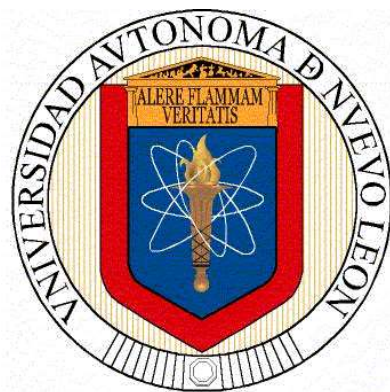


UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERIA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



**NANOINDENTACIÓN Y CARACTERIZACIÓN
MICROESTRUCTURAL DE UNA ALEACIÓN DE ALUMINIO
2024 PROCESADA POR UNIÓN POR LAMINACIÓN
ACUMULADA**

POR

ING. ELSA RENEE GUERRERO SILVA

TESIS

EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA
INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

CIUDAD UNIVERSITARIA

FEBRERO 2014

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERIA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



**NANOINDENTACIÓN Y CARACTERIZACIÓN
MICROESTRUCTURAL DE UNA ALEACIÓN DE ALUMINIO
2024 PROCESADA POR UNIÓN POR LAMINACIÓN
ACUMULADA**

POR

ING. ELSA RENEE GUERRERO SILVA

TESIS

**EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA
INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES**

CIUDAD UNIVERSITARIA

FEBRERO 2014

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO

Los miembros del comité de tesis recomendamos que la tesis “Nanoindentación y caracterización microestructural de una aleación de aluminio 2024 procesada por unión por laminación acumulada” realizada por la alumna Elsa Renee Guerrero Silva con matricula 1433424, sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en Materiales.

El Comité de Tesis

Asesor

Dr. Edgar Omar García Sánchez

Dr. Arturo Juárez Cisneros
Co-Asesor

Dr. Rogelio Deaquino Lara
Co-Asesor

Dr. Moisés Hinojosa Rivera.
Subdirector de estudios de postgrado

Al futuro.

Agradecimientos

Agradezco a mis padres, por su infinita paciencia y apoyo en el cumplimiento de mis metas y ambiciones. Así como también a mis hermanos por su apoyo, comprensión y la motivación que me han brindado siempre.

A mis amigos, que se han convertido en familia durante los años.

Agradezco a todos aquellos catedráticos que han creído en mi potencial, me han brindado su ayuda y me han compartido sus conocimientos para mi formación académica.

Al Dr. Edgar García, por ser un gran mentor durante mis estudios de maestría, su gran ayuda en la realización de esta investigación, sus palabras de aliento y brindarme su amistad.

A Andrea Hodge, Ph.D. y su grupo de investigación por brindarme las facilidades para realizar esta investigación y compartirme sus conocimientos.

A mis compañeros, por su ayuda en el laboratorio en los momentos de desesperación y por compartir sus conocimientos conmigo.

Y a todas aquellas personas que estuvieron conmigo durante mis estudios de maestría y la realización de esta tesis.

Índice

Resumen	1
Introducción	3
1 Antecedentes	6
1.1 Características generales del aluminio y sus aplicaciones estructurales 6	
1.1.1 Aleaciones de aluminio de la serie 2XXX	6
1.1.2 Precipitados presentes en las aleaciones Al-4%Cu	8
1.2 Materiales nanoestructurados y de tamaño de grano ultrafino	10
1.2.1 Deformación plástica severa	12
1.2.2 Deformación plástica severa (SPD) como método alternativo para la fabricación de aleaciones metálicas	12
1.2.3 nanoestructuradas	12
1.2.3 Características microestructurales derivadas del procesamiento por SPD	13
1.2.4 Métodos de deformación plástica severa	14
1.3 Nanoindentación	23
1.3.1 Teoría de la nanoindentación	24
1.3.2 Mecánica de contacto	27
1.3.3 Tipos de indentador	29
1.4 Uso de microscopía confocal para el análisis de nanoindentaciones	38
2 Desarrollo experimental	40
1.3 Experimentación preliminar	41
1.4 Experimentación	43
1.4.1 Laminación	43

• Preparación de las muestras para la caracterización	44
• Microscopía óptica.....	45
• Microscopía electrónica de barrido	45
• Ensayo de microdureza	46
• Difracción de electrones retrodispersados	46
• Nanoindentación.....	47
2 Análisis de resultados y discusión.....	49
2.1 Resultados preliminares en condición inicial.....	49
2.2 Resultados preliminares en condición de laminado	52
2.3 Resultados de la unión por laminación acumulada (accumulative roll bonding, ARB)	54
3 Conclusiones.....	72
4 Referencias bibliográficas	74
5 Índice de figuras	78
6 Índice de tablas	82
7 Anexo	83

Resumen

Durante las últimas décadas se ha dado un creciente interés por las aleaciones de aluminio para aplicaciones en donde se requiere un excepcional relación resistencia-peso, esto sobretodo en la industria del transporte. Una de las aleaciones con más interés por su estudio es la aleación de aluminio 2024, endurecible por envejecimiento y que presenta excelentes propiedades mecánicas. Aunado a esto, la utilización de los procesos de deformación plástica severa (severe plastic deformation, SPD) en dicha aleación podrían ampliar su rango de aplicación y satisfacer necesidades aún más específicas.

En esta investigación se ha estudiado la aleación de aluminio 2024 procesada por la unión por laminación acumulada (accumulative roll bonding, ARB), un método de SPD para el refinamiento de la microestructura logrando obtener un tamaño de grano ultrafino (ultrafine grain, UFG). La caracterización por medio de la nanoindentación ha permitido un estudio más exacto de este tipo de procesamiento mecánico. También se ha utilizado la microscopía óptica y de barrido para la revelación de los procesos de deformación y de la microestructura del material.

Se realizaron muestras de 1, 3 y 5 pases de ARB, estas resultaron con un gran refinamiento de grano y un aumento en la dureza del material. Además, debido a la alta temperatura a la que se realizó el proceso de laminación hubo una recuperación en la microestructura del material. Se obtuvo una microestructura bimodal en las muestras con una gran cantidad de granos equiaxiales de un tamaño por debajo de $1\ \mu\text{m}$ y de granos alargados resultados de la laminación.

La unión por laminación acumulada dio resultados muy favorecedores para las propiedades del material y esto pudo ser estudiado con los ensayos de nanoindentación.

Introducción

Las técnicas de deformación plástica severa (severe plastic deformation, SPD) están emergiendo del dominio de investigación a escala del laboratorio hacia la producción comercial de varios materiales de tamaño de grano ultrafino (ultrafine-grained, UFG). [1]

La deformación plástica severa como proceso de refinamiento de la microestructura en aleaciones metálicas ha presentado sobresalientes resultados en la modificación de las propiedades mecánicas de los materiales [1-3]. Esto se logra por medio de la imposición de grandes esfuerzos mecánicos sin que el material sufra cambios dimensionales relevantes [2].

La microestructura resultante de este tipo de deformación ha resultado en un nuevo término para describir los materiales, llamándose materiales de tamaño de grano ultrafino a aquellos que poseen un tamaño de grano de 100 nm a 1 μm ; y materiales nanocristalinos o nanoestructurados a aquellos que comprenden un tamaño de grano menor a los 100 nm [1,2]. Dichas microestructuras permiten una diferencia sin precedentes en las propiedades mecánicas comparándose con aquellas de tamaño de grano grueso [1]. Algunas de las propiedades resultantes de esta microestructura son una alta dureza, una buena ductilidad, una superplasticidad superior, un bajo coeficiente de fricción, una alta resistencia al desgaste, una alta mejora en el ciclo de fatiga y una buena resistencia a la corrosión [1].

Existen diversos métodos de SPD, de los cuales, la unión por laminación acumulada (accumulative roll bonding, ARB) posee diversas ventajas en comparación con los demás. Entre ellas destaca que no se necesitan de

instalaciones especiales, ya que se puede utilizar la infraestructura de los procesos típicos de laminado y que al ser un proceso que permite la unión de láminas, se pueden generar compósitos laminados [2,5-9].

La aleación de aluminio 2024 es una de las más ampliamente utilizadas en la industria aeroespacial, la cual fue introducida en 1930 [10]. Las aleaciones de aluminio nanoestructuradas tienen un considerable potencial para aplicaciones en la industria automotriz [1].

Debido al creciente interés en las últimas décadas en materiales nanoestructurados, la caracterización de dichas estructuras ha llevado a la utilización de nuevos mecanismos para su investigación. La nanoindentación es simplemente un ensayo de indentación en donde la escala de longitud de la penetración es medida en nanómetros (10^{-9} m). Además de la escala de desplazamiento involucrada, otra característica particular de los ensayos de nanoindentación es la medición indirecta del área de contacto, es decir, el área de contacto entre el indentador y el material [13].

La nanoindentación provee una gran cantidad de información acerca de las propiedades físico-mecánicas a un nivel nanométrico y los métodos para el correcto procesamiento de la información transforma esta prueba de nanodureza en un sistema de medición único para el estudio de un gran espectro de propiedades mecánicas, por mencionar algunas: la elasticidad, la viscoelasticidad, termofluencia, resistencia a la fractura, entre otras [11-14].

En esta investigación, en los antecedentes se informa de las características del material utilizado, la importancia de los materiales nanoestructurados y se plantea la deformación plástica severa como método de obtención de microestructuras nanoestructuradas, también se enlistan los diferentes métodos de SPD. Más adelante, se da información de la nanoindentación como un gran instrumento para la caracterización de material al ser posible obtener una gran cantidad de información con el análisis de los resultados obtenidos de sus ensayos.

Después se explica de manera detallada la metodología experimental que se llevó a cabo para completar esta investigación. Se describe la experimentación preliminar que se realizó en el material para prepararlo para ARB, así como las condiciones en que se realizaron los ensayos de nanoindentación.

Al final, se discuten los resultados obtenidos de la experimentación., Así como se dan a conocer las conclusiones obtenidas del análisis de los resultados y las recomendaciones para investigaciones futuras.

1 Antecedentes

1.1 Características generales del aluminio y sus aplicaciones estructurales

Las aleaciones de aluminio han sido un excelente sustituto del acero para aplicaciones en donde se requiere la reducción de peso, su densidad es una tercera parte de la del acero o de las aleaciones de cobre. Algunas aleaciones de aluminio tienen una mejor relación resistencia-peso que la de los aceros de alta resistencia. El aluminio tiene buena maleabilidad, formabilidad, alta resistencia a la corrosión y gran conductividad térmica y eléctrica. El aluminio no es tóxico, ni magnético y no produce chispa [15-18].

1.1.1 Aleaciones de aluminio de la serie 2XXX

La designación del aluminio forjado y de las aleaciones de forjadas al aluminio fue estandarizada por The Aluminum Association en 1954 [18]. Este consta de un sistema de numeración de cuatro dígitos, El primero indica el grupo de la aleación, el segundo señala el cambio de la aleación original o límites de impureza; el cero se utiliza para la aleación original, y los números del 1 al 9 indican las modificaciones de la aleación. En el grupo 1XXX para aluminio con un mínimo de pureza del 99% y mayores, los dos últimos dígitos son los mismo que los dos a la derecha del punto decimal en el porcentaje mínimo de aluminio cuando se expresa a casi el 0.001%. En los grupos de aleación del 2XXX al 8XXX, los dos últimos dígitos sirven sólo para identificar las diferentes aleaciones de aluminio del grupo [16,17].

Tabla 1 Designación para los grupos de aleación [16-18]

Número de asociación de aluminio	
Aluminio, 99% y mayor, principal elemento de la aleación	1XXX
Cobre	2XXX
Manganeso	3XXX
Silicio	4XXX
Magnesio	5XXX
Magnesio y silicio	6XXX
Zinc	7XXX
Otro elemento	8XXX
Series no utilizadas	9XXX

El cobre es el principal elemento aleante, comúnmente con el magnesio como segundo elemento. Estas aleaciones no tienen buena resistencia a la corrosión comparadas con otras aleaciones de aluminio y bajo ciertas condiciones, son propensas a presentar corrosión intergranular [16]. Sin embargo en la forma de láminas, éstas son generalmente recubiertas con aluminio de alta pureza o aleaciones magnesio-silicio de la serie 6XXX para proveer protección galvánica. Las aleaciones de la serie 2XXX son ampliamente utilizadas para partes y estructuras que requieren grandes resistencias específicas. Así como también son utilizadas para fabricar rines de camión y aviones, en partes de la suspensión de camión, en fuselajes de avión, revestimiento de alas y partes estructurales, y en otras que requieren buena resistencia a temperaturas por debajo de los 150 °C. [17] Excepto por la aleación 2219, estas aleaciones tienen soldabilidad limitada [18].

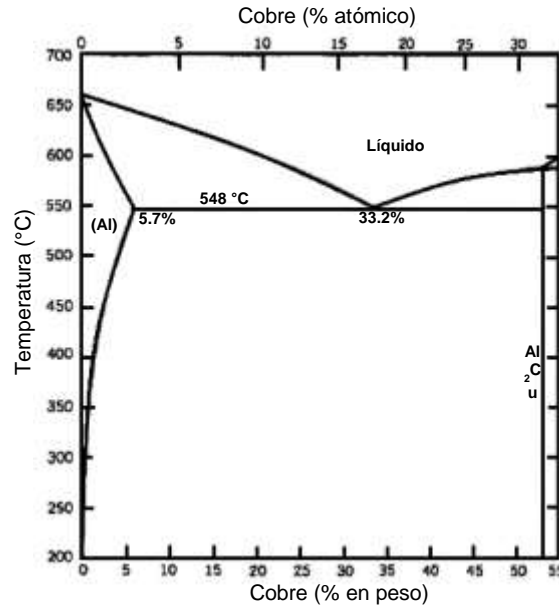


Figura 1 Diagrama de fases de Al-Cu [16]

1.1.2 Precipitados presentes en las aleaciones Al-4%Cu

Las aleaciones que contienen entre 2.5 y 5% de cobre responden al tratamiento térmico endureciéndose por envejecido [16].

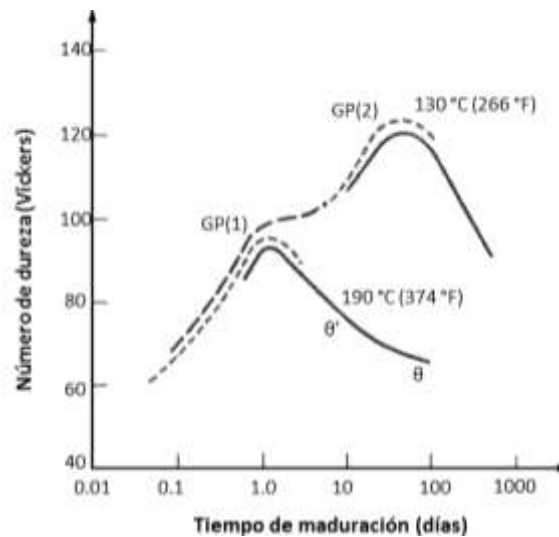
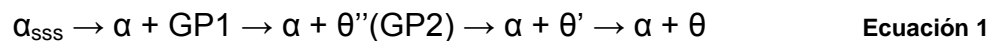


Figura 2 Correlación de estructuras y durezas de la aleación Al-4 por 100 Cu envejecida a 130 y 190 °C. [16]

A las temperaturas de envejecido, ya sea, natural o artificial, las fases de equilibrio estables son $\alpha(\text{Al})$ y $\theta(\text{CuAl}_2)$; sin embargo, la fase estable θ no precipita inmediatamente. La precipitación sucede en etapas que requieren tiempo para completarse. La primera etapa es la formación de aglomerados de átomos de soluto de Cu, en la matriz de Al. Los aglomerados se ajustan a la estructura cristalina de la matriz y son completamente coherentes con ella. Estos aglomerados son llamados zonas GP (Guinier-Preston) debido a que fueron detectados por primera vez por Guinier y por Preston de manera independiente mediante el análisis de difracción de rayos X [15,16]. A temperaturas menores de 180 °C, dos tipos de estos aglomerados fueron descubiertos, de ahí sus nombres de zonas GP1 y GP2. La zona GP2 también es llamada precipitado θ'' . La máxima dureza o resistencia es obtenida cuando se forma θ'' . Arriba de los 180 °C, el precipitado θ'' (GP2) no se forma en aleaciones de Al-4%Cu. Otra precipitación metaestable, θ' , se forma antes del precipitado metaestable θ , estas dos se forman a temperaturas de envejecido elevadas [15]. Cuando se forma el precipitado estable θ , la aleación se dice que fue sobre-envejecida y la dureza disminuye. Estas etapas de los precipitados pueden verse en la Figura 2 y son resumidos por la secuencia de precipitación propuesta por Bagaryatsky [16],



Las zonas GP1 son precipitados que se crean por la segregación de átomos de cobre en la disolución sobresaturada α . Estas zonas consisten en regiones segregadas en forma de discos de pocos átomos de espesor (0.4 a 0.6 nm) y de aproximadamente un diámetro de 8 a 10 nm y se forman en los planos cúbicos $\{100\}$ de la matriz. Puesto que los átomos de cobre tienen un diámetro aproximado de un 11% menos que los de aluminio, la red de la matriz alrededor de las zonas se contrae tetragonalmente. Las zonas GP1 son coherentes con la red de la matriz puesto que los átomos de cobre sustituyen a los átomos de

aluminio en la red de la matriz. Las zonas GP1 se detectan en el microscopio electrónico de barrido por los campos de deformación que provocan [16].

Las zonas GP2 o precipitados θ'' presentan una estructura tetragonal y son coherentes con las de la matriz $\{100\}$ de la aleación Al-4%Cu. Su tamaño varía entre 1 y 4 nm de espesor y un diámetro entre 10 y 100 nm al progresar el envejecido [16].

Los precipitados θ' nuclean heterogéneamente, especialmente en las dislocaciones y es incoherente con la matriz. (Un precipitado incoherente es aquel cuya partícula tiene una estructura cristalina diferente a la matriz.) La fase θ' tiene una estructura tetragonal con un espesor de 10 a 150 nm [16,17].

Los precipitados θ son incoherentes y tiene la composición CuAl_2 . Esta fase tiene una estructura BCT ($a=0.607$ nm y $c=0.487$ nm) y se forma a partir de θ' o directamente de la matriz [16].

Ya que los aglomerados están incrustados en la estructura cristalina de la matriz y debido a la diferencia de tamaño atómico entre los átomos del soluto y del solvente, la estructura coherente induce una gran cantidad de esfuerzo en la red de la matriz. Esto es referido como esfuerzos coherentes y se refleja en un incremento en la dureza y en la resistencia [15].

1.2 Materiales nanoestructurados y de tamaño de grano ultrafino

Se define como materiales nanoestructurados a aquellos materiales que cuentan con al menos una de sus dimensiones en la escala nanométrica (de 1 a 100 nm) [1,2]. Dependiendo de las dimensiones que se encuentran en la nanoescala, estos se pueden clasificar en a) nanopartículas, b) estructuras laminares, c) estructuras de filamento, y d) materiales nanoestructurados a gran escala.

Muchas propiedades mecánicas interesantes se encuentran en tamaños de grano ultrafino (de 100 a 500 nm), los cuales son más viables tomando en cuenta los métodos de procesamiento existentes [2]. Estos materiales son muy atractivos para aplicaciones ingenieriles por su alta resistencia que puede ser tres o cuatro veces más alta que los mismos materiales con tamaños de grano convencionales de 10 a 100 μm [1,2].

La producción de materiales nanoestructurados y de tamaño de grano ultrafino se puede clasificar en dos tipos de técnicas, “de abajo hacia arriba” y “de arriba hacia abajo”. En la primera, los materiales nanoestructurados son fabricados por el ensamblaje de átomos individuales o por la consolidación de nanopartículas sólidas. La desventaja de este método es lograr una buena unión atómica entre las partículas por la combinación de presión y temperatura. En la segunda, los materiales tienen una microestructura cristalina convencional y se produce un refinamiento de la microestructura así como se introducen defectos puntuales y dislocaciones por medio de altos esfuerzos como es en el caso de la deformación plástica severa [1,2].

Sin embargo, los materiales verdaderamente nanoestructurados (tamaño de grano menor a 100 nm) tiene ciertas desventajas: por lo regular son producidos en pequeñas cantidades, exhiben limitada resistencia a la fractura en tensión y pueden tener microestructuras inestables. Para una mejor ductilidad y estabilidad del grano, así como para obtener muestras de dimensiones mayores, los materiales de tamaño de grano ultrafino son más atractivos. Se pueden obtener muestras a gran escala libres de porosidad y con una elongación mayor al ~10%. Los materiales de tamaño de grano ultrafino también son considerados nanoestructurados ya que contienen características microestructurales como celdas de dislocaciones, subgranos, y pueden contener nanomaclas en escalas menores a los 100 nm [1,2].

1.2.1 Deformación plástica severa

La posibilidad de producir estructuras con un tamaño de grano muy fino por deformación plástica severa fue sugerida por medio de la investigación utilizando métodos de deformación convencionales pero introduciendo altos grados de esfuerzo. En la mayoría de los casos, en los estudios recientes de las microestructuras producidas por SPD se tienen celdas o subgranos en el tamaño de los micrómetros a la escala submicrométrica, pero no en la nanoescala [2].

Los materiales producidos por las diversas técnicas de SPD por lo regular tiene tamaños de grano resultantes entre 100 y 1000 nm [1-4], cumpliendo fácilmente con la necesidad de producir materiales dentro de la clasificación de nanoestructurados y de tamaño de grano ultrafino.

La fabricación de materiales nanoestructurados por medio de la deformación plástica severa se está convirtiendo en una de las áreas de desarrollo más activas en el campo de los nanomateriales y estos materiales se tienen contemplados como estructurales y funcionales para la próxima generación de metales y aleaciones [2].

1.2.2 Deformación plástica severa (SPD) como método alternativo para la fabricación de aleaciones metálicas nanoestructuradas

Los materiales nanoestructurados producidos por deformación plástica severa son 100% densos, libres de contaminantes y viables para ser producidos en grandes cantidades para su uso comercial [1]. Al ser sometidos a SPD, los materiales sufren una gran cantidad de deformación plástica sin tener ningún efecto relevante en las dimensiones de la muestra. La imposición de estos

grandes esfuerzos se realiza a temperaturas relativamente bajas; por debajo del $0.4T_m$, en donde T_m es la temperatura de fusión del material [2].

Otra característica es que la forma del espécimen se mantiene debido al uso de herramientas con geometrías especiales que previenen el flujo libre del material y por lo tanto producen una presión hidrostática. La presencia de la presión hidrostática es esencial para lograr grandes esfuerzos e introducir la gran densidad de defectos de red que son necesarios para el excepcional refinamiento de grano [2].

El mercado para los materiales nanoestructurados existe en básicamente cualquier sector en donde unas propiedades mecánicas superiores sean parámetros críticos del diseño [1,2].

1.2.3 Características microestructurales derivadas del procesamiento por SPD

Debido a los extremadamente pequeños tamaños de grano, los materiales nanocristalinos exhiben alta resistencia y dureza, un bajo coeficiente de fricción, una alta resistencia al desgaste y una mejor resistencia a la corrosión. También se ha encontrado que estos materiales presentan una buena ductilidad, una superplasticidad excepcional [1,2].

El proceso de deformación plástica severa refina los granos por la introducción de un gran número de dislocaciones que se acomodan a sí mismas en configuraciones de baja energía tomando la forma de límites de grano de bajo ángulo y luego cuando son sometidas a una deformación extra, éstas evolucionan en arreglos homogéneos de granos ultrafinos separados por límites de grano de alto ángulo de desorientación [1,2].

Una de las características resultantes de SPD en los materiales es la alta densidad de dislocaciones producidas, por lo regular, muy cerca a su nivel de

saturación, por lo cual, su habilidad para acumular más dislocaciones es reducida [2].

Los metales nanoestructurados tienen alta resistencia y bajas ductilidades en comparación con sus contrapartes de tamaño de grano grueso. Un tratamiento térmico de recocido después del procesamiento por SPD puede mejorar la ductilidad sin sacrificar significativamente la resistencia mecánica [2].

1.2.4 Métodos de deformación plástica severa

La torsión a alta presión (high-pressure torsión, HPT) y la presión en canal angular constante (equal-channel angular pressing, ECAP) son técnicas de SPD que fueron utilizadas en las primeras investigaciones para producir metales nanoestructurados y aleaciones que posean granos de tamaño nanométrico o de submicrómetros. Estas técnicas han sido modernizadas desde entonces, así como han surgido otros métodos de procesamiento. A continuación se nombran algunos métodos de SPD para su comparación, así como se da especial énfasis al método utilizado en esta investigación. Cabe mencionar que la búsqueda de nuevas técnicas para el refinamiento de grano por medio de SPD así como la mejora de las técnicas ya existentes continúa año tras año [1,2].

- Presión en canal angular constante (ECAP)

El método ECAP es la técnica de SPD más desarrollada hasta el momento, permite la deformación de muestras a gran volumen por medio de los esfuerzos cortantes. En este método una barra es presionada a través de un dado con dos canales en ángulos de intersección de 90° a 120°. La barra está sujeta a deformaciones severas sin cambiar sus dimensiones. Los tamaños de grano

desarrollados por este método están en el rango de 200 a 300 nm [2,3,19]. El esfuerzo, ε introducido en ECAP es determinado por la relación incorporando el ángulo entre los dos canales, ϕ , y el ángulo que representa la curvatura del arco exterior en donde las dos partes del canal se interceptan, ψ . Esta relación está dada por:

$$\varepsilon = \left(\frac{N}{\sqrt{3}}\right) \left[2 \cot \left\{ \left(\frac{\phi}{2}\right) + \left(\frac{\psi}{2}\right) \right\} + \psi \operatorname{cosec} \left\{ \left(\frac{\phi}{2}\right) + \left(\frac{\psi}{2}\right) \right\} \right] \quad \text{Ecuación 2}$$

en donde N es el número de pases a través del dado. Diversos pases a través del dado producen un esfuerzo acumulado. En la práctica, diferentes sistemas de deslizamiento pueden ser introducidos por rotación de la barra en su eje longitudinal entre cada pase [2,19,20].

Recientemente ha habido numerosas modificaciones al ECAP convencional que han sido diseñadas para obtener un grano de refinamiento más efectivo incluyendo la incorporación de contrapresión, el desarrollo del proceso continuo por ECAP, entre otros [2,23].

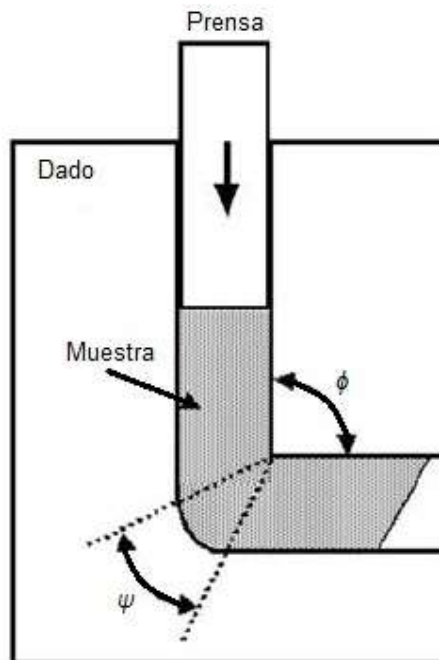


Figura 3 Dibujo esquemático del proceso de Presión en canal angular constante [2]

- Torsión a alta presión (HPT)

En el caso de HPT, una muestra en forma de un disco delgado sufre esfuerzos de torsión siendo comprimido a presiones de 2 a 6 GPa. El disco se localiza en una cavidad, se aplica una presión hidrostática, y el esfuerzo plástico torsional se logra por la rotación de uno de los dados [2,24]. Si no hay flujo del material hacia el exterior, el espesor del disco permanece constante y el esfuerzo torsional real, γ , es dada por $\gamma = (r/h)\varphi$, en donde r es la distancia desde el centro del disco, φ es el ángulo torsional en radianes, y h es el espesor del espécimen. Los discos relativamente pequeños utilizados en HPT convencional son atractivos para productos pequeños como nanomagnetos con propiedades magnéticas mejoradas, en stents arteriales, y en aparatos para aplicaciones de sistemas microelectromecánicos [2].

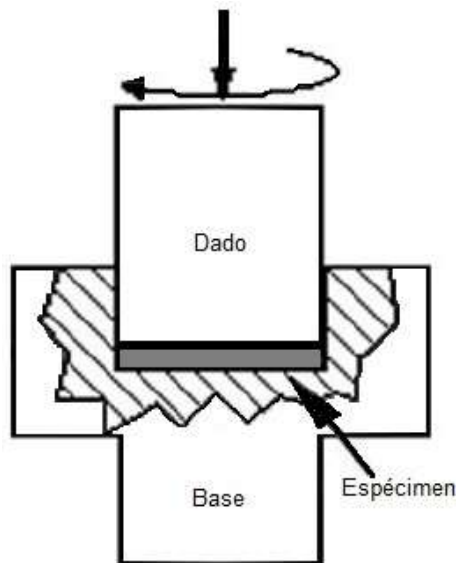


Figura 4 Dibujo ilustrativo del proceso de torsión a alta presión [2]

- Forja multidireccional (MDF)

El proceso de MDF está usualmente asociado con la recristalización dinámica en metales o aleaciones de una sola fase. El principio de MDF se ilustra en la Figura 5 y asume múltiples repeticiones de operaciones de forja abierta incluyendo empuje y estirado con cambios en los ejes en donde la carga es aplicada. La homogeneidad de la deformación producida por MDF es más baja comparada con ECAP o HPT. Sin embargo, este método puede ser utilizado para obtener un estado nanoestructurado en materiales relativamente frágiles debido a que el proceso empieza a temperaturas elevadas y las cargas específicas del herramental son relativamente bajas. La elección apropiada de la temperatura y de la velocidad de deformación es de vital importancia para el refinamiento de grano deseado. La operación es usualmente realizada en el intervalo de temperaturas de $0.1-0.5T_m$, en donde T_m es la temperatura de fusión absoluta. Es útil para producir barras de grandes dimensiones con tamaño de grano ultrafino [2,25].

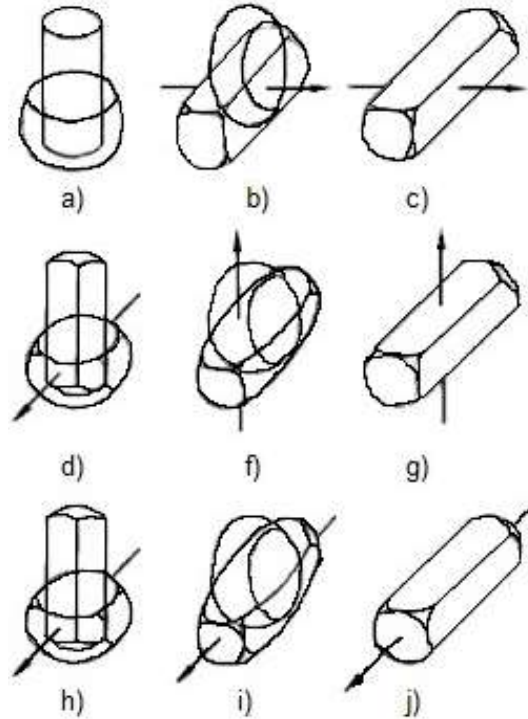


Figura 5 Principio de la forja multiaxial; *a, b y c* muestra el empuje y estirado en el primer eje; *d, e y f* en el segundo eje; y *g, h e i* en el tercer eje. [2,3]

- Compresión y extrusión cíclica (CEC)

También llamado “*presionado de reloj de arena*”, es realizado por el empuje de la muestra de una cámara cilíndrica de diámetro d_o a otra con dimensiones iguales a través de un dado de diámetro d_m que es considerablemente pequeño en comparación con d_o . Así el proceso induce la extrusión y las cámaras proveen la compresión para que, durante un ciclo, el material es empujado para primero experimentar compresión, luego extrusión y finalmente compresión otra vez. El esfuerzo real producido por un ciclo es calculado como $\Delta\varepsilon = 4 \ln (d_o/d_m)$. En el segundo ciclo, la dirección de extrusión es invertida, resultando así en la misma secuencia de los modos de deformación. El proceso puede ser repetido

N veces por el empuje de la muestra hacia adelante y hacia atrás para darle un esfuerzo real acumulado de $(N\Delta\varepsilon)$.

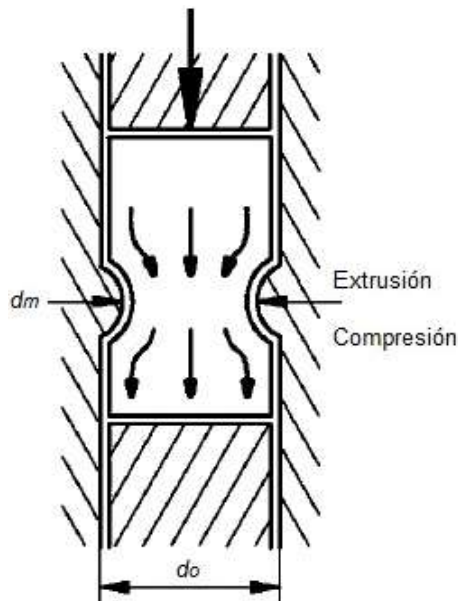


Figura 6 Principio del método de compresión y extrusión cíclica [2]

- Doblado y enderezado repetitivo (RCS)

Es un proceso repetitivo de dos pasos, la pieza de trabajo es inicialmente deformada en una forma corrugada y después enderezada entre dos platinas planas utilizando un ciclo de procesamiento que puede repetido muchas veces. La ventaja de RCS es que puede ser fácilmente adaptado a una unidad de rolado industrial corriente. Esta técnica aún se considera en sus primeras etapas y se necesita mayor investigación en el desarrollo del proceso para producir materiales nanoestructurados, sobre todo para mejorar el tema de la homogeneidad microestructural [2].

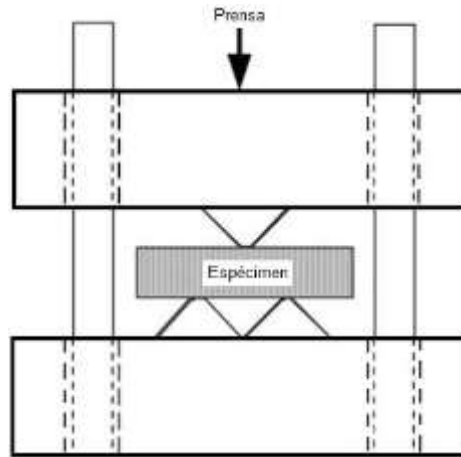


Figura 7 Imagen ilustrativa del proceso de doblado y enderezado repetitivo. [2]

- Extrusión torsional (TE)

Durante el proceso de TE, la pieza a trabajar es empujada a través de un dado de extrusión en el cual su sección transversal mantiene su forma y tamaño mientras es torcida a través de un ángulo designado alrededor de su eje longitudinal. Esto resulta en una pieza que mantiene su forma y tamaño después de cada pase de TE y así es posible procesar una muestra repetidamente para alcanzar un excelente refinamiento de grano. En la práctica, la deformación plástica no es uniforme a través de la sección transversal pero la deformación plástica aumenta conforme la distancia desde el eje, así las regiones más distantes tienen un tamaño de grano más fino. Esta heterogeneidad microestructural produce propiedades mecánicas no homogéneas con el centro de la sección transversal con menor resistencia mecánica [2].

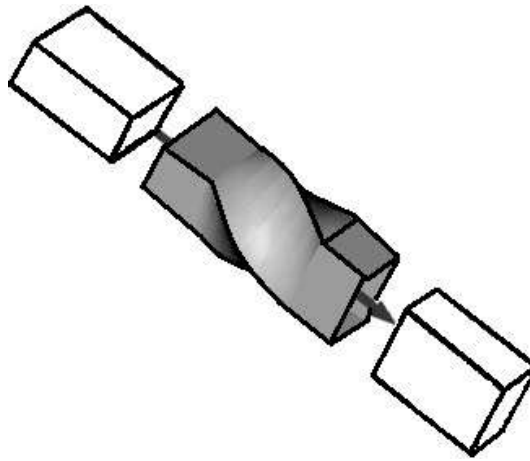


Figura 8 Dibujo esquemático del proceso de extrusión torsional [2]

- Unión por laminación acumulada (ARB)

La técnica de ARB hace uso de la infraestructura convencional de rolado. Una lámina es rodada para que su espesor se reduzca a la mitad del espesor en condición inicial. Después la lámina es cortada en dos mitades iguales que son apiladas. Debido a que se requiere una buena unión entre las dos láminas apiladas, las caras en contacto son desengrasadas y cepilladas con cepillo de alambre antes de ser apiladas para luego ser rodadas de nuevo a un espesor del 50% [2,4]. Así, una serie de operaciones de rolado, corte, cepillado y apilado son repetidas para que un gran esfuerzo sea acumulado en la lámina resultante.

Ya que es necesario lograr una gran reducción en un solo pase para lograr una buena adherencia entre las láminas [28], la unión por rolado es llevada a cabo sin lubricación para realizar una rápida formación de granos de tamaño ultrafino [29], la fuerza de rolado durante la unión por laminación acumulada se vuelve muy grande. Es posible calentar la lámina al realizarse el rolado pero a una temperatura en donde no ocurra la recristalización, esto para reducir la fuerza del rolado y lograr una buena unión entre las láminas [2].

Para el proceso de ARB, el esfuerzo equivalente después de N número de pases, ε_N , es dado por [2]

$$\varepsilon_N = 0.80N \quad \text{Ecuación 3}$$

Algunas de las ventajas de utilizar el proceso de unión por laminación acumulada son: 1) no se requieren una infraestructura con alta capacidad de carga o dados de alto costo, 2) la productividad puede ser mayor, y 3) la cantidad de material a producirse no está limitado [4,8].

Este método es el único apropiado para la producción de placas y láminas de tamaño de grano ultrafino y nanocristalinas, las cuales son la forma más utilizada de materiales de manera comercial e industrial debido a su viabilidad como un proceso continuo [8]. Las láminas procesadas por ARB por lo regular poseen una alta resistencia de dos a cuatro veces más alta que el material inicial de grano grueso [2,5,8].

La unión por laminación acumulada no solo se considera un método de deformación sino que también es un proceso de unión por lo cual se pueden producir compósitos laminares de distintas aleaciones [6,8,9]. En cada ciclo de ARB, la unión en las interfaces se vuelve mejor.

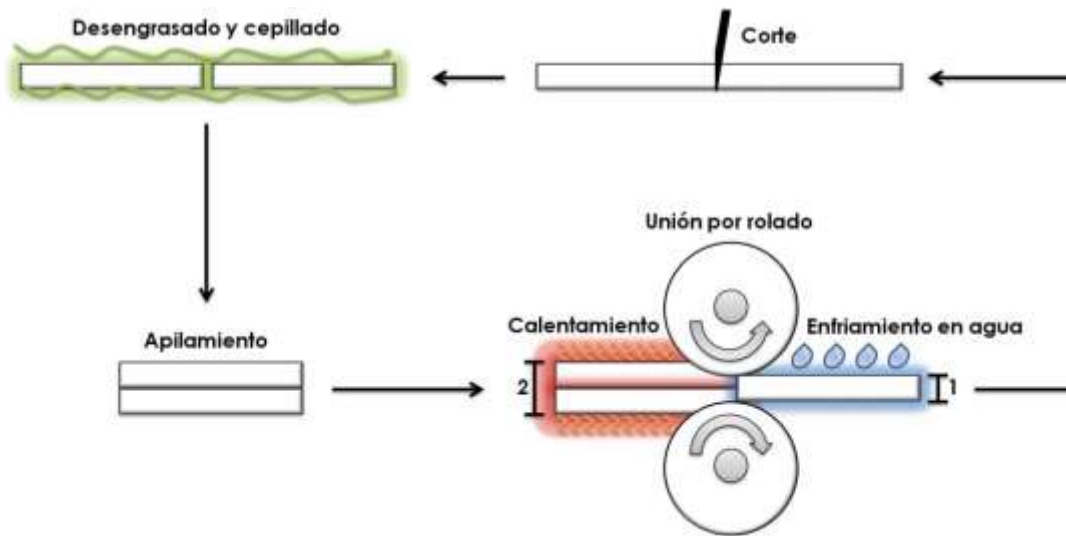


Figura 9 Diagrama del proceso de unión por laminación acumulada [2,6,8]

En la práctica, la estructura de tamaño de grano ultrafino producida por ARB no es equiaxial tridimensionalmente, sino que es una estructura alargada en dirección hacia el rolado. Este tipo de microestructura es indiferente del tipo de metal o aleación procesada.

La microestructura resultante después de uno o dos pases de rolado muestra microestructuras deformadas compuestas de celdas de dislocaciones y subgranos. Después de tres pases, la estructura de límites laminares aparece, la cual es típica de materiales altamente laminados, arriba de cinco pases se tiene una microestructura laminar uniforme de límites ultrafinos [2].

1.3 Nanoindentación

La nanoindentación puede ser aplicada para la investigación de los cambios en las propiedades mecánicas debido a alteraciones microestructurales en la escala de micrómetros.

En la última década ha habido un considerable interés en la caracterización mecánica de películas delgadas y de materiales con volúmenes pequeños

usando ensayos con indentaciones sensibles a las penetraciones con indentadores esféricos o piramidales usualmente. El objetivo principal de dichos ensayos es obtener valores del módulo elástico y dureza del material de lecturas experimentales de la carga del indentador y la penetración de penetración. Las fuerzas involucradas están generalmente en el rango de mN y son medidas en la resolución de unos cuantos nN. Las penetraciones son en el orden de nm, por lo tanto el término “nanoindentación” [13].

La nanoindentación es simplemente un ensayo de indentación en donde la escala de longitud de la penetración es medida en nanómetros (10^{-9} m). Además de la escala de desplazamiento involucrada, otra característica particular de los ensayos de nanoindentación es la medición indirecta del área de contacto, eso es, el área de contacto entre el indentador y el material [13].

1.3.1 Teoría de la nanoindentación

En los ensayos de nanoindentación, el tamaño de la impresión residual es del orden de micrómetros o nanómetros, por lo tanto, son muy pequeñas para ser medidas directamente. Debido a esto, el área de contacto es determinada por la medición de la profundidad de penetración del indentador en la superficie de la muestra. Esto, junto con la geometría del indentador, provee de una medición indirecta del área de contacto a la carga máxima. Por esta razón, los ensayos de nanoindentación son referidos como ensayos de indentación sensible a la profundidad (depth-sensing indentation, DSI) [13,14].

Las técnicas de indentación también pueden ser utilizadas para calcular el módulo elástico, el exponente de endurecimiento por deformación, resistencia a la fractura (para materiales frágiles), propiedades viscoelásticas, transformaciones de fase, termofluencia y absorción de energía. Ya que el

tamaño de la impresión residual es muy pequeño, este tipo de ensayo se puede considerar en muchos casos como no destructivo [11,13,14].

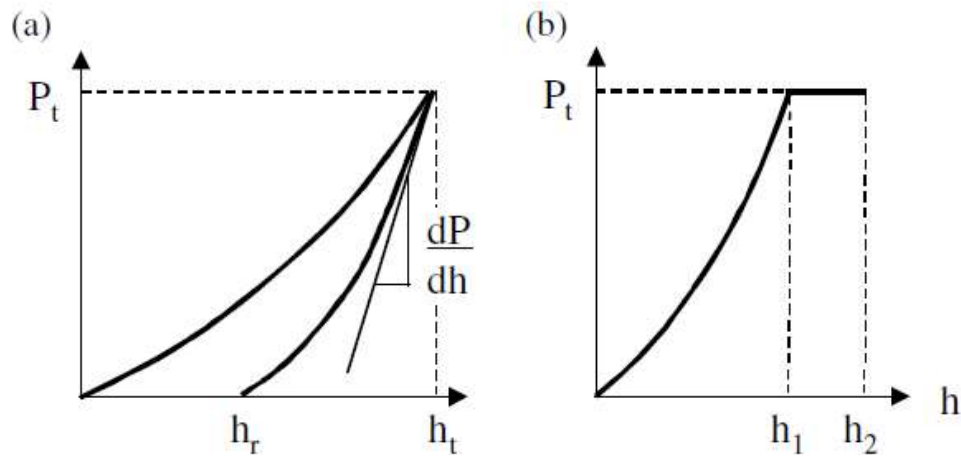


Figura 10 Curvas carga-desplazamiento con un indentador esférico para a) un sólido elástico plástico y b) un sólido viscoelástico. [13]

La Figura 10 muestra el tipo de curvas que se pueden obtener de los ensayos de indentación. Este tipo de información se obtiene cuando el indentador es posicionado en contacto con la superficie plana del espécimen con un incremento constante de la carga. Ambos, carga y profundidad de la penetración, son registrados. En el ciclo de la indentación, la parte de la carga puede consistir de un contacto elástico inicial, seguido de un flujo plástico, o cedencia a cargas más elevadas. En la descarga, si hubo cedencia del material, la curva carga-desplazamiento siguen un patrón diferente hasta llegar a cero de carga aplicada, y una impresión residual es proyectada en la superficie del material. La máxima profundidad de penetración para una carga en particular, junto a la pendiente de la curva de descarga medida a la tangente al punto de la carga máxima, da como resultado la medida de la dureza y del módulo elástico del material. Para un material viscoelástico, la relación entre la carga y penetración no es tan sencilla. Esto es, para una carga dada, el resultado de la profundidad de penetración depende de la velocidad de penetración de la carga así como de la magnitud de la carga misma. Para tales materiales, la indentación puede ser acompañada por termofluencia, y se manifiesta como un

cambio en la penetración para una carga aplicada constante como se muestra en la Figura 10b. Un análisis de la zona de termofluencia de la curva de carga-desplazamiento provee información cuantitativa de las propiedades elásticas del material. En materiales frágiles puede ocurrir una fractura, especialmente cuando se utiliza un indentador piramidal como el Berkovich o el Vickers. Como se muestra en la Figura 11 la longitud de la fractura, la cual suele iniciar en las esquinas de la impresión de la indentación, puede ser utilizada para medir la resistencia a la fractura del material [13,14].

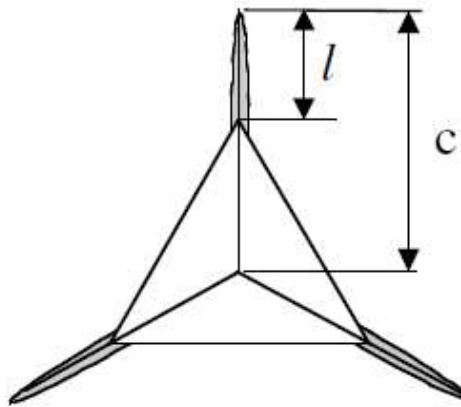


Figura 11 Fracturas emanando de las esquinas de la impresión residual en un material frágil [13,14]

Una de las influencias más importantes en la validez o calidad de los datos de la prueba de nanoindentación es la condición de la superficie del espécimen y la forma en la cual es montada para la prueba. La limpieza y el pulido influyen en el valor final de la rugosidad de la superficie del material. Una indentación típica es del orden de los 200-500 nm [13,14].

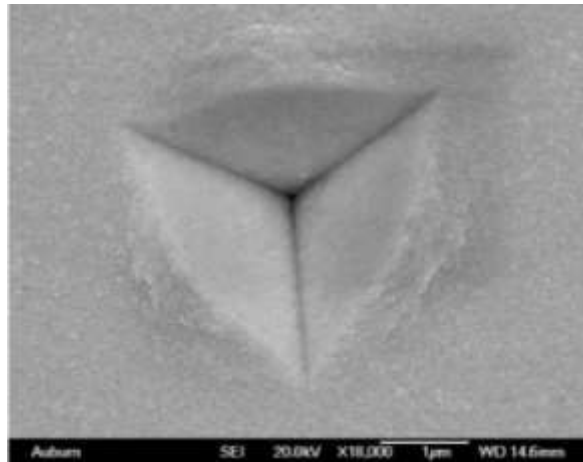


Figura 12 Micrografía de un microscopio electrónico de barrido de una impresión en una película delgada de Au a 18000x [26].

Debido a que las indentaciones son sensibles a la profundidad, para poder realizar la medición, el sistema de medición de la penetración necesita ser referenciada a la superficie del espécimen, y esto es usualmente realizado acercando el indentador en contacto con la superficie con una pequeña fuerza de contacto inicial la cual resulta en una inevitable penetración inicial del indentador en la superficie la cual debe ser incluida en el análisis. Así, algunas otras correcciones pueden ser requeridas para obtener datos más confiables [13,14].

1.3.2 Mecánica de contacto

La comprensión de la nanoindentación debe de comenzar con el estudio de mecánica de contacto entre cuerpos sólidos.

Contacto Hertziano – Indentador esferoidal

Hertz encontró que el radio de un círculo de contacto a es relacionado con la carga del indentador P , el radio del indentador R , y las propiedades elásticas de los materiales en contacto [14].

$$a^3 = \frac{3PR}{4E^*} \quad \text{Ecuación 4}$$

En donde E^* es la combinación del módulo elástico del indentador y el espécimen expresado por la siguiente ecuación [14]

$$\frac{1}{E^*} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu'^2)}{E'} \quad \text{Ecuación 5}$$

y R es la combinación del radio del indentador y la del espécimen (donde para un espécimen plano, $R_1 \rightarrow \infty$) [14]

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \quad \text{Ecuación 6}$$

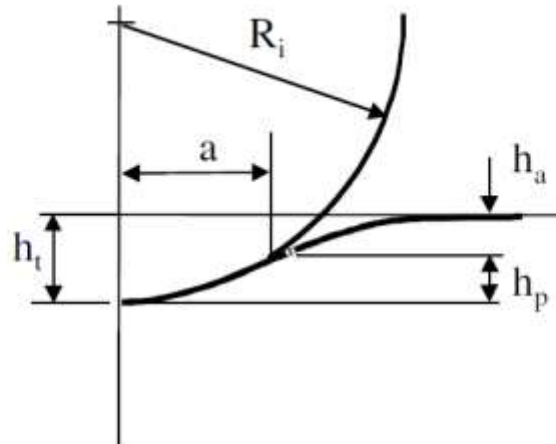


Figura 13 Esquema del contacto entre un indentador rígido y un espécimen plano con módulo E . El radio del círculo de contacto es a , y la penetración total es h_t . h_a es la penetración del círculo de contacto de la superficie libre del espécimen, y h_p es la distancia desde el fondo de contacto hasta el círculo de contacto [14]

Otra relación importante surge de estas ecuaciones en el perfil de la superficie deformada en donde para un indentador esférico rígido, la profundidad de la superficie es una función de la distancia desde el eje de simetría r y es dado por

$$h = \frac{1}{E^*} \frac{3}{2} \frac{P}{4a} \left(2 - \frac{r^2}{a^2} \right) \quad r \leq a \quad \text{Ecuación 7}$$

En donde a es el radio de la impresión y α es el ángulo combinado de uno de los conos y los lados de la impresión residual. De las dos ecuaciones anteriores se obtiene la distancia de aproximación mutua entre el indentador y la muestra (lo cual es igual a la profundidad total para un indentador rígido) cuando $r = 0$.

$$\delta^3 = \left(\frac{3}{4E^*} \right)^2 \quad \text{Ecuación 8}$$

y por lo tanto

$$\delta = h = \frac{a^2}{R} \quad \text{Ecuación 9}$$

Expresado en términos de la profundidad h , la carga es:

$$P = \frac{4}{3} E^* R^{1/2} h^{3/2} \quad \text{Ecuación 10}$$

1.3.3 Tipos de indentador

Los indentadores para los ensayos de nanoindentación por lo regular están hechos de diamante los cuales se les ha dado forma y han sinterizado en una base de acero inoxidable. En los ensayos de indentación, los tipos más comunes de indentador son los esféricos, en donde la ecuación de Hertz se aplica directamente, o indentadores piramidales. Los tipos más comunes de indentadores piramidales son el Vickers de cuatro lados o el indentador Berkovich de tres lados. Estos indentadores pueden emplearse en aire hasta una temperatura aproximada de 700 °C [13].

- **Esférico**

El indentador esférico permite una fácil transición del contacto elástico al elástico-plástico, su uso es muy conveniente en las mediciones de materiales suaves y para recrear el daño por contacto en condiciones de servicio en el material. Este tipo de indentador tiene una forma cónica con punto esferoidal para su fácil montaje. Solo la punta de éste es utilizada para penetrar la superficie del espécimen. Por lo regular, el radio del indentador esférico es menor a 1 micra [13].



Figura 14 Punta de un indentador cónico-esferoidal utilizado para indentación y ensayos de rayado.

- **Cónico**

La relación entre la carga y el radio de contacto es expresado en términos del medio ángulo del indentador cónico como [14]

$$P = \frac{\pi a}{2} E^* a \cot \alpha \quad \text{Ecuación 11}$$

En donde **P** es la carga aplicada, **E*** es la combinación del módulo elástico del indentador, **a** es el radio de la impresión y α es el ángulo combinado de uno de los conos y los lados de la impresión residual. El desplazamiento de la superficie libre del espécimen bajo el indentador está dado por

$$h = \left(\frac{\pi}{2} - \frac{r}{a}\right) a \cot \alpha \quad r \leq a$$

Ecuación 12

en donde α es el semiángulo del cono como se muestra en la Figura 15. La cantidad $a \cot \alpha$ es la profundidad de penetración h_p medida al círculo de contacto [13,14].

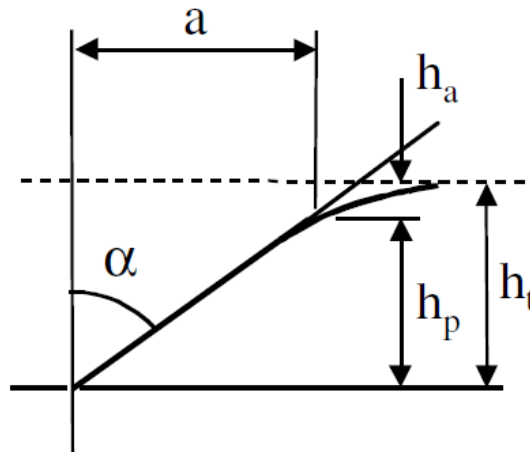


Figura 15 Esquema de la penetración realizada por un indentador cónico [14]

- **De esquina cúbica**

Este tipo de indentador está diseñado para proveer una mayor cantidad de deformación para la determinación de la fractura por dureza de las grietas inducidas. Es muy frágil y fácilmente rompible [13].

Este tipo de indentador es similar al indentador Berkovich pero tiene semiángulos en las caras de 35.26° [13].

- **Vickers**

El indentador Vickers una pirámide base cuadrada de diamante con un ángulo base de 136° [13].

- **Knoop**

El indentador Knoop es un indentador de pirámide de cuatro caras con dos diferentes semiángulos. Las mediciones de diagonales de diferentes longitudes en la impresión residual son de mucha ayuda para investigar la anisotropía en la superficie del espécimen. Este tipo de indentador fue originalmente desarrollado para permitir el ensayo en materiales muy duros en donde una línea diagonal más larga pudiera ser fácilmente medida en comparación con las pequeñas penetraciones formadas por la impresión residual [13].

- **Berkovich**

El indentador Berkovich es generalmente utilizado en estudios de indentaciones a pequeña escala y tiene la ventaja que las orillas de la pirámide están más fácilmente construidas para unirse en un solo punto. El radio de la punta para un típico indentador Berkovich ≈ 150 nm cuando es nuevo, después de 12 meses de uso es de ≈ 250 nm [13].

Tabla 2 Áreas proyectadas, correcciones interceptadas y factores de corrección geométrica para los diferentes tipos de indentadores. Los semiángulos dados para los indentadores piramidales son los ángulos de las caras con el eje central del indentador [13]

Tipo de indentador	Área proyectada	Semiángulo, θ	Ángulo del cono efectivo, α	Factor de intercepción	Factor de corrección geométrica, β
Esférico	$A = \pi 2R h_p$	N/A	N/A	0.75	1
Berkovich	$A = \sqrt[3]{3} h_p^2 \tan^2 \theta$	65.3°	70.2996°	0.75	1.034
Vickers	$A = 4 h_p^2 \tan^2 \theta$	68°	70.32°	0.75	1.012
Knoop	$A = 2 h_p^2 \tan \theta_1 \tan \theta_2$	$\theta_1 = 86.25^\circ$ $\theta_2 = 65^\circ$	77.64°	0.75	1.012
De esquina cúbica	$A = \sqrt[3]{3} h_p^2 \tan^2 \theta$	35.26°	42.28°	0.75	1.034
Cónico	$A = \pi h_p^2 \tan^2 \alpha$	α	α	0.72	1

1.3.4 Curva carga-desplazamiento

En un ensayo típico de nanoindentación, la carga y el desplazamiento de la penetración son monitoreados y registrados conforme la carga es aplicada desde cero hasta la carga máxima y de ahí, de regreso a cero. Ambos, la carga y el desplazamiento son registrados en una curva carga-desplazamiento [13].

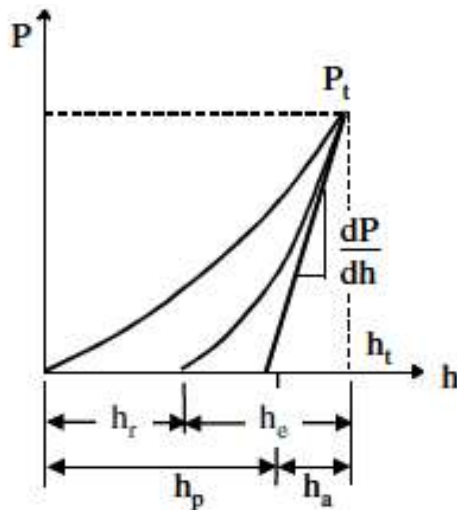


Figura 16 Curva carga-desplazamiento, carga y descarga, de un ensayo de nanoindentación con carga máxima, P_t , y penetración bajo la superficie libre del espécimen h_r . La penetración del círculo de contacto h_p y la pendiente de la descarga elástica dP/dh permiten calcular el módulo y la dureza. h_r es la penetración de la impresión residual, y h_e , es el desplazamiento asociado con la recuperación elástica durante la descarga [14]



Figura 17 Diferentes componentes presentes en un ensayo de nanoindentación [14]

Los ensayos de nanoindentación son realizados en una gran variedad de sustancias, desde polímeros suaves hasta películas delgadas de carbono. La forma de la curva carga-desplazamiento proporciona, no solamente los medios para calcular el módulo elástico y la dureza del material, sino también permite la identificación de eventos no lineales como las transformaciones de fase, agrietamiento y de laminación de películas [13].

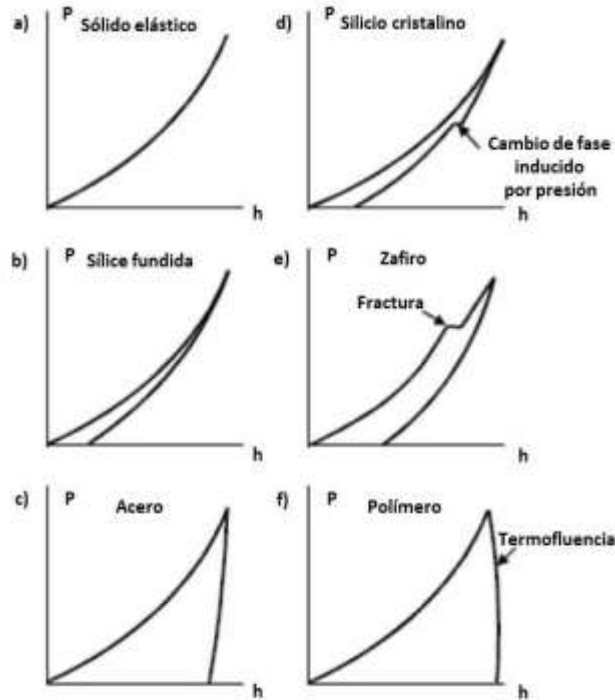


Figura 18 Ejemplos esquemáticos de las curvas de carga-desplazamiento para diferentes respuestas de los materiales y propiedades. a) Un sólido elástico, b) un sólido frágil, c) un sólido dúctil, d) un sólido cristalino, e) un sólido frágil que fracturó durante la descarga, y f) un polímero que exhibe termofluencia [13]

Método Oliver-Pharr

El método más utilizado para la interpretación de un ensayo de nanoindentación es el propuesto por Oliver y Pharr, utilizando la relación [20]

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S_u}{\sqrt{A(h_{cm})}} \quad \text{Ecuación 13}$$

De acuerdo con Oliver y Pharr, $A(h_{cm})$ puede ser estimado directamente de la curva de descarga. Sin embargo, la validez de esta estimación a veces no es lo suficientemente buena, especialmente cuando la indentación exhibe apilamiento.

El método Oliver-Pharr utiliza la pendiente de la tangente a los datos de descarga a carga máxima en conjunto con la derivada de las ecuaciones elásticas de contacto para un indentador cónico equivalente para determinar la penetración del círculo de contacto.

De acuerdo con este método, el módulo elástico es dado por

$$E^* = \frac{dP}{dh} \frac{1}{2} \frac{\sqrt{\pi}}{\sqrt{A}} \quad \text{Ecuación 14}$$

y la dureza es calculada por

$$H = \frac{P}{A} \quad \text{Ecuación 15}$$

Método Field-Swain

El método propuesto por Field y Swain utiliza los datos de la descarga directamente con las ecuaciones elásticas de contacto para indentadores esféricos, sin embargo este método puede ser utilizado también con otro tipo de indentadores.

Método de energía

Este es un método que se está popularizando para determinar la dureza por medio de nanoindentaciones considerándolas energías involucradas en los procesos de carga y descarga.

Método dinámico

En este método, las medidas del módulo elástico y de dureza involucran la medición de la rigidez de contacto, dP/dh , en el punto de carga.

1.3.4.1 Factores que pueden afectar el análisis de información

- *Ruido térmico o Termal drift*

Existen dos tipos de comportamientos de deslizamiento que pueden ser observados en los ensayos de indentación. El primero es termofluencia en el material como resultado del flujo plástico. Esta puede manifestarse más claramente cuando la carga se mantiene constante y la penetración incrementa debido a que el indentador se hunde en el material. Otra razón para observar un cambio en la penetración con carga constante es el cambio en las dimensiones

de los componentes del debido a la expansión térmica o contracción. Este cambio en la penetración puede ser confundido como un error de termofluencia.

Para corregir la termofluencia, algunos instrumentos de nanoindentación permiten un tiempo de espera en puntos de la serie que se acumulan en la carga máxima o al final de la descarga desde la carga máxima.

- Tamaño de la indentación

El efecto del tamaño de la indentación conduce a una incertidumbre en los valores de la sensibilidad a la velocidad de deformación (strain rate sensitivity, SRS) medidos por la termofluencia de la indentación como consecuencia de la interacción entre el ablandamiento debido a la termofluencia y el ablandamiento debido al efecto del tamaño de la indentación mientras el material fluye y el tamaño de la impresión incrementa.

- Apilamiento

Las ecuaciones de contacto asumen que el círculo de contacto es por debajo de la superficie del espécimen (la superficie se hunde). Dependiendo del radio de E/H del espécimen, en lugar de *hundirse*, el material puede ser empujado hacia arriba y ser apilado alrededor de las orillas de la indentación. Cuando esto sucede, una mayor cantidad del material está apoyando la carga del indentador de lo que se asume por las ecuaciones de contacto. Como resultado, el espécimen aparenta (del punto de vista de las ecuaciones) más rígido (un mayor módulo elástico) y más duro de lo que realmente es. La mejor manera para evitar este efecto es medir el área de contacto utilizando microscopía de fuerza atómica o con microscopía electrónica de barrido [13,14].

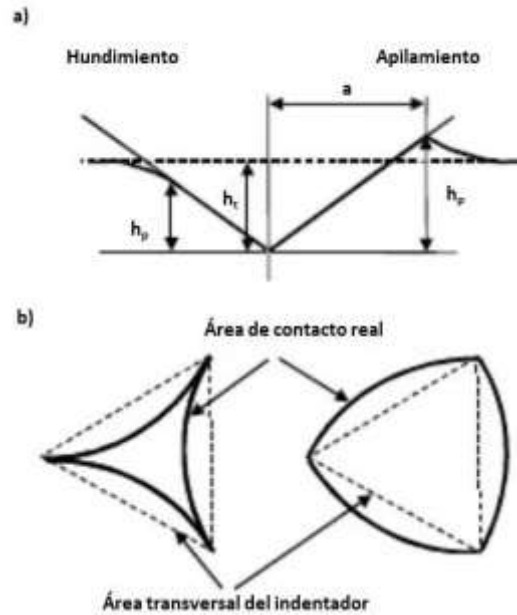


Figura 19 Efecto de *apilamiento* y el *hundimiento* en la área de contacto real para penetraciones con la misma profundidad h_c . a) Vista transversal; b) vista plana. Para una profundidad de penetración dada h_c , el área de contacto real puede ser substancialmente distinta para diferentes materiales y para el área transversal del indizador y de la penetración plástica esperada h_p si no existiera el *apilamiento* o el *hundimiento*.

1.4 Uso de microscopía confocal para el análisis de nanoindentaciones

La técnica de microscopía confocal es una tecnología que permite observaciones a una mayor resolución, contraste y nitidez que la que se puede lograr con microscopía óptica convencional, esto ha permitido avances significativos en diversas ciencias (biología, medicina, materiales, etc). El principio de la microscopia confocal se basa en que el láser aplicado a una longitud de onda determinada en la muestra hace que moléculas excitadas de la misma emitan fluorescencia (autofluorescencia o fluorescencia asociada a fluorocromos artificiales) a una longitud de onda superior a la aplicada, y además elimina la luz reflejada o fluorescente procedente de los planos fuera de foco. Para ello se ilumina una pequeña zona de la muestra y se toma el haz luminoso que proviene del plano focal, eliminándose los haces procedentes de los planos

inferiores y superiores. Emplea un sistema láser que aplica el haz de luz en forma de barrido, en una pequeña parte del espécimen y penetra la muestra, con lo cual se logran imágenes en diferentes planos focales que permiten el análisis tridimensional de las estructuras analizadas. Algunas ventajas generales de la microscopía confocal son la alta sensibilidad en la observación, una mayor resolución comparada con la microscopía óptica y la capacidad de obtener imágenes tridimensionales [19].

2 Desarrollo experimental

Se maquinaron las muestras necesarias para realizar la unión por laminación acumulada. Una vez obtenidas las muestras procesadas por deformación plástica severa se caracterizaron las muestras utilizando microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y ensayos de dureza Vickers.

Las pruebas de nanoindentación se realizaron en dos etapas. La primera se realizó con el objetivo de familiararse con la técnica de nanoindentación, y se realizaron en un nanoindentador CSM, estos resultados se muestran en la sección de anexos de esta investigación. La segunda, se realizó en un nanoindentador Hysitron Triboindenter en las instalaciones de la University of Southern California. Ambas condiciones de los ensayos de nanoindentación fueron realizados con variables distintas de preparación de las muestras, condiciones de la carga, velocidad de carga y número de nanoindentaciones realizadas.

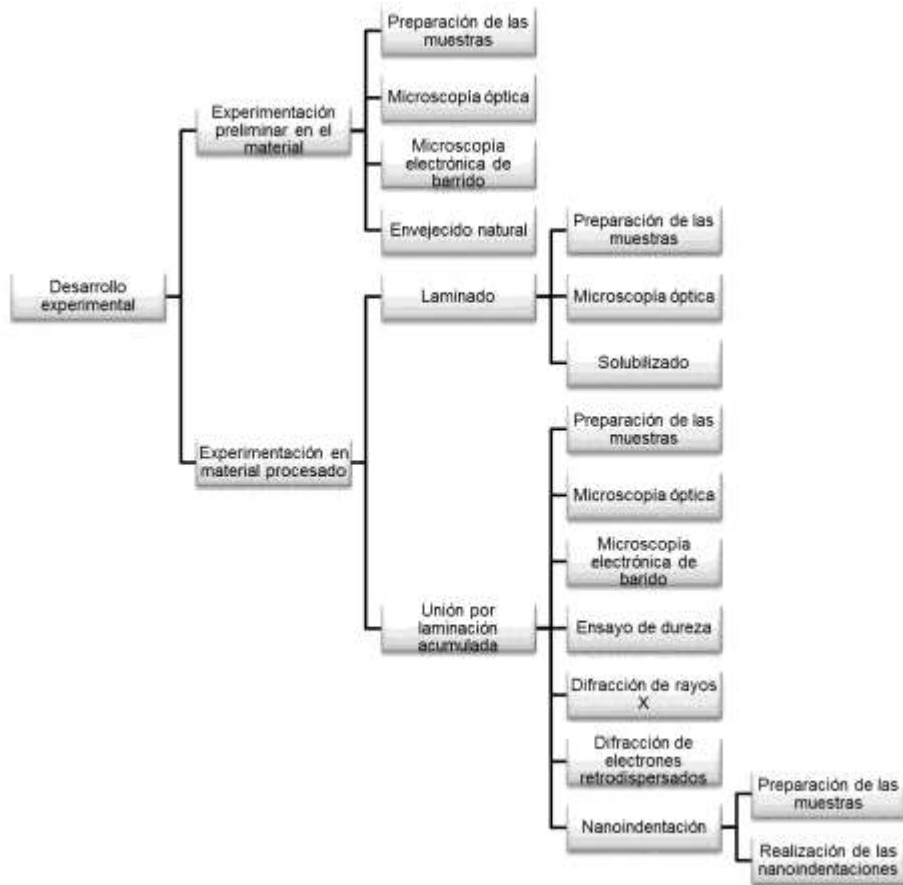


Figura 20 Diagrama del proceso de experimentación para esta investigación.

1.3 Experimentación preliminar

El material analizado fue la aleación de aluminio 2024 en condición T-851, este fue proporcionado en forma de barras redondas de 2.54 cm de diámetro. La composición química de la aleación de muestra en la Tabla 3.

Tabla 3 Composición nominal de la aleación de aluminio 2024.

Elemento	Mn	Si	Cr	Cu	Zn	Fe	Mg	Ti	Al
%	.750	.090	.020	4.600	.100	.160	1.400	.020	Restante

Se seleccionó una muestra de la barra de aluminio para prepararse metalográficamente. Se utilizó el reactivo de Keller (2.5 ml HNO₃, 1.5 ml HCl, 1 ml HF, 95 ml H₂O destilada) usando el método de inmersión durante un tiempo de entre 10 y 30 segundos para revelar la microestructura. Las observaciones se realizaron en un microscopio óptico Nikon EPHIPHOT con el software Clemex Vision.

La composición química de las partículas presentes se determinó mediante espectroscopía de energía dispersiva (EDS, por sus siglas en inglés), se utilizó un microscopio FEI Nova NanoSEM 200.

Los ensayos de microdureza Vickers se realizaron en la sección longitudinal y transversal de la muestra, para esto se utilizó un microdurometro SHIMADZU HVM-2.

La aleación de aluminio 2024 presenta un fenómeno de envejecido natural en el cual la mayor parte del endurecimiento, se produce en las primeras 24 horas y en general, las propiedades mecánicas se vuelven estables después de cuatro días [17]. Para determinar el tiempo adecuado para procesar el material, se realizaron pruebas para conocer el desarrollo del envejecido natural en esta aleación.

Se tomaron 7 muestras de la aleación de un espesor de 1 cm y se pulió una de las superficies hasta acabado espejo para obtener una superficie lo más uniforme posible. Estas muestras se solubilizaron en una mufla a una temperatura de 495 °C durante 1 hora y después se enfriaron en agua a temperatura ambiente. Una vez terminado el tiempo de solubilizado se realizaron ensayos de microdureza Vickers a 0, 1, 3, 5, 9 y 100 horas después de haber finalizado el solubilizado. Se realizaron 15 indentaciones en cada muestra de las cuales se obtuvo un promedio para los resultados de dureza. Las indentaciones se realizaron con una carga de 200 g y con un tiempo de espera de 15 s. Se tuvo especial cuidado en la distancia entre las indentaciones y en que las lecturas de dureza fueran representativas de toda la superficie de la muestra.

1.4 Experimentación

1.4.1 Laminación

La barra redonda de la aleación fue maquinada a barras rectangulares de 1 cm de espesor, 2 cm de ancho, y 5 cm de largo para después ser laminada. Se utilizó un molino de laminación de dos rodillos móviles con un diámetro de 6 pulgadas y una velocidad de 9.144 m/min. La reducción en el espesor del material se realizó en siete pasos con una reducción de 20 a 40% en cada pase. El espesor final del material fue de 0.85 mm con una deformación total de 91.5%. Este proceso se realizó a una temperatura de 325 °C.

La microestructura altamente deformada del proceso de laminación se sometió a un proceso de solubilizado para obtener las condiciones óptimas para la unión por laminación acumulada. Se realizaron varios tratamientos de solubilizado (Tabla 4) para determinar las mejores condiciones, estas se tomaron de un rango de temperaturas utilizado en la literatura [15,17]. El solubilizado se realizó por 6 horas a una temperatura de 500 °C.

Tabla 4 Condiciones de solubilizados utilizados para determinar las mejores condiciones para solubilizar las muestras laminadas.

Diferentes condiciones de solubilizado intentados.

Tiempo (h)	Temperatura (°C)
0.5	485
2	490
2	530
4	500
5	500
6	500
12	500

1.4.2 Unión por laminación acumulada

Las láminas de la aleación de aluminio 2024 de 0.85 mm de espesor, 2 cm de ancho y 5 cm de largo fueron limpiadas con acetona para retirar restos de grasa y suciedad, después las superficies fueron cepilladas a mano con cepillo de alambre de acero para eliminar los óxidos durante la laminación. Para la unión por laminación acumulada, dos láminas fueron posicionadas una arriba de la otra y sujetadas con alambre de los extremos para evitar movimientos al momento de pasar por los rodillos. La temperatura de calentamiento fue 500 °C por ser la temperatura de forjado [32] de esta aleación.

Las láminas unidas fueron calentadas en una mufla y luego introducidas en el molino de laminación para después ser enfriadas inmediatamente en agua a temperatura ambiente. En cada pase, las láminas sufrieron una reducción de espesor del 50%. Para repetir el procedimiento, la lámina resultante fue cortada por la mitad, limpiada con acetona, cepillada y apilada a su espesor original para realizar el proceso nuevamente, el esquema del procedimiento se muestra en la Figura 9. Se obtuvieron muestras a 1 pase, 3 pases y 5 pases de ARB, estas presentan una cantidad de interfaces de $2^n - 1$, siendo n la cantidad de veces que paso por los rodillos [2]. El proceso de unión por laminación acumulada fue realizado a una temperatura por debajo de la temperatura de recristalización para mejorar la adherencia, eliminar los esfuerzos acumulados y evitar el crecimiento de grano.

- **Preparación de las muestras para la caracterización**

Debido a las dimensiones de las muestras y del área de interés a analizar, estas fueron seleccionadas y montadas en baquelita para poder analizar el plano

transversal (plano RD-ND) de la muestra en donde se encuentran las capas unidas mediante ARB.

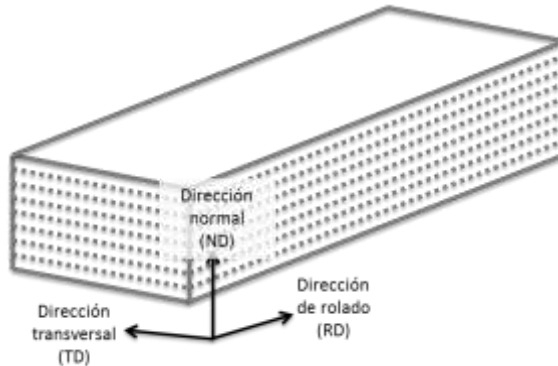


Figura 21 Esquema de las muestras obtenidas después de ARB.

- **Microscopía óptica**

Las muestras fueron montadas en baquelita para su fácil manejo durante la preparación, esta fue realizada inicialmente en pulidora manual rotatoria y después fueron pulidas hasta obtener un acabado espejo con un paño con alúmina de $0.3\ \mu\text{m}$. Se utilizó el reactivo de Keller (2.5 ml HNO_3 , 1.5 ml HCl , 1 ml HF , 95 ml H_2O destilada) por medio de inmersión durante un tiempo de entre 10 y 30 segundos para revelar su microestructura y fueron observadas en un microscopio Nikon EPHIPHOT con el software Clemex Vision.

- **Microscopía electrónica de barrido**

El análisis de microscopía electrónica de barrido se realizó para observar la distribución de los precipitados presentes en la aleación y observar la unión entre las interfaces de la muestra. Así como para determinar la composición

química de las partículas presentes mediante espectroscopía de energía dispersiva (EDS, por sus siglas en inglés), para esto se utilizó un microscopio FEI Nova NanoSEM 200.

- **Ensayo de microdureza**

Los ensayos de microdureza se realizaron en un microdurometro SHIMADZU HMV-2 con un indentador de pirámide de diamante Vickers. Los ensayos se hicieron con una carga de 200 gr con un tiempo de 15 segundos de espera. Las indentaciones se hicieron teniendo cuidado de que cada huella estuviera a una distancia del triple del largo de la diagonal de la huella. En estas condiciones se realizaron todas las indentaciones para obtener los datos de dureza.

- **Difracción de electrones retrodispersados**

Las muestras montadas en resina epóxica fría fueron preparadas y pulidas con sílica coloidal en una pulidora manual y el acabado final se realizó en una pulidora vibratoria VibroMet 2 de Buehler con sílica coloidal durante un tiempo aproximado de 3.5 horas para obtener una superficie óptima para el análisis. El montaje de la muestra se realizó como se observa en la Figura 22. El desmonte de las muestras de la resina epóxica se realizó por medio del desprendimiento manual de los bordes de la muestra con la ayuda de acetona para la disolución de la resina, teniendo especial cuidado en preservar la superficie.

La superficie analizada para la difracción de electrones retrodispersados fue el plano de rolado (RD) como se puede observar en la Figura 21. Esto por ser el área más grande y de más fácil manejo.

- **Nanoindentación**

Para la preparación de las muestras para las pruebas de nanoindentación se llevó a cabo un corte de un centímetro cuadrado del plano transversal de la muestra. Esta sección fue montada en resina epóxica en frío, para después ser pulida cuidadosamente hasta obtener un acabado espejo (Figura 22). Estas condiciones permitieron que la muestra conservara el 75% de espesor para poder ser analizada y que su espesor siempre se mantuviera uniforme a través de la muestra. Una vez que se obtuvieron el acabado espejo con ayuda del pulido manual, se colocó la muestra en una pulidora vibratoria VibroMet 2 de Buehler con sílica coloidal aproximadamente un tiempo de 3.5 horas, para así obtener una superficie lo más uniforme posible para los ensayos de nanoindentación. Una vez completado el pulido con sílica coloidal, se desmontaron las muestras de la resina epóxica por medio del desprendimiento manual de los bordes de la muestra con la ayuda de acetona para la disolución de la resina. Se tuvo especial cuidado en preservar la superficie. Para la colocación de la muestra en el nanoindentador fue necesario montar la muestra con la capa más delgada posible de pegamento instantáneo a un disco de acero para colocar muestras en un microscopio de fuerza atómica, como se observa en el esquema de la Figura 23.

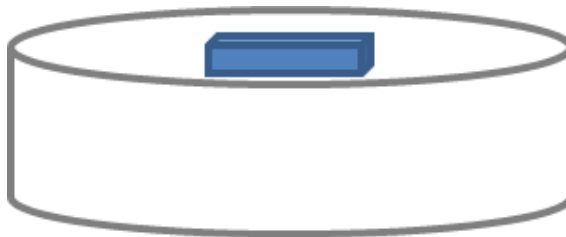


Figura 22 Esquema de la muestra (región azul) colocada en la resina epóxica fría (región blanca) para la preparación superficial de la muestra.

Las pruebas de nanoindentación fueron realizadas en un Hysitron Triboindenter TI950 con un indentador de diamante Berkovich, con una carga máxima de 7500 μN a velocidades de carga y descarga de 500, 1000, 5000 y 10000 $\mu\text{N/s}$ para las tres muestras de 1, 3 y 5 pases de unión por laminación acumulada.



Figura 23 Esquema de la muestra (región azul) colocada en el disco de acero (región gris) para los ensayos de nanoindentación.

Las nanoindentaciones se realizaron en un patrón cuadrado de 6 x 6 con una separación de 50 μm entre cada una. Por lo tanto se realizaron 36 nanoindentaciones para cada carga en cada muestra, Figura 24.

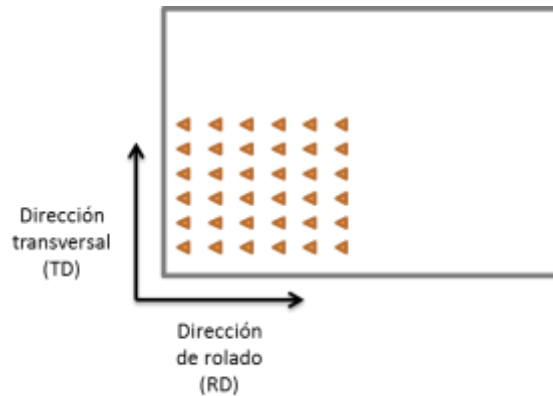


Figura 24 Esquema del patrón utilizado para cada carga en cada muestra.

2 Análisis de resultados y discusión

2.1 Resultados preliminares en condición inicial

El material se recibió en condición T851, se analizó la microestructura mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido, para determinar características microestructurales como tamaño de grano y distribución de precipitados, se realizaron ensayos de microdureza. Además también se analizó el envejecido natural para la aleación.

Microdureza

La microdureza promedio del material en su sección transversal fue de 164.416 Hv y en su sección longitudinal fue de 165.384 Hv. Estos resultados se obtuvieron 15 indentaciones distribuidas a lo largo de la muestra.

Microscopía óptica

En la microestructura que se muestra en la Figura 25a se puede observar una estructura preferencial en la dirección de extrusión. Partículas de gran tamaño se pueden observar en color oscuro en una matriz de color claro.

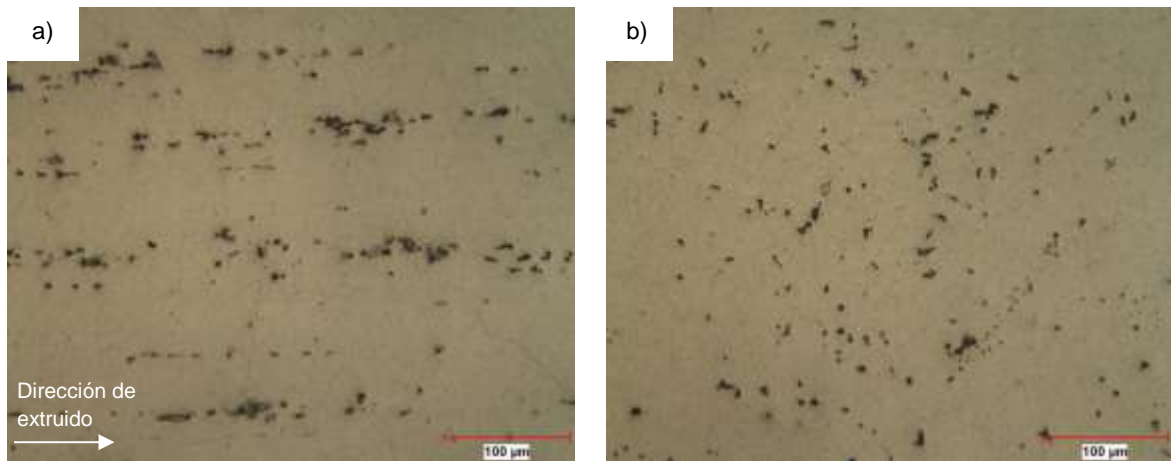


Figura 25 Microestructura a) longitudinal y b) transversal de la aleación de aluminio 2024 en condición T-851.

Microscopía electrónica de barrido

En las imágenes de SEM de la Figura 26 se observa una distribución uniforme de los precipitados de cobre y magnesio en una matriz de aluminio, precipitados característicos de esta aleación. Esto se confirmó con el uso de la espectroscopia de energía dispersiva (energy-dispersive X-ray spectroscopy, EDS).

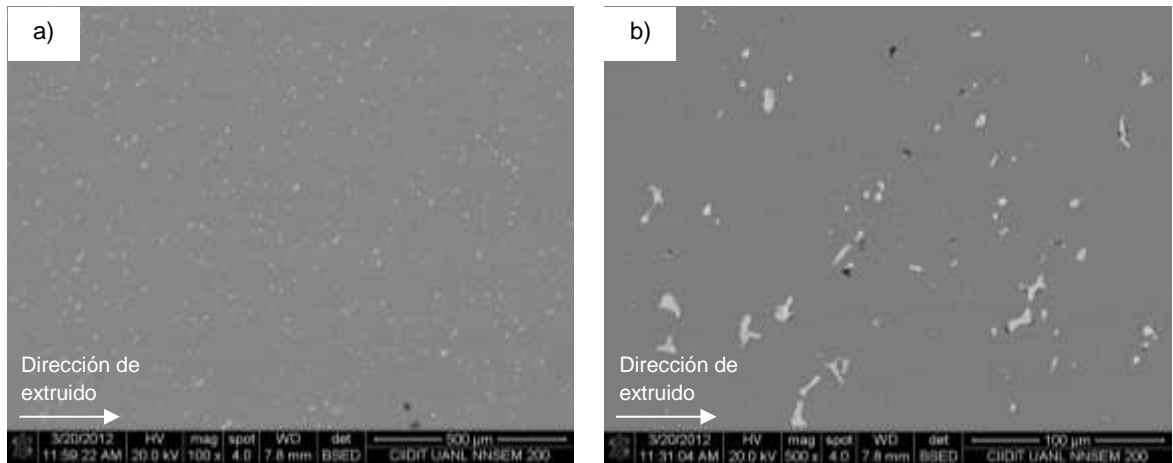


Figura 26 Imágenes de SEM a diferentes magnificaciones en donde se puede ver la distribución de partículas en color gris claro.

Envejecido Natural

La aleación de aluminio 2024 presenta un fenómeno de envejecido natural en el cual una mayor parte del endurecimiento se produce en el lapso de 24 horas y, en general, las propiedades mecánicas se vuelven estables después de cuatro días. [17]

En la Figura 27 se puede observar las durezas que se obtuvieron en función del tiempo. En las primeras nueve horas hubo un gran incremento en la dureza del material, después de ese tiempo el incremento en la dureza fue mínimo por lo que se considera que se estabilizó.

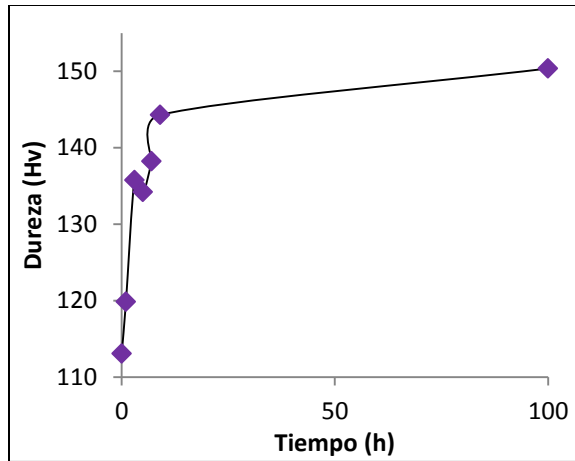


Figura 27 Incremento en la dureza presentado por el envejecido natural con respecto al tiempo.

2.2 Resultados preliminares en condición de laminado

Microscopía óptica

El material una vez laminado presento una dureza de 116.28 Hv en la sección longitudinal y la microestructura laminar puede ser observada en la Figura 28.

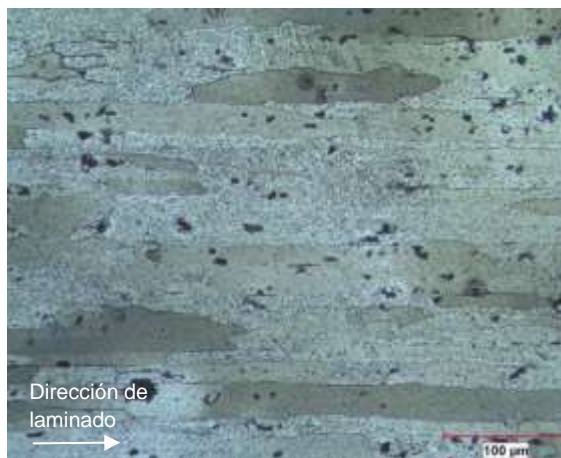


Figura 28 Metalografía de la sección transversal de la lámina.

Solubilizado

En el caso de la aleación 2024 está bien establecido el tratamiento de solubilizado, sin embargo, se realizaron distintos solubilizados con diferentes tiempos y temperaturas para determinar el más apropiado. Para cada solubilizado se realizaron pruebas de microdureza, estas se realizaron inmediatamente después del solubilizado. Los resultados se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5 Resultados de microdureza para cada uno de los tiempos y temperaturas de solubilizado propuestos.

Dureza registrada para los diferentes solubilizados.

Condiciones	Dureza (Hv)
0.5 h - 485 °C	143.14
2 h - 490 °C	188.25
2 h - 530 °C	181
4 h - 500 °C	164.37
5 h - 500 °C	146
6 h - 500 °C	143.12
12 h - 500 °C	149.37

Analizando las metalografías de las diferentes condiciones de solubilizado se observó que la estructura laminar resultante era muy estable (Figura 29). Esto probablemente fue debido a la gran cantidad de deformación a la que fue sometido durante la laminación. En la Figura 29 se puede observar las diferentes microestructuras para ciertas condiciones de solubilizado. Algunas muestras presentaron una gran cantidad de oxidación.

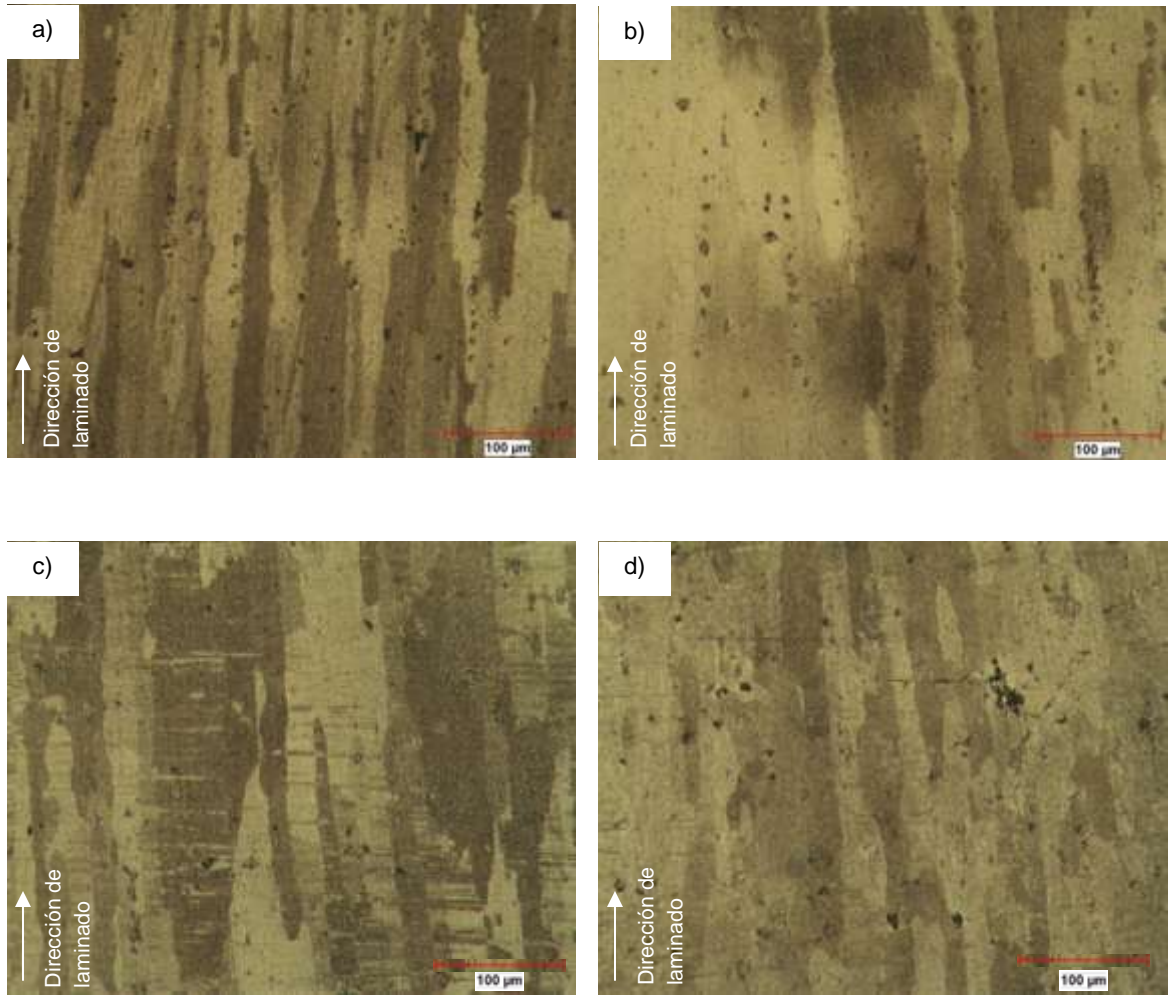


Figura 29 Microestructura resultante de los diferentes solubilizados realizados; a) 30 min - 485 °C, b) 4 horas - 500 °C, c) 5 horas - 500 °C, d) 12 horas - 500 °C.

Se decidió utilizar un solubilizado a 500 °C durante 5 horas ya que en estas condiciones se presentaba una reducción considerable en la dureza.

2.3 Resultados de la unión por laminación acumulada (accumulative roll bonding, ARB)

Una vez realizada la unión por laminación acumulada se realizaron ensayos de microdureza, metalografías, análisis en microscopio electrónico de barrido y ensayos de nanoindentación.

Microdureza

La microdureza promedio que presento para la muestra después de 1 pase por ARB fue de 151.15 Hv, después del pase 3 la dureza fue de 158.25 Hv y para la muestra de 5 pases fue de 150.53 Hv.

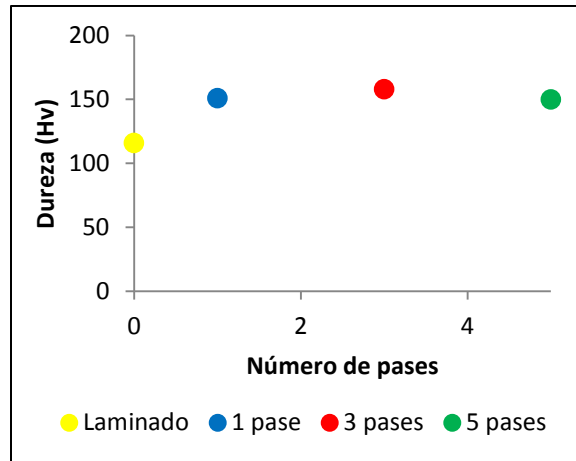


Figura 30 Microdureza presentada para cada muestra con diferente número de pases.

Microscopía óptica

Se puede observar en la Figura 31a y Figura 31b las imágenes de la microestructura de la muestra de 1 pase en donde la interfase de la unión entre las láminas se puede ver claramente. En la Figura 31c correspondiente a la muestra de 3 pases se observan 7 interfases siendo la de en medio la interfase del último pase. Mientras en la Figura 31e de la muestra de 5 pases no se pueden observar sus interfaces bien definidas con el microscopio óptico, se sabe que tiene 24 interfases por la relación de $2^n - 1$ [2] en donde n es el número de pases de laminado. En la Figura 31d y Figura 31f correspondientes a las muestras de 3 y 5 pases respectivamente, se puede observar una microestructura de granos alargados en la dirección del laminado.

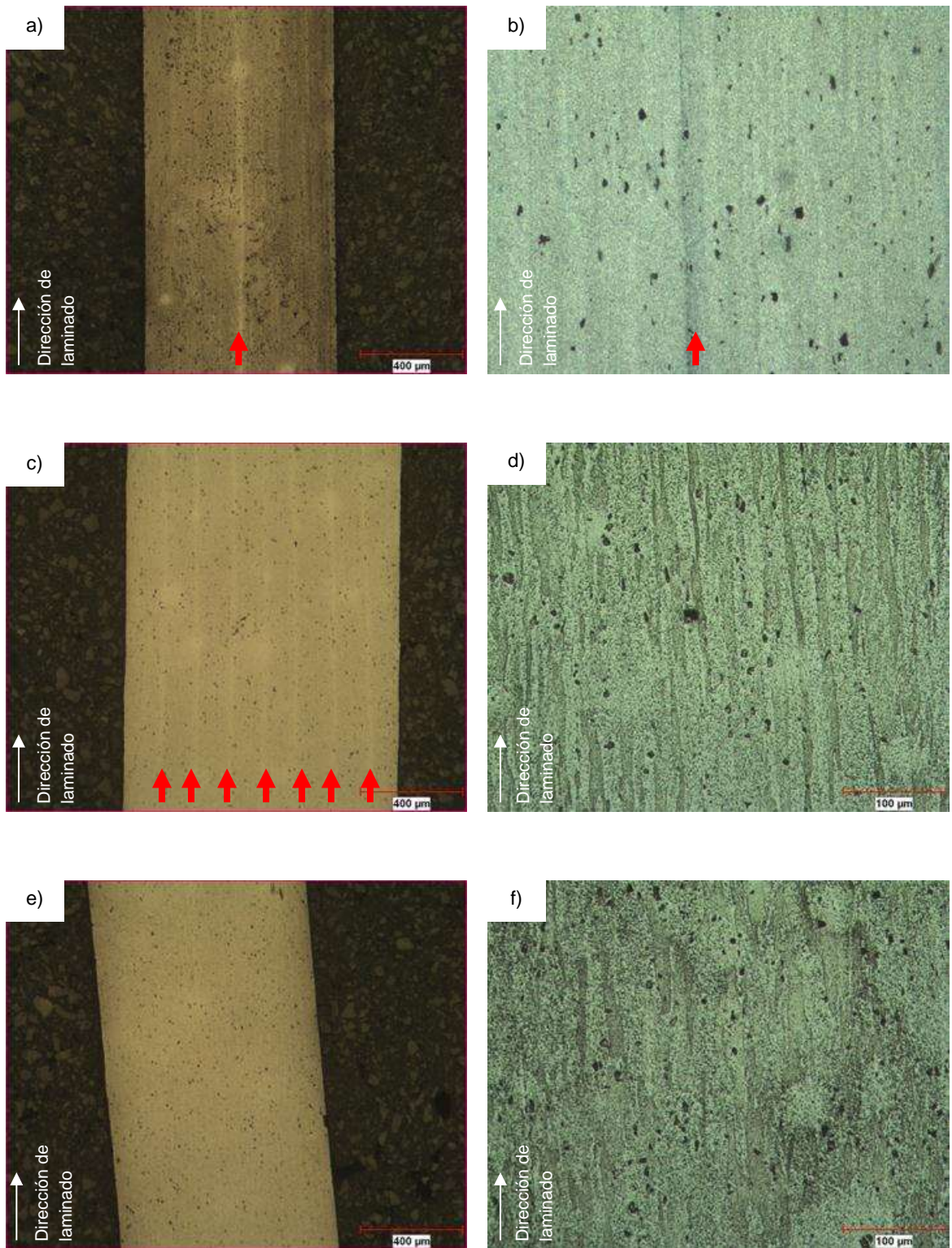
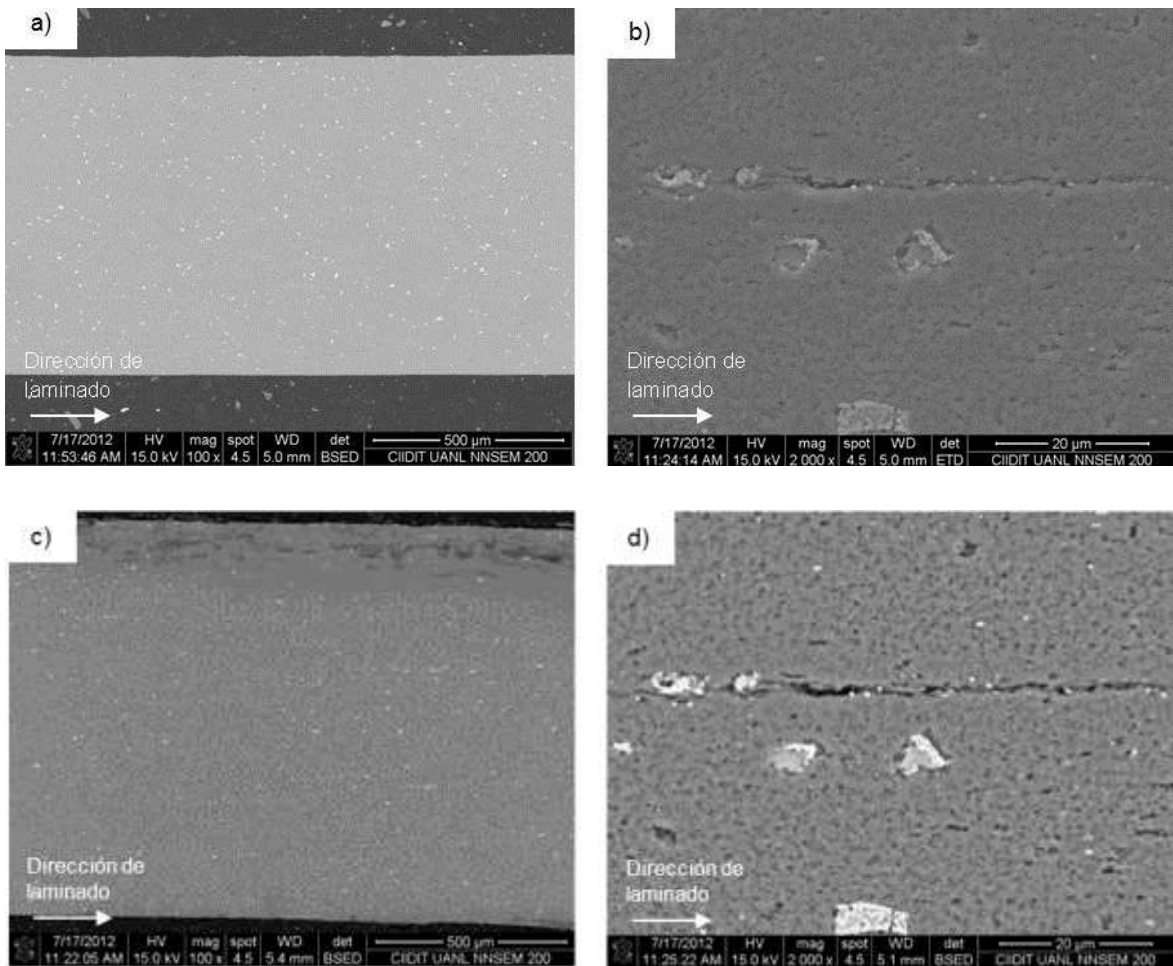


Figura 31 Metalografías de la sección longitudinal en donde se pueden ver las capas formadas por la laminación y la microestructura. A) y b) muestra de un pase; c) y d) muestra de tres pases; e) y f) muestra de cinco pases.

Microscopía electrónica de barrido

Mediante microscopía electrónica de barrido se analizó la distribución de las partículas presentes en el material y las interfases después de la ARB. En las imágenes a, c y e de la Figura 32 se observa la distribución de partículas para las muestras de 1, 3 y 5 pases respectivamente. Mientras en las imágenes b, d y f de la Figura 32 se observan las interfases obtenidas de la unión de las láminas como líneas horizontales de color oscuro. La unión por laminación acumulada se realizó de manera satisfactoria.



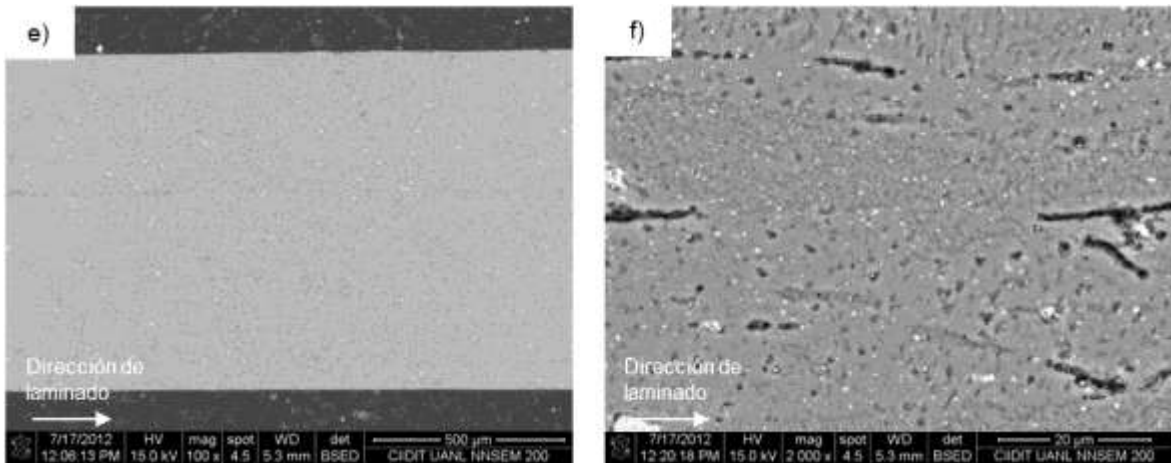


Figura 32 Imágenes del microscopio electrónico de barrido a magnificaciones de 100x y 2000x para las muestras de a) y b) 1 pase; c) y d) 3 pases; y e) y f) 5 pases.

Nanoindentación

En los resultados de nanoindentación las tres muestras presentaron un comportamiento muy similar a la deformación producida por la indentación como se observa en la Figura 33 y Figura 34.

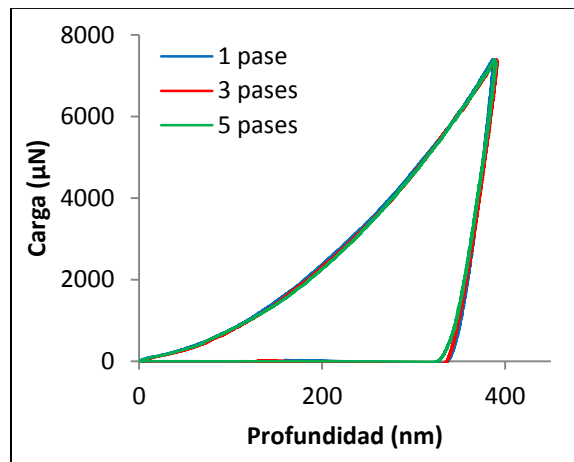


Figura 33 Gráfica carga-desplazamiento de las todas las muestras.

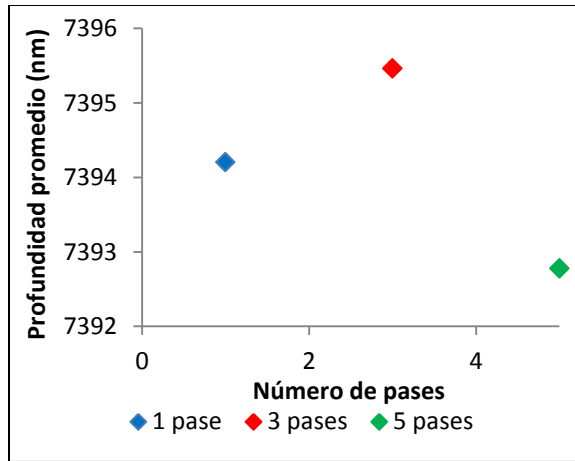
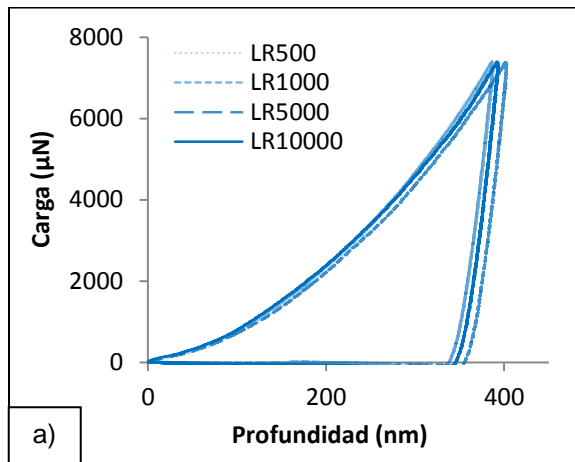


Figura 34 Profundidad promedio presentada por las indentaciones para cada número de pases.

En los ensayos de nanoindentación a diferentes velocidades de deformación se presentó una deformación similar en las muestras de 1 y 5 pases. Mientras en la muestra de 3 pases hubo un mayor desplazamiento del intentador. Estos resultados se obtuvieron a una velocidad de deformación de 5000 $\mu\text{N/s}$.



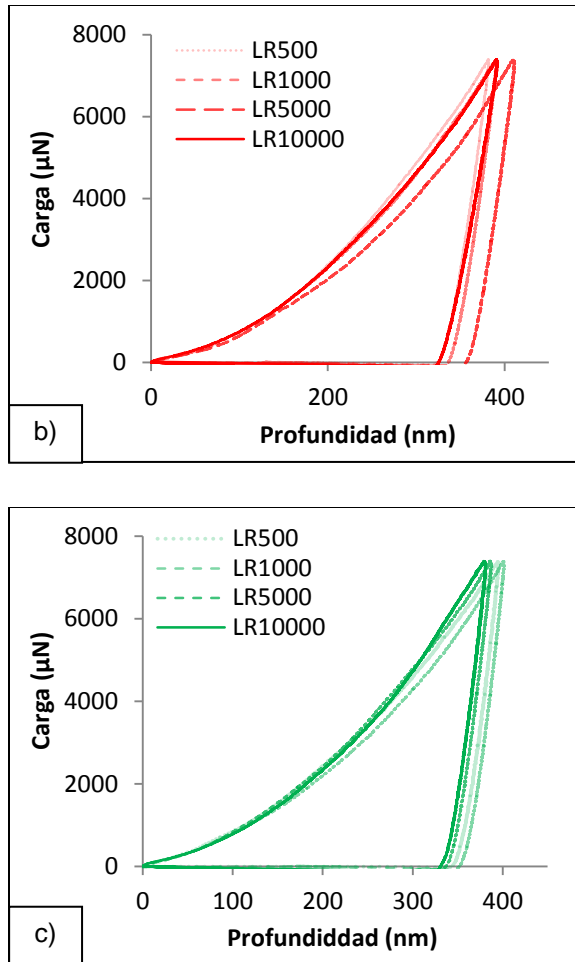


Figura 35 curvas carga-desplazamiento de las diferentes velocidades de deformación utilizadas para las muestras de a) 1 pase, b) 3 pases y c) 5 pases.

Corrección del apilamiento

Debido a que se puede presentar un hundimiento o apilamiento en los alrededores de las indentación y a la deficiencia del método Oliver-Pharr de considerar estos fenómenos al momento de realizar los cálculos de las propiedades mecánicas, se debe realizar y aplicar una corrección en los cálculos de dureza.

Para la corrección de la dureza se utiliza la siguiente fórmula

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A}$$

Ecuación 16

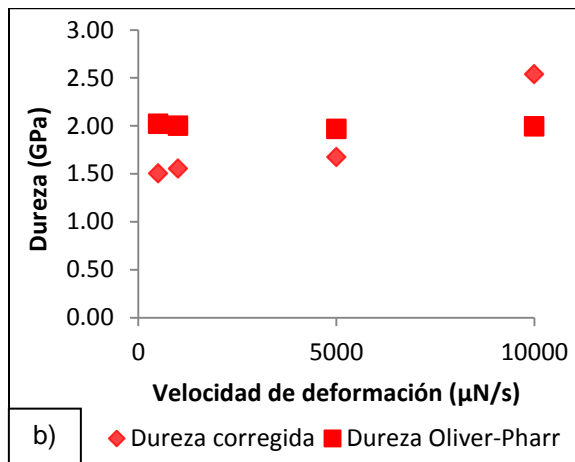
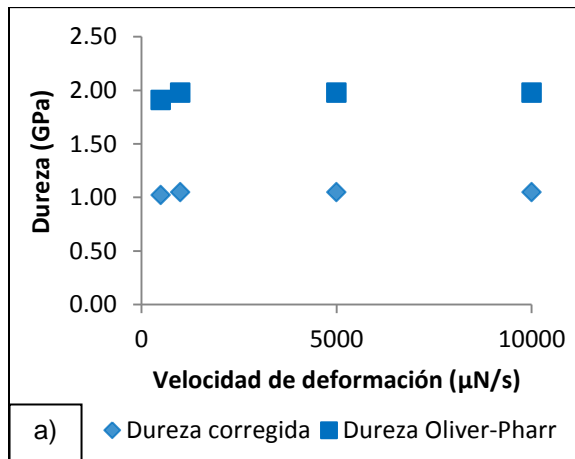
En donde S es la rigidez medida experimentalmente al principio de la descarga en la indentación. E_r es el modulo reducido y A es el área proyectada por el contacto elástico. [22]

De acuerdo a la Ecuación 12

$$A = \frac{S^2 \pi}{E_r^2 4} \quad \text{Ecuación 17}$$

Y la dureza corregida es igual a

$$H = \frac{P}{A} \quad \text{Ecuación 15}$$



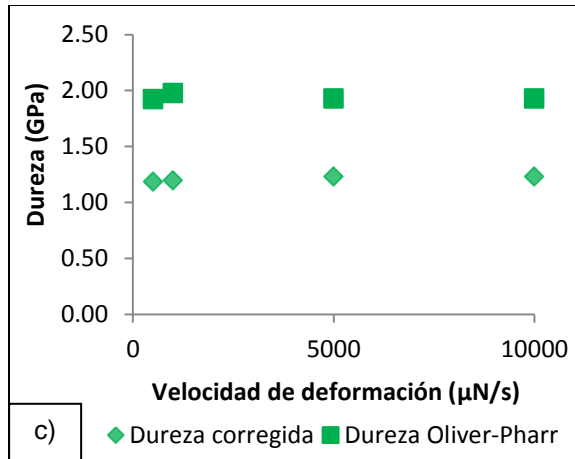


Figura 36 Estas gráficas muestran la dureza obtenida por el método de Oliver-Pharr en comparación con la dureza una vez corregida y considerando el apilamiento sufrido por el material al momento de la nanoindentación. Gráfica a) 1 pase, b) 3 pasas, c) 5 pasas.

Comparando la dureza obtenida de la experimentación y la calculada en la Figura 36, la dureza calculada en la muestra de 1 y 5 pasas es considerablemente menor que la experimental, esto debido a un apilamiento en los bordes de la indentación debido a la deformación plástica. En la muestra de 3 pasas, con el aumento en la velocidad de deformación, disminuyó el apilamiento y a 10000 μN/s se presentó hundimiento.

Sensibilidad a la velocidad de deformación (strain rate sensitivity, SRS)

Usualmente se cita que el deslizamiento de los límites de grano es la causa de una alta sensibilidad a la velocidad de deformación y por lo tanto, del comportamiento superplástico de las aleaciones con un granos equiaxiales de tamaño pequeño [33].

En esta investigación la obtención del exponente de la sensibilidad a la velocidad de deformación, **m**, se realizó de los ensayos de nanoindentación a

diferentes velocidades de deformación. El valor del exponente **m** puede ser deducido por

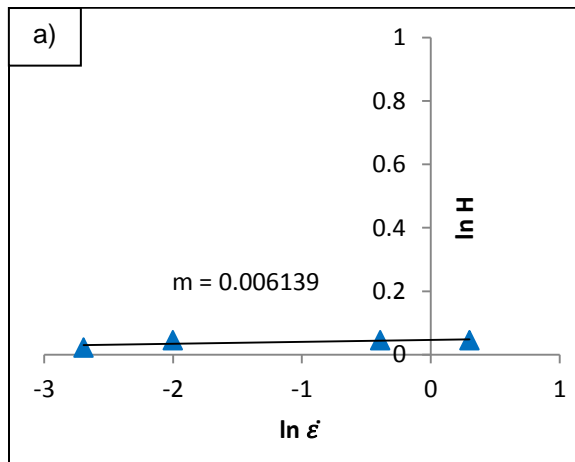
$$m_{\text{nanoindentación}} = \frac{d(\ln H)}{d(\ln \dot{\epsilon}_{\text{indentación}})} \quad \text{Ecuación 18}$$

En donde, **H** es la dureza independiente de la penetración de la indentación y $\dot{\epsilon}$ es el cambio en la velocidad de deformación y es determinado por

$$\dot{\epsilon} = \frac{\dot{h}}{h} \quad \text{Ecuación 19}$$

En donde \dot{h} es la velocidad de a la que ocurre la penetración y **h** es la carga máxima a la cual se realizaron los ensayos de nanoindentación [34].

Haciendo estos cálculos, para 1 pase resultó $m=0.006$, para la muestra de 3 pases es $m=0.145$ y para la muestra de 5 pases es $m=0.013$. El exponente SRS tiene relación con el tamaño de grano, en las aleaciones con estructura cúbica centrada en las caras (face centered cubic, FCC) un mayor valor del exponente indica un tamaño de grano más pequeño [35]. Los valores del exponente SRS apoyan el hecho que la muestra de 3 pases es la que tiene el menor tamaño de grano seguido de la muestra de 1 pase y la muestra de 5 pases tuvo una recristalización durante su procesamiento y cuenta con un tamaño de grano mayor.



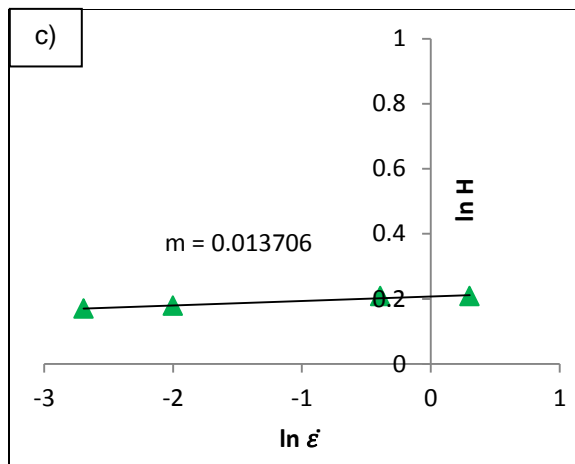
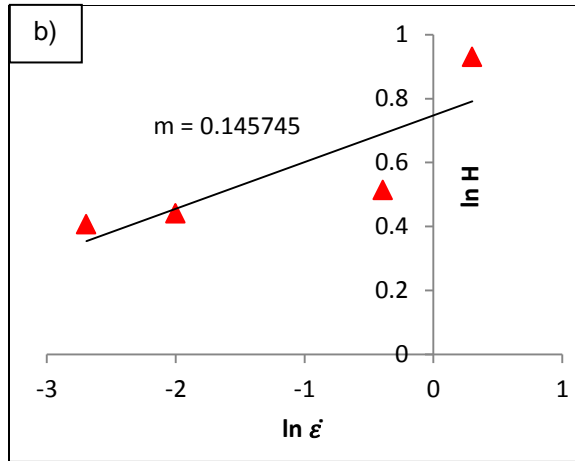


Figura 37 Gráficas en donde la pendiente determina el valor del exponente SRS para las muestras de a) 1 pase, b) 3 pases y c) 5 pases.

Difracción de rayos X

El método de difracción de rayos X es ampliamente utilizado para el análisis de la orientación de los planos en una estructura cristalina además de otras características estructurales. Cada elemento en la tabla periódica tiene una serie de orientaciones de los planos característica por su estructura cristalina. Para el aluminio el cual tiene una estructura cristalina FCC, los planos característicos son el (111), (200), (220) y el (311).

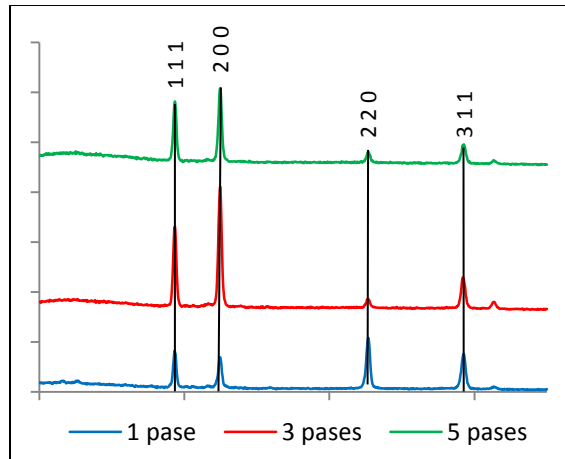


Figura 38 Análisis de la difracción de rayos X para las tres diferentes muestras.

En la Figura 38, se presentan los resultados y se puede observar que en muestra de uno y tres pases son de mayor intensidad las reflexiones de los planos 110 y 200 pero en el espécimen de cinco pases, esta tendencia cambia y las reflexiones más intensas son (111) y el (220).

El plano (220) es el que tiene la mayor tendencia a formarse, ya que su estado de energía es menor que los otros [16]. Esto puede explicar la intensidad en la muestra de cinco pases, ya que esta sufrió una mayor deformación plástica. En las muestras de uno y tres pases las reflexiones son más intensas ya que debido a la menor deformación y a la alta temperatura a la que se realizó la deformación se promovió la recristalización de la estructura deformada.

Difracción de electrones retrodispersados (electron backscattered diffraction, EBSD)

- Orientación cristalográfica

La orientación cristalográfica muestra el plano en el que están orientados los granos de la superficie analizada con respecto a un sistema de referencia, que en el caso de materiales laminados puede ser la dirección de laminación (RD) la normal a la laminación (ND), y la dirección transversal (TD). En las imágenes

obtenidas por este tipo de análisis de orientación cristalográfica, el color corresponde a diferentes planos cristalográficos. Para el análisis de la orientación cristalográfica solo se consideraron los puntos con un índice de confiabilidad mayor a 0.1, las regiones de color negro con aquellas en las que el índice de confiabilidad fue menor a 0.1.

La Figura 39, el mapa de orientaciones de la muestra después de 1 pase en ARB (a) presenta una orientación principalmente en (101) (b) con algunos granos en la orientación del plano (001).

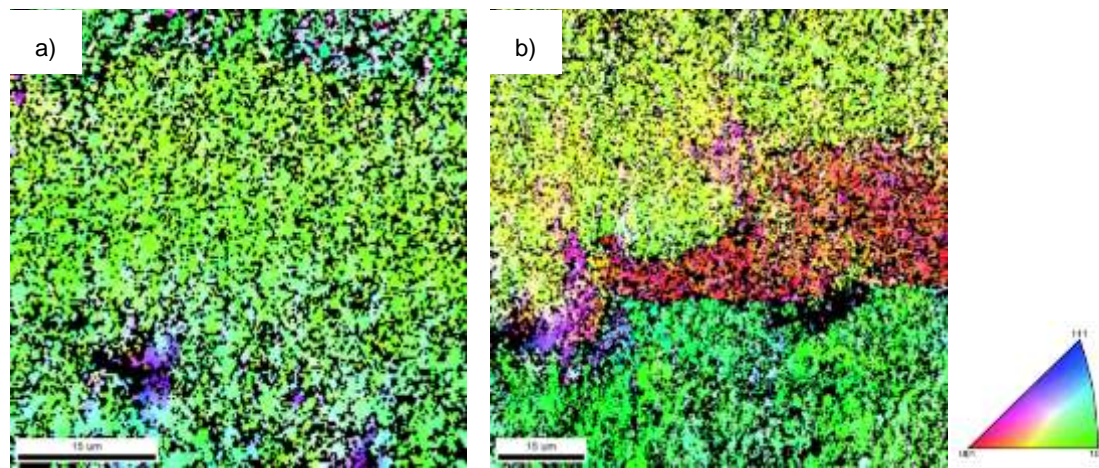


Figura 39 Imágenes de la orientación cristalográfica de la muestra 1 pase.

El material después de 3 pases (Figura 40) presento una orientación preferencial del plano (111) y (101). En esta imagen puede observarse regiones de granos pequeños rodeando granos grandes.

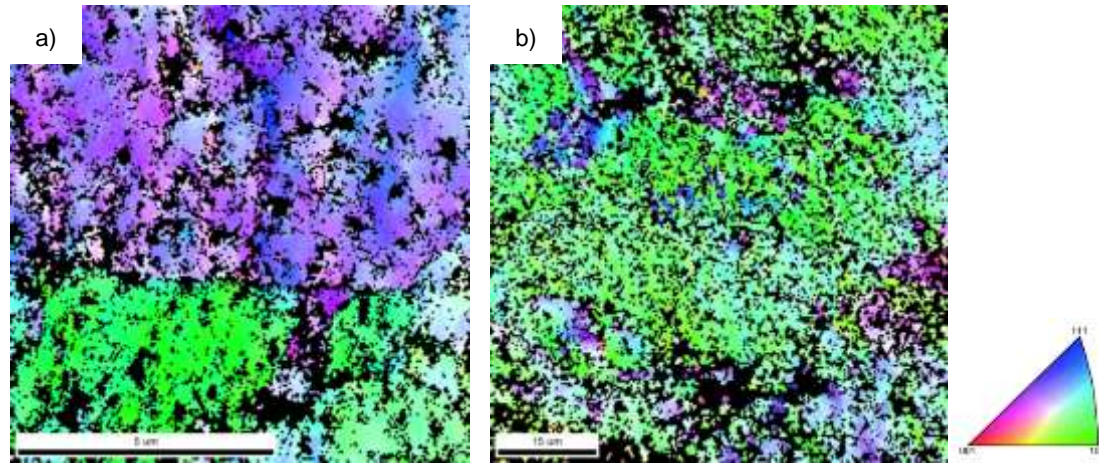


Figura 40 Imágenes de la orientación cristalográfica de la muestra 3 pases.

La Figura 41 presenta la distribución cristalográfica de la muestra después de 5 pases, en esta es posible observar al igual que en la de 3 pases, regiones de granos pequeños que rodean a granos de mayor tamaño. Además se presentaron regiones de granos grandes, esto se asoció con el efecto de la temperatura de procesamiento y cantidad de deformación almacenada en el material, condiciones que promueven la recristalización y el crecimiento de grano.

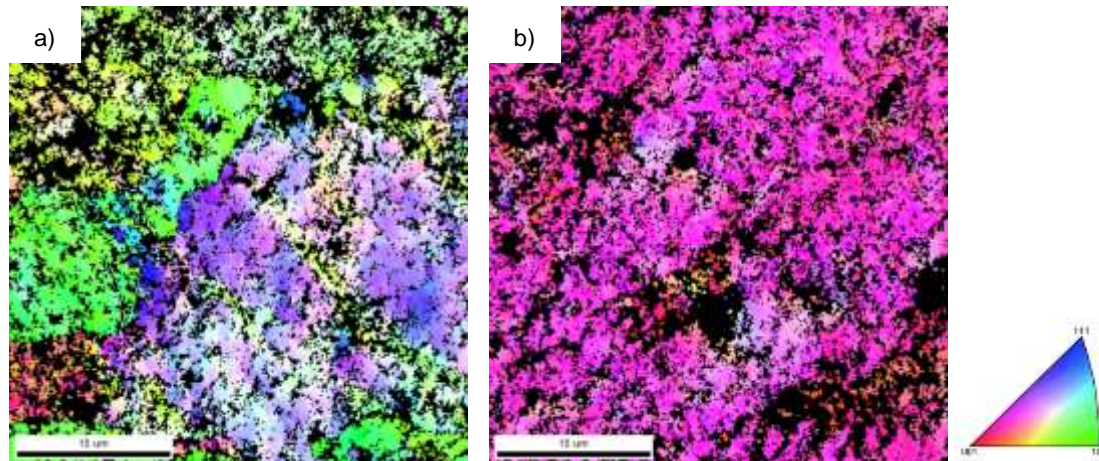


Figura 41 Imágenes del análisis de electrones retrodispersados en la que se puede ubicar la orientación cristalográfica que presenta el material. En estas imágenes se puede ver el espécimen de 5 pases.

Los resultados de la orientación cristalográfica por medio de difracción de electrones retrodispersados concuerda con la información obtenida por

difracción de rayos X. Por lo tanto, se puede concluir que la muestra de cinco pases sufrió una mayor deformación plástica y tuvo una menor tendencia a la recuperación cristalográfica por lo cual tiene una mayor distribución en la orientación de sus planos.

- Tamaño de grano

Para el análisis del tamaño de grano, se consideró un límite de grano en donde la diferencia en la orientación cristalográfica era mayor a 5° .

La Figura 42 muestra el análisis de tamaño de grano para el espécimen de 1 pase en que se pueden ver granos de gran tamaño con granos de tamaño pequeño localizados entre los granos de gran tamaño. Los granos de tamaño grande tienen una gran área que no es posible medir su tamaño por el método de difracción de electrones retrodispersados Pero si es posible medir los granos de tamaño pequeño y cuantificarlos.

Se pudo obtener un aproximado de la cantidad y del tamaño de granos presentes en las imágenes de la Figura 42 y sus resultados se pueden ver en los histogramas de la misma figura. Como se puede observar la gran mayoría de los granos presentes son de un tamaño menor a $1 \mu\text{m}$.

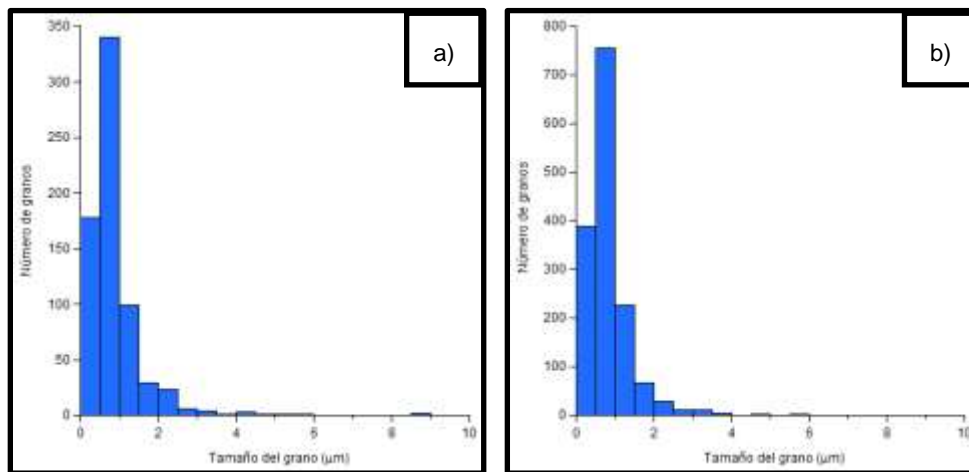
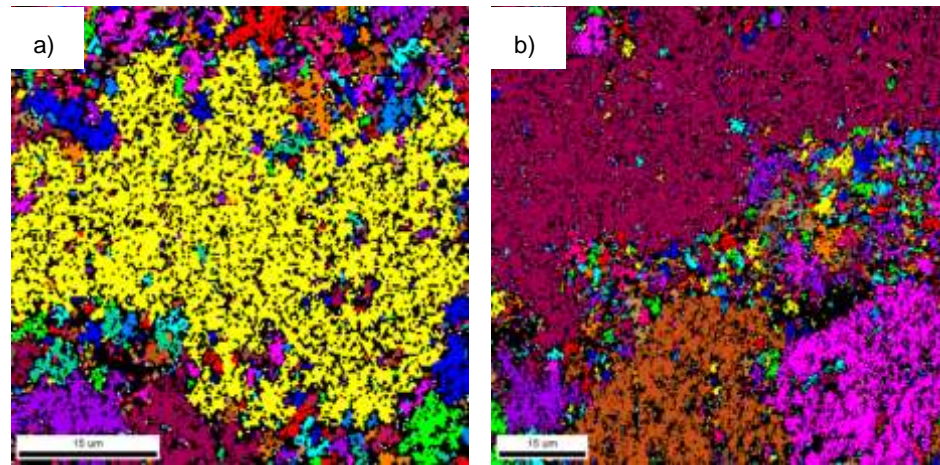


Figura 42 Imágenes de los análisis de tamaño de grano para la muestra de un pase localizados en las imágenes.

En el espécimen de tres (Figura 43) y cinco (Figura 44) pases se puede observar la misma tendencia de granos de gran área y de granos pequeños alrededor. La mayoría de los granos pequeños se encuentran en un tamaño menor a un micrómetro.

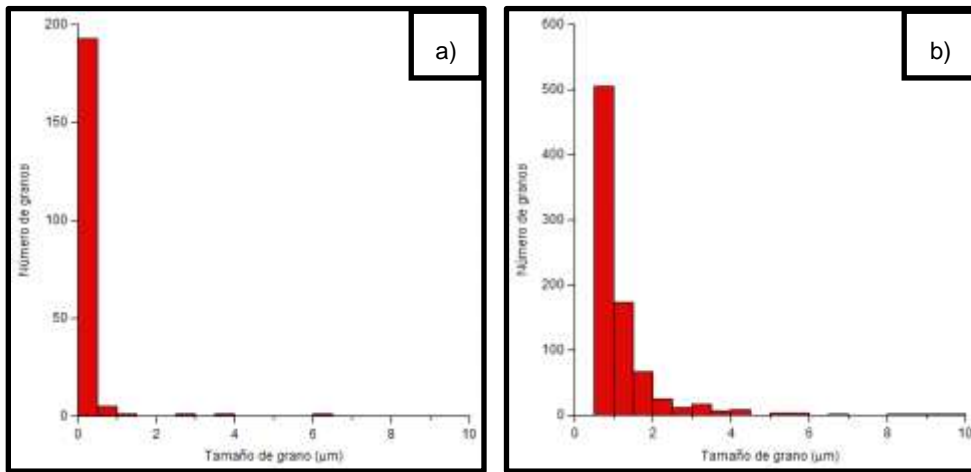
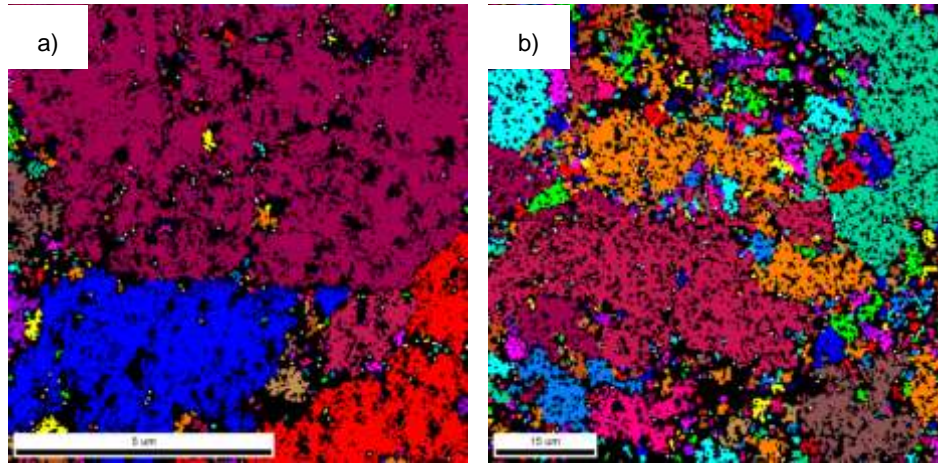


Figura 43 Imágenes e histograma de la distribución de tamaños de grano para la muestra de tres pases.

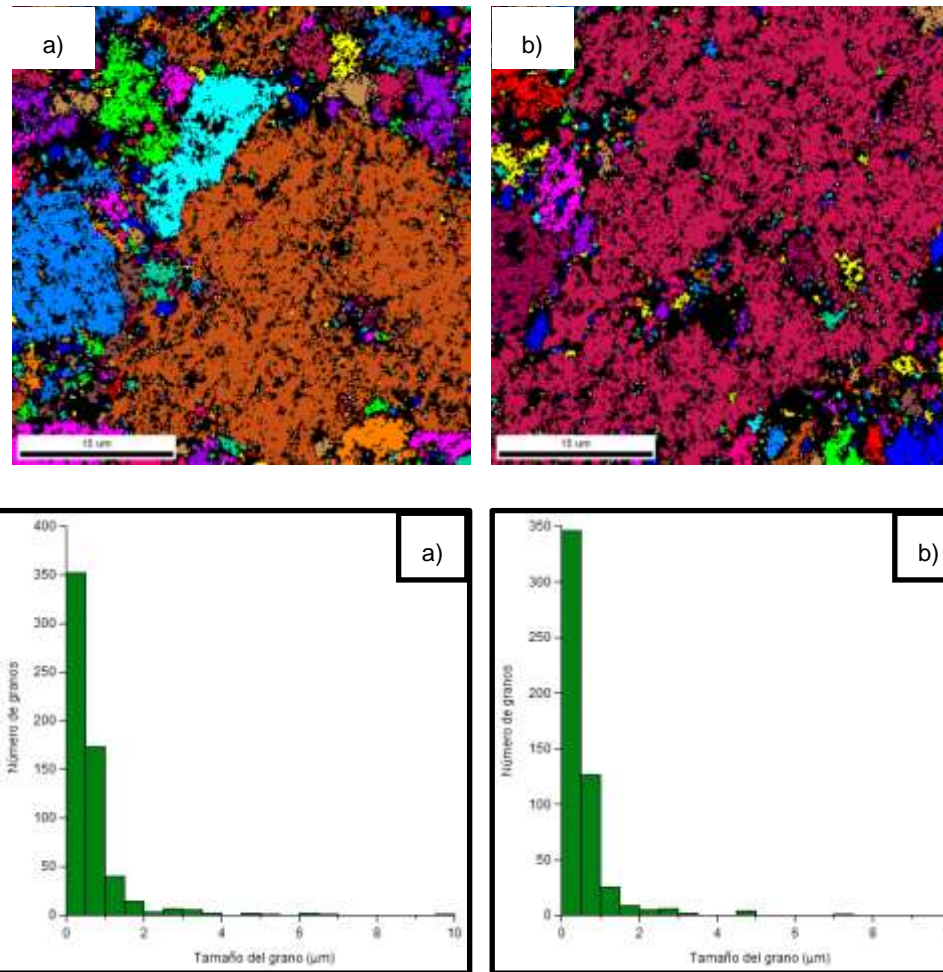


Figura 44 Imágenes e histograma de la distribución de tamaños de grano para la muestra de cinco pases.

Debido a que el proceso de ARB se realizó a una temperatura de 500°C en este caso, la recuperación y la migración de tamaño de grano de corto alcance convirtió la estructura laminar en una estructura bimodal, conformada de granos alargados gruesos y de tamaño ultra fino, que en algunos casos este tipo de estructura promueve la alta resistencia y relativamente buena ductilidad.

3 Conclusiones

- La unión por laminación acumulada, es un método de deformación plástica severa que permite el refinamiento del grano para lograr obtener tamaños de grano ultrafino.
- La aleación de aluminio 2024 presentó un incremento en la dureza debido a l grano de tamaño ultrafino obtenido de la deformación.
- Se obtuvo una microestructura bimodal, con granos recristalizados alargados y con subgranos de un tamaño menor a 1 μm . La recristalización se debió a la alta temperatura a la que se realizó la deformación plástica severa.
- La muestra de 1 pase presentó un incremento en la dureza del material comparado con el material laminado.
- La muestra de 3 pases presenta la mayor dureza en comparación con las muestras de 1 y 5 pases. Su comportamiento en la caracterización por nanoindentación es distinta las demás muestras. Esto se debe posiblemente a la cantidad de granos de tamaño ultrafino en comparación con las muestras de 1 y 5 pases.
- La muestra de 5 pases tuvo una mayor recristalización, probablemente a una mayor cantidad de esfuerzos residuales en el material y a la alta temperatura de deformación tuvo una mayor inclinación a la recuperación del material.
- En la nanoindentación existen muchos factores a considerar al realizar un análisis de los datos obtenidos, entre ellos, el apilamiento, el hundimiento, la condición del indentador, la ubicación de las indentaciones y la preparación de la muestra.

Recomendaciones

- La realización de ensayos de nanoindentación a alta temperatura ayudarían a obtener mayor información de las propiedades mecánicas obtenidas de la unión por laminación acumulada.
- Debido a la microestructura bimodal, sería importante hacer ensayos para analizar la superplasticidad que posiblemente presente el material.

4 Referencias bibliográficas

1. Yuntian T. Zhu, Terence G. Langdon. *The Fundamentals of Nanostructured Materials Processed by Severe Plastic Deformation*. JOM, 58-63, October 2004.
2. Michael J. Zehetbauer, Yuntian T. Zhu. *Bulk Nanostructured Materials*. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co., 2009.
3. E. A. Ortiz Cuellar. Tesis: *Efecto y Comparación de técnicas de Deformación Plástica Severa Sobre la Microestructura y Propiedades Mecánicas en una Aleación de Aluminio 6060*. Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León, 2010.
4. Mehdi Eizadjou, Habib Danesh Manesh, Kamal Janghorban. *Microstructure and Mechanical Properties of Ultra-Fine Grains (UFGs) Aluminum Strips Produced by ARB Process*. Journal of Alloys and Compounds 474, 409-415, 2009.
5. Naoki Takata, Yoshitaka Okitsu, Nobuhiro Tsuji. *Dynamic Deformation Behavior of Ultrafine Grained Aluminum Produced by ARB and Subsequent Annealing*. J Mater Sci 43, 7385-7390, 2008.
6. N. Tsuji. *Unique Deformation Behaviors of the Ultrafine Grained Aluminum Alloys Fabricated by Accumulative Roll Bonding*. Nanostructured Materials by High-Pressure Severe Plastic Deformation, 227-234, 2006.
7. Irena Topic, Heinz Werner Höppel, Mathias Göken. *Influence of Rolling Direction on Strength and Ductility of Aluminum and Aluminum Alloys Produced by Accumulative Roll Bonding*. J Mater Sci 43, 7320-7325, 2008.

8. P. Hidalgo, C.M. Cepeda-Jiménez, O.A. Ruano, F. Carreño. *Influence of the Processing Temperature on the Microstructure, Texture, and Hardness of the 7075 Aluminum Alloy Fabricated by Accumulative Roll Bonding*. Metallurgical and Materials Transactions 41A, 758-767, 2010.
9. C.M. Cepeda-Jiménez, M. Pozuelo, J.M. García-Infanta, O.A. Ruano, F. Carreño. *Interface Effects on the Fracture Mechanism of a High-Toughness Aluminum-Composite Laminate*. Metallurgical and Materials Transactions 40A, 69-79, 2009.
10. S.C. Wang, M.J. Starink, N. Gao. *Precipitation Hardening in Al-Cu-Mg Alloys Revisited*. Scripta Materialia 54, 287-291. 2006.
11. V.I. Kushch, S.N. Dub, P.M. Litvin. *Determination of the Young Modulus from Elastic Section of the Berkovich Indenter Loading Curve*. Journal of Superhard Materials 29, 228-234, 2007.
12. Zhi Chao Duan, Andrea M. Hodge. *High-temperature Nanoindentation: New Developments and Ongoing Challenges*. JOM, 32-36, December 2009.
13. Anthony C. Fischer-Cripps. *Introduction to Contact Mechanics*. Springer-Verlag New York, Inc., 2000.
14. A.C. Fischer-Cripps. *The IBIS Handbook of Nanoindentation*. Fischer-Cripps Laboratories Pty Ltd., 2009.
15. Pat L. Mangonon. *The Principles of Materials Selection for Engineering Design*. Prentice-Hall Inc., 1999.
16. William F. Smith. *Ciencia e Ingeniería de Materiales*. McGraw-Hill, 2004.
17. John E. Hatch. *Aluminum Properties and Physical Metallurgy*. American Society for Metals, 1984.
18. Sydney H. Avner. *Introducción a la Metalurgía Física*. McGraw-Hill, 1988.
19. Cheng Xu, Minoru Furukawa, Zenji Horita, Terrence G. Langdon. *Principles of Grain Refinement in Processing by ECAP*. Ultrafine Grained Materials IV, 11-16, 2006.
20. Ralph J. Hellmig. *Influence of Die Features on the ECAP Process*. Ultrafine Grained Materials IV, 29-34, 2006.

21. M.A. Dejun, Chung Wo Ong, L.I.U. Jianmin, H.E. Jiawen. *Determination of Young 's Modulus by Nanoindentation*. Engineering & Materials Science 47, 398-408.
22. W.C. Oliver, G.M. Pharr. *An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments*. J. Mater, Vol 7, No. 6. June 2012
23. Irene J. Beyerlein, Carlos N. Tomé. *Modeling Directional Anisotropy in Grains Subjected to Large Strains Path Changes*. Ultrafine Grained Materials IV, 63-71, 2006.
24. Zenji Horita, Terrence G. Langdon. *Using Torsion to Produce Severe Strain and Ultrafine Grains*. Ultrafine Grained Materials IV, 17-22, 2006.
25. Taku Sakai. *High Angle Boundary Formation in Dynamically Recovered Materials During Severe Hot Forging*. Ultrafine Grained Materials IV, 73-80, 2006.
26. *New Insight into Pile-up in Thin Film Indentation (MEMS and Nanotechnology)*.
<http://what-when-how.com/mems-and-nanotechnology/new-insight-into-pile-up-in-thin-film-indentation-mems-and-nanotechnology/>
27. Universidad Nacional de Colombia. *Laboratorio microscopía confocal*.
<http://www.confocal.unal.edu.co/web/inicio.html>
28. R. F. Tylecote. *The Solid Phase Welding of Metals*. Edward Arnold. London 1968.
29. S.H. Lee, Y. Saito, N. Tsuji, H Utsunomiya, T. Sakai. Scr. Mater 46, 281-285. 2002.
30. Carl C. Koch, Khaled M. Yusef, Ronald O. Scattergood, K. L. Murty. *Artifact-Free Bulk Nanocrystalline Grain Size (<100nm) Materials: The Processing Challenge*. Ultrafine Grained Materials IV, 3-10, 2006.
31. Nobuhiro Tsuji, Rintaro Ueji, Yoshinoro Ito, Hyoungh-Wook Kim. *Possibility to Manage Both High Strength and Ductility in Ultrafine Grained Structural Metallic Materials*. Ultrafine Grained Materials IV, 81-88, 2006.

32. Y.V.R.K. Prasad, S. Sasidhara. *Hot Working Guide: A Compendium of Processing Maps*. ASM International, 1997.
33. M.J. Mayo, W.D. Nix. *A Microindentation Study of Superplasticity in Pb, Sn and Sn-38 wt% Pb*. *Acta metall*, Vol 36, No. 8, 2183-2192, 1998.
34. Verena Maier, Karsten Durst, Johannes Mueller, Björn Backes, Heinz Werner Höppel, Mathias Göken. *Nanoindentation strain-rate jump tests determining the local strain-rate sensitivity in nanocrystallite Ni and ultrafine-grained Al*. *J. Mater. Res.*, Vol 26, No. 11, 2011.
35. Byungmin Ahn, Rahul Mitra, Enrique J. Lavernia, Steven R. Nutt. *Effect of grain size on strain rate sensitivity of cryomilled Al-Mg alloy*. *J Mater Sci*, 45:4790-4795, 2010.

5 Índice de figuras

Figura 1 Diagrama de fases de Al-Cu [16].....	8
Figura 2 Correlación de estructuras y durezas de la aleación Al-4 por 100 Cu madurada a 130 y 190 °C. [16].....	8
Figura 3 Dibujo esquemático del proceso de Presión en canal angular constante [2]	15
Figura 4 Dibujo ilustrativo del proceso de torsión a alta presión [2].....	16
Figura 5 Principio de la forja multiaxial; <i>a</i> , <i>b</i> y <i>c</i> muestra el empuje y estirado en el primer eje; <i>d</i> , <i>e</i> y <i>f</i> en el segundo eje; y <i>g</i> , <i>h</i> e <i>i</i> en el tercer eje. [2,3].....	18
Figura 6 Principio del método de compresión y extrusión cíclica [2].....	19
Figura 7 Imagen ilustrativa del proceso de doblado y enderezado repetitivo. [2]	20
Figura 8 Dibujo esquemático del proceso de extrusión torsional [2].....	21
Figura 9 Diagrama del proceso de unión por laminación acumulada [2,6,8]	23
Figura 10 Curvas carga-desplazamiento para a) un sólido elástico plástico y b) un sólido viscoelástico con un indentador esférico. [13].....	25
Figura 11 Fracturas emanando de las esquinas de la impresión residual en un material frágil [13,14]	26
Figura 12 Micrografía de un microscopio electrónico de barrido de una impresión en una película delgada de Au a 18000x.	27
Figura 13 Esquema del contacto entre un indentador rígido y un espécimen plano con módulo E . El radio del círculo de contacto es a , y la penetración total es h_t . h_a es la penetración del círculo de contacto de la superficie libre del espécimen, y h_p es la distancia desde el fondo de contacto hasta el círculo de contacto [14].....	28
Figura 14 Punta de un indentador cónico-esferoidal utilizado para indentación y ensayos de rayado.	30

Figura 15 Esquema de la penetración realizada por un indentador cónico [14]	31
Figura 16 Curva carga-desplazamiento, carga y descarga, de un ensayo de nanoindentación con carga máxima, P_t , y penetración bajo la superficie libre del espécimen h_t . La penetración del círculo de contacto h_p y la pendiente de la descarga elástica dP/dh permiten calcular el módulo y la dureza. h_r , es la penetración de la impresión residual, y h_e , es el desplazamiento asociado con la recuperación elástica durante la descarga [14]	33
Figura 17 Diferentes componentes presentes en un ensayo de nanoindentación [14]	34
Figura 18 Ejemplos esquemáticos de las curvas de carga-desplazamiento para diferentes respuestas de los materiales y propiedades. a) Un sólido elástico, b) un sólido frágil, c) un sólido dúctil, d) un sólido cristalino, e) un sólido frágil que fracturó durante la descarga, y f) un polímero que exhibe termofluencia [13]	35
Figura 19 Efecto de apilamiento y el hundimiento en la área de contacto real para penetraciones son la misma profundidad h_t . a) Vista transversal; b) vista plana. Para un profundidad de penetración dada h_t , el área de contacto real puede ser substancialmente distinta para diferentes materiales y para la area transversal del indentador y de la penetración plástica esperada h_p si no existiera el apilamiento o el hundimiento.	38
Figura 20 Diagrama del proceso de experimentación para esta investigación.	41
Figura 21 Esquema de las muestras obtenidas después de ARB.	45
Figura 22 Esquema de la muestra (región azul) colocada en la resina epóxica fría (región blanca) para la preparación superficial de la muestra.	47
Figura 23 Esquema de la muestra (región azul) colocada en el disco de acero (región gris) para los ensayos de nanoindentación.	48
Figura 24 Esquema del patrón utilizado para cada carga en cada muestra.	48
Figura 25 Microestructura a) longitudinal y b) transversal de la aleación de aluminio 2024 en condición T-851.	50
Figura 26 Imágenes de SEM a diferentes magnificaciones en donde se puede ver la distribución de partículas en color gris claro.	51

Figura 27 Incremento en la dureza presentado por el envejecido natural con respecto al tiempo.	52
Figura 28 Metalografía de la sección transversal de la lámina.	52
Figura 29 Microestructura resultante de los diferentes solubilizados realizados; a) 30 min - 485 °C, b) 4 horas - 500 °C, c) 5 horas - 500 °C, d) 12 horas - 500 °C.	54
Figura 30 Dureza presentada para cada muestra con diferente número de pases.....	55
Figura 31 Metalografías de la sección transversal en donde se pueden ver las capas formadas por la laminación y la microestructura. A) y b) muestra de un pase; c) y d) muestra de tres pases; e) y f) muestra de cinco pases.....	56
Figura 32 Imágenes del microscopio electrónico de barrido a magnificaciones de 100x y 2000x para las muestras de a) y b) 1 pase; c) y d) 3 pases; y e) y f) 5 pases.....	58
Figura 33 Gráfica carga-desplazamiento de las todas las muestras.	58
Figura 34 Profundidad promedio presentada por las indentaciones para cada número de pases.....	59
Figura 35 curvas carga-desplazamiento de las diferentes velocidades de deformación utilizadas para las muestras de a) 1 pase, b) 3 pases y c) 5 pases.	60
Figura 36 Estas gráficas muestran la dureza obtenida por el método de Oliver-Pharr en comparación con la dureza una vez corregida y considerando el apilamiento sufrido por el material al momento de la nanoindentación.	62
Figura 37 Gráficas en donde la pendiente determina el valor del exponente SRS para las muestras de a) 1 pase, b) 3 pases y c) 5 pases.	64
Figura 38 Análisis de la difracción de rayos X para las tres diferentes muestras.	65
Figura 39 Imágenes de la orientación cristalográfica de la muestra 1 pase.	66
Figura 40 Imágenes de la orientación cristalográfica de la muestra 3 pases. ...	67

Figura 41 Imágenes del análisis de electrones retrodispersados en la que se puede ubicar la orientación cristalográfica que presenta el material. En estas imágenes se puede ver el espécimen de 5 pases.....	67
Figura 42 Imágenes del análisis de tamaño de grano para la muestra de un pase con su correspondiente histograma de la cuantificación del tamaño de grano localizados en las imágenes.....	69
Figura 43 Imágenes e histograma de la distribución de tamaños de grano para la muestra de tres pases.	70
Figura 44 Imágenes e histograma de la distribución de tamaños de grano para la muestra de cinco pases.....	71
Figura 45 Esquema representativo de las indentaciones (puntos color naranja) realizadas en las muestras (zona color azul). La línea color calor representa la última unión realizada por ARB.	84
Figura 46 Gráfica carga-desplazamiento de las todas las muestras.	85
Figura 47 Profundidad promedio presentada por las indentaciones para cada número de pases.....	85
Figura 48 Profundidad promedio presentada en el tiempo de espera por las indentaciones para cada muestra.....	86
Figura 49 Reproducibilidad a cargas de 25, 50 y 100 mN en la muestras de a) laminado, b) 1 pase, c) 3 pases y d) 5 pases.	87
Figura 50 Diferentes velocidades de deformación en la muestras de a) laminado, b) 1 pase, c) 3 pases y d) 5 pases.....	88
Figura 51 Imagen de microscopia confocal en la que se muestran 4 indentaciones, la zona de color rojo es el apilamiento y se encuentra a un nivel más alto que la superficie de la muestra en color amarillo. El color azul representa la zona de mayor penetración del indentador.....	89
Figura 52 Gráfica que muestra el porcentaje de apilamiento por cada muestra.	89
Figura 53 Estas gráficas muestran la dureza obtenida por el método de Oliver-Pharr en comparación con la dureza una vez corregida y considerando el apilamiento sufrido por el material al momento de la nanoindentación.	91

6 Índice de tablas

Tabla 1 Designación para los grupos de aleación [16-18]	7
Tabla 2 Áreas proyectadas, correcciones interceptadas y factores de corrección geométrica para los diferentes tipos de indentadores. Los semiángulos dados para los indentadores piramidales son los ángulos de las caras con el eje central del indentador [13].....	32
Tabla 3 Composición nominal de la aleación de aluminio 2024.....	41
Tabla 4 Condiciones de solubilizados utilizados para determinar las mejores condiciones para solubilizar las muestras laminadas.	43
Tabla 5 Resultados de microdureza para cada uno de los tiempos y temperaturas de solubilizado propuestos.	53

7 Anexo

Ensayos preliminares de nanoindentación Nanoindentador CSM

Introducción

Como parte de la preparación para las pruebas de nanoindentación se realizaron diversas pruebas preliminares en un nanoindentador CSM Nano-Indentation Tester. Esto se realizó con el objetivo de familiarizarse con este tipo de ensayos de indentación, para conocer el material y su comportamiento bajo estos ensayos.

Desarrollo experimental

Se seleccionaron muestras representativas de la muestra laminada, de 1, 3 y 5 pases. Las cuales fueron montadas en baquelita y se analizaron las zonas de la dirección de rolado (Figura 21). Las muestras montadas se prepararon metalográficamente hasta obtener un acabado espejo para obtener una superficie propicia para los ensayos de nanoindentación.

Las indentaciones se realizaron a temperatura ambiente con un indentador Berkovich. Se realizaron 7 indentaciones para cada configuración, en total se realizaron 42 indentaciones en cada muestra. Las diferentes configuraciones que se utilizaron para las indentaciones fueron:

- Carga de 196.1mN (20 g), velocidades de carga y descarga de 20, 200 y 2000 mN/min, y tiempo de espera de 2 s.
- Cargas de 25, 50 y 100 mN, velocidad de carga y descarga de 100 mN/min, y sin tiempo de espera.

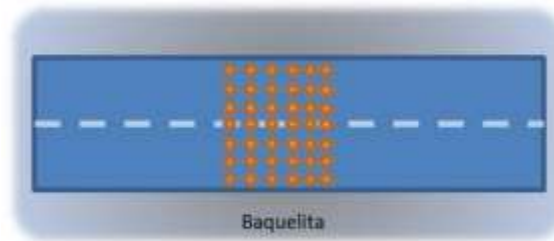


Figura 45 Esquema representativo de las indentaciones (puntos color naranja) realizadas en las muestras (zona color azul). La línea color calor representa la última unión realizada por ARB.

Además del análisis de los datos obtenidos, las indentaciones se analizaron con microscopia confocal para analizar las huellas realizadas por el indentador.

Resultados

En las curvas de carga-desplazamiento de la Figura 46 se describe el comportamiento representativo presentado por las muestras con una carga de 196.1 mN, una velocidad de carga y de descarga de 200 mN y un tiempo de espera de 2 s.

Se puede observar que la muestra laminada y la muestra de 3 pases presentan un comportamiento similar presentando una baja profundidad de la indentación comparada con la de 1 y 5 pases, en donde la muestra de 5 pases presentó la mayor profundidad de penetración.

Así como, en la Figura 47, se puede observar la profundidad máxima de cada una de las indentaciones, en la que se observa que la muestra de 5 pases presenta una gran variedad en la profundidad máxima. Esto se puede deber a la

topografía de la superficie de la muestra, como a la presencia de precipitados en el material.

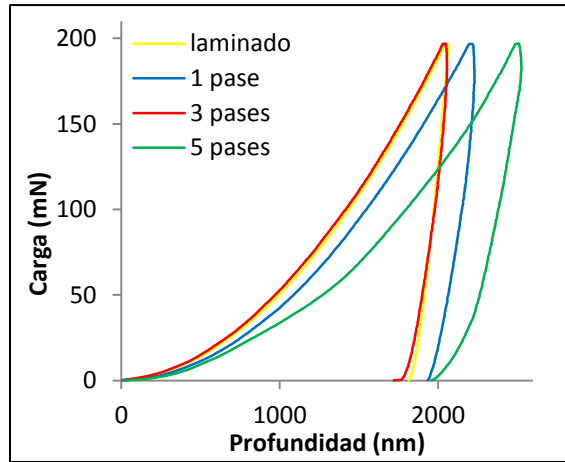


Figura 46 Gráfica carga-desplazamiento de las todas las muestras.

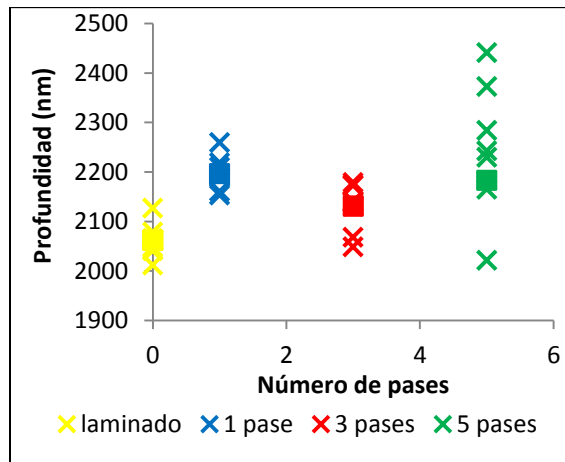


Figura 47 Profundidad promedio presentada por las indentaciones para cada número de pases.

El desplazamiento al que cedió el material de cada muestra durante el tiempo de espera a carga máxima se presenta en la Figura 48. En donde la muestra laminada presentó el menor desplazamiento, esto debido a la dureza presentada en el material por la gran cantidad de deformación a la que fue sometida. Las muestras de 1 y 3 pases presentaron un desplazamiento similar, mayor a la muestra de laminado, esto puede ser debido a que se liberación de esfuerzos

por el calentamiento presentado entre cada pase en el proceso de ARB. La muestra de 5 pases presenta el mayor desplazamiento, por lo cual se puede deliberar que presenta una mayor ductilidad por una mayor liberación de esfuerzos y una posible recristalización en el material.

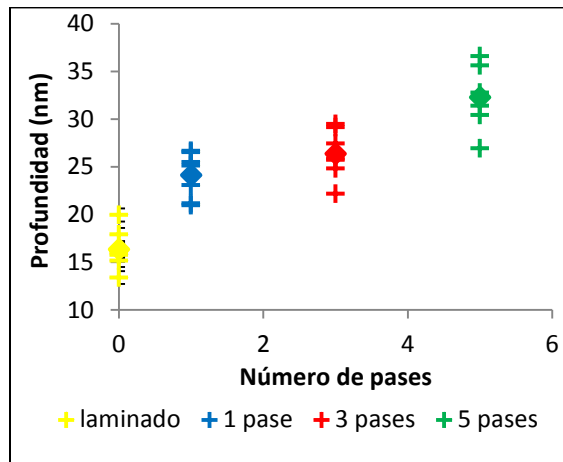
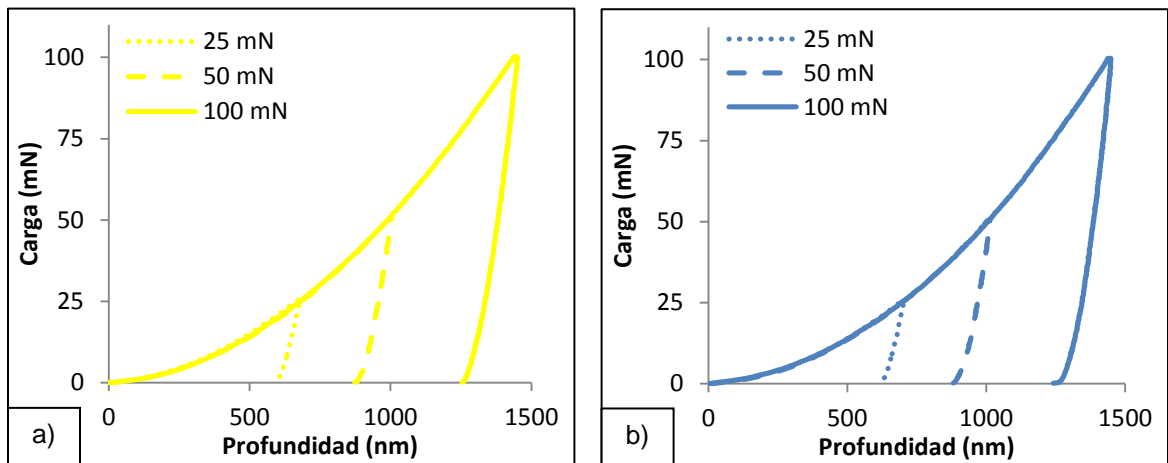


Figura 48 Profundidad promedio presentada en el tiempo de espera por las indentaciones para cada muestra.

Se realizaron ensayos de indentación a diferentes cargas para detectar comportamiento del material a 25, 50 y 100 mN. En la Figura 49 se puede observar el comportamiento de cada muestra a cada una de las cargas. En conclusión, la diferencia en las cargas utilizadas no acciona un comportamiento distinto en el material.



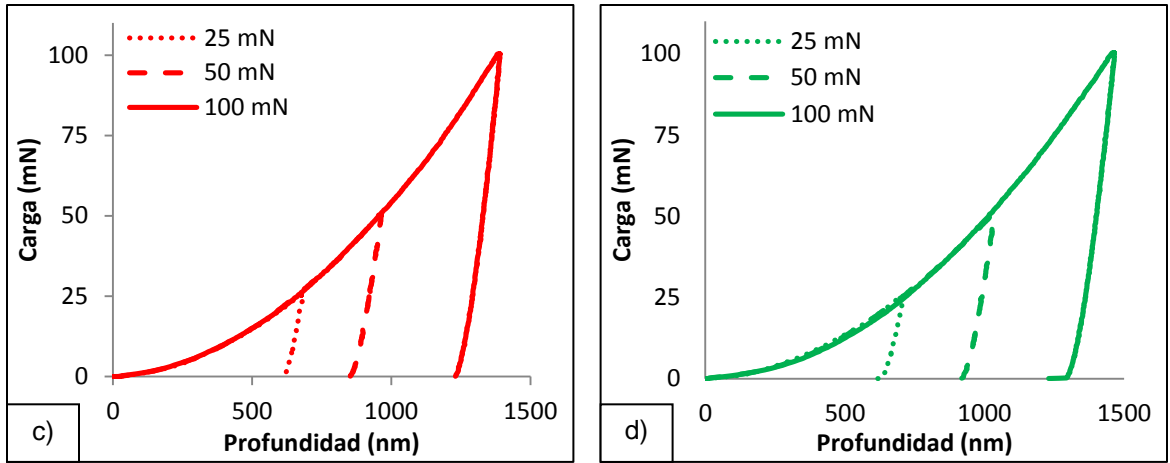
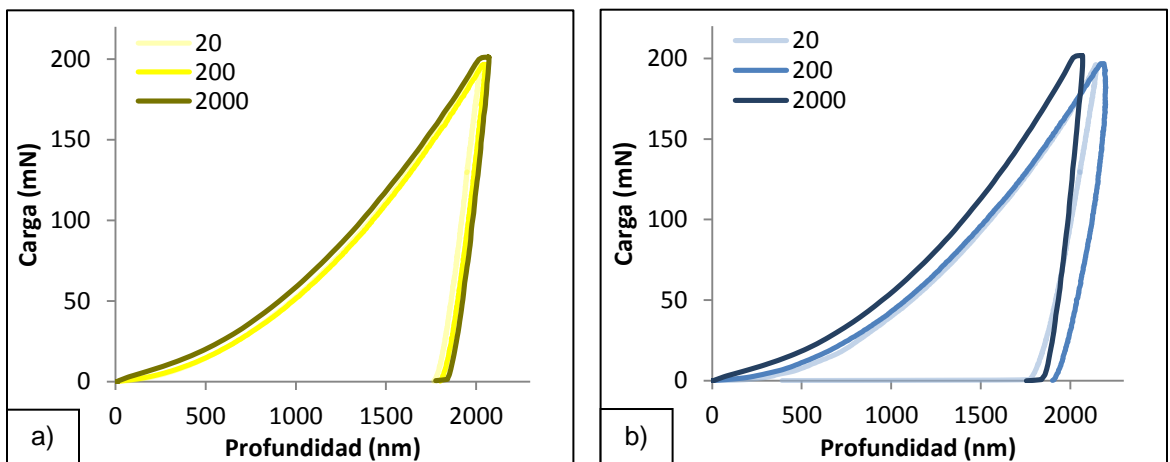


Figura 49 Reproducibilidad a cargas de 25, 50 y 100 mN en la muestras de a) laminado, b) 1 pase, c) 3 pases y d) 5 pases.

Las muestras al ser sometidas a diferentes velocidades de deformación presentaron una diferencia en las profundidades de la indentación. En la Figura 50, se puede observar que en la muestra de laminado las diferentes velocidades de deformación no presentaron ninguna diferencia en el comportamiento del material. Mientras en la muestra de 1, 3 y 5 pases las diferentes velocidades de deformación generaron una pequeña diferencia en la profundidad de la indentación.



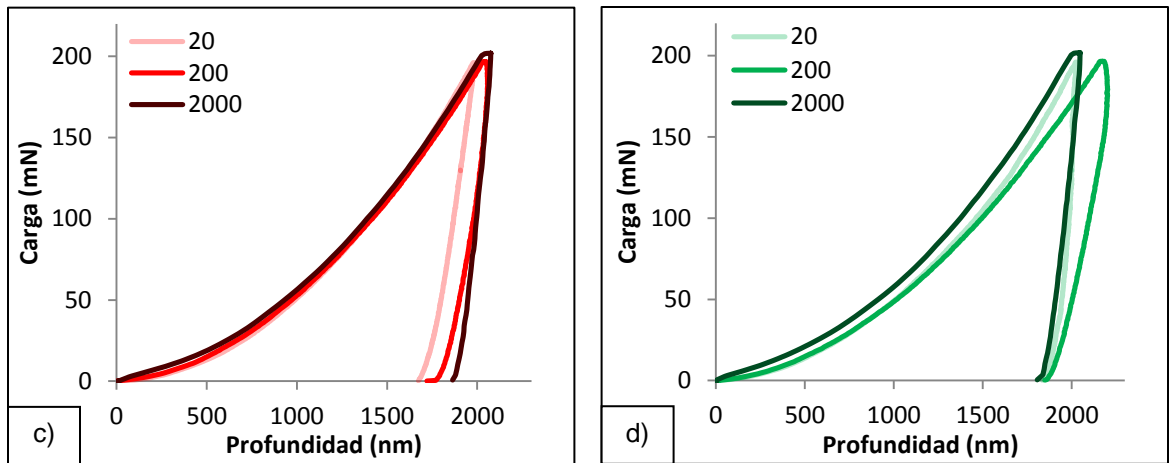


Figura 50 Diferentes velocidades de deformación en la muestra de a) laminado, b) 1 pase, c) 3 pases y d) 5 pases.

Microscopía confocal

La microscopía confocal es una gran herramienta para observar la impresión del indentador en la superficie de la muestra analizada. En este caso, se utilizó para observar el fenómeno de apilamiento que se presenta cuando el material dúctil se desplaza hacia los exteriores de la indentación, aparentando una impresión del indentador más grande de lo que realmente es.

La Figura 51 muestra cuatro indentaciones, en donde la zona color rojo es el apilamiento ocasionado por la indentación.

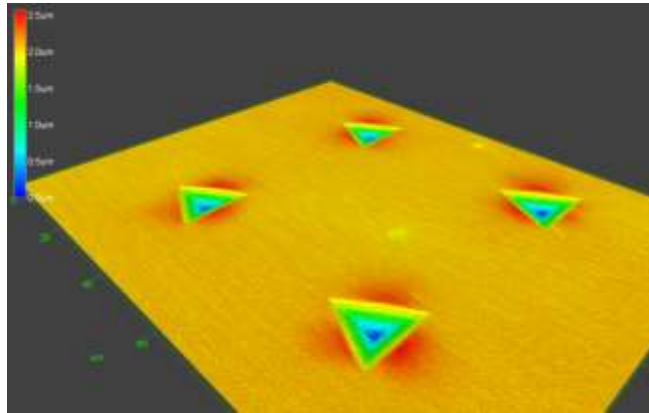


Figura 51 Imagen de microscopia confocal en la que se muestran 4 indentaciones, la zona de color rojo es el apilamiento y se encuentra a un nivel más alto que la superficie de la muestra en color amarillo. El color azul representa la zona de mayor penetración del indentador.

El porcentaje de apilamiento presentado en cada muestra se observa en la Figura 52. En donde se puede observar que la muestra de laminado presentó la menor cantidad de apilamiento. La muestra 3 y 5 pases presentaron un apilamiento similar entre un 30% y 40% con respecto a la profundidad de la indentación. Y la muestra de 1 pase presentó la mayor cantidad de apilamiento, mayor al 50% de la profundidad de la indentación.

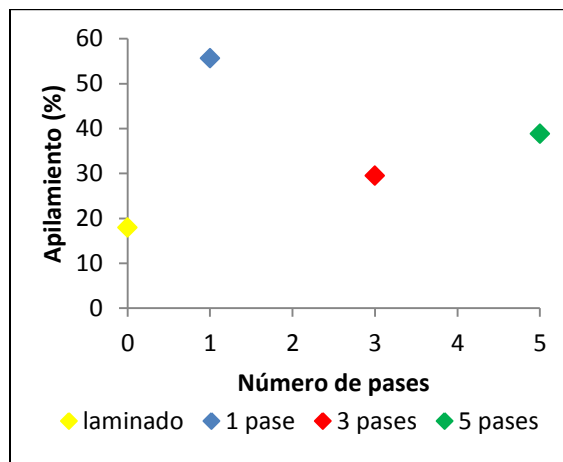
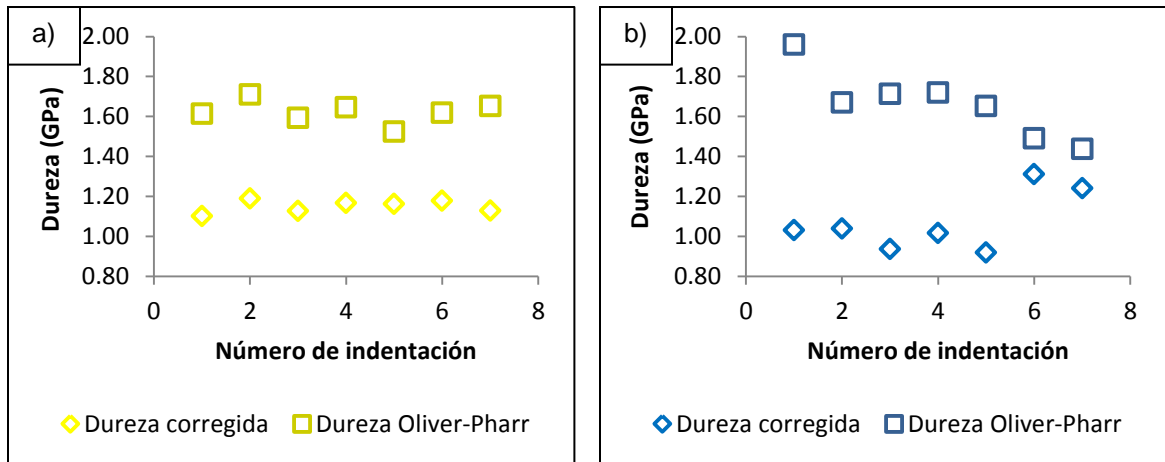


Figura 52 Gráfica que muestra el porcentaje de apilamiento por cada muestra.

Corrección del apilamiento

Debido a la gran presencia de apilamiento al observar las nanoindentación en el microscopio confocal y a la deficiencia del método Oliver-Pharr de considerar el apilamiento al momento de realizar los cálculos de las propiedades mecánicas, se debe recurrir a aplicar una corrección en los cálculos de dureza.

Para la corrección de la dureza se utiliza la Ecuación 12. En la Figura 53, se muestran la dureza corregida en comparación con la dureza calculada por el método Oliver-Pharr. Se analizan cada una de las indentaciones realizadas a la velocidad de deformación de 200 mN. En la muestra laminada, 1 y 3 pases la dureza corregida es considerablemente menor a la dureza calculada, mientras en la muestra de 5 pases la dureza corregida es mayor a la dureza calculada.



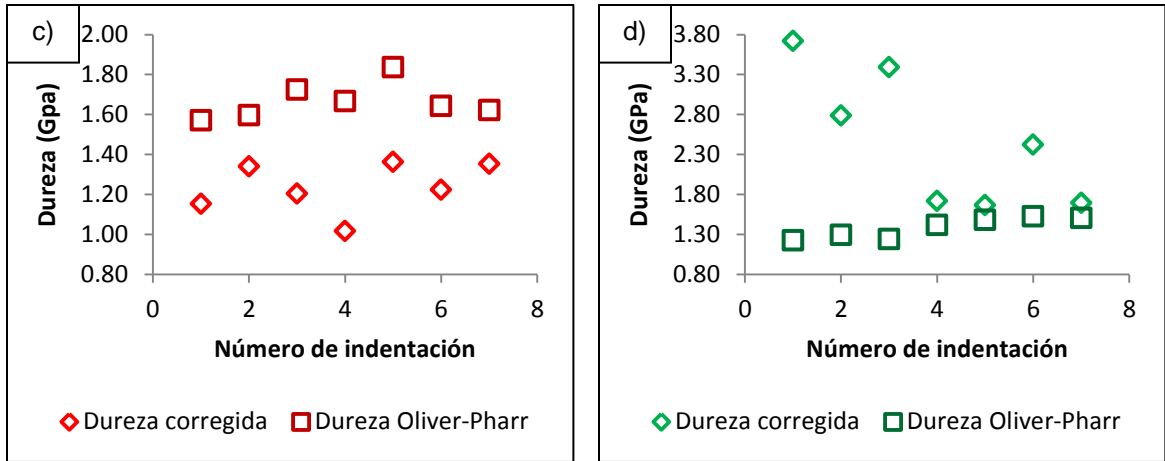


Figura 53 Estas gráficas muestran la dureza obtenida por el método de Oliver-Pharr en comparación con la dureza una vez corregida y considerando el apilamiento sufrido por el material al momento de la nanoindentación.