



Universidad Autónoma de San Luis Potosí

Facultad de Ingeniería

Centro de Investigación y Estudios de Posgrado

**Microestructura y propiedades mecánicas de aleaciones
AA7075-G fabricadas mediante aleado mecánico**

TESIS

Que para obtener el grado de
Maestro en Metalurgia e Ingeniería de Materiales

Presenta:

Ing. Edwing Rogelio Salazar Ávila

Asesor: Dr. Emmanuel José Gutiérrez Castañeda

Co-asesor: Dr. Rogelio Deaquino Lara

San Luis Potosí, S. L. P.

Mayo de 2017



AGRADECIMIENTOS

A mi familia: Por siempre estar conmigo, por las risas, por los consejos, por el sufrimiento, pero sobre todo por ser la fuerza que me impulsa a siempre seguir creciendo y no perder el rumbo.

¡Gracias familia Monstruck!

A mis Amigos: Por siempre preguntar ¿Cómo va la tesis? Y en especial a esos que están a 200km o más de distancia. A Oscar y Guadalupe "Mis Hermanos".

A mi Asesor y Co-asesor: Dr. Emmanuel José Gutiérrez Castañeda y Dr. Rogelio Deaquino Lara, por su guía durante todo el camino y por las toneladas de paciencia que tuvieron. ¡Gracias Docs!.

A mis Revisores de Tesis: Dra. Sandra Luz Rodríguez Reyna, Dr. José Luis Hernández Rivera y Dra. Esperanza Elizabeth Martínez Flores por el tiempo que dedicaron para la revisión minuciosa de este documento.

Al CONACYT: Por la beca otorgada para mis estudios de maestría (No. 573533) y por la beca mixta para la realización de una estancia académica en el extranjero.

A la Universidad de Texas en San Antonio: Gracias a la por recibirme con los brazos abiertos, en especial al Dr. Arturo Ponce por el apoyo para la realización de la estancia académica bajo su cargo y al Dr. Miguel Yacamán por su apoyo y aportaciones al trabajo.

A la Secretaría de Investigación y Posgrado (SIP-UASLP): Se extiende un agradecimiento especial por la beca otorgada para la terminación de esta tesis mediante el fondo de apoyo a la investigación a través del proyecto No. 260010062.

Al Centro de investigación y de Estudios Avanzados del IPN (Unidad Saltillo): En especial al Dr. Armando Salinas Rodríguez por las facilidades que se brindaron para realizar una gran parte del trabajo experimental de la Tesis.

Al personal del Instituto de Metalurgia: Dr. Rocha por sus sesiones de terapia para alumnos en crisis de escritura de tesis. A Rosa Lina, A. Alberto Torres Castillo, Claudia Elías, Nubia Arteaga, Naye, Jenny, Fernando, Alfredo por su disposición y apoyo en los laboratorios y trámites y pláticas dentro de la institución.

Finalmente, se agradece la colaboración y el apoyo del Dr. Héctor Dorantes (IPN) y Dr. Enrique Díaz Barriga (CIQA-Saltillo) para la observación de las muestras extruidas mediante microscopía electrónica de transmisión.

RESUMEN

En el presente trabajo, se fabricaron mediante Aleado Mecánico (AM) materiales compuestos: AA7075-G. Se utilizaron polvos de los elementos que constituyen la aleación AA7075 y como material de refuerzo el Grafito (G). La consolidación de estos polvos se realizó mediante extrusión indirecta en caliente.

Se estudiaron los efectos del contenido de G (0, 0.5 y 1 % en peso) y del tiempo de AM (0, 5 y 10 h) sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de las aleaciones AA7075-G investigadas.

El tamaño de partícula en polvos se determinó mediante difracción láser y microscopía electrónica de barrido. El tamaño de cristalita se determinó a partir de micrografías obtenidas haciendo uso de microscopía electrónica de transmisión con la técnica de campo oscuro, y mediante difracción de rayos-X utilizando la ecuación de Williamson-Hall. La técnica de difracción de rayos-X también fue utilizada para determinar la formación de segundas fases durante el sinterizado y la extrusión en caliente.

La microestructura de las muestras extruidas se caracterizó mediante precesión de electrones y difracción de electrones retrodispersados, a partir de análisis de desorientación interna, distribución de tamaños de grano y análisis de textura cristalográfica. Finalmente, las propiedades mecánicas de las muestras extruidas se determinaron mediante mediciones de microdureza y ensayos de tensión uniaxial.

De acuerdo a los resultados obtenidos, las mejores propiedades mecánicas se obtienen con 1 %G y 10 h de AM: 138 HVN, σ_y : 365 MPa y σ_{max} : 443 MPa. Estos valores son significativamente más elevados que en muestras sin AM y sin G: 79 HVN, σ_y : 173 MPa y σ_{max} : 243 MPa, y que aleaciones AA7075-O producidas

por métodos convencionales de recocido: 63 HVN, σ_y : 96 MPa y σ_{max} : 221 MPa. No obstante, estos valores son inferiores a los obtenidas en una aleación AA7075-T6 (tratada térmicamente y envejecida artificialmente): 175 HV, σ_y : 503 MPa y σ_{max} : 572 MPa.

En general, se observó que la textura desarrollada en las muestras extruidas fue aleatoria, considerando el bajo valor numérico de las ODF's. Por lo tanto, el incremento en la resistencia mecánica de las aleaciones investigadas con respecto a la aleación AA7075-O, está relacionado con los mecanismos de endurecimiento por refinamiento de grano y por dispersión de Al_4C_3 , $MgZn_2$ y Al_2O_3 (formados durante el sinterizado y la extrusión) en la matriz de aluminio.

ABSTRACT

In the present work, aluminum matrix composites AA7075-G were fabricated by mechanical alloying (MA). There were used powders of the elements that constitute the alloy AA7075 and Graphite (G) as reinforcement material. Indirect hot-extrusion was used for the powders consolidation.

There were studied the effects of G (0, 0.5 and 1 wt. %) and time of MA (0, 5 and 10 h) on the microstructure and mechanical properties of the investigated AA7075-G alloys.

Particulate size in powders was determined by laser diffraction and scanning electron microscopy. Crystallite size was determined from micrographs obtained by transmission electron microscopy using the dark field technique, and by X-ray diffraction using the Williamson-Hall equation. The X-ray diffraction technique was also used to determine the formation of second phases during hot-extrusion.

The microstructure of extruded samples was characterized by precession electron diffraction and electron backscatter diffraction, from analyses of internal misorientation, grain size distribution and crystallographic texture. Finally, mechanical properties of the extruded samples were determined by microhardness measurements and uniaxial tensile tests.

According to the results obtained, the best mechanical properties were obtained with 1 %G and 10 h of MA: 138 HVN, σ_y : 365 MPa and σ_{max} : 443 MPa. These values are significantly higher than those of samples without MA: 79 HV, σ_y : 173 MPa and σ_{max} : 243 MPa, and higher than the ones observed in AA7075-O alloys produced by conventional methods of annealing: 63 HVN, σ_y : 96 MPa and σ_{max} : 221 MPa. However, these values are inferior to those of an AA7075-T6

alloy (solution heat treated and then artificially aged): 175 HV, σ_y : 503 MPa and σ_{max} : 572 MPa.

In general, it was observed that crystallographic texture developed in the extruded materials was random considering the low value of the ODF's. Therefore, the increment in the mechanical strength of the investigated alloys with respect to the AA7075-O alloy, was related to the mechanisms of hardening by grain refinement and dispersion of Al_4C_3 , $MgZn_2$ and Al_2O_3 (formed during sintering and extrusion) in the aluminum matrix.

CONTENIDO

RESUMEN.....	iii
ABSTRACT.....	v
CONTENIDO	vii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	x
ÍNDICE DE TABLAS.....	xv
SIMBOLOGÍA Y ABREVIATURAS.....	xvi
INTRODUCCIÓN.....	1
OBJETIVO.....	3
OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	3
JUSTIFICACIÓN.....	4
CAPÍTULO 1. MATERIALES COMPUESTOS Y FACTORES MICROESTRUCTURALES QUE AFECTAN SU COMPORTAMIENTO MECÁNICO.....	6
1.1 Aluminio y sus aleaciones.....	6
1.2 Materiales compuestos.....	8
1.2.1 Grafito como material de refuerzo.....	9
1.2.2 Métodos de obtención de materiales compuestos de matriz metálica....	10
1.2.2.1 Aleado mecánico.....	11
1.3 Generalidades del proceso de extrusión.....	15
1.3.1 Extrusión en caliente de aleaciones de aluminio AA7075.....	19

1.3.2 Efectos de las variables del proceso y del contenido de material de refuerzo sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de aleaciones AA7075 producidas mediante molienda o aleado mecánico y extrusión en caliente.....	24
1.4 Descripción de una textura cristalográfica.....	38
1.5 Efectos de la composición química y variables del proceso sobre la textura cristalográfica en aluminio y aleaciones de aluminio	42
1.6 Texturas cristalográficas obtenidas en aleaciones de aluminio procesadas mediante extrusión.....	46
CAPÍTULO 2. METODOLOGÍA PARA DETERMINAR LOS EFECTOS DEL CONTENIDO DE GRAFITO Y EL TIEMPO DE MOLIENDA SOBRE LA MICROESTRUCTURA Y PROPIEDADES MECÁNICAS DE ALEACIONES AA7075-G FABRICADAS MEDIANTE ALEADO MECÁNICO Y EXTRUSIÓN EN CALIENTE.....	51
2.1 Síntesis de materiales compuestos AA7075-G.....	53
2.2 Consolidación de polvos mediante sinterizado y extrusión en caliente.....	54
2.3 Técnicas de caracterización.....	55
2.3.1 Difracción láser.....	55
2.3.2 Difracción de rayos-X.....	56
2.3.3 Microscopía electrónica de barrido.....	56
2.3.4 Microscopía electrónica de transmisión.....	57
2.3.5 Precesión de electrones.....	58
2.3.6 Difracción de electrones retrodispersados.....	59
2.3.7 Microdureza.....	60
2.3.8 Ensayos de tensión uniaxial.....	60

CAPÍTULO 3. DISCUSIÓN DE LOS EFECTOS DEL CONTENIDO DE GRAFITO Y EL TIEMPO DE MOLIENDA SOBRE LA MICROESTRUCTURA Y PROPIEDADES MECÁNICAS DE ALEACIONES AA7075-G FABRICADAS MEDIANTE ALEADO MECÁNICO Y EXTRUSIÓN EN CALIENTE.....	62
3.1 Características estructurales y microestructurales de materiales compuestos AA7075-G obtenidas mediante aleado mecánico.....	62
3.1.1 Tamaño de partícula.....	62
3.1.2 Distribución de tamaños de partícula.....	64
3.1.3 Tamaño de cristalita.....	66
3.2 Características microestructurales y propiedades mecánicas resultantes de la extrusión en caliente.....	72
3.2.1 Microestructura.....	72
3.2.1.1 Segundas fases.....	94
3.2.2 Propiedades mecánicas.....	96
 CONCLUSIONES.....	 105
 TRABAJOS FUTUROS.....	 106
 ANEXOS.....	 107
Anexo 1.....	107
Anexo 2.....	112
 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	 117

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Colisiones bola-polvo-bola durante el aleado mecánico [7].....	12
Figura 2. Evolución de las partículas durante el aleado mecánico: a) etapa inicial, b) etapa intermedia y c) etapa final [7].....	13
Figura 3. Representación esquemática de procesos de extrusión: a) directa, b) indirecta y c) hidrostática [36].....	16
Figura 4. Comparación de fuerzas y desplazamiento de herramientas durante los procesos de extrusión [36].....	17
Figura 5. Curvas de esfuerzo-deformación de una aleación de aluminio AA7075 en función de la temperatura y la velocidad de extrusión: a) $0.004s^{-1}$ y b) $0.04s^{-1}$ [37].....	21
Figura 6. Efecto de la temperatura de extrusión sobre la microestructura de aleaciones AA7075: a) $450\text{ }^{\circ}\text{C}$, b) $500\text{ }^{\circ}\text{C}$, c) $520\text{ }^{\circ}\text{C}$, d) $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ y e) $580\text{ }^{\circ}\text{C}$ [37]...	23
Figura 7. Patrones de XRD de polvos AA7075-Ag-C que muestran el efecto del tiempo de MM en: a) muestras sin material de refuerzo y, la concentración de nanopartículas de Ag-C en muestras molidas por b) 5 h y c) 15 h [38].....	25
Figura 8. Patrones de XRD de materiales extruidos que muestran el efecto del tiempo de MM en: a) muestras sin material de refuerzo y, la concentración de nanopartículas de Ag-C en muestras previamente molidas por b) 5 h y c) 15 h [38].....	26
Figura 9. Propiedades mecánicas de aleaciones AA7075-Ag-C en función del contenido del material de refuerzo y del tiempo de MM: a) microdureza, b) esfuerzo (σ_y , σ_{max}) y c) elongación [38].....	29
Figura 10. Imágenes obtenidas mediante SEM que muestran las características de los polvos AA7075-G después de: a) 5 h y b) 10 h de AM [14].....	30
Figura 11. Imágenes obtenidas mediante TEM que muestran partículas de polvos AA7075-0.5G después de 10 h de AM: a) campo claro y b) campo oscuro [14].....	30

Figura 12. Patrones de difracción de rayos-X de muestras AA7075-G obtenidas después de: a) AM y b) extrusión en caliente [14].....	31
Figura 13. Imágenes obtenidas mediante TEM en muestras AA7075-G extruidas en caliente [14].....	31
Figura 14. Imágenes obtenidas mediante TEM en muestras AA7075 sin grafito extruidas en caliente previamente molidas: (campo claro); a) 0 h, b) 5 h, c) 10 h y (campo oscuro); d) 0 h, e) 5 h y f) 10 h [14].....	32
Figura 15. Mapas de calidad de imagen obtenidos mediante EBSD que muestran la microestructura y la distribución de tamaños de grano de muestras extruidas previamente molidas: a) 0 h, b) 5 h y c) 10 h [14].....	33
Figura 16. Espacio de Euler utilizado para representar la función de distribución de orientaciones en tres dimensiones. Se muestran las principales fibras de textura en materiales FCC [21].....	40
Figura 17. Sección: a) $\varphi_2=0^\circ$ y b) $\varphi_2=45^\circ$ de la función de distribución de orientaciones de materiales cúbicos, donde se muestran las componentes de textura ideales: C (001)[0 $\bar{1}$ 0], Gs (110)[001], Bs (110)[1 $\bar{1}$ 2], Cu (112)[111] [40].....	41
Figura 18. Función de distribución de orientaciones que muestra las texturas de deformación (90% de reducción en espesor) en Al [21].....	42
Figura 19. Función de distribución de orientaciones que muestra las texturas de recristalización de aleaciones Al-3%Mg previamente deformadas: a) 90% y b) 97.5% de reducción en espesor [21].....	43
Figura 20. Función de distribución de orientaciones obtenida en aleaciones Al-1%Mn durante: a) recristalización primaria, b) etapa inicial del crecimiento de grano y c) etapa final del crecimiento [21].....	45
Figura 21. Función de distribución de orientaciones que muestra las texturas de aleaciones Al-1%Mg-1%Mn después de la laminación en caliente [21].....	46
Figura 22. Microestructura de la aleación de aluminio AA7075 después de la extrusión en caliente [19].....	48
Figura 23. Función de distribución de orientaciones de la aleación AA7075 extruida [19].....	48

Figura 24. Metodología utilizada para el desarrollo del presente trabajo.....	52
Figura 25. Efecto del tiempo de AM y el contenido de G sobre el tamaño de partícula de los polvos. (Izquierda) Muestras con 5 h y (derecha) con 10 h de AM: a, d) 0 %G, b, e) 0.5 %G y c, f) 1.0 %G.....	63
Figura 26. Distribuciones de tamaño de partícula obtenidas mediante LD en función del tiempo de AM y del contenido de G: a) 5 h, 0 %G; b) 5 h, 0.5 %G; c) 5 h, 1 %G; d) 10 h, 0 %G; e) 10 h, 0.5 %G y f) 10 h, 1 %G.....	65
Figura 27. Efecto del tiempo de molienda y del contenido de grafito sobre el tamaño de partícula promedio obtenido mediante difracción láser.....	66
Figura 28. Patrones de difracción de rayos-X correspondientes a los polvos: a) 0 h, 0 %G; b) 5 h, 0 %G; c) 5 h, 0.5 %G; d) 5 h, 1 %G; e) 10 h, 0 %G; f) 10 h, 0.5 %G y g) 10 h, 1 %G.....	68
Figura 29. Ampliación de los patrones de difracción de rayos-X correspondientes a los polvos: a) 0 h, 0 %G; b) 5 h, 0 %G; c) 5 h, 0.5 %G; d) 5 h, 1 %G; e) 10 h, 0 %G; f) 10 h, 0.5 %G y g) 10 h, 1 %G.....	69
Figura 30. Tamaño de cristalita obtenido mediante el método de Williamson-Hall en función del tiempo de AM y del contenido de grafito.....	70
Figura 31. Imágenes obtenidas mediante TEM en muestras con 5 h de AM y sin material de refuerzo: a, b) campo claro; c, d) campo oscuro y e) patrón de difracción: d = distancia interplanar.....	71
Figura 32. Mapas de orientación obtenidos en muestras extruidas: a) 0 h, 0 %G; b) 5 h, 0 %G; c) 5 h, 0.5 %G; d) 5 h, 1.0 %G y e) figura de polos inversa [001].....	74
Figura 33. Mapas de orientación obtenidos en muestras extruidas: a) 0 h, 0 %G; b) 10 h, 0 %G; c) 10 h, 0.5 %G; d) 10 h, 1.0 %G y e) figura de polos inversa [001]...	75
Figura 34. Análisis de desorientación interna en muestras extruidas: a, b) sin molienda y sin material de refuerzo (0 h, 0 %G); c, d) 5 h de AM, 0.5 %G; e, f) 5 h de AM, 1 %G.....	77
Figura 35. Análisis de desorientación interna en muestras extruidas: a, b) sin AM y sin material de refuerzo (0 h, 0 % G); c, d) 10 h de AM, 0.5 %G; e, f) 10 h de AM, 1 %G.....	78

Figura 36. Mapas de desorientación de muestras extruidas: a) sin AM y sin material de refuerzo (0 h, 0 %G), y con 5 h de AM, b) 0 %G, c) 0.5 %G y d) 1 %G.	81
Figura 37. Mapas de desorientación de muestras extruidas: a) sin AM y sin material de refuerzo (0 h, 0 %G), y con 10 h de AM, b) 0 %G, c) 0.5 %G y d) 1 %G.....	82
Figura 38. Distribución del tamaño de grano en muestras extruidas: a) sin AM y sin material de refuerzo; b, c, d) 5 h y e, f, g) 10 h de AM, con 0 %G, 0.5 %G y 1 % G, respectivamente.....	85
Figura 39. Mapas de orientación de muestras extruidas: a) sin AM y sin material de refuerzo, y con 5 h de AM, b) 0 %G, c) 0.5 %G y d) 1 %G.....	87
Figura 40. Mapas de orientación de muestras extruidas: a) sin AM y sin material de refuerzo, y con 10 h de AM, b) 0 % G, c) 0.5 %G y d) 1 %G.....	88
Figura 41. Secciones $\varphi_2=0^\circ$ y $\varphi_2=45^\circ$ de la ODF de muestras extruidas: a) sin AM y sin material de refuerzo, y con 5 h de AM, b) 0 %G, c) 0.5 %G y d) 1 %G.....	92
Figura 42. Secciones $\varphi_2=0^\circ$ y $\varphi_2=45^\circ$ de la ODF de muestras extruidas: a) sin AM y sin material de refuerzo, y con 10 h de AM, b) 0 %G, c) 0.5 %G y d) 1 %G.....	93
Figura 43. Patrones de XRD de muestras extruidas: a) 0 h, 0 %G; b) 5 h, 0 %G; c) 5 h, 0.5 %G; d) 5 h, 1 %G; e) 10 h, 0 %G; f) 10 h, 0.5 %G y g) 10 h, 1 %G.....	95
Figura 44. Imágenes obtenidas mediante TEM que muestran evidencia de la formación de Al_4C_3 durante la extrusión en caliente.....	95
Figura 45. Microdureza de muestras extruidas en función del tiempo de AM y del contenido de grafito.....	99
Figura 46. Resistencia a la cedencia de muestras extruidas en función del tiempo de AM y del contenido de grafito.....	99
Figura 47. Resistencia a la tracción de muestras extruidas en función del tiempo de AM y del contenido de grafito.....	100
Figura 48. Elongación a fractura de muestras extruidas en función del tiempo de AM y del contenido de grafito.....	100

Figura 49. Efecto del contenido de G sobre la resistencia a la cedencia y el tamaño de grano promedio de muestras extruidas con: a) 5 h y b) 10 h de AM..	102
Figura 50. Dependencia de la resistencia a la cedencia con el tamaño de grano en muestras extruidas con: a) 5 h y b) 10 h de AM.....	104
Figura 51. Diagrama de la deformación homogénea o no homogénea de un cristal [32].....	109
Figura 52. Gráfica $B\cos\theta$ vs $\text{Sen}\theta$ para obtener los valores de la ecuación de Williamson-Hall [32].....	111
Figura 53. Función de distribución de orientaciones de muestras sin AM y sin material de refuerzo (0 h, 0 %G).....	113
Figura 54. Función de distribución de orientaciones de muestras con 5 h de AM y sin material de refuerzo (5 h, 0 %G).....	113
Figura 55. Función de distribución de orientaciones de muestras con 5 h de AM y 0.5 % de grafito (5 h, 0.5 %G).....	114
Figura 56. Función de distribución de orientaciones de muestras con 5 h de AM y 1 % de grafito (5 h, 1 %G).....	114
Figura 57. Función de distribución de orientaciones de muestras con 10 h de AM y sin material de refuerzo (10 h, 0 %G).....	115
Figura 58. Función de distribución de orientaciones de muestras con 10 h de AM y 0.5 % de grafito (10 h, 0.5 %G).....	115
Figura 59. Función de distribución de orientaciones de muestras con 10 h de AM y 1 % de grafito (10 h, 1 %G).....	116

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Clasificación de las aleaciones de aluminio según la Asociación de Aluminio (AA por sus siglas en inglés) [25].....	7
Tabla 2. Temperaturas comunes para extrusión en caliente de varias aleaciones [30].....	19
Tabla 3. Tamaño de cristalita de compuestos AA7075-Ag-C en función del tiempo de MM y del contenido de nanopartículas [38].....	27
Tabla 4. Propiedades mecánicas de materiales compuestos en función del tiempo de AM y del contenido de grafito [14].....	34
Tabla 5. Composición química y nomenclatura utilizada para la fabricación de los materiales compuestos investigados por R. Deaquino [12].....	35
Tabla 6. Propiedades mecánicas obtenidas en los materiales compuestos extruidos en función del tiempo de AM y de la composición química [12].....	37
Tabla 7. Componentes de textura cristalográfica principales en materiales FCC [21].....	39
Tabla 8. Composición química de los materiales compuestos AA7075-G obtenidos mediante AM (% peso).....	54

SIMBOLOGÍA Y ABREVIATURAS

G	Grafito
h	Hora (s)
g	Gramo (s)
ml	Mililitro (s)
HV	Dureza Vickers
HVN	Número de dureza Vickers
μ HV	Microdureza Vickers
HB	Dureza Brinell
σ_y	Esfuerzo de cedencia
σ_{max}	Esfuerzo último a la tensión
MPa	Megapascuales
UFG	Grano ultrafino, por sus siglas en inglés
ANOVA	Análisis de varianza
FCC	Empaquetamiento cúbico centrado en las caras
C	Componente de textura de Cubo
Gs	Componente de textura de Goss
Bs	Componente de textura Brass (Latón)
T	Componente de textura Taylor
E	Energía requerida para la reducción de tamaño de grano
γ	Energía superficial específica J/m ²
ΔS	Incremento en área superficial
β_{hkl}	Ancho de los tres picos más intensos del difractograma
D	Tamaño de grano
λ	Longitud de onda
k	Factor de forma de partícula
$\varphi_1, \Phi, \varphi_2$	Ángulos de Euler
θ	Ángulo de Bragg

MC	Material compuesto
MMC	Material compuesto de matriz metálica, por sus siglas en inglés
SPD	Deformación plástica severa, por sus siglas en inglés
AM	Aleado mecánico
MA	Aleado mecánico, por sus siglas en inglés
MM	Molienda mecánica
DN	Dirección normal de la muestra
SAP	Polvo de aluminio sinterizado, por sus siglas en inglés
SEM	Microscopía electrónica de barrido, por sus siglas en inglés
TEM	Microscopía electrónica de transmisión, por sus siglas en inglés
kV	Kilovolts
mA	Miliamperio
AA	Asociación de Aluminio, por sus siglas en inglés
ODF	Función de distribución de orientaciones, por sus siglas en inglés
XRD	Difracción de rayos-X, por sus siglas en inglés
LD	Difracción láser, por sus siglas en inglés
PED	Precesión de electrones, por sus siglas en inglés
EBSD	Difracción de electrones retrodispersados, por sus siglas en inglés
SE	Electrones secundarios, por sus siglas en inglés
BSE	Electrones retrodispersados, por sus siglas en inglés
FIB	Haz de iones focalizado, por sus siglas en inglés
mrd	Múltiplo de una distribución aleatoria, por sus siglas en inglés
ECAP	Extrusión en canal angular constante, por sus siglas en inglés
R	Componente de textura del aluminio

K	Extensión del apilamiento de dislocaciones frente a límites de grano
σ_0	Esfuerzo de fricción
DT	Dirección transversal de la muestra
DE	Dirección de extrusión

INTRODUCCIÓN

Actualmente, algunas industrias como la automotriz y la aeronáutica requieren el desarrollo de aleaciones metálicas ligeras con alta resistencia mecánica que permitan, además de mejorar la seguridad de los pasajeros, hacer más eficiente el rendimiento del combustible y disminuir las emisiones de CO₂ [1, 2].

Los materiales compuestos de matriz metálica (MMC, por sus siglas en inglés) son candidatos potenciales que han emergido para satisfacer esta demanda, debido a que pueden, bajo ciertas condiciones, tener una alta resistencia mecánica [3]. Están constituidos, como su nombre lo dice, por una matriz metálica y un material de refuerzo que suele ser un óxido, nitruro o carburo [3].

Uno de los métodos más utilizados para la fabricación de materiales compuestos con matriz metálica en estado sólido es la pulvimetalurgia. Este proceso de fabricación tiene la finalidad de darle a los polvos una forma determinada mediante la compactación y el conformado de los mismos, tendiendo la ventaja de un menor consumo de energía sobre métodos de fusión convencionales [4].

El aleado mecánico, se ha convertido en los últimos años en una de las técnicas más utilizadas en la metalurgia de polvos debido a que es sencilla de realizar, de bajo costo, disminuye la pérdida de material, es posible la obtención de materiales nanoestructurados, puede realizarse a temperatura ambiente y es fácilmente escalable [5-7].

En la fabricación de materiales compuestos de matriz metálica mediante el proceso de aleado mecánico, las matrices de aluminio, titanio y magnesio, han llamado la atención debido a su baja densidad y alta resistencia mecánica. Sin embargo, el magnesio presenta una baja resistencia a la

corrosión y el titanio tiene un costo elevado, razón por la cual los materiales compuestos de matriz de aluminio han recibido un especial interés [7].

En la fabricación de MMC de alta resistencia mecánica específica mediante aleado mecánico, es necesario tener un control apropiado de las variables del proceso así como una elección adecuada del tipo y la cantidad del material de refuerzo en función de la matriz que se utilice.

OBJETIVO

El objetivo general de este trabajo es investigar los efectos del tiempo y del contenido de grafito, sobre las características microestructurales de materiales compuestos AA7075-G producidos mediante Aleado Mecánico (AM). Así mismo, determinar los efectos de la microestructura resultante después del proceso de consolidación sobre las propiedades mecánicas de las aleaciones investigadas. Para lograr el objetivo, se han planteado los siguientes objetivos específicos:

Objetivos específicos:

- Sintetizar y caracterizar materiales compuestos AA7075-G producidos mediante AM en función del tiempo y el contenido de Grafito (G).
- Determinar los efectos del tiempo de AM y el contenido de G sobre el tamaño y la morfología de los polvos, así como el tamaño de cristalita obtenido en los mismos.
- Evaluar los efectos del tiempo de AM y el contenido de G sobre las características microestructurales (segundas fases, tamaño de grano, distribución de tamaño de grano, desorientación interna, textura cristalográfica) del material consolidado.
- Correlacionar los cambios microestructurales producidos durante el AM con las propiedades mecánicas de las aleaciones AA7075-G investigadas.

JUSTIFICACIÓN

Una de las principales dificultades en la fabricación de aleaciones no ferrosas con alta resistencia mecánica mediante métodos de procesamiento convencionales, es la obtención de tamaños de grano menores a $1\ \mu\text{m}$ lo cual se conoce como grano ultrafino (UFG, por sus siglas en inglés) [8].

Las aplicaciones de materiales UFG son gobernadas por dos factores: sus propiedades mecánicas superiores y la facilidad de manufactura que ofrecen respecto a materiales de tamaño de grano convencional [9-11]. La producción de materiales UFG por medio de deformación plástica severa tiene gran potencial para aplicaciones a escala industrial, pues no requiere del empleo de equipos y herramientas especiales [9-11].

El aleado mecánico, es una técnica de procesamiento de polvos que permite la producción de materiales compuestos a partir de mezclas de polvos elementales. Consiste en la deformación severa de partículas de polvo en la cual se involucran de manera repetida, deformación, soldadura, fractura y re-soldadura de las partículas de polvo [7]. Además de la capacidad para crear secciones transversales complejas con materiales que son frágiles, y la excelente calidad superficial del producto terminado, esta técnica permite fabricar materiales compuestos a partir de metales que poseen temperaturas de fusión y densidades muy distintas, por ejemplo “aleaciones de matriz de aluminio reforzadas con grafito (G)” [12-15]. En los últimos años ha sido considerado como la herramienta más poderosa para la fabricación de materiales UFG y materiales nanométricos (nanoestructurados) debido a su simplicidad, equipo relativamente barato y la posibilidad de producir grandes cantidades que pueden ser escaladas hasta varias toneladas.

En el caso particular de aleaciones AA7075-G procesadas mediante aleado mecánico y extrusión en caliente, no existe información estrictamente enfocada al desarrollo de texturas cristalográficas o el grado de desorientación interna y su efecto sobre las propiedades mecánicas.

Es bien conocido que cambios en la composición química o en las variables del proceso pueden producir cambios importantes en la textura cristalográfica o en el grado de desorientación interna, los cuales pueden tener efectos importante sobre las propiedades mencionadas [16-21].

La escasez de información al respecto representa la fuerza impulsora para el desarrollo de este trabajo, por lo que se realizó un análisis de los efectos del tiempo y del contenido del material de refuerzo sobre la microestructura (segundas fases, tamaño de grano, distribución de tamaño de grano, desorientación interna, textura cristalográfica) y las propiedades mecánicas de aleaciones AA7075-G producidas mediante aleado mecánico y extrusión en caliente.

CAPÍTULO 1. MATERIALES COMPUESTOS Y FACTORES MICROESTRUCTURALES QUE AFECTAN SU COMPORTAMIENTO MECÁNICO

1.1 Aluminio y sus aleaciones.

El aluminio además de ser el elemento más abundante en la tierra después del oxígeno y el silicio, es uno de los metales más utilizados en la industria metal mecánica y es el material no ferroso más consumido en el mundo. La producción mundial de aluminio en el 2015 fue de aproximadamente 60 millones de toneladas de las cuales, el 70% fue producido a partir de la mineral y el resto del reciclaje. Este último representa una de las ventajas ambientales más grandes del aluminio sobre otras aleaciones [22-24].

El aluminio es considerado como una opción atractiva en la fabricación de ciertos componentes automotrices y aeroespaciales debido a su baja densidad, lo cual repercute en ahorros considerables de combustible. Sin embargo, tanto el aluminio puro como las aleaciones convencionales obtenidas por fundición, tienen ciertas limitantes en situaciones donde la alta resistencia mecánica es indispensable [24].

La Tabla 1 muestra una clasificación de las aleaciones de Al para forja o fundición de acuerdo a la Asociación de Aluminio (AA, por sus siglas en inglés) [25]. De acuerdo a esta norma, el primer dígito está relacionado con el principal elemento de aleación, mientras que los otros dígitos se relacionan con modificaciones a la aleación principal (cuando el segundo dígito es diferente de cero). Los últimos dos dígitos son números arbitrarios con los cuales se identifica la aleación según la designación [25]. Como se puede observar en la Tabla 1, no todas las aleaciones de aluminio son susceptibles a tratamiento térmico.

Tabla 1. Clasificación de las aleaciones de aluminio según la Asociación de Aluminio (AA por sus siglas en inglés) [25].

Aleaciones para forja o trabajado		
Designación	Aleación	Tratamiento térmico
1xxx	Al puro (>99%)	No endurecible por tratamiento
2xxx	Al- Cu	Endurecible por tratamiento
3xxx	Al-Mn	No endurecible por tratamiento
4xxx	Al-Si	Endurecible por tratamiento
5xxx	Al-Mg	No endurecible por tratamiento
6xxx	Al-Mg-Si	Endurecible por tratamiento
7xxx	Al-Zn	Endurecible por tratamiento
Aleaciones para fundición		
1xxx.x	Al puro (>99%)	No endurecible por tratamiento
2xxx.x	Al- Cu	Endurecible por tratamiento
3xxx.x	Al-Si (Cu y/o Mg)	Endurecible por tratamiento algunas aleaciones
4xxx.x	Al-Si	No endurecible por tratamiento
5xxx.x	Al-Mg	No endurecible por tratamiento
7xxx.x	Al-Zn	Endurecible por tratamiento
8xxx.x	Al-Sn	Endurecible por tratamiento

Las aleaciones de la serie 7XXX tienen al Zn como principal elemento de aleación, este elemento tiende a incrementar la dureza y la resistencia a la tensión [25]. El Mg es utilizado para promover el endurecimiento por precipitación mediante la formación de la fase $MgZn_2$, y el Cu es añadido para

mejorar la resistencia a la corrosión. Elementos como el Cr, Zr, Ti o Mn se utilizan en pequeñas cantidades para controlar el proceso de recristalización [25].

Una de las aleaciones comerciales más importantes de la serie 7XXX es la AA7075, la cual puede ser conformada por distintos procesos y endurecida por tratamiento térmico en presencia de Mg y Cu [23, 24], siendo atractiva cuando se requieren altas relaciones de resistencia mecánica/densidad.

Desafortunadamente, la fabricación de estas aleaciones por procesos convencionales (forjadas y trabajadas en frío con o sin tratamiento térmico subsecuente, o por fundición) tiene ciertas limitaciones para alcanzar una combinación apropiada de resistencia mecánica, rigidez y dureza.

Para superar dichos inconvenientes y satisfacer la creciente demanda tecnológica, los materiales compuestos de matriz metálica, han emergido como candidatos potenciales debido a que pueden presentar una combinación de las propiedades mecánicas mencionadas en función de la matriz y del material de refuerzo utilizados [3].

1.2 Materiales compuestos.

El concepto de materiales compuestos o compósitos de matriz metálica (MMC, por sus siglas en inglés) está basado en la combinación de las propiedades mecánicas de la matriz y el material de refuerzo, para fabricar un material con propiedades superiores [3].

El endurecimiento causado por el material de refuerzo puede ocurrir de dos maneras: directa e indirecta. El primero, se basa en la obstrucción al movimiento de las dislocaciones, y el segundo se relaciona con el cambio en la microestructura producido por el material de refuerzo durante el procesamiento. De esta manera es posible obtener una amplia gama de

propiedades (mecánicas, corrosión, conductividad térmica, etc.) en función del tipo, forma, tamaño y la distribución del material de refuerzo [26]. En algunos casos se pueden obtener incluso propiedades completamente nuevas [3, 27].

El término de microcompósito es un anglicismo utilizado para referir a los materiales compuestos en los cuales el tamaño de los constituyentes es del orden de micrómetros. Sin embargo, cuando el tamaño de los constituyentes es del orden de nanómetros se utiliza el anglicismo de nanocompósito.

1.2.1 Grafito como material de refuerzo.

Algunos materiales empleados como refuerzo en compuestos de matriz metálica base aluminio son: carburo de silicio (SiC), alúmina (Al_2O_3) y grafito (G). Este último ha adquirido un especial interés debido a su baja densidad y bajo costo [3].

El grafito es una de las formas alotrópicas del carbono, así como lo son el diamante y el grafeno. Está formado por 3 enlaces covalentes en un mismo plano a un ángulo de 120° (estructura hexagonal), lo cual lo hace un material extremadamente fuerte. Por otra parte, las uniones entre sus diferentes capas se realizan por fuerzas de Van der Waals permitiendo que el deslizamiento de las mismas sea sumamente fácil.

Los materiales compuestos de matriz de aluminio con partículas de grafito representan una clase de materiales de bajo costo y propiedades mejoradas para una gran variedad de aplicaciones en ingeniería tales como componentes automotrices [12-15]. Actualmente, estos materiales son explorados en busca de propiedades superiores tales como bajo coeficiente

de fricción, alta resistencia al desgaste, alta resistencia mecánica, alta capacidad de amortiguación y buena maquinabilidad [28].

El grafito puede reaccionar con el aluminio y formar carburos, compuestos que poseen alto módulo de Young capaces de restringir el deslizamiento de las dislocaciones, y por lo tanto de incrementar la resistencia mecánica [12-15].

1.2.2 Métodos de obtención de materiales compuestos de matriz metálica.

Las técnicas o métodos para la obtención de materiales compuestos de matriz metálica se clasifican de acuerdo a la condición en la cual se realiza el procesamiento [28].

En estado sólido, se tiene la metalurgia de polvos (pulvimetalurgia), la cual implica para la consolidación procesos de sinterización y prensado en caliente; el aleado mecánico, es una de las técnicas utilizadas en la pulvimetalurgia. En estado semisólido existen procesos como el compocasting. En estado líquido se involucran procesos de fundición e infiltración, mientras que en estado gaseoso se incluyen los procesos de electrodeposición y la atomización.

Dentro de la metalurgia de polvos, unas de las técnicas ampliamente usadas en la elaboración de compósitos de matriz metálica son los procesos de aleado mecánico y molienda mecánica. Estos métodos ofrecen varias ventajas: se realizan a temperatura ambiente o muy cercano a ella, son fáciles de controlar, se puede controlar el tamaño de la matriz y/o del refuerzo, y son fácilmente escalables a nivel industrial [9, 10, 29,30]. A continuación, se presentan algunas generalidades de estos procesos.

1.2.2.1 Aleado mecánico.

El aleado mecánico (AM), es una técnica de procesamiento de polvos que permite la producción de materiales compuestos homogéneos a partir de mezclas de polvos elementales y es actualmente uno de los métodos usados para la producción de materiales nanométricos (nanoestructurados). Fue desarrollado por John Benjamín alrededor de 1966 en los laboratorios de la International Nickel Company (INCO) y fue el resultado de una larga investigación para producir superaleaciones base níquel para su aplicación en turbinas de gas [7].

Dependiendo del estado inicial de los polvos y las etapas de procesamiento involucradas, pueden emplearse dos diferentes términos para denotar el procesamiento de partículas de polvos en molinos de bolas de alta energía: molienda mecánica (MM) y aleado mecánico (AM) [7].

Durante la molienda mecánica se procesan polvos de composición homogénea tales como metales puros, intermetálicos o polvos pre-aleados, que no requieren transferencia de material para la homogeneización. Los polvos procesados ya están aleados y solo es necesaria una reducción en el tamaño de partícula o promover transformaciones que necesitan ser inducidas mecánicamente [31, 32].

El AM involucra la repetida deformación, fractura y soldadura de partículas de polvos sujetas a una molienda constante. Por esta técnica se obtienen soluciones sólidas (en equilibrio o supersaturadas), intermetálicos o fases amorfas a temperatura ambiente, por lo que puede ser utilizada para producir aleaciones que son difíciles o imposibles de obtener mediante técnicas de fusión y colada convencionales.

Durante este proceso, las bolas (medio de molienda) colisionan constantemente con los polvos de tal forma que en cada colisión, una cantidad de polvo es atrapada entre ellas (Figura 1) [7]. Está involucrada la transferencia de material, lo que permite la obtención de una aleación homogénea [7].

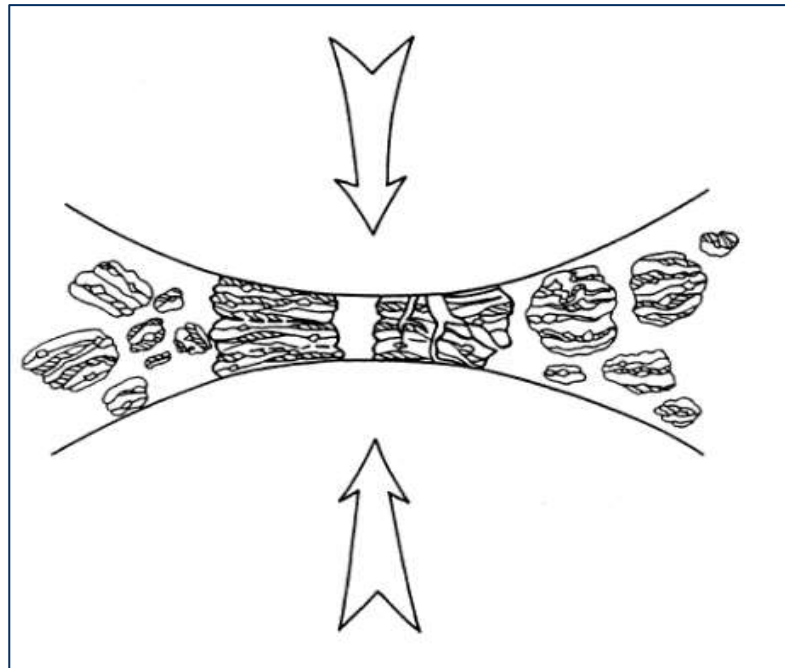


Figura 1. Colisiones bola-polvo-bola durante el aleado mecánico [7].

El proceso de AM se divide en 3 etapas (Figura 2), las cuales se describen a continuación:

Una etapa inicial en la cual las partículas de polvo de metal suave son aplanadas y soldadas en frío formando capas de los elementos iniciales en forma de estructura laminar (Figura 2a). En esta etapa pueden también existir partículas sin soldar de la mezcla original, la composición química varía significativamente de una partícula a otra y dentro de ellas [7].

En una etapa intermedia los procesos de soldadura en frío y fractura continúan, promoviendo el refinamiento de la microestructura. Debido al incremento de la cantidad de trabajo en frío, el número de defectos introducidos en el cristal (dislocaciones, vacancias, límites de grano, etc.) se incrementan con el tiempo y facilitan la difusión. El impacto de las colisiones bola-bola, bola-polvo y bola-pared causan un ligero aumento en la temperatura del polvo lo cual facilita la difusión. Los efectos combinados de todos estos factores provocan que el aleado se lleve a cabo. En esta etapa, las partículas consisten de laminillas complejas y la dispersión de los elementos de inicio se hace más uniforme (Figura 2b) [7].

En la etapa final, la estructura laminar se hace más fina y más compleja, la composición de las partículas se aproxima a la composición de la mezcla de partida (Figura 2c). En este punto se dice que el material ha alcanzado un estado estable. Cuando el proceso se ha completado, no es posible observar las laminillas mediante técnicas de microscopía óptica, y un mayor procesamiento no mejorará la distribución de los elementos de la mezcla (aleantes, dispersantes, etc.) [7].

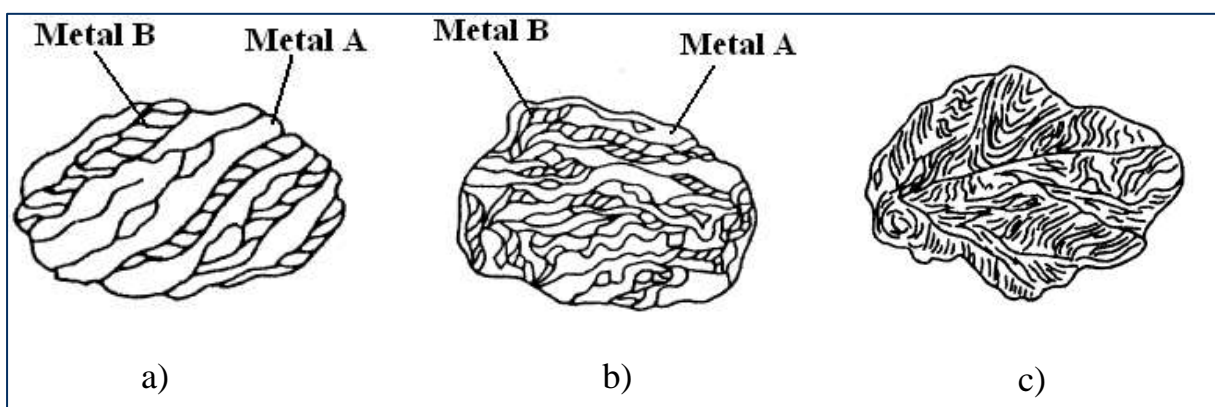


Figura 2. Evolución de las partículas durante el aleado mecánico: a) etapa inicial, b) etapa intermedia y c) etapa final [7].

Por otro lado, en la mayoría de los casos, la velocidad de refinamiento de la estructura interna (tamaño de partícula, tamaño de cristalita, espaciamiento laminar, etc.) tiene un comportamiento aproximadamente logarítmico con respecto al tiempo de procesamiento; debido a ello el tamaño de partícula de inicio no es relativamente de importancia; de tal manera que de unos pocos minutos a una hora, el espaciamiento laminar generalmente se vuelve pequeño y el tamaño de cristalita es refinado a tamaños de nanómetros, éste es uno de los motivos por el cual el AM ha sido ampliamente utilizado para producir materiales nano cristalinos.

En este punto es importante aclarar que para materiales que tienen un tamaño de grano menor a $0.1 \mu\text{m}$ (100 nm) es más preciso utilizar el término "tamaño de cristalita" que "tamaño de grano" [32]. De tal manera que en el presente trabajo cuando se trate de tamaños menores de $0.1 \mu\text{m}$ se referirán como "cristalitas" y para tamaños mayores a ese valor serán referidos como "granos".

Finalmente, para obtener la microestructura y propiedades mecánicas deseadas en aleaciones producidas mediante aleado mecánico, se deben considerar las siguientes variables: i) tipo de molino, ii) contenedor, iii) velocidad, iv) tiempo, v) tipo, tamaño y distribución del medio de molienda, vi) relación de bolas, vii) grado de molienda, viii) atmósfera, ix) agente de control de proceso y x) temperatura [7].

Sin embargo, no todas las variables son independientes ya que, por ejemplo, el tiempo óptimo de molienda depende del tipo de molino, del medio a moler, la temperatura y la relación de molienda (polvo-bola).

Una de las limitantes de este proceso es la producción en volumen, sin embargo, los equipos e instalaciones son de menor costo que las de una fundición y al no requerir de temperaturas elevadas es un proceso más seguro y con menor impacto ambiental [6, 7].

1.3 Generalidades del proceso de extrusión.

Los productos metálicos obtenidos mediante aleado mecánico como tales (en forma de polvos), no tienen una aplicación industrial, para ello, es necesario consolidarlos (someterlos a un proceso de compactación y sinterización), para obtener un material sólido con geometría definida.

La extrusión es un proceso de conformado plástico por compresión, en el cual el material de trabajo es forzado a fluir a través de la abertura de un dado para darle forma a su sección transversal [33-36].

Dependiendo de la forma en que se aplica la fuerza, la extrusión se divide en: directa, indirecta e hidrostática [36]. La Figura 3 muestra esquemáticamente la forma en la que se realiza el conformado en estos procesos.

En la extrusión directa (también llamada extrusión hacia adelante), un tocho de metal se carga a un recipiente y un punzón comprime el material forzándolo a fluir a través de una o más aberturas que hay en un dado situado al extremo opuesto del recipiente (Figura 3a). Al aproximarse el punzón al dado, una pequeña porción del tocho permanece y no puede forzarse a través de la abertura del dado. Esta porción extra llamada tope o cabeza, se separa del producto, cortándola justamente después de la salida del dado [36]. El tocho inicial en la extrusión directa es generalmente redondo, pero la forma final queda determinada por la abertura del dado [36].

En la extrusión indirecta (también conocida como extrusión hacia atrás o extrusión inversa), el dado está montado sobre el punzón, en lugar de estar en el extremo opuesto del recipiente (Figura 3b). En este método el punzón presiona el tocho forzando al material a fluir alrededor del punzón a través del claro en una dirección opuesta (Figura 3b) [36].

La extrusión hidrostática es una adaptación de la extrusión directa; se puede utilizar en metales dúctiles y en metales que son demasiado frágiles para operaciones de extrusión convencional [36]. En este proceso, el material de trabajo es completamente rodeado por un líquido a presión, excepto donde la barra hace contacto con el troquel (Figura 3c). Este proceso puede ser hecho en caliente tibio o frío, sin embargo, la temperatura es limitada a la estabilidad del fluido empleado [36].

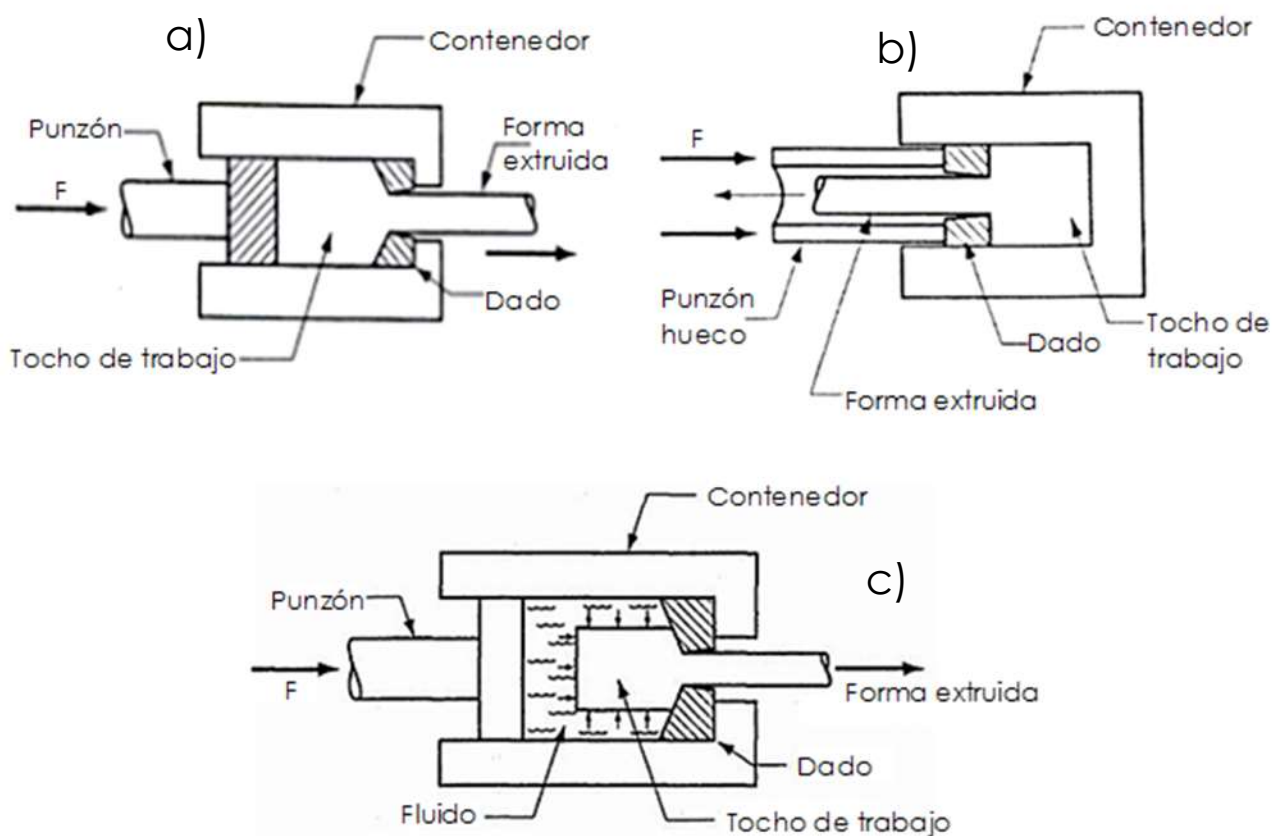


Figura 3. Representación esquemática de procesos de extrusión: a) directa, b) indirecta y c) hidrostática [36].

Un problema en la extrusión directa es la gran fricción que existe entre el tocho y la pared interna del recipiente al forzar el deslizamiento del tocho hacia la abertura del dado. Esta fricción ocasiona un incremento sustancial de la fuerza

requerida en el punzón para la deformación como se observa en la Figura 4 [36]. En la extrusión indirecta, como el tocho no se mueve con respecto al recipiente, no hay fricción en las paredes del recipiente. Por consiguiente, la fuerza del punzón es menor que en la extrusión directa (Figura 4) [36]. En el proceso de extrusión hidrostática no existe fricción entre el contenedor y la barra, por lo que la fuerza requerida es incluso menor que en la extrusión indirecta (Figura 4) [36]. La reducción de la fuerza requerida para la extrusión permite mayores velocidades y proporciones de reducción más altas.

El comportamiento de la fuerza al inicio de la Figura 4 depende del ángulo del dado (mayores ángulos significan acumulaciones más pronunciadas). El incremento al final de la carrera del punzón se relaciona con la formación del tope [36].

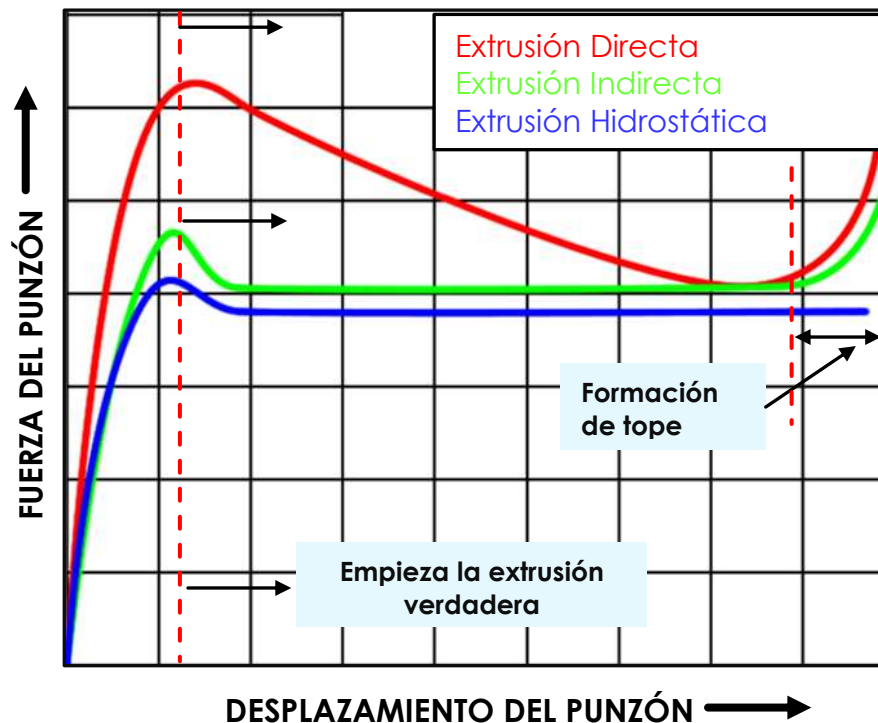


Figura 4. Comparación de fuerzas y desplazamiento de herramientas durante los procesos de extrusión [36].

Las dos ventajas principales de la extrusión sobre otros procesos de manufactura son: la capacidad para crear secciones transversales complejas con materiales que son frágiles y la excelente calidad superficial del producto terminado [36]. Dependiendo de la temperatura, la extrusión puede clasificarse como: en frío o en caliente [36].

Durante la extrusión en frío el material se deforma plásticamente a temperatura ambiente o cerca de ella. Este proceso es utilizado para la fabricación de pequeñas partes de maquinaria, como pernos, válvulas de admisión; así como partes asimétricas. Algunas ventajas importantes de los componentes extruidos en frío incluyen mayor resistencia mecánica debida al endurecimiento por deformación, tolerancias estrechas, mejores acabados superficiales, ausencia de capas de óxidos y altas velocidades de producción. Sin embargo, debido al endurecimiento del metal, las fuerzas requeridas para la deformación durante la extrusión en frío son superiores a las utilizadas durante la extrusión en caliente [36].

La extrusión en caliente involucra el calentamiento previo del tocho a una temperatura por encima de su temperatura de recristalización, con el fin de evitar el endurecimiento del metal [36]. Se logran altas reducciones en tamaño y formas más complejas que las obtenidas en frío. Algunas ventajas adicionales son: la reducción de la fuerza en el punzón requerida para la deformación y mayores velocidades de extrusión, debido a que el paso del material a través del troquel es más sencillo [36].

Es importante mencionar que en el presente trabajo de investigación, los polvos obtenidos mediante aleado mecánico fueron procesados mediante extrusión indirecta en caliente, debido a las ventajas de este proceso sobre los otros tipos de extrusión y a la alta resistencia mecánica de los materiales fabricados.

En la Tabla 2 se enlistan algunas temperaturas utilizadas para la extrusión en caliente de algunos metales [30]. Para el caso del aluminio se recomienda realizar la extrusión a temperaturas entre 340 y 510 °C [30]. Como se puede observar, el rango de temperatura recomendado para la extrusión de aleaciones de aluminio es muy amplio. Esto se relaciona con los efectos de las variables del proceso (velocidad de deformación, relación de extrusión, etc) [30].

Tabla 2. Temperaturas comunes para extrusión en caliente de varias aleaciones [30].

Tipo de aleación	Temperatura de extrusión
	°C
Aleaciones de plomo	90-260
Aleaciones de magnesio	340-430
Aleaciones de aluminio	340-510
Aleaciones de cobre	650-1100
Aleaciones de titanio	870-1040
Aleaciones de níquel	1100-1260

1.3.1 Extrusión en caliente de aleaciones de aluminio AA7075.

Rokni [37], reportó los efectos de la velocidad de deformación ($0.004s^{-1}$ - $0.04s^{-1}$) y la temperatura de extrusión (450-580°C) sobre las características de la deformación durante la extrusión, y la microestructura resultante en aleaciones AA7075 fabricadas por métodos convencionales. La Figura 5 muestra las curvas esfuerzo vs deformación real obtenidas experimentalmente en función de las variables de estudio.

En general, todas las curvas exhiben un esfuerzo de flujo máximo a una deformación determinada, seguida de un régimen de ablandamiento como resultado de un flujo dinámico hasta el fin de la deformación (Figura 5) [37].

El esfuerzo máximo se incrementa con el incremento en la velocidad de la deformación y con la disminución en la temperatura de trabajo [37]. La deformación plástica es determinada en muchos casos por la evolución de las dislocaciones. El esfuerzo de flujo durante la deformación plástica depende significativamente de la densidad de las dislocaciones [37].

La evolución de las dislocaciones durante la deformación plástica es gobernada por dos procesos: multiplicación de las dislocaciones como resultado de la deformación y aniquilamiento mediante el ablandamiento dinámico [37]. Considerando que este último es un proceso activado térmicamente, se espera que se retarde al disminuir la temperatura de deformación causando un incremento en el esfuerzo de flujo [37] (Figura 5).

Por otra parte, el incremento en la velocidad de la deformación también contribuye con incremento en el esfuerzo de flujo debido a un menor tiempo disponible para completar el proceso de restauración (Figura 5) [37].

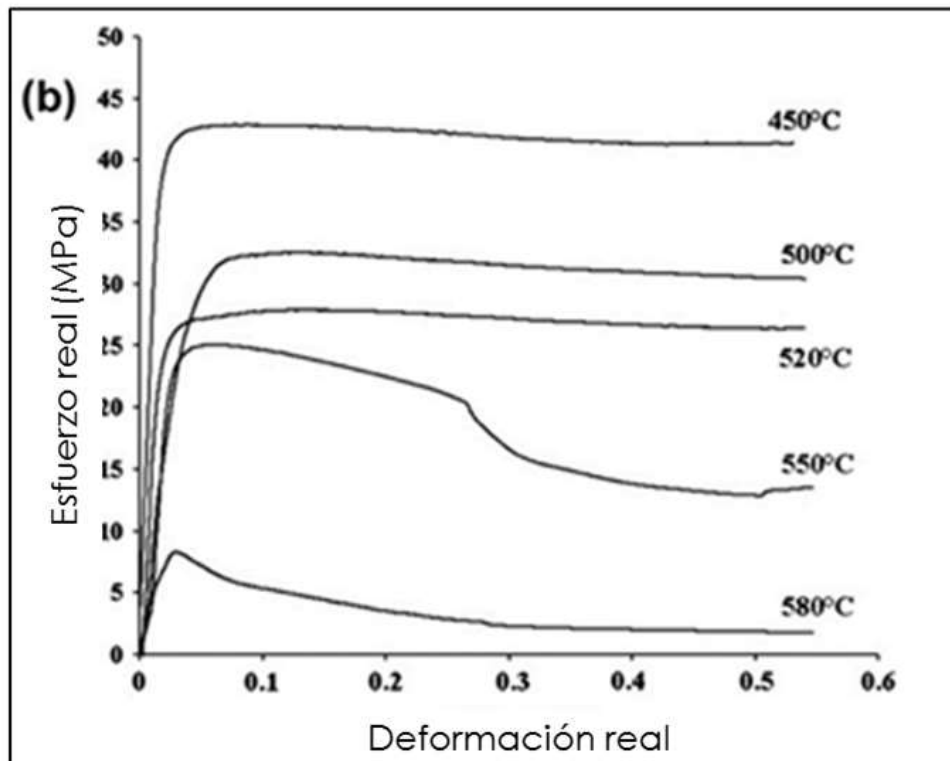
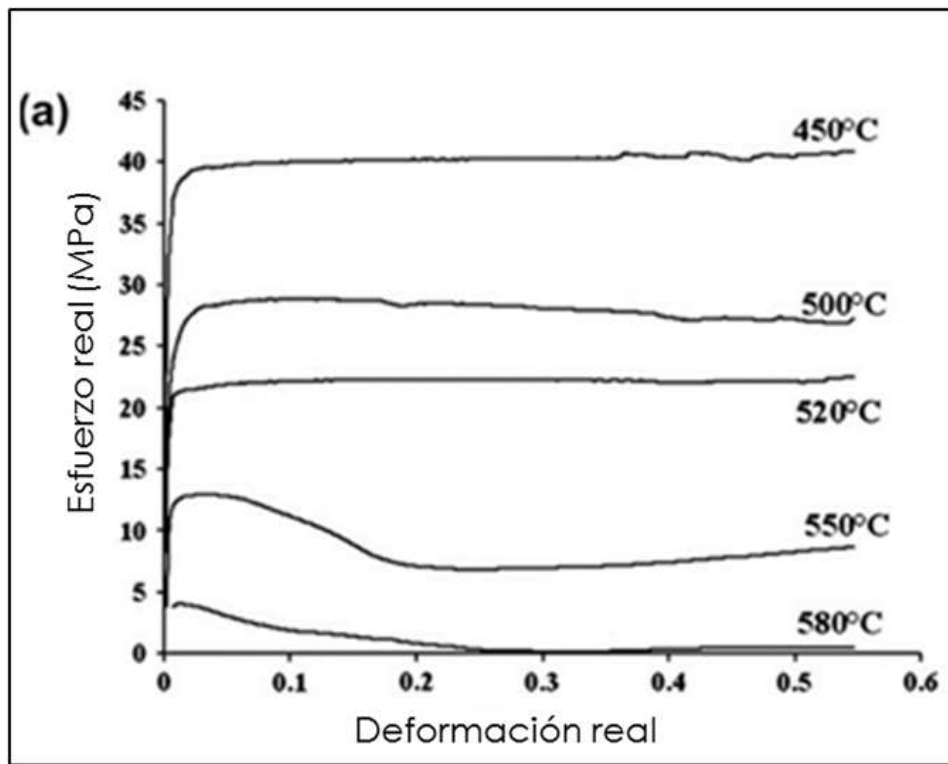


Figura 5. Curvas de esfuerzo-deformación de una aleación de aluminio AA7075 en función de la temperatura y la velocidad de extrusión: a) $0.004s^{-1}$ y b) $0.04s^{-1}$ [37].

La Figura 6 muestra el efecto de la temperatura de extrusión sobre la microestructura de la aleación AA7075 procesadas a una velocidad de deformación de $0.004s^{-1}$. Como se puede observar, las microestructuras de muestras extruidas a $450\text{ }^{\circ}C$ y $500\text{ }^{\circ}C$ exhiben mayoritariamente granos deformados alargados en la dirección de la extrusión (Figura 6a y 6b). Adicionalmente, en ambos casos se observa la presencia de granos de tamaño muy pequeño que indican la ocurrencia de recristalización [37].

En contraste, el incremento en la temperatura de extrusión hasta $520\text{ }^{\circ}C$, $550\text{ }^{\circ}C$ y $580\text{ }^{\circ}C$, causa un cambio significativo en la microestructura resultando en granos de tamaño muy grande ($> 20\text{ }\mu m$) (Figura 6c, 6d y 6e). Este resultado indica que la extrusión a temperaturas entre 500 y $520\text{ }^{\circ}C$ favorece la recristalización y el crecimiento de grano [37].

De acuerdo con los resultados reportados por Rokni [37], es importante notar que la velocidad de la deformación y la temperatura de extrusión tienen un efecto importante sobre las características de la deformación en caliente y sobre la microestructura resultante, por lo cual es de esperarse que también tengan un efecto importante sobre las propiedades mecánicas [37].

Por lo tanto, para la elección de una temperatura de extrusión apropiada es necesario tener en consideración los efectos de dichas variables sobre la microestructura resultante.

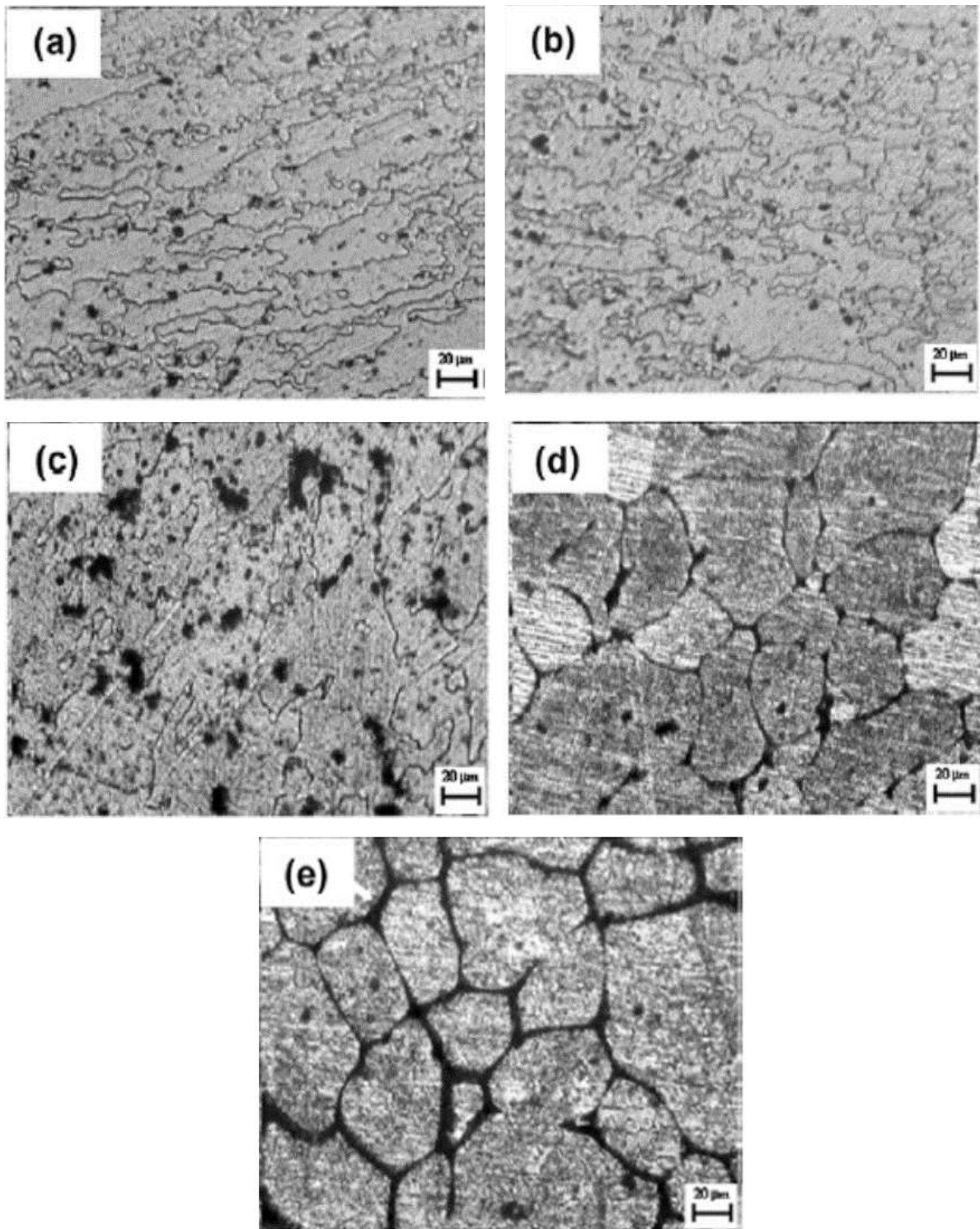


Figura 6. Efecto de la temperatura de extrusión sobre la microestructura de aleaciones AA7075: a) 450 °C, b) 500 °C, c) 520 °C, d) 550 °C y e) 580 °C [37].

1.3.2 Efectos de las variables del proceso y del contenido de material de refuerzo sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de aleaciones AA7075 producidas mediante molienda o aleado mecánico y extrusión en caliente.

R. Flores y col. [38] investigaron los efectos del tiempo de Molienda Mecánica (MM: 5, 10 y 15 h) y el contenido del material de refuerzo (0 - 2 %peso) sobre las características microestructurales y las propiedades mecánicas de aleaciones AA7075-Ag-C extruidas en caliente.

De los resultados obtenidos, se reporta que la MM permite el refinamiento de la microestructura lo cual puede ser demostrado mediante una disminución en la intensidad de los picos de difracción y un incremento en el ancho de los mismos (Figura 7) [38].

No se observa un efecto notable del material de refuerzo sobre los patrones de difracción de los compuestos AA7075-Ag-C con 5 y 15 h (Figuras 7b y 7c). Por otra parte, la fase $MgZn_2$ está presente para todas las concentraciones de nanopartículas investigadas (Figuras 7a, 7b y 7c) [38].

Las muestras extruidas se caracterizan por la presencia de $MgZn_2$, MgO y Al_2O_3 (Figura 8), las cuales cristalizan durante los procesos de sinterizado y extrusión en caliente [38]. La presencia de MgO y Al_2O_3 es atribuida a la presencia de oxígeno durante la sinterización.

Es importante notar que la presencia de segundas fases no es evidente en todas las muestras (Figura 8a) [38]. Las Figuras 8b y 8c muestran los patrones de difracción en función del contenido de las nanopartículas en muestras extruidas que fueron molidas previamente durante 5 y 15 h, respectivamente.

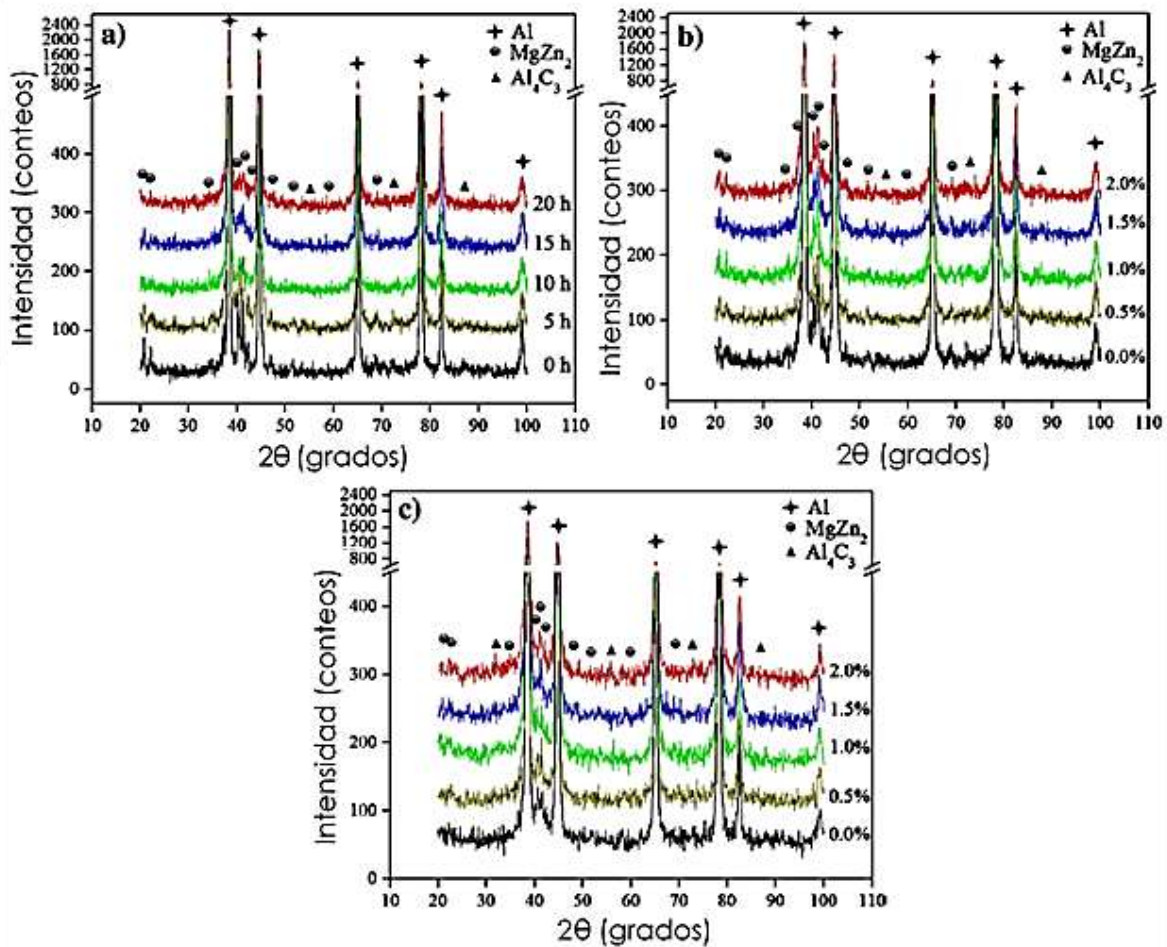


Figura 7. Patrones de XRD de polvos AA7075-Ag-C que muestran el efecto del tiempo de MM en: a) muestras sin material de refuerzo y, la concentración de nanopartículas de Ag-C en muestras molidas por b) 5 h y c) 15 h [38].

Los picos angostos con alta intensidad corresponden a la matriz de aluminio. Así mismo, se observan las señales correspondientes a las fases $MgZn_2$, Al_4C_3 , MgO y Al_2O_3 . La formación de Al_4C_3 es favorecida con mayores contenidos del material de refuerzo, el recubrimiento de dichas partículas es la fuente de carbono para la cristalización de Al_4C_3 [38].

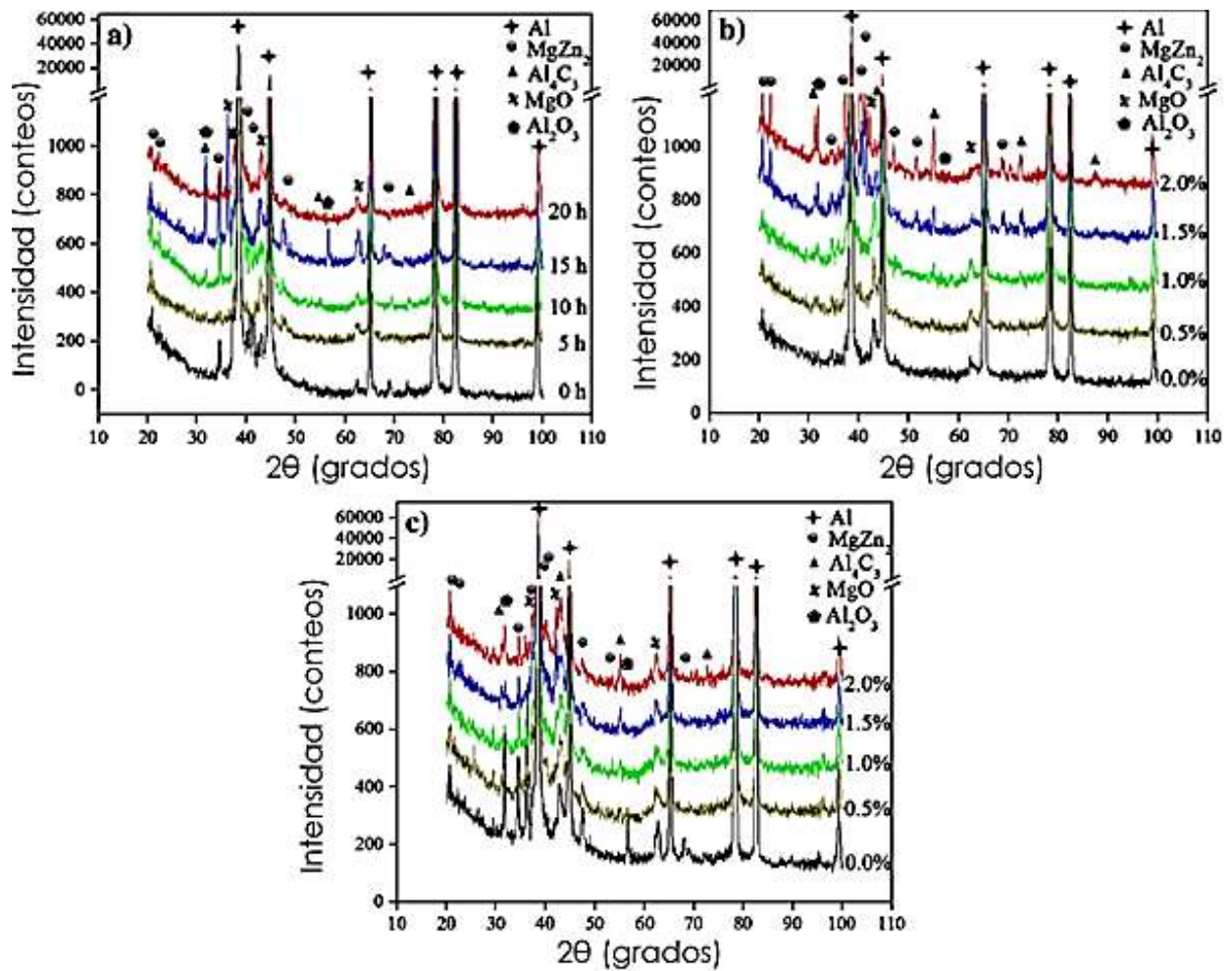


Figura 8. Patrones de XRD de materiales extruidos que muestran el efecto del tiempo de MM en: a) muestras sin refuerzo y, la concentración de nanopartículas en muestras previamente molidas por b) 5 h y c) 15 h [38].

El tamaño de cristalita (medido mediante el método de Scherrer) disminuye conforme el tiempo de MM se incrementa, excepto en las muestras sin material de refuerzo (Tabla 3). Así mismo, se observa que en muestras con 15 h de molienda, el tamaño de cristalita disminuye conforme la concentración de nanopartículas se incrementa [38]. El tamaño de cristalita obtenido después de la extrusión es en general más grande que el observado en la condición de molienda independientemente del tiempo y de la concentración del material de refuerzo [38].

Tabla 3. Tamaño de cristalita de compuestos AA7075-Ag-C en función del tiempo de MM y del contenido de nanopartículas [38].

Nanopartículas Ag-C (% Peso)	Tamaño de cristalita (nm)					
	Después de la molienda			Después de la extrusión		
	5 h	10 h	15 h	5 h	10 h	15 h
0.0	53.3	56.5	43.6	88.9	91.9	87.1
0.5	62.8	47.6	40.3	88.6	91.4	83.3
1.0	54.4	44.8	39.0	82.0	81.9	84.9
1.5	56.5	40.8	38.3	80.3	79.3	84.3
2.0	53.2	42.9	35.7	99.1	89.4	87.9

La Figura 9a muestra el efecto del contenido de nanopartículas y el tiempo de molienda sobre la microdureza de aleaciones Al7075-Ag-C consolidadas (extruidas en caliente). Se muestra también, para fines comparativos, los valores de dureza de la aleación AA7075 en condición de recocido (O) y con un tratamiento de envejecimiento artificial (T6) reportados en la literatura [38].

En general, se observa un ligero incremento en la dureza a medida que el contenido de nanopartículas aumenta para los 3 tiempos de MM empleados [38]. Este incremento está relacionado con el anclaje de las dislocaciones, y con la formación de la fase Al_4C_3 . El valor máximo de dureza obtenido es 79% más alto que el valor reportado en la literatura para una aleación AA7075-O y 30% menor que el valor reportado en una aleación AA7075-T6 [38].

La Figura 9b presenta los cambios en el esfuerzo de cedencia (σ_y) y la resistencia a la tensión (σ_{max}) de muestras extruidas en función del contenido de nanopartículas y del tiempo de molienda [38]. En general se observa que la resistencia a la cedencia incrementa con el incremento en la cantidad de refuerzo y el efecto es más significativo entre 0.5 y 1.5%, sin embargo, para mayores concentraciones disminuye [38].

Los valores más altos de resistencia a la tensión (400 MPa) fueron obtenidos en muestras con 10h de molienda y 1.5% de material de refuerzo [38]. El incremento en la resistencia se relaciona con los siguientes mecanismos de endurecimiento: reducción de tamaño de cristalita debido a la presencia de nanopartículas que actúan como agente de control de proceso, la dispersión de segundas fases ($MgZn_2$, Al_4C_3 , MgO y Al_2O_3) y el bloqueo de dislocaciones. La reducción en la cedencia y resistencia a la tensión observada para concentraciones mayores a 1.5% del material de refuerzo fue atribuida a la aglomeración de nanopartículas [38].

La Figura 9c muestra el efecto de la cantidad de partículas de refuerzo y el tiempo de molienda sobre la ductilidad de muestras extruidas caliente [38]. En general, para un tiempo de molienda determinado, la ductilidad de muestras con material de refuerzo es menor que la observada en muestras sin refuerzo (Figura 9c). La reducción en esta propiedad se atribuye a la dispersión de nanopartículas (las cuales restringen el movimiento de dislocaciones), posibles esfuerzos residuales y la aglomeración de partículas Ag-C [38].

La mayor ductilidad en muestras con 2% de material de refuerzo, se obtiene en muestras con 10 h de molienda, las cuales como se observó en la Figura 9b, tienen la menor resistencia mecánica para esa concentración.

Los resultados obtenidos por R. Flores [38], muestran que la molienda mecánica es un método eficiente para el refinamiento de grano en el material consolidado y para la dispersión de nanopartículas en la matriz. Además, el procesamiento termomecánico (extrusión en caliente) puede promover la formación de segundas fases ($MgZn_2$, Al_4C_3 , MgO y Al_2O_3), con lo cual se pueden mejorar las propiedades mecánicas.

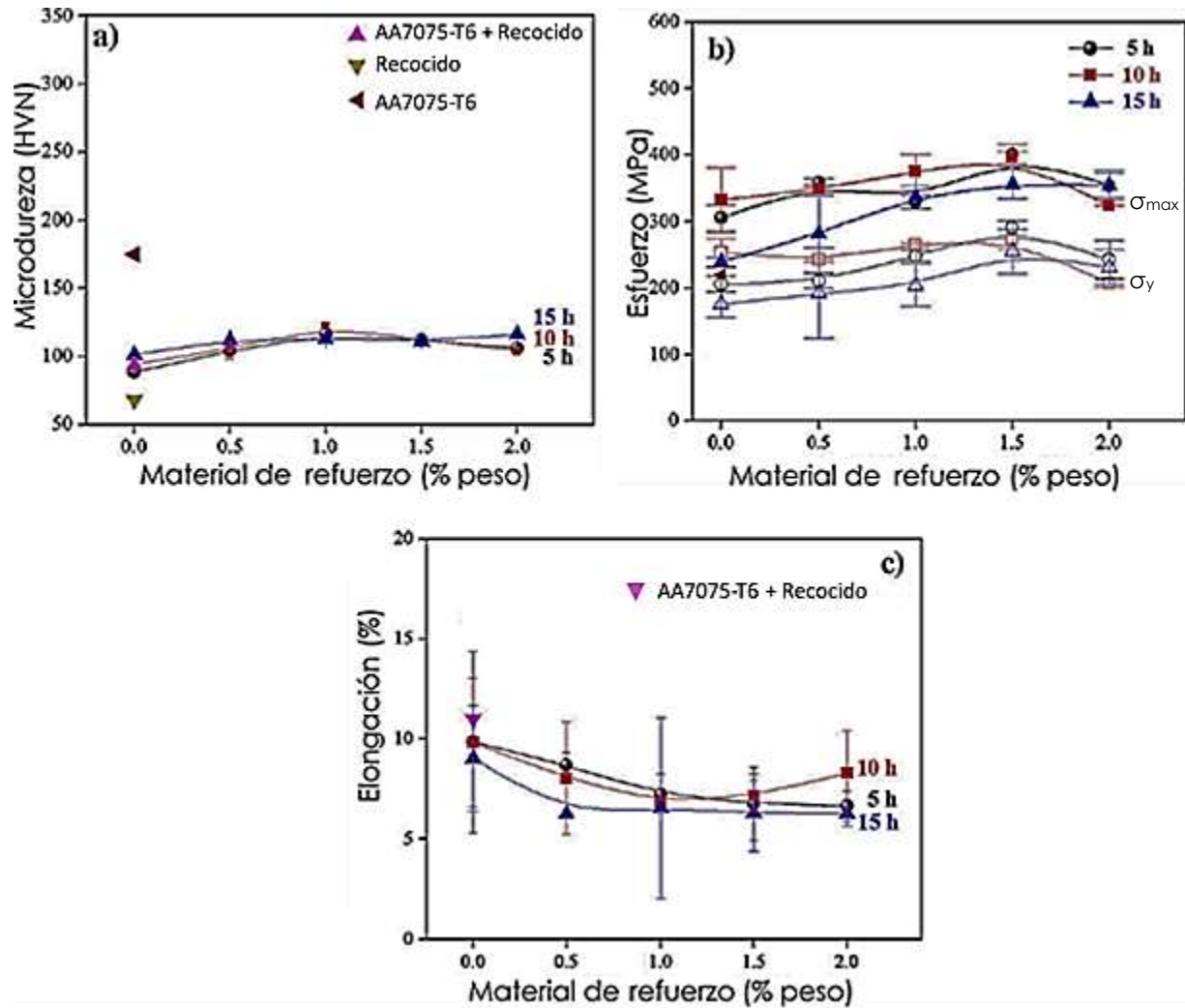


Figura 9. Propiedades mecánicas de aleaciones AA7075-Ag-C en función del contenido del material de refuerzo y del tiempo de MM: a) microdureza, b) esfuerzo (σ_y , σ_{max}) y c) elongación [38].

R. Deaquino y col. [14] reportaron los efectos del tiempo de Aleado Mecánico (AM) y del contenido de Grafito (G) sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de aleaciones AA7075-G producidas mediante AM y extrusión en caliente. Se utilizaron tiempos de 5 y 10 h, y contenidos del material de refuerzo de 0.5, 1.0 y 1.5% en peso. Después del AM, los polvos obtenidos fueron sinterizados y extruidos en caliente.

La Figura 10 muestra las características de los polvos AA7075 obtenidos mediante AM. Estas partículas tienen forma de hojuelas y exhiben diferentes tamaños [14]. Adicionalmente, se observa que el tamaño de partícula disminuye conforme el tiempo se incrementa (comparar Figura 10a con 10b).

La Figura 11 muestra imágenes de TEM (campo claro y campo oscuro) de algunas partículas de polvo, en ellas puede verse que dichas partículas presentan un tamaño de cristalita menor a 100 nm [14].

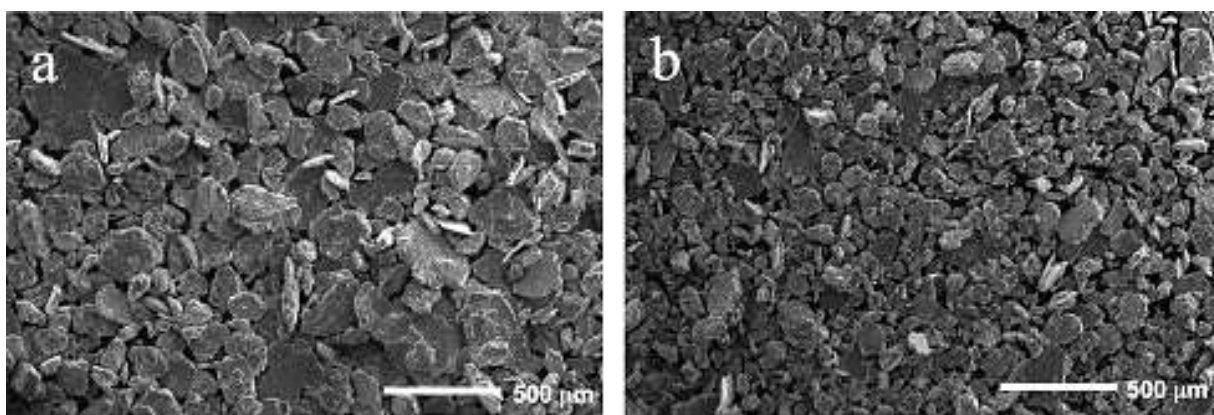


Figura 10. Imágenes obtenidas mediante SEM que muestran las características de los polvos AA7075-G después de: a) 5 h y b) 10 h de AM [14].

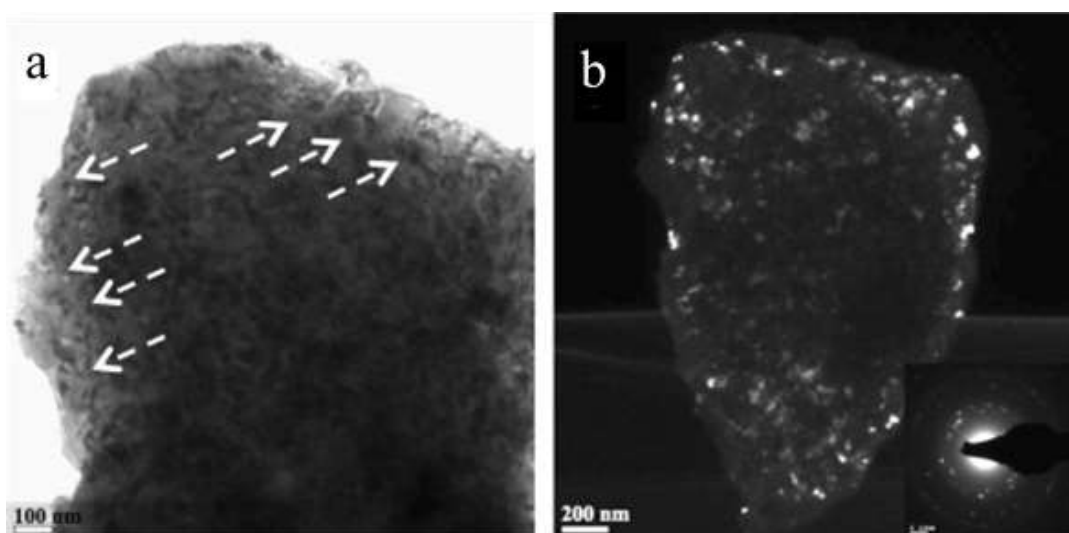


Figura 11. Imágenes obtenidas mediante TEM que muestran partículas de polvos AA7075-0.5G después de 10 h de AM: a) campo claro y b) campo oscuro [14].

Durante el AM no se aprecia la formación de segundas fases (Figura 12a), sin embargo, después de la sinterización y extrusión en caliente se encuentran presentes las fases $MgZn_2$ y Al_4C_3 (Figura 12b) [14]. Como se observa en la Figura 13, la presencia de este carburo favorece el anclaje de las dislocaciones [14].

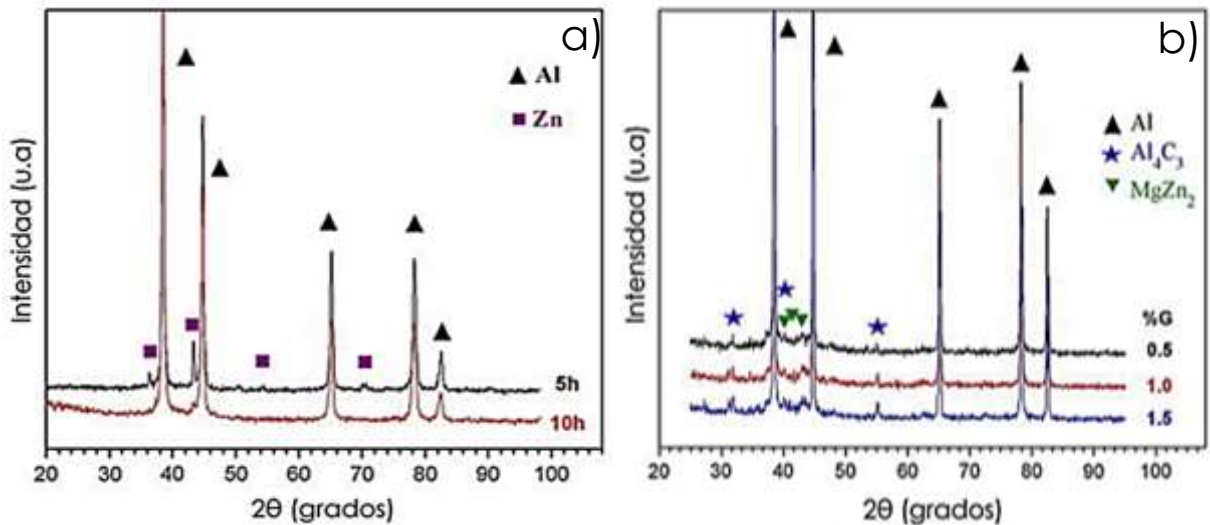


Figura 12. Patrones de difracción de rayos-X de muestras AA7075-G obtenidas después de: a) AM y b) extrusión en caliente [14].

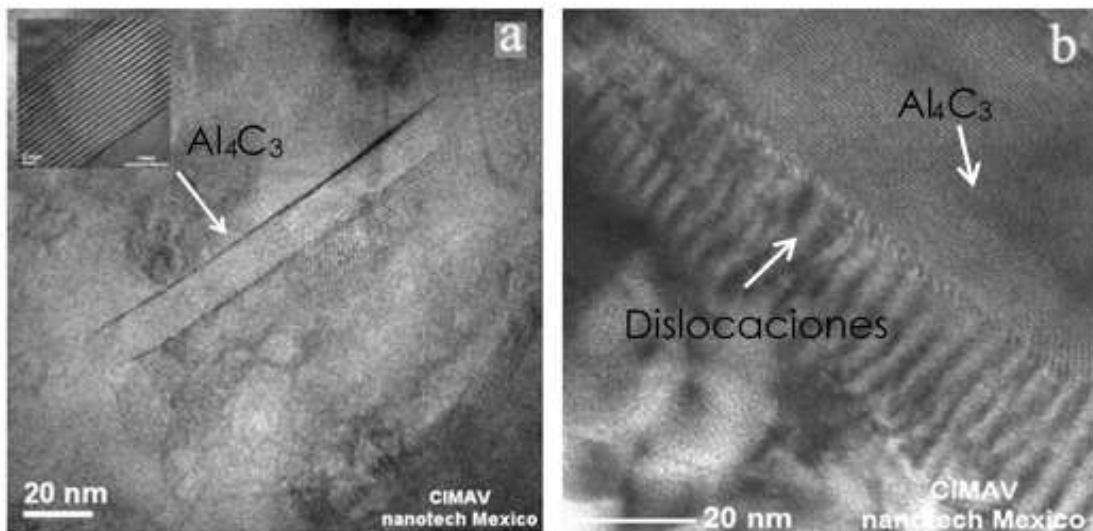


Figura 13. Imágenes obtenidas mediante TEM en muestras AA7075-G extruidas en caliente [14].

La Figura 14 presenta imágenes de TEM donde se muestra que el tamaño de grano presente en muestras consolidadas previamente molidas a diferentes tiempos sin material de refuerzo (0% G), es mayor a $0.5\ \mu\text{m}$ [14]. Estos resultados demuestran que después de la sinterización y subsecuente extrusión en caliente, ocurre una recrystalización y crecimiento de las cristalitas en los compósitos fabricados y estas alcanzan tamaños del orden de micras [14].

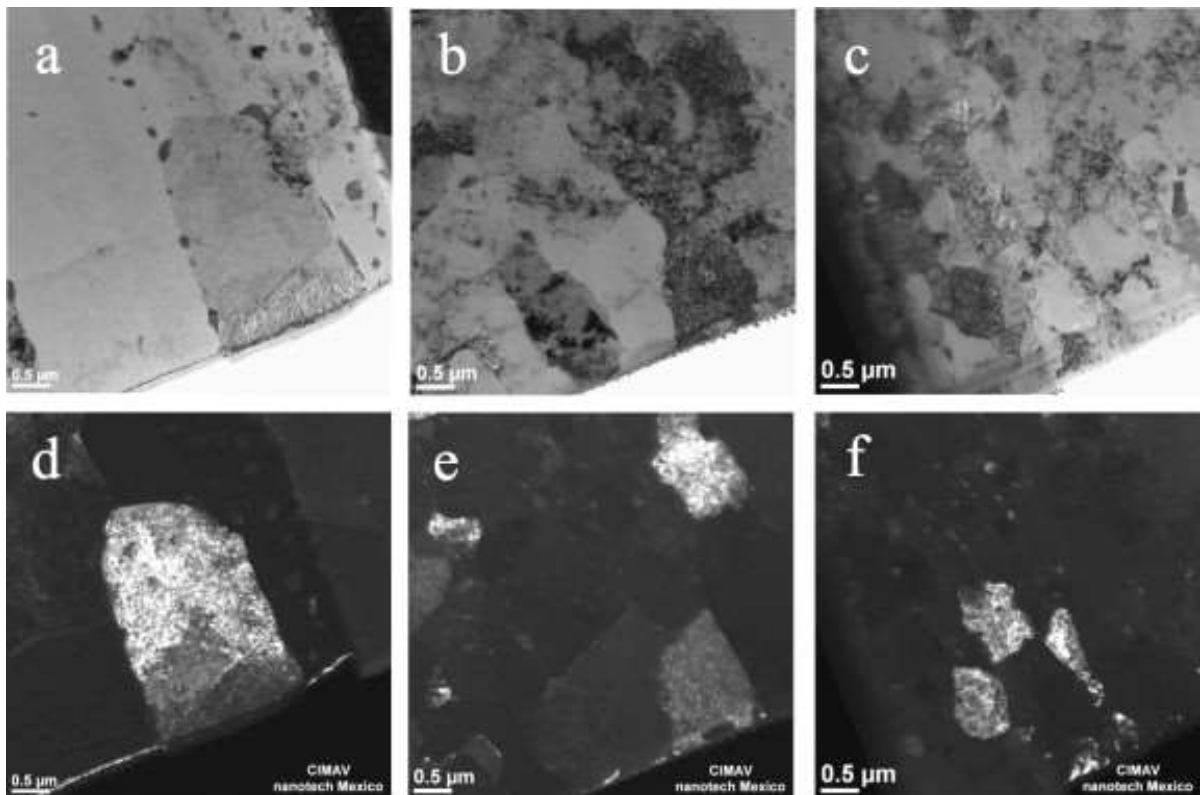


Figura 14. Imágenes obtenidas mediante TEM en muestras AA7075 sin grafito extruidas en caliente previamente molidas: (campo claro); a) 0 h, b) 5 h, c) 10 h y (campo oscuro); d) 0 h, e) 5 h y f) 10 h [14].

Estas observaciones son confirmadas mediante análisis de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) mostrados en la Figura 15. Así mismo, se observa que al incrementarse el tiempo de AM la distribución de tamaños es más uniforme en los compósitos extruidos [14].

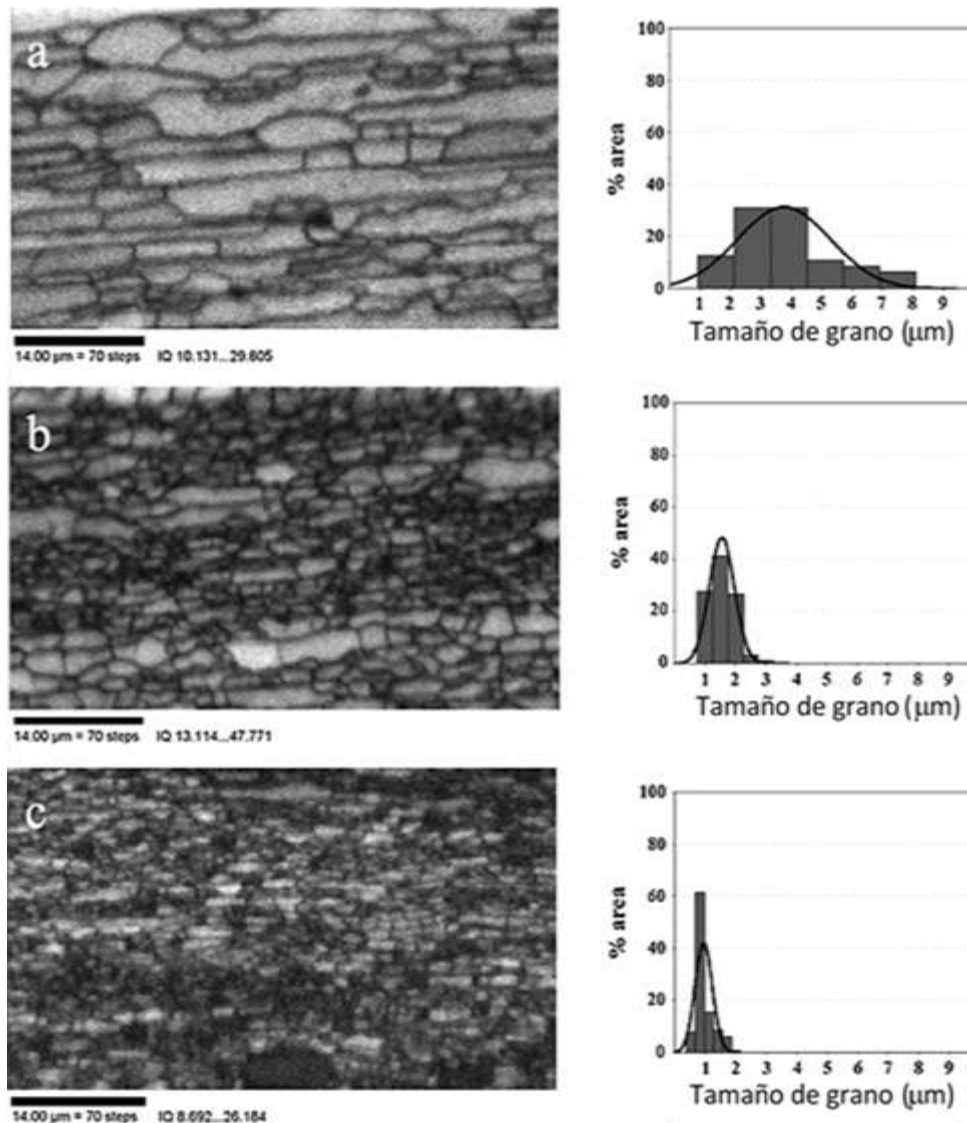


Figura 15. Mapas de calidad de imagen obtenidos mediante EBSD que muestran la microestructura y la distribución de tamaños de grano de muestras extruidas previamente molidas: a) 0 h, b) 5 h y c) 10 h [14].

Como se observa en la Tabla 4, existe un incremento significativo en la resistencia a la cedencia (σ_y), resistencia a la tracción (σ_{max}) y microdureza (HVN) de los compuestos estudiados conforme el tiempo y el contenido de grafito se incrementan. La mejora observada en las propiedades mecánicas, fue atribuida al refinamiento de grano, y a la dispersión de Al_4C_3 y $MgZn_2$ en la matriz de Al [14].

Las propiedades mecánicas de las aleaciones investigadas por R. Deaquino son superiores que las de aleaciones AA7075-O y similares a las de aleaciones AA7075-T7. Sin embargo, es importante mencionar que estas propiedades son susceptibles a mejorarse mediante un tratamiento térmico posterior [14].

Tabla 4. Propiedades mecánicas de materiales compuestos en función del tiempo de AM y del contenido de grafito [14].

Muestra	Tiempo (h)	σ_y (MPa)	σ_{max} (MPa)	Dureza (HVN)	Tamaño de grano (μm)
Al ₇₀₇₅ 5Zn0.0G-M	0	256.5	349.5	90.0	4
Al ₇₀₇₅ 5Zn0.0G	5	280.0	368.5	83.0	1.6
Al ₇₀₇₅ 5Zn0.5G	5	265.5	330.0	92.0	-
Al ₇₀₇₅ 5Zn1.0G	5	295.5	366.0	97.0	1.5
Al ₇₀₇₅ 5Zn1.5G	5	376.0	413.0	113.0	1.3
Al ₇₀₇₅ 5Zn0.0G	10	365.0	437.0	127.0	1
Al ₇₀₇₅ 5Zn0.5G	10	305.0	400.0	100.0	-
Al ₇₀₇₅ 5Zn1.0G	10	382.0	452.0	120.0	1
Al ₇₀₇₅ 5Zn1.5G	10	446.0	520.0	141.0	0.9
Al ₇₀₇₅ -O	-	96.5	221.0	-	-
Al ₇₀₇₅ -T6	-	503.0	572.0	175.0	-
Al ₇₀₇₅ -T7	-	435.0	505.0	155.0	-

Los resultados obtenidos por Flores [38] y R. Deaquino muestran que el tamaño de cristalita disminuye durante los procesos de MM y AM [14]. Durante el sinterizado y la extrusión en caliente el tamaño de cristalita se incrementa y además se forman segundas fases (MgZn_2 y Al_4C_3). Estas últimas pueden restringir el movimiento de las dislocaciones incrementando la resistencia mecánica de aleaciones AA7075.

En otro trabajo, R. Deaquino y col. [12] reportan los efectos de los contenidos de Zn y G, sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de aleaciones AA7075 producidas mediante AM y extrusión en caliente.

Los contenidos de Zn utilizados fueron 3.1 %, 4.1 % y 5.1 %, y las concentraciones de G fueron 0.5 %, 1.0 % y 1.5 %. Todas las concentraciones están en % peso (Tabla 5). Para fines comparativos, se procesó una muestra con la composición química nominal de la aleación AA7075 (sin material de refuerzo) la cual fue identificada como AA7075-5Zn0.0G (Tabla 5). El propósito de variar las concentraciones de Zn y G fue determinar el efecto del endurecimiento causado por las segundas fases que promueven estos elementos ($MgZn_2$ y Al_4C_3 , respectivamente) [12]. Los polvos obtenidos mediante AM fueron procesados mediante sinterización y extrusión en caliente a 500 °C, con una relación de extrusión de 16.

Tabla 5. Composición química y nomenclatura utilizada para la fabricación de los materiales compuestos investigados por R. Deaquino [12].

Muestra	Composición química (% peso)							
	Zn	Mg	Cu	Cr	Fe	Mn	G	Al
Al ₇₀₇₅ 5Zn0.0G	5.1	2.5	1.6	0.23	0.3	0.2	0.0	90.07
Al ₇₀₇₅ 5Zn0.5G	5.1	2.5	1.6	0.23	0.3	0.2	0.5	89.57
Al ₇₀₇₅ 5Zn1.0G	5.1	2.5	1.6	0.23	0.3	0.2	1.0	89.07
Al ₇₀₇₅ 5Zn1.5G	5.1	2.5	1.6	0.23	0.3	0.2	1.5	88.57
Al ₇₀₇₅ 4Zn0.0G	4.1	2.5	1.6	0.23	0.3	0.2	0.0	91.07
Al ₇₀₇₅ 4Zn0.5G	4.1	2.5	1.6	0.23	0.3	0.2	0.5	90.57
Al ₇₀₇₅ 4Zn1.0G	4.1	2.5	1.6	0.23	0.3	0.2	1.0	90.07
Al ₇₀₇₅ 4Zn1.5G	4.1	2.5	1.6	0.23	0.3	0.2	1.5	89.57
Al ₇₀₇₅ 3Zn0.0G	3.1	2.5	1.6	0.23	0.3	0.2	0.0	92.07
Al ₇₀₇₅ 3Zn0.5G	3.1	2.5	1.6	0.23	0.3	0.2	0.5	91.57
Al ₇₀₇₅ 3Zn1.0G	3.1	2.5	1.6	0.23	0.3	0.2	1.0	91.07
Al ₇₀₇₅ 3Zn1.5G	3.1	2.5	1.6	0.23	0.3	0.2	1.5	90.57
Al ₇₀₇₅ -O	5.1- 6.1	2.1- 2.9	1.2- 2.0	0.18- 0.28	< 0.5	< 0.3	0.0	Bal.

Los cambios microestructurales que sufren los polvos durante el procesamiento reportados en este trabajo son similares a los reportados por el mismo autor en un trabajo previo [14]. Es decir, la extrusión en caliente de muestras sin material de refuerzo promueve la formación de $MgZn_2$, mientras que en muestras con grafito se promueve la formación de Al_4C_3 .

La Tabla 6 muestra las propiedades mecánicas de los materiales compuestos estudiados en función del contenido de Zn y G [12]. Así mismo, se incluyen las propiedades mecánicas reportadas en la literatura para una aleación AA7075-O.

Las propiedades mecánicas (σ_y , σ_{max} , μHV) de la muestra de referencia (AA7075-5Zn0.0G) son similares a las obtenidas en muestras con 5 h de AM para contenidos de G entre 0.0 y 0.5 %. Para contenidos del material de refuerzo entre 1.0 y 1.5 %, existe un pequeño incremento en las propiedades mecánicas. En contraste, las propiedades mecánicas de muestras con 10 h de AM fueron mejores que las de la muestra de referencia y el efecto es más significativo para un mayor contenido de G (Tabla 6).

Para un contenido de Zn y G determinado, el incremento en el tiempo de molienda resulta en mejores propiedades mecánicas. Por ejemplo, las muestras con 5.1 %Zn, 1 %G y 5 h de AM exhibieron σ_y , σ_{max} y μHV de 295 MPa, 366 MPa y 97 HVN, respectivamente, mientras que las propiedades obtenidas en muestras con 10 h de AM fueron 382 MPa, 452 MPa y 120 HVN, respectivamente (Tabla 6) [12]. Las propiedades mecánicas de muestras con 3 %Zn, 1 %G y 5 h de AM fueron σ_y , σ_{max} y μHV de 288 MPa, 354 MPa y 101 HVN, respectivamente, mientras que las propiedades obtenidas en muestras con 10 h de AM fueron 389 MPa, 452 MPa y 126 HVN, respectivamente (Tabla 6) [12].

Con base en estos resultados se pudo concluir que con adiciones de 1 %G se puede reducir el contenido de Zn en la aleación AA7075 obteniendo

propiedades mecánicas similares (Tabla 6). Así mismo, se demostró mediante un análisis estadístico (ANOVA), que las variables que tienen un mayor efecto sobre las propiedades mecánicas son el tiempo de AM y el contenido de G, mientras que el efecto causado por las variaciones de Zn entre 3.1% y 5.1 % es muy pequeño [12].

Tabla 6. Propiedades mecánicas obtenidas en los materiales compuestos extruidos en función del tiempo de AM y de la composición química [12].

Muestra	Tiempo (h)	σ_y (MPa)	σ_{max} (MPa)	Elongación (%)	Dureza (HVN)
Al₇₀₇₅5Zn0.0G	5	280.0	368.5	7.4	83.0
Al₇₀₇₅5Zn0.5G	5	265.5	330.0	5.7	92.0
Al₇₀₇₅5Zn1.0G	5	295.5	366.0	4.5	97.0
Al₇₀₇₅5Zn1.5G	5	376.0	413.0	2.9	113.0
Al₇₀₇₅4Zn0.0G	5	228.0	319.0	8.1	80.0
Al₇₀₇₅4Zn0.5G	5	235.5	313.5	6.2	90.0
Al₇₀₇₅4Zn1.0G	5	281.5	344.0	3.7	97.7
Al₇₀₇₅4Zn1.5G	5	320.0	386.0	4.1	111.8
Al₇₀₇₅3Zn0.0G	5	211.5	310.5	9.8	80.0
Al₇₀₇₅3Zn0.5G	5	275.5	339.0	4.3	96.0
Al₇₀₇₅3Zn1.0G	5	288.0	354.0	4.3	101.0
Al₇₀₇₅3Zn1.5G	5	302.0	385.5	4.7	101.5
Al₇₀₇₅5Zn0.0G	10	365.0	437.0	5.4	127.0
Al₇₀₇₅5Zn0.5G	10	305.0	400.0	7.2	100.0
Al₇₀₇₅5Zn1.0G	10	382.0	452.0	5.1	120.0
Al₇₀₇₅5Zn1.5G	10	446.0	520.0	3.4	141.0
Al₇₀₇₅4Zn0.0G	10	315.0	397.0	9.4	115.0
Al₇₀₇₅4Zn0.5G	10	360.0	430.0	5.5	116.0
Al₇₀₇₅4Zn1.0G	10	362.0	426.0	3.6	128.0
Al₇₀₇₅4Zn1.5G	10	428.0	463.0	2.4	139.0
Al₇₀₇₅3Zn0.0G	10	305.0	380.0	8.5	100.0
Al₇₀₇₅3Zn0.5G	10	390.0	460.0	5.7	127.0
Al₇₀₇₅3Zn1.0G	10	389.0	452.0	4.1	126.0
Al₇₀₇₅3Zn1.5G	10	451.0	540.0	3.8	149.0

Es importante mencionar que en el presente trabajo de investigación se fabricaron materiales compuestos AA7075-3.1%Zn-G utilizando tiempos de AM (0, 5, 10 h) y contenidos de grafito (0, 0.5, 1.0 %) iguales a los utilizados por R. Deaquino [12], con el fin de investigar si existe un efecto de la textura cristalográfica desarrollada y el grado de desorientación interna obtenido después de la extrusión en caliente, sobre las propiedades mecánicas de los mismos.

1.4 Descripción de una textura cristalográfica.

La textura cristalográfica es un parámetro importante en la descripción de la microestructura de un material cristalino. Puede ser descrita mediante figuras de polos, aunque en este caso, la información solamente es referida a una distribución estadística de una sola dirección y no refleja la orientación total de los granos individuales o un volumen de elementos definido [20].

Una mejor descripción de la textura cristalográfica está dada por la función de distribución de orientaciones (ODF, por sus siglas en inglés), la cual describe la orientación discreta de todos los volúmenes individuales en un agregado. Los análisis mediante ODF se desarrollaron originalmente para materiales con estructuras cúbicas por Bunge (1982) [17, 20].

En base al formalismo de Bunge las orientaciones cristalográficas pueden describirse en términos de 3 ángulos conocidos como ángulos de Euler (φ_1 , φ y φ_2) [20, 21].

La Tabla 7 muestra la designación, notación de Bunge y los ángulos de Euler de algunas componentes de textura cristalográfica desarrolladas en materiales FCC [20, 21]. Los números entre llaves "{ }", corresponden a los índices de Miller de una familia de planos cristalográficos {hkl}, mientras que

los números entre corchetes angulares “< >”, corresponden a los índices de Miller de una dirección cristalográfica “<uvw>”. Los valores de los ángulos ϕ_1 , ϕ y ϕ_2 , definen la ubicación en el espacio de Euler tridimensional y pueden adquirir valores entre 0 y 90° (Figura 16) [20, 21].

Las componentes C, Gs, R, Cu, Bs y T, que también se muestra en la figura 16, son conocidas como componentes de cubo (cube), Goss, aluminio, cobre, latón (brass) y Taylor, respectivamente [21].

Tabla 7. Componentes de textura cristalográfica principales en materiales FCC [21].

Designación de componentes de textura cristalográfica	Notación de Bunge {hkl}<uvw>	Ángulos de Euler (grados)		
		ϕ_1	Φ	ϕ_2
C	{001}<100>	0/90	0	0
Gs	{011}<100>	0	45	0
S	{123}<634>	59	37	63
P	{011}<122>	70	45	0
Q	{013}<231>	58	18	0
R	{124}<211>	57	29	63
Cu	{112}<111>	90	35	45
Bs	{011}<211>	35	45	90

La Figura 16 muestra las fibras de textura características en materiales FCC. Una fibra dentro del espacio de Euler representa un conjunto de orientaciones cristalográficas que tienen en común un plano o una dirección que es paralela a un plano o una dirección de la muestra [21]. En el caso particular de las

orientaciones a lo largo de la fibra β , las direcciones $\langle 011 \rangle$ del cristal, están rotadas 60° con respecto a la dirección de la deformación [21]. Generalmente, es más común representar la función de distribución de orientaciones en dos dimensiones manteniendo constante uno de los ángulos de Euler [21].

La Figura 17 muestra las secciones $\varphi_2 = 0^\circ$ y $\varphi_2 = 45^\circ$ del espacio de Euler en donde se muestran las componentes de textura ideales para sistemas cúbicos [21].

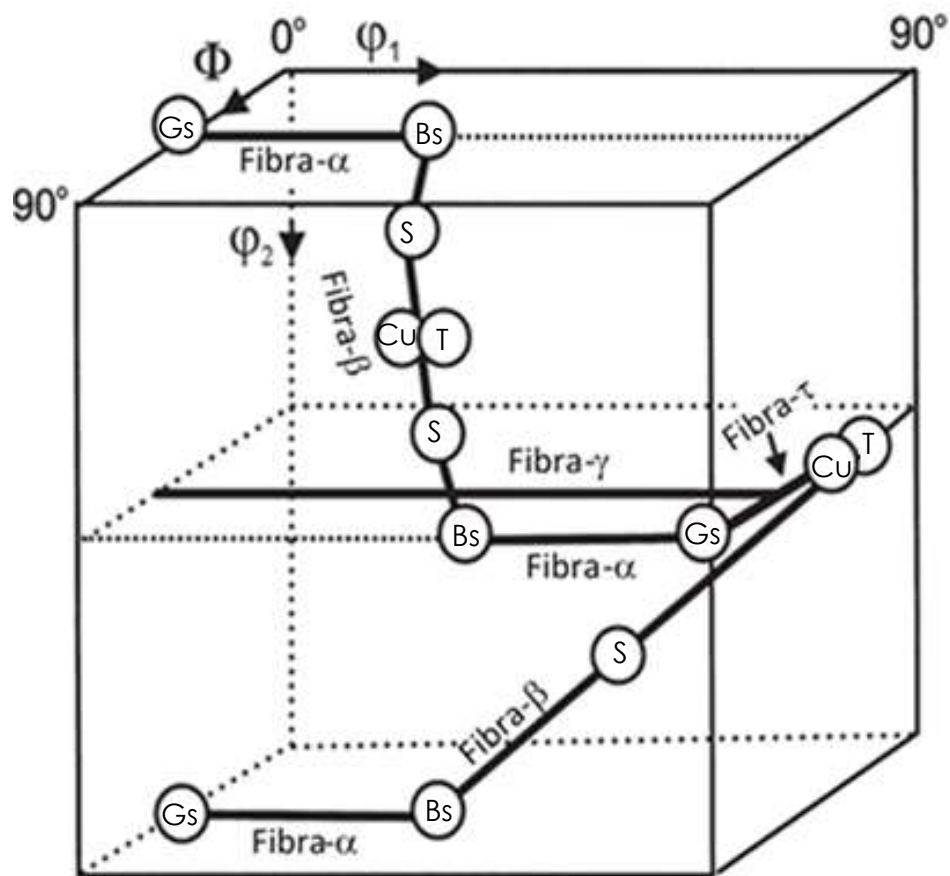


Figura 16. Espacio de Euler utilizado para representar la función de distribución de orientaciones en tres dimensiones. Se muestran las principales fibras de textura en materiales FCC [21].

Algunas de las componentes mostradas en la Tabla 7 (C, Gs, Bs, Cu) son ubicadas en las secciones $\varphi_2=0^\circ$ y $\varphi_2=45^\circ$ de la ODF mostrada en la Figura 17 [21]. Es importante mencionar que la evolución de la textura cristalográfica en el presente trabajo en función del tiempo de AM y del contenido de G, será descrita utilizando como referencia estas secciones de la ODF (Figura 17).

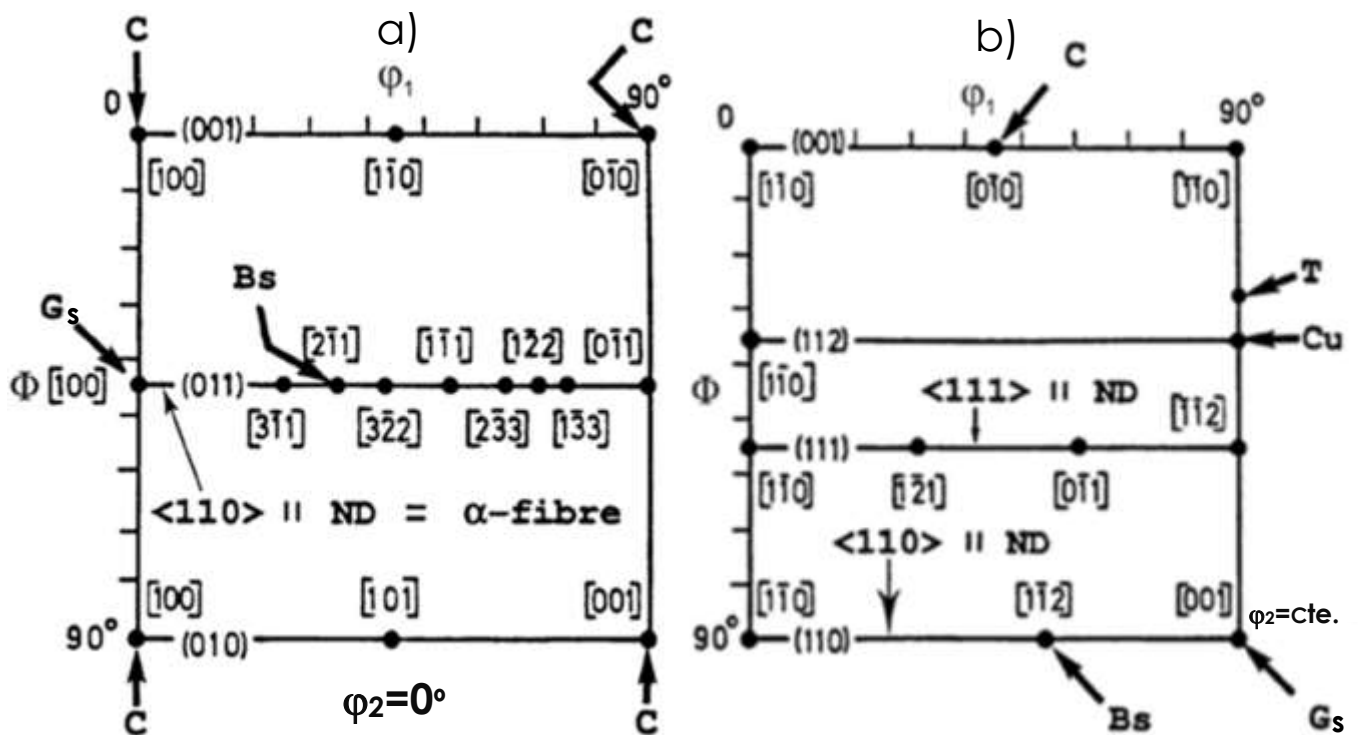


Figura 17. Sección: a) $\varphi_2=0^\circ$ y b) $\varphi_2=45^\circ$ de la función de distribución de orientaciones de materiales cúbicos, donde se muestran las componentes de textura ideales: C (001)[$0\bar{1}0$], Gs (110)[001], Bs (110)[$1\bar{1}2$], Cu (112)[111] [40].

1.5 Efectos de la composición química y variables del proceso sobre la textura cristalográfica en aluminio y aleaciones de aluminio.

A continuación, se describen algunos trabajos que reportan variaciones de la textura cristalográfica en Al y sus aleaciones en función de las variables del proceso (grado de deformación, tratamiento térmico, etc) y la composición química.

La Figura 18 muestra la “textura de deformación” (mediante laminación) obtenida en Al puro después de una reducción en espesor de 90 %. Las principales componentes de textura observadas en la función de distribución de orientaciones ($\varphi_2 = \text{constante}$) son: Bs (Brass) $\{011\}\langle 211\rangle$, C (cube) $\{001\}\langle 100\rangle$, S $\{123\}\langle 634\rangle$ y Cu (Copper) $\{112\}\langle 111\rangle$ [21].

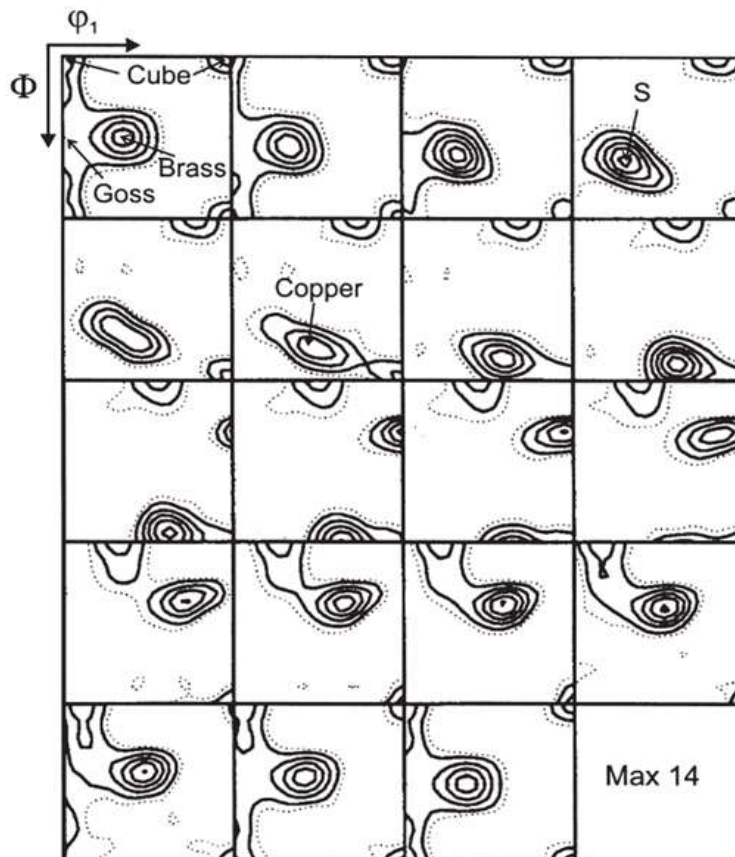


Figura 18. Función de distribución de orientaciones que muestra las texturas de deformación (90% de reducción en espesor) en Al [21].

La Figura 19, muestra las "texturas de recristalización" obtenidas después del recocido de aleaciones Al-3%Mg, previamente deformadas en frío mediante laminación con reducciones en espesor de 90 % y 97.5 % [21].

En el primer caso, se observa mayoritariamente la componente de cubo (Cube) $\{001\}\langle 100 \rangle$ (Figura 19a). A diferencia de la textura de deformación observada en Al puro para un mismo grado de reducción en espesor (Figura 18), en este caso no se desarrollan las componentes S $\{123\}\langle 634 \rangle$ o Cu $\{112\}\langle 111 \rangle$. Así mismo, la intensidad de la componente Bs $\{011\}\langle 211 \rangle$ es muy baja comparada con la obtenida después de la deformación (comparar Figuras 18 y 19a) [21].

La "textura de recristalización" de muestras con 97.5 % de reducción en espesor, se caracteriza por la presencia de componentes Gs $\{011\}\langle 100 \rangle$ y Q $\{013\}\langle 231 \rangle$, y una disminución en la intensidad de la componente de Cubo $\{001\}\langle 100 \rangle$ (comparar Figuras 19a y 19b) [21].

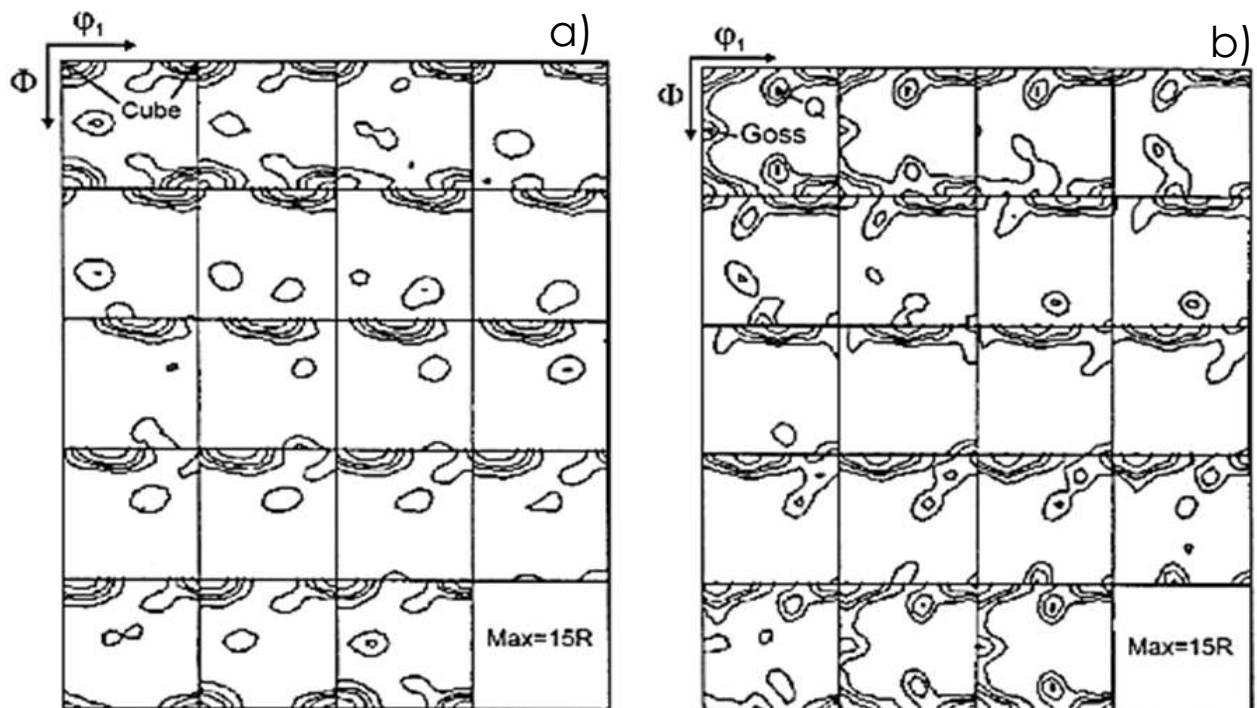


Figura 19. Función de distribución de orientaciones que muestra las texturas de recristalización de aleaciones Al-3%Mg previamente deformadas: a) 90% y b) 97.5% de reducción en espesor [21].

La componente Bs $\{011\}\langle 211\rangle$ observada mayoritariamente en la textura de deformación del Al puro (Figura 18), no se obtiene después de la recrystalización de muestras con 97.5 % de reducción en espesor (Figura 19b) [21].

A partir de estos resultados, se puede concluir que el porcentaje de reducción en frío y la composición química tienen un efecto importante sobre la modificación de las texturas de deformación y recrystalización en Al y aleaciones de Al.

La Figura 20 muestra la evolución de la textura cristalográfica en aleaciones Al-1%Mn durante el tratamiento térmico de recocido. La recrystalización primaria de la aleación promueve el desarrollo de una intensa componente de cubo C (Cube) $\{001\}\langle 100\rangle$ (Figura 20a). Después de la primera etapa del crecimiento de grano se observa una componente P $\{011\}\langle 122\rangle$ muy intensa y una componente Q $\{013\}\langle 231\rangle$ con baja intensidad. En contraste, después del proceso de la etapa final del crecimiento de grano se observa una disminución en la intensidad de la componente P $\{011\}\langle 122\rangle$ y un incremento en la intensidad de la componente Q $\{013\}\langle 231\rangle$ [21].

Estos resultados indican que las condiciones del tratamiento térmico también tienen una influencia muy importante sobre las texturas cristalográficas finales desarrolladas en el material [21].

La Figura 21 muestra las texturas desarrolladas en una aleación de Al-1%Mg-1%Mn después del proceso de laminación en caliente [21]. Se observa una alta intensidad de las componentes Bs $\{011\}\langle 211\rangle$ y T $\{4\ 4\ 11\}\langle 11\ 11\ 8\rangle$. Sin embargo, la intensidad de las componentes de C $\{001\}\langle 100\rangle$ y P $\{011\}\langle 122\rangle$ observadas en las aleaciones Al-1%Mn de la Figura anterior no se presentan.

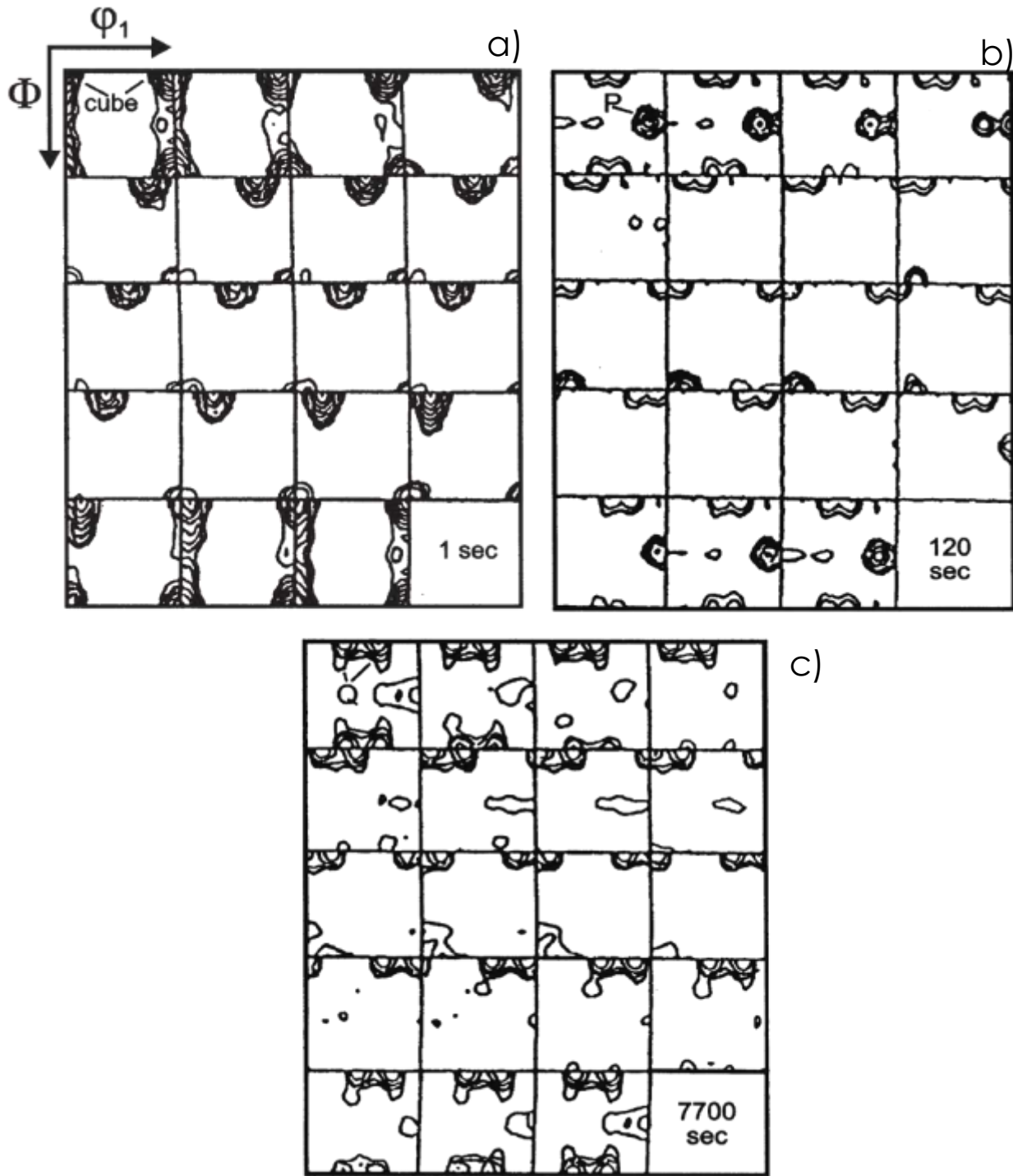


Figura 20. Función de distribución de orientaciones obtenida en aleaciones Al-1%Mn durante: a) recristalización primaria, b) etapa inicial del crecimiento de grano y c) etapa final del crecimiento [21].

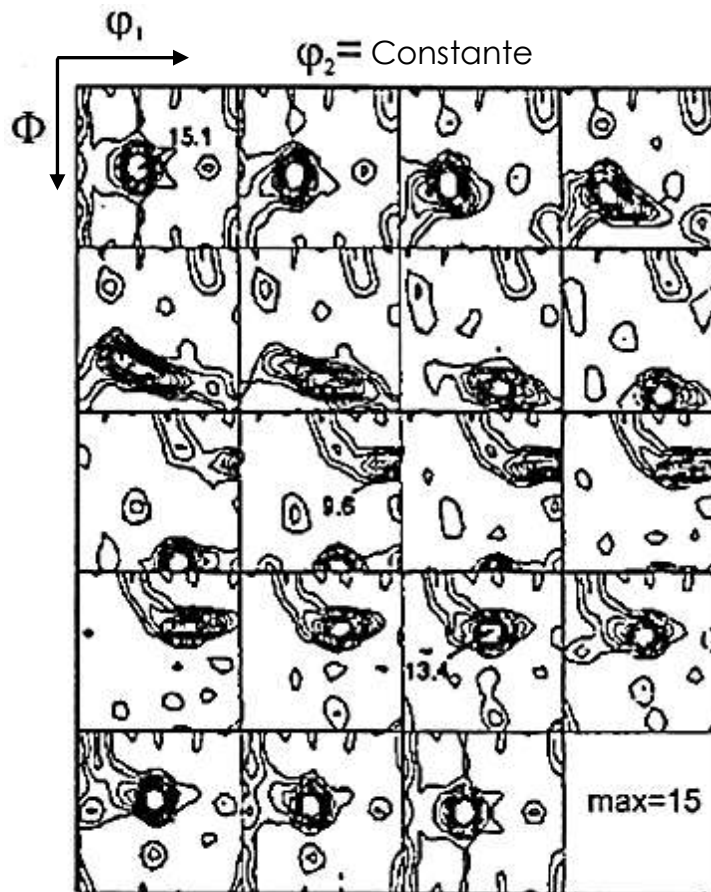


Figura 21. Función de distribución de orientaciones que muestra las texturas de aleaciones Al-1%Mg-1%Mn después de la laminación en caliente [21].

Estos resultados sugieren que además del grado de deformación, y la temperatura del tratamiento térmico, las condiciones del proceso termomecánico también tienen un efecto sobre el desarrollo de texturas cristalográficas en aleaciones de Al [21].

1.6 Texturas cristalográficas obtenidas en aleaciones de aluminio procesadas mediante extrusión.

Yang [19] estudió el comportamiento de la deformación en caliente en función de la textura cristalográfica en aleaciones AA7075.

Como material de partida se utilizaron barras de la aleación AA7075 extruidas con la composición química siguiente: 6.08Zn-2.67Mg-1.26Cu-0.14Cr. Las barras extruidas fueron calentadas durante 4 h a 480 °C y posteriormente sometidas a ensayos de compresión a 320, 400 y 480 °C [19].

Para investigar el efecto de la textura cristalográfica se maquinaron muestras de las barras extruidas en tres direcciones diferentes con respecto a la dirección longitudinal de la barra: 0, 45 y 90 °C [19].

La textura cristalográfica se midió mediante difracción de rayos-X utilizando radiación $\text{CuK}\alpha$. Se determinaron las figuras de polos (200), (111), (220) y (311), y se calculó la función de distribución de orientaciones mediante series de expansión [19].

Los resultados reportados por Yang [19] que son de interés para el presente trabajo son las características microestructurales de la aleación AA7075 producidas por la extrusión: estructura de grano y textura cristalográfica.

La Figura 22 muestra la microestructura de la barra extruida, en la cual se observan granos elongados paralelos a la dirección de extrusión, con un tamaño mayor a 50 μm . Esta microestructura es característica de un material deformado. Por otra parte, la Figura 23 muestra la función de distribución de orientaciones del material de partida determinada a partir de los ángulos de Euler φ_1 , Φ , φ_2 . Las principales componentes de texturas observadas son $\{112\}$ $\langle 111 \rangle$ y $\{110\}$ $\langle 211 \rangle$, es decir texturas de deformación típicas en aleaciones de aluminio [19].

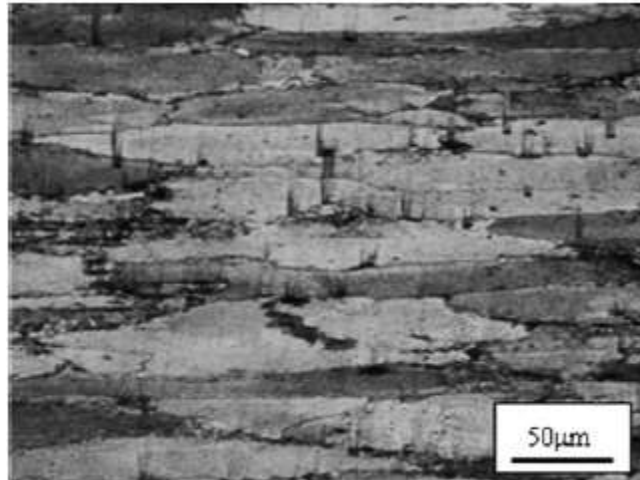


Figura 22. Microestructura de la aleación de aluminio AA7075 después de la extrusión en caliente [19].

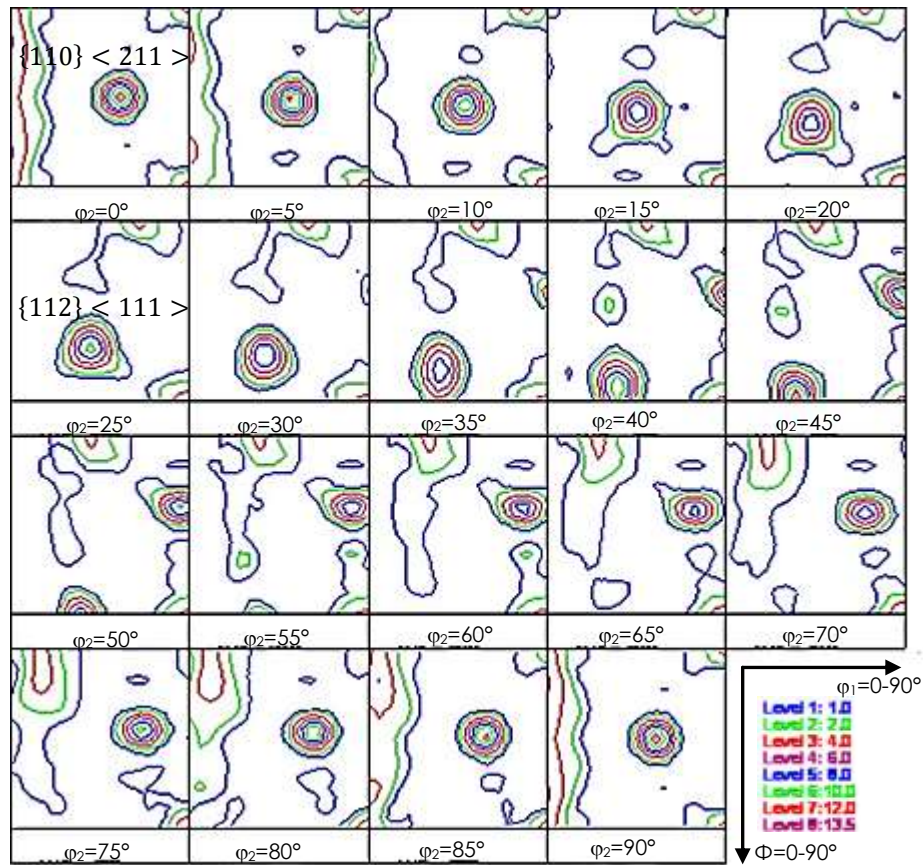


Figura 23. Función de distribución de orientaciones de la aleación AA7075 extruida [19].

La resistencia de los granos durante la deformación es comúnmente correlacionada con el factor de Taylor [21] o el factor de Schmid [19]. Un grano es relativamente más resistente con un factor de Taylor más grande o un factor de Schmid más pequeño. El factor de Schmid para cada componente de textura y cada muestra fue calculado mediante el modelo de cristal único [19].

Para la componente de textura $\{112\} \langle 111 \rangle$, el factor de Schmid fue de 0.33, 0.38 y 0.40 en muestras maquinadas a 0° , 45° y 90° , respectivamente. En contraste, el factor de Schmid para la componente de textura $\{110\} \langle 111 \rangle$ fue de 0.27, 0.43 y 0.41, respectivamente [19].

La conclusión principal de este trabajo fue que independientemente de la temperatura utilizada durante la deformación en caliente, la resistencia fue mayor en muestras maquinadas a 0° . Este comportamiento fue atribuido a que en estas muestras se obtuvieron los valores del factor de Schmid más bajos [19].

Por otra parte, se puede observar que la función de distribución de orientaciones calculada en la aleación AA7075 extruida, es muy similar a la obtenida en Al puro mediante laminación en frío (Figura 18). Se desarrollan componentes de textura muy cercanas a la S $\{123\} \langle 634 \rangle$, Cu $\{112\} \langle 111 \rangle$ y Bs $\{011\} \langle 211 \rangle$.

Existe mucha información disponible en la literatura enfocada a establecer los efectos de la textura cristalográfica sobre las propiedades mecánicas de aleaciones de aluminio producidas por métodos convencionales, que presentan una microestructura convencional, es decir con tamaños de grano relativamente grande [16, 18, 19].

En el caso de materiales compuestos AA7075 fabricados mediante técnicas nuevas como el aleado mecánico, que presentan estructuras nanométricas o de grano ultrafino no existe información referente a la textura cristalográfica y

su efecto sobre las propiedades mecánicas, y esto es parte del objetivo del presente trabajo.

A continuación se describe la metodología utilizada en este trabajo para establecer los efectos del tiempo de AM y del contenido del material de refuerzo (grafito) sobre la microestructura (tamaño de grano, segundas fases, desorientación interna, textura cristalográfica) y las propiedades mecánicas de aleaciones de aluminio AA7075-G producidas mediante aleado mecánico y extrusión en caliente.

CAPÍTULO 2. METODOLOGÍA PARA DETERMINAR LOS EFECTOS DEL CONTENIDO DE GRAFITO Y EL TIEMPO DE MOLIENDA SOBRE LA MICROESTRUCTURA Y PROPIEDADES MECÁNICAS DE ALEACIONES AA7075-G FABRICADAS MEDIANTE ALEADO MECÁNICO Y EXTRUSIÓN EN CALIENTE

La Figura 24 muestra la metodología utilizada para el desarrollo de este trabajo, la cual fue diseñada de tal manera que se pudieran investigar los efectos del tiempo y del contenido de Grafito (G) sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de aleaciones AA7075-G producidas mediante Aleado Mecánico (AM).

Primeramente, se sintetizaron los materiales compuestos AA7075-G mediante AM a partir de polvos elementales puros: Al, Zn, Mg, Cu, Cr, Mn y G.

Los polvos fueron caracterizados por difracción de rayos -X (XRD), difracción láser (LD), microscopía electrónica de barrido (SEM) y de transmisión (TEM).

Después del AM, los polvos obtenidos fueron sinterizados y extruidos en caliente. Las muestras extruidas fueron caracterizadas mediante precesión de electrones (PED), difracción de rayos-X (XRD), difracción de electrones retrodispersados (EBSD) y microscopía electrónica de transmisión (TEM).

Las propiedades mecánicas fueron determinadas a partir de mediciones de microdureza (HVN) y ensayos de tensión uniaxial.

Para evaluar los efectos de las variables investigadas, se procesó por la misma ruta una muestra de referencia, sin AM y sin añadirle material de refuerzo. A continuación, se describen las etapas del procesamiento, los parámetros de control y las técnicas de caracterización utilizadas.

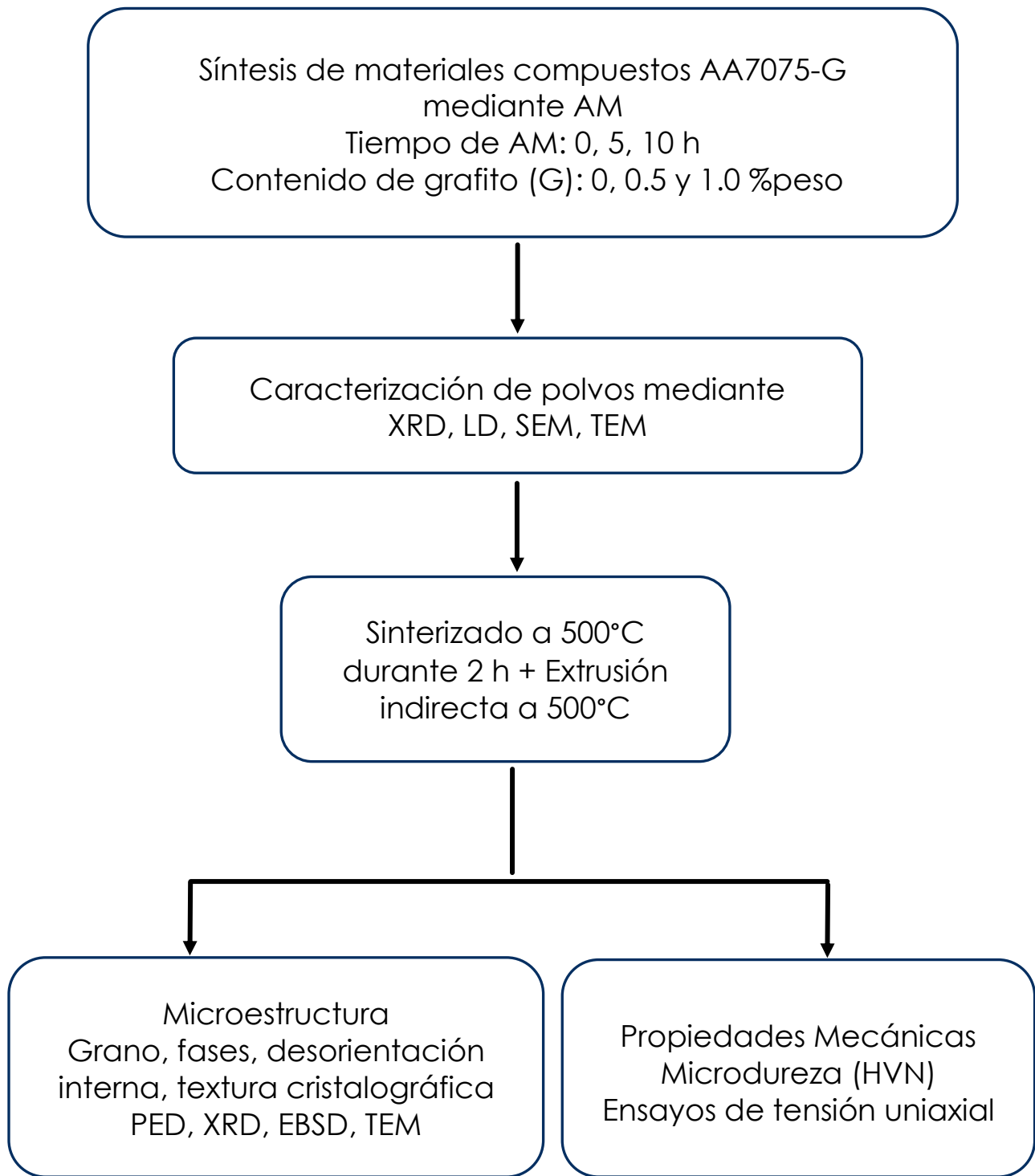


Figura 24. Metodología utilizada para el desarrollo del presente trabajo.

2.1 Síntesis de materiales compuestos AA7075-G.

El AM de los polvos utilizados para la síntesis de los materiales compuestos (MC) AA7075-G se realizó en un molino de bolas AISI 304, el cual tiene un diámetro interior de 12.5 cm y es operado a 1800 rpm en atmósfera de argón. Tanto el medio de molienda como el contenedor fueron de acero inoxidable.

El grafito fue procesado en un molino de alta energía SPEX-8000M durante 8 h en una atmósfera de argón. La mezcla de materiales se realizó en el mismo equipo durante 5 min sin medio de molienda, para lograr una mezcla homogénea.

Antes del AM se realizó el "empape", para asegurar que el medio de molienda se recubriera con Al y de esta manera reducir la contaminación de la aleación con Fe.

Los tiempos del AM fueron de 0, 5 y 10 h, mientras que la concentración del material de refuerzo (grafito) fue de 0, 0.5 y 1 % peso. Para evaluar los efectos de las variables investigadas, se procesó una muestra de referencia sin aleado mecánico (mezcla de polvos) y sin grafito.

Se empleó una relación bola/polvo de 14. Esto significa que por cada gramo de polvo se utilizaron 14 g de medio de molienda (bolas) [12].

Se utilizaron 70 g de polvo y 3 ml de metanol como agente de control de proceso. El objetivo de este último es evitar la aglomeración de las partículas de polvo y alcanzar un equilibrio entre los procesos de deformación, fractura y soldado en frío, de tal manera que el AM pueda llevarse a cabo [12-14].

La Tabla 8 muestra la composición de los compósitos sintetizados. La composición química nominal de la aleación AA7075 tiene un contenido de Zn 5.1 %. Sin embargo, R. Deaquino y col. [12-14] reportaron que es posible mejorar las propiedades mecánicas de las aleaciones AA7075 mediante la adición de

partículas de grafito, de tal manera que es posible disminuir el contenido de Zn (5.1 % a 3.1 %), dicha disminución puede compensarse con la adición de 1.0 % de grafito, manteniendo buenas propiedades mecánicas [12]. Por tal motivo, en el presente trabajo se decidió utilizar un contenido de Zn de 3.1 % para la fabricación de los compósitos.

Tabla 8. Composición química de los materiales compuestos AA7075-G obtenidos mediante AM (% peso).

Composición química (% peso)							
Zn	Mg	Cu	Cr	Fe	Mn	Grafito	Al
3.1	2.5	1.6	0.23	0.3	0.2	0	Bal.
3.1	2.5	1.6	0.23	0.3	0.2	0.5	Bal.
3.1	2.5	1.6	0.23	0.3	0.2	1	Bal.

2.2 Consolidación de polvos mediante sinterizado y extrusión en caliente.

Los polvos fueron consolidados mediante procesos de sinterización y extrusión indirecta en caliente, considerando las ventajas de éste último (descritas previamente) sobre otros procesos de manufactura [30].

La compactación de los polvos se logró mediante la aplicación de una carga de 600 kN durante 2 minutos, aplicando un esfuerzo de aproximadamente de 950 MPa. Se obtuvieron muestras cilíndricas de 40 mm de diámetro y 2.5 cm de altura, las cuales fueron sinterizadas y extruidas en caliente. El sinterizado se realizó al vacío por 3 h a una temperatura de 500 °C utilizando una velocidad de calentamiento de 50 °C/min.

Posteriormente, las muestras fueron calentadas a 500 °C durante 0.5 h y extruidas mediante extrusión indirecta utilizando una relación de extrusión de 16. Las dimensiones de las barras extruidas fueron aproximadamente 10 mm de diámetro x 300 mm de longitud aproximadamente.

Los parámetros utilizados en el proceso de consolidación son los mismos a los utilizados por R. Deaquino [12] en una aleación AA7075-G con 3.1% Zn, similar a la utilizada en el presente trabajo.

2.3 Técnicas de caracterización.

Los polvos obtenidos mediante AM y las muestras extruidas, fueron caracterizados mediante distintas técnicas para evaluar los cambios microestructurales causados por las variables de control y establecer su correlación con las propiedades mecánicas del producto final. A continuación se describe cada una de ellas.

2.3.1 Difracción láser.

La técnica de difracción láser fue utilizada para evaluar la uniformidad en el tamaño de partícula de los polvos obtenidos mediante AM. Las mediciones se realizaron en un analizador de tamaños de partículas marca Mastersizer modelo 3000E. Los análisis se realizaron por triplicado utilizando 1 g de muestra y metanol como dispersante.

La técnica de difracción laser es una técnica de medición rápida y confiable ampliamente utilizada para medir el tamaño de partícula materiales que van desde cientos de nanómetros hasta varios milímetros en tamaño, en base a las especificaciones de la norma ISO13320-2009 [41]. Utiliza la teoría Mie de la

dispersión de la luz para calcular la distribución de tamaño de partícula, suponiendo un modelo de esfera equivalente al volumen [41-43].

2.3.2 Difracción de rayos-X.

Los polvos obtenidos mediante AM fueron analizados mediante difracción de rayos-X con el fin de determinar la formación de la solución sólida entre el aluminio y los elementos que constituyen la aleación AA7075-G. Esta técnica también fue utilizada para detectar la posible formación de segundas fases en las muestras extruidas. Para ello las muestras fueron analizadas en un difractómetro Bruker D8 ADVANCE. Los patrones de difracción fueron obtenidos utilizando radiación monocromática Cu K α ($\lambda=0.15418$ nm), 40kV, 35 mA, paso de 0.02 y velocidad de barrido de 2° por min. El intervalo de muestreo 2 θ fue de 20 a 100°.

A partir de los patrones de difracción obtenidos se calculó el tamaño de cristalita promedio utilizando la ecuación de Williamson-Hall (para mayor información ver anexo 1) [44, 45].

2.3.3 Microscopía electrónica de barrido.

Esta técnica fue utilizada para caracterizar la morfología y el tamaño de partícula de los materiales compuestos en función del tiempo de AM y del contenido de grafito. Las observaciones se realizaron en un microscopio electrónico Philips XL30, el cual cuenta con detectores de electrones retrodispersados (BSE) y electrones secundarios (SE). Para la observación por esta técnica, los polvos fueron depositados sobre cinta de grafito.

2.3.4 Microscopía electrónica de transmisión.

Esta técnica se empleó para determinar los efectos de las variables de estudio sobre el tamaño de cristalita en los polvos obtenidos mediante AM.

Los polvos se analizaron en un microscopio electrónico de transmisión FEI modelo TITAN 80-300kV, operado a 300 kV. Las imágenes se colectaron con una cámara CCD (Gatan de 1024 x 1024 pixeles de resolución digital), y se utilizó el programa Digital Micrograph para el indexado de los patrones de difracción. Para su observación, los polvos fueron dispersados en una solución de metanol y colocados en rejillas de Cu de 3 mm de diámetro.

Así mismo, esta técnica fue utilizada para observar las características microestructurales de las muestras extruidas. Para este caso, las muestras se prepararon de la siguiente manera: se cortaron probetas transversales de las barras extruidas de 10 mm de diámetro x 5 mm de espesor, en una máquina de corte de baja velocidad marca Leco modelo VC-50 utilizando un disco de diamante marca Struers y fueron preparadas mediante desbaste y pulido hasta 50 μm de espesor utilizando papel abrasivo de SiC (Struers No. 100, 300, 400, 600 y 1200).

Posteriormente, se obtuvieron muestras de 3 mm de diámetro con un punzón marca Gatan, las cuales fueron electropulidas en una máquina de electropulido de doble inyector TenuPol utilizando una solución de 25 % de HNO_3 + 75 % metanol y un voltaje de 10 V. La temperatura del electrolito se mantuvo alrededor de $-40\text{ }^\circ\text{C}$ utilizando nitrógeno líquido. Las muestras perforadas fueron sumergidas en 3 distintos contenedores con etanol (15 veces en cada contenedor) para remover el electrolito y secadas en papel filtro durante 5 min.

La observación de las muestras extruidas se realizó en un microscopio electrónico de transmisión marca JEOL modelo 2000FX.

Con el fin de determinar las características microestructurales de los polvos y de las muestras extruidas, en ambos casos se obtuvieron imágenes mediante las técnicas de campo oscuro y campo claro.

2.3.5 Precesión de electrones.

La precesión de electrones (PED, por sus siglas en inglés) es una técnica especializada para la obtención de patrones de difracción en un microscopio electrónico de transmisión, mediante la rotación o precesión del haz incidente sobre la muestra alrededor del eje central del microscopio. Un patrón de PED se obtiene integrando todos los patrones de difracción adquiridos por el equipo durante el análisis, proporciona información confiable de la estructura cristalina y de la orientación cristalográfica [46, 47].

Esta técnica fue utilizada con el fin de medir la textura cristalográfica y realizar el análisis de desorientación interna de grano en muestras que fueron extruidas en caliente. En especial, para estudiar los procesos de recristalización y crecimiento de grano en dichas muestras.

Para este análisis, las muestras fueron preparadas previamente mediante un haz de iones focalizado (FIB) en un microscopio electrónico de barrido Zeiss FIB/SEM Cross Beam. Para la obtención de las lamelas ($8\ \mu\text{m} \times 8\ \mu\text{m} \times 30\ \text{nm}$) el equipo fue operado con una aceleración de 30 kV en modo STEM utilizando iones de galio.

El área de los mapas de orientación obtenidos fue de $2.5\ \mu\text{m} \times 2.5\ \mu\text{m}$ utilizando un paso de 10 nm a un ángulo de 3° de inclinación. Los análisis se realizaron con el software ASTAR en un equipo de precesión de electrones acoplado a un microscopio electrónico de transmisión JEOL-2010 operado a 200 kV y 60 Hz de frecuencia.

Los análisis de desorientación interna de grano fueron obtenidos de “punto a punto” y “punto a origen” a partir de los cambios en los patrones de difracción de electrones obtenidos [47].

2.3.6 Difracción de electrones retrodispersados.

Inicialmente, la técnica de precesión de electrones fue considerada como la técnica ideal para la medición de la textura cristalográfica, debido a que se esperaba obtener materiales con tamaño de grano nanométrico, en base a lo reportado en trabajos anteriores [38]. Sin embargo, se decidió también utilizar la técnica de difracción de electrones retrodispersados para complementar y confirmar la información obtenida.

Los análisis de textura cristalográfica, análisis de desorientación y distribución de tamaños de grano en muestras extruidas se realizaron mediante microscopía de imagen orientacional (OIM, por sus siglas en inglés) y la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD, por sus siglas en inglés), en un microscopio electrónico de barrido marca Philips modelo XL30, equipado con un sistema TSL para mediciones de textura por EBSD.

Las muestras fueron preparadas mediante erosión con iones de argón en un pulidor de sección transversal JEOL IB-09010CP. Los análisis mediante EBSD se realizaron en planos paralelos a la dirección de extrusión en un área de $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$ con un paso de $0.1\ \mu\text{m}$. La textura cristalográfica fue medida mediante el cálculo de la función de distribución de orientaciones considerando el formalismo de Bunge a partir de los ángulos de Euler.

El cálculo de la ODF se realizó a través del desarrollo en series de Fourier de armónicos esféricos generalizados a tres dimensiones. El número de series utilizado fue $L=16$. La desorientación interna de grano fue determinada mediante variaciones en los ángulos de Euler dentro de un mismo grano. Los mapas de

orientación, desorientación, distribución de tamaños de grano y el cálculo de la función de distribución de orientaciones fueron obtenidos con ayuda del programa TSL OIM 5.0.

2.3.7 Microdureza.

La medición de la microdureza Vickers se realizó en muestras obtenidas después del proceso de extrusión en caliente con el fin de evaluar los cambios en la dureza de las aleaciones investigadas en función de las variables de estudio.

Las muestras fueron preparadas mediante técnicas convencionales de metalografía para obtener superficies planas y paralelas. Para ello, las muestras extruidas fueron desbastadas en secciones transversales utilizando papel abrasivo (carburo de silicio marca Struers de No. 320 a 2400) y posteriormente pulidas hasta acabado espejo utilizando alúmina (3 μm) para lograr la calidad superficial requerida en base a dicha norma.

Las mediciones se realizaron en un microdurómetro Shimadzu modelo HMV-G de acuerdo con las especificaciones de la norma ASTM E384 [48]. Se realizaron 20 indentaciones por muestra empleando un indentador de diamante con punta piramidal, carga de 300 g y tiempo de aplicación de carga de 15 s. Para la verificación del equipo se empleó un estándar marca Wilson con valor nominal de 481 HVN a una carga aplicada de 500 g, con ello se garantiza la confiabilidad de las mediciones.

2.3.8 Ensayos de tensión uniaxial.

Las propiedades mecánicas (resistencia a la cedencia, resistencia a la tracción y porcentaje de elongación a fractura) de las aleaciones AA7075-G investigados se determinaron a partir de ensayos de tensión uniaxial.

Las probetas fueron maquinadas en la dirección longitudinal de las barras (sentido de la extrusión), de acuerdo a los procedimientos de la norma ASTM B557 [30]. El diámetro en la sección reducida fue de 0.25 pulgadas y la longitud calibrada fue de 1.0 pulgada. Los ensayos se realizaron por duplicado a una velocidad constante de avance del cabezal de 0.016 mm/s en una máquina servo hidráulica marca MTS modelo 810 de 100 kN de capacidad.

La deformación se registró con un extensómetro marca MTS modelo 634.12F-24 de 25 mm de longitud calibrada. El esfuerzo de cedencia (σ_y) se calculó por el método offset a un valor de 0.2 % de deformación. Finalmente, la resistencia a la tracción o esfuerzo a la tensión máximo (σ_{max}) se determinó dividiendo la carga máxima entre el área inicial de la sección transversal.

CAPÍTULO 3. DISCUSIÓN DE LOS EFECTOS DEL CONTENIDO DE GRAFITO Y EL TIEMPO DE MOLIENDA SOBRE LA MICROESTRUCTURA Y PROPIEDADES MECÁNICAS DE ALEACIONES AA7075-G FABRICADAS MEDIANTE ALEADO MECÁNICO Y EXTRUSIÓN EN CALIENTE

En este capítulo se presentan y discuten los efectos del tiempo de AM y el contenido del material de refuerzo sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de las aleaciones AA7075-G investigadas.

3.1 Características estructurales y microestructurales de materiales compuestos AA7075-grafito obtenidos mediante aleado mecánico.

3.1.1 Tamaño de partícula.

La Figura 25 muestra el efecto del tiempo y del contenido de grafito sobre la morfología y el tamaño de partícula de los polvos obtenidos del AM.

En general, las partículas presentan una morfología irregular con superficies fracturadas, lo cual es el resultado del proceso de molienda. Así mismo se observa que para una misma cantidad de grafito, el tamaño de partícula es más pequeño a medida que el tiempo de AM se incrementa. Por ejemplo, las muestras con 10 h de AM (Figuras 25d, 25e y 25f) tienen un tamaño de partícula menor que el de muestras con 5 h (Figuras 25a, 25b y 25c).

Por otro lado, para un tiempo determinado, el tamaño de partícula disminuye conforme el contenido de grafito se incrementa. Por ejemplo, las muestras con 0 % de grafito (Figuras 25a y 25d) tienen un tamaño de partícula significativamente más grande que las muestras con 1 % de grafito (Figuras 25c y 25f). Estos resultados indican que el grafito favorece, al igual que el agente de control de proceso la reducción del tamaño de partícula.

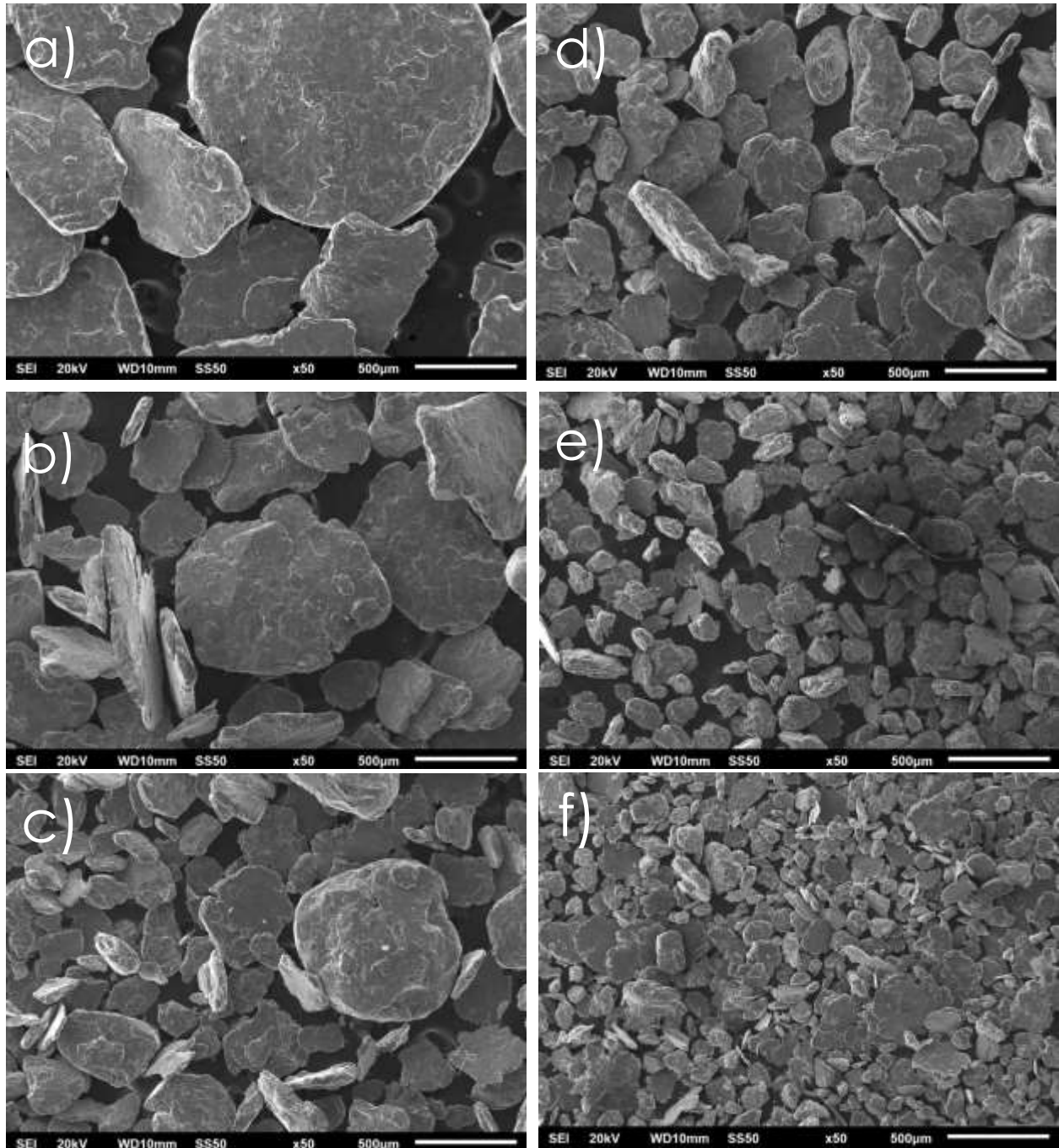


Figura 25. Efecto del tiempo de AM y el contenido de G sobre el tamaño de partícula de los polvos. (Izquierda) Muestras con 5 h y (derecha) con 10 h de AM: a, d) 0 %G; b, e) 0.5 %G y c, f) 1.0 %G.

Estos resultados sugieren que el grafito reduce la tensión superficial de los polvos durante el aleado mecánico, favoreciendo la deformación, fractura y evitando la excesiva soldadura en frío de las partículas promoviendo la disminución del tamaño. Por lo tanto, a mayor contenido de grafito menor es el tamaño de partícula obtenido como se observa en la Figura 25.

Algunos autores han reportado que el uso de grafito como agente de control de proceso favorece la reducción del tamaño de partícula, lo cual es consistente con los resultados obtenidos en el presente trabajo [12-14].

3.1.2 Distribución de tamaños de partícula.

La Figura 26 muestra los perfiles de la distribución del tamaño de partícula obtenidos mediante difracción láser en función del tiempo de AM y del contenido de grafito. En general, se observa que el pico máximo de las distribuciones se desplaza hacia valores más bajos conforme el tiempo de AM se incrementa y el efecto es más significativo para un mayor contenido de grafito. Como se mencionó anteriormente este efecto se relaciona con el mayor tiempo disponible para la reducción del tamaño mediante procesos de fractura y con la contribución del grafito como agente de control de proceso [7, 12, 38].

La dispersión de los polvos obtenidos con 5 h de AM es más alta que la observada en muestras con 10 h, lo cual indica que el incremento en el tiempo resulta en una mayor homogeneidad del tamaño de partícula.

La Figura 27 muestra el tamaño de partícula promedio obtenido a partir de las tres mediciones. En muestras con 5 h de AM el tamaño de partícula se reduce hasta aproximadamente 387 μm , 305 μm y 220 μm para contenidos de grafito de 0 %, 0.5 % y 1 %, respectivamente.

En contraste, las muestras con 10 h de AM resultan en tamaños más pequeños, alrededor de 190 μm , 125 μm y 88 μm para contenidos de grafito de 0 %, 0.5 % y 1%, respectivamente.

El efecto del tiempo sobre el tamaño de partícula se observa claramente en muestras sin material de refuerzo. Las muestras con 5 h de AM exhiben un tamaño de alrededor de 387 μm , mientras que las muestras con 10 h presentan un tamaño de 190 μm .

Así mismo, para un contenido de grafito determinado, el tamaño de partícula es más pequeño para un tiempo de AM más prolongado. Por ejemplo, las muestras con 0.5 % de grafito resultan en tamaños de 305 μm y 125 μm , mientras que las muestras con 1 % de grafito exhiben valores de 220 μm y 88 μm , después de 5 y 10 h de AM, respectivamente.

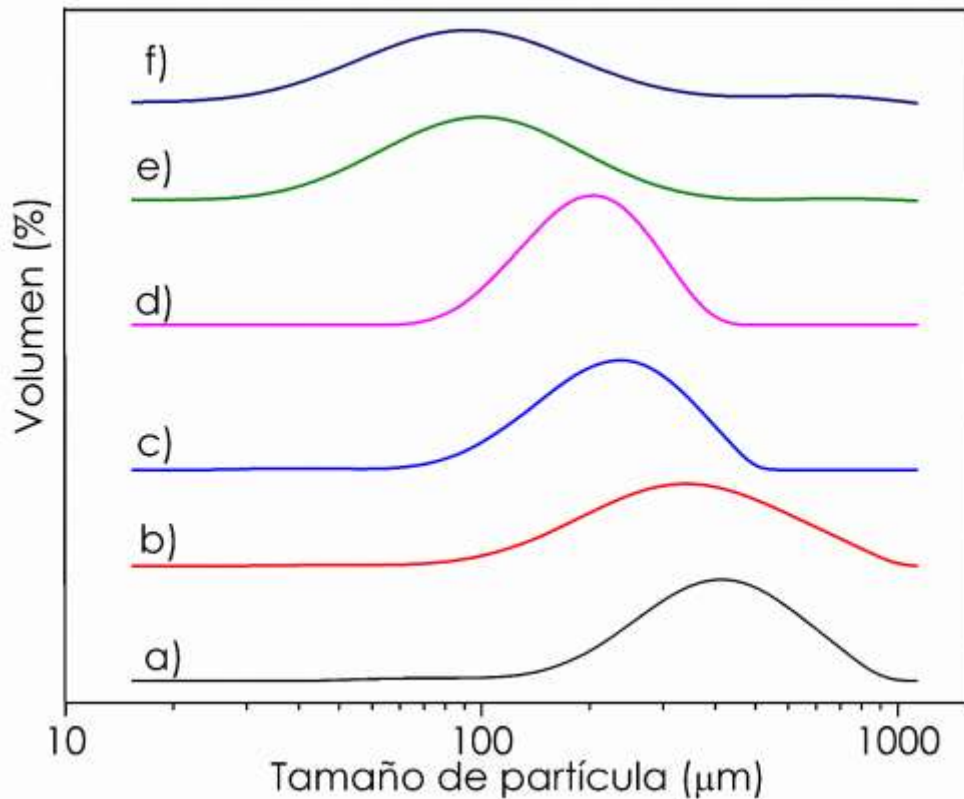


Figura 26. Distribuciones de tamaño de partícula obtenidas mediante LD en función del tiempo de AM y del contenido de G: a) 5 h, 0 %G; b) 5 h, 0.5 %G; c) 5 h, 1 %G; d) 10 h, 0 %G; e) 10 h, 0.5 %G y f) 10 h, 1 %G.

A partir de estos resultados, se puede establecer que el efecto del tiempo de AM sobre la reducción en el tamaño de partícula es más significativo que el efecto del grafito.

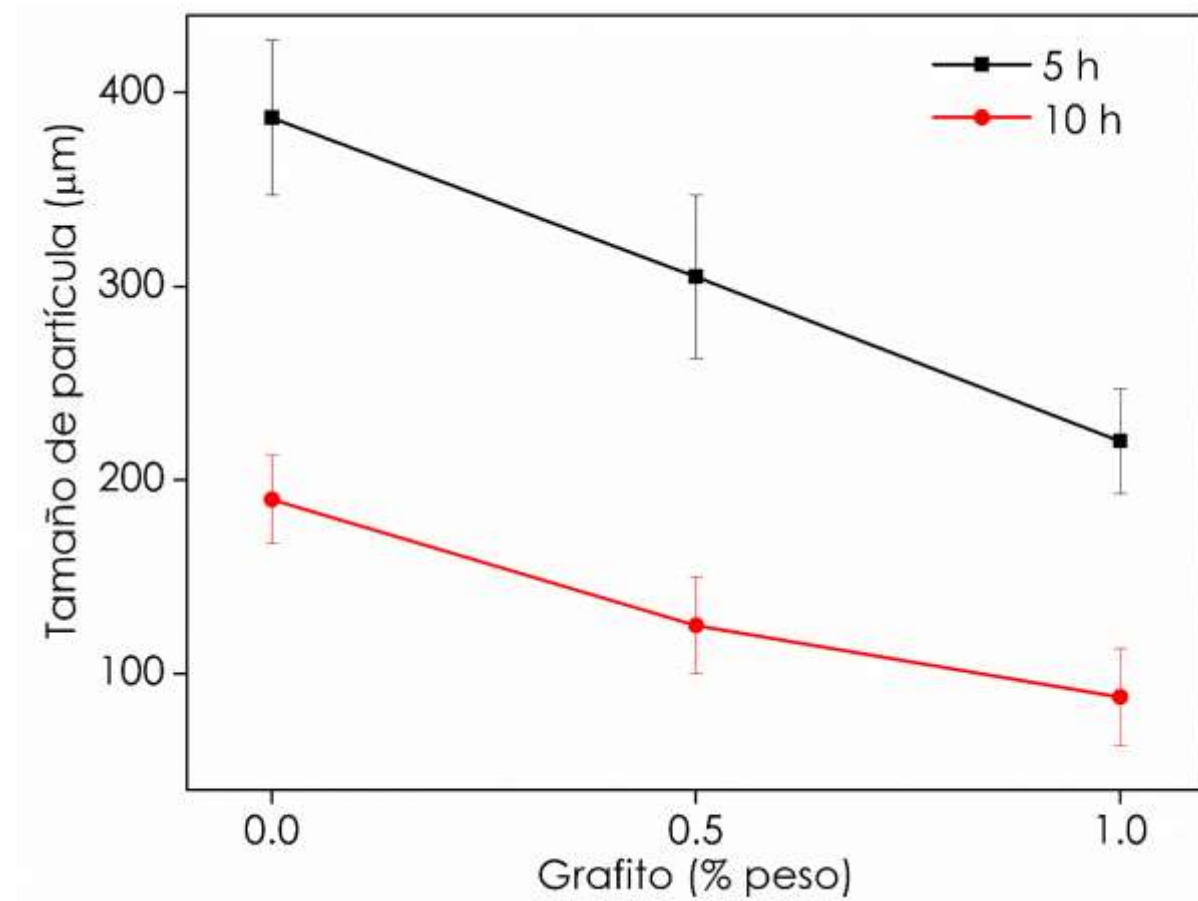


Figura 27. Efecto del tiempo de AM y del contenido de grafito sobre el tamaño de partícula promedio obtenido mediante difracción láser.

3.1.3 Tamaño de cristalita.

La Figura 28 muestra los patrones de difracción de rayos-X correspondientes a los polvos obtenidos del AM en función del tiempo y del contenido de grafito. Así mismo, se presenta el patrón de difracción correspondiente a la muestra procesada sin medio de molienda (mezcla de polvos) y sin material de refuerzo (0 h, 0 %G).

Como se puede observar, la muestra sin AM exhibe las reflexiones características del aluminio y las reflexiones de los principales elementos que constituyen la aleación AA7075 (Zn, Cu, Mg), Figura 28a.

Después de 5 h de AM, los picos de difracción característicos del Mg y el Zn ya no son perceptibles, se observa también una disminución en la intensidad de los picos correspondientes al Cu (Figuras 28b, 28c y 28d). Esto es un indicativo de que estos elementos aleantes entran en solución dentro de la matriz de Al, por tanto disminuye su concentración en la mezcla de polvos y ya no son perceptibles mediante difracción de rayos-X.

Después de 10 h de AM solamente, solo se observan las reflexiones características del aluminio (Figuras 28e, 28f y 28g), lo cual indica que los elementos aleantes han difundido en su totalidad en la matriz formando una solución sólida con el aluminio [12-14,40].

La Figura 29 muestra una ampliación de los patrones de difracción mostrados en la Figura 28. Es claro que las reflexiones características del Cu son perceptibles en muestras con 5 h de AM. Como se mencionó anteriormente, este comportamiento puede estar relacionado a las diferencias en radios atómicos y electronegatividad entre el Cu y el Al [49]. Así mismo, se puede observar que las reflexiones características del Cu, Zn y Mg observadas en el material sin moler (Figura 29a) no se observan después de 10 h de AM (Figura 29b).

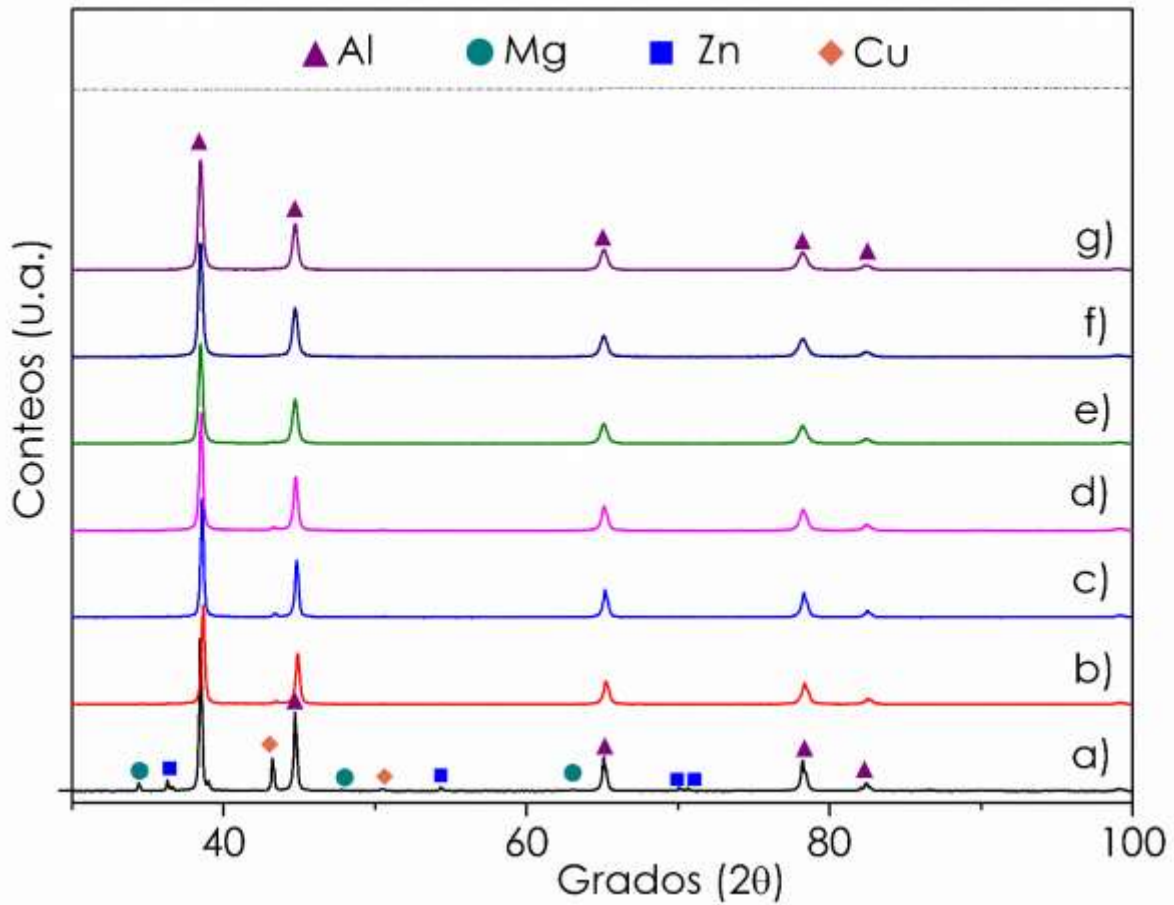


Figura 28. Patrones de difracción de rayos-X correspondientes a los polvos: a) 0 h, 0 %G; b) 5 h, 0 %G; c) 5 h, 0.5 %G; d) 5 h, 1 %G; e) 10 h, 0 %G; f) 10 h, 0.5 %G y g) 10 h, 1 %G.

Además de la formación de una solución sólida se observa un ensanchamiento de los picos de difracción del Al y una disminución en la intensidad de los mismos. Este comportamiento está relacionado con el refinamiento de la cristalita durante el aleado mecánico [32]. Es bien conocido que el ancho de los picos de difracción varía inversamente con el tamaño de cristalita, conforme el tamaño de cristalita disminuye, los picos se ensanchan [32].

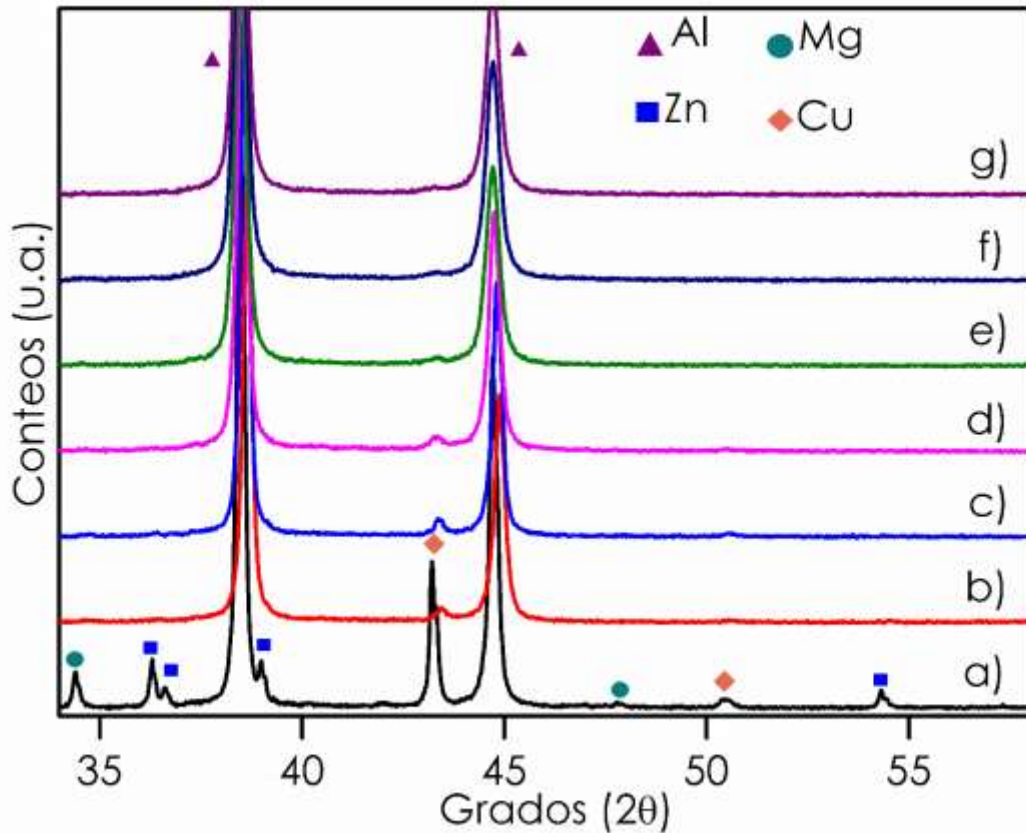


Figura 29. Ampliación de los patrones de difracción de rayos-X correspondientes a los polvos: a) 0 h, 0 %G; b) 5 h, 0 %G; c) 5 h, 0.5 %G; d) 5 h, 1 %G; e) 10 h, 0 %G; f) 10 h, 0.5 %G y g) 10 h, 1 %G.

La Figura 30 muestra el efecto del tiempo de AM y del contenido de grafito sobre el tamaño de cristalita promedio de los polvos obtenidos mediante aleado mecánico.

El tamaño de cristalita de los polvos sin aleado mecánico (0 h, 0 %G) fue alrededor de 1100 nm. Con incrementos en el contenido de grafito y el tiempo de AM, el tamaño de cristalita disminuye. Por ejemplo a 1.0 % de G, el tamaño de partícula se reduce hasta valores de 31 nm y 23 nm después de 5 y 10 h de AM, respectivamente (Figura 30).

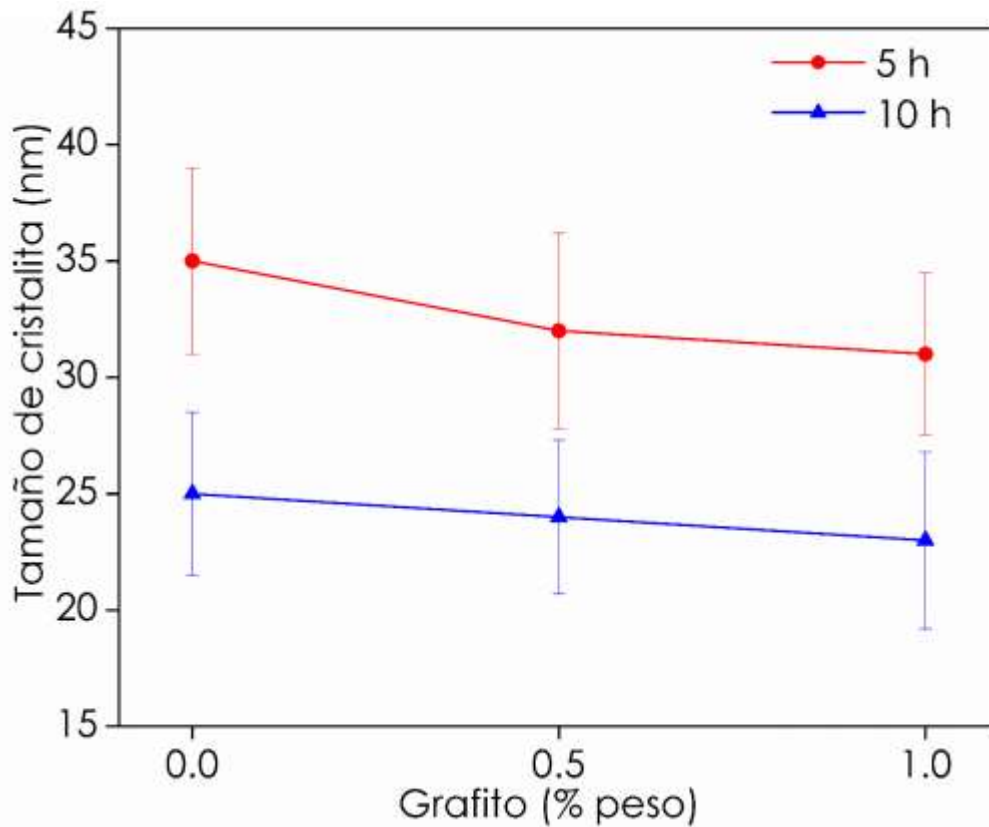


Figura 30. Tamaño de cristalita obtenido mediante el método de Williamson-Hall en función del tiempo de AM y del contenido de grafito.

Estos resultados son confirmados mediante análisis por TEM, la Figura 31 muestra imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de transmisión en donde se aprecian los dominios de orientación coherentes (cristalitas) que constituyen una partícula de polvos de compósito, se incluye también, un patrón de difracción de electrones representado por un conjunto de anillos (spots) que representan los planos difractados característicos de la muestra. De tal forma que al utilizar cada uno de los spots para la obtención de la imagen habrá zonas que se observen con más brillo que otras; las zonas brillantes representan cristalitas que cumplen o están cercanas a cumplir con la ley de Bragg [32].

Como se observa en la Figura 31 el tamaño de las cristalitas es menor a 100 nm. Las variaciones entre el tamaño de cristalita medido mediante microscopía electrónica de transmisión y difracción de rayos-X (Figura 30), se relacionan con un análisis más representativo de la muestra en este último.

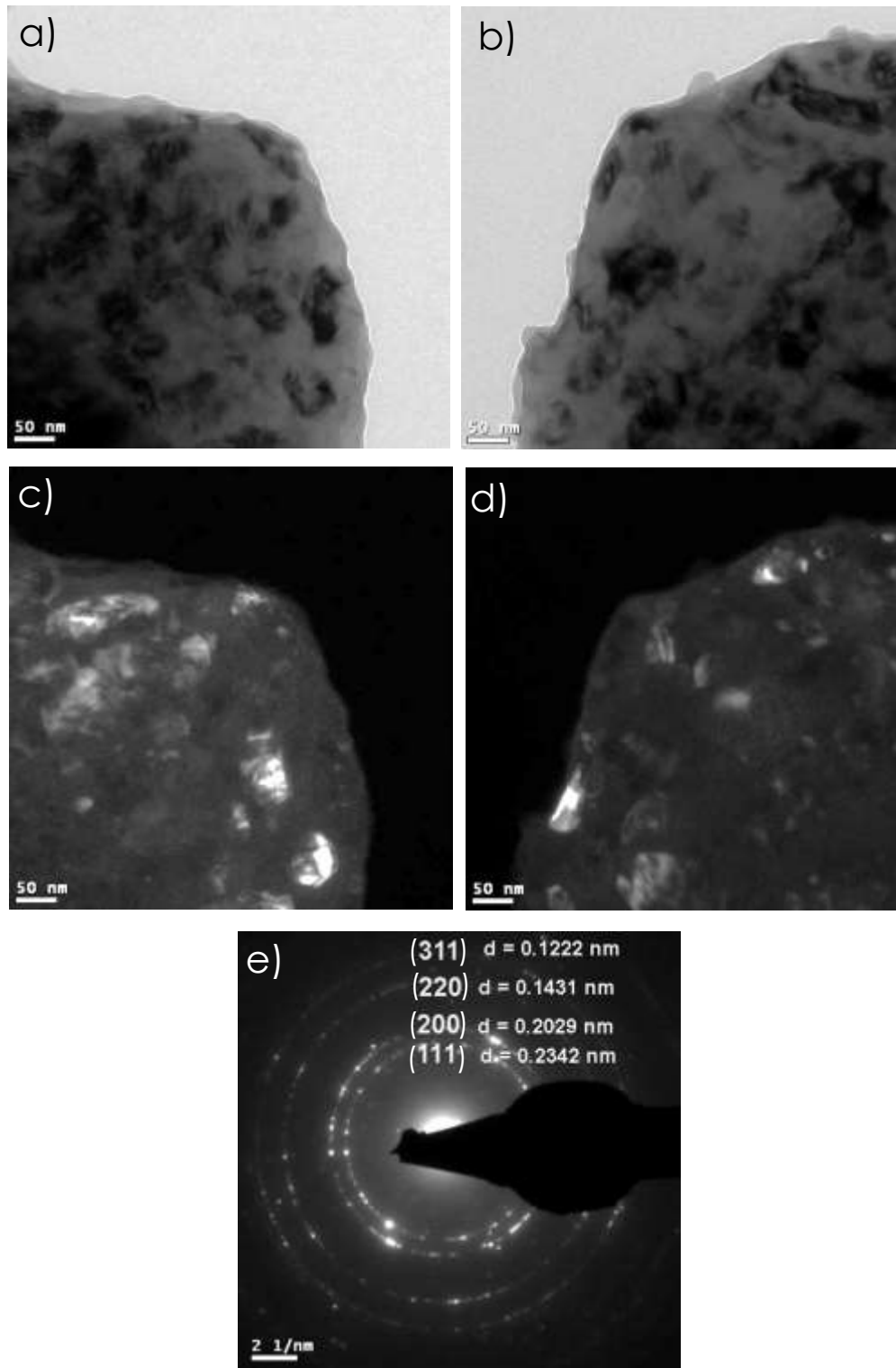


Figura 31. Imágenes obtenidas mediante TEM en muestras con 5 h de AM y sin material de refuerzo: a, b) campo claro; c, d) campo oscuro y e) patrón de difracción: d = distancia interplanar.

3.2 Características microestructurales y propiedades mecánicas resultantes de la extrusión en caliente.

3.2.1 Microestructura.

A continuación, se describen y se discuten los efectos del tiempo de AM y del contenido de grafito sobre los cambios microestructurales producidos en las muestras consolidadas.

La Figura 32 muestra los mapas de orientación obtenidos en muestras con 5 h de aleado mecánico en función del contenido de grafito. Así mismo, se incluye el mapa de orientación obtenido en la muestra sin AM y sin material de refuerzo (Figura 32a).

En este tipo de mapas, los granos son coloreados de diferente color dependiendo de su ubicación en la figura de polos inversa (IPF) (Figuras 32e y 33e). La IPF muestra la distribución de polos (o direcciones perpendiculares a un plano cristalográfico) con respecto a una dirección específica de la muestra [17].

Por ejemplo, los granos de color verde en la IPF [001] indican que los polos $\langle 110 \rangle$ del cristal son paralelos a la dirección normal de la muestra (DN). Así mismo, los granos de color azul y los de color rojo están orientados de tal forma que sus polos $\langle 111 \rangle$ y $\langle 001 \rangle$ son paralelos a la DN de la muestra, respectivamente.

De acuerdo a estos mapas, tanto el tiempo de AM como el contenido de grafito causan cambios en la textura cristalográfica resultante. Sin embargo, independientemente de la textura desarrollada durante la extrusión en caliente se puede observar que son muy pocos granos que aparecen en los mapas de orientación, lo cual representa un inconveniente para el análisis de textura.

Por otra parte, se observa que el tamaño de grano obtenido en el material extruido es influenciado por el contenido de grafito y el tiempo de AM. En general, el tamaño de grano de muestras sin AM y sin material de refuerzo (Figura 32a) es mayor que el de muestras molidas, y el efecto es más significativo para un mayor contenido de G (Figuras 32b, 32c y 32d).

La Figura 33 muestra los mapas de orientación obtenidos en muestras con 10 h de AM en función del contenido de grafito. Así mismo, se incluye el mapa de orientación obtenido en la muestra sin AM y sin material de refuerzo (Figura 33a).

El comportamiento es similar al observado en el caso anterior, las texturas cristalográficas desarrolladas aparentemente muestran una dependencia con la cantidad de grafito. Desafortunadamente, como se mencionó anteriormente, la medición de texturas a partir de estos mapas no es confiable debido a la poca cantidad de granos obtenidos en el análisis.

El tamaño de grano de las muestras extruidas disminuye conforme el contenido de grafito se incrementa (Figura 33). Este comportamiento es similar al observado en muestras con 5 h de AM (Figura 32).

Para una cantidad de grafito determinada, el tamaño de grano es más pequeño en muestras con mayor tiempo de AM (comparar Figuras 32b, 32c, 32d con 33b, 33c, 33d). Este resultado indica que el tiempo de AM es la variable que tiene un efecto más significativo sobre el refinamiento de grano.

Adicionalmente, se observa que algunos granos exhiben internamente distintas tonalidades. Estas variaciones en los colores de cada grano están asociadas con la desorientación interna, la cual es un indicativo del grado de deformación residual en el material.

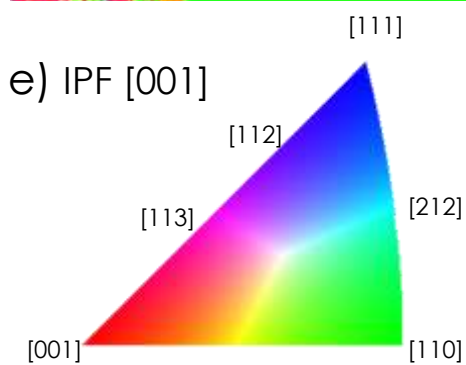
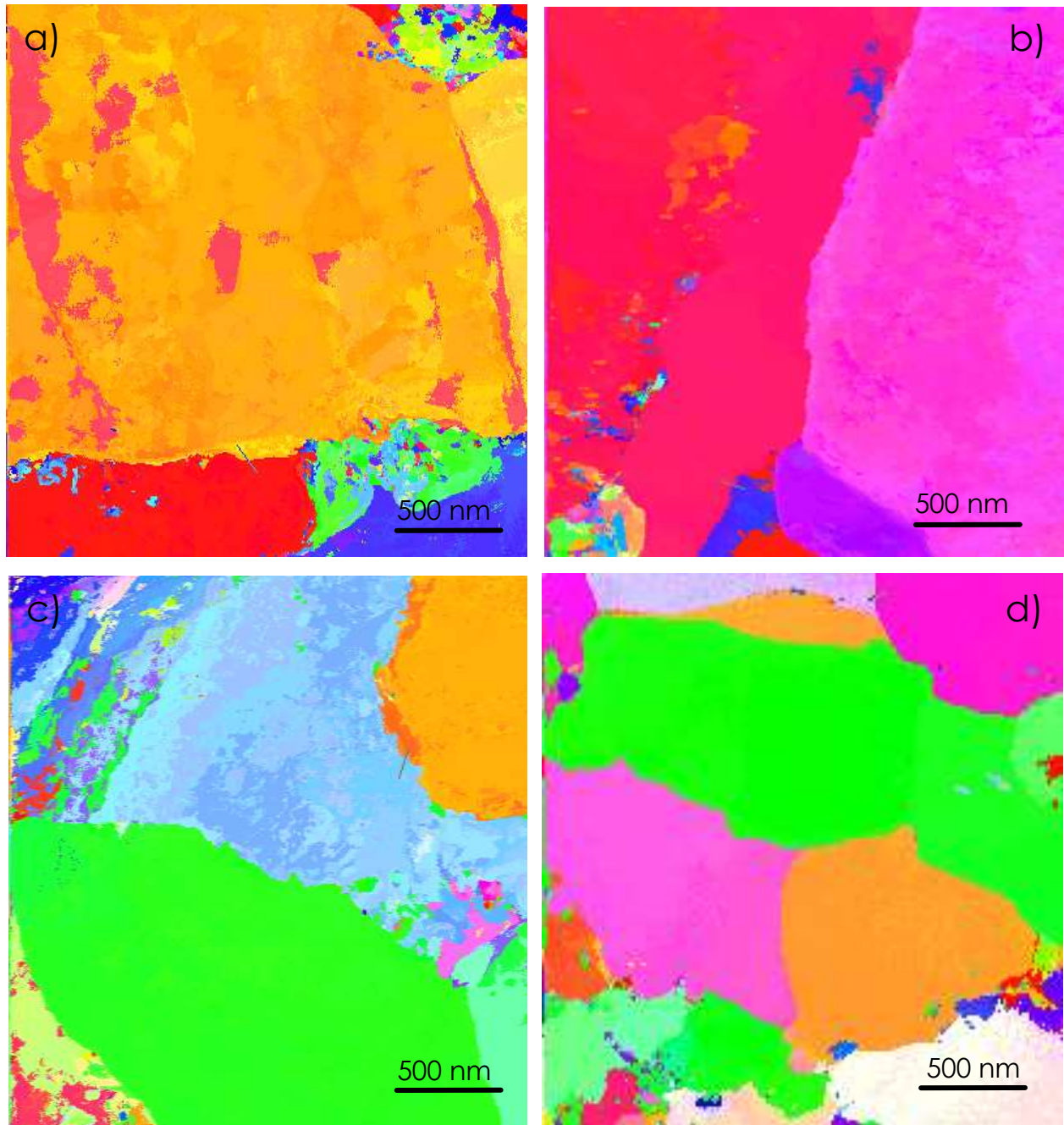


Figura 32. Mapas de orientación obtenidos en muestras extruidas: a) 0 h, 0 %G; b) 5 h, 0 %G; c) 5 h, 0.5 %G; d) 5 h, 1.0 %G y e) figura de polos inversa [001].

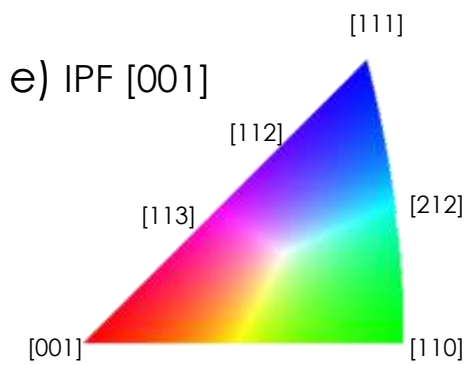
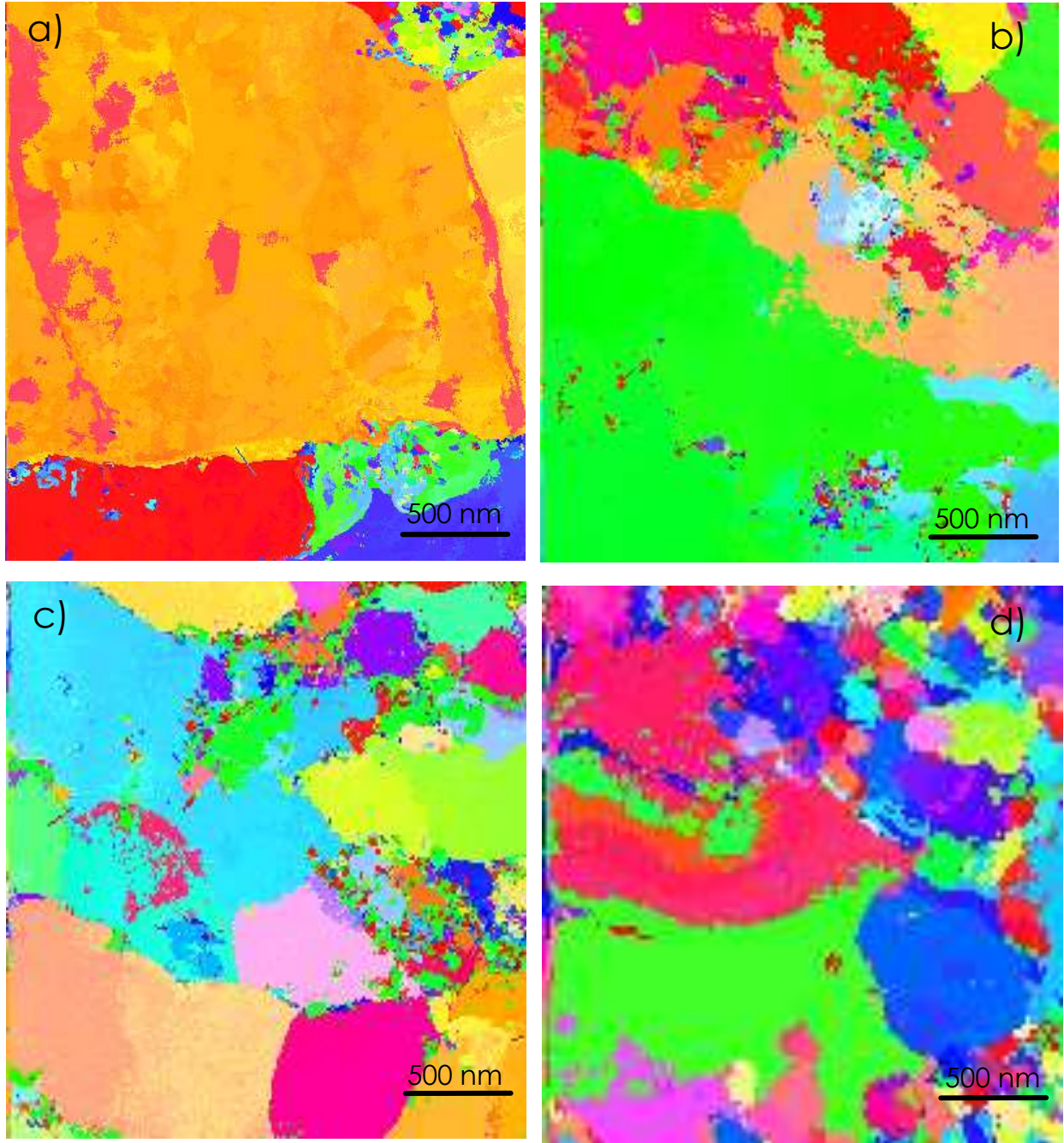


Figura 33. Mapas de orientación obtenidos en muestras extruidas: a) 0 h, 0 %G; b) 10 h, 0 %G; c) 10 h, 0.5%G; d) 10 h, 1.0 %G y e) figura de polos inversa [001].

Con el fin de determinar si la sinterización y la extrusión en caliente promueven la recristalización del material se obtuvieron análisis de desorientación interna de grano los cuales se presentan en las Figuras 34 y 35.

En el eje x de estas gráficas se presenta la distancia o longitud de una línea recta trazada dentro de algunos granos seleccionados, a lo largo de la cual se analizan las variaciones de la orientación del grano con respecto a un punto anterior inmediato (punto a punto) o con respecto al origen de la línea (punto a origen). Los grados de desorientación interna de grano se grafican en el eje y.

La Figura 34 muestra los análisis de desorientación de muestras con 5 h de AM en función del contenido de grafito. Adicionalmente, se presenta el análisis de desorientación de muestras sin AM y sin material de refuerzo (Figura 34a). En general se observa que la desorientación interna de grano en las muestras extruidas es muy baja ($<5^\circ$) independientemente del contenido de grafito. Se ha reportado que los valores de desorientación obtenidos en materiales recristalizados generalmente son inferiores a 5° [21].

Estos resultados indican que los materiales obtenidos después del proceso de extrusión en caliente presentan una estructura recristalizada.

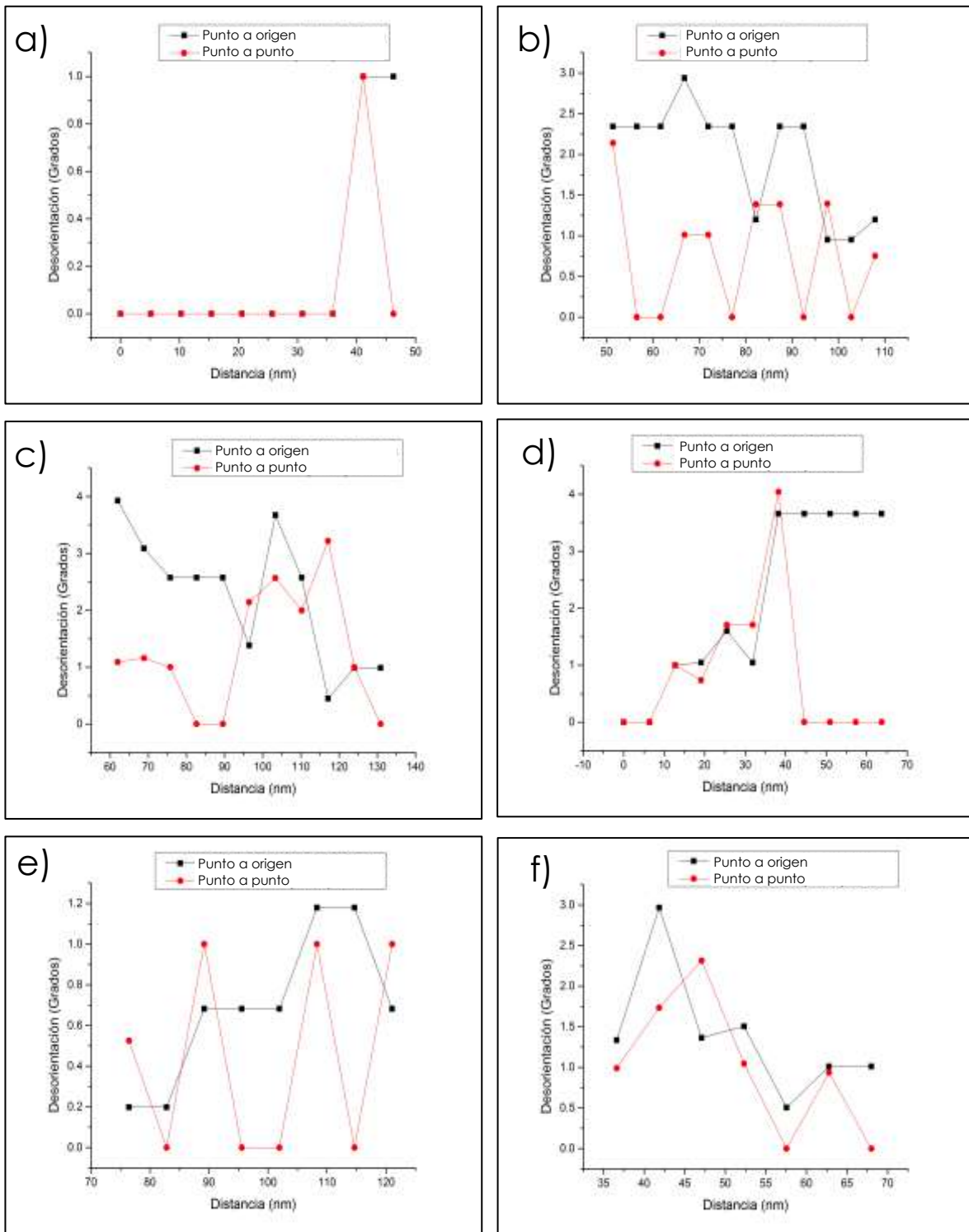


Figura 34. Análisis de desorientación interna en muestras extruidas: a, b) sin AM y sin material de refuerzo (0 h, 0 %G); c, d) 5 h de AM, 0.5 %G; e, f) 5h de AM, 1 %G.

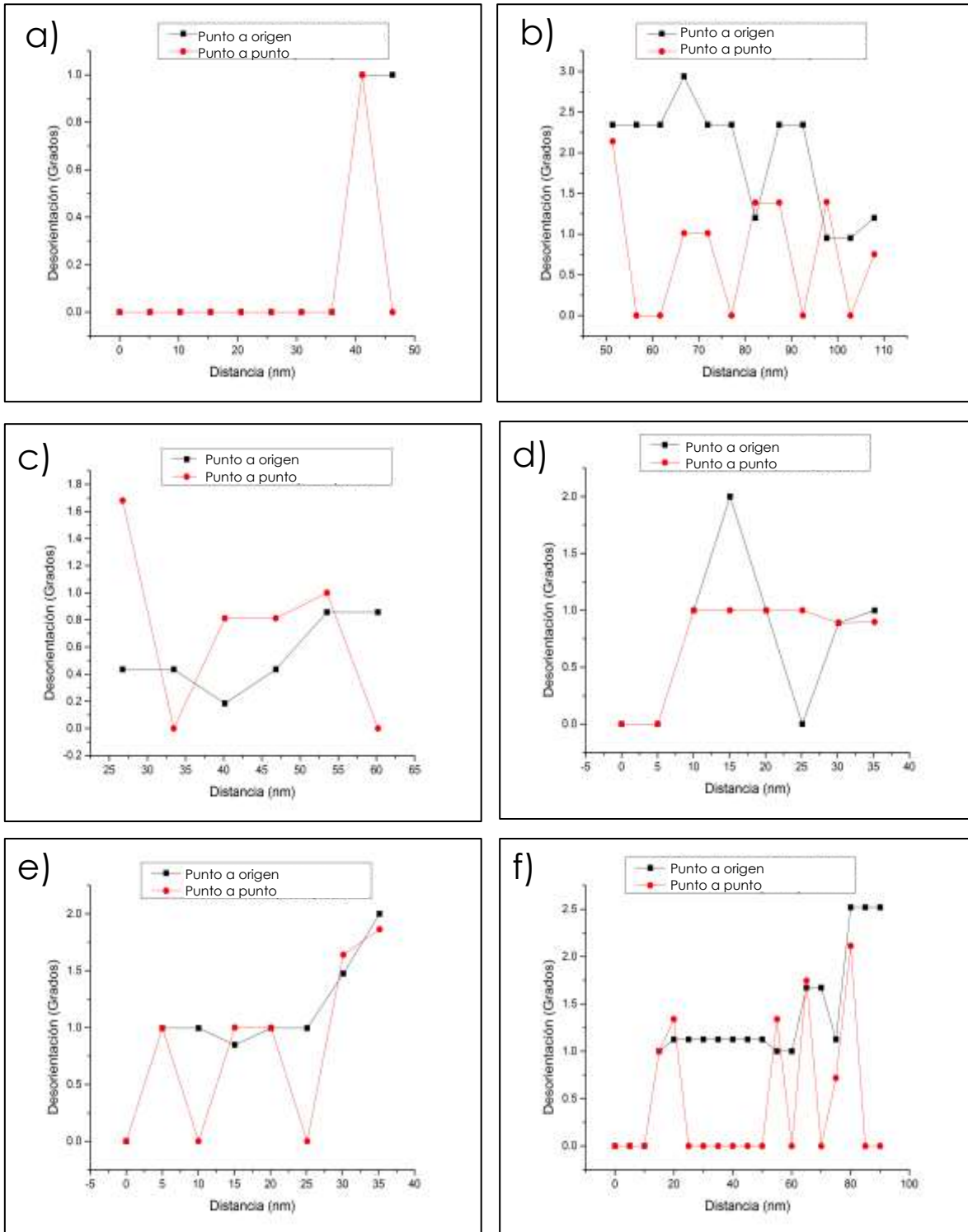


Figura 35. Análisis de desorientación interna en muestras extruidas: a, b) sin AM y sin material de refuerzo (0 h, 0 %G); c, d) 10 h de AM, 0.5 %G; e, f) 10 h de AM, 1 %G.

La Figura 35 muestra los análisis de desorientación de muestras con 10 h de AM en función del contenido de grafito. Adicionalmente, se presenta el análisis de desorientación de muestras sin AM y sin material de refuerzo (Figura 35a). El comportamiento es similar al observado en muestras con 5 h de AM, la desorientación interna de grano en las muestras extruidas es muy baja ($<5^\circ$) independientemente del contenido de grafito.

Después del proceso de AM, el material presenta una gran cantidad de defectos cristalinos (vacancias, dislocaciones, fallas de apilamiento) los cuales se traducen en energía almacenada [21]. Esta energía representa la fuerza impulsora para la recristalización que tiene lugar durante la extrusión en caliente [21].

Las Figuras 36-42 muestran los análisis mediante la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD). En general, todas las muestras exhiben desorientaciones menores a 2° independientemente del contenido de grafito y del tiempo de AM. Estos resultados son similares a los obtenidos mediante precesión de electrones en donde se obtuvieron valores menores a 4° (Figuras 34 y 35). Estas diferencias pueden estar relacionadas con la preparación de la muestra o con la precisión de los equipos utilizados para los análisis.

La presencia de una baja desorientación interna en las muestras extruidas confirma que durante la extrusión en caliente ocurre la recristalización del material. Adicionalmente, se observa que el material sin AM y sin material de refuerzo (0 h, 0 %G) exhibe una mayor fracción de granos con desorientaciones menores a 0.97° (granos de color azul) (Figuras 36a y 37a). Este comportamiento puede estar relacionado con la menor deformación plástica en los polvos debido a que no fueron sometidos al proceso de AM [7, 39].

Durante el AM los polvos son deformados plásticamente de manera continua, experimentan procesos de soldadura en frío y fractura, y es mediante estos procesos que se obtiene el refinamiento de la microestructura [39].

Como resultado de la deformación severa que sufren las partículas de polvo, existe una gran cantidad de energía almacenada en forma de defectos generados en la estructura cristalina, dislocaciones, vacancias, fallas de apilamiento, etc. A mayor tiempo de AM, la energía almacenada se incrementa debido a la acumulación de un mayor número de defectos [7, 21, 39]. La energía almacenada representa la fuerza impulsora para la recristalización del material, de tal manera que a mayor cantidad de energía almacenada la recristalización ocurre más rápido [7].

Sin embargo, existe una relación entre la velocidad de nucleación de los granos recristalizados y la velocidad de crecimiento de los mismos. Cuando la velocidad de nucleación es rápida, la cinética del crecimiento es más lenta. Por el contrario, si la velocidad de nucleación es lenta, la velocidad de crecimiento es más rápida [7].

Estos resultados sugieren que las muestras sin moler y sin material de refuerzo, las cuales presentan una menor energía almacenada, recristalizan más lento pero resultan en tamaños de grano más grande (Figuras 36a y 37a).

En contraste, las muestras con AM, las cuales tienen una mayor energía almacenada, recristalizan más rápido pero tienen una velocidad de crecimiento más lenta. Por esta razón, las muestras que fueron sometidas al proceso de AM exhiben un tamaño de grano recristalizado más pequeño (comparar Figura 36a con 36b), y el efecto es más significativo para un tiempo más prolongado (comparar Figuras 36a, 36b y 37b).

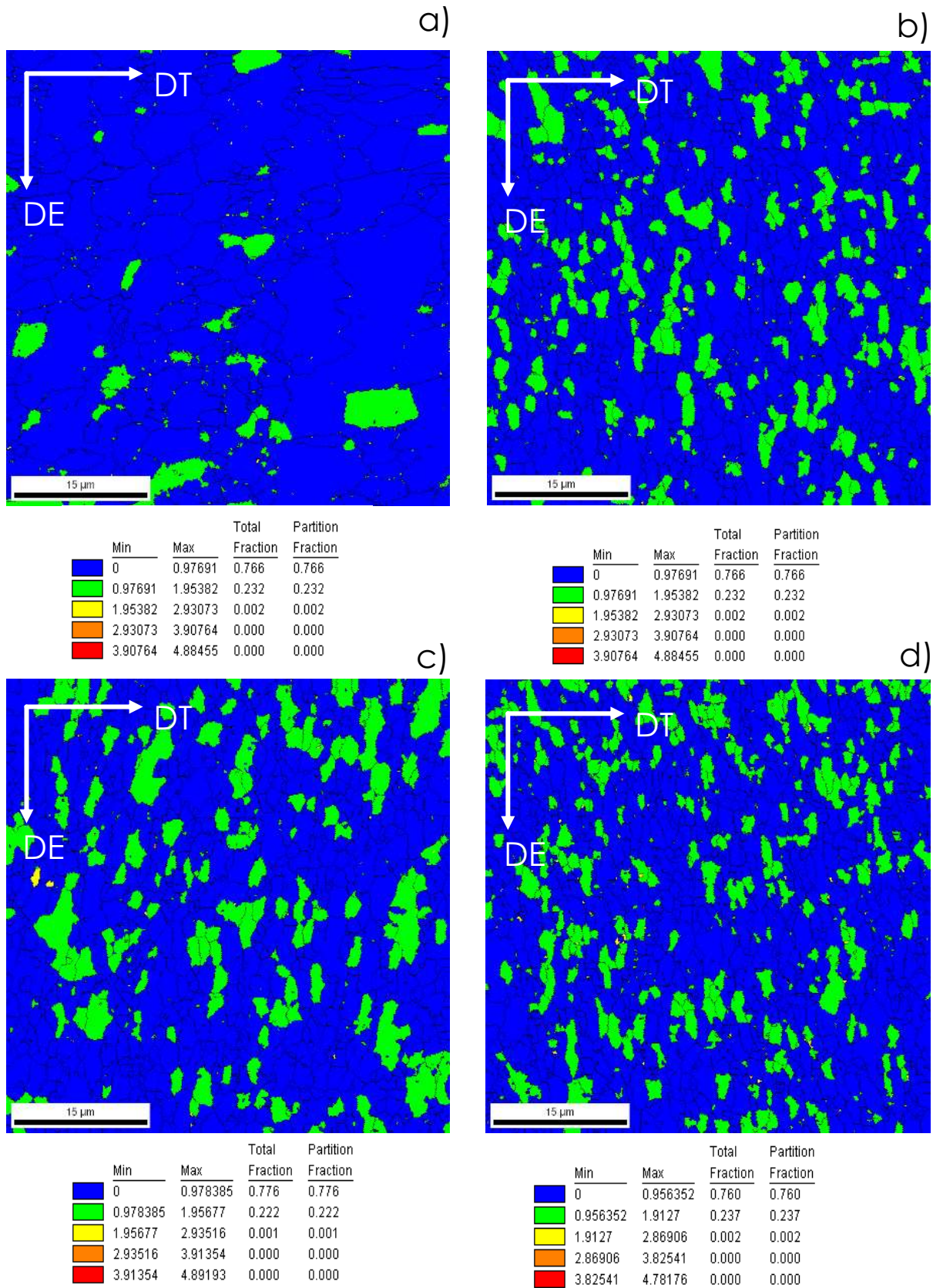


Figura 36. Mapas de desorientación de muestras extrudadas: a) sin AM y sin material de refuerzo (0 h, 0 %G), y con 5 h de AM, b) 0 %G, c) 0.5 %G y d) 1 %G.

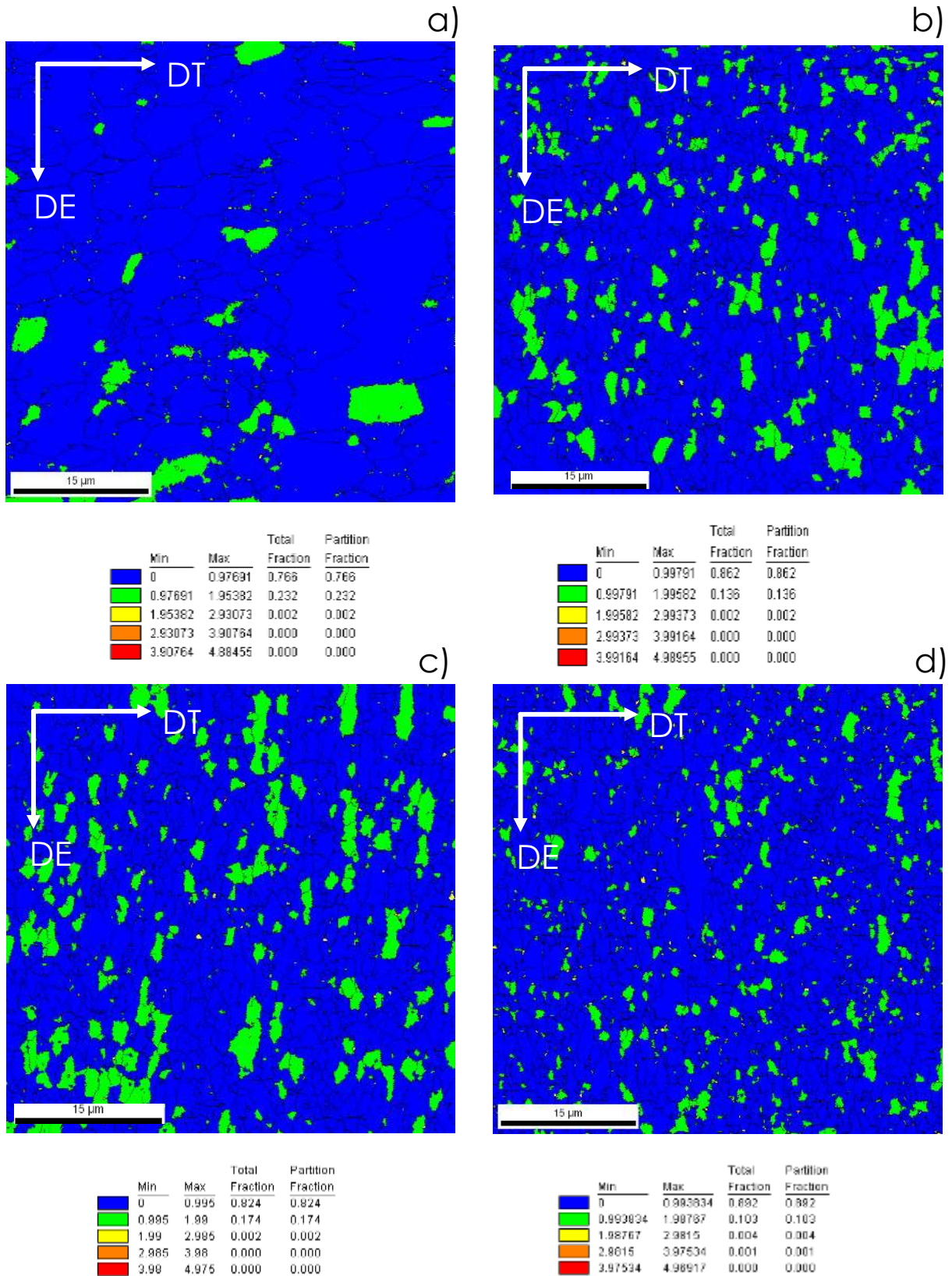


Figura 37. Mapas de desorientación de muestras extruidas: a) sin AM y sin material de refuerzo (0 h, 0 %G), y con 10 h de AM, b) 0 %G, c) 0.5 %G y d) 1 %G.

La Figura 38 muestra las distribuciones del tamaño de grano obtenidos en muestras extruidas en función del tiempo de AM y el contenido de grafito.

En el caso de la muestra de referencia (sin AM y sin material de refuerzo) se observa una distribución de tamaños muy amplia. Aunque la mayoría de los granos tienen tamaños menores a $6\ \mu\text{m}$, se observa una fracción de granos con tamaños entre 7 y $10.5\ \mu\text{m}$ (Figura 38a).

Las muestras con 5 h de AM tienen una distribución más uniforme. Con 0 y $0.5\ \%$ de grafito se observa una fracción de granos con tamaños entre 4 y $5.3\ \mu\text{m}$, mientras que con $1\ \%$ de grafito los tamaños son mayoritariamente menores a $4\ \mu\text{m}$ (Figuras 38b, 38c y 38d).

Las muestras con 10 h de AM presentan distribuciones más estrechas con tamaños de grano más pequeños (Figuras 38c, 38f, 38g). La fracción de granos con tamaños menores a $4\ \mu\text{m}$ es mayor que en muestras molidas por 5 h, o que en muestras sin AM y sin material de refuerzo.

Estos resultados indican que el incremento en el tiempo de AM produce una microestructura más uniforme. Además, el incremento en el contenido de grafito desplaza ligeramente el pico máximo de las distribuciones hacia valores más bajos, lo cual indica que el grafito favorece el refinamiento de grano. Este efecto es más significativo en muestras con $1\ \%$ de material de refuerzo (comparar Figuras 38b y 38e con 38d y 38g).

El tamaño de grano recristalizado en procesos de deformación a alta temperatura depende de: la velocidad de deformación, temperatura, grado de reducción y el tamaño de grano previo a la deformación. Considerando que, en el presente estudio, la temperatura, la velocidad de deformación y el grado de reducción se mantuvieron constantes, las variaciones en el tamaño de grano recristalizado de las muestras extruidas puede relacionarse con las diferencias en

los tamaños de cristalita obtenidos durante el AM antes del proceso de extrusión [12, 14, 38].

Las muestras sin AM y sin grafito presentaron los tamaños de cristalita más grandes, y después de la extrusión en caliente, también se obtienen granos recristalizados de mayor tamaño (Figura 38). Las muestras con 10 h de AM, las cuales presentaron los tamaños de cristalita más pequeños (Figura 30), también resultan en granos de menor tamaño después del proceso de extrusión (Figura 38).

Como se observa en la Figura 31, dentro de cada partícula de polvo existen regiones coherentes de orientación (cristalitas) de tamaños menores a 100 nm. En contraste, el tamaño de los dominios de orientación coherente en muestras extruidas es alrededor de 1.5 μm en muestras sometidas a 10 h de aleado mecánico (Figura 38).

Estos resultados confirman que durante el sinterizado y subsecuente extrusión en caliente (procesos activados térmicamente) ocurre la coalescencia y el crecimiento de cristalitas, las cuales definen el tamaño de los granos observados después de la consolidación.

La temperatura de recristalización del Al es alrededor de 200 °C [22], lo cual indica que la temperatura de extrusión utilizada en el presente trabajo (500 °C) es significativamente más alta, y favorece los procesos activados térmicamente mencionados anteriormente.

Es importante recordar que esta temperatura se seleccionó para obtener una adecuada consolidación de los polvos y minimizar la porosidad. Sin embargo bajo estas condiciones se promueve el crecimiento de la cristalita, la cual pasa de unos cuantos nanómetros (Figura 30) a tamaños del orden de micras (Figura 38).

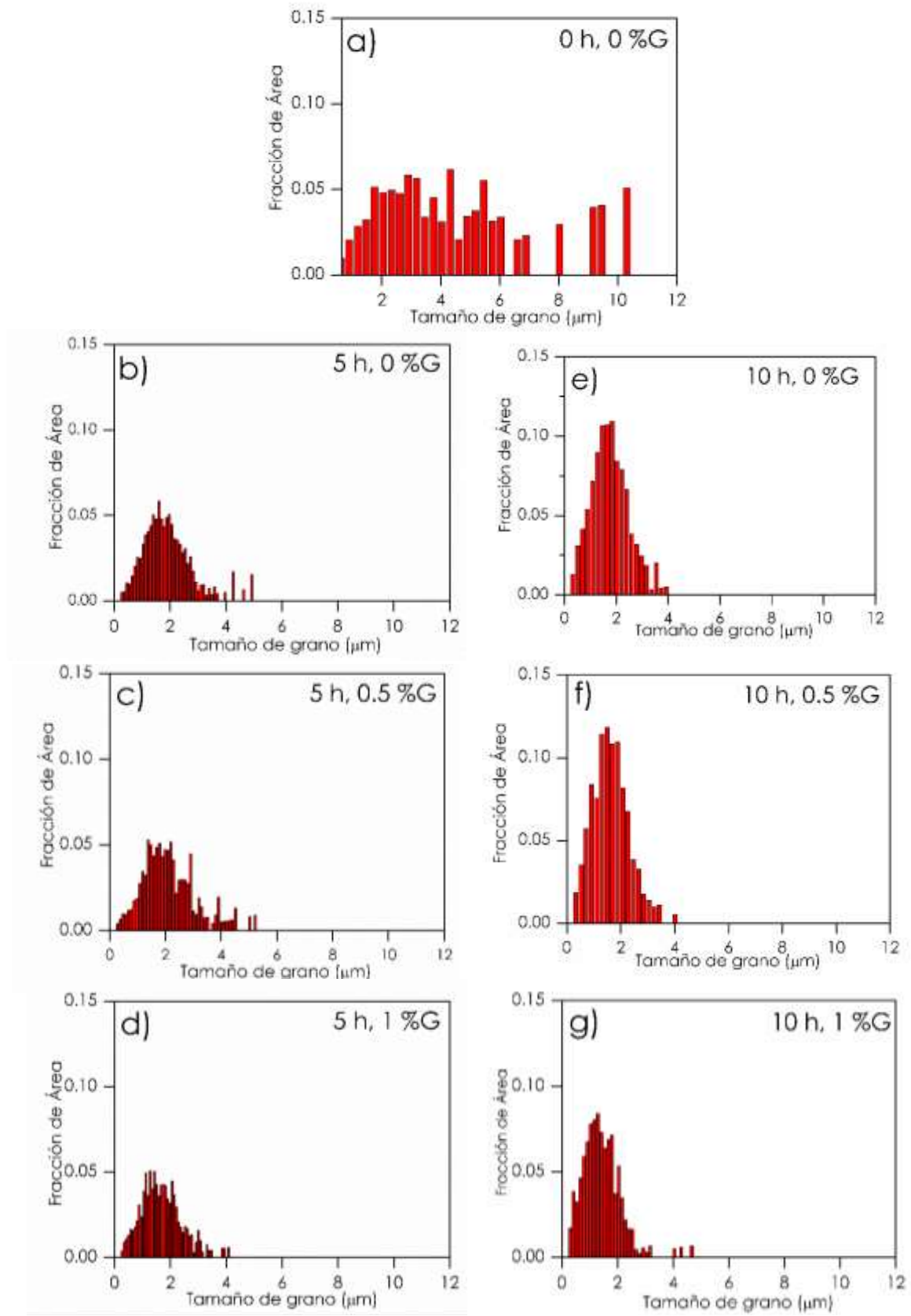


Figura 38. Distribución del tamaño de grano en muestras extruidas: a) sin AM y sin material de refuerzo; b, c, d) 5 h y e, f, g) 10 h de AM, con 0 %G, 0.5 %G y 1% G, respectivamente.

Las Figuras 39 y 40 muestran los mapas de orientación obtenidos en las muestras extruidas. En este tipo de mapas, cada dominio coherente es coloreado de acuerdo a su orientación en la figura de polos inversa [17]. La figura de polos inversa es una proyección en dos dimensiones de la densidad de polos cristalinos coincidentes con una dirección particular del sistema de referencia externo. Es referida al sistema de referencia asociado al cristal [17].

Un grano de color verde en este tipo de mapas indica que las direcciones $\langle 101 \rangle$ del cristal son paralelas a la dirección $[001]$ de la muestra. Los granos de color rojo y de color azul indican que las direcciones $\langle 001 \rangle$ y $\langle 111 \rangle$ del cristal son paralelas a la dirección $[001]$ de la muestra, respectivamente [17].

Como se puede observar en las Figuras 39 y 40, la cantidad de granos obtenidos en los análisis mediante difracción de electrones retrodispersados es mayor que la que se obtuvo mediante precesión de electrones (Figuras 32 y 33).

La muestra de referencia (Figura 39a y 40a) exhibe una textura diferente a la obtenida en muestras con AM y con grafito (Figuras 39b, 39c, 39d, 40b, 40c y 40d).

Una descripción de la textura cristalográfica a partir de este tipo de mapas no es muy común, ya que es necesario hacer una partición del mapa para cuantificar cada una de las orientaciones desarrolladas [17].

Para una descripción cuantitativa de la textura cristalográfica es necesario una representación en un espacio tridimensional. Esta representación se hace por medio de mapas o diagramas de distribución a partir del cálculo de la función de distribución de orientaciones.

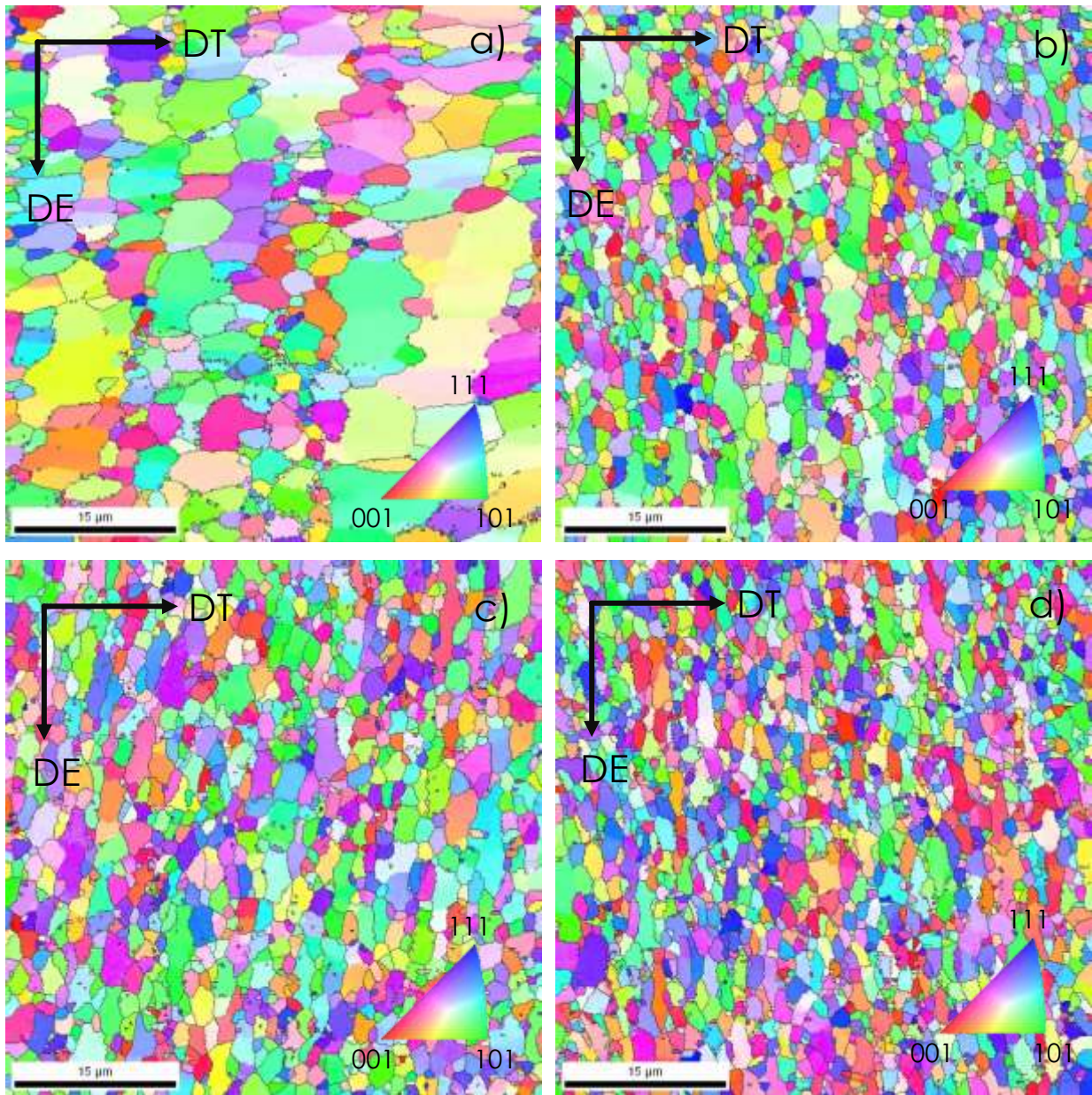


Figura 39. Mapas de orientación de muestras extruidas: a) sin AM y sin material de refuerzo, y con 5 h de AM, b) 0% G, c) 0.5 %G y d) 1 %G.

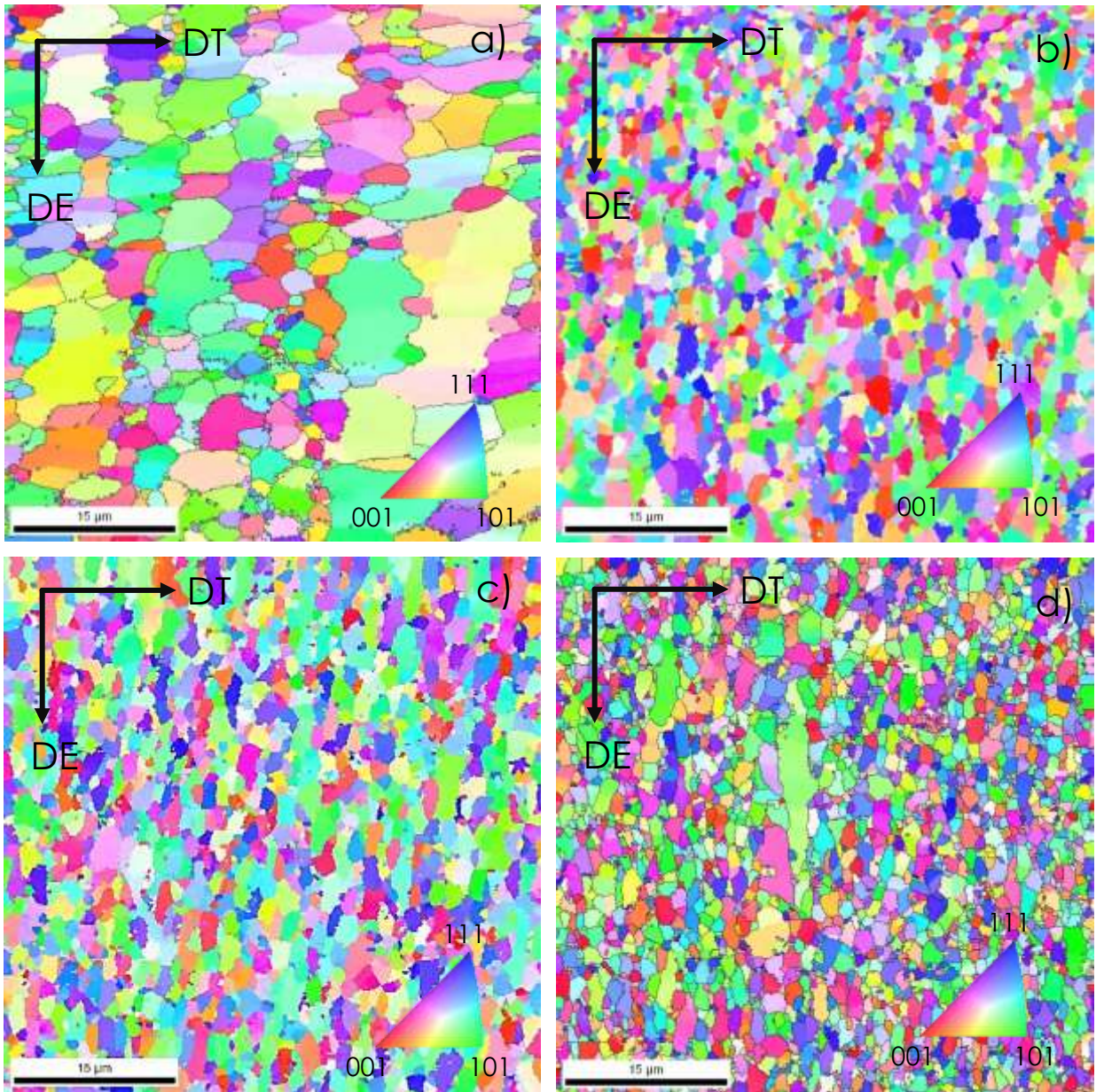


Figura 40. Mapas de orientación de muestras extruidas: a) sin AM y sin material de refuerzo, y con 10 h de AM, b) 0% G, c) 0.5 %G y d) 1 %G.

Las Figuras 41 y 42 muestran las secciones $\phi_2=0^\circ$ y $\phi_2=45^\circ$ de la función de distribución de orientaciones de las muestras extruidas en función del contenido de grafito y del tiempo de AM.

Como se puede apreciar en la Figura 41a, las muestras sin AM y sin material de refuerzo se caracterizan por la presencia de un conjunto de orientaciones cercanas a las componentes de textura $(0\ 12\ 25)[13\ \bar{25}\ 12]$, $(0\ 1\ 1)[14\ \bar{7}\ 7]$, $(0\ 19\ 10)[10\ \bar{10}\ 19]$, $(338)[\bar{4}\ \bar{4}\ 3]$ y $(110)[7\ \bar{7}\ 24]$.

El efecto del grafito sobre la textura cristalográfica de muestras con 5 h de AM se muestra en las Figuras 41b, 41c y 41d. Las muestras sin grafito exhiben un conjunto de orientaciones cercanas a las componentes de textura $(0\ 21\ 22)[1\ 0\ 0]$, $(0\ 1\ 1)[7\ \bar{9}\ 9]$, $(338)[\bar{4}\ \bar{4}\ 3]$, $(112)[111]$ y $(110)[001]$ (Figura 41b), mientras que en muestras con 0.5 % grafito exhiben un conjunto de orientaciones cercanas a las componentes de textura $(0\ 1\ 1)[1\ 0\ 0]$, $(0\ 1\ 1)[10\ \bar{17}\ 17]$, $(110)[6\ \bar{6}\ 25]$, $(338)[\bar{4}\ \bar{4}\ 3]$, $(112)[111]$ y $(110)[001]$ (Figura 41c).

Finalmente, las muestras con 1 % de grafito exhiben un conjunto de orientaciones cercanas a las componentes de textura $(0\ 0\ 1)[1\ \bar{1}\ 0]$, $(0\ 1\ 1)[1\ 0\ 0]$, $(0\ 1\ 1)[21\ \bar{8}\ 8]$, $(0\ 1\ 0)[1\ 0\ 1]$, $(001)[1\ \bar{1}\ 0]$, $(001)[\bar{1}\ \bar{1}\ 0]$, $(110)[1\ \bar{1}\ 0]$, $(110)[4\ \bar{4}\ 11]$ y $(110)[001]$ (Figura 41d).

La Figura 42 muestra el efecto del contenido de grafito sobre la textura cristalográfica de muestras con 10 h de AM. En este caso se observa que las muestras sin grafito exhiben un conjunto de orientaciones cercanas a las componentes de textura $(0\ 2\ 3)[15\ \bar{12}\ 8]$, $(0\ 1\ 1)[11\ \bar{2}\ 2]$, $(0\ 1\ 1)[0\ \bar{1}\ 1]$, $(110)[1\ \bar{1}\ 0]$, $(0\ 13\ 9)[16\ \bar{9}\ 13]$, $(110)[\bar{6}\ \bar{6}\ 23]$, $(110)[5\ \bar{5}\ 28]$ (Figura 42b).

Con el incremento en el contenido de grafito se observa un conjunto de orientaciones cercanas a las componentes $(0\ 1\ 1)[100]$, $(0\ 1\ 1)[11\ \bar{10}\ 10]$, $(2\ 2\ 3)[\bar{3}\ \bar{3}\ 4]$ y $(3\ 3\ 1)[\bar{1}\ \bar{1}\ 6]$ (Figura 42c), mientras que en muestras con 1 % de grafito se observa un conjunto de orientaciones cercanas a las componentes de

textura $(0\ 1\ 1)[15\ \bar{17}\ 17]$, $(0\ 2\ 3)[10\ \bar{3}\ 2]$, $(338)[\bar{4}\ \bar{4}\ 3]$, $(110)[7\ \bar{7}\ 6]$ y $(110)[6\ \bar{6}\ 23]$ (Figura 42d).

En el anexo 2 se presentan las funciones de distribución de orientaciones cristalográficas de las muestras extruidas. Como se puede observar en las Figuras 41 y 42, y en la Figura 53 (anexo 2), las muestras sin AM y sin material de refuerzo exhiben componentes de textura cercanas a las componentes Bs, S, Cu y T ideales (ver Tabla 7, Figura 17, Figura 41a y Figura 42a), texturas de deformación en materiales FCC.

Las muestras con 5 h de AM y sin material de refuerzo exhiben componentes de textura cercanas a las componentes S, Cu y T ideales (Figura 41b), mientras que las muestras con 0.5 % de grafito exhiben componentes de textura cercanas a las componentes Bs, Cu y T, texturas de deformación en materiales FCC (Figura 41c).

Las muestras con 1 % de grafito exhiben componentes de textura cercanas a las componentes Bs, S, Cu (texturas de deformación), Goss y cubo rotado (texturas de recristalización) (Figura 41d).

Las muestras con 10 h de AM y sin material de refuerzo exhiben componentes de textura cercanas a las componentes Bs, Cu y T ideales (Figura 42b). En el caso de muestras con 0.5 % de grafito se observa un comportamiento diferente; en este caso no se observan las texturas de deformación o recristalización observadas en los casos anteriores (Figura 42c).

Las muestras con 10 h de AM y 1 % de grafito exhiben componentes de textura cercanas a las componentes Bs, S, Cu y T ideales (texturas de deformación) (Figura 42d).

Aunque se observaron diferencias en las componentes de textura en función del contenido de grafito y del tiempo de AM es claro que no se desarrolla una

textura preferencial. Esta observación es hecha con base en el valor de la mrd (multiple of a random distribution), el cual indica que la intensidad de dichas componentes es muy pequeña [21].

La mayoría de las muestras extruidas exhibe componentes de textura características de las texturas de deformación en materiales FCC. Sin embargo, los resultados obtenidos mediante precesión de electrones y de difracción de electrones retrodispersados, dan evidencia de que las muestras extruidas exhiben un grado de desorientación muy bajo $<5^\circ$ (Figuras 34 a la 37), lo cual es común en materiales recristalizados [21].

Por lo tanto, la presencia de las componentes Bs, S, Cu y T (texturas de deformación en materiales con empaquetamiento FCC) puede ser explicada mediante la teoría de crecimiento orientado o crecimiento preferencial [21]. Esta teoría de crecimiento indica que la textura cristalográfica de los granos recristalizados es muy similar a la textura cristalográfica de los granos deformados a partir de los cuales se forman [21]. Generalmente, este comportamiento ha sido observado en muestras con altos grados de deformación plástica [21], lo cual sugiere que durante el aleado mecánico, las partículas sufren altos grados de deformación plástica favoreciendo dicho mecanismo durante la recristalización.

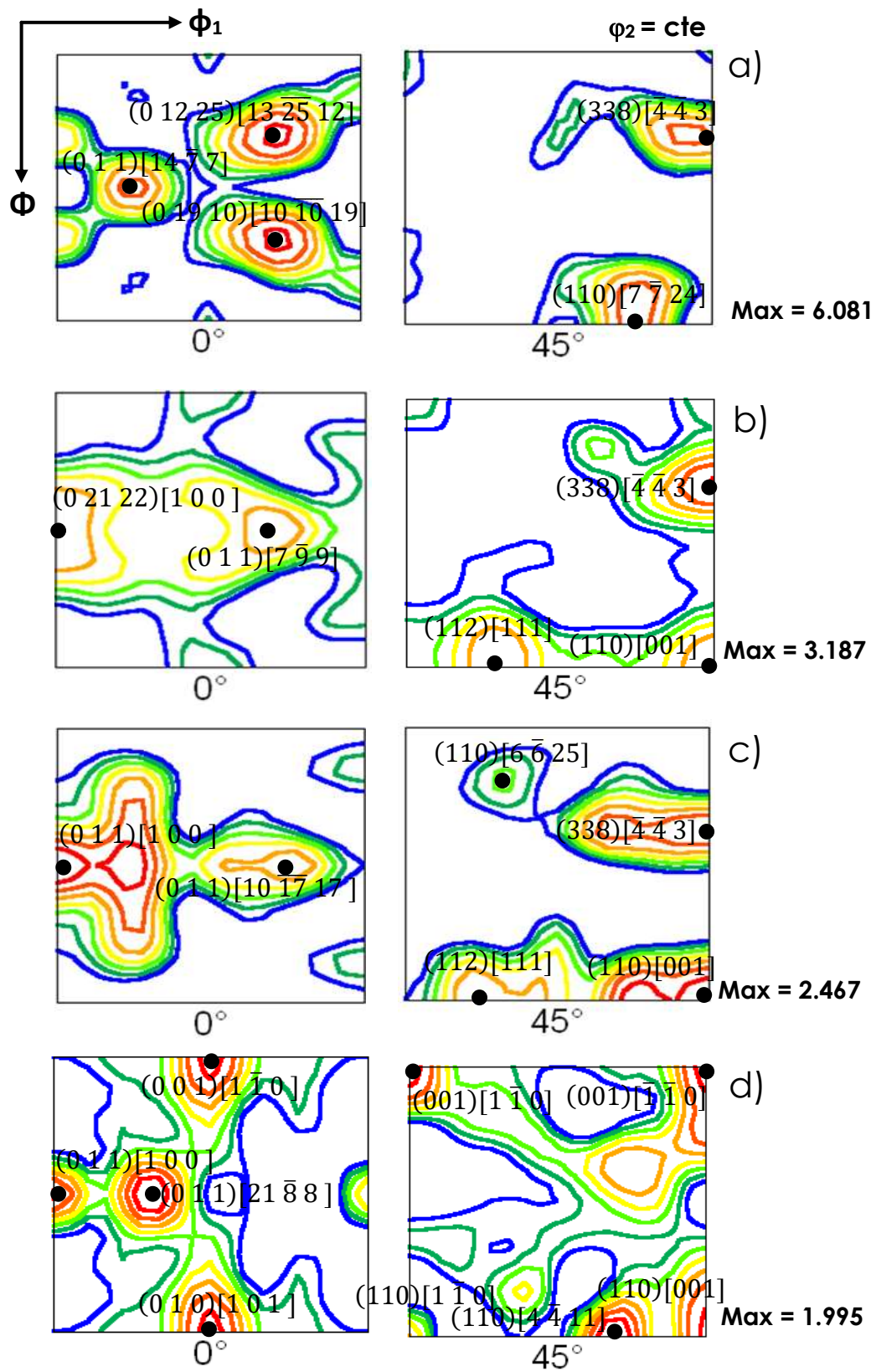


Figura 41. Secciones $\phi_2=0^\circ$ y $\phi_2=45^\circ$ de la ODF de muestras extruidas: a) sin AM y sin material de refuerzo, y con 5 h de AM, b) 0%G, c) 0.5 %G y d) 1 %G.

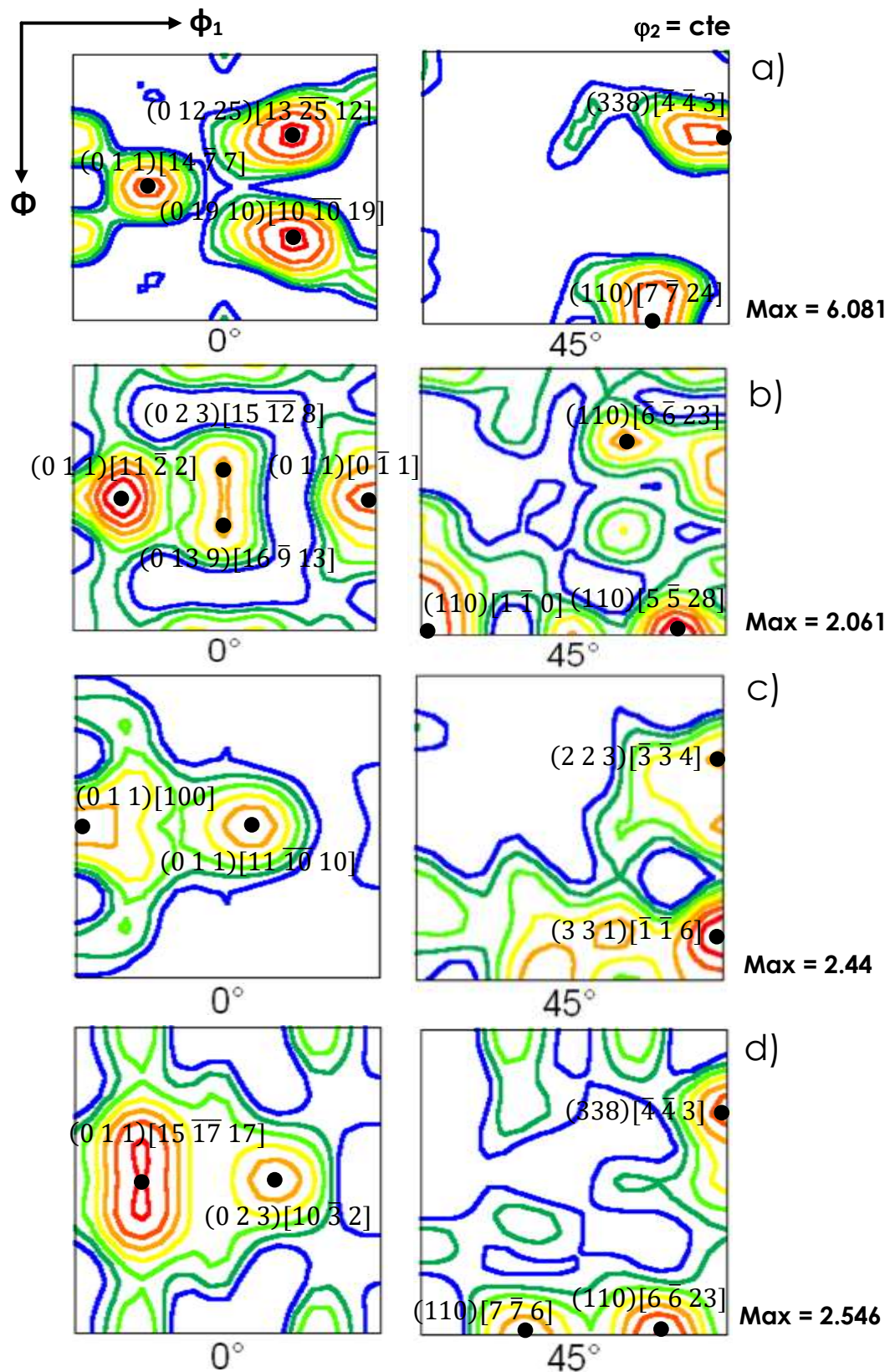


Figura 42. Secciones $\phi_2=0^\circ$ y $\phi_2=45^\circ$ de la ODF de muestras extruidas: a) sin AM y sin material de refuerzo, y con 10 h de AM, b) 0 %G, c) 0.5 %G y d) 1 %G.

3.2.1.1 Segundas fases.

La Figura 43 muestra los patrones de difracción de las muestras extruidas en función del tiempo de AM y del contenido del material de refuerzo.

En general, los patrones de difracción correspondientes a las muestras extruidas exhiben las reflexiones características del Al, MgZn₂ y Al₂O₃.

En el caso particular de las muestras con material de refuerzo, se observan adicionalmente los picos de difracción característicos del Al₄C₃ (Figura 43c, 43d, 43f y 43g).

El incremento en la temperatura de los polvos obtenidos mediante AM, durante el sinterizado y la extrusión, provee la energía necesaria para que ocurra la formación del carburo de aluminio mediante la reacción $4Al + 3C \rightarrow Al_4C_3$ [38]. Estas fases se forman durante los procesos de sinterizado y extrusión en caliente y son similares a los reportados por R. Flores [38] en una aleación AA7075 reforzada con nanopartículas de Ag recubiertas con grafito, procesada mediante aleado mecánico y extrusión en caliente.

La Figura 44 muestra evidencia de la presencia de los carburos de aluminio en las muestras extruidas, lo cual soporta los resultados obtenidos mediante difracción de rayos-X. Como se puede observar, dicha fase está presente entre límites de grano y se caracteriza por una morfología de bastón [12,14]. Morfologías similares fueron reportadas por R. Deaquino [14].

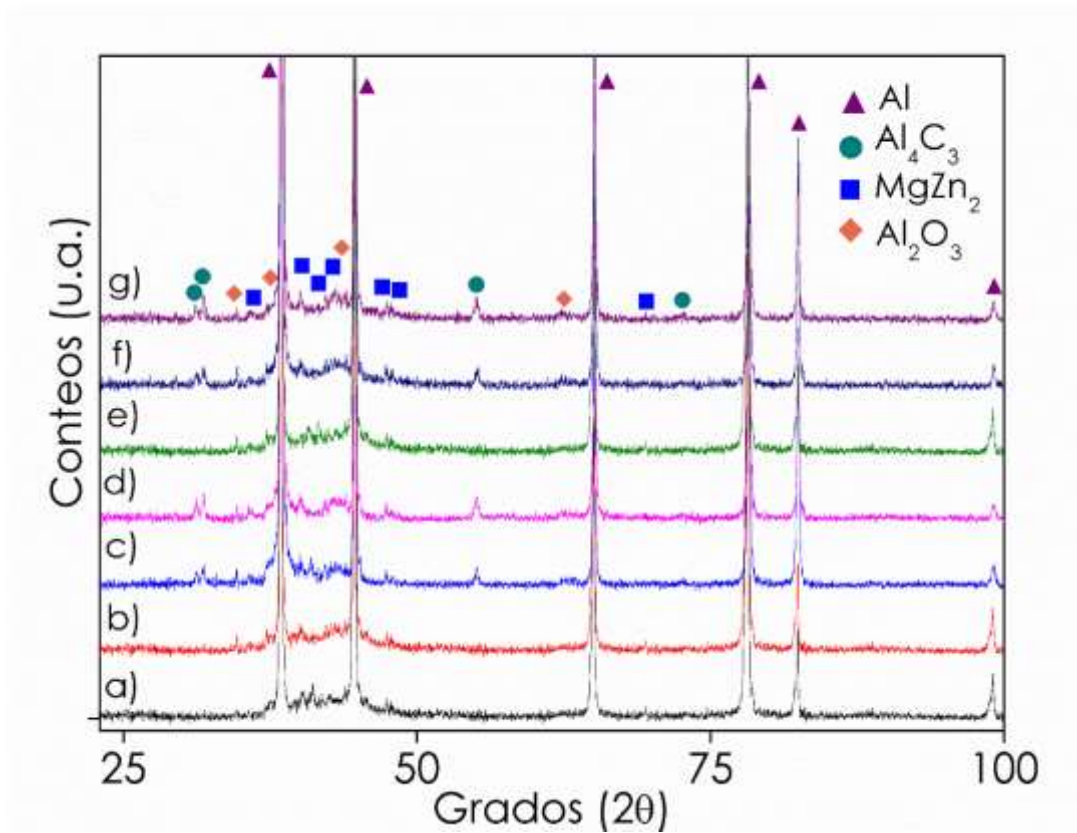


Figura 43. Patrones de XRD de muestras extruidas: a) 0 h, 0 %G; b) 5 h, 0 %G; c) 5 h, 0.5 %G; d) 5 h, 1 %G; e) 10 h, 0 %G; f) 10 h, 0.5 %G y g) 10 h, 1 %G.

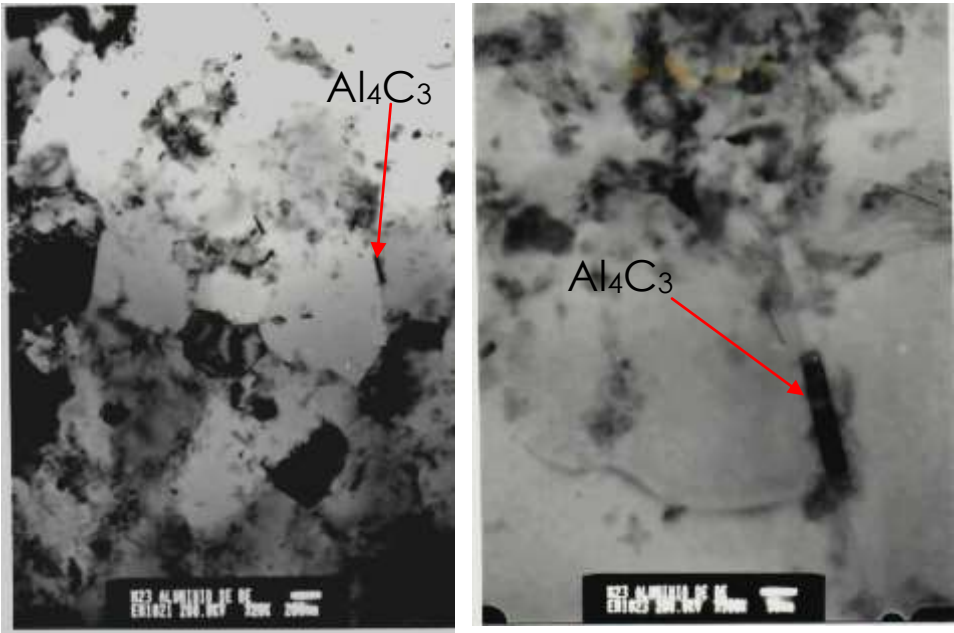


Figura 44. Imágenes obtenidas mediante TEM que muestran evidencia de la formación de Al_4C_3 durante la extrusión en caliente.

3.2.2 Propiedades mecánicas.

La Figura 45 muestra el efecto del tiempo de AM y del contenido de grafito sobre la microdureza de las muestras extruidas.

En general, todas las muestras que fueron sometidas al proceso de aleado mecánico, y reforzadas con grafito, exhiben una mayor dureza en comparación a la muestra de referencia. El incremento en el contenido de grafito y el tiempo de AM, causan un aumento de la dureza (Figura 45).

Las Figuras 46 y 47 muestran el efecto del tiempo de AM y del contenido de grafito sobre la resistencia a la cedencia y la resistencia a la tracción de muestras extruidas.

El comportamiento es similar al observado en el caso anterior, en general la resistencia a la cedencia (Figura 46) y la resistencia a la tracción (Figura 47) se incrementan con el aumento en el contenido de grafito. Para una cantidad de grafito determinada el efecto es más significativo en muestras con mayor tiempo de AM.

De acuerdo con los resultados de la Figura 38, la fracción de granos recristalizados con tamaños menores a $2.5 \mu\text{m}$ se incrementa con el aumento en el contenido de grafito y el efecto es más significativo para un tiempo de AM más prolongado. Además, las distribuciones de tamaños de grano son más uniformes en muestras con mayor tiempo (Figura 38).

Por lo tanto, el mayor endurecimiento alcanzado en muestras extruidas con un mayor tiempo de AM, se relaciona con el refinamiento de grano (efecto Hall-Petch) y una distribución de tamaños de grano más uniforme.

El incremento en la resistencia mecánica con el aumento en el contenido de grafito, puede estar relacionado con la mayor cantidad de carburos formados durante los procesos de alta temperatura. Como se observa en la Figura 43, la

intensidad de los picos característicos del Al_4C_3 se incrementa con el aumento en el contenido de grafito. Se ha reportado que estos carburos tienen durezas entre 1000 y 1400 HVN, es decir, aproximadamente entre 10 y 17 veces mayor que la dureza de la matriz de aluminio [12,14].

Los resultados de las Figuras 41 y 42 muestran que las componentes de textura que se relacionan con una mayor resistencia (Bs, S, T y Cu) se desarrollan con mayor intensidad en muestras sin material de refuerzo y sin AM (Figuras 41a y 42a). Sin embargo, como se observa en la Figura 47, la resistencia a la tracción en estas muestras es la más baja. Este resultado indica que el efecto del espacio tamaño de grano es más significativo que el efecto de la textura obtenida.

El efecto del tiempo de AM y del contenido de grafito sobre el porcentaje de elongación a fractura se muestra en la Figura 48. Con incrementos en el contenido de grafito la ductilidad disminuye, y el efecto es más significativo para un tiempo más largo.

Este comportamiento está relacionado con el tamaño de grano y la presencia de segundas fases. Las muestras sin AM y sin material de refuerzo (0 h y 0 % G), las cuales presentaron el tamaño de grano más grande y la menor cantidad de segundas fases también presentaron la mayor ductilidad. En contraste, las muestras con tamaño de grano más pequeño y la mayor cantidad de segundas fases (10 h y 1 % G) exhiben la menor ductilidad.

Los carburos formados durante el sinterizado y la extrusión en caliente debido a su morfología, pueden actuar como concentradores de esfuerzo y sitios preferenciales para la nucleación de grietas reduciendo la ductilidad del material. De la misma manera, la reducción en el tamaño de grano reduce la distancia efectiva para el deslizamiento de las dislocaciones mediante el cual ocurre la deformación plástica, y por lo tanto también contribuye con la reducción del porcentaje de elongación a fractura.

Las propiedades mecánicas de las aleaciones investigadas (dureza, resistencia a la cedencia y resistencia a la tracción) son significativamente más altas que las reportadas para la aleación AA7075 en condición de recocido (O): 60 HB, 96 MPa y 221 MPa, respectivamente.

Por ejemplo, los valores de estas propiedades obtenidos en muestras con 5 h de AM y 1 % de grafito fueron 112 HVN, σ_y : 292 MPa y σ_{max} : 361 MPa, y en muestras con 10 h de AM y 1 % de grafito, los valores obtenidos fueron 138 HVN, σ_y : 365 MPa y σ_{max} : 443 MPa.

En resumen, la mejora en las propiedades mecánicas comparadas con las de la aleación AA7075-O, está relacionada con el refinamiento de grano (efecto Hall-Petch) y la dispersión de Al_4C_3 y $MgZn_2$ en la matriz de aluminio. Éstas últimas, pueden restringir el movimiento de las dislocaciones durante la deformación resultando en un incremento de la resistencia mecánica (mecanismo de Orowan) [7].

Las propiedades mecánicas reportadas en la literatura para una aleación AA7075-T6 (tratada térmicamente y envejecida artificialmente) son 175 HV, σ_y : 503 MPa y σ_{max} : 572 MPa [12]. En este caso, las aleaciones investigadas exhiben valores inferiores, sin embargo, para comparar los resultados obtenidos en este trabajo con las propiedades de la aleación AA7075-T6 sería necesario realizar tratamientos térmicos de solubilización, temple y envejecido artificial, para así poder comparar condiciones de procesamiento similares.

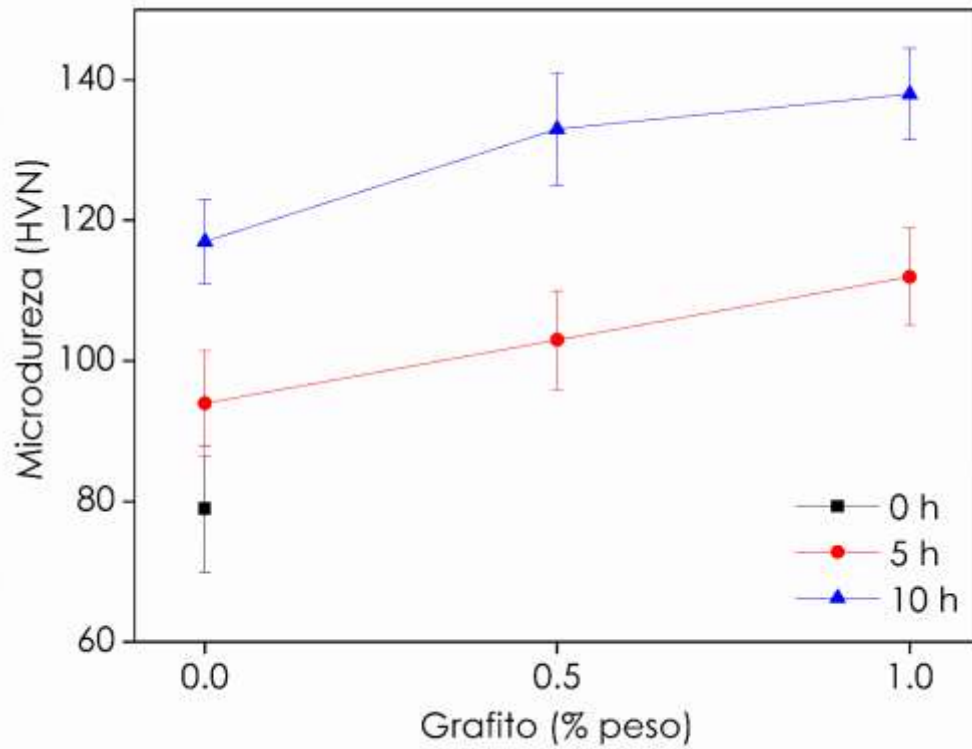


Figura 45. Microdureza de muestras extruidas en función del tiempo de AM y del contenido de grafito.

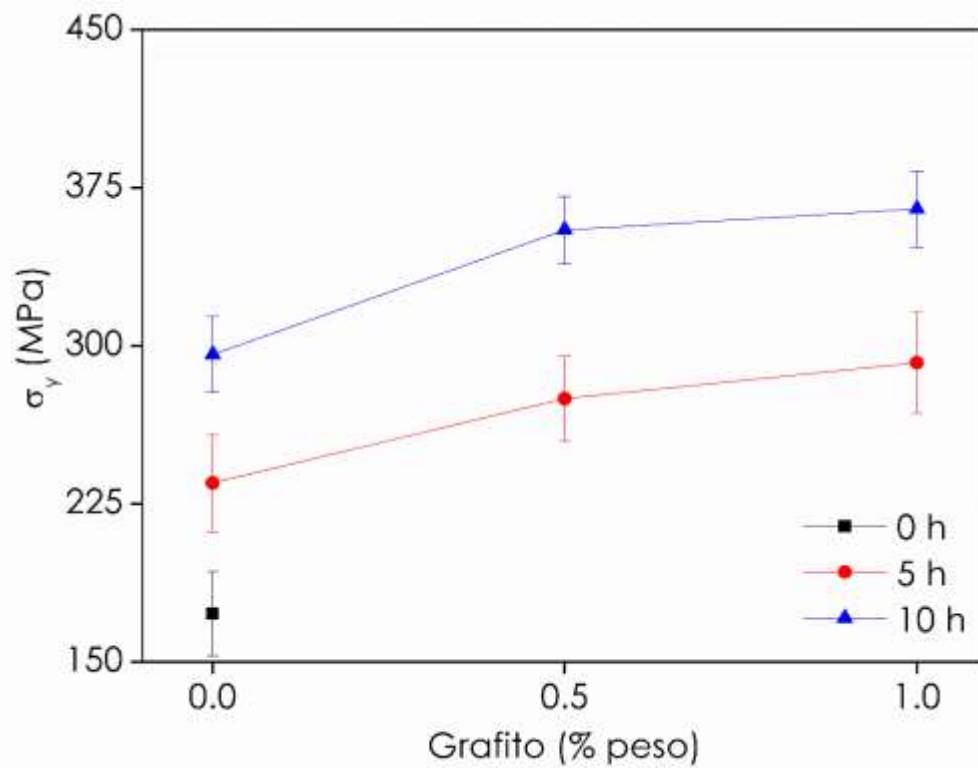


Figura 46. Resistencia a la cedencia de muestras extruidas en función del tiempo de AM y del contenido de grafito.

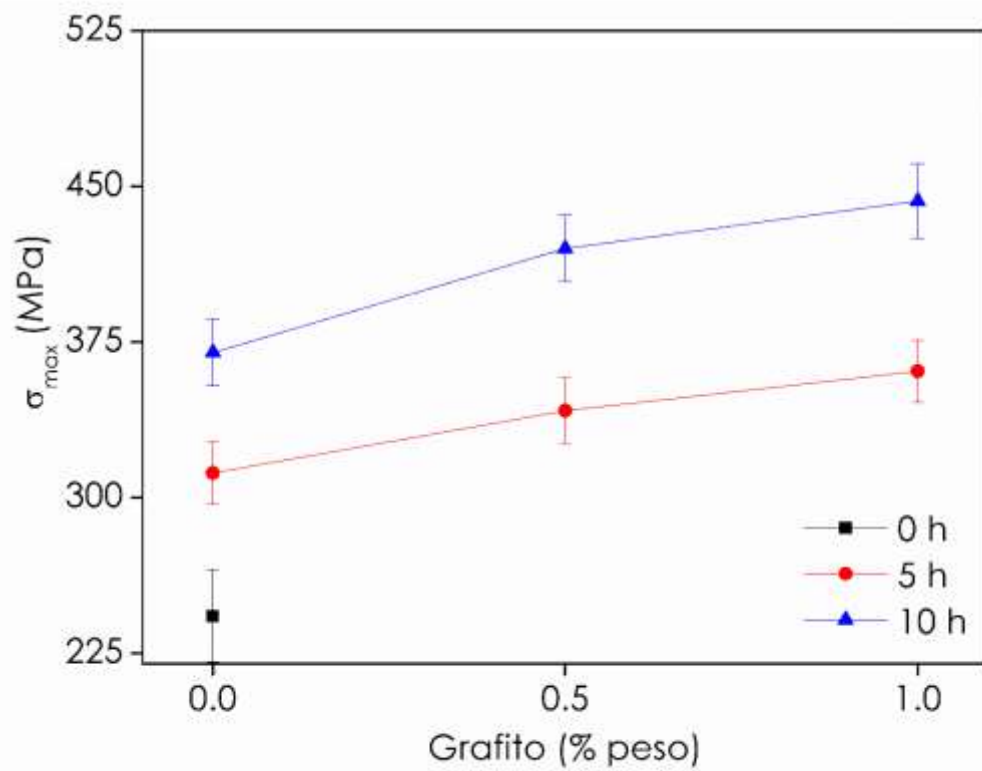


Figura 47. Resistencia a la tracción de muestras extruidas en función del tiempo de AM y del contenido de grafito.

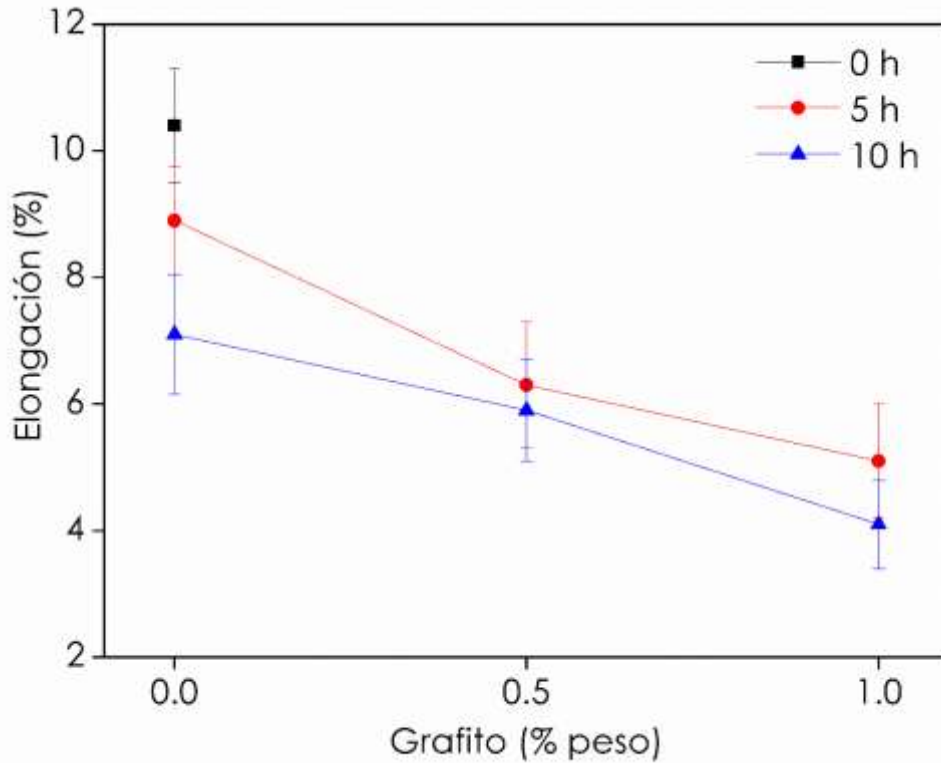


Figura 48. Elongación a fractura de muestras extruidas en función del tiempo de AM y del contenido de grafito.

La Figura 49 muestra la variación de la resistencia a la cedencia y del tamaño de grano promedio en función del contenido de grafito y del tiempo de AM. En muestras con 5 h de AM el incremento en el contenido de grafito causa un incremento de la resistencia a la cedencia y una disminución del tamaño de grano. El efecto es más significativo para un contenido del material de refuerzo más alto (Figura 49a).

La resistencia a la cedencia de muestras con 10 h de AM se incrementa considerablemente con el incremento en el contenido de grafito de 0 a 0.5 %. Sin embargo, cuando el contenido del material de refuerzo se incrementa hasta 1 % la resistencia a la cedencia muestra un cambio menos significativo (Figura 49b).

Este comportamiento es consistente con la variación del tamaño de grano, como se observa en esta Figura el tamaño de grano se reduce de manera significativa con el incremento en el contenido de grafito de 0 a 0.5 %. Sin embargo, con incrementos adicionales, la reducción en el tamaño de grano es menos significativa.

El refinamiento de grano es un mecanismo de endurecimiento muy conocido en el cual el movimiento de las dislocaciones es restringido por las fronteras de grano. De esta manera, conforme el tamaño de grano disminuye el número de barreras para el movimiento de las dislocaciones aumenta, y por consecuencia la resistencia del material se incrementa [7].

Como se observa en la Figura 49, para una cantidad de grafito determinada, la resistencia a la cedencia es mayor para un tamaño de grano más pequeño (comparar Figuras 49a y 49b).

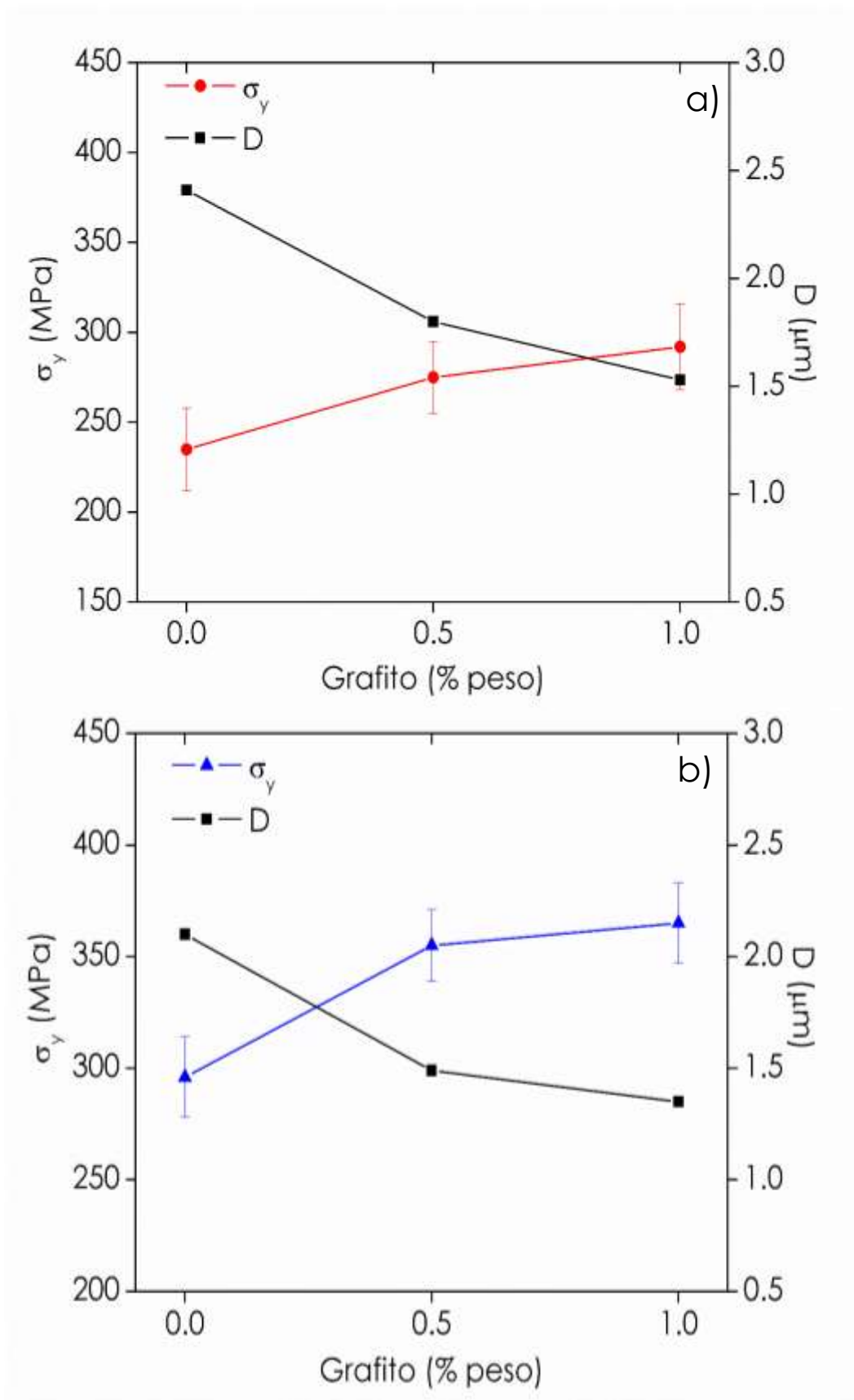


Figura 49. Efecto del contenido de G sobre la resistencia a la cedencia y el tamaño de grano promedio de muestras extruidas con: a) 5 h y b) 10 h de AM.

El efecto del tamaño de grano sobre la resistencia a la cedencia puede ser descrito mediante el modelo de Hall-Petch [12-14]:

$$\sigma_y = \sigma_0 + KD^{-1/2} \quad [1]$$

donde σ_y es el esfuerzo de cedencia; σ_0 es el esfuerzo de fricción, representa la resistencia de la red cristalina al movimiento de las dislocaciones (depende de la concentración de solutos en solución en la matriz y de la fracción en volumen de partículas coherentes); K representa la extensión del apilamiento de dislocaciones frente a los límites de grano y D es el tamaño de grano.

Como se observa en la Figura 50, la resistencia a la cedencia exhibe un comportamiento lineal con $D^{-1/2}$. Los resultados del análisis de regresión efectuado sobre los datos de $\sigma_0 - D^{-1/2}$ de acuerdo con la ecuación 1 se muestran en dicha Figura.

Como se puede observar, los esfuerzos de fricción (σ_0) y el factor K en muestras con 10 h de AM ($\sigma_0 = 11.97$ y $K = 414.24$) son mayores que en muestras con 5 h ($\sigma_0 = 6.35$ y $K = 356.51$), es decir, el apilamiento de dislocaciones frente a las fronteras de grano o partículas de soluto es mayor en muestras con menor tamaño de grano.

A partir de estos resultados se puede resaltar que los cambios observados en la textura cristalográfica en función del tiempo de AM y el contenido de G (Figuras 41 y 42) no tienen un efecto importante sobre las propiedades mecánicas de las aleaciones investigadas.

Este comportamiento puede estar relacionado con el empleo de una temperatura de sinterización y extrusión alta, la cual promueve una textura más aleatoria minimizando el efecto de dicho parámetro sobre las propiedades mecánicas de estas aleaciones.

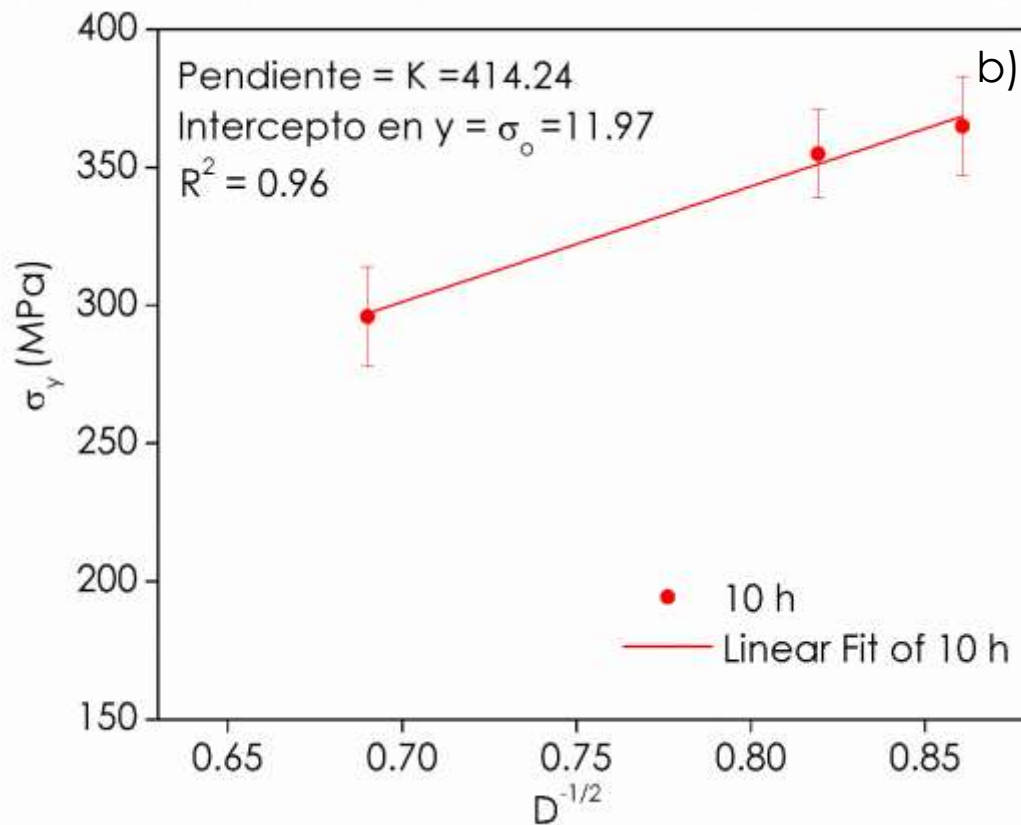
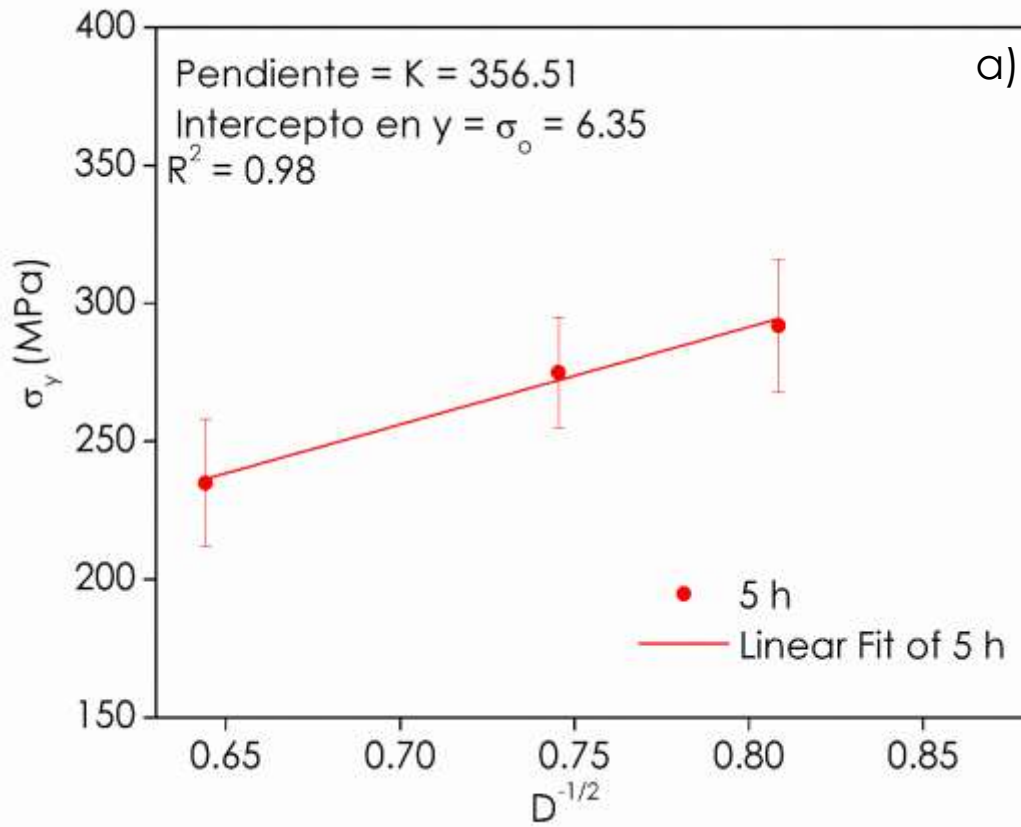


Figura 50. Dependencia de la resistencia a la cedencia con el tamaño de grano en muestras extruidas con: a) 5 h y b) 10 h de AM.

CONCLUSIONES

Las principales conclusiones que pueden enlistarse a partir de los resultados obtenidos en este trabajo son las siguientes:

- El aleado mecánico es una técnica efectiva para la síntesis de materiales compuestos con distinto punto de fusión como lo son los elementos (Al, Zn, Mg, Cu, G) que constituyen las aleaciones AA7075-G investigadas. Así mismo, esta técnica es efectiva para la obtención de materiales UFG.
- El grafito actúa no solo como material de refuerzo sino también como agente de control de proceso permitiendo el refinamiento de los polvos, mediante la reducción de la tensión superficial de los polvos durante el AM, lo cual favorece la deformación, fractura y minimiza la soldadura en frío.
- El tamaño de grano recristalizado de las muestras extruidas es influenciado por el tamaño de cristalita obtenido durante el AM. A mayor tamaño de cristalita, mayor es el tamaño de grano resultante del sinterizado y la extrusión en caliente. Las altas temperaturas empleadas durante el sinterizado y extrusión, promueven la difusión atómica permitiendo la coalescencia y el crecimiento de la cristalita de unos cuantos nanómetros a unas cuantas micras.
- Las texturas cristalográficas desarrolladas en las muestras extruidas (Bs, S, Cu y T, texturas de deformación en materiales con empaquetamiento FCC) pueden justificarse mediante la teoría de crecimiento orientado, la cual sugiere que la textura de los granos recristalizados es similar a la textura de los granos deformados a partir de los cuales se forman.
- La resistencia a la cedencia exhibe un comportamiento lineal con la disminución del tamaño de grano de acuerdo con la ecuación de Hall-Petch, siendo los esfuerzos de fricción y el factor K mayores en las muestras con mayor tiempo de AM, las cuales exhibieron un menor tamaño de grano.

- La sinterización y la extrusión en caliente promueven la formación de Al_4C_3 , MgZn_2 y Al_2O_3 las cuales favorecen el endurecimiento de las aleaciones investigadas. Sin embargo, el principal parámetro microestructural que favorece el endurecimiento de las mismas es el refinamiento de grano.

TRABAJOS FUTUROS

A partir de los resultados obtenidos en el presente trabajo se pueden proponer nuevas líneas de investigación, las cuales se enlistan a continuación:

- Con la finalidad de obtener materiales nanoestructurados se sugiere procesar la aleación obtenida con un tamaño de grano promedio de $1.4 \mu\text{m}$ mediante extrusión en canal angular constante (ECAP). Se propone investigar los efectos de dicho proceso sobre la evolución de la textura cristalográfica y sobre el grado de refinamiento de grano y de segundas fases en función del número de pasos. Así mismo, investigar los efectos de dichos cambios microestructurales sobre las propiedades mecánicas del producto final.
- La temperatura del sinterizado y de la extrusión en caliente representa un factor importante para la obtención de materiales nanoestructurados ya que como se demostró en este trabajo, éste parámetro tiene una influencia importante sobre los procesos activados térmicamente. Por lo tanto, se sugiere investigar los efectos de la temperatura de sinterizado y de extrusión sobre la microestructura y las propiedades mecánicas de las aleaciones AA7075- 1 % G que fueron sometidas a 10 h de AM, en las cuales se obtuvieron las mejores propiedades.

Anexo 1

Determinación de tamaño de cristalita mediante el método de Williamson-Hall

En 1918 Scherrer propuso una fórmula para calcular el tamaño de cristalita promedio L en un volumen de muestra respecto a su amplitud β , a partir de difractogramas de rayos-X, ignorando el efecto de la deformación de la red cristalina [32].

$$BL = \frac{K\lambda}{L \cos \theta} \quad [2]$$

donde θ es el ángulo de Bragg, λ es la longitud de onda y K es una constante que depende de la forma del pico o de la cristalita, comúnmente se utiliza 0.9 como valor de esta constante. β y L son inversamente proporcionales, entre mayor sea el ancho del pico, menor será el tamaño de la cristalita y viceversa [32].

En la práctica los picos dejan de crecer cuando se alcanza un límite, este puede ser por el equipo o el límite teórico conocido como el límite de Darwin. Para muestras reales de polvo y difractómetros este límite se alcanza cuando el tamaño de cristalita es entre 1-10 μm . Debido a esto, la determinación del tamaño de cristalita por este método es muy limitado cuando se trata de cristalitas con tamaño promedio menor a 1 μm .

La segunda causa más importante del cambio de forma de los picos es la deformación y precisamente la deformación no homogénea, como se muestra en la Figura 51.

Si el cristal es deformado la distancia interplanar d se verá afectada, un esfuerzo de compresión hará que los espacios se reduzcan mientras que esfuerzos de tensión los hace más grandes, se podría decir que la distancia se reduce de d a $d-\delta d$. Por lo tanto el ángulo en la ley de Bragg pasará de 2θ a $2(+\delta\theta)$ [32].

$$\lambda = 2d \sin\theta \quad [3]$$

$$\lambda = 2(d - \delta d) \sin(\theta + \delta\theta) \quad [4]$$

donde d = distancia interplanar, $d - \delta d$ = diferencial de distancia, θ = ángulo de bragg y λ = longitud de onda [32].

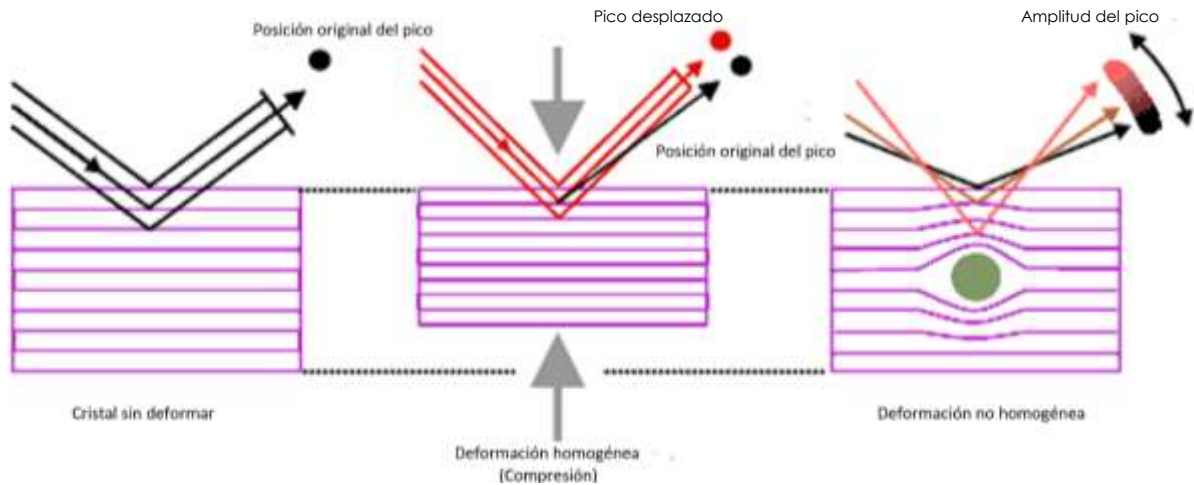


Figura 51. Diagrama de la deformación homogénea o no homogénea de un cristal [32].

Cuando la deformación no es homogénea, los diferentes cristales se deforman en diferentes proporciones causando variaciones en el ángulo debido a defectos estructurales tales como átomos intersticiales, vacancias, dislocaciones y fallas de apilamiento [32].

La ecuación de Williamson-Hall es descrita mediante la siguiente ecuación [32]:

$$\beta\epsilon = C\epsilon \tan\theta \quad [5]$$

donde el valor de la constante $C\epsilon$ es seleccionado dependiendo del proceso al que estuvo sometido el material, para deformaciones severas se recomienda usar 4 o 5, $\beta\epsilon$ es la amplitud de pico corregida y θ es el ángulo de Bragg.

El método de Williamson-Hall, atribuido a G. K. Williamson y su estudiante W. H. Hall, hace una modificación a la ecuación de Scherrer incluyendo el término relacionado con la deformación del ancho del pico βL y la altura del pico βe los cuales son dependientes del ángulo de Bragg [32]:

$$\beta L = \frac{k\lambda}{L \cos\theta} \quad [6]$$

$$\beta e = C \varepsilon \tan\theta \quad [7]$$

El primer término varía conforme $1/\cos\theta$ y el segundo con $\tan\theta$, esto realiza una convolución para obtener un tamaño final mediante la siguiente ecuación [32]:

$$\beta = \beta e + \beta L = C \varepsilon \tan\theta + \frac{k\lambda}{L \cos\theta} \quad [8]$$

Si se multiplica la ecuación por $\cos\theta$ se obtiene:

$$\beta \cos\theta = C \varepsilon \sin\theta + \frac{k\lambda}{L} \quad [9]$$

De este modo se obtiene una ecuación de una línea recta [32]:

$$y = mx + c \quad [10]$$

La medición cuidadosa del ángulo de difracción conduce a la determinación de la tensión existente en el punto analizado. El valor de las microtensiones se calcula por regresión lineal graficando $\beta \cos\theta$ vs $\sin\theta$ (Figura 52):

$$L = \frac{0.9\lambda}{a} \quad [11]$$

Donde L es el tamaño de cristalita.

Al graficar la ecuación [9] con respecto al $\sin\theta$ obtenemos la componente de deformación de la pendiente $C\varepsilon$ y la componente de tamaño al obtener el punto donde $\frac{k\lambda}{L}$ corta el eje.

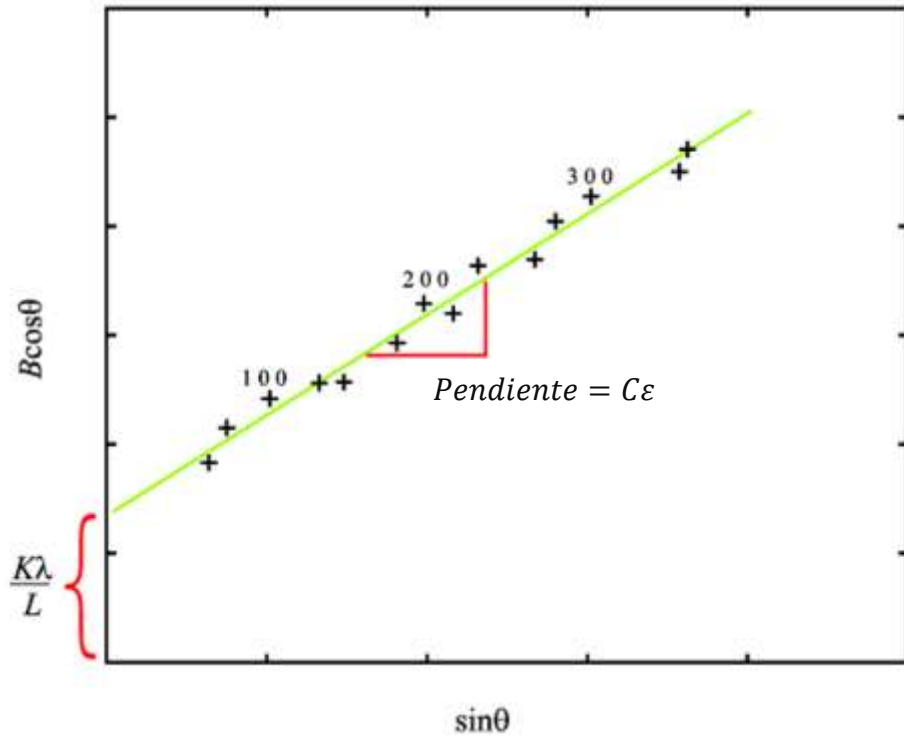


Figura 52. Gráfica $B \cos \theta$ vs $\sin \theta$ para obtener los valores de la ecuación de Williamson-Hall [32].

Anexo 2

Función de distribución de orientaciones de muestras extruidas.

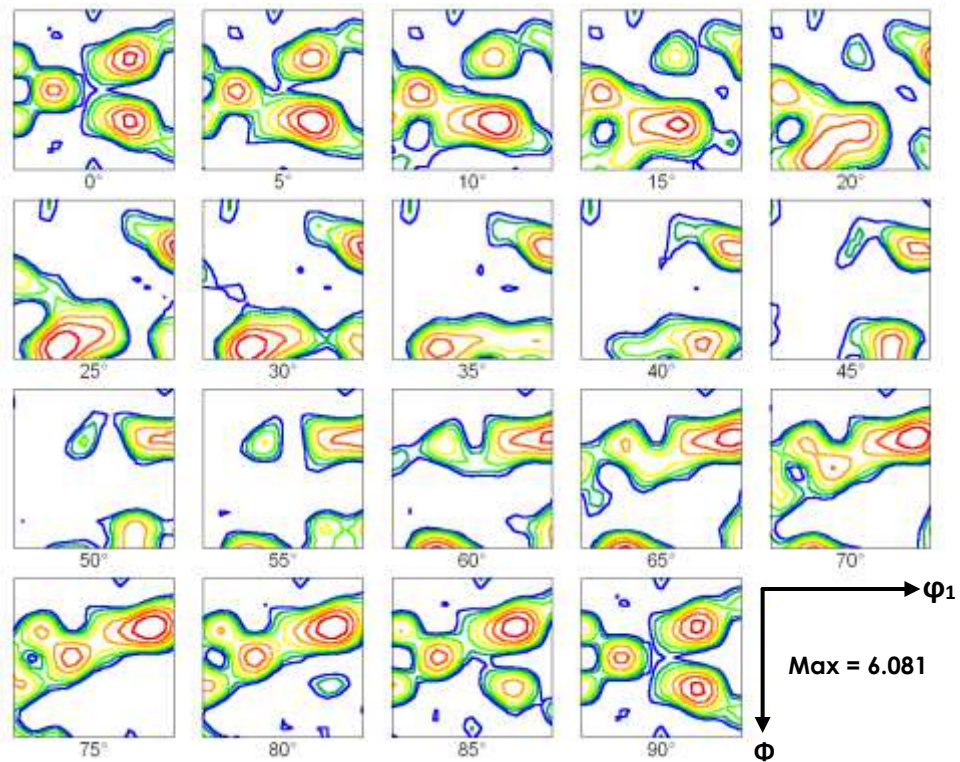


Figura 53. Función de distribución de orientaciones de muestras sin AM y sin material de refuerzo (0 h, 0 %G).

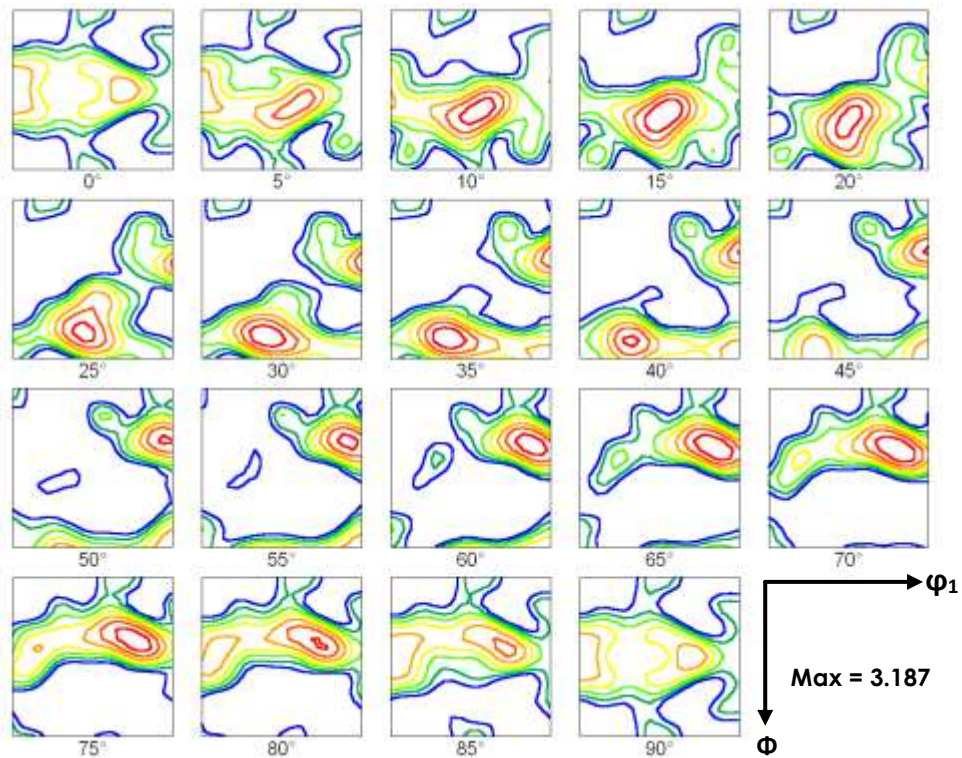


Figura 54. Función de distribución de orientaciones de muestras con 5 h de AM y sin material de refuerzo (5 h, 0 %G).

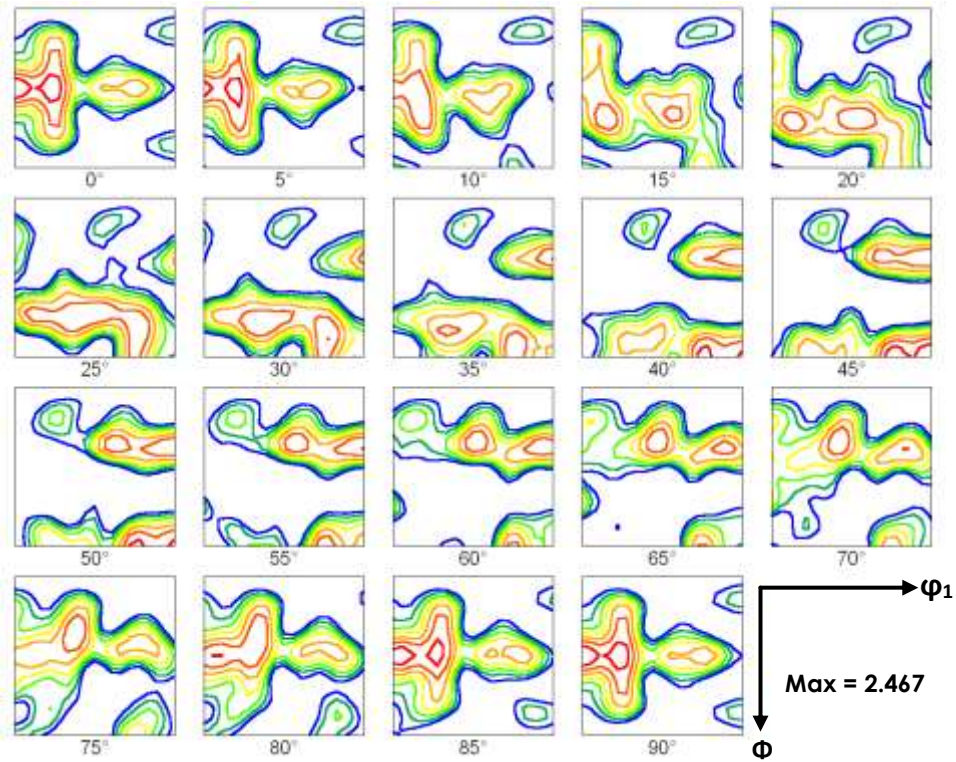


Figura 55. Función de distribución de orientaciones de muestras con 5 h de AM y 0.5 % de grafito (5 h, 0.5 %G).

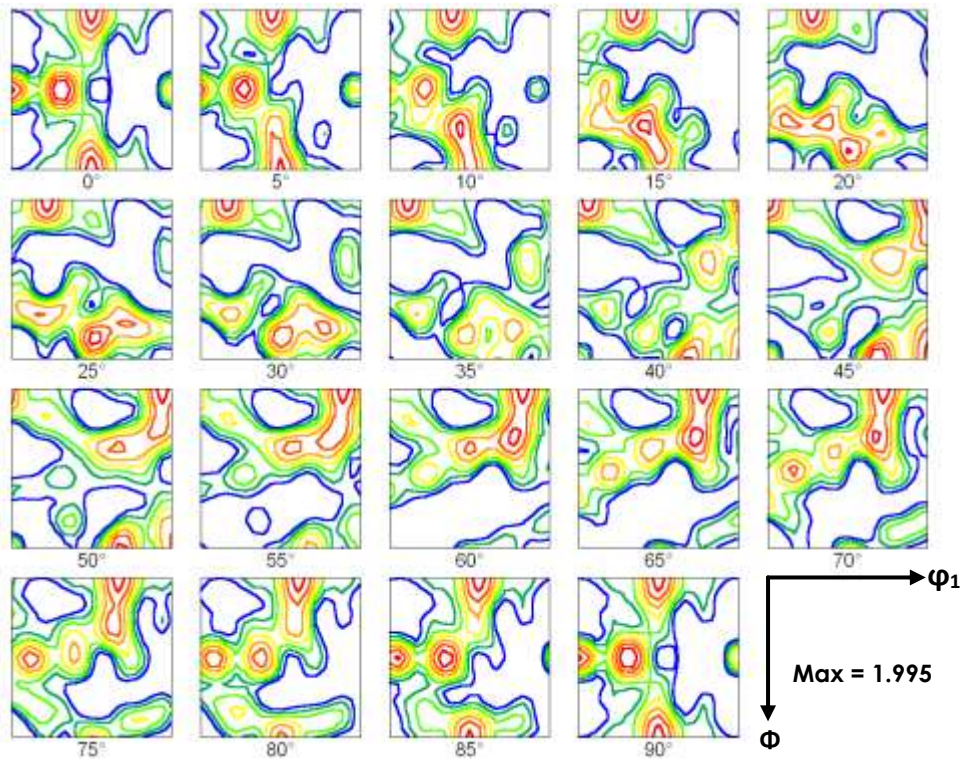


Figura 56. Función de distribución de orientaciones de muestras con 5 h de AM y 1 % de grafito (5 h, 1 %G).

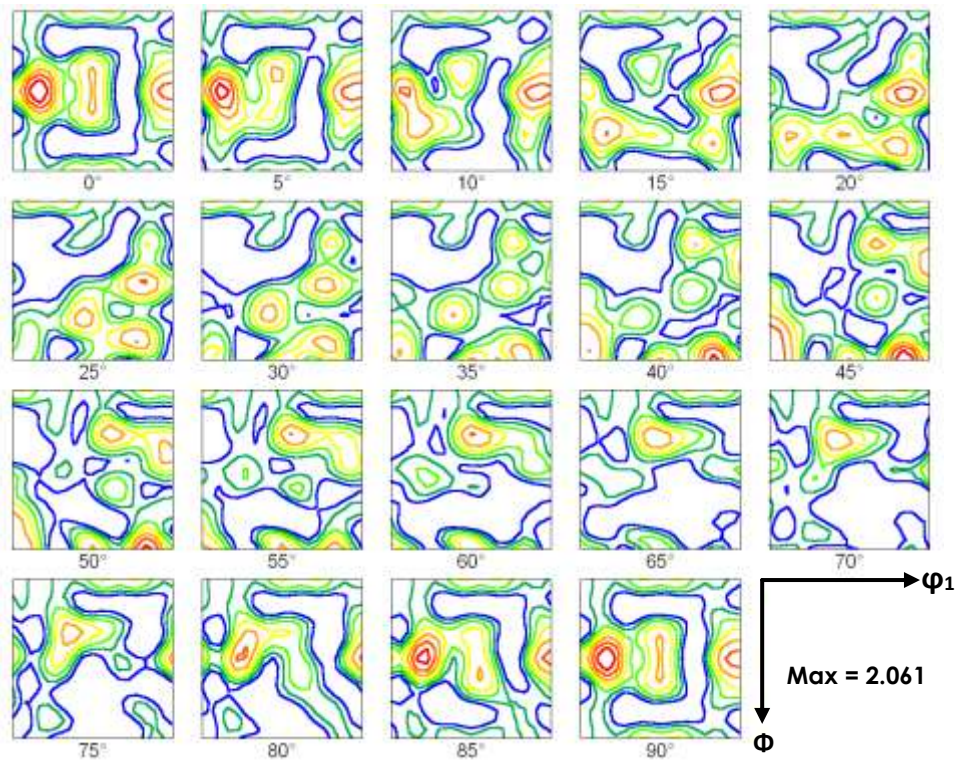


Figura 57. Función de distribución de orientaciones de muestras con 10 h de AM y sin material de refuerzo (10 h, 0 %G).

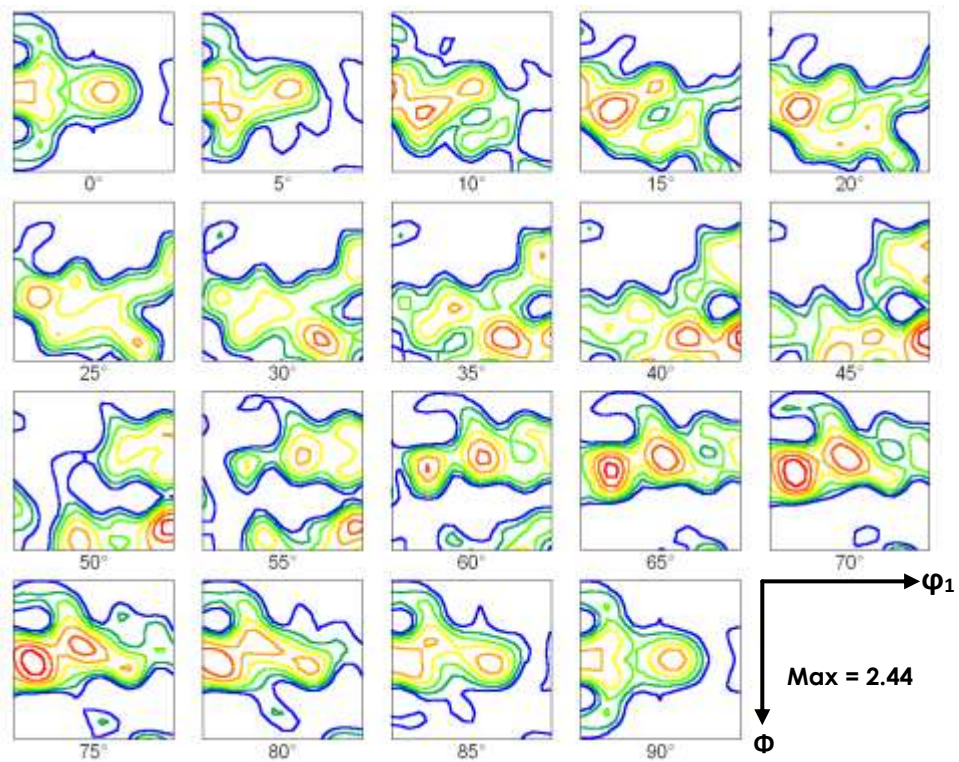


Figura 58. Función de distribución de orientaciones de muestras con 10 h de AM y 0.5 % de grafito (10 h, 0.5 %G).

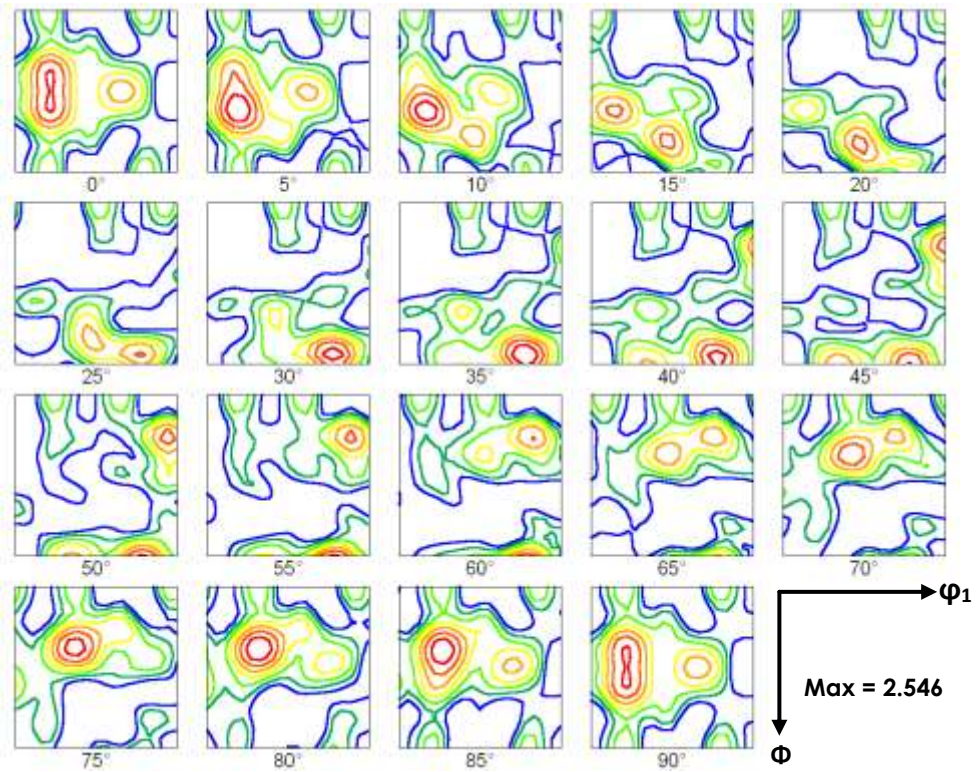


Figura 59. Función de distribución de orientaciones de muestras con 10 h de AM y 1 % de grafito (10 h, 1 %G).

Referencias bibliográficas

- [1] A. Heinz, A. Haszler, C. Keidel, S. Moldenhauer, R. Benedictus, and W. S. Miller, Recent development in aluminium alloys for aerospace applications, *Materials Science and Engineering A-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 280 (2000) 102-107.
- [2] W. S. Miller, Recent development in aluminium alloys for the automotive industry, *Materials Science and Engineering A-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 280 (2000) 37-49.
- [3] D. Chung, *Composite Materials: Science and Applications*, Functional Materials for Modern Technologies, Springer, (2002) 289.
- [4] M. K. Surappa, Aluminium matrix composites challenges and opportunities, (2003) 1-5.
- [5] P. S. Gilman and B. J.S., Mechanical Alloying, *Review of Materials Science*, 13 (1983) 279-300.
- [6] B. B.S. and V. T. E., The mechanism of mechanical alloying Process Metallurgy, (1974) 1929-1934.
- [7] Suryanarayana, Mechanical alloying and milling. *Progress in materials science*, 46 (2001) 1-184
- [8] I. Mobasherpour, A. A. Tofigh, and M. Ebrahimi, "Effect of nano-size Al₂O₃ reinforcement on the mechanical behavior of synthesis 7075 aluminum alloy composites by mechanical alloying, *Materials Chemistry and Physics*, 138 (2013) 535-541.
- [9] A. Azushima, Severe plastic deformation (SPD) processes for metals, *Cirp Annals-Manufacturing Technology*, 57 (2008) 716-735.
- [10] M. Moghaddam, A. Zarei-Hanzaki, M. H. Pishbin, A. H. Shafieizad, and V. B. Oliveira, "Characterization of the microstructure, texture and mechanical properties of 7075 aluminum alloy in early stage of severe plastic deformation, *Materials Characterization*, 119 (2016) 137-147.
- [11] N. Serban, D. Raducanu, V. D. Cojocaru, and M. Butu, Structural and Mechanical Properties Investigations in an Ultrafine-Grained 6063-T1 Aluminum Alloy Produced by Severe Plastic Deformation, *Materiale Plastice*, 52 (2015) 546-552.
- [12] R. Deaquino-Lara, I. Estrada-Guel, G. Hinojosa-Ruiz, R. Flores-Campos, J. M. Herrera-Ramirez, and R. Martinez-Sanchez, "Synthesis of aluminum alloy 7075-graphite composites by milling processes and hot extrusion, *Journal of Alloys and Compounds*, Proceedings, 509 (2011) 284-289.
- [13] R. Deaquino-Lara, N. Soltani, A. Bahrami, E. Gutiérrez-Castaneda, E. Garcia-Sanchez, and M. A. L. Hernandez-Rodriguez, "Tribological characterization of Al7075-graphite composites fabricated by mechanical alloying and hot extrusion, *Materials & Design*, 67 (2015) 224-231.

- [14] R. Deaquino-Lara, "Structural characterization of aluminium alloy 7075-graphite composites fabricated by mechanical alloying and hot extrusion, *Materials & Design*, 53 (2014) 1104-1111.
- [15] I. Estrada-Guel, C. Carreno-Gallardo, D. C. Mendoza-Ruiz, M. Miki-Yoshida, E. Rocha-Rangel, and R. Martinez-Sanchez, "Graphite nanoparticle dispersion in 7075 aluminum alloy by means of mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, 483 (2009) 173-177.
- [16] A. W. Bowen, "texture development in high-strength aluminum-alloys, *Materials Science and Technology*, 6 (1990)1058-1071.
- [17] E. Olaf and R. Valerie, *Introduction to texture Analysis*. 2da edicion, New York, 2010.
- [18] M. C. C. M.T. Pérez Prado, M.Torralba, O.A. Ruano and G. González-Doncel, "texture gradient evolution in Al-5%Ca-5%Zn sheet alloy after tensile deformation at high superplastic strain rate, *Scripta Materialia*, (1996) 1455-1460.
- [19] Y. B. Yang, Z. P. Xie, Z. M. Zhang, X. B. Li, Q. Wang, and Y. H. Zhang, "Processing maps for hot deformation of the extruded 7075 aluminum alloy bar: Anisotropy of hot workability, *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 615 (2014) 183-190.
- [20] S. Suwas and R. Kumar, *Crystallographic texture of materials* Springer, 2014.
- [21] M. H. Humphreys, *Recrystallization and related phenomena*, 1995.
- [22] George E. Totten and D. S. MacKenzie, *Handbook of Aluminum*, 2003.
- [23] G. S. Cole and A. M. Sherman, "lightweight materials for automotive applications, *Materials Characterization, Proceedings*, 35 (1995) 3-9.
- [24] E. A. Starke and J. T. Staley, Application of modern aluminum alloys to aircraft, *Progress in Aerospace Sciences*, 32 (1996)131-172.
- [25] R. J. Davis, *Aluminum and Aluminum Alloys*. ASM international, 1993.
- [26] K. Johanson, "Effect of particle shape on unconfined yield strength, *Powder Technology*, 3 (2009) 246-251.
- [27] H. Gleiter, "Nanostructured materials: Basic concepts and microstructure, *Acta Materialia*, 48 (2000) 1-29.
- [28] J. S. Benjamin, "dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying, *Metallurgical Transactions*, 1 (1970) 2943-2950.
- [29] A. Biswas, I. S. Bayer, A. S. Biris, T. Wang, E. Dervishi, and F. Faupel, "Advances in top-down and bottom-up surface nanofabrication: Techniques, applications & future prospects, *Advances in Colloid and Interface Science*, 170 (2012) 2-27.
- [30] S. S.L., *Forming and Forging ASM International Handbook Volume 14*, 1993.
- [31] K. L. Kelly, E. Coronado, L. L. Zhao, and G. C. Schatz, "The optical properties of metal nanoparticles: The influence of size, shape, and dielectric environment, *Journal of Physical Chemistry B*107, 3 (2003) 668-677.
- [32] B. D. Cullity, *Elements of X ray diffraction* Prentice Hall, 3rd edition Massachussets, 2001.

- [33] R. M.R. and Zarei-Hanzaki, "Microstructure evolution and mechanical properties of back extruded 7075 aluminum alloy at elevated temperatures, *Materials Science and Engineering: A* 532 (2010.), 593-600.
- [34] P. R. Roberts and B. L. Ferguson, "extrusion of metal powders" *International Materials Reviews*, 36 (1991) 62-79.
- [35] T. Sheppard and P. J. M. Chare, "extrusion of atomized aluminum powders, *Powder Metallurgy*, 15 (1972) 17-19.
- [36] M. Bauser and G. Sauer, *Extrusion ASM International, second edition 2006*, 195-321
- [37] M. R. Rokni, A. Zarei-Hanzaki, A. A. Roostaei, and H. R. Abedi, "An investigation into the hot deformation characteristics of 7075 aluminum alloy. *Materials & Design*. 32 (2011) 2339-2344.
- [38] R. Flores Campos, I. Estrada Guel, M. Miki Yoshida, R. Martínez Sánchez, J.M. Herrera Ramírez, "Microstructure and mechanical properties of 7075 aluminum alloy nanostructured composites processed by mechanical milling and indirect hot extrusion", *Materials Characterization*, 63 (2012) 39-46.
- [39] A. Handbook, *Powder Metal Technologies and Applications*, 1998.
- [40] A.W.Bowen, "Textur development in high strenght aluminium alloys", *Materials Sciencie and Technology*, 11 (1990) 1058-1071.
- [41] G. Eshel, G. J. Levy, U. Mingelgrin, and M. J. Singer, "Critical evaluation of the use of laser diffraction for particle-size distribution analysis, *Soil Science Society of America Journal*, 68 (2004) 736-743.
- [42] M. Ilic, "Size and shape particle analysis by applying image analysis and laser diffraction - Inhalable dust in a dental laboratory, *Measurement*, 66 (2015) 109-117.
- [43] F. Storti and F. Balsamo, "Particle size distributions by laser diffraction: sensitivity of granular matter strength to analytical operating procedures, *Solid Earth*, 1 (2010) 25-48.
- [44] S. G. Pandya, J. P. Corbett, W. M. Jadwisienczak, and M. E. Kordesch, "Structural characterization and X-ray analysis by Williamson-Hall method for Erbium doped Aluminum Nitride nanoparticles, synthesized using inert gas condensation technique, *Physica E-Low-Dimensional Systems & Nanostructures*, 79 (2016) 98-102.
- [45] K. A. Aly, N. M. Khalil, Y. Algamal, and Q. M. A. Saleem, "Lattice strain estimation for CoAl₂O₄ nano particles using Williamson-Hall analysis, *Journal of Alloys and Compounds*, 676 (2016) 606-612.
- [46] P. A. Midgley and A. S. Eggeman, "Precession electron diffraction - a topical review 2, (2015) 126-136.
- [47] S. Nicolopoulos and D. Bultreys, "Precession electron diffraction and TEM applications", 2010.
- [48] ASTM E384-16 *Standar test method for microindentation hardness of materials*.

- [49] T. B. Massalski and U. Mizutani, "Electronic structure of Hume-Rothery Phases," vol. 22, Pennsylvania: Progress in Materials Science, (2003) 151-262.