico en función de la deformación aplicada. Puede notarse una ligera tendencia hacia valores menores de 2θ en los últimos dos pasos de deformación. Cabe destacar que existen diversos factores que influyen en el corrimiento de picos de XRD, tales como esfuerzos internos de largo alcance, heterogeneidades químicas, etc. [128]. Por último, es importante recalcar que la desaparición del doblete proveniente de radiaciones $K\text{-}\alpha$ y $K\text{-}\alpha_2$ como resultado del ensanchamiento de pico, es una indicación de la presencia de nanogranos formados por el proceso ARB. Con esto, es posible confirmar el refinamiento de grano hasta los tamaños nanométricos a partir del primer paso de procesamiento por ARB.

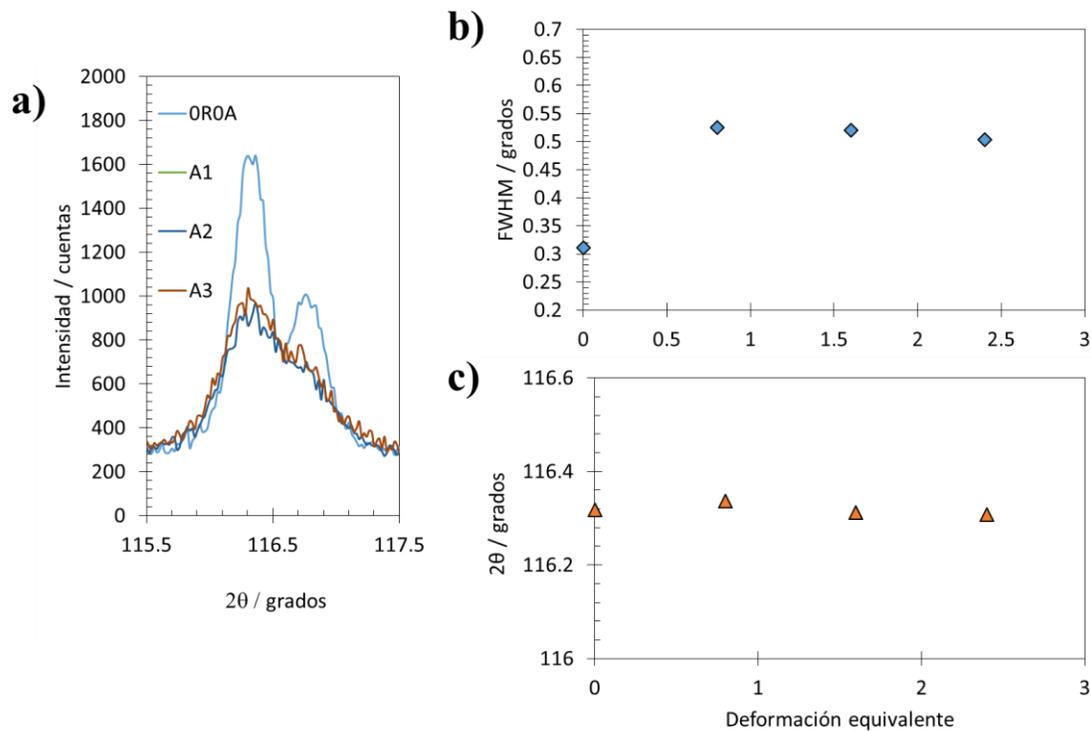


Figura 40. a) Difractograma del pico (311) de Al empleado para observar el ensanchamiento de grano como resultado de la deformación. b) Gráfica de ancho de altura media (FWHM) y c) gráfica de la posición del pico, ambas con respecto a la deformación equivalente aplicada por ARB.

Con base en los resultados anteriores, se observó un considerable refinamiento de grano propiciado por la deformación plástica aplicada, esto sugiere un elevado cambio energético en la muestra debido a posible incremento en densidad de dislocaciones y esfuerzos internos. Es probable que las muestras deformadas se encuentren en un estado energético metaestable que a su vez impacte en su comportamiento térmico. La Figura 41 permite observar las gráficas obtenidas por DSC para las muestras desde condición inicial (OROA) hasta la máxima deformación aplicada por ARB (3A). En esta figura es posible observar una tendencia similar entre todas las muestras antes y después de la deformación. El único cambio notable entre la muestra sin deformar y las muestras con ARB es la aparición de un pequeño pico endotérmico cerca de 350°C que es observable en la curva de enfriamiento, es decir, a valores de alrededor de -0.15 Wg^{-1} . La aparición de este pico podría estar relacionada con la formación de la fase T y/o fase S, las cuáles se han ubicado en temperatura y con comportamientos similares en aleaciones base Al-Zn-Mg [96]. Como es bien sabido, la fase S corresponde a partículas de Al_2CuMg , el cual se forma directamente de la solución supersaturada y es comúnmente insoluble en las aleaciones de la serie 7xxx [20]. Por su parte, la fase T se origina de la descomposición de la solución supersaturada y ha sido identificada como $\text{Mg}_{32}(\text{Al,Zn})_{49}$ [142], sin embargo, esta fase es raramente reportada en aleaciones base Al-Zn-Mg. Con base en las fases presentes en la aleación mostradas en la Figura 12, se atribuye la presencia del pico endotérmico a aproximadamente 355°C a la formación de la fase S o Al_2CuMg .

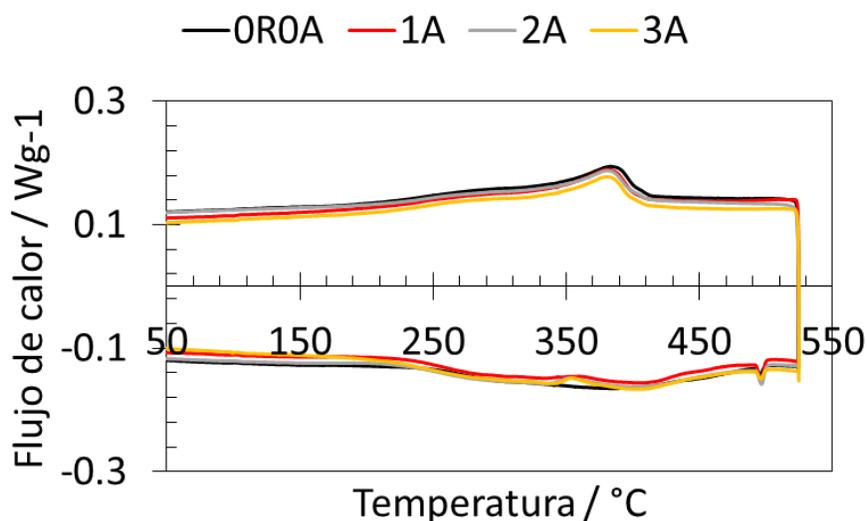


Figura 41. Gráfica de DSC para la condición inicial (OROA) y las muestras con deformación aplicada hasta 3 pasos de ARB.

3.2.2. PROPIEDADES MECÁNICAS

Las propiedades mecánicas de la aleación AA7075 procesada por ARB fueron evaluadas mediante ensayos de flexión a 3 puntos y microdureza Vickers. Los resultados de flexión a 3 puntos son mostrados en la Figura 42, la cual permite ver un incremento en el esfuerzo de cedencia en flexión desde el primer paso de deformación aplicada. Dicho incremento de Y_S de 170.5 MPa en la condición inicial a 950 MPa, 2010 MPa y 1730 MPa para las muestras de 1A, 2A y 3A, representa incrementos de 5.6, 11.8 y 10.1 veces, respectivamente. Incrementos similares han sido reportados para aleaciones de base aluminio procesadas por ARB, tal como el caso de la AA1100 que después de dos pasos de ARB reportó un aumento de 4.8 veces en esfuerzo de cedencia bajo tensión en comparación con su condición inicial, mientras que después de 4 pasos de ARB el incremento fue cercano a 6 veces [76].

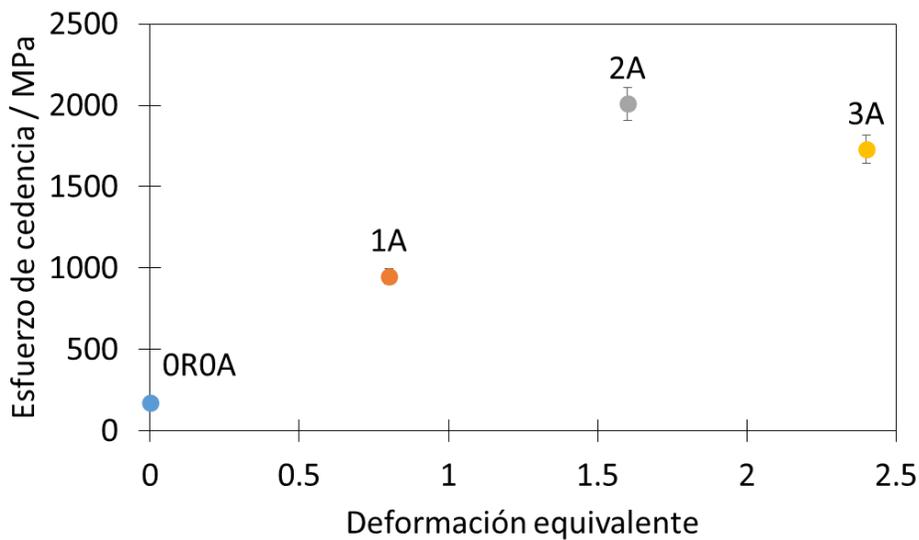


Figura 42. Gráfica de esfuerzo de cedencia en doblez contra deformación equivalente para la condición inicial (OROA) y las muestras deformadas (1A a 3A).

Las mediciones de microdureza Vickers son mostradas en la Figura 43 para las muestras de condición inicial (OROA), un paso, dos pasos y tres pasos de deformación por ARB (1A, 2A y 3A). Es posible observar que la dureza incrementa desde el primer paso de deformación, pasando de 66.2 $HVN_{0.1}$ a 101.7 $HVN_{0.1}$ para la muestra 1A y llegando a un máximo de 108.5 $HVN_{0.1}$ después de tres pasos de

deformación. Dichos valores se traducen en incrementos de 1.5 y 1.6 veces para 1A y 3A, respectivamente. Aumentos similares han sido reportados para la aleación AA5083 sometida al proceso ARB, mencionando incrementos cercanos a 1.8 y 2.1 veces después de 1 y 3 pasos de deformación con respecto a la condición inicial [82].

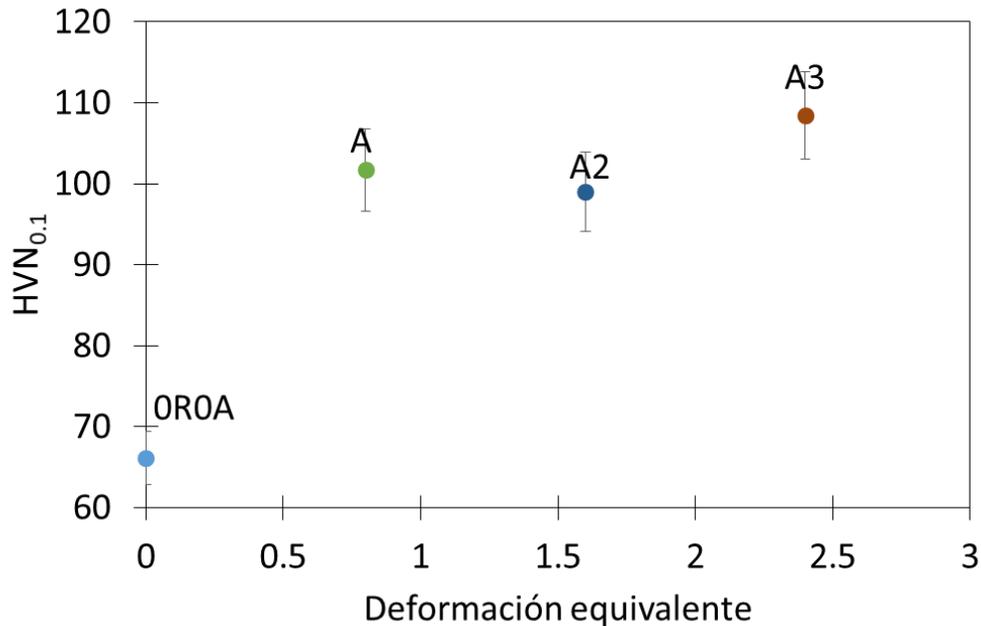


Figura 43. Gráfica de dureza contra deformación equivalente para las muestras de condición inicial (OROA) y las muestras deformadas por ARB (1A a 3A).

La Figura 44 permite observar los perfiles de esfuerzos residuales medidos en la superficie de las muestras de condición inicial OROA, así como en las muestras con 1 y 3 pasos de procesamiento por ARB. Es posible observar que la condición inicial (ya descrita en la sección 3.1.2) posee un perfil carcamente horizontal o neutro, mientras que la aplicación del proceso ARB en la AA7075 genera esfuerzos que incrementan en función de la deformación aplicada y que tienden hacia valores compresivos. Macro-esfuerzos residuales de tipo compresivos han sido previamente reportados en la literatura para aleaciones de base aluminio procesadas por ARB [141,143]. Cabe destacar, que los esfuerzos residuales de tipo compresivos han sido relacionados con el decremento en susceptibilidad a la corrosión y al agrietamiento inducido por esfuerzos (SCC) en la aleación Al-7075 [9][144]. Los esfuerzos estimados para las muestras OROA, 1A y 2A fueron de -19.3, -128.6 y -161.0 MPa, respectivamente. Dichos esfuerzos residuales en la muestra OROA corresponden a 11.1% del yield strength (YS) mencionado previamente en el análisis de la Figura 42, mientras que equivalen a 13.5%

y 9.3% del YS de las muestras 1A y 3A, respectivamente. Cabe mencionar, que aunque los esfuerzos residuales en la muestra 0ROA tienden a ser nulos, no son completamente cero, lo cual podría deberse a la particular orientación preferencial de dicha muestra, en donde la textura tipo cubo es una de las principales y de la literatura se sabe que componentes cercanos al tipo cubo son relacionados con un mayor almacenamiento de esfuerzos internos [145].

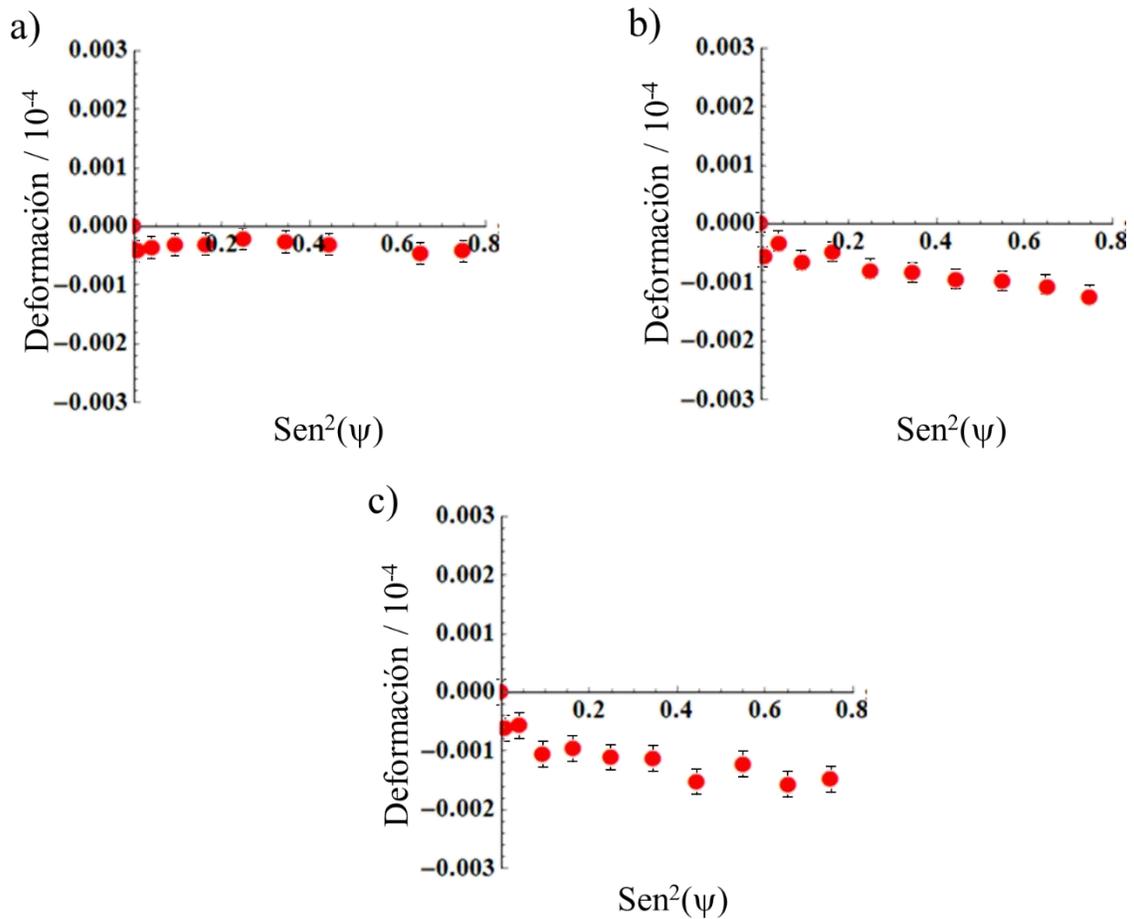


Figura 44. Gráficas de deformación en función del seno²θ, las cuales permiten observar los perfiles de macro-esfuerzos residuales en a) la condición inicial libre de deformación y en la superficie de las muestras b) 1A y c) 3A.

3.2.3. RESISTENCIA A LA CORROSIÓN

Para analizar el efecto del proceso ARB sobre el comportamiento electroquímico de la aleación Al-7075, la Figura 45 permite observar las gráficas de Nyquist para la condición inicial (0ROA), así como para la muestra 1A. Las características electroquímicas de la condición inicial ya han descritas

previamente en la sección 3.1.3. Tal como se mencionó, la OROA se caracteriza por la formación de una capa pasiva en la superficie de la aleación de aluminio y baja estabilidad electroquímica, dicha estabilidad electroquímica fue sugerida por los cambios de tendencia que tiene el lazo inductivo después de 384 horas de inmersión. El comportamiento electroquímico de la muestra 1A indica una pérdida de resistencia a la corrosión con el tiempo de inmersión en el medio corrosivo, así como la formación de una capa de pasivación superficial, la cual es sugerida por los arcos resistivos de la Figura 45.b. Sin embargo, es posible observar, mediante los arcos mayormente resistivos, que la muestra 1A presenta una resistencia a la corrosión mayor que la condición inicial (OROA), siendo un indicativo de mejora en propiedades barrera de la capa de óxido en la condición 1A. Los acercamientos realizados en la Figura 45 muestran el decremento de la resistencia a la corrosión de acuerdo al tiempo de inmersión, esto indica una menor capacidad protectora de la película superficial de óxido.

A partir de la Figura 46 que presenta los diagramas de Bode obtenidos mediante EIS, se observa que la muestra 1A tiene una mayor estabilidad electroquímica en comparación con la muestra OROA. Dicha conclusión se obtuvo a partir de las tendencias cercanas entre los valores del módulo de impedancia de la muestra 1A, la cual es notoriamente más estable que la condición sin deformación. Con base en la explicación anterior, se observó un efecto positivo del proceso ARB en las propiedades de corrosión de la aleación de Al-7075 al aplicar un paso de deformación.

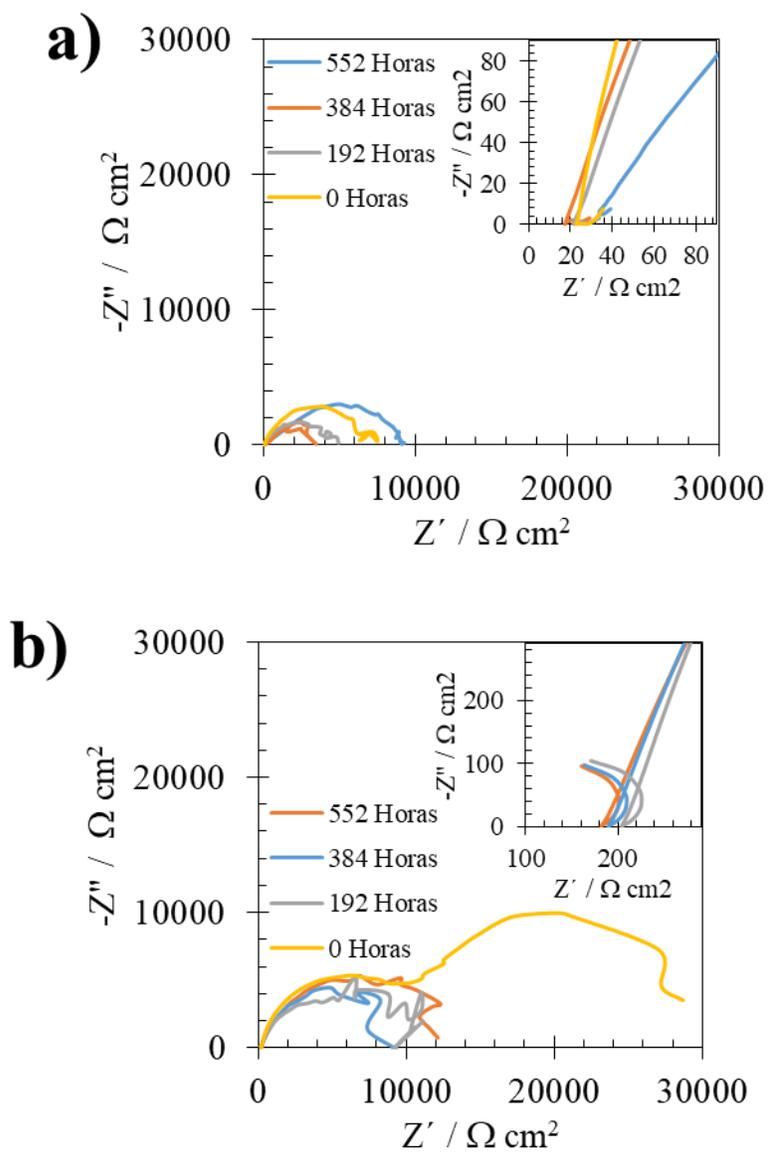


Figura 45. Gráficas de espectroscopía de impedancia electroquímica para las muestras de a) condición inicial (OROA) y b) un paso de ARB.

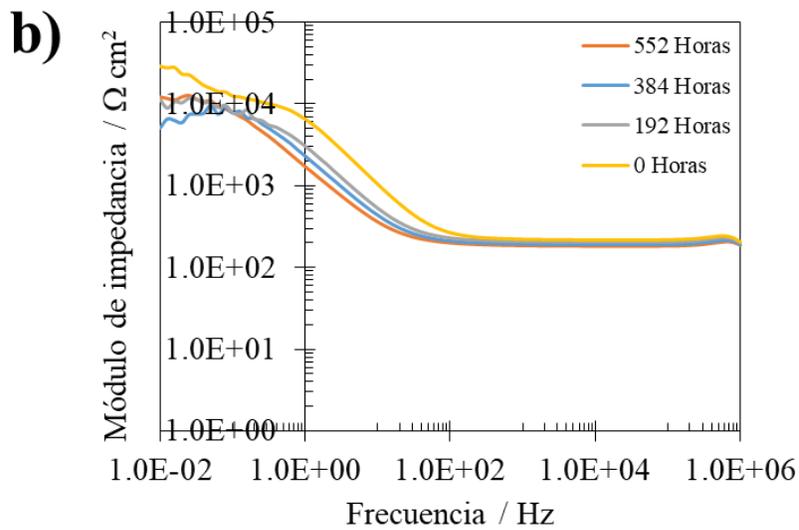
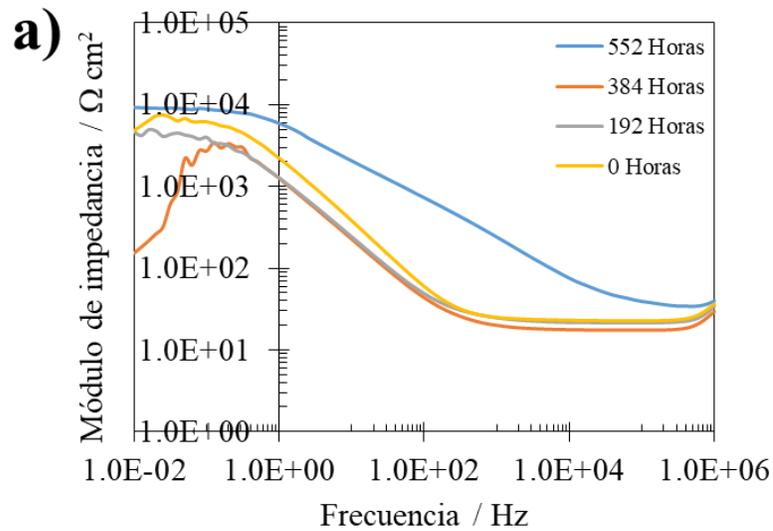


Figura 46. Gráficas de Bode a partir de las mediciones de impedancia electroquímica a distintos tiempos de medición para las muestras de a) condición inicial (OROA) y b) un paso de deformación por ARB.

La Figura 47 presenta los resultados de densidad de corriente electroquímica en función del tiempo para las muestras de condición inicial (OROA) y 1A. Se pueden observar tendencias similares de resistencia con respecto al tiempo de medición para las muestras OROA y 1A. La muestra 1A evidencia mayor estabilidad electroquímica a lo largo de las 552 horas de inmersión en comparación con la muestra 4R. Lo anterior pudo observarse debido a la cercanía de los valores de densidad de corriente en la muestra 1A en las cuatro mediciones presentadas con respecto al tiempo.

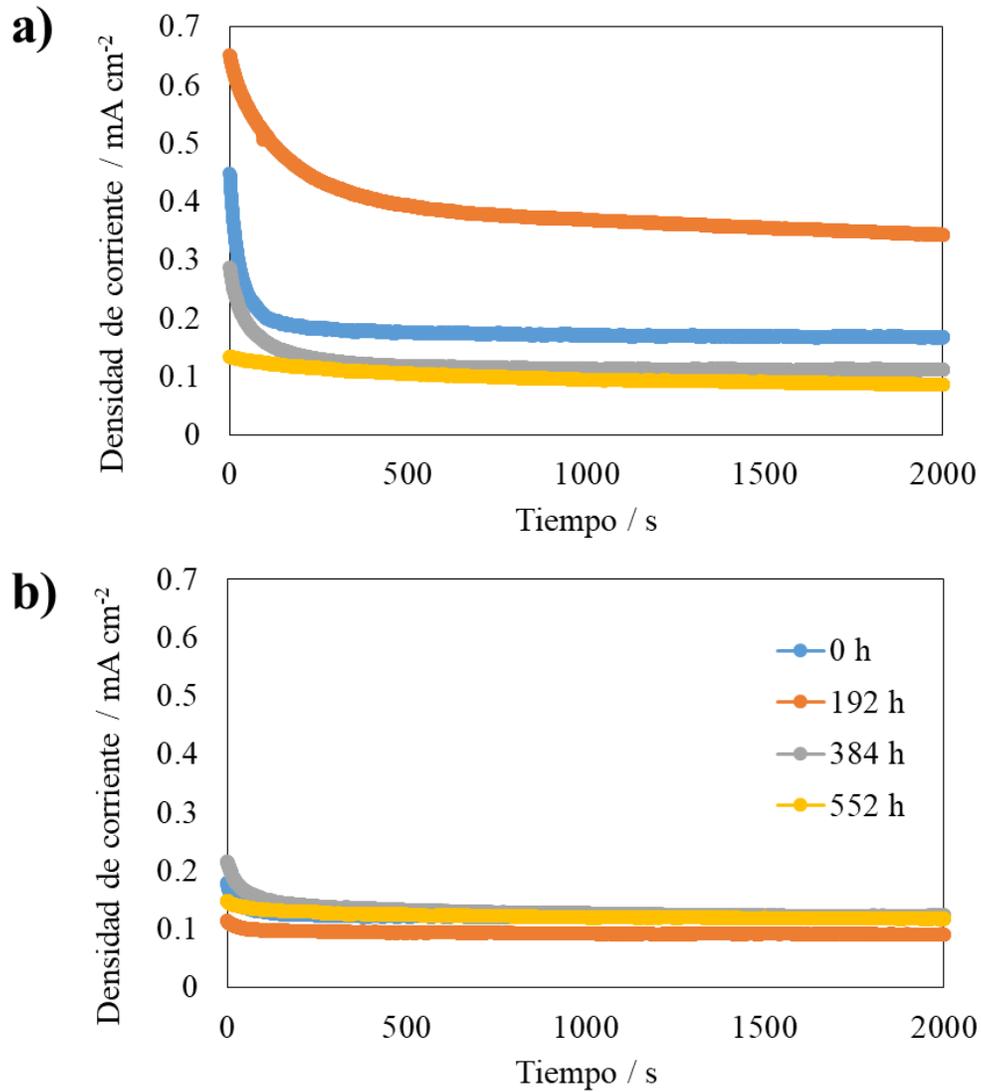


Figura 47. Gráficas de densidad de corriente electroquímica con respecto al tiempo a partir de las mediciones de EN para las muestras de a) condición inicial (OROA) y b) un paso de deformación por ARB.

La Figura 48 muestra la cuantificación de grietas resultantes de agrietamiento inducido por corrosión y esfuerzos (SCC) para las condiciones antes (OROA) y después (1A) de la deformación por ARB. La Figura 48.a presenta el conteo de grietas presentes al finalizar el ensayo de SCC divididas entre el área de la muestra, dicha presentación de resultados fue elegida con la finalidad de volver comparables los resultados ante las distintas dimensiones de las muestras ensayadas. Los valores de grietas por unidad de área se presentan con respecto a su posición en la muestra y permiten la

comparación de la severidad de agrietamiento obtenido bajo 1 y 1.2 veces la aplicación del esfuerzo de cedencia (YS y 1.2YS, respectivamente). Es evidente que, debido a la naturaleza del ensayo, en todas las muestras existe una mayor concentración de grietas en el centro que en las orillas. También se observa que la aplicación de mayor esfuerzo e doblez (1.2 veces) fomenta el incremento en número de grietas. Se puede observar que para la muestra 1A sometida a 1 y 12 YS, se obtienen 19.6 y 12.3 veces menor cantidad de grietas por unidad de área en comparación con la condición libre de deformación, esto es un indicativo de una mayor resistencia a la corrosión.

La Figura 48.b esquematiza la distribución de grietas por unidad de área de acuerdo a su tamaño en las muestras analizadas. Al menos el 53% de las grietas se encuentran en el rango entre 20 a 100 μm para todos los casos. El incremento en los valores del esfuerzo aplicado en la prueba (1.2 veces el YS), generó un incremento en el número de grietas mayores a 100 μm para ambas condiciones analizadas. El menor número de grietas en la muestra de 1A podría relacionarse con la particular distribución de tamaños de grano que se mostró anteriormente en la Figura 36. Previamente, en la sección 3.2. se explicó la probable relación entre la distribución de granos de pico ancho y la mejora en propiedades de corrosión, la cual está relacionada con la menor heterogeneidad estructural y con ello, menor heterogeneidad de actividad química local, representando menores diferencias de potencial entre cada grano de la microestructura.

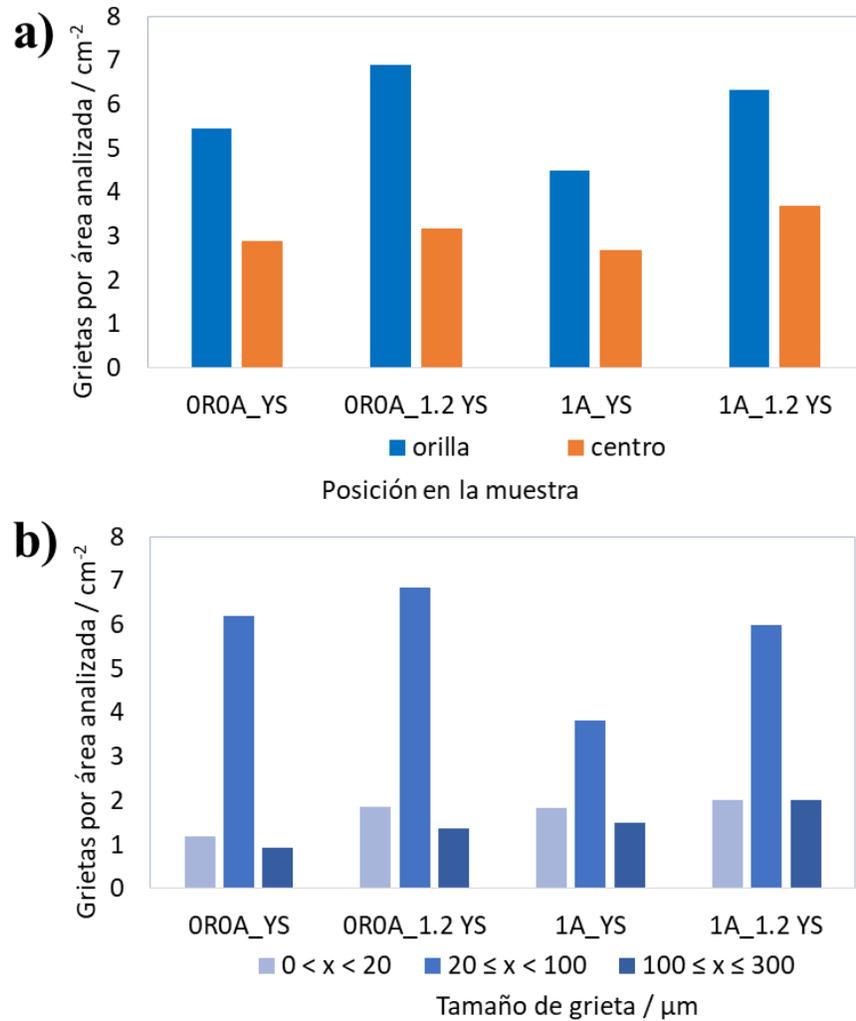


Figura 48. Resultados del ensayo de SCC, a) contabilización de grietas con respecto al área de medición y su posición en las muestras, b) contabilización de grietas con respecto al área de medición y al tamaño presentado.

3.2.4. INTEGRACIÓN DE RESULTADOS DE ARB: RELACIÓN TEXTURA – PROPIEDADES MECÁNICAS – RESISTENCIA A LA CORROSIÓN

Con base en los resultados anteriores, el proceso ARB fue eficiente para refinar el grano desde el primer paso de procesamiento, pasando de granos de tamaño micrométrico en la condición OROA hasta una combinación de granos micrométricos y nanométricos coexistiendo en las muestras 1A, 2A y 3A. Los histogramas de tamaño de grano mostraron perfiles cada vez más unimodales y ligeramente asimétricos con el incremento de la deformación aplicada. Mientras la muestra OROA presentó un promedio de tamaño de grano de $126 \mu\text{m}$, la muestra 3A tiene un promedio de $0.8 \mu\text{m}$, esto es un refinamiento de grano de aproximadamente 99.3%. Al igual que el proceso RCS, la aplicación de ARB

fue suficiente para fragmentar las segundas fases de Al_2CuMg de mayores dimensiones (de algunos micrométricos) desde el primer paso de deformación. Los histogramas de desorientación correlacionada mostraron una tendencia hacia la formación de LAGBs con la mayor deformación aplicada, pasando de 0.5% a por lo menos 5% de fronteras con misorientaciones menores a 5° en la OROA y muestras deformada por ARB, respectivamente. Los histogramas no correlacionados mostraron tendencias multimodales para las muestras 1A y 3A, siendo muy distintos de los correlacionados con tendencia unimodal asimétrica sesgada a la derecha, estas diferencias sugieren la presencia de una elevada densidad de subestructuras generadas por el proceso. Por su parte, la evolución de textura cristalográfica con la deformación aplicada, mostró que el proceso ARB generó componentes de textura propios y totalmente distintos de los de la condición inicial. Lo anterior es un corroborativo del gran efecto microestructural del ARB en la aleación Al-7075.

Con base en las evaluaciones del comportamiento mecánico, la resistencia máxima a la flexión, así como la dureza incrementan conforme mayor deformación es aplicada, lo cual puede ser un resultado conjunto de endurecimiento por mayor densidad de fronteras de grano y por incremento en densidad de dislocaciones.

El comportamiento electroquímico de la aleación, el cual fue evaluado mediante EIS, EN y SCC, mostró mejoras en la resistencia a la corrosión y la estabilidad de la capa superficial de la aleación en condición 1A con respecto a la condición de partida (OROA). Lo anterior podría ser un resultado conjunto de dos factores: 1) la distribución continua de tamaños de granos a lo largo de la muestra 1A, desde los micrométricos hasta los nanométricos. Dicha distribución aleatoria y no a modo de colonias de granos, podría haber impedido la formación de grandes gradientes microestructurales, traduciéndose en pequeñas diferencias de potencial entre granos vecinos, y con ello una mejor estabilidad electroquímica en la muestra 1A, y 2) los componentes de textura generados por el proceso ARB y que difieren totalmente de la condición de partida, es bien sabido que distintos planos cristalográficos del aluminio tienen distintas energías superficiales [146], y que dichas energías superficiales impactan fuertemente el comportamiento de las aleaciones base Al en medios corrosivos [147].

3.3. PROCESOS ARB Y RCS

3.3.1. ESTRUCTURA Y TEXTURA CRISTALOGRÁFICA

La Figura 49 muestra las micrografías de las muestras deformadas mediante la combinación de procesos ARB y RCS comenzando por ARB. Dichas micrografías muestran contraste de colores por orientación de cristales tomando como referencia los ejes externos de la muestra, esto es, las direcciones de rolado (RD), normal (ND) y transversal (TD). La condición inicial, o libre de deformación ya ha sido plenamente descrita en secciones anteriores (3.1.1 y 3.2.1), mientras que las muestras con un paso de deformación por ARB y uno, dos y tres por RCS (1A1R, 1A2R y 1A3R, respectivamente), o bien, con dos pasos de ARB y uno o dos de RCS (2A1R y 2A2R, respectivamente) permiten observar el evidente refinamiento de grano ocurrido desde la primer combinación de procesos. Se observa que en la mayoría de la muestras existen bandas de deformación, las cuales fueron indicadas en las micrografías mediante líneas de color blanco. Tal como se explicó anteriormente (sección 3.2.1), las bandas de deformación son un resultado común en aleaciones de base aluminio deformadas mediante ARB, especialmente cuando existen segundas fases que fomentan la deformación heterogénea mediante el incremento de esfuerzos cortantes. Debido al fuerte refinamiento de grano ocurrido en las muestras con deformación equivalente de al menos 2.1 (1A3R, 2A1R y 2A2R), no es sencillo realizar un análisis preliminar de densidad de cristales orientados de manera preferencial, o bien, estimar el tamaño de grano mínimo resultante, por lo que se presentarán evidencias que permitan un estudio más profundo de ambas características.

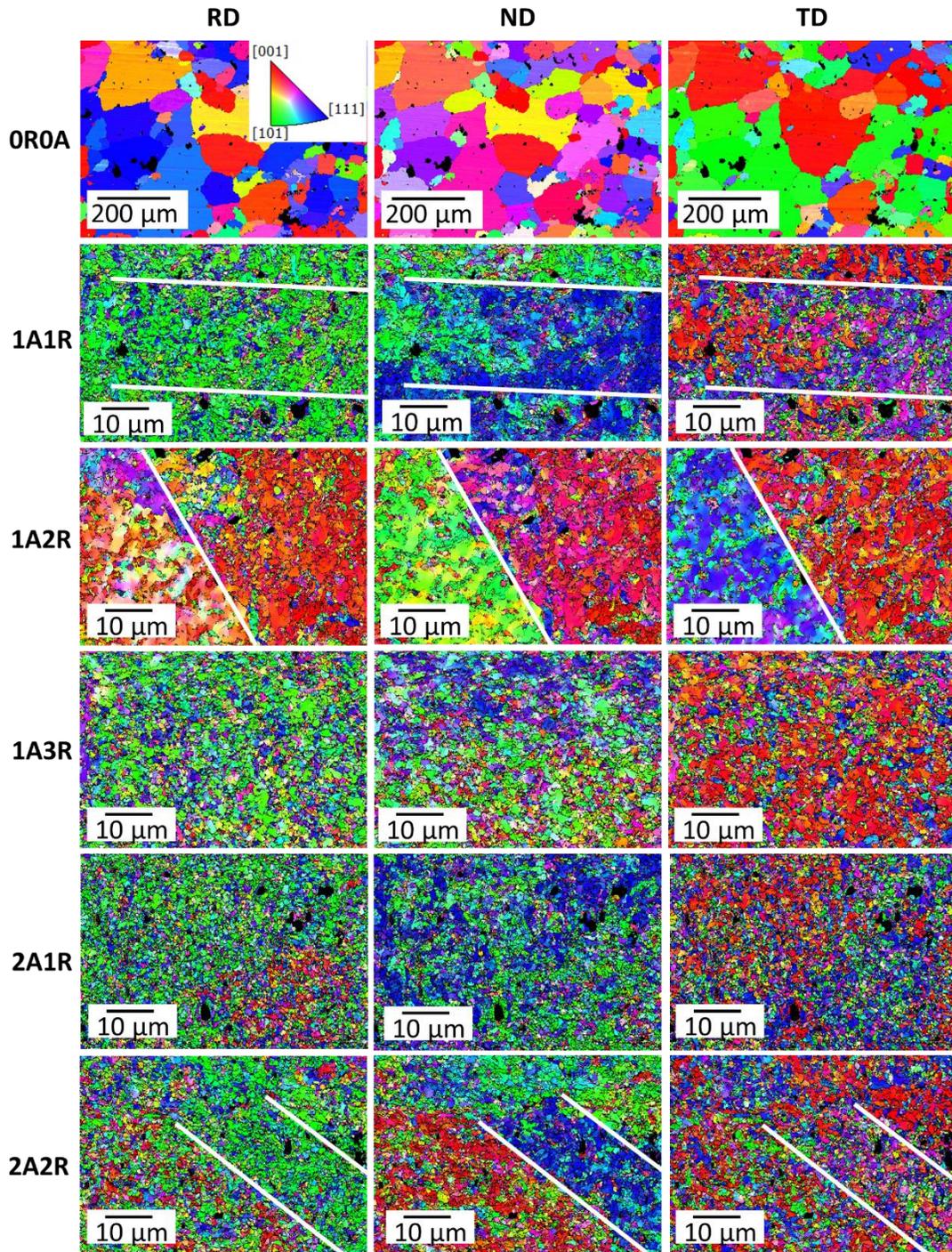


Figura 49. Mapeos por EBSD de las muestras procesadas por una combinación de procesos ARB y RCS comenzando por ARB. Las micrografías muestran la orientación preferencial de los granos tomando como referencia la dirección de rolado (RD), dirección normal (ND) o dirección transversal (TD). El triángulo con el código de color indica la orientación preferencial de cada color en las imágenes. Las líneas blancas indican presencia de bandas de deformación.

La Figura 50 permite observar los histogramas de tamaño de grano para su comparación entre la condición libre de deformación y las muestras procesadas mediante una combinación de procesos ARB más RCS. Para permitir la adecuada visibilidad de la gráfica de la muestra OROA con granos gruesos, esta posee distinta escala al resto de los histogramas. Puede observarse que el refinamiento de grano es severo desde la primera combinación de técnicas, logrando reducciones de tamaño de grano con respecto a la condición OROA de 99%, 97.7%, 99.2%, 99.5% y 99.4% para las muestras 1A1R, 1A2R, 1A3R, 2A1R y 2A2R, respectivamente. Debe resaltarse, que debido a la gran divergencia de valores mostrados en el histograma de la Figura 50.c (probablemente ocasionados por zonas con baja indexación de patrones de Kikuchi), el promedio de grano podría no ser un parámetro representativo de su comportamiento, por lo que, en este caso particular, el valor de la moda de 0.5 μm , se considera como un mejor descriptor del refinamiento de grano. Todas las muestras procesadas mediante la combinación de ARB y RCS presentan perfiles de distribución de granos unimodales con sesgo positivo. Lo anterior sugiere la predominancia de granos submicrométricos a consecuencia de la gran deformación impuesta al material.

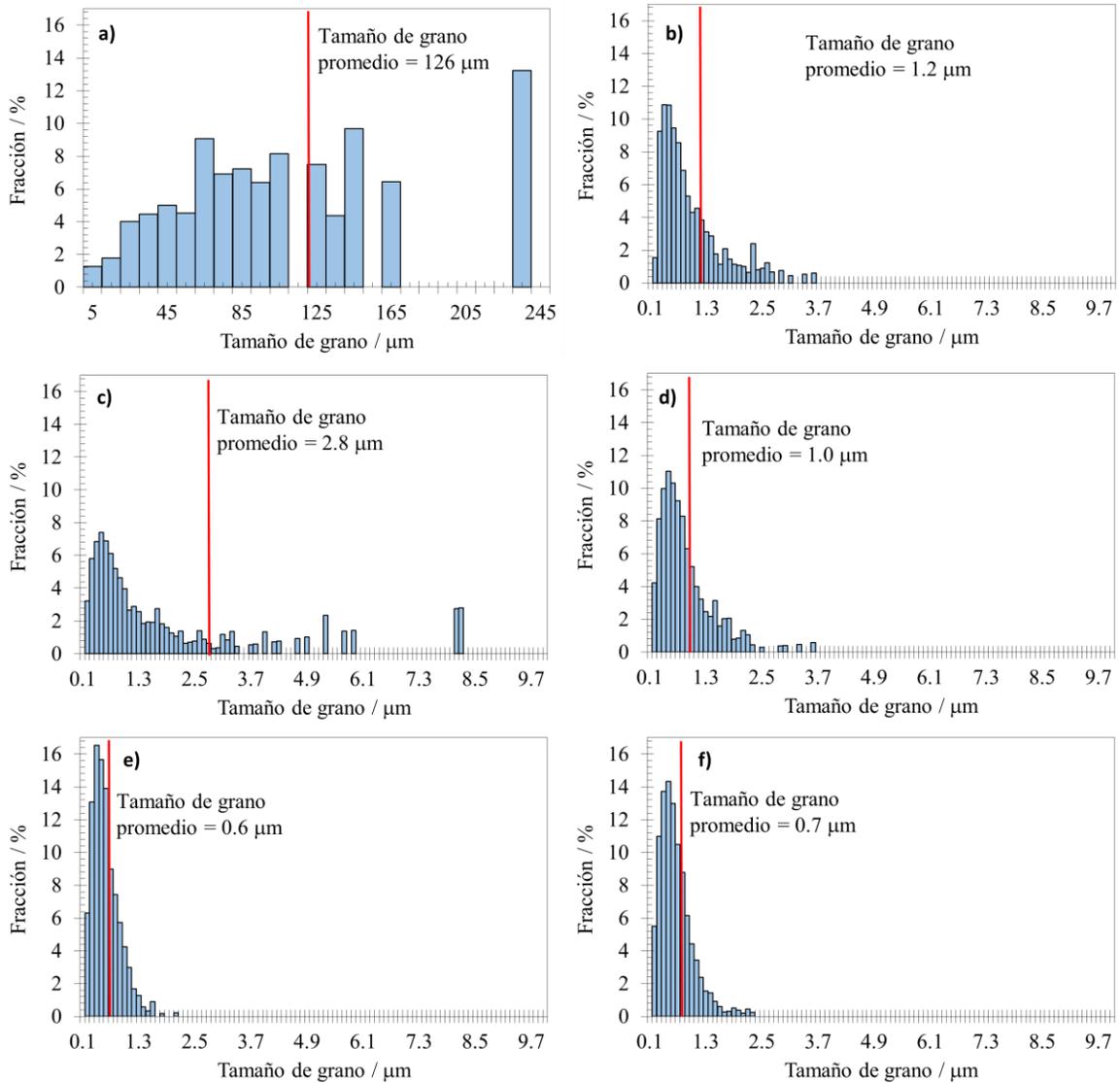


Figura 50. Histogramas de tamaño de grano para las muestras de a) condición inicial (OROA), b) 1A1R, c) 1A2R, d) 1A3R, e) 2A1R y e) 2A2R procesadas mediante la combinación de ARB y RCS comenzando por ARB.

Las Figuras 51 y 52 permiten comparar los histogramas correlacionados, no correlacionados, las tablas de fracciones de fronteras de grano con rangos determinados de desorientación y las micrografías que muestran la desorientación de fronteras de granos bajo el mismo código de color de las tablas. Comparativamente con la condición inicial, algunas de las muestras procesadas mediante ARB más RCS (1A1R, 1A2R y 1A3R) muestran una evidente distribución de tipo bimodal en los histogramas no correlacionados, indicando que existen dos conjuntos dominantes de desorientación a lo largo de la muestra, en donde sus picos se ubican alrededor de 15° y 45° de

desorientación. Por su parte, las muestras 2A1R y 2A2R resultaron en perfiles que tienden a la distribución aleatoria de Mackenzie (más detalle en sección 3.1.1). Lo anterior sugiere que mientras la aplicación de mayor cantidad de deformación por RCS fomenta perfiles de desorientación no correlacionada de tipo bimodales, el incremento de deformación por ARB cambia la tendencia hacia la aleatoriedad. Esta es una premisa interesante debido a que implica que cada proceso tiene un efecto distinto sobre la aleación, y que, dicho efecto podría ser distinto del generado cuando se aplica una única técnica de deformación en la misma aleación, es decir, que el orden, cantidad y naturaleza de los esfuerzos aplicados si alteran el resultado microestructural. Lo anterior podría ser debido a los distintos sistemas de deslizamiento que se activan mediante cada proceso de SPD, los cuales además son dependientes del estado de esfuerzos previo del material y del factor de Schmid asociado a cada plano cristalográfico [145,148], en donde a mayor factor de Schmid hay mayores esfuerzos cortantes actuando en los sistemas de deslizamiento, y con ello hay una mayor facilidad para deformar el grano [149]. Es importante mencionar, que el fenómeno previamente descrito es representativo de los granos en la superficie del material, ya que según teoría estándar de plasticidad en cristales, dicho comportamiento se espera diferente para los granos que se encuentran varias capas atómicas debajo [148], sin embargo, es viable para el presente estudio en el cual el volumen analizado por EBSD es superficial. Las diferencias apreciadas entre los histogramas correlacionados y no correlacionados en todas las muestras, podrían ser evidencia de la elevada densidad de subestructuras generadas por el proceso, esto considerando que las heterogeneidades siempre son mayores en límites de grano y subgranos en comparación con las zonas interiores de los granos [148]. Lo anterior es congruente con reportes de la literatura en donde se menciona que las diferencias entre ambos histogramas podrían relacionarse con la ocurrencia de procesos de maclado o de poligonización [111], considerando que el aluminio no tiende a maclar debido a su alta energía de falla de apilamiento [150], puede considerarse que dicha heterogeneidad proviene de la poligonización, es decir, de la formación de subestructuras. Los histogramas correlacionados, o de fronteras de grano, de las muestras procesadas mediante la combinación de ARB más RCS, muestran la mayor presencia de LAGBs en comparación con la condición inicial, en donde al menos el 4% de fronteras corresponden a ángulos de desorientación menores a 5° , mientras que en la condición inicial solo el 0.5% de bordes están debajo de dicho ángulo. Para obtener información detallada sobre los componentes de textura presentes en las muestras procesadas por ARB + RCS, es necesario realizar análisis de PFs y ODFs.

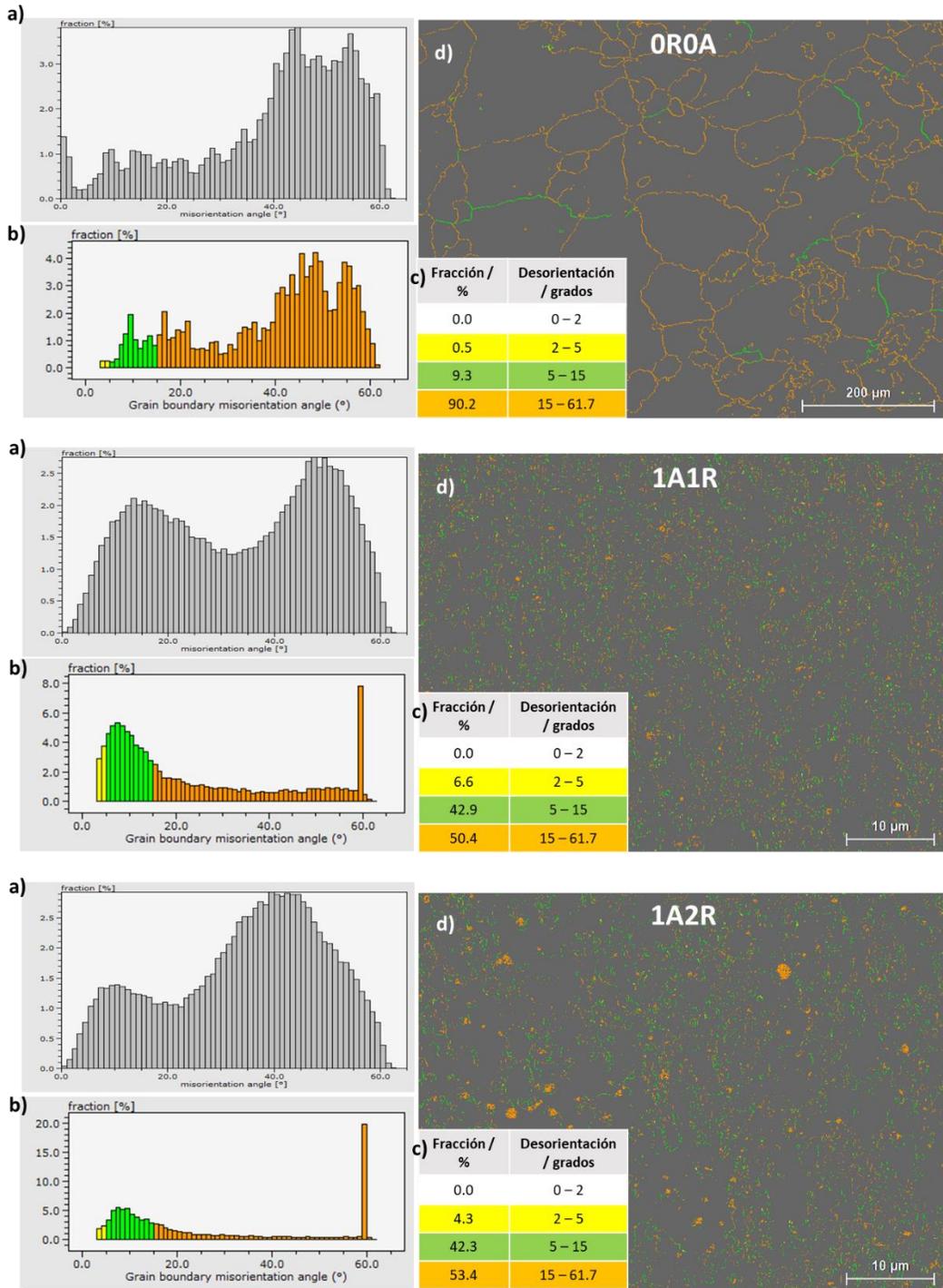


Figura 51. Parte 1 de gráficas de desorientación de las muestras OROA, 1A1R y 1A2R: a) Histograma de desorientación no correlacionada, b) Histograma de desorientación correlacionada o de bordes de grano, c) distribución de granos de acuerdo a su desorientación y d) micrografía de bordes de grano de acuerdo al código de color indicado en c).

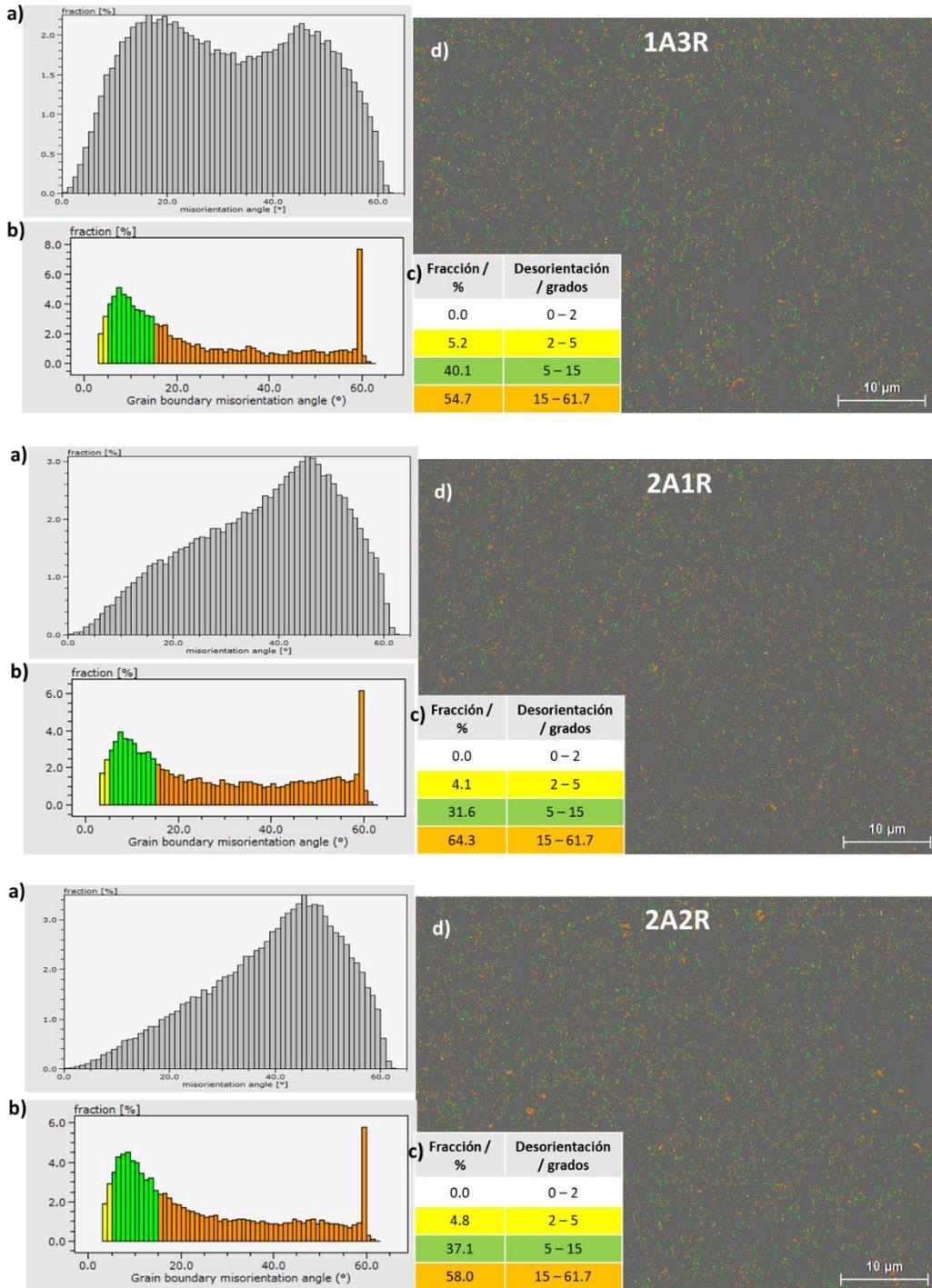


Figura 52. Parte 2 de gráficas de desorientación de las muestras 1A3R, 2A1R y 2A2R: a) Histograma de desorientación no correlacionada, b) Histograma de desorientación correlacionada o de bordes de grano, c) distribución de granos de acuerdo a su desorientación y d) micrografía de bordes de grano de acuerdo al código de color indicado en c).

Las Figura 53 y 54 presentan las figuras de polo de los planos (111), (200) y (220) del aluminio para las muestras procesadas mediante ARB + RCS comenzando por ARB. Se observa que ninguna de las muestras procesadas mediante ARB + RCS posee componentes de textura compatibles con componentes de rolado, lo cual es totalmente congruente con los resultados previos de FPs en muestras procesadas pro RCS o por ARB (secciones 3.1.1 y 3.2.1). También se observa que la textura de la condición inicial se pierde totalmente en todas las muestras, lo cual indica que la combinación de procesos induce deformación suficiente para generar texturas cristalográficas propias. Otro aspecto interesante a resaltar de las FPs, es que la intensidad parece mantener un nivel similar para las muestras 1A1R, 1A2R y 1A3R, mientras que al incrementar la deformación mediante ARB (muestras (2A1R y 2A2R) la intensidad disminuye, lo cual parece indicar una menor densidad de planos orientados de manera preferencial en las muestras. Lo anterior parece ser un corroborativo de los histogramas de desorientación no correlacionados de las muestras (2A1R y 2A2R), los cuales tienden hacia la indicación de distribuciones aleatorias de textura. Para identificar los componentes de textura presentes en las muestras, se presentarán cálculos de ODF a partir de los resultados de EBSD.

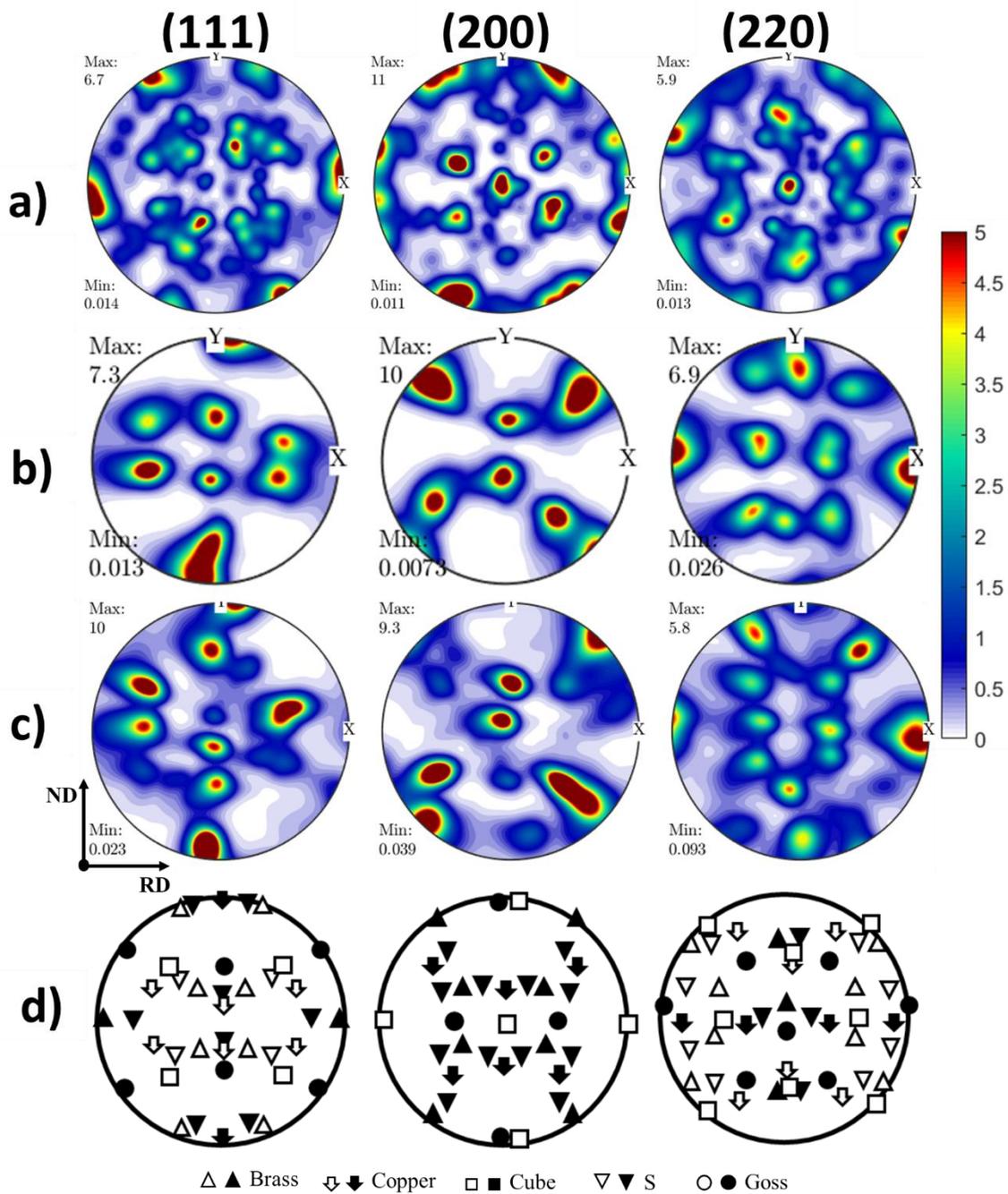


Figura 53. Figuras de polo para los planos (111), (200) y (220) de las muestras a) OR, b) 1A1R y c) 1A2R, así como d) cuadro guía de las principales texturas de rolado. Las figuras de color negro sólido y las blancas indican posiciones teóricas de alta y baja intensidad, respectivamente. Parte 1 de las muestras procesadas por ARB seguido de RCS.

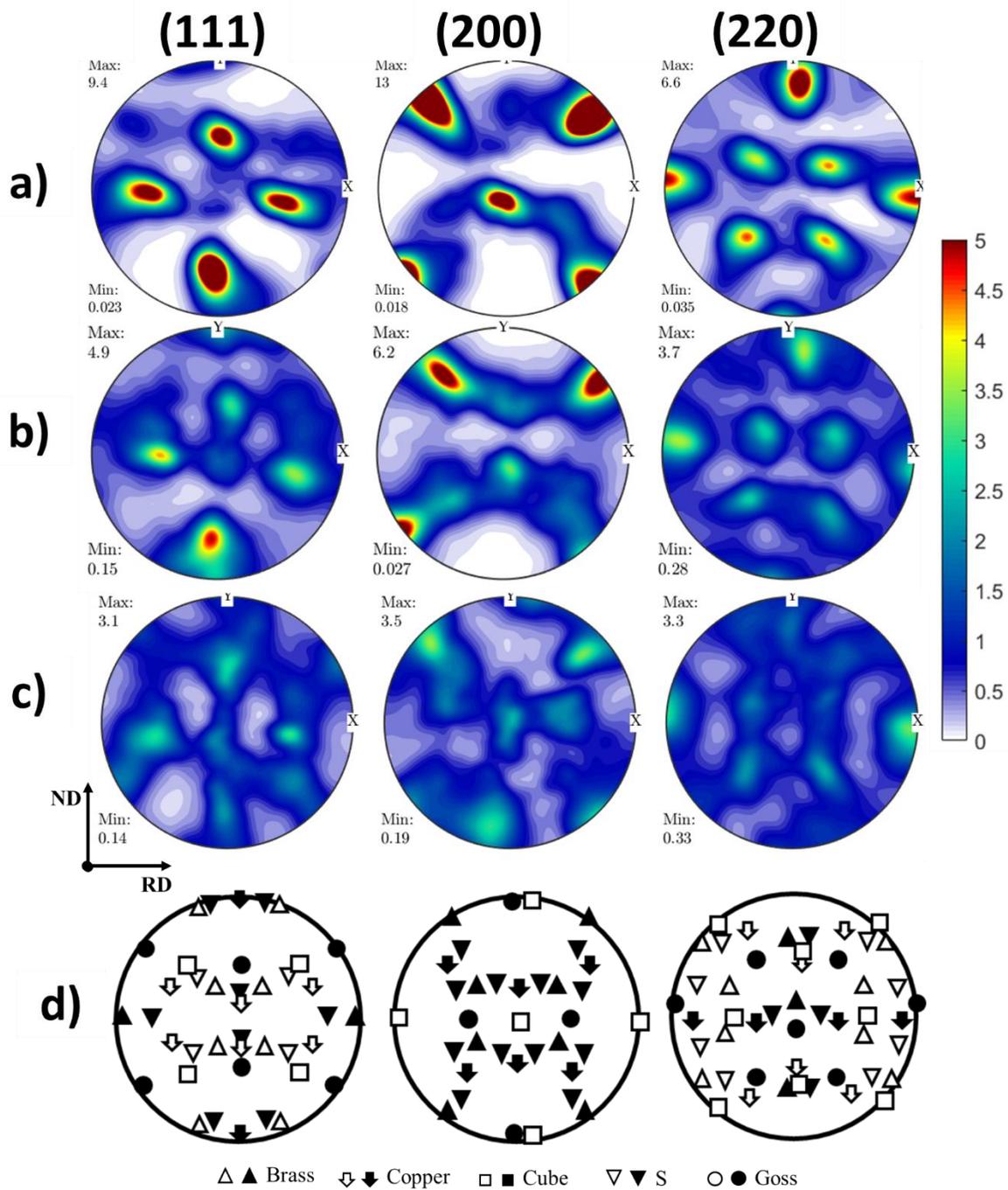


Figura 54. Figuras de polo para los planos (111), (200) y (220) de las muestras a) 1A3R, b) 2A1R y c) 2A2R, así como d) cuadro guía de las principales texturas de rolado. Las figuras de color negro sólido y las blancas indican posiciones teóricas de alta y baja intensidad, respectivamente. Parte 2 de las muestras procesadas por ARB seguido de RCS.

La Figura 55 muestra las funciones de distribución de orientación calculadas para las muestras de condición inicial (OR0A), así como para las muestras deformadas mediante la combinación de procesos ARB y RCS comenzando por ARB. De manera comparativa con los diagramas de los incisos g) y f), se puede observar que los componentes de textura generados por la combinación de técnicas de deformación son totalmente distintos de los presentes en la condición inicial. La Tabla 7 contiene la lista completa de componentes de textura en notación de Bunge y su fracción volumen estimada para las muestras 1A1R, 1A2R, 1A3R, 2A1R y 2A2R. Se observa que todas las muestras contienen los mismos componentes de textura, esto a excepción de la OR0A. Los componentes de textura identificados son: i) $\varphi_1=177.4^\circ$, $\Phi=40.9^\circ$, $\varphi_2=219.4^\circ$, ii) $\varphi_1=338.5^\circ$, $\Phi=27.5^\circ$, $\varphi_2=54.8^\circ$, iii) $\varphi_1=211.6^\circ$, $\Phi=12.3^\circ$, $\varphi_2=105.2^\circ$ y iv) $\varphi_1=356.2^\circ$, $\Phi=42.0^\circ$, $\varphi_2=322.5^\circ$, mientras que existe un último componente que aparece únicamente en la muestra 2A2R: v) $\varphi_1=262^\circ$, $\Phi=47^\circ$, $\varphi_2=0^\circ$. Tal como puede observarse en las ODFs de la muestra 2A2R, la distribución de intensidades no corresponde totalmente con las de texturas aleatorias mostradas en la Figura 23, lo cual puede deberse a que la muestra se encuentra en un proceso intermedio previo antes de la aleatoriedad. Para observar la dispersión a partir de la distribución teórica aleatoria de Mackenzie, la Figura 56 presenta su comparación con el perfil de desorientación no correlacionada de la muestra 2A2R, permitiendo corroborar que aún no se llega al estado aleatorio.

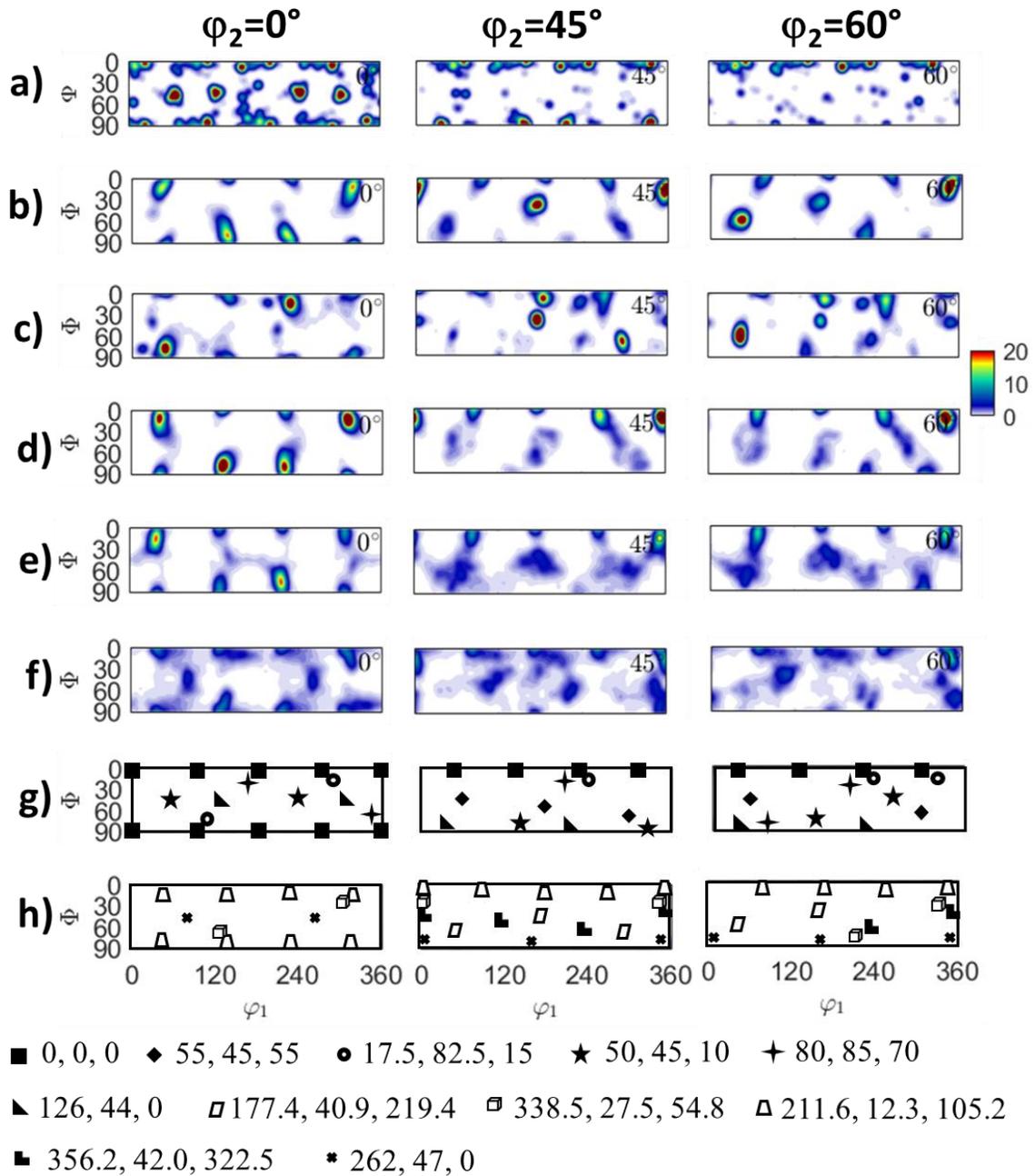


Figura 55. Cortes de las funciones de distribución de orientación (ODFs) en $\varphi_2 = 0^\circ$, 45° y 60° de las muestras a) 0ROA, b) 1A1R, c) 1A2R, d) 1A3R, e) 2A1R y f) 2A2R, así como cuadros guía de los componentes de textura identificados para la g) condición inicial y h) muestras procesadas por ARB y RCS, comenzando por ARB. Las componentes de textura son dadas en notación de Bunge donde el primer, segundo y tercer dígitos corresponden a φ_1 , Φ y φ_2 , respectivamente.

Tabla 7. Componentes de textura presentes y estimación de fracción volumen en la muestra de condición inicial (OROA), así como en las muestras deformadas mediante la combinación de técnicas ARB seguido por RCS (1A1R, 1A2R, 1A3R, 2A1R y 2A2R).

Muestra	Componente en notación de Bunge [ϕ_1, Φ, ϕ_2] /grados	Fracción volumen* / %
OROA	0, 0, 0	9.2
	55, 45, 55	3.3
	17.5, 82.5, 15	4.6
	50, 45, 10	15.8
	80, 85, 70	3.2
	126, 44, 0	12.6
1A1R	177.4, 40.9, 219.4	20.8
	338.5, 27.5, 54.8	16.6
	211.6, 12.3, 105.2	3.1
	356.2, 42.0, 322.5	2.1
1A2R	177.4, 40.9, 219.4	26.4
	338.5, 27.5, 54.8	2.9
	211.6, 12.3, 105.2	21.7
	356.2, 42.0, 322.5	5.5
1A3R	177.4, 40.9, 219.4	1.8
	338.5, 27.5, 54.8	4.6
	211.6, 12.3, 105.2	5.9
	356.2, 42.0, 322.5	1.4
2A1R	177.4, 40.9, 219.4	5.8
	338.5, 27.5, 54.8	8.3
	211.6, 12.3, 105.2	2.5
	356.2, 42.0, 322.5	2.7
2A2R	177.4, 40.9, 219.4	3.03
	338.5, 27.5, 54.8	4.6
	211.6, 12.3, 105.2	5.0
	356.2, 42.0, 322.5	2.9
	262, 47, 0	5.6

*El resto del volumen de cristales posee una orientación no discernible.

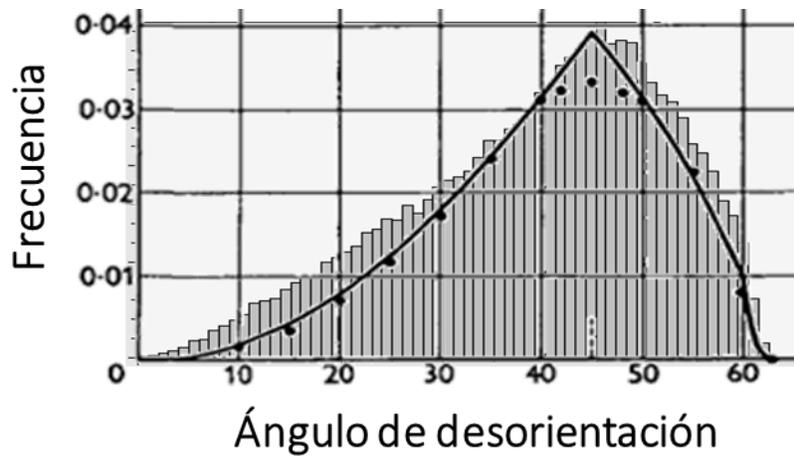


Figura 56. Comparación entre distribución aleatoria teórica de Mackenzie y distribución experimental de desorientación de la muestra 2A2R. El perfil de distribución aleatoria fue adaptado de [115].

Una vez analizadas las microestructuras y evolución cristalográfica obtenidas por la combinación de procesos ARB + RCS comenzando por la aplicación de ARB, ahora se analizará la misma combinación de procesos, alterando el orden de ejecución, es decir, comenzando por el proceso RCS. La muestra muestra las micrografías con coloración relativa a la orientación cristalográfica de los granos en las muestras 2R1A y 2R2A. Dichas micrografías se observan con respecto a las direcciones de rolado (RD), dirección normal (DN) y dirección transversal (TD). Al igual que en las muestras procesadas por ARB y posterior RCS, bandas de deformación fueron generadas, las cuales fueron indicadas mediante líneas blancas, tal como se mencionó anteriormente, dichas bandas son resultado de probables heterogeneidades en la deformación aplicada, promovidas principalmente por segundas fases que actúan como obstáculos a la deformación. Por otra parte, es fácil identificar el fuerte refinamiento de grano ocurrido como resultado de la deformación aplicada, así como la morfología de granos que se observa bastante distorsionada por la formación de subestructuras. Con la finalidad de cuantificar el refinamiento de grano ocurrido como resultado de la deformación, histogramas de tamaño de grano serán presentados.

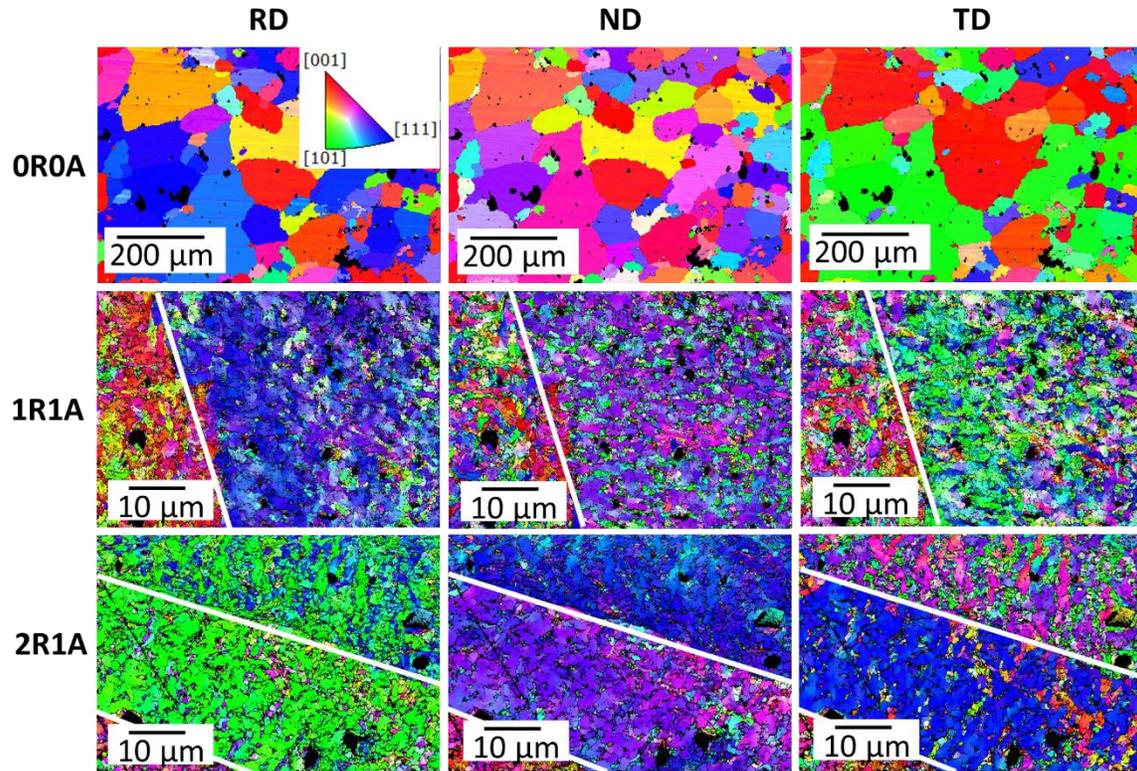


Figura 57. Mapeos por EBSD de las muestras procesadas por una combinación de procesos ARB y RCS comenzando por RCS. Las micrografías muestran la orientación preferencial de los granos tomando como referencia la dirección de rolado (RD), dirección normal (ND) o dirección transversal (TD). El triángulo con el código de color indica la orientación preferencial de cada color en las imágenes. Las líneas blancas indican presencia de bandas de deformación.

La Figura 58 presenta los histogramas de tamaño de grano de las muestras 0R0A, 1R1A y 2R2A, en donde también se aprecia el tamaño de grano promedio. Se observa que los histogramas para las muestras procesadas por RCS + ARB poseen dispersión de tamaños, sin embargo se piensa que esta dispersión es debido a limitantes de la medición, especialmente debido al porcentaje de indexación de patrones de Kikuchi en EBSD y a la sensibilidad inherente de la técnica hacia las distorsiones introducidas en la red cristalina [151]. Esto puede resultar en el decrecimiento de la precisión de medición de estructuras con desorientación menor a 1° [152], lo cual provoca desviaciones del valor real y posibles confusiones de subestructuras con los granos adyacentes. Lo anterior explica la aparición de granos mayores a $6 \mu\text{m}$ en ambos histogramas (b y c) cuando a partir de las micrografías es evidente que se trata de conglomerados de granos nano- o sub-estructurados. Con la base anterior, se piensa que los promedios de tamaño de grano para ambas condiciones (b y c) podrían

ser bastante más bajos que los mostrados en los histogramas. Para profundizar en los cambios microestructurales de la aleación con la deformación inducida, histogramas de desorientación correlacionados y no correlacionados serán analizados.

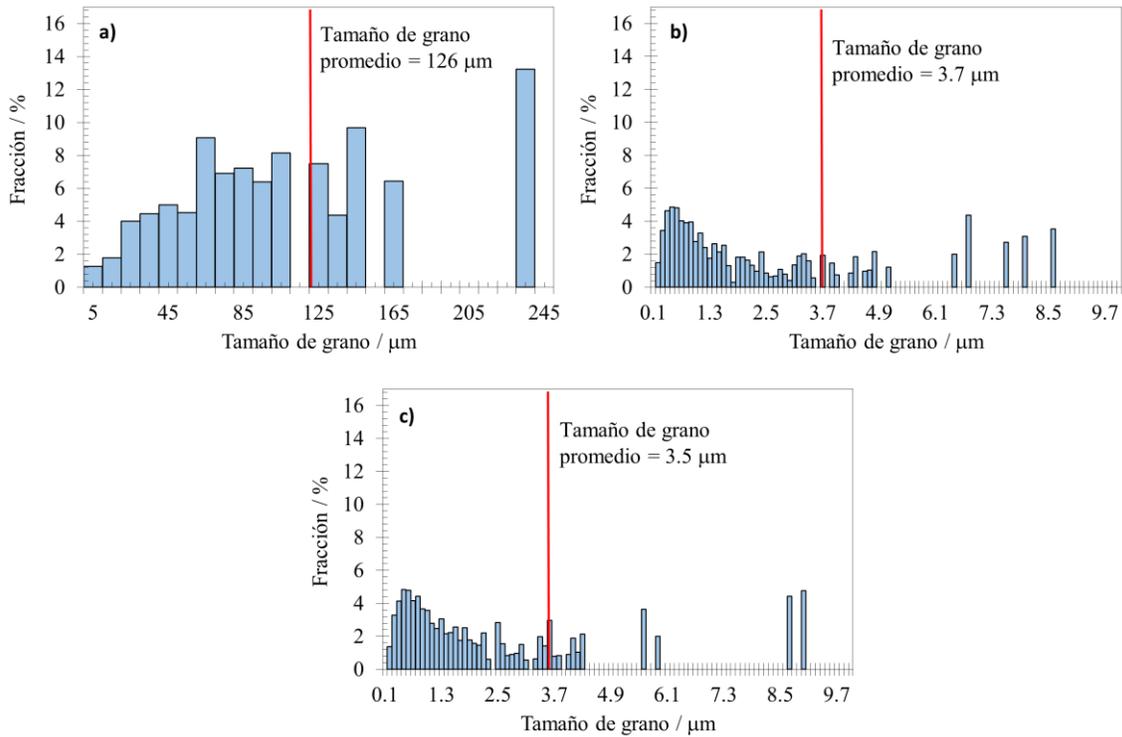


Figura 58. Histogramas de tamaño de grano para las muestras de a) condición inicial (OROA), b) 1R1A y c) 2R1A procesadas mediante la combinación de ARB y RCS comenzando por RCS.

La Figura 59 presenta los histogramas de desorientación correlacionados y no correlacionados de las muestras 1R1A y 2R2A, así como los valores de fracción de fronteras que corresponden con determinados rangos de desorientación y las correspondientes micrográficas que indican los ángulos de desorientación en bordes mediante el mismo código de color de las tablas. La microestructura de la condición ya se ha discutido suficiente en secciones anteriores, por lo que aquí se resume en su conformación por granos micrométricos. Mediante la comparación de histogramas correlacionados y no correlacionados, se puede deducir que existe una gran densidad de subestructuras generadas por el proceso, lo cual incrementa la deformación entre puntos no adyacentes (histograma no correlacionado) y permite la mayor densidad de granos de tamaños submicrométricos (histograma correlacionado) en ambas muestras. Mientras que la muestra 1R1A tiende a distribuciones bimodales ((histograma no correlacionado), la muestra 2R2A tiende a un perfil multimodal. Al menos el 6.9% de

las fronteras de grano tienen misorientaciones menores a 5° , sin embargo, este valor debe tomarse con cautela debido a la pérdida de precisión ya explicada previamente. Para dar más detalle de la textura generada por la combinación de procesos RCS + ARB, FPs y ODFs serán analizadas.

La Figura 60 presenta las FPs de las muestras 0R0A, 1R1A y 2R1A de manera comparativa con la posición teórica de componentes de textura de rolado. Puede observarse que la intensidad de textura no se pierde con la aplicación de deformación. Los componentes de textura presentes, al igual que en las rutas de deformación previamente explicadas, no son compatibles con componentes de rolado, lo cual podría deberse a heterogeneidades en la deformación inducida como efecto de las segundas fases presentes, lo cual ya ha sido explicado previamente. Las ODFs permitirán una identificación más detallada de los componentes de textura presentes.

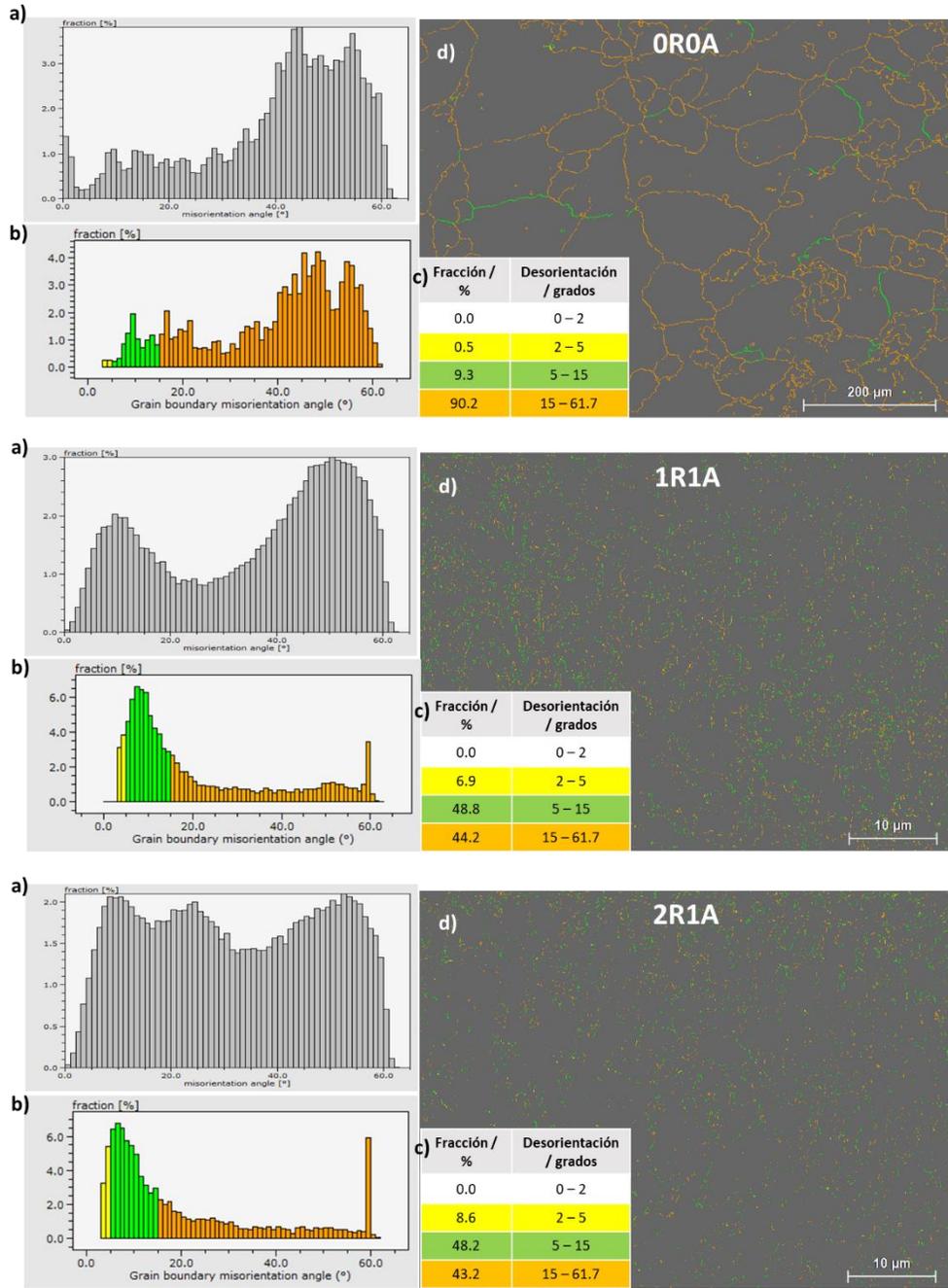


Figura 59. Gráficas de desorientación de las muestras 0R0A, 1R1A y 2R1A: a) Histograma de desorientación no correlacionada, b) Histograma de desorientación correlacionada o de bordes de grano, c) distribución de granos de acuerdo a su desorientación y d) micrografía de bordes de grano de acuerdo al código de color indicado en c).

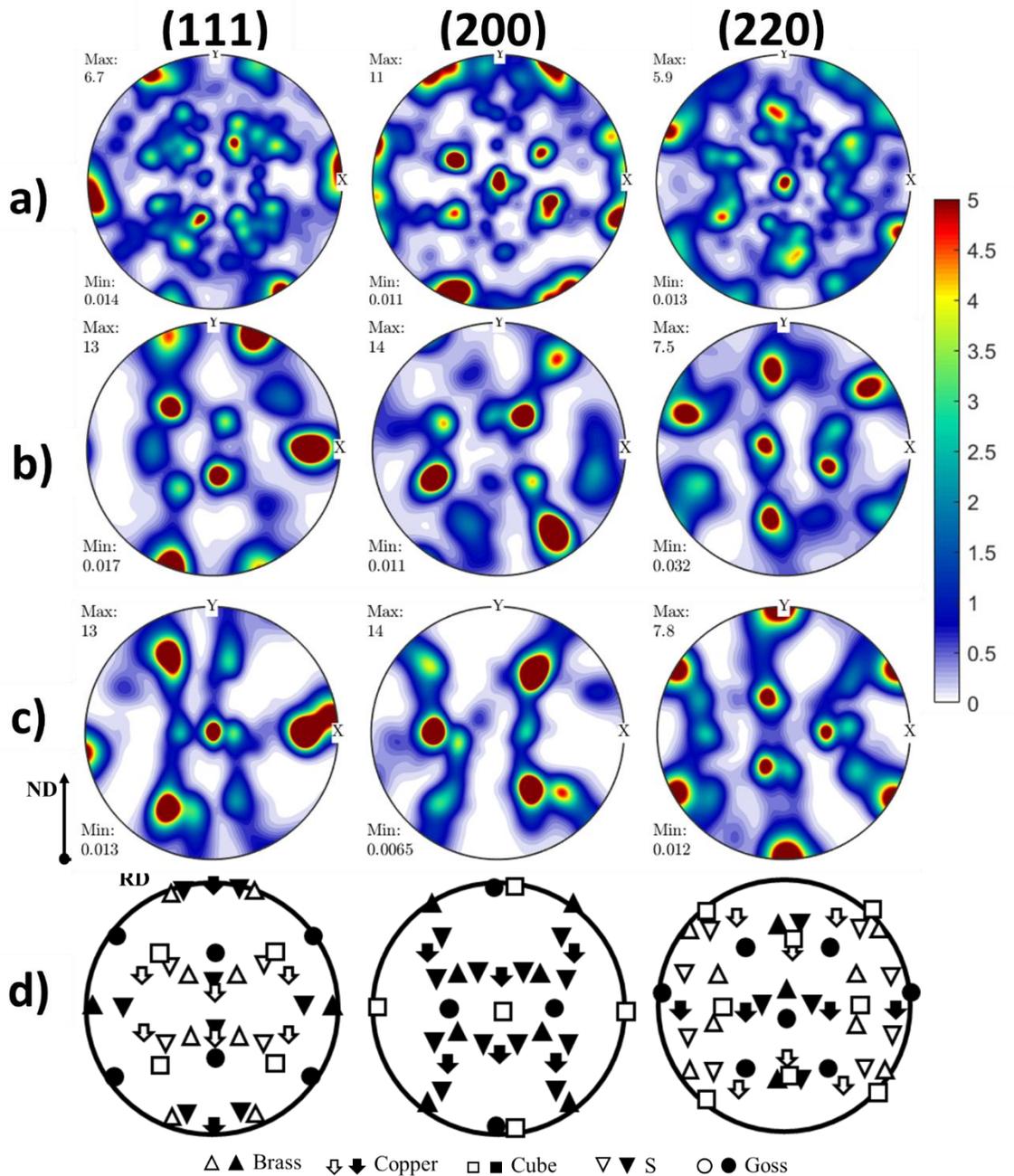
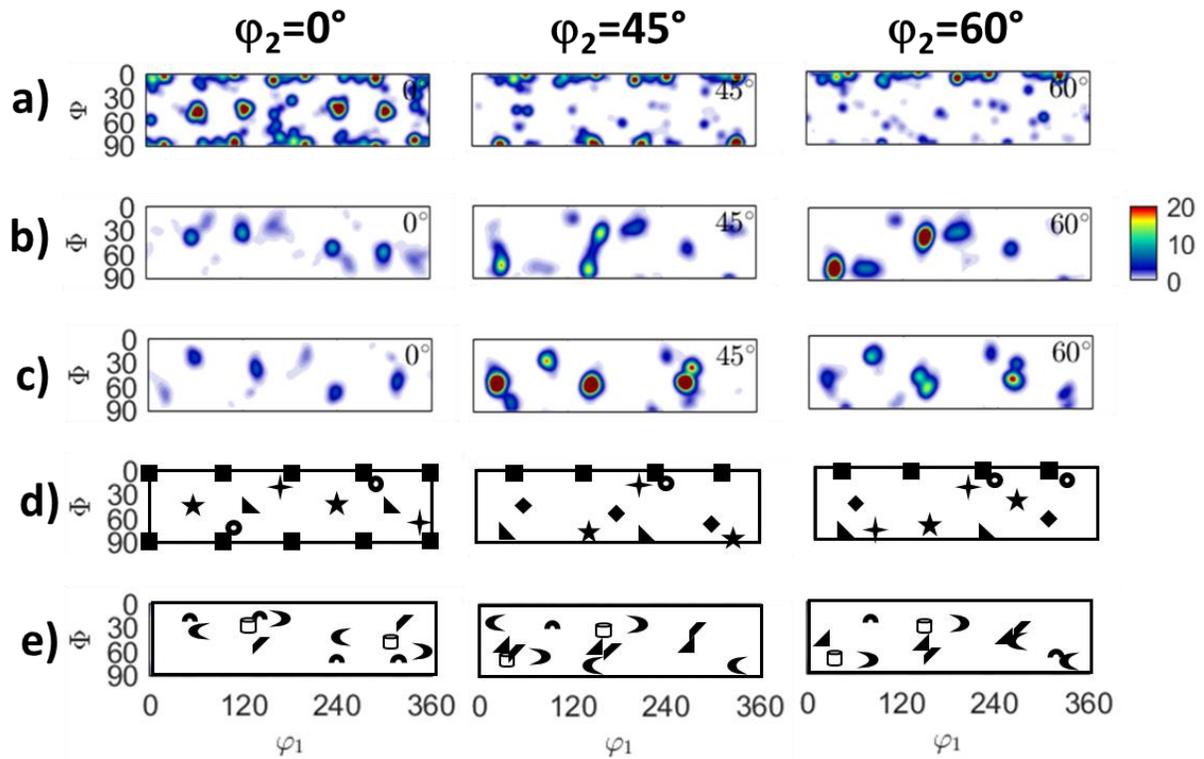


Figura 60. Figuras de polo para los planos (111), (200) y (220) de las muestras a) 0R, b) 1R1A y c) 2R1A, así como d) cuadro guía de las principales texturas de rolado. Las figuras de color negro sólido y las blancas indican posiciones teóricas de alta y baja intensidad, respectivamente.

La Figura 61 muestra las ODFs calculadas para las muestras 0R0A, 1R1A y 2R1A, en estas dos últimas se identificaron seis componentes de textura totalmente distintos de los componentes de la condición inicial. En la muestra 1R1A se identificaron tres componentes de textura en notación de

Bunge: i) $\varphi_1= 143.4^\circ$, $\Phi=35.2^\circ$, $\varphi_2=245.7^\circ$, ii) $\varphi_1= 46.4^\circ$, $\Phi=40.2^\circ$, $\varphi_2=284^\circ$ y iii) $\varphi_1= 192.3^\circ$, $\Phi=29.3^\circ$, $\varphi_2=148.4^\circ$. Por su parte, la muestra 2R1A fue caracterizada mediante los siguientes componentes: i) $\varphi_1= 143.4^\circ$, $\Phi=35.2^\circ$, $\varphi_2=245.7^\circ$, ii) $\varphi_1= 30.8^\circ$, $\Phi=54.5^\circ$, $\varphi_2=312.3^\circ$, iii) $\varphi_1= 284.9^\circ$, $\Phi=35.5^\circ$, $\varphi_2=37.8^\circ$.y iv) $\varphi_1= 94^\circ$, $\Phi=24^\circ$, $\varphi_2=45^\circ$. Lo anterior indica que el proceso de deformación combinado hasta un máximo de 2 pasos de CS y uno de ARB, no fue suficiente para llevar la aleación hacia la estabilidad microestructural. La tabla de fracción volumen de componentes de textura no se presentan en estas muestras debido a la probable pérdida de precisión ya explicada en la descripción de la Figura 59. Es por lo anterior, que análisis mediante una técnica que permite evaluar mayor estadística de granos cobra elevada importancia, tales resultados se presentarán a continuación.



- 0, 0, 0 ◆ 55, 45, 55 ● 17.5, 82.5, 15 ★ 50, 45, 10 + 80, 85, 70
- ▲ 126, 44, 0 □ 143.4, 35.2, 245.7 ◀ 46.4, 40.2, 284
- 192.3, 29.3, 148.4 ▲ 30.8, 54.5, 312.3 ↗ 284.9, 35.5, 37.8
- ^ 94, 24, 45

Figura 61. Cortes de las funciones de distribución de orientación (ODFs) en $\varphi_2 = 0^\circ$, 45° y 60° de las muestras a) OROA, b) 1R1A y c) 2R1A, así como cuadros guía de los componentes de textura identificados para la d) condición inicial y e) muestras procesadas por RCS y ARB, comenzando por RCS. Las componentes de textura son dadas en notación de Bunge donde el primer, segundo y tercer dígitos corresponden a φ_1 , Φ y φ_2 , respectivamente.

La Figura 62 presenta extractos de difractogramas (XRD) donde se observa el ensanchamiento de pico generado como resultado del refinamiento de grano en la aleación Al-7075 procesada mediante la combinación de RCS y ARB. Puede observarse que hasta una deformación equivalente cercana a 2, el ensanchamiento incrementa con la deformación aplicada, sin embargo, para mayores deformaciones aplicadas el ancho de pico tiende hacia menores valores. Este fenómeno podría deberse a la ocurrencia de recuperación dinámica, especialmente durante la aplicación del proceso

ARB a 300°C. La temperatura de procesamiento pudo haber proporcionado un estímulo energético suficiente para la liberación de esfuerzos, así como un crecimiento de grano parcial. Esta hipótesis es consistente con la reducción de FWHM para las muestras con mayor número de pasos de ARB acumulados. Por otro lado, dicha metaestabilidad después de deformaciones equivalentes cercanas a 2 pudo ser resultado de la combinación de procesos, en donde la muestra acumuló mayor densidad de dislocaciones, lo cual le confiere mayor energía almacenada en comparación con las muestras que fueron procesadas únicamente por ARB, siendo la razón por la que la Figura 40 no muestra la misma tendencia para deformaciones similares. La Figura 62.c permite observar el deslizamiento de posición en 2θ de los picos de difracción ante la deformación acumulada, de manera general, se aprecia que las muestras que recibieron ARB como primer paso de deformación tienden a valores mayores de 2θ , es decir, presentan mayor corrimiento a la derecha en el difractograma, mientras que el resto de las muestras mantienen posiciones de pico similares a las de la condición inicial. Este fenómeno podría indicar la mayor acumulación de microesfuerzos en éstas muestras en comparación con las que recibieron RCS primero. Considerando que el proceso RCS se realizó a temperatura ambiente y que el ARB fue ejecutado a 300°C, resulta predecible que las muestras que comienzan por ARB acumulan mayor cantidad de esfuerzos en comparación con las que empiezan con RCS y terminan con el estímulo térmico de ARB. También es importante mencionar, que el doblete originado por las radiaciones $K-\alpha$ y $K-\alpha_2$ se vuelve más difícil de observar en las muestras con deformaciones equivalentes de al menos 1.8, lo cual indica la formación de nanoestructuras en dichas muestras.

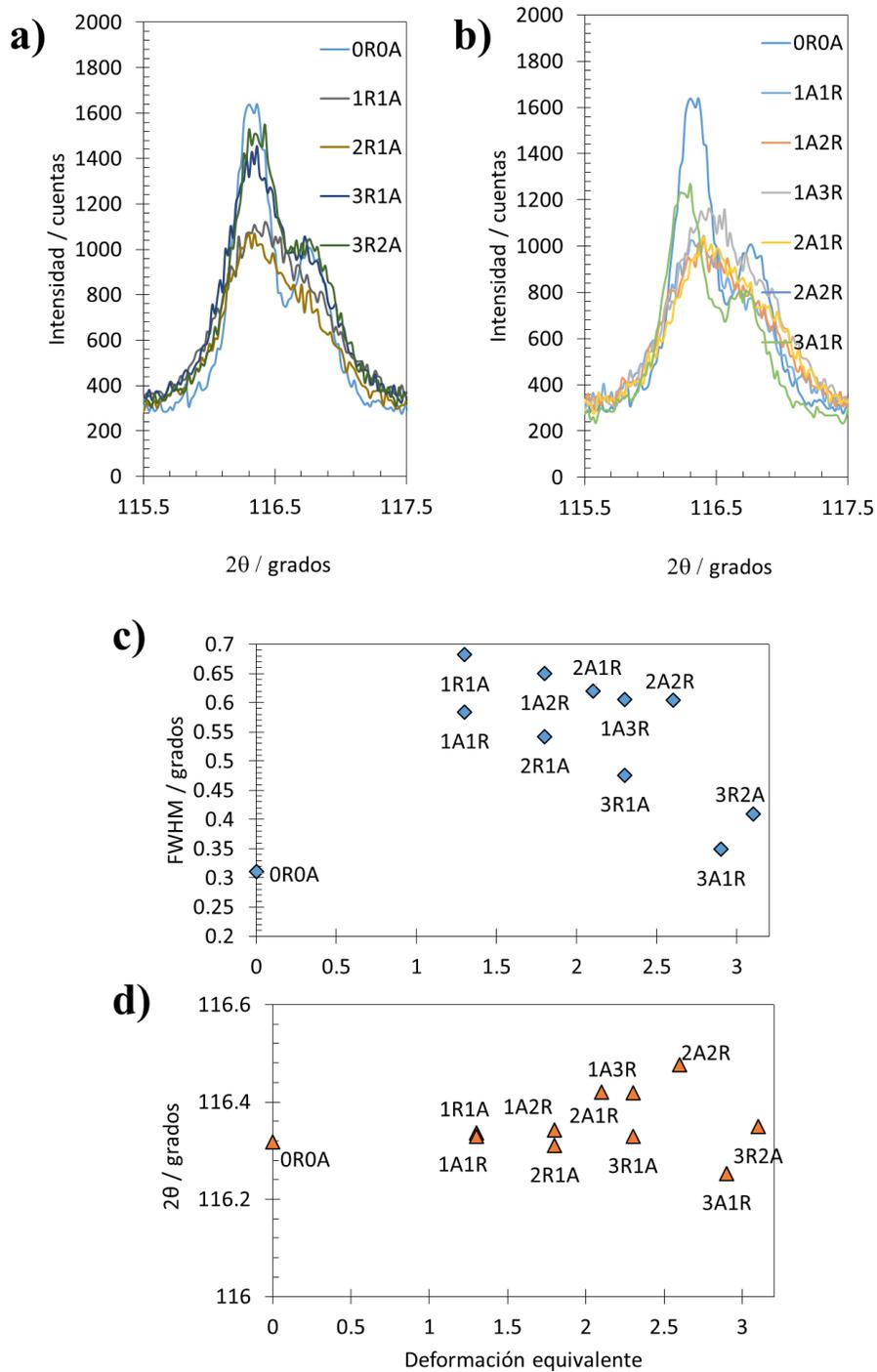


Figura 62. a) Difractograma del pico (311) de Al empleado para observar el ensanchamiento de grano como resultado de la deformación. b) Gráfica de ancho de altura media (FWHM) y c) gráfica de la posición del pico, ambas con respecto a la deformación equivalente aplicada por la combinación de procesos ARB y RCS.

Para analizar la estabilidad térmica de la aleación Al-7075 ante la evolución microestructural originada por la combinación de procesos RCS y ARB, la Figura 63 muestra los perfiles de DSC. Se observó que todas las muestras, tanto las que comenzaron por el proceso ARB (Figura 63.a) como las que recibieron el proceso RCS primero (Figura 63.b), siguen perfiles térmicos similares al correspondiente a la condición inicial (OROA). Como se vió previamente en la Figura 41, las muestras procesadas por ARB mostraron la presencia de un pequeño pico endotérmico a alrededor de 355°C durante la curva de enfriamiento, el mismo pico se encuentra presente en todas las muestras que fueron sometidas a la combinación de procesos RCS y ARB. Tal como se mencionó antes, la presencia de dicho pico se atribuye a la formación de la fase S, y se considera que la deformación impuesta mediante ARB es suficiente para llevar a la aleación hacia un estado energético más elevado y fuera de equilibrio en comparación con la condición OROA, fomentando con ello la precipitación de la fase S.

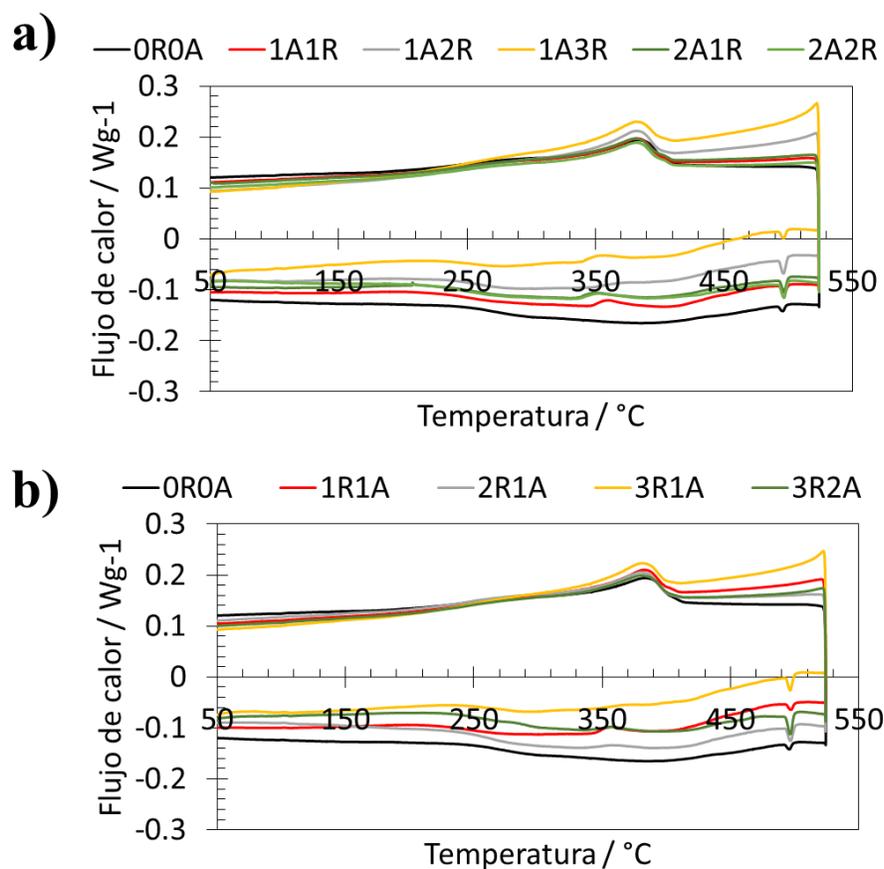


Figura 63. Gráficas de análisis por DSC para las muestras con deformación combinada por RCS y ARB.

3.3.2. PROPIEDADES MECÁNICAS

La Figura 64 permite observar el resultado de las mediciones de microdureza Vickers en las muestras deformadas mediante una combinación de procesos RCS y ARB. Es identificable que la dureza incrementa en todas las muestras deformadas en comparación con la condición inicial (OROA), sin embargo, las muestras que presentan mayor dureza son las que recibieron deformación por RCS en la última etapa de procesamiento. Dicha observación es consistente con los resultados descritos en la sección 3.3.1. en donde se observó un mayor ensanchamiento y corrimiento del pico (311) para las mismas muestras, esto probablemente debido a la mayor acumulación de macro- y micro-esfuerzos en comparación con las muestras que recibieron pre-calentamiento a 300°C durante la última etapa de deformación por ARB.

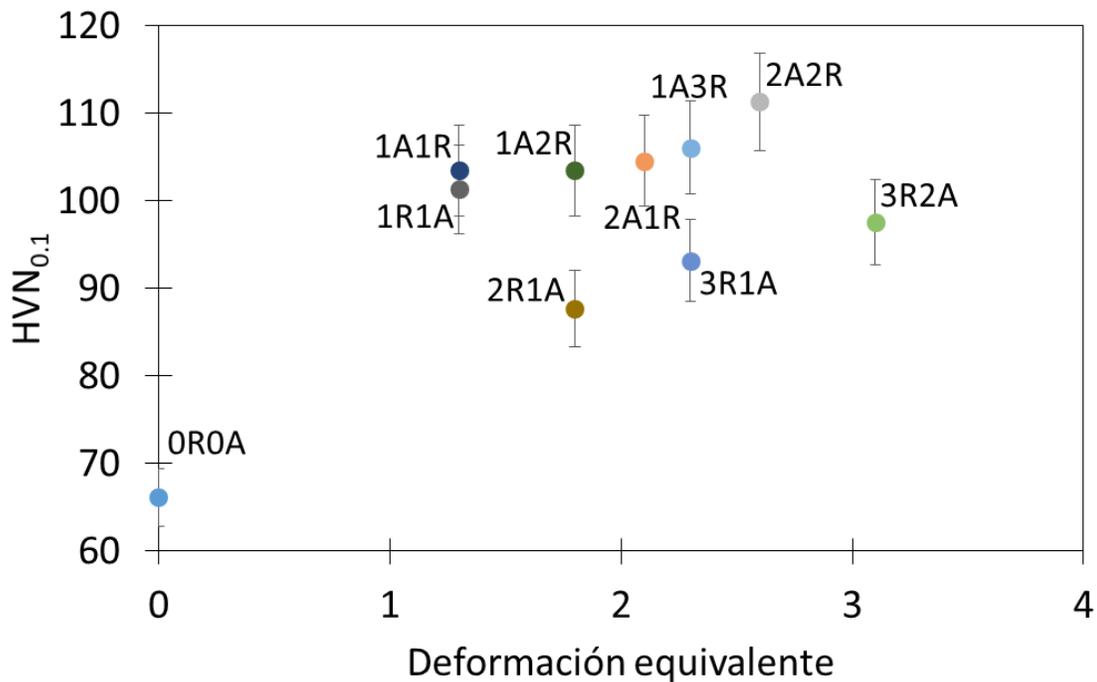


Figura 64. Gráfica de microdureza Vickers contra deformación equivalente para la condición inicial (OROA) y las muestras deformadas mediante la combinación de RCS y ARB.

3.3.4. INTEGRACIÓN DE RESULTADOS DE ARB + RCS Y RCS + ARB: RELACIÓN TEXTURA – PROPIEDADES MECÁNICAS

Con base en los resultados anteriores, el empleo conjunto de las técnicas ARB y RCS fue eficiente para refinar el grano en cualquiera de sus combinaciones, pasando de granos de tamaño micrométrico en la condición OROA hasta una combinación de granos micrométricos y nanométricos coexistiendo en las muestras con deformaciones equivalentes de al menos 1.8 (1A2R, 1A3R, 2A1R, 2A2R y 2R1A). El grado de refinamiento de grano fue mayor al 97% en todos los casos, sin embargo, se observaron promedios mayores a $3.5 \mu\text{m}$ en las muestras que comenzaron la deformación con RCS y terminaron con ARB, mientras que, mediante el orden inverso de aplicación de la deformación, los tamaños de grano promedio fueron menores de $1.2 \mu\text{m}$. Lo anterior podría explicarse con base en la temperatura de ejecución del proceso ARB (300°C), la cual corresponde a 0.6 de la temperatura homóloga, estando por arriba de lo que se considera trabajo frío para aleaciones de base aluminio [153,154]. Considerando que durante el trabajo en caliente los procesos difusionales están activos, es posible comprender la razón del crecimiento de grano dinámico ocurrido durante el proceso ARB, el cual tiene aún mayor influencia cuando se aplica sobre muestras previamente deformadas, es decir, en un estado metaestable debido a los defectos introducidos previamente, que a su vez, hacen que el material requiera de un menor estímulo energético para alterar su estado microestructural. Lo anterior, permite explicar el origen de las diferencias microestructurales resultantes al cambiar el orden de aplicación de los procesos ARB y RCS en la AA7075. Por otro lado, las grandes diferencias entre los histogramas correlacionados y no correlacionados de las muestras deformadas mediante RCS+ARB o ARB+RCS, indicaron la formación de una gran densidad de subestructuras resultantes de la deformación. La caracterización de orientación preferencial en dichas muestras, corroboró las diferencias microestructurales existentes al variar el orden de los procesos, esto debido a que se obtuvieron distintos componentes de textura para cada orden, los cuales, fueron en todos los casos distintos de los de la condición inicial.

Por último, la dureza medida en las muestras, también demostró el efecto de la alteración del orden de los procesos, mientras que la aplicación inicial de ARB dio por resultado valores de entre 99 a 112 $\text{HVN}_{0.1}$, el comienzo de la deformación por RCS resultó en el rango de 87 a 95 $\text{HVN}_{0.1}$. Este fenómeno es, al igual que las variaciones en tamaño de grano, explicado por el uso de la temperatura de trabajo de 300°C durante ARB.

CAPÍTULO IV. DISCUSIÓN: COMPARACIÓN ENTRE LAS RUTAS DE DEFORMACIÓN EMPLEADAS

El objetivo de este capítulo es comparar los resultados e interpretaciones, ya descritos en el capítulo previo, de los fenómenos ocurridos al procesar la AA7075 mediante cualquiera de las rutas de deformación trabajadas. Esto permitirá identificar el proceso de deformación más eficiente en la mejora de propiedades mecánicas de la AA7075. Asimismo, se compararán las propiedades electroquímicas de las muestras procesadas por RCS y ARB. .

La comparación entre las rutas de procesamiento aplicadas, esto es: i) RCS, ii) ARB, iii) ARB + RCS y iv) RCS + ARB, pueden resumirse de la siguiente manera:

1. Aspectos microestructurales: todas las rutas de procesamiento aplicadas generaron un elevado porcentaje de refinamiento de grano por arriba del 50% para la máxima deformación aplicada por cada ruta, sin embargo fue evidente que el proceso ARB generó menores valores de tamaño de grano promedio en comparación con el RCS, así como distribuciones de tamaño de grano con menor dispersión de valores. Considerando el porcentaje de refinamiento de grano generado y la deformación equivalente necesaria para lograrlo, el orden de mayor a menor efectividad de las cuatro rutas aplicadas puede ser mencionado de la siguiente manera: $ARB > ARB + RCS > RCS + ARB > RCS$ (ver Figura 67). Tales diferencias de efectividad pudieron tener su origen en los siguientes aspectos: 1) la deformación equivalente promedio del proceso ARB (0.8) es mayor que la del proceso RCS (0.5), 2) la activación de distintos sistemas de deslizamiento con cada ruta de deformación aplicada, los cuales además son dependientes del estado de esfuerzos previo del material y del factor de Schmid asociado a cada plano cristalográfico, es decir, de la orientación cristalográfica en el paso de deformación previo [144,147]. Por otro lado, las rutas de deformación ii, iii y iv generaron componentes de textura totalmente distintos de los componentes presentes en la condición inicial, lo cual es también un corroborativo del fuerte cambio microestructural provocado por los procesos de deformación. Sin embargo, mientras las rutas ii y iii no cesaron la evolución microestructural hasta la máxima deformación aplicada, las rutas i y iv tendieron hacia la pérdida de textura, es decir, hacia perfiles aleatorios de orientación cristalográfica. La Figura 66 muestra los esquemas tridimensionales de las texturas generadas por la deformación máxima aplicada por cada ruta de procesamiento, en donde se observan, además, las pérdidas en densidad de cristales orientados preferencialmente (menores intensidades) para las rutas i y iv. Tales diferencias en la evolución cristalográfica podrían tener orígenes similares a los del refinamiento de grano, es decir, al tratarse de re-ordenamientos de cristales, la formación de orientación preferencial es fuertemente dependiente la naturaleza del proceso termo y/o mecánico aplicado. Mediante el ensanchamiento y cambio de perfil de los picos de XRD, todas las muestras deformadas (a excepción de las 1A1R y 1R1A) permitieron inferir la formación de granos nanométricos resultantes de la deformación aplicada. A partir de los resultados anteriores, se pueden generalizar las microestructuras obtenidas mediante distribuciones continuas que tienden al tipo unimodal asimétrico (con sesgo positivo), de tal manera que los

granos en tamaños micrométricos, submicrométricos y nanométricos se encuentran dispersos de manera aleatoria en las muestras. Por último, ninguna de las rutas de deformación empleadas alteró de manera evidente las transformaciones de fase de la aleación AA7075 durante los ciclos de calentamiento o enfriamiento.

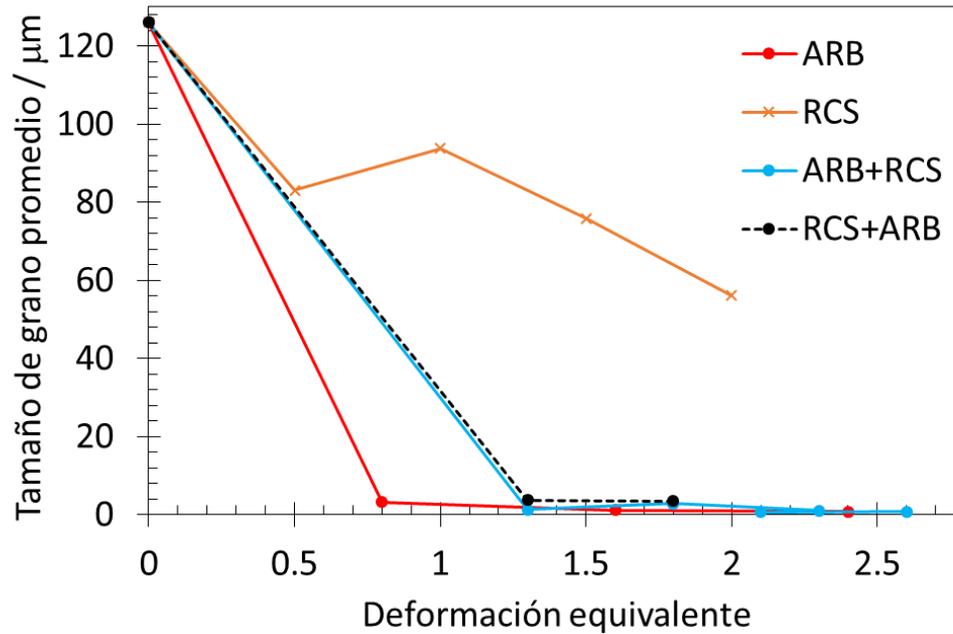


Figura 65. Comparativo de tamaños de grano promedio obtenidos mediante las distintas rutas de procesamiento plástico aplicadas.

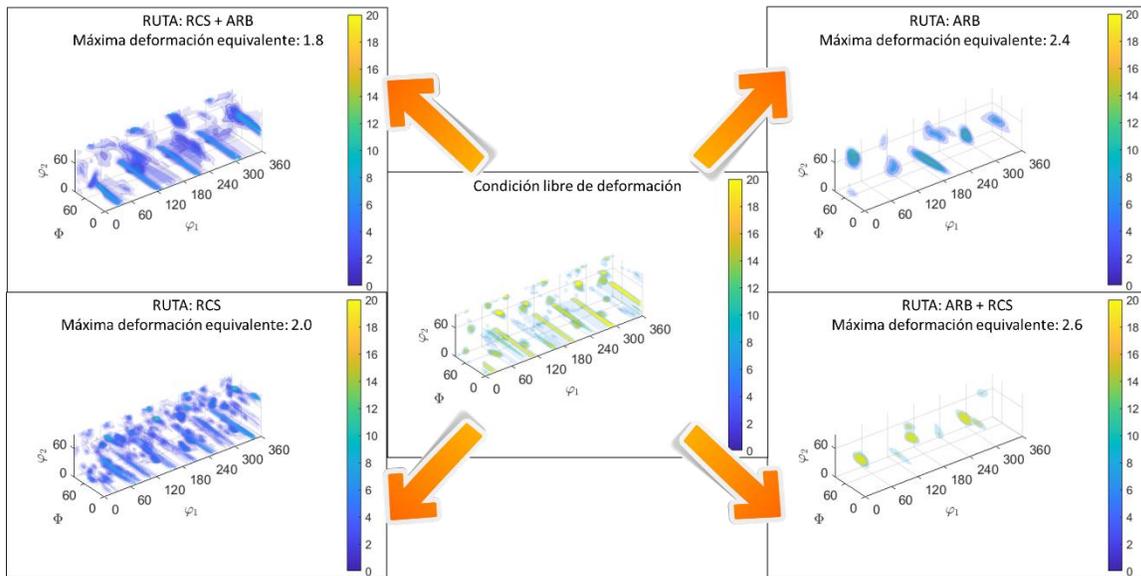


Figura 66. Esquemas tridimensionales de las funciones de distribución de orientación para las muestras con la máxima deformación aplicada en cada ruta de procesamiento.

2. Propiedades mecánicas y esfuerzos residuales: el comportamiento mecánico en las muestras procesadas por las cuatro rutas de deformación siguió el patrón esperado con base en los cambios microestructurales previamente descritos. La dureza y el esfuerzo de cedencia incrementaron en función de los pasos de procesamiento aplicados, lo cual fue congruente con el endurecimiento por fronteras de grano y por mayor densidad de dislocaciones generados por la deformación. En la Figura 67 se observa que todas las rutas mostraron gráficas de dureza descritas en tres etapas: 1) un incremento abrupto en el primer paso de procesamiento, 2) una posterior disminución en el segundo paso, la cual es evidente especialmente en las rutas ARB y RCS + ARB y 3) valores que incrementan hasta la máxima deformación aplicada. El incremento abrupto de dureza en el primer paso de deformación es característico de los procesos RCS y ARB aplicados en aleaciones de base aluminio [13,155–158] y resulta del fuerte cambio microestructural inducido. Por su parte, la etapa 2, de reducción de dureza en las rutas ARB y RCS + ARB, puede estar relacionada con el trabajo en caliente durante el proceso ARB (0.6 de la temperatura homóloga), el cual, como ya se explicó en la sección 3.3.4, permite la difusión atómica, y con ello la recuperación dinámica y parcial crecimiento de grano en las muestras procesadas. Este comportamiento también ha sido reportado por otros autores que aplicaron el proceso ARB a 300°C en una aleación de aluminio 5083 [13]. El posterior incremento de dureza en todas las rutas indica que el predominante efecto del refinamiento de grano en el

comportamiento mecánico de la AA7075. La magnitud del incremento de dureza después del segundo paso de deformación aplicado para cada ruta, sigue el mismo orden de la eficiencia en refinamiento de grano mencionado en el punto anterior, esto es: ARB > ARB + RCS > RCS + ARB > RCS. Por otro lado, los valores de esfuerzo de cedencia medidos para muestras procesadas por las rutas i y ii, mostraron incrementos constantes en función del grado de formación aplicada (Figuras 68 y 69). Los esfuerzos residuales estimados para las muestras resultantes de estas dos rutas constituyeron un máximo de 9.3% del YS para la máxima deformación aplicada por la ruta ARB, y de 27.4% para la ruta RCS. La menor cantidad de esfuerzos residuales con respecto al YS, podría ser resultado de la temperatura del proceso ARB, la cual permitió la recuperación dinámica de las muestras durante el procesamiento.

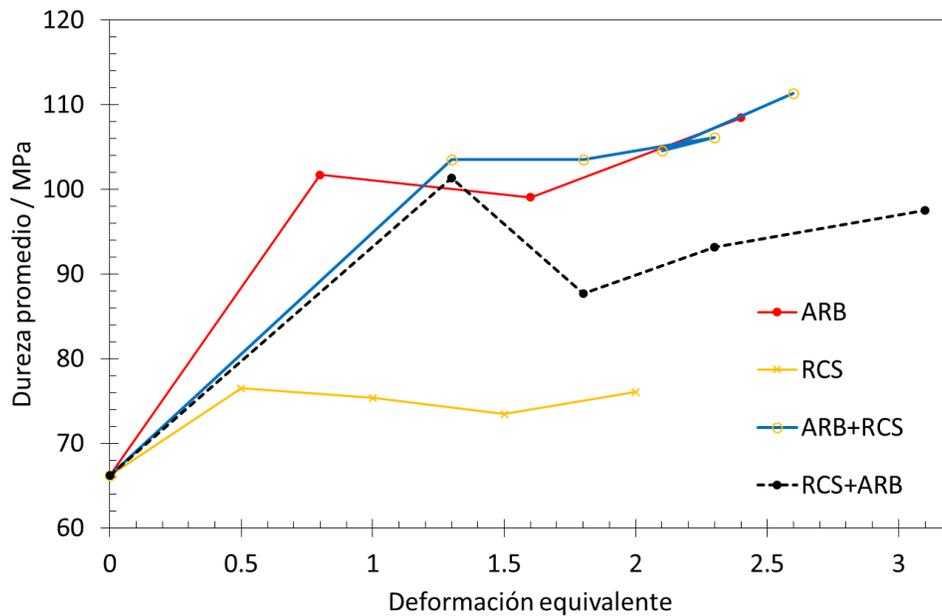


Figura 67. Gráfica de dureza promedio para las distintas rutas de procesamiento empleadas.

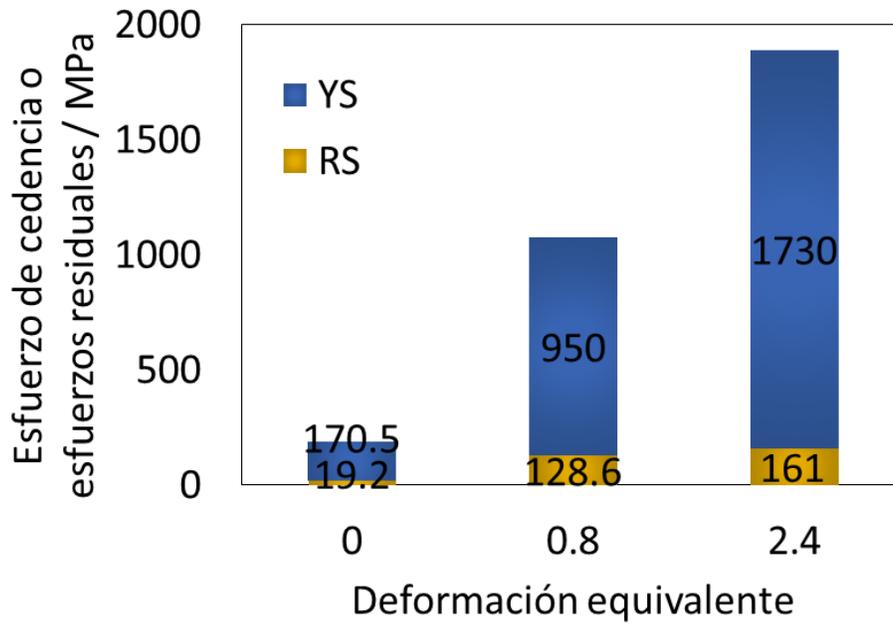


Figura 68. Gráfica comparativa entre los esfuerzos residuales (RS) estimados en la superficie de las muestras procesadas por ARB y su esfuerzo de cedencia promedio (YS).

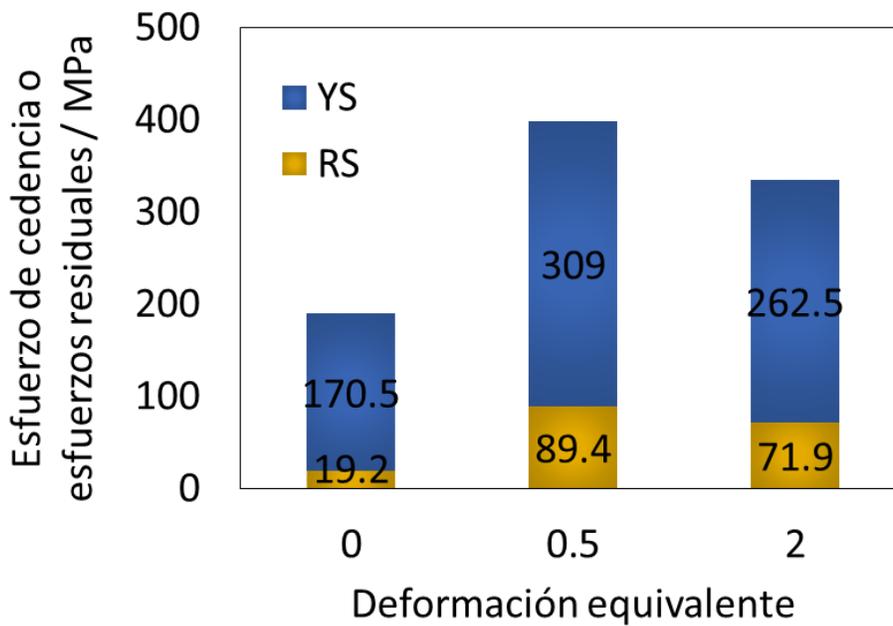


Figura 69. Gráfica comparativa entre los esfuerzos residuales (RS) estimados en la superficie de las muestras procesadas por RCS y su esfuerzo de cedencia promedio (YS).

3. Comportamiento electroquímico: debido a que por cuestiones geométricas no fue posible realizar las mediciones electroquímicas mediante EIS y EN de toda la serie de muestras procesadas por la ruta ARB, en esta sección se comparará el comportamiento bajo medios corrosivos de las muestras 1R y 1A, correspondiente al primer paso de deformación por las rutas RCS y ARB, respectivamente (Figura 70). Mediante EIS y EN se observó que la muestra de condición inicial presenta un comportamiento inductivo-resistivo con baja estabilidad electroquímica, esto es, con continuas oscilaciones en el módulo de impedancia y en la densidad de corriente. Comparativamente a lo anterior, las muestras 1R y 1A, mostraron ambas una mejor estabilidad electroquímica denotada por menor cantidad de variaciones en las mediciones realizadas a distintos tiempos de inmersión en el medio corrosivo, así como por valores y perfiles de densidad de corriente y módulo de impedancia más cercanos entre sí. A pesar de lo anterior, la muestra de condición inicial (OROA), mostró mediante el mayor radio de curvatura de los arcos capacitivos en las gráficas de Nyquist, que su resistencia a la corrosión es mejor que la de la muestra 1R, pero es menor que la de la muestra 1A. Lo cual permite enunciar que el orden hasta el primer paso de deformación aplicado, la ruta ARB es más efectiva que la ruta RCS para disminuir la resistencia a la corrosión de la AA7075. Dicha mejora en resistencia a la corrosión y estabilidad electroquímica de la muestra 1A, podría estar relacionada con dos factores: 1) la textura preferencial formada como resultado del proceso ARB, lo cual sería congruente con la literatura respecto a que cada plano cristalográfico se asocia con distintos valores de energía superficial [146], el cual es un parámetro que afecta de manera importante en el comportamiento electroquímico de las aleaciones de base aluminio [148], considerando que el proceso ARB demostró ser un eficiente promovedor de textura preferencial (contrariamente al proceso RCS que destruye la textura presente), se espera que dicha orientación preferencial haya contribuido a la mejora del comportamiento electroquímico. También cabe mencionar la contribución del punto 2): las particulares distribuciones continuas de granos que van desde los tamaños micrométricos, hasta los nanométricos de manera aleatoriamente dispersa en las muestras, esto es, sin la formación de colonias de granos típica de microestructuras bimodales. Tal como se explicó en la sección 3.1.3., se ha reportado que las distribuciones continuas de granos presentan menor sensibilidad a la formación de grietas en medios corrosivos que las distribuciones de tipo bimodal [133]. Lo anterior podría estar relacionado con un probable homogeneidad de potencial electroquímico entre granos que se distribuyen aleatoriamente a lo largo de la muestra (sin gradientes elevados), en comparación con la heterogeneidad que podría

ser promovida por colonias de granos de tamaños determinados colindando con colonias de características morfológicas y electroquímicas distintas. Una forma de imaginar dicho comportamiento es mediante la gran diferencia de potencial establecida entre el contacto de dos metales con distintas fases y distintos potenciales químicos, en comparación con la baja diferencia de potencial cuando se ponen en contacto dos metales con características químicas y morfológicas similares. Por otra parte, la Figura 71 permite comparar el número de grietas con respecto a su posición (centro o borde) en las muestras 1R y 1A, así como su longitud después de haber sido sometidas al ensayo de SCC. Se puede observar, que de la comparación entre las muestras 0ROA, 1R Y 1A, la muestra 1A presenta menor cantidad de grietas con menores longitudes cuando se aplicó un esfuerzo constante igual al YS. Lo anterior confirma la eficiencia del primer paso del procesamiento ARB para la disminución en la susceptibilidad a la corrosión de la AA7075.

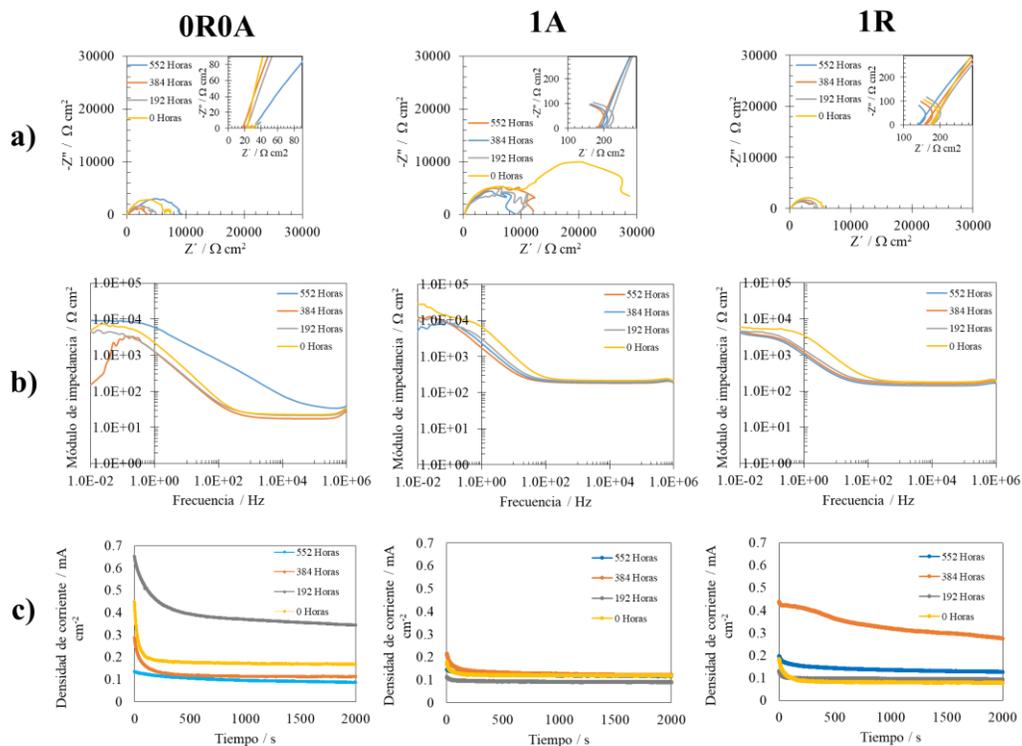


Figura 70. Comparación de gráficas de a) Nyquist, b) Bode y c) densidad de corriente electroquímica para las muestras 0ROA, 1A y 1R.

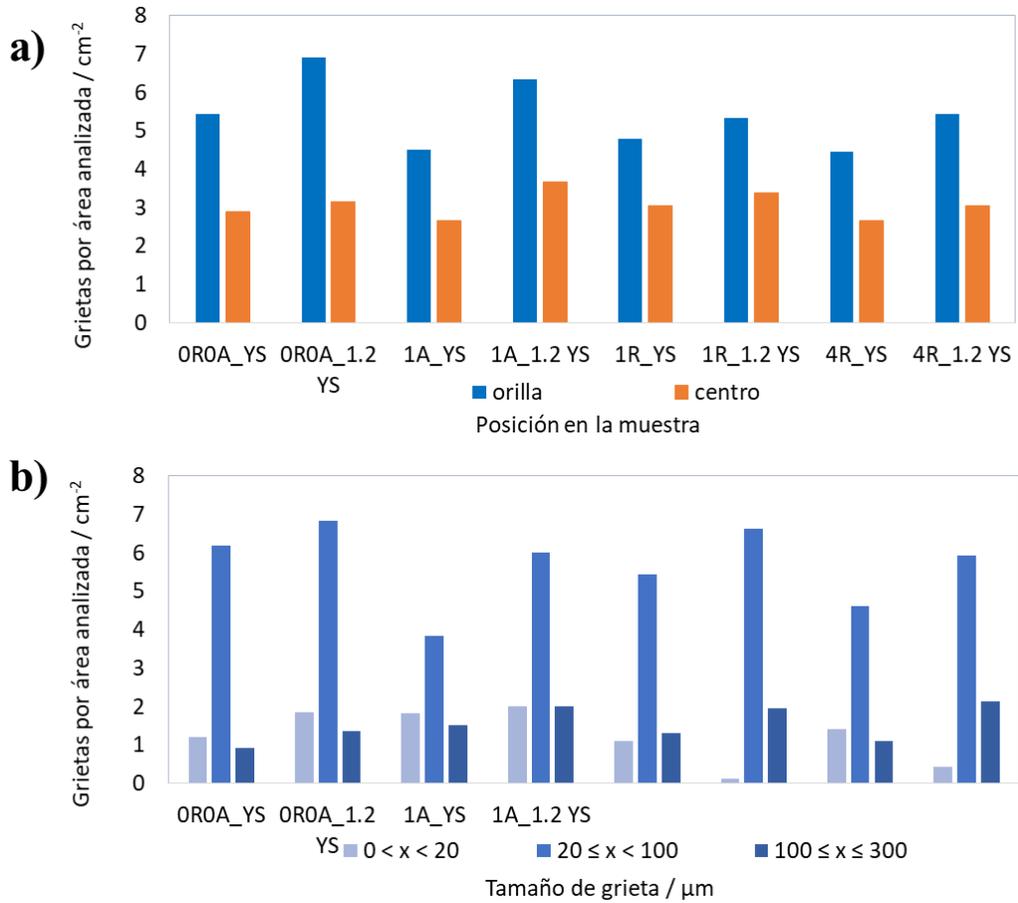


Figura 71. Gráficas comparativas de a) cantidad de grietas con respecto a su posición y b) con respecto al tamaño presentado en las muestras de condiciones OROA, 1A y 1R sometidas al ensayo de SCC bajo esfuerzo constante igual a 1 y 1.2 veces el YS.

CAPÍTULO V. CONCLUSIONES

A continuación se presentan los hallazgos más importantes del trabajo de investigación realizado.

Con base en estudio del efecto de la aplicación de cuatro distintas rutas de procesamiento a la aleación Al-7075: i) RCS, ii) ARB, iii) ARB + RCS y iv) RCS + ARB, pueden destacarse las siguientes conclusiones:

1. Estructuralmente: Las tres rutas de deformación generaron refinamiento de grano desde el dominio micrométrico en la condición inicial hasta los tamaños nanométricos. Dicho refinamiento de grano hasta la obtención de granos nanoestructurados fue logrado desde la aplicación del primer paso de deformación en todos los casos, excepto en el primer paso de deformación por las rutas iii y iv. En todos los casos fueron obtenidas microestructuras con distribuciones continuas y aleatorias de distintos tamaños de grano. De acuerdo con el promedio de tamaño de grano logrado y el grado de deformación aplicada, la eficiencia de las cuatro rutas para refinamiento microestructural puede ordenarse de la siguiente manera: $ARB > ARB + RCS > RCS + ARB > RCS$. El procesamiento mediante la ruta i no modificó de manera sustantiva los componentes de textura presentes en la aleación desde su condición inicial, los cuales perdieron intensidad con el incremento de la deformación aplicada, hasta llegar a un perfil totalmente aleatorio en el cuarto paso de procesamiento. Por su parte, las rutas ii, iii y iv sí formaron componentes de textura propios del proceso aplicado.
2. Mecánicamente: todas las rutas de deformación aplicadas fueron exitosas en el incremento de propiedades mecánicas, resistencia a la flexión y microdureza, desde el primer paso de deformación aplicado. Los incrementos en microdureza siguieron la tendencia del refinamiento de grano logrado por cada ruta de deformación. Las rutas ARB y RCS+ARB (rutas ii y iv) mostraron mayormente el efecto de la ocurrencia de recuperación dinámica durante el proceso de deformación en comparación con las otras dos rutas i y iii. A pesar de lo anterior, y considerando las propiedades mecánicas logradas y la deformación equivalente aplicada, se puede decir que el proceso ARB fue el más eficiente en la mejora del comportamiento mecánico de la AA7075. La eficiencia de las cuatro rutas para este aspecto puede enlistarse como sigue: $ARB > ARB + RCS > RCS + ARB > RCS$.
3. Electroquímicamente: las rutas i y ii lograron mejorar la estabilidad electroquímica de la AA7075 desde el primer paso de deformación aplicado. La resistencia a la corrosión de la muestra con un paso de deformación por ARB, mostró además, mejor resistencia a la corrosión y mejor resistencia al agrietamiento inducido bajo corrosión y esfuerzos en comparación con la condición libre de deformación. Dichas mejoras fueron atribuidas a la particular distribución amplia y

continua de tamaños de grano (desde micrométricos hasta nanométricos) que fueron generados por los procesos de deformación, así como a la formación de texturas cristalográficas propias del proceso.

4. Al comparar los comportamientos microestructurales, mecánicos y electroquímicos de la AA7075 sometida a un paso de procesamiento mediante RCS y ARB, se puede concluir que la ruta por ARB fue superior en todos los sentidos desde el primer paso de procesamiento. El orden de eficiencia de las rutas estudiadas es: $ARB > ARB + RCS > RCS + ARB > RCS$.

INVESTIGACIONES A FUTURO

La presente tesis abre diversas vertientes para investigación posterior, tales como:

1. Analizar el efecto de la formación de la capa pasiva en la aleación Al-7075 sobre los esfuerzos residuales presentes.
2. Evaluar el efecto de la deformación por RCS y por ARB en la ductilidad de la AA7075.
3. Evaluar la resistencia al desgaste en la aleación Al-7075 procesada por RCS y/o ARB. Es importante resaltar que junto con la resistencia a la corrosión, la resistencia al desgaste es de las mayores limitantes actuales para la aplicación industrial de la aleación.
4. Estudiar el comportamiento electroquímico y mecánico de cada componente de textura presente después de la deformación. Esto podría ayudar a predecir el comportamiento en servicio de diversos componentes industriales fabricados con AA7075.
5. Estimar los esfuerzos residuales generados con los procesos RCS y ARB a diversas profundidades en el espesor de las muestras deformadas, esto para diferenciar los posibles efectos de la fricción dado-muestra de los generados en el volumen por la deformación aplicada.

REFERENCIAS

- [1] J. Shin, T. Kim, D.E. Kim, D. Kim, K. Kim, Castability and mechanical properties of new 7xxx aluminum alloys for automotive chassis/body applications, *J. Alloys Compd.* 698 (2017) 577–590. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.12.269>.
- [2] X. Li, M.J. Starink, Analysis of precipitation and dissolution in overaged 7xxx aluminium alloys using DSC, *Mater. Sci. Forum.* 331-337 II (2000) 1071–1076. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.331-337.1071>.
- [3] S.W. Nam, D.H. Lee, The effect of Mn on the mechanical behavior of Al alloys, *Met. Mater. Int.* 6 (2000) 13–16. <https://doi.org/10.1007/BF03026339>.
- [4] V. V. Antipov, O.G. Senatorova, E.A. Tkachenko, R.O. Vakhromov, High-strength Al - Zn - Mg - Cu alloys and light Al - Li alloys, *Met. Sci. Heat Treat.* 53 (2012) 428–433. <https://doi.org/10.1007/s11041-012-9410-x>.
- [5] S.P. Knight, N. Birbilis, B.C. Muddle, A.R. Trueman, S.P. Lynch, Correlations between intergranular stress corrosion cracking, grain-boundary microchemistry, and grain-boundary electrochemistry for Al – Zn – Mg – Cu alloys, *Corros. Sci.* 52 (2010) 4073–4080. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2010.08.024>.
- [6] H.C. Jiang, Z.M. Li, D.S. Yan, D. Zhang, L.J. Rong, Two-stage double peaks ageing and its effect on stress corrosion cracking susceptibility of Al-Zn-Mg alloy, (2017). <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2017.05.008>.
- [7] M. Baydogan, H. Cimenoglu, E. Sabri Kayali, J. Rasty, Improved resistance to stress-corrosion-cracking failures via optimized retrogression and reaging of 7075-T6 aluminum sheets, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 39 (2008) 2470–2476. <https://doi.org/10.1007/s11661-008-9595-1>.
- [8] O. Hatamleh, P.M. Singh, H. Garmestani, Stress corrosion cracking behavior of peened friction stir welded 2195 aluminum alloy joints, *J. Mater. Eng. Perform.* 18 (2009) 406–413. <https://doi.org/10.1007/s11665-008-9303-8>.
- [9] J.T. Wang, Y.K. Zhang, J.F. Chen, J.Y. Zhou, M.Z. Ge, Y.L. Lu, X.L. Li, Effects of laser shock peening on stress corrosion behavior of 7075 aluminum alloy laser welded joints, *Mater. Sci. Eng. A.* 647 (2015) 7–14. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.08.084>.
- [10] S.C. Pandey, M.A. Joseph, M.S. Pradeep, K. Raghavendra, V.R. Ranganath, K. Venkateswarlu, T.G. Langdon, A theoretical and experimental evaluation of repetitive corrugation and straightening: Application to Al-Cu and Al-Cu-Sc alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 534 (2012) 282–287. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.11.070>.
- [11] S. Elizalde, M. Ezequiel, I.A. Figueroa, J.M. Cabrera, C. Braham, G. Gonzalez, Microstructural Evolution and Mechanical Behavior of an Al-6061 Alloy Processed by Repetitive Corrugation and Straightening, *Metals (Basel)*. 10 (2020) 489–500. <https://doi.org/doi:10.3390/met10040489>.
- [12] V. Rajinikanth, G. Arora, N. Narasaiah, K. Venkateswarlu, Effect of repetitive corrugation and straightening on Al and Al-0.25Sc alloy, *Mater. Lett.* 62 (2008) 301–304. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2007.05.014>.
- [13] N. Thangapandian, S. Balasivanandha Prabu, K.A. Padmanabhan, Effect of Temperature and Velocity of Pressing on Grain Refinement in AA5083 Aluminum Alloy During Repetitive Corrugation and Straightening Process, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 47 (2016) 6374–6383. <https://doi.org/10.1007/s11661-016-3811-1>.
- [14] M. Ezequiel, I.A. Figueroa, S. Elizalde, J.M. Cabrera, C. Braham, L. Morin, G. Gonzalez, Numerical and experimental study of a 5754-aluminum alloy processed by heterogeneous repetitive corrugation and straightening, *J. Mater. Res. Technol.* 9 (2020) 1941–1947.

- <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.12.026>.
- [15] N. TSUJI, Y. SAITO, H. UTSUNOMIYA, T. SAKAI, R.G. HONG, Ultra-fine grained bulk aluminium produced by accumulative roll-bonding (ARB) process, *Scr. Mater.* 39 (1998) 1221–1227. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(99\)00015-9](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(99)00015-9).
- [16] S.H. Lee, Y. Saito, T. Sakai, H. Utsunomiya, Microstructures and mechanical properties of 6061 aluminum alloy processed by accumulative roll-bonding, *Mater. Sci. Eng. A.* 325 (2002) 228–235. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01416-2](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01416-2).
- [17] P. Hidalgo-Manrique, C.M. Cepeda-Jiménez, A. Orozco-Caballero, O.A. Ruano, F. Carreño, Evolution of the microstructure, texture and creep properties of the 7075 aluminium alloy during hot accumulative roll bonding, *Mater. Sci. Eng. A.* 606 (2014) 434–442. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.03.105>.
- [18] J. Degner, W. Böhm, J. Herrmann, M. Köhler, M. Merklein, Manufacturing and Characterization of Multilayered 7000-Series Aluminum with Improved Corrosion Behavior Processed via Accumulative Roll Bonding, *Mater. Today Proc.* 10 (2019) 368–375. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.10.419>.
- [19] M.F. Naeini, M.H. Shariat, M. Eizadjou, On the chloride-induced pitting of ultra fine grains 5052 aluminum alloy produced by accumulative roll bonding process, *J. Alloys Compd.* 509 (2011) 4696–4700. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.01.066>.
- [20] D.S.M. George E. Totten, *Handbook of aluminum; Physical Metallurgy and Processes*, New York, United States of America, 2003. <https://doi.org/10.1111/j.1939-0025.1969.tb02453.x>.
- [21] ASM, Vol. 4, *tratamientos térmicos*, 4 (n.d.) 4.
- [22] P.W. Bridgman, *Studies in Large Scale Plastic Flow and Fracture*, McGraw- Hill, New York, NY, U.S.A., 1952.
- [23] M. Abuelkhier, ULTRAFINE-GRAINED MATERIALS PRODUCED BY SEVERE PLASTIC ULTRAFINE-GRAINED MATERIALS PRODUCED BY SEVERE PLASTIC DEFORMATION, (2018).
- [24] R.Z. Valiev, Paradoxes of severe plastic deformation, *Adv. Eng. Mater.* 5 (2003) 296–300. <https://doi.org/10.1002/adem.200310089>.
- [25] R. Valiev, Nanomaterial advantage, *Nature.* 419 (2002) 887–889. <https://doi.org/https://doi.org/10.1038/419887a>.
- [26] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, 2000. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(99\)00007-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00007-9).
- [27] Y.T. Zhu, H. Jiang, J. Huang, T.C. Lowe, A new route to bulk nanostructured metals, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 32 (2001) 1559–1562. <https://doi.org/10.1007/s11661-001-0245-0>.
- [28] N. Thangapandian, S. Balasivanandha Prabu, K.A. Padmanabhan, Effects of die profile on grain refinement in Al-Mg alloy processed by repetitive corrugation and straightening, *Mater. Sci. Eng. A.* 649 (2016) 229–238. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.09.051>.
- [29] J. Huang, Y.T. Zhu, D.J. Alexander, X. Liao, T.C. Lowe, R.J. Asaro, Development of repetitive corrugation and straightening, *Mater. Sci. Eng. A.* 371 (2004) 35–39. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(03\)00114-X](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00114-X).
- [30] J. Jenix Rino, S. Balasivanandha Prabu, A. Padmanabhan K., On the influence of repetitive corrugation and straightening on the microstructure and mechanical properties of AA 8090 Al-Li alloy, *Arch. Civ. Mech. Eng.* 18 (2018) 280–290. <https://doi.org/10.1016/j.acme.2017.07.006>.
- [31] B.R. Sunil, *Materials and Manufacturing Processes Repetitive Corrugation and Straightening of Sheet Metals*, (2014) 37–41. <https://doi.org/10.1080/10426914.2014.973600>.
- [32] J. Stobrawa, Z. Rdzawski, W. Głuchowski, W. Malec, Microstructure and properties of CuNi2Si1 alloy processed by continuous RCS method, *J. Achiev. Mater. Manuf. Eng.* 37

- (2009) 466–479. <http://www.journalamme.org/index.php?id=194>.
- [33] N. Tsuji, Y. Saito, H. Utsunomiya, S. Tanigawa, Ultra-fine grained bulk steel produced by accumulative roll-bonding (ARB) process, *Scr. Mater.* 40 (1999) 795–800. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(99\)00015-9](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(99)00015-9).
- [34] Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, T. Sakai, Novel ultra-high straining process for bulk materials—development of the accumulative roll-bonding (ARB) process, *Acta Mater.* 47 (1999) 579–583. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00365-6](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00365-6).
- [35] N. Tsuji, Y. Saito, S.H. Lee, Y. Minamino, ARB (accumulative roll-bonding) and other new techniques to produce bulk ultrafine grained materials, *Adv. Eng. Mater.* 5 (2003) 338–344. <https://doi.org/10.1002/adem.200310077>.
- [36] E. Hosseini, M. Kazeminezhad, Implementation of a constitutive model in finite element method for intense deformation, *Mater. Des.* 32 (2011) 487–494. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.08.033>.
- [37] Y.T. Zhu, T.G. Langdon, The fundamentals of nanostructured materials processed by severe plastic deformation, *Jom.* 56 (2004) 58–63. <https://doi.org/10.1007/s11837-004-0294-0>.
- [38] I.A. Ovid'ko, R.Z. Valiev, Y.T. Zhu, Review on superior strength and enhanced ductility of metallic nanomaterials, *Prog. Mater. Sci.* 94 (2018) 462–540. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2018.02.002>.
- [39] F. Huang, N.R. Tao, Effects of Strain Rate and Deformation Temperature on Microstructures and Hardness in Plastically Deformed Pure Aluminum, *J. Mater. Sci. Technol.* 27 (2011) 1–7. [https://doi.org/10.1016/S1005-0302\(11\)60017-0](https://doi.org/10.1016/S1005-0302(11)60017-0).
- [40] M. Hoseini, M. Meratian, M.R. Toroghinejad, J.A. Szpunar, Texture contribution in grain refinement effectiveness of different routes during ECAP, *Mater. Sci. Eng. A.* 497 (2008) 87–92. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.06.012>.
- [41] I. Sabirov, M.Y. Murashkin, R.Z. Valiev, Nanostructured aluminium alloys produced by severe plastic deformation: New horizons in development, *Mater. Sci. Eng. A.* 560 (2013) 1–24. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.09.020>.
- [42] M. Furukawa, Achieving superplasticity at high strain rates using equal channel angular pressing, *Mater. Sci. Technol.* 16 (2000) 1330–1333. <https://doi.org/10.1179/026708300101507181>.
- [43] R. Valiev, Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties, *Nat. Mater.* 3 (2004) 511–516. <https://doi.org/10.1038/nmat1180>.
- [44] T.C.L. Y. T. Zhu, T. G. Langdon, R. S. Mishra, S.L. Semiatin, M. J. Saran, *Ultrafine Grained Materials II*, The Minerals, Metals & Materials Society, USA, 2002.
- [45] E.O. Hall, W. Sylwestrowicz, E.O. Hall, H.L. Wain, *The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results*, (1951).
- [46] K.E. Aifantis, A.A. Konstantinidis, Hall – Petch revisited at the nanoscale, 163 (2009) 139–144. <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2009.05.010>.
- [47] K.A. Padmanabhan, S. Sripathi, H. Hahn, H. Gleiter, Inverse Hall – Petch effect in quasi- and nanocrystalline materials, 133 (2014) 151–154.
- [48] C.S. Pande, K.P. Cooper, Progress in Materials Science Nanomechanics of Hall – Petch relationship in nanocrystalline materials, *Prog. Mater. Sci.* 54 (2009) 689–706. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2009.03.008>.
- [49] C.E. Carlton, P.J. Ferreira, What is behind the inverse Hall – Petch effect in nanocrystalline materials?, 55 (2007) 3749–3756. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.02.021>.
- [50] M.A. Meyers, A. Mishra, D.J. Benson, Mechanical properties of nanocrystalline materials, *Prog. Mater. Sci.* 51 (2006) 427–556. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2005.08.003>.
- [51] Y.G. Kim, Y.G. Ko, D.H. Shin, S. Lee, Effect of equal-channel angular pressing routes on high-

- strain-rate deformation behavior of ultra-fine-grained aluminum alloy, *Acta Mater.* 58 (2010) 2545–2554. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.12.041>.
- [52] C.Y. Nam, J.H. Han, Y.H. Chung, M.C. Shin, Effect of precipitates on microstructural evolution of 7050 Al alloy sheet during equal channel angular rolling, *Mater. Sci. Eng. A.* 347 (2003) 253–257. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00597-X](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00597-X).
- [53] W. Huang, Z. Liu, M. Lin, X. Zhou, L. Zhao, A. Ning, S. Zeng, Reprecipitation behavior in Al-Cu binary alloy after severe plastic deformation-induced dissolution of θ' particles, *Mater. Sci. Eng. A.* 546 (2012) 26–33. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.03.010>.
- [54] I. Gutierrez-Urrutia, M.A. Muñoz-Morris, D.G. Morris, The effect of coarse second-phase particles and fine precipitates on microstructure refinement and mechanical properties of severely deformed Al alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 394 (2005) 399–410. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.11.025>.
- [55] L. Romero-Resendiz, I.A. Figueroa, C. Reyes-Ruiz, J.M. Cabrera, C. Braham, G. Gonzalez, Residual stresses and microstructural evolution of ECAPed AA2017, *Mater. Charact.* 152 (2019) 44–57. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.04.007>.
- [56] W. Hayden, W.G. Moffatt, J. Wulff, *Mechanical Behavior*, John Wiley and Sons, Inc., New York, E. U. A., 1964.
- [57] M.E. Fine, Precipitation Hardening of Aluminum Alloys, *Metall. Trans. A.* 6A (1975) 625–630.
- [58] P. Ostachowski, M. Łagoda, Anomalies in precipitation hardening process of 7075 aluminum alloy extruded by KOB method, *Journal Mater. Process. Technol.* 216 (2015) 160–168. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.09.008>.
- [59] V. Randle, O. Engler, *Introduction to Texture Analysis*, 2nd ed., USA, 2010.
- [60] V. Hauk, *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods*, Germany, 1997.
- [61] M.E. Fitzpatrick, A.T. Fry, P. Holdway, F.A. Kandil, J. Shackleton, L. Suominen, Determination of residual stresses by X-ray diffraction - Issue 2, National Physical Laboratory, United Kingdom, 2005.
- [62] G.K. Williamson, W.H. Hall, X-ray line broadening from filed aluminium and wolfram, *Acta Metall.* 1 (1953) 22–31. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(53\)90006-6](https://doi.org/10.1016/0001-6160(53)90006-6).
- [63] William D. Callister, D.G. Rethwisch, *Materials Science and Engineering*, John Wiley and Sons, Inc., U. S. A., 2009.
- [64] P. Marcus, *Corrosion Mechanisms in Theory and Practice*, 3rd, CRC Press, 2011.
- [65] T.D. Burleigh, Postulated mechanisms for stress corrosion cracking of aluminum alloys. A review of the literature 1980-1989, *Corrosion.* 47 (1991) 89–98. <https://doi.org/10.5006/1.3585235>.
- [66] A.C.U. Rao, V. Vasu, M. Govindaraju, K.V.S.A.I. Srinadh, Stress corrosion cracking behaviour of 7xxx aluminum alloys : A literature review, 26 (2016). [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(16\)64220-6](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(16)64220-6).
- [67] A. Krishnaiah, U. Chakkingal, P. Venugopal, Production of ultrafine grain sizes in aluminium sheets by severe plastic deformation using the technique of groove pressing, *Scr. Mater.* 52 (2005) 1229–1233. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2005.03.001>.
- [68] G.G. Niranjana, U. Chakkingal, Deep drawability of commercial purity aluminum sheets processed by groove pressing, *J. Mater. Process. Technol.* 210 (2010) 1511–1516. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2010.04.009>.
- [69] F. Khakbaz, M. Kazeminezhad, Strain rate sensitivity and fracture behavior of severely deformed Al-Mn alloy sheets, *Mater. Sci. Eng. A.* 532 (2012) 26–30. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.10.057>.
- [70] S.S. Satheesh Kumar, T. Raghu, Structural and mechanical behaviour of severe plastically deformed high purity aluminium sheets processed by constrained groove pressing

- technique, *Mater. Des.* 57 (2014) 114–120. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.12.053>.
- [71] M.R. Jandaghi, H. Pouraliakbar, G. Khalaj, M.J. Khalaj, A. Heidarzadeh, Study on the post-rolling direction of severely plastic deformed Aluminum-Manganese-Silicon alloy, *Arch. Civ. Mech. Eng.* 16 (2016) 876–887. <https://doi.org/10.1016/j.acme.2016.06.005>.
- [72] J. Zrník, T. Kovarik, Z. Nový, M. Cieslar, Ultrafine-grained structure development and deformation behavior of aluminium processed by constrained groove pressing, *Mater. Sci. Eng. A.* 503 (2009) 126–129. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.03.050>.
- [73] H.S. Siddesha, M. Shantharaja, Characterization of mechanical properties of aluminum processed by repetitive corrugation and straightening process using Taguchi analysis, *Jom.* 65 (2013) 294–298. <https://doi.org/10.1007/s11837-012-0503-1>.
- [74] P.M. Bhovi, D.C. Patil, S.A. Kori, K. Venkateswarlu, Y. Huang, T.G. Langdon, A comparison of repetitive corrugation and straightening and high-pressure torsion using an Al-Mg-Sc alloy, *J. Mater. Res. Technol.* 5 (2016) 353–359. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2016.03.009>.
- [75] X. Huang, N. Tsuji, N. Hansen, Y. Minamino, Microstructural evolution during accumulative roll-bonding of commercial purity aluminum, *Mater. Sci. Eng. A.* 340 (2003) 265–271. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00182-X](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00182-X).
- [76] H. Pirgazi, A. Akbarzadeh, R. Petrov, L. Kestens, Microstructure evolution and mechanical properties of AA1100 aluminum sheet processed by accumulative roll bonding, *Mater. Sci. Eng. A.* 497 (2008) 132–138. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.06.025>.
- [77] M.Z. Quadir, M. Ferry, P.R. Munroe, The initial stages of formation of low angle boundaries within lamellar bands during accumulative roll bonding of aluminum, *Scr. Mater.* 64 (2011) 1106–1109. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2011.02.032>.
- [78] P. Hidalgo-Manrique, C.M. Cepeda-Jiménez, O.A. Ruano, F. Carreño, Effect of warm accumulative roll bonding on the evolution of microstructure, texture and creep properties in the 7075 aluminium alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 556 (2012) 287–294. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.06.089>.
- [79] B. Beausir, J. Scharnweber, J. Jaschinski, H.G. Brokmeier, T. Hausöl, C.G. Oertel, H.W. Höppel, P. Chekhonin, W. Skrotzki, Mechanical Anisotropy of Aluminium Laminates Produced by ARB, *Mater. Sci. Forum.* 702–703 (2011) 151–156. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.702-703.151>.
- [80] P. Chekhonin, B. Beausir, J. Scharnweber, C.G. Oertel, T. Hausöl, H.W. Höppel, H.G. Brokmeier, W. Skrotzki, Confined recrystallization of high-purity aluminium during accumulative roll bonding of aluminium laminates, *Acta Mater.* 60 (2012) 4661–4671. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.04.004>.
- [81] S. Roy, B.R. Nataraj, S. Suwas, S. Kumar, K. Chattopadhyay, Accumulative roll bonding of aluminum alloys 2219/5086 laminates: Microstructural evolution and tensile properties, *Mater. Des.* 36 (2012) 529–539. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.11.015>.
- [82] M. Reza Toroghinejad, F. Ashrafizadeh, R. Jamaati, On the use of accumulative roll bonding process to develop nanostructured aluminum alloy 5083, *Mater. Sci. Eng. A.* 561 (2013) 145–151. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.11.010>.
- [83] M.R. Morovati, B.M. Dariani, The effect of annealing on the formability of aluminum 1200 after accumulative roll bonding, *J. Manuf. Process.* 30 (2017) 241–254. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2017.09.013>.
- [84] P. Chekhonin, D. Zöllner, E. Zimmer, J. Scharnweber, J. Romberg, W. Skrotzki, Microstructure of accumulative roll bonded high purity aluminium laminates, *Materialia.* 5 (2019) 100236. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100236>.
- [85] V.G. Arigela, N.R. Palukuri, D. Singh, S.K. Kolli, J. Rengaswamy, P. Chekhonin, J. Scharnweber, W. Skrotzki, Evolution of microstructure and mechanical properties in 2014 and 6063 similar

- and dissimilar aluminium alloy laminates produced by accumulative roll bonding, *J. Alloys Compd.* 790 (2019) 917–927. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.03.231>.
- [86] Z.J. Wang, M. Ma, Z.X. Qiu, J.X. Zhang, W.C. Liu, Microstructure, texture and mechanical properties of AA 1060 aluminum alloy processed by cryogenic accumulative roll bonding, *Mater. Charact.* 139 (2018) 269–278. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.03.016>.
- [87] M. Naseri, M. Reihanian, E. Borhani, Effect of strain path on microstructure, deformation texture and mechanical properties of nano/ultrafine grained AA1050 processed by accumulative roll bonding (ARB), *Mater. Sci. Eng. A.* 673 (2016) 288–298. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.07.031>.
- [88] W.J. Kim, J.K. Kim, H.K. Kim, J.W. Park, Y.H. Jeong, Effect of post equal-channel-angular-pressing aging on the modified 7075 Al alloy containing Sc, *J. Alloys Compd.* 450 (2008) 222–228. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2006.10.151>.
- [89] M. Moghaddam, A. Zarei-Hanzaki, M.H. Pishbin, A.H. Shafieizad, V.B. Oliveira, Characterization of the microstructure, texture and mechanical properties of 7075 aluminum alloy in early stage of severe plastic deformation, *Mater. Charact.* 119 (2016) 137–147. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2016.07.026>.
- [90] W. Reimers, R. Dupke, Procedures for Residual Stress Analysis in Textured and in Coarse Grained Materials, *Textures Microstruct.* 23 (1995) 173–183. <https://doi.org/10.1155/tsm.23.173>.
- [91] V. Pandey, J.K. Singh, K. Chattopadhyay, N.C.S. Srinivas, V. Singh, Influence of ultrasonic shot peening on corrosion behavior of 7075 aluminum alloy, *J. Alloys Compd.* 723 (2017) 826–840. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.06.310>.
- [92] G. da Silva Savonov, M.G.G. Camarina, L.O. Rocha, M.J.R. Barboza, G.V. Martins, D.A.P. Reis, Study of the influence of the RRA thermal treatment and plasma nitriding on corrosion behavior of 7075-T6 aluminum alloy, *Surf. Coatings Technol.* 374 (2019) 736–744. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.04.095>.
- [93] D.R. Askeland, P.P. Phulé, *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*, 4 th, México, 2004.
- [94] L.F. Mondolfo, Structure of the aluminium: magnesium: zinc alloys, *Metall. Rev.* 16 (1971) 95–124. <https://doi.org/https://doi.org/10.1179/mtlr.1971.16.1.95>.
- [95] H.R.A. M. Taheri-Mandarjani, A. Zarei-Hanzaki, Hot ductility behavior of an extruded 7075 aluminum alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 637 (2015) 107–122. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.03.038>.
- [96] A. Azarniya, A.K. Taheri, K.K. Taheri, Recent advances in ageing of 7xxx series aluminum alloys: A physical metallurgy perspective, *J. Alloys Compd.* 781 (2019) 945–983. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.11.286>.
- [97] Y.C. Lin, Y. Jiang, X. Chen, D. Wen, H. Zhou, Effect of creep-aging on precipitates of 7075 aluminum alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 588 (2013) 347–356. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.09.045>.
- [98] A. Charai, T. Walther, C. Alfonso, A.M. Zahra, C.Y. Zahra, Coexistence of clusters, GPB zones, S^{''}-, S'- and S-phases in an Al-0.9% Cu-1.4% Mg alloy, *Acta Mater.* 48 (2000) 2751–2764. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(99\)00422-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00422-X).
- [99] S.C. Wang, M.J. Starink, Two types of S phase precipitates in Al-Cu-Mg alloys, *Acta Mater.* 55 (2007) 933–941. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.09.015>.
- [100] M.J. Styles, R.K.W. Marceau, T.J. Bastow, H.E.A. Brand, M.A. Gibson, C.R. Hutchinson, The competition between metastable and equilibrium S (Al₂CuMg) phase during the decomposition of AlCuMg alloys, *Acta Mater.* 98 (2015) 64–80. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.07.011>.
- [101] L.F. Mondolfo, *Aluminum Alloys, Structure and Properties*, 1 st, 1976.

- [102] P. Asghari-rad, The Effect of " Repetitive Corrugation and Straightening by Rolling " (RCSR) Process on the Semi-solid Microstructure of A356 Aluminum Alloy, in: 2016.
- [103] H. Alvandi, K. Farmanesh, Microstructural and Mechanical Properties of Nano/Ultra-fine Structured 7075 Aluminum Alloy by Accumulative Roll-Bonding Process, *Procedia Mater. Sci.* 11 (2015) 17–23. <https://doi.org/10.1016/j.mspro.2015.11.020>.
- [104] F. Habiby, A.U. Haq, F.H. Hashmi, A.Q. Khan, Some remarks on the hardness and yield strength of aluminum alloy 7075 as a function of retrogression time, *Metall. Trans. A.* 18 (1987) 350–353. <https://doi.org/10.1007/BF02825718>.
- [105] J.B.V.S. R. M. Allen, A High Resolution Transmission Electron Microscope Study of Early Stage Precipitation on Dislocation Lines in Al-Zn-Mg, *Matellurgical Trans. A.* 9 (1978) 1251–1258.
- [106] B. Hutchinson, The cube texture revisited, *Mater. Sci. Forum.* 702–703 (2012) 3–10. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.702-703.3>.
- [107] L.A.I. Kestens, H. Pirgazi, Texture formation in metal alloys with cubic crystal structures, *Mater. Sci. Technol. (United Kingdom)*. 32 (2016) 1303–1315. <https://doi.org/10.1080/02670836.2016.1231746>.
- [108] J.Y. Huang, Y.T. Zhu, H. Jiang, T.C. Lowe, Microstructures and dislocation configurations in nanostructured Cu processed by repetitive corrugation and straightening, *Acta Mater.* 49 (2001) 1497–1505. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(01\)00069-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00069-6).
- [109] S.D. Terhune, D.L. Swisher, Z. Horita, T.G. Langdon, T.R. Mcnelley, An Investigation of Microstructure and Grain-Boundary Evolution during ECA Pressing of Pure Aluminum, 33 (2002) 2173–2184.
- [110] S. Mironov, Y.S. Sato, H. Kokawa, *Friction-stir processing*, Elsevier Inc., 2018. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814599-9.00004-3>.
- [111] R. Obbard, I. Baker, K. Sieg, Using electron backscatter diffraction patterns to examine recrystallization in polar ice sheets, *J. Glaciol.* 52 (2006) 546–557. <https://doi.org/10.3189/172756506781828458>.
- [112] S. Sabbaghianrad, S.A. Torbati-Sarraf, T.G. Langdon, An investigation of the limits of grain refinement after processing by a combination of severe plastic deformation techniques: A comparison of Al and Mg alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 712 (2018) 373–379. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.090>.
- [113] A.K. Talachi, M. Eizadjou, H.D. Manesh, K. Janghorban, Wear characteristics of severely deformed aluminum sheets by accumulative roll bonding (ARB) process, *Mater. Charact.* 62 (2011) 12–21. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2010.10.003>.
- [114] R. Kaibyshev, A. Mogucheva, Effect of ECAP on Mechanical Properties of an AA2014 Alloy, 669 (2011) 931–936. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.667-669.931>.
- [115] J.K. Mackenzie, Second Paper on Statistics Associated with the Random Disorientation of Cubes, *Biometrika.* 45 (1958) 229–240. <https://doi.org/10.2307/2333059>.
- [116] R.Z. Valiev, Structure and mechanical properties of ultrafine-grained metals, *Mater. Sci. Eng. A.* 234–236 (1997) 59–66. [https://doi.org/10.1016/s0921-5093\(97\)00183-4](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(97)00183-4).
- [117] S.S.S. Kumar, T. Raghu, Strain path effects on microstructural evolution and mechanical behaviour of constrained groove pressed aluminium sheets, *JMADE.* 88 (2015) 799–809. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.09.057>.
- [118] J.H. Cho, A.D. Rollett, K.H. Oh, Determination of volume fractions of texture components with standard distributions in Euler space, *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 35 (2004) 1075–1086. <https://doi.org/10.1007/s11661-004-1010-y>.
- [119] E.A. El-Danaf, Mechanical properties, microstructure and micro-texture evolution for 1050AA deformed by equal channel angular pressing (ECAP) and post ECAP plane strain compression using two loading schemes, *Mater. Des.* 34 (2012) 793–807.

- <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.07.006>.
- [120] A.J. Wilkinson, Deformation Textures, in: *Encycl. Mater. Sci. Technol.*, 2001: pp. 2022–2026. <https://doi.org/doi:10.1016/b0-08-043152-6/00368-5>.
- [121] W.C. Liu, T. Zhai, C.S. Man, B. Radhakrishnan, J.G. Morris, Effect of initial texture on texture evolution in cold-rolled AA 5182 aluminium alloy, *Philos. Mag.* 84 (2004) 3305–3321. <https://doi.org/10.1080/14786430412331283082>.
- [122] K.T. Kashyap, On the origin of recrystallization textures, *Bull. Mater. Sci.* 24 (2001) 23–26.
- [123] O. V. Mishin, G. Gottstein, Grain boundary ensembles due to grain growth in copper with strong recrystallization texture, *Mater. Sci. Eng. A.* 249 (1998) 71–78. [https://doi.org/10.1016/s0921-5093\(98\)00622-4](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(98)00622-4).
- [124] T. Kamijo, A. Fujiwara, Formation of cube texture in copper single crystals, 39 (1991) 1947–1952.
- [125] R. Jayaganthan, H.G. Brokmeier, B. Schwebke, S.K. Panigrahi, Microstructure and texture evolution in cryorolled Al 7075 alloy, *J. Alloys Compd.* 496 (2010) 183–188. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2010.02.111>.
- [126] J. De Paula Martins, A.L.M. De Carvalho, A.F. Padilha, Texture analysis of cold rolled and annealed aluminum alloy produced by twin-roll casting, *Mater. Res.* 15 (2012) 97–102. <https://doi.org/10.1590/S1516-14392011005000101>.
- [127] O. Engler, EBSD local texture study on the nucleation of recrystallization at shear bands in the alloy Al-3%Mg, *Scr. Mater.* 44 (2001) 229–236. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(00\)00597-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(00)00597-2).
- [128] T. Ungár, Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening, *Scr. Mater.* 51 (2004) 777–781. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.05.007>.
- [129] C. Wejdemann, U. Lienert, W. Pantleon, Reversal of asymmetry of X-ray peak profiles from individual grains during a strain path change, *Scr. Mater.* 62 (2010) 794–797. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.01.032>.
- [130] I.W. Huang, B.L. Hurley, F. Yang, R.G. Buchheit, Dependence on Temperature, pH, and Cl⁻ in the Uniform Corrosion of Aluminum Alloys 2024-T3, 6061-T6, and 7075-T6, *Electrochim. Acta.* 199 (2016) 242–253. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2016.03.125>.
- [131] C. Wang, T. Wang, L. Cao, G. Zhang, The effect of phase structure on the corrosion behavior of Al100-xMox alloy thin films, *J. Alloys Compd.* 790 (2019) 563–571. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.03.230>.
- [132] D. Song, A. b. Ma, J. h. Jiang, P. h. Lin, D. h. Yang, Corrosion behavior of ultra-fine grained industrial pure Al fabricated by ECAP, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)* 19 (2009) 1065–1070. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(08\)60407-0](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(08)60407-0).
- [133] W. TIAN, S. LI, J. LIU, M. YU, Y. DU, Preparation of bimodal grain size 7075 aviation aluminum alloys and their corrosion properties, *Chinese J. Aeronaut.* 30 (2017) 1777–1788. <https://doi.org/10.1016/j.cja.2017.06.001>.
- [134] K. Sadananda, A.K. Vasudevan, Review of Environmentally Assisted Cracking, *Metall. Mater. Trans. A.* 42 (2011) 279–295. <https://doi.org/10.1007/s11661-010-0472-3>.
- [135] X.Y. Sun, B. Zhang, H.Q. Lin, Y. Zhou, L. Sun, J.Q. Wang, E.H. Han, W. Ke, Correlations between stress corrosion cracking susceptibility and grain boundary microstructures for an Al-Zn-Mg alloy, *Corros. Sci.* 77 (2013) 103–112. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2013.07.032>.
- [136] T.C. Tsai, T.H. Chuang, Role of grain size on the stress corrosion cracking of 7475 aluminum alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 225 (1997) 135–144. [https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(96\)10840-6](https://doi.org/https://doi.org/10.1016/S0921-5093(96)10840-6).
- [137] S. Mirab, M. Nili-Ahmadabadi, A. Khajezade, H.R. Jafarian, Correlation between poly-modal

- grain size and peculiar mechanical properties of pure aluminum deformed by RCSR process, *Mater. Sci. Eng. A.* 700 (2017) 416–424. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.06.021>.
- [138] D. Orlov, Y. Todaka, M. Umemoto, N. Tsuji, Formation of bimodal grain structures in high purity Al by reversal high pressure torsion, *Scr. Mater.* 64 (2011) 498–501. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.11.020>.
- [139] E. Borhani, H. Jafarian, A. Shibata, N. Tsuji, Texture evolution in Al-0.2 mass%Sc alloy during ARB process and subsequent annealing, *Mater. Trans.* 53 (2012) 1863–1869. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MA201223>.
- [140] M. Naseri, M. Reihanian, E. Borhani, A new strategy to simultaneous increase in the strength and ductility of AA2024 alloy via accumulative roll bonding (ARB), *Mater. Sci. Eng. A.* 656 (2016) 12–20. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.01.020>.
- [141] S.M. Ghalehbandi, M. Malaki, Accumulative Roll Bonding — A Review, 2019.
- [142] G. Bergman, J.L.T. Waugh, L. Pauling, The crystal structure of the metallic phase Mg₃₂(Al, Zn)₄₉, *Acta Crystallogr.* 10 (1957) 254–259. <https://doi.org/10.1107/s0365110x57000808>.
- [143] L. Su, C. Lu, H. Li, V. Luzin, H. Wang, K. Tieu, Residual Stress Study of Al/Al Laminates Processed by Accumulative Roll Bonding, *Residual Stress.* 2016. 2 (2017) 359–364. <https://doi.org/10.21741/9781945291173-61>.
- [144] O. Hatamleh, P.M. Singh, H. Garmestani, Corrosion susceptibility of peened friction stir welded 7075 aluminum alloy joints, *Corros. Sci.* 51 (2009) 135–143. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2008.09.031>.
- [145] Q. Liu, D. Juul Jensen, N. Hansen, Effect of grain orientation on deformation structure in cold-rolled polycrystalline aluminium, *Acta Mater.* 46 (1998) 5819–5838. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00229-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00229-8).
- [146] S.G. Wang, E.K. Tian, C.W. Lung, Surface energy of arbitrary crystal plane of bcc and fcc metals, *J. Phys. Chem. Solids.* 61 (2000) 1295–1300. [https://doi.org/10.1016/S0022-3697\(99\)00415-1](https://doi.org/10.1016/S0022-3697(99)00415-1).
- [147] J. Wang, Z. Mi, H. Jiang, R. Wang, Texture-governed electrochemical corrosion behaviour of AA 6082 alloy, *J. Mater. Sci.* 54 (2019) 6608–6623. <https://doi.org/10.1007/s10853-018-03303-9>.
- [148] P. Chen, S.C. Mao, Y. Liu, F. Wang, Y.F. Zhang, Z. Zhang, X.D. Han, In-situ EBSD study of the active slip systems and lattice rotation behavior of surface grains in aluminum alloy during tensile deformation, *Mater. Sci. Eng. A.* 580 (2013) 114–124. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.05.046>.
- [149] J. Tang, Y. Zhang, L. Ye, M. Qu, J. Wu, Z. Zhang, S. Liu, Y. Deng, Effect of Grain Boundary and Crystallographic Orientation on the Stress Corrosion Behavior of an Al-Zn-Mg Alloy, *J. Mater. Eng. Perform.* 28 (2019) 2954–2966. <https://doi.org/10.1007/s11665-019-04050-x>.
- [150] M. Muzyk, Z. Pakieła, K.J. Kurzydłowski, Generalized stacking fault energies of aluminum alloys-density functional theory calculations, *Metals (Basel).* 8 (2018) 12–14. <https://doi.org/10.3390/met8100823>.
- [151] C. Schayes, J. Bouquerel, J.B. Vogt, F. Palleschi, S. Zaeferrer, A comparison of EBSD based strain indicators for the study of Fe-3Si steel subjected to cyclic loading, *Mater. Charact.* 115 (2016) 61–70. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2016.03.020>.
- [152] D. Wallis, L.N. Hansen, T.B. Britton, A.J. Wilkinson, High-Angular Resolution Electron Backscatter Diffraction as a New Tool for Mapping Lattice Distortion in Geological Minerals, *J. Geophys. Res. Solid Earth.* 124 (2019) 6337–6358. <https://doi.org/10.1029/2019JB017867>.
- [153] G.E. Dieter, *Mechanical Metallurgy*, London, 1988.
- [154] K. Edalati, Z. Horita, Significance of homologous temperature in softening behavior and grain size of pure metals processed by high-pressure torsion, *Mater. Sci. Eng. A.* 528 (2011) 7514–

7523. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.06.080>.
- [155] L. Su, C. Lu, A.A. Gazder, A.A. Saleh, G. Deng, K. Tieu, H. Li, Shear texture gradient in AA6061 aluminum alloy processed by accumulative roll bonding with high roll roughness, *J. Alloys Compd.* 594 (2014) 12–22. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.01.125>.
- [156] A. Rezaee-Bazzaz, S. Ahmadian, H. Reihani, Modeling of microstructure and mechanical behavior of ultra fine grained aluminum produced by accumulative roll-bonding, *Mater. Des.* 32 (2011) 4580–4585. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.04.011>.
- [157] M. Alvand, M. Naseri, E. Borhani, H. Abdollah-Pour, Nano/ultrafine grained AA2024 alloy processed by accumulative roll bonding: A study of microstructure, deformation texture and mechanical properties, *J. Alloys Compd.* 712 (2017) 517–525. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.04.117>.
- [158] N. Thangapandian, S. Balasivanandha Prabu, K.A. Padmanabhan, Effect of Temperature on Grain Size in AA6063 Aluminum Alloy Subjected to Repetitive Corrugation and Straightening, *Acta Metall. Sin. (English Lett.* 32 (2019) 835–844. <https://doi.org/10.1007/s40195-018-0866-6>.