



Universidad
Carlos III de Madrid

Departamento de Física

PROYECTO FIN DE CARRERA
INGENIERÍA TÉCNICA INDUSTRIAL:
ELECTRICIDAD

EFECTO DE LA
DEFORMACIÓN PLÁSTICA
SEVERA EN LA
RESISTIVIDAD ELÉCTRICA
DE UNA ALEACIÓN
Al-5%Mg-1,2%Cr

Autor: Alberto Peinado Sánchez

Tutor: Miguel Modesto Tardío López

Director: Mohamed Ou Lahcen Eddahbi

Leganés, junio de 2012

"Si buscas resultados distintos, no hagas siempre lo mismo"

Albert Einstein

AGRADECIMIENTOS

Quiero empezar dándole las gracias a Miguel Tardío y a Mohamed Eddahbi, ambos muy buenos tutores, pero ante todo grandes personas. Gracias por permitirme hacer este proyecto y gracias por la ayuda y los conocimientos que me habéis dado. Echaré de menos nuestras conversaciones sobre las manías y los hábitos de la sociedad.

Gracias Juan Ignacio López Ruiz, no fuiste profesor mío en la titulación pero sí en el Curso de Adaptación a Grado. Muchas gracias por haber sido tan buen profesor y muchas gracias por intentar ayudarme cuando no encontraba un proyecto fin de carrera disponible para realizar. Finalmente no tomé tu opción, pero siempre te estaré agradecido por habérmela ofrecido.

Gracias a mis padres y a mi hermano por el apoyo constante e incondicional que me han brindado todo este tiempo, en los buenos y en los malos momentos, gracias por estar a mi lado. Sois lo mejor de mi vida.

Gracias a mis amigos por su apoyo, su ánimo, su amistad y su compañía. Solo puedo decir que lo siento y que os quiero. Espero que me entendáis.

Gracias al Departamento de Física de la Universidad Carlos III de Madrid por permitirme hacer uso de sus instalaciones y laboratorios, sin los cuales no se podría haber llevado a cabo el proyecto.

Gracias a la Universidad Carlos III de Madrid por todo lo que me ha dado estos años...amistades, conocimientos, valores, diversión y personalidad, muchas gracias por todo ello.

Now I need to change my language. Thank you, thank you Margaret Ryne Butler for everything because you are the reason why I chose this project. Thank you to you I can give this legacy to the scientist community. Thank you for being with me when I made my decision, thank you for cross my way and thank you for make me feel special. Now, we are not together anymore, the distance was a problem in our relationship, but here there are not distances, here, inside of this project, our names will stay together for the rest of our life.

Y por último y en esta ocasión sí menos importantes, gracias a todos aquellos que pusieron trabas en mi camino, gracias a todos aquellos que intentaron impedirme progresar, a los que estuvieron en mi contra y a los que desearon mi fracaso, gracias porque me habéis hecho más fuerte, aquí estoy.



ÍNDICE DE CONTENIDOS	I
ÍNDICE DE FIGURAS	III
ÍNDICE DE TABLAS	V

ÍNDICE DE CONTENIDOS

1.OBJETIVOS	1
2. INTRODUCCIÓN	7
2.1. La resistividad eléctrica	9
2.2. Defectos e imperfecciones cristalinas	17
2.2.1. Defectos puntuales.....	17
2.2.2. Defectos de línea (Dislocaciones.....	21
2.2.3.-Defectos interfaciales o superficiales.....	24
2.3. Endurecimiento. Trabajo en frío y caliente	25
2.4.-Estándares de medida para la caracterización eléctrica	29
2.4.1. Método de dos puntas.....	30
2.4.2. Método de cuatro puntas.....	31
2.4.3. Método de Van der Pauw.....	31
2.4.4. Método de resistencia extendida.....	32
2.5. Factores de corrección de corrección de la resistividad para el método de 4 puntas	32
3. TÉCNICAS Y EXPERIMENTOS	39
3.1. Técnicas experimentales	41
3.1.1. Caracterización microestructural.....	41
3.1.2. Caracterización mecánica. Microdureza Vickers.....	42
3.1.3. Caracterización eléctrica. Instrumentación.....	43
3.1.3.1. Especificaciones técnicas del nanovoltímetro Keithley 182 y del SourceMeter Keithley 2410.....	43
3.1.3.2. Conexiones del Nanovoltímetro Keithley 182 y del SourceMeter Keithley 2410. Puerto GPIB.....	46
3.1.3.3 Aplicación a Fin.....	47
3.1.4. Diseño y puesta a punto del porta muestra para los experimentos de caracterización eléctrica.....	50
3.2. Materiales a caracterizar	52
3.2.1. Deformación severa por ECA.....	52

3.2.2 Aluminio puro. 99.6% y 99.99%.....	53
3.2.3 Aleación Al-5%Mg-1,2%Cr.....	53
3.3. Diseño de los experimentos.....	54
3.3.1. Experimento 1. Comprobación del estándar de medida en aluminio puro.....	54
3.3.2. Experimento 2. Resistividad de las muestras de Al-5%Mg-1,2%Cr deformadas y sin deformar.....	55
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	57
4.1. Caracterización microestructural y mecánica del Al antes y después de ECA.....	59
4.1.1. Estructura de grano.....	59
4.1.2. Microdureza.....	61
4.2. Caracterización microestructural y mecánica del Al-5%Mg-1,2%Cr en estado inicial y después de ECA.....	63
4.2.1. Estructura de grano de Al-5%Mg-1,2%Cr antes y después de ECA.....	65
4.2.2. Microdureza de Al-5%Mg-1,2%Cr antes y después de ECA.....	66
4.3. Caracterización eléctrica.....	67
4.3.1. Optimización de las condiciones del entorno de las medidas eléctricas....	67
4.3.2. Variación de la resistencia y resistividad eléctrica del Al (99,99%) con el ancho de la muestra.....	67
4.3.3. Variación de la resistividad con el espesor de la muestra del Al (99,6%).....	72
4.3.4. Efecto de la deformación ECA en la resistividad eléctrica de la aleación Al-5%Mg-1,2%Cr.....	80
5. CONCLUSIONES.....	85
Líneas futuras.....	89
6. REFERENCIAS.....	91
7. ANEXO.....	95
Plano del portamuestra	

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1. Esquema que muestra la metodología del trabajo llevado a cabo en la realización del proyecto.....	5
Figura 2.1. Curvas que muestran las diferentes contribuciones de la resistividad.....	12
Figura 2.2. Efecto del contenido de impurezas y deformación en Aleaciones Cu-Ni.....	13
Figura 2.3. Resistividad eléctrica en función de la temperatura en Fe, Co y Ni.....	14
Figura 2.4. Esquema que representa las colisiones de los electrones en su movimiento con el entorno.....	16
Figura 2.5. Vacante.....	17
Figura 2.6. Defecto Intersticial.....	18
Figura 2.7. Impurezas o reemplazamientos.....	18
Figura 2.8. Solución sólida por sustitución de Cobre y Níquel.....	19
Figura 2.9. Impurezas intersticiales de Carbón en hierro.....	19
Figura 2.10. Defecto Frenkel.....	20
Figura 2.11. Defecto Schottky.....	20
Figura 2.12. Defecto por reemplazamiento por iones de diferente carga.....	20
Figura 2.13. Dislocación de cuña.....	21
Figura 2.14. Dislocación helicoidal.....	21
Figura 2.15. Dislocación mixta.....	22
Figura 2.16. Frontera de grano.....	23
Figura 2.17. Cristales de yeso sin maclar y macla de yeso.....	24
Figura 2.18. Gráfico de la curva esfuerzo-deformación unitaria del material.....	25
Figura 2.19. Gráfico que relaciona la deformación plástica con la recuperación del material.....	26
Figura 2.20. Gráfico que relaciona el esfuerzo y la deformación para un metal real.....	27
Figura 2.21. Gráfico que relaciona el grado de endurecimiento para los materiales A y B en base a la misma deformación.....	27
Figura 2.22. Esquema de medida de resistencia a dos puntas.....	29
Figura 2.23. Esquema para medida de resistencia a cuatro puntas.....	30
Figura 2.24. Gráfico que representa los puntos de medición según Van der Pauw en una muestra.....	31
Figura 2.25. Circuito de conexión con el amperímetro y voltímetro y circuito eléctrico equivalente con la resistencia de los contactos R_c y la de la muestra R_s	32
Figura 2.26. Esquemas del conexionado de la instrumentación a la muestra según el método de la resistencia extendida.....	33
Figura 2.27. Esquemas de la geometría del contacto puntual con la muestra.....	33
Figura 2.28. Esquema de la disposición de los contactos según el método de 4 puntas.....	34
Figura 2.29. Esquemas que representan el espaciado (s), el ancho (d) y la longitud (a) de una muestra circular y otra rectangular.....	36
Figura 2.30. Gráfico con las curvas tabuladas de los factores de corrección f_1 para corregir el valor de resistividad de una muestra, en función de t/s (espesor/espaciado).....	37
Figura 2.31. Gráfico con las curvas tabuladas de los factores de corrección f_2 para corregir el valor de resistividad de una muestra, en función de d/s (ancho/espaciado).....	38

Figura 3.1. Pulidoras empleadas en el desbaste y pulido.....	41
Figura 3.2. Microscopio óptico (Nikon Eclipse-Modelo ME 600).....	42
Figura 3.3. a) Microdurómetro empleado para las medidas de microdureza Vickers (Future-Tech-Corp-Modelo FM-100e). b) Esquemas del indentador piramidal Vickers y de su impronta. c) Huella piramidal por microindentación Vickers.....	43
Figura 3.4. Panel frontal del nanovoltímetro Keithley 182.....	44
Figura 3.5. Panel frontal del SourceMeter Keithley 2410.....	46
Figura 3.6. Conexión típica de prueba en el nanovoltímetro Keithley 182.....	46
Figura 3.7. Configuración de conexión para la medida a dos (a) y cuatro (b) puntas con el SourceMeter Keithley 2410 desde el panel frontal.....	47
Figura 3.8. Pantalla de presentación de la aplicación a fin.....	48
Figura 3.9 Imágenes del porta muestra empleado en los experimentos.....	51
Figura 3.10. Conexión y polaridad del porta muestra con la instrumentación.....	51
Figura 3.11. Esquema que ilustra el sistema ECA y las diferentes rutas establecidas para procesar los materiales por deformación severa plástica.....	52
Figura 4.1. (a) Microestructura del aluminio 99,6% y (b) Aluminio 99,99%.....	60
Figura Microestructura del Al (99,6%) procesado por ECA hasta 8 pasadas vía: (a) ruta Ba y (b) ruta C.....	61
Figura 4.3. Esquema que ilustra la zona en la cual se realizaron las medidas de microdureza.....	62
Figura 4.4. Microdureza a lo largo del eje que une las puntas de medida de resistencia eléctrica del Al antes y después de ECA.....	62
Figura 4.5. Micrografía de MO que muestra la microestructura de partida de Al-5%Mg-1,2%Cr antes de ECA.....	63
Figura 4.6. Microestructura de Al-5% Mg-1,2%Cr procesado por ECA: (a) 1p/200°C, (b) 2pB/200°C, (c) 2pC/200°C, (d) 1p/300°C, (e) 2pB/300°C y (f) 2pC/300°C. La escala en (f) es la misma para todas las micrografías (MO).....	65
Figura 4.7. Dureza de la aleación Al-5%Mg-1,2%Cr en su estado inicial y después de ECA.....	66
Figura 4.8. Voltaje en función de la corriente para un espaciado de 10 mm (Al (99,99%)).....	68
Figura 4.9. Voltaje en función de la corriente para un espaciado de 5 mm (Al (99,99%)).....	69
Figura 4.10. Resistencia y resistividad eléctrica frente a la razón ancho/espaciado para el Al (99,99%).....	71
Figura 4.11. Factor de corrección f_2 en función del cociente ancho/espaciado teórico y experimental.....	72
Figura 4.12. Resistencia eléctrica frente a la resistividad eléctrica del Al (99,6%) en función de la razón espesor/espaciado (t/s).....	73
Figura 4.13. Gráfico con los valores de voltaje respecto a corriente para un espaciado de 5 y 10 mm para aluminio deformado 8pB por ECA a temperatura ambiente.....	76
Figura 4.14. Gráfico con los valores voltaje respecto a corriente para un espaciado de 5 y 10 mm para Al (99,6%) deformado 8pC por ECA a temperatura ambiente.....	76
Figura 4.15. Microdureza y resistividad del Al (99,6%) en estado inicial y después de ECA.....	78
Figura 4.16. Difractograma de rayos X del Al (99,6%): (a) estado de	



partida, (b) 8pC/25° y (c) 8pB/25°.....79

Figura 4.17. Curvas de voltaje respecto a la corriente de la aleación en estado inicial después de la deformación pro ECA a 200 °C..... 81

Figura 4.18. Curvas de voltaje respecto a la corriente de la aleación en estado inicial después de la deformación pro ECA a 300 °C.....81

Figura 4.19. Microdureza y resistividad de la aleación Al-5%Mg-1,2%Cr de partida y después de ECA a 200°C.....82

Figura 4.20. Microdureza y resistividad de la aleación Al-5%Mg-1,2%Cr de partida y después de ECA a 300°C.....83

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1. Tabla que proporciona resistividad, conductividad y coeficiente térmico de algunos materiales.....	15
Tabla 3.1. Precisión en función del rango y la resolución del instrumento Keithley 182.....	44
Tabla. 3.2. Materiales estudiados y el procesado aplicado en cada caso.....	54
Tabla 4.1. Resistencia eléctrica a diferentes anchos y los factores de corrección correspondientes a un espaciado de $s=10$ mm del Al (99,99%).....	70
Tabla 4.2. Resistencia eléctrica a diferentes anchos y los factores de corrección correspondientes a un espaciado de 5 mm del Al (99,99%).....	70
Tabla 4.3. Resistencia y resistividad para diferentes espesores de la muestra y un espaciado de 10 mm.....	74
Tabla 4.4. Resistencia y resistividad para diferentes espesores de la muestra y un espaciado de 5 mm.....	75
Tabla 4.5. Resistividad del Al (99,6%) deformado 8pB/25° y 8pC/25° por ECA para un espaciado de 10 mm.....	77
Tabla 4.6. Resistividad del Al (99,6%) deformado 8pB/25° y 8pC/25° por ECA para un espaciado de 5 mm.....	77
Tabla 4.7. Resistencia y resistividad eléctrica de la aleación Al-5%Mg-1,2%Cr.....	80



1. OBJETIVOS



1. OBJETIVOS DEL PROYECTO

En este proyecto fin de carrera titulado: "EFECTO DE LA DEFORMACIÓN PLÁSTICA SEVERA EN LA RESISTIVIDAD ELÉCTRICA DE UNA ALEACIÓN Al-5%Mg-1,2%Cr" se pretende estudiar el efecto en la resistividad eléctrica que provocan los cambios microestructurales y mecánicos debidos por la deformación plástica severa (DPS) por medio de la técnica de ECA, en una aleación Al-5%Mg-1,2%Cr procesada por vía pulvimetalúrgica. En paralelo, y con el objetivo de establecer un estándar de medida para reportar los valores nominales de la resistividad eléctrica en esta aleación, se incluirá el estudio de la resistividad del aluminio puro como material de referencia.

Muchos procesos industriales de conformado como la laminación o la extrusión producen notables deformaciones y en ocasiones resultan en cambios microestructurales drásticos que influyen notablemente en las propiedades del material. Sin embargo, para lograr introducir altos grados de deformación acumulado mediante estos procesos, hay que reducir las dimensiones iniciales del material hasta láminas muy delgadas por laminación y filamentos (extrusión) que apenas pueden tener uso en aplicaciones estructurales. Se distinguen dos tipos de procesos termomecánicos de deformación plástica severa; 1) los que llevan a un cambio severo de la geometría inicial del material como la extrusión inversa y la forja múltiple, que están basados en inversión de la trayectoria de la deformación en ciclos sucesivos, 2) el segundo tipo, como por ejemplo la torsión que no requiere cambios en la trayectoria entre ciclos, y mantiene siempre la direccionalidad de la deformación. Este último no es fácilmente extrapolable a escala industrial por lo que su principal aplicación es puramente para investigación y simular los procesos de deformación.

Existen, en paralelo, procesos de deformación plástica severa que introducen muy altos grados de deformación acumulada sin apenas cambios en la geometría de partida del material como es La extrusión en Canal Angular ECA. Esta técnica consiste en presionar una muestra de un material a través de una matriz especial que contiene dos canales de igual sección transversal que se intersecan en ángulo. Este proceso está teniendo un gran impacto en la comunidad científica internacional para desarrollar nuevos materiales estructurales con microestructuras más finas que las que se obtienen, habitualmente, por métodos convencionales (colada y laminación o extrusión) y pueden llegar a tener un grano nanométrico de unos 100 nm. El tamaño de grano tras la solidificación de las aleaciones industriales llega a superar los 100 μm y los procesos de afinamiento de este grano a escala micrométrica requieren introducir deformaciones reales superiores a 7 que no se consiguen por extrusión y laminación convencionales. La posibilidad de cambios de trayectoria en el proceso de ECA permite introducir elevadas deformaciones como se verá en la sección de Técnicas y Ensayos y obtener materiales de diferentes características microestructurales (grano y textura) dependiendo de la ruta aplicada en el procesado. Actualmente, hay pocos estudios que correlacionen la resistividad de aleaciones ligeras con la deformación plástica severa por ECA.

Los objetivos:

Con el presente proyecto se pretende:

- diseñar y poner a punto un sistema de medida para la caracterización eléctrica de la aleación Al-5%Mg-1,2%Cr y del aluminio puro como material de referencia. Se ha utilizado un sistema estándar para los factores de corrección basándose en la literatura establecida para materiales conductores teniendo en cuenta la muy baja resistencia eléctrica que pueden manifestar los materiales que pretendemos caracterizar.
- caracterización microestructural y mecánica tanto de la aleación de Al-5%Mg-1,2%Cr como del aluminio puro en estado inicial y deformado por ECA.
- correlacionar las propiedades microestructurales con la microdureza y resistividad eléctrica.

Por otra parte, desde el punto de vista formativo el proyecto requiere que la persona encargada de realizarlo se familiarice con algunas técnicas básicas de caracterización de las aleaciones metálicas, como la microscopía óptica y los ensayos de microdureza. Asimismo, debe dominar el uso de las técnicas de preparación de muestras para el análisis microestructural. Además, debe adquirir la destreza conceptual y práctica necesaria para el manejo de la instrumentación electrónica de precisión que le permita realizar la caracterización eléctrica en las aleaciones metálicas de baja resistencia eléctrica.

Metodología y plan de trabajo

1. Preparación de las muestras para la realización de las medidas eléctricas
2. Caracterización eléctrica mediante la técnica de 4 puntas
3. Preparación de las muestras para la caracterización metalográfica: técnicas de pulido mecánico y ataque químico
4. Caracterización microestructural por medio de la microscopía óptica: medida de tamaño de grano
5. Caracterización mecánica: ensayos de microdureza Vickers

Es importante mencionar que todos los experimentos y caracterización de materiales que se han llevado a cabo en este proyecto, se han realizado en los laboratorios del Departamento de Física de la Universidad Carlos III de Madrid.

Organigrama del plan de trabajo

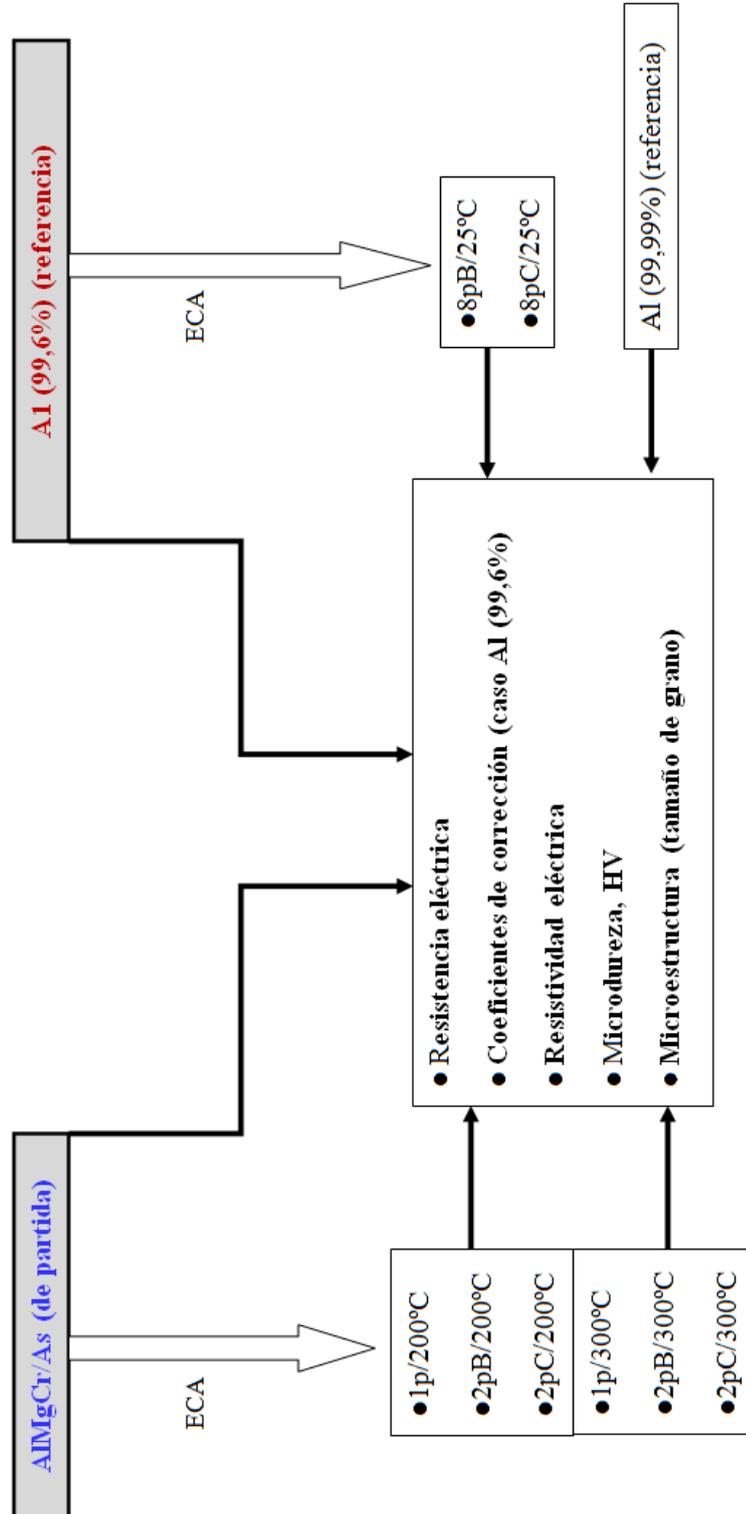


Fig. 1.1. Esquema que muestra la metodología del trabajo llevado a cabo en la realización del proyecto.





2. INTRODUCCIÓN



2. INTRODUCCIÓN

2.1. La resistividad eléctrica

La resistividad es una propiedad volumétrica e intrínseca del material, que indica su resistencia al paso de las cargas eléctricas y es función de la temperatura, de la composición y de la microestructura del material en cuestión [1].

Los materiales que obedecen la ley de Ohm, conocidos como materiales óhmicos, cumplen:

$$R = \frac{V}{I} \quad (2.1)$$

y

$$\rho = R \frac{A}{l} \quad (2.2)$$

donde:

R = resistencia (ohmios, Ω)

V = voltaje (voltios, V)

I = corriente (amperios, A)

ρ = resistividad ($\Omega \cdot m$ ó $\Omega \cdot mm^2/m$)

A = sección transversal de la muestra (mm^2)

l = longitud de la muestra (m)

La resistencia eléctrica R es una propiedad macroscópica proporcional a la resistividad de acuerdo con la ecuación 2.2. El factor de proporcionalidad es el factor (l/A) que da cuenta de la geometría de la muestra. La resistencia eléctrica se determina aplicando la ley Ohm, por lo que hay que conocer la caída de potencial ΔV que surge entre dos puntos cuando se aplica una corriente eléctrica I entre los mismos.

La resistividad eléctrica de un material puede ser modificada por factores tales como el contenido de impurezas, defectos, el grado de deformación y la temperatura. En general, la resistencia eléctrica (y resistividad) de los materiales metálicos crece con la temperatura, ya que las vibraciones de los átomos de la red cristalina aumentan, lo que induce un aumento en la probabilidad de choques entre portadores de carga e iones metálicos (los átomos oscilan en torno a sus posiciones de equilibrio), dificultando así el paso de la corriente eléctrica o del movimiento ordenado de los portadores de carga que se mueven bajo la acción del campo eléctrico aplicado.

El modelo de los “electrones libres” desarrollado en 1900 por “Paul Drude” explica las propiedades de transporte de electrones en materiales, especialmente en metales. Ello permitió relacionar el campo eléctrico con la corriente eléctrica y asimismo predecir la relación entre la conductividad eléctrica y conductividad térmica en materiales metálicos. Este modelo se basa en la aplicación de la teoría cinética a los electrones en un sólido suponiendo que el material contiene iones positivos inmóviles y

un "gas de electrones" clásicos, que no interactúan entre sí, con densidad n , y cuyo movimiento se encuentra amortiguado por una fuerza de fricción, que tiene su origen en las colisiones de los electrones con los iones, caracterizada por un tiempo de relajación τ .

El tiempo de relajación τ viene dado por la expresión:

$$\tau = \frac{m}{ne^2\rho} \quad (2.3)$$

Como se observa, el tiempo de relajación es inversamente proporcional a la resistividad, y conociendo su valor o el de la conductividad eléctrica se puede determinar dicho tiempo. Por otro lado, la movilidad electrónica es directamente proporcional al tiempo de relajación, según la expresión:

$$\mu = \frac{e\tau}{m} \quad (2.4)$$

donde:

- n = densidad electrónica
- e = carga del electrón
- μ = movilidad electrónica (m^2/Vs)
- ρ = resistividad eléctrica (Ωm)
- m = masa del electrón

La contribución de los procesos térmicamente activados en la resistividad está asociada a la temperatura a la cual está sometido el material. A temperatura ambiente, la resistividad eléctrica de la mayoría de los metales está dominada por las colisiones de los electrones de conducción con los fonones (interacción electrón-fonón), mientras que a temperaturas muy bajas, próximas al helio líquido (~ 4.2 K), está dominada por las colisiones con impurezas y defectos de la red. Estas contribuciones son independientes entre sí en buena medida, y por tanto cuando el campo eléctrico aplicado se hace cero, la distribución de momentos de los electrones de conducción debe recuperar la del estado fundamental, es decir que el material manifiesta una relajación durante el periodo τ .

Considerando que las diferentes causas que producen las interacciones con los electrones no están correlacionadas, el tiempo τ puede escribirse como:

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_L} + \frac{1}{\tau_I} + \frac{1}{\tau_M} \quad (2.5)$$

donde:

τ_L = tiempo de relajación para las colisiones con los fonones
 τ_I = tiempo de relajación para las colisiones con los defectos
 τ_M = tiempo de relajación de la interacción con los momentos magnéticos (metales magnéticos)

La resistividad total será la suma de las resistividades asociadas a cada una de las anteriores contribuciones y se relacionan con la resistividad total a través de la regla MATTHIESSEN que nos permite separar y estudiar de forma independiente las distintas contribuciones a la resistividad:

$$\rho = \rho_L + \rho_I + \rho_M \quad (2.6)$$

Resistividad debida a las imperfecciones cristalinas (ρ_I)

Tiene su origen en los defectos puntuales aislados (las vacantes intersticiales e impurezas), dislocaciones (defectos lineales), fronteras de grano (defectos bidimensionales) e inclusiones en volumen del material como precipitados y partículas de segunda fase.

Se supone que la concentración de estas impurezas es lo suficientemente baja como para que no cambie con la temperatura. Además, la contribución de la resistividad a baja temperatura se obtiene extrapolando los datos experimentales obtenidos a altas temperaturas, ya que son despreciables para $T \approx 0K$. La magnitud de esta contribución refleja en cierto modo el grado de imperfección de la red.

- *Resistividad fonónica (ρ_L)*

Tiene su origen en la interacción de los electrones con los fonones. Las vibraciones de la red perturban el potencial periódico al que están sometidos los electrones, aumentando así el número de colisiones. A bajas temperaturas la resistividad fonónica varía con la temperatura siguiendo una ley T^5 . No obstante, al aumentar la temperatura la resistividad pasa por una zona de transición donde el exponente disminuye, y luego sigue una ley lineal con la temperatura.

La variación de la resistividad en un amplio rango de temperaturas está descrita por la ley de Bloch-Grüneisen [2]:

$$\rho_L = C \frac{1}{\theta_D} \left[\frac{T}{\theta_D} \right]^5 \int_0^{\frac{T}{\theta_D}} \frac{x^5}{(e^x - 1)(1 - e^{-x})} dx \quad (2.7)$$

donde:

θ_D = Temperatura de Debye relacionada con la frecuencia máxima de oscilación de los átomos

$$\theta_D \equiv \Theta = \frac{\hbar \omega_{\max}}{k_B} \quad (2.8)$$

En el límite de bajas temperaturas, la integral toma un valor constante tal que:

$$\rho_L = C'T^5; C' = \frac{124.4C}{\theta_D^6} \quad \Leftrightarrow \quad \frac{\theta_D}{T} \gg 1 \quad (2.9)$$

En el límite de altas temperaturas:

$$\rho_L = \frac{C}{\theta_D} \left[\frac{T}{\theta_D} \right]^5 \frac{1}{4} \left[\frac{\theta_D}{T} \right]^4 = \frac{C}{4} \frac{T}{\theta_D^2} \quad \Leftrightarrow \quad \frac{\theta_D}{T} \leq 1 \quad (2.10)$$

En un rango de temperatura ligeramente alto por encima de 10-20 K la contribución predominante en los metales puros es la dispersión de los electrones por los fonones. A temperaturas más altas la contribución de la interacción electrón-fonón crece linealmente con la temperatura.

Este moldeo es simple y a veces las predicciones divergen de los valores experimentales. Sin embargo, si tratamos Θ como un parámetro de ajuste, la ecuación que describe ρ_L predice valores de resistividad aceptables en metales puros en un rango muy amplio de temperaturas.

- Resistividad debido a los efectos magnéticos (ρ_M)

Tiene su origen en la interacción de los electrones con los momentos magnéticos, lo que está determinado por el comportamiento magnético del metal en cuestión.

En la figura 2.1 podemos observar las contribuciones la resistividad total:

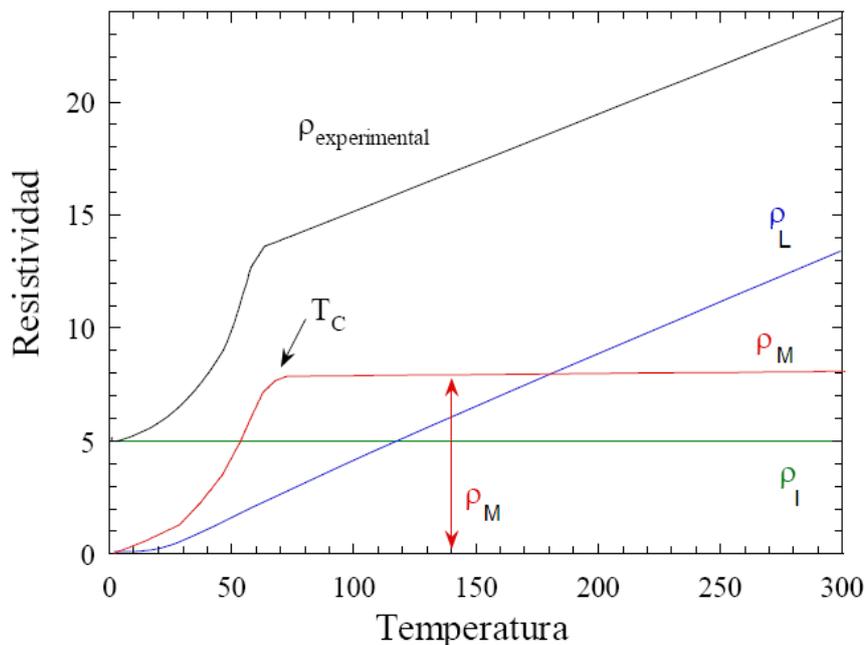


Fig. 2.1. Curvas que muestran las diferentes contribuciones de la resistividad

Nótese que en la curva en rojo (correspondiente a la ρ_M) en la zona paramagnética la resistividad se mantiene constante, ya que para temperaturas $T > T_c$ en la muestra se produce un desorden total (no hay ningún ordenamiento magnético) y la resistividad permanece constante puesto que el desorden no puede aumentar.

A continuación se muestra un ejemplo de la contribución de estas resistividades en aleaciones Cu-Ni. En la figura 2.2 se aprecia como para la curva que representa el cobre puro la contribución predominante es la correspondiente a la resistividad fonónica puesto que está libre de impurezas (la resistividad magnética es despreciable). Además, la resistividad asociada a los defectos de la red cristalina es nula ya que el grado de imperfección del material es insignificante. En cambio, en la curva que muestra el Cu+1,12% at Ni se observa el aumento de la contribución de la resistividad asociada a los defectos por introducir impurezas de níquel en la muestra. Por ello la contribución total es mayor en este último caso. Observamos como a medida que crece el contenido de impurezas aumenta el valor de la resistividad nominal a bajas temperaturas.

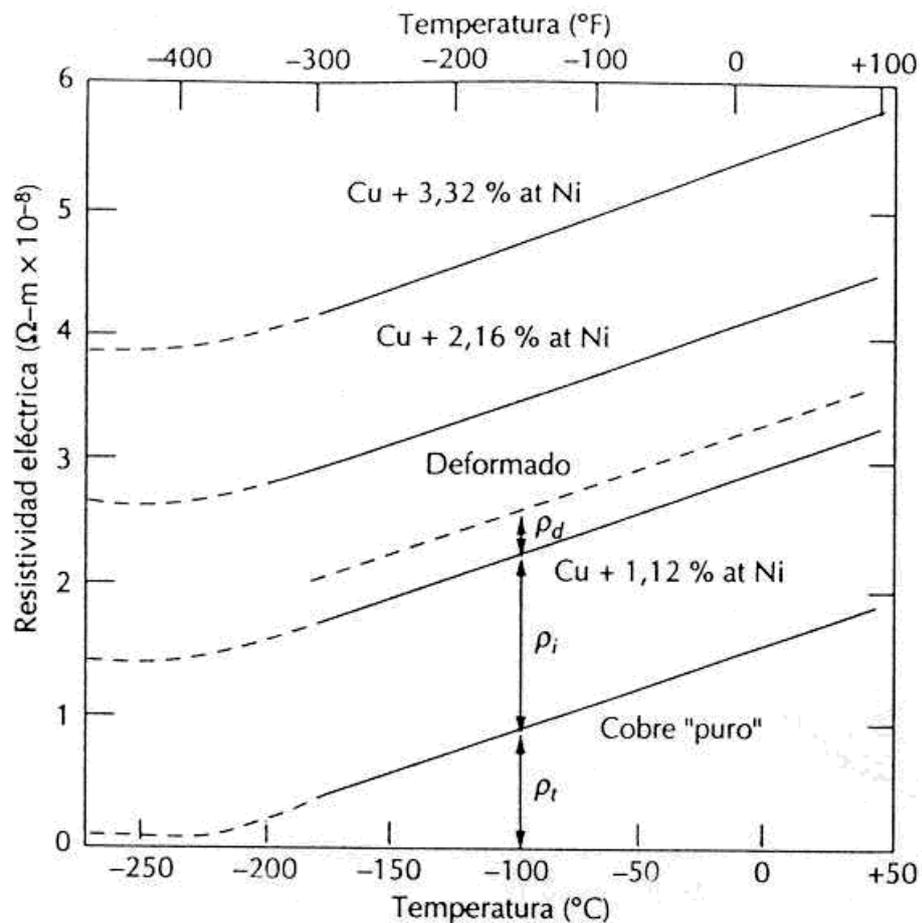


Fig. 2.2. Efecto del contenido de impurezas y deformación en Aleaciones Cu-Ni.

En nuestro caso la contribución principal y relevante será la resistividad debido a los defectos cristalinos (vacantes, dislocaciones, fronteras de grano, etc...), puesto que se trata de un aluminio puro deformado y sin deformar y una aleación AlMgCr que ha sido tratado por un proceso de deformación plástica severa (por ECA). La contribución de la resistividad magnética es despreciable ya que se trata de un material no magnético. En cuanto a la resistividad fonónica, su contribución es constante puesto que el estudio de las medidas eléctricas se realizó a una sola temperatura, temperatura ambiente (25°).

Como señalamos anteriormente la contribución fonónica en el límite de alta temperatura tiene una dependencia lineal con la T. Experimentalmente, existe una dependencia lineal entre la resistividad y la temperatura dada por la ecuación:

$$\rho = \rho_0 (1 + \alpha(T - T_0)) \quad (2.11)$$

donde:

ρ : Resistividad a la temperatura de ensayo (Ωm)

ρ_0 : Resistividad a la temperatura ambiente (Ωm)

α : Coeficiente de temperatura ($^{\circ}\text{C}^{-1}$)

Se observa que para temperaturas cercanas a la de ambiente la variación de la resistividad es despreciable, puesto que el coeficiente de temperatura α es siempre muy pequeño (véase la tabla 2.1). En cambio, cuanto mayor es la temperatura mayor es la contribución fonónica y magnética lo que influye sensiblemente en el valor global de la resistividad (véase la figura 2.3).

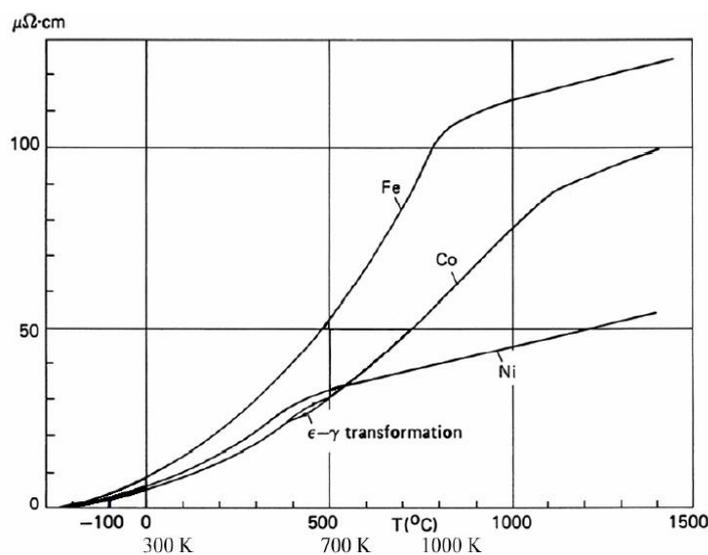


Fig. 2.3. Resistividad eléctrica en función de la temperatura en Fe, Co y Ni.

Tabla 2.1. Tabla que proporciona resistividad, conductividad y coeficiente térmico de algunos materiales.

Material	Resistividad ρ ($\Omega \cdot m$)	Conductividad σ ($\Omega \cdot m$) ⁻¹	Coefficiente Térmico α ($^{\circ}C$) ⁻¹
Elementos			
Plata	1.59×10^{-8}	6.29×10^7	0.0038
Cobre	1.72×10^{-8}	5.81×10^7	0.0039
Aluminio	2.82×10^{-8}	3.55×10^7	0.0039
Tungsteno	5.6×10^{-8}	1.8×10^7	0.0045
Hierro	10.0×10^{-8}	1.0×10^7	0.0050
Platino	10.6×10^{-8}	1.0×10^7	0.0039
Aleaciones			
Bronce	7×10^{-8}	1.4×10^7	0.0020
Manganina	44×10^{-8}	0.23×10^7	1.0×10^{-5}
Nicromo	100×10^{-8}	0.1×10^7	0.0004
Semiconductores			
Carbón (grafito)	3.5×10^{-5}	2.9×10^{-4}	-0.0005
Germanio (puro)	0.46	2.2	-0.0480
Silicio (puro)	640	1.6×10^{-3}	-0.0750
Aislantes			
Cristal	$10^{10} - 10^{14}$	$10^{-14} - 10^{-10}$	
Sulfuro	10^{15}	10^{-15}	
Cuarzo (fundido)	75×10^{16}	1.33×10^{-18}	

De igual modo la resistencia sigue una ley lineal con la temperatura que viene dada por la ecuación 2.12. Las pequeñas variaciones de temperatura entorno al ambiente (296 ± 2) K no afectan para nada las medias de resistencia y asimismo la resistividad.

$$R = R_0 (1 + \alpha(T - T_0)) \quad (2.12)$$

Como se ha mencionado anteriormente, es de esperar que el valor de resistividad de los materiales varíe según la cantidad de defectos y deformación introducidos en el material. En un metal con defectos, la movilidad y la velocidad de las cargas eléctricas dependen críticamente del número y tipo de defectos estructurales. Teniendo en cuenta que en su movimiento por el material las cargas eléctricas colisionan con el entorno, a mayor número de defectos, menor distancia entre colisiones (las colisiones se resisten al movimiento libre de carga eléctrica y limitan su velocidad hasta cierto valor máximo), también menor movilidad, lo que se traduce en una disminución de la conductividad eléctrica y por tanto un aumento de la resistividad eléctrica (véase la figura 2.4). Por ello, se puede pensar en que la resistividad eléctrica tiene una conexión directa con la cantidad de impurezas y defectos presentes en el material [3].

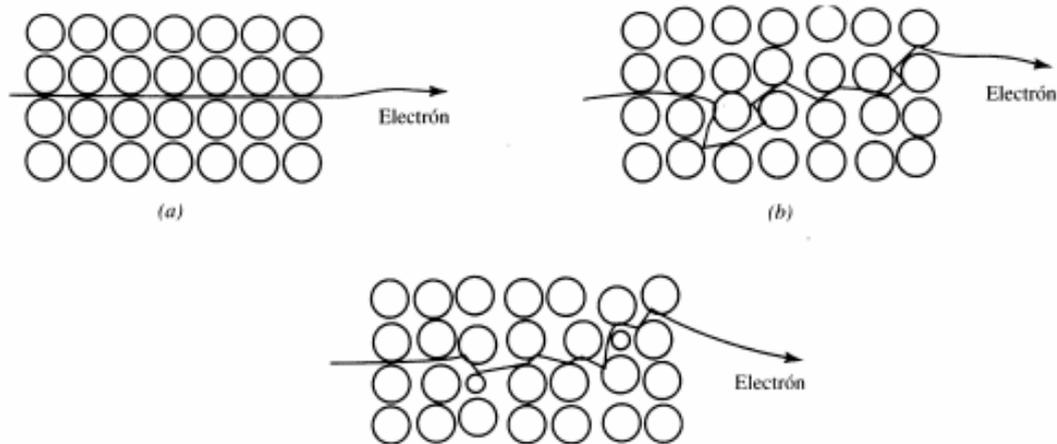


Fig. 2.4. Esquema que representa las colisiones de los electrones en su movimiento con el entorno.

2.2. Defectos e imperfecciones cristalinas

No existen cristales reales perfectos, en verdad estos por lo general contienen algún tipo de imperfección y defecto que afectan a sus propiedades físicas tal y como la conductividad eléctrica, la resistividad y a sus propiedades mecánicas como la resistencia mecánica y ductilidad. Por otra parte es importante resaltar que la densidad de defectos puede variar en función del grado de deformación introducido al material lo que puede influir consecuentemente en el valor de la resistencia eléctrica y resistividad. Cuanto mayor es el número de imperfecciones y defectos en un material, mayor es el incremento de resistividad eléctrica que sufrirá el mismo.

Las imperfecciones se clasifican según su geometría y forma de la siguiente manera [4]:

- Vacantes y átomos de impurezas (intersticiales y sustitucionales), defectos puntuales o de dimensión cero
- Dislocaciones, defectos lineales o dislocaciones
- Fronteras de grano, defectos de dos dimensiones

También deben incluirse los defectos macroscópicos tales como fisuras, poros y las inclusiones extrañas.

2.2.1. Defectos puntuales

- **Vacantes**

Constituye el defecto puntual más simple. Es un hueco creado por la pérdida de un átomo que se encontraba en esa posición. Puede producirse durante la solidificación por perturbaciones locales durante el crecimiento de los cristales. También puede producirse por reordenamientos atómicos en el cristal ya formado como consecuencia de la movilidad de los átomos. (Figura 2.5.)

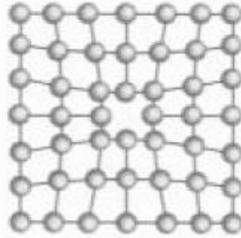


Fig. 2.5. Vacante.

El número de vacantes en equilibrio N_V aumenta con la temperatura de acuerdo con la ley:

$$N_V = N \frac{-Q}{KT}$$

donde:

N_V es el número de vacantes por metro cúbico

N es el número de puntos en la red por metro cúbico

Q es la energía requerida para producir una vacante (J/átomo)

T es la temperatura (en °K)

K es la constante de Boltzmann de los gases, 1.38×10^{-23} J/átomo°K u $8.62 \cdot 10^{-5}$ eV/átomo°K.

Las vacantes cuya concentración puede llegar a 1 por cada 10000 átomos son las imperfecciones más comunes en los cristales. Estas pueden difundirse en el material, cambiando su posición con respecto a sus vecinos. Este proceso de difusión es el mecanismo más importante que otorga el desplazamiento de los átomos en el estado sólido, sobre todo a altas temperaturas. Por otra parte, las vacantes de no equilibrio tienen mayor tendencia a agruparse formando clusters que formando divacantes o trivacantes.

○ Defectos intersticiales

En ocasiones, un átomo extra se inserta dentro de la estructura de la red en una posición que normalmente no está ocupada formando un defecto llamado “Defecto intersticial”. Generalmente este tipo de defecto introduce relativamente grandes distorsiones en su entorno puesto que normalmente el átomo es sustancialmente más grande que la posición intersticial en la que se sitúa. Consecuentemente la formación de este defecto no es muy probable. Se puede introducir en una estructura por radiación. (Figura 2.6.)

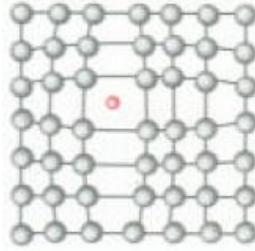


Fig. 2.6. Defecto Intersticial.

○ Impurezas en sólidos

Este defecto se introduce cuando un átomo es reemplazado por un átomo diferente. El átomo sustituyente puede ser más grande que el átomo original y en ese caso los átomos de alrededor están en compresión o puede ser más pequeño que el átomo original y en este caso los átomos circundantes estarán en tensión. Este defecto puede ser una impureza o un elemento de aleación. (Figura 2.7.).

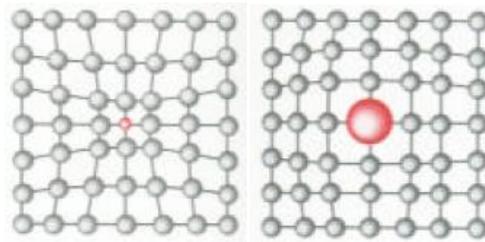


Fig. 2.7. Impurezas o reemplazamientos.

Dependiendo de la clase de impureza que se encuentra en el cristal, de su concentración y de la temperatura, se formará en el cristal una solución sólida. Cuando se habla de solución sólida hay que aclarar algunos términos:

- Soluto: Es el elemento o compuesto dentro de la solución sólida, que se encuentra en menor concentración
- Solvente: Es el elemento dentro de la solución sólida, que se encuentra en mayor concentración.

Una solución sólida se forma cuando átomos de soluto se adicionan al material y la estructura cristalina original se mantiene. Se puede asimilar a una solución líquida en la que también los átomos que constituyen las impurezas (soluto) están distribuidos al azar y uniformemente dispersos dentro del sólido.

Los defectos puntuales de impurezas dentro de las soluciones sólidas pueden generarse por dos mecanismos:

- Sustitución: Aquí el soluto o las impurezas reemplazan a átomos originales. Esto se da cuando los átomos que constituyen el soluto y el solvente cumplen los siguientes requerimientos (Reglas de Hume-Rothery):

- o Los radios atómicos no difieran más del 15%
- o Las estructuras cristalinas deben ser las mismas
- o Las electronegatividades deben ser similares ya que de otra manera reaccionarían y se formarían nuevos compuestos
- o Deben tener la misma valencia

Un ejemplo de solución sólida en metales lo constituyen el Cobre y el Níquel. (Figura 2.8.)

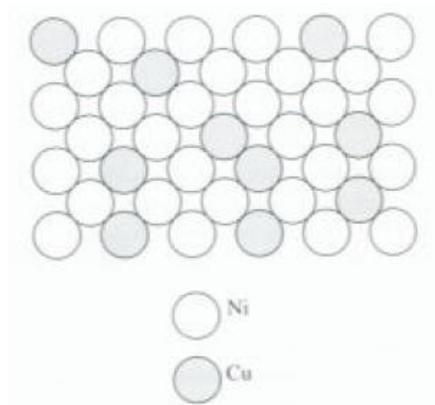


Fig. 2.8. Solución sólida por sustitución de Cobre y Níquel.

- Intersticial: Aquí los átomos de las impurezas llenan los vacíos o intersticios dentro del material original. En la mayoría de los materiales metálicos el empaquetamiento atómico es alto y los intersticios son pequeños. Consecuentemente los diámetros de los átomos que constituyen las impurezas intersticiales deben ser sustancialmente más pequeños que los del material original, razón por la cual este defecto es mucho menos común. Un ejemplo de este tipo de impureza por sustitución lo constituyen el carbón y el hierro. En una solución sólida de estos dos elementos, el carbón puede sustituir al hierro en no más del 2%. (Figura 2.9.)

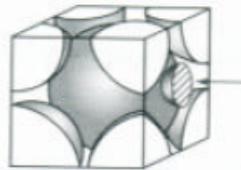


Fig. 2.9. Impurezas intersticiales de Carbono en hierro.

Otros defectos puntuales importantes son:

- o **Defecto Frenkel**

Es una imperfección combinada vacante – defecto intersticial. Ocurre cuando un ion salta de un punto normal dentro de la red a un sitio intersticial dejando entonces una vacante. (Figura 2.10.)

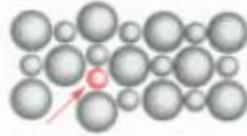


Fig. 2.10. Defecto Frenkel.

- **Defecto Schottky**

Es un par de vacantes en un material con enlaces iónicos. Para mantener la neutralidad, deben perderse de la red tanto un catión como un anión. (Figura 2.11.)

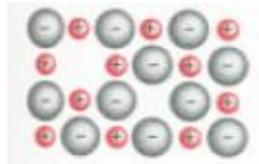


Fig. 2.11. Defecto Schottky.

Otro defecto puntual importante ocurre cuando un ion de una carga reemplaza otro ion de diferente carga. Por ejemplo un ion de valencia +2 reemplaza a un ion de valencia +1. En este caso una carga extra positiva se introduce dentro de la estructura. Para mantener un balance de carga, se debe crear una vacante de una carga positiva (Enlaces iónicos), como se puede ver en la Figura 2.12.

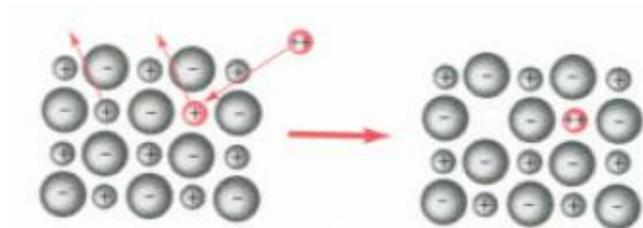


Fig. 2.12. Defecto por reemplazamiento por iones de diferente carga.

2.2.2. Defectos lineales (Dislocaciones)

Son defectos que dan lugar a una distorsión de la red centrada en torno a una línea. Se crean durante la solidificación de los sólidos cristalinos o por deformación plástica, por condensación de vacantes.

Hay dos tipos de dislocaciones, las de cuña y las helicoidales. También puede darse una combinación de ambas, denominada dislocación mezcla.

○ **Dislocación cuña**

Se crea por inserción de un semiplano adicional de átomos dentro de la red. Los átomos a lado y lado del semiplano insertado se encuentran distorsionados. Los átomos por encima de la línea de dislocación, que se encuentra perpendicular al plano de la página, en el punto donde termina el semiplano insertado, se encuentran comprimidos y los que están por debajo se encuentran apartados. Esto se refleja en la leve curvatura de los planos verticales de los átomos más cercanos del extra semiplano. La magnitud de esta distorsión decrece con la distancia al semiplano insertado.

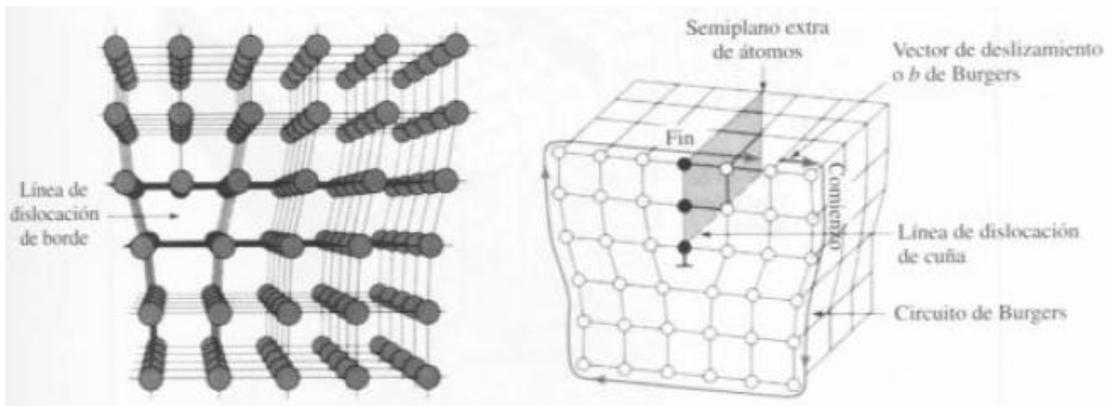


Fig. 2.13. Dislocación de cuña.

La distancia de desplazamiento de los átomos en torno a una dislocación se llama deslizamiento o vector de Burgers y es perpendicular a la línea de dislocación de cuña.

○ **Dislocación helicoidal**

Esta dislocación se forma cuando se aplica un esfuerzo de cizalladura en un cristal perfecto que ha sido separado por un plano cortante. Figura 2.14.

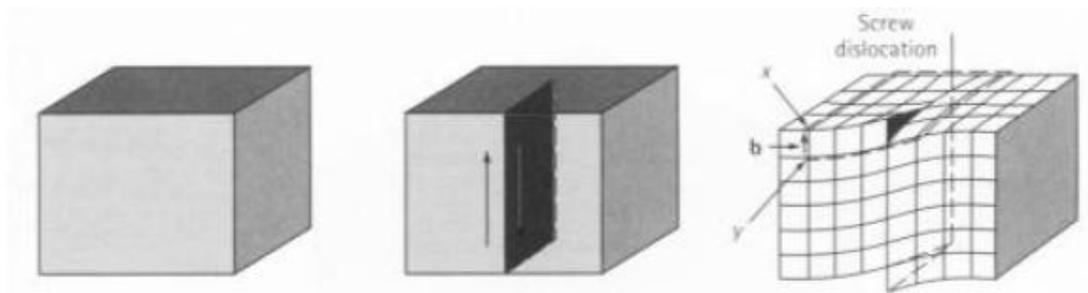


Fig. 2.14. Dislocación helicoidal.

Aquí el vector de Burgers o de desplazamiento es paralelo a la línea de dislocación.

- **Dislocación mixta**

Con frecuencia los cristales exhiben mezcla de las dislocaciones anteriores. Su vector de Burgers no es ni perpendicular ni paralelo a la línea de dislocación, pero mantiene una orientación fija en el espacio. La estructura atómica local en torno a la dislocación mixta es difícil de visualizar, pero el vector de Burgers proporciona una descripción conveniente y sencilla. (Fig.2.15.)

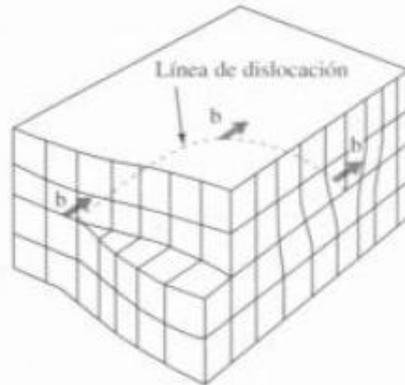


Fig. 2.15. Dislocación mixta.

Significado de las dislocaciones

Aunque los deslizamientos o desplazamientos atómicos pueden ocurrir en cerámicos y polímeros, estos procesos son particularmente útiles para entender el comportamiento mecánico de los metales. Primero, el deslizamiento atómico explica por qué la resistencia de los metales es mucho más baja que el valor teórico predicho de los enlaces metálicos. Cuando los deslizamientos ocurren, solo una pequeña fracción de todos los enlaces metálicos a lo largo de la interfase necesitan ser rotos y la fuerza requerida para deformar el metal es pequeña. Segundo, los deslizamientos proveen ductilidad en los metales. Si no estuvieran presentes las dislocaciones, una barra de hierro sería frágil y los metales no podrían ser moldeados por varios procesos tales como forjado. Tercero, es posible controlar las propiedades mecánicas de un metal o aleación interfiriendo con el movimiento de las dislocaciones. Un obstáculo introducido dentro del cristal evita que una dislocación se deslice a menos de que se aplique una fuerza muy grande.

Es posible encontrar un gran número de dislocaciones en los materiales. La densidad de las dislocaciones o longitud total de las dislocaciones por unidad de volumen, se usa generalmente para representar la cantidad de dislocaciones presentes. Densidades de dislocaciones de 10 m/mm^{-3} son típicas de los metales más suaves, mientras que densidades de dislocaciones superiores a 1000 Km/mm^{-3} se pueden conseguir deformando el material.

2.2.3. Defectos interfaciales o superficiales

Los defectos superficiales son los límites o bordes o planos que dividen un material en regiones, cada una de las cuales tiene la misma estructura cristalina pero diferente orientación.

- **Superficie externa**

Las dimensiones exteriores del material representan superficies en las cuales la red termina abruptamente. Los átomos de la superficie no están enlazados al número máximo de vecinos que deberían tener y por lo tanto, esos átomos tienen mayor estado energético que los átomos de las posiciones internas. Los enlaces de esos átomos superficiales que no están satisfechos dan lugar a una energía superficial, expresada en unidades de energía por unidad de área (J/m^2 o Erg/cm^2). Además la superficie del material puede ser rugosa, puede contener pequeñas muescas y puede ser mucho más reactiva que el resto del material.

- **Frontera de grano**

Se puede definir como la superficie que separa los granos individuales de diferentes orientaciones cristalográficas en materiales policristalinos como se observa en la figura 2.16.

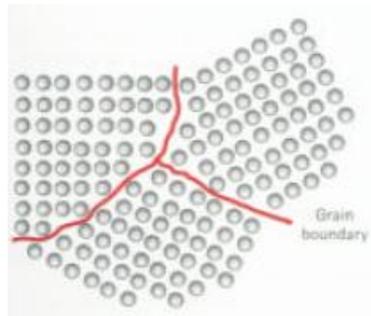


Fig. 2.16. Frontera de grano.

La frontera de grano es una zona estrecha en la cual los átomos no están uniformemente separados, o sea que hay átomos que están muy juntos causando una compresión, mientras que otros están separados causando tensión. De cualquier forma las fronteras de grano son áreas de alta energía y hace de esta región una más favorable para la nucleación y el crecimiento de precipitados.

- **Maclas**

Una macla es un tipo especial de límite de grano en el cual los átomos de un lado del límite están localizados en una posición que es la imagen especular de los átomos del otro lado (véase figura 2.17).

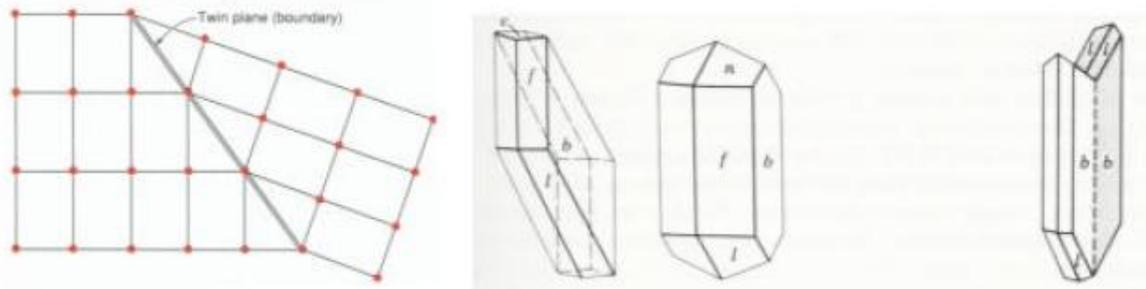


Fig. 2.17. Cristales de yeso sin maclar y macla de yeso.

En nuestro caso, los aluminios puros sin deformar presentarán por lo general cierto número de vacantes y dislocaciones, al igual que la aleación AlMgCr sin deformar, que además contiene una solución sólida de magnesio en aluminio. En el proceso de ECA la microestructura se transforma de una estructura con granos gruesos en otra más fina. Ello quiere decir que, dependiendo del estado de deformación, puede haber más o menos densidad de fronteras de granos que se introducen en el material que encierran una notable densidad de dislocaciones. Además, puede haber la formación de distorsiones alrededor de las partículas de segunda fase y precipitados. Todo ello constituye defectos de todo tipo que puede influir en las propiedades del material.

2.3. Endurecimiento por deformación plástica

El endurecimiento por deformación plástica a temperaturas muy inferiores a la de fusión del metal, es el fenómeno por medio del cual un metal dúctil se vuelve más duro a medida que es deformado plásticamente [5,6]. El mecanismo que controla la deformación durante el endurecimiento consiste en el movimiento e interacción entre dislocaciones presentes en el material cuando está sometido a cargas externas, causando así una deformación plástica del mismo. Durante la deformación, la densidad de dislocaciones aumenta lo que resulta en una mayor interacción entre las dislocaciones perturbando asimismo su deslizamiento. Consecuentemente, el material requiere mayor fuerza en el transcurso de la deformación; en otras palabras el material se endurece por deformación (zona señalada con línea discontinua en curva de Tensión (σ) - deformación (ϵ) en Fig. 2.18). En teoría este endurecimiento por deformación puede conllevar consigo un aumento en la resistividad eléctrica, ya que la densidad de obstáculos al movimiento de la corriente aumenta.

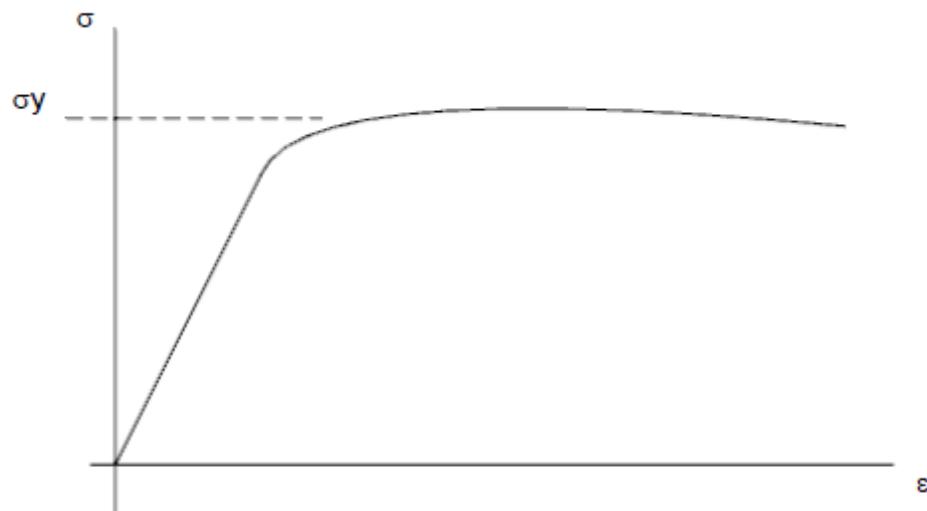


Fig. 2.18. Curva tensión-deformación de un material en tracción.

En general, además de los procesos de endurecimiento, ocurren en paralelo procesos de recuperación que tienden a disminuir la densidad de dislocaciones durante el progreso de la deformación plástica. La competición entre ambos procesos, de endurecimiento y ablandamiento es la que define el comportamiento de la curva (σ) - (ϵ). En Fig. 2.19 se ilustra un ejemplo en el cual ambos procesos se igualan. En este estado la velocidad de creación de dislocaciones es igual a la velocidad de aniquilación de las mismas dando lugar a un estado de tensión constante, o lo que se denomina estado estacionario.

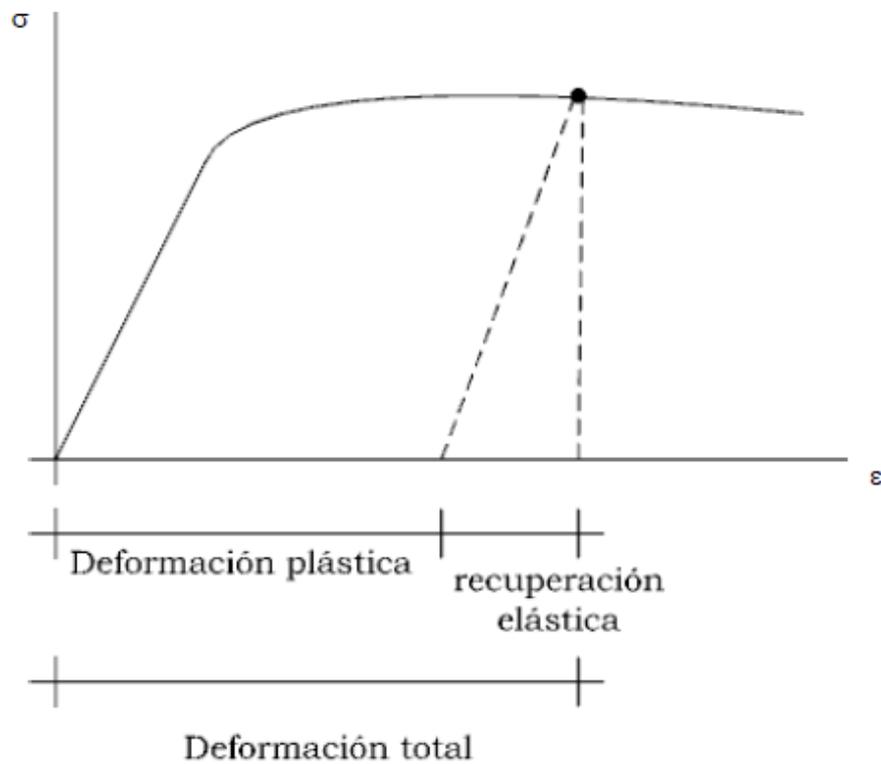


Fig. 2.19. Curva tensión-deformación de un material en tracción. El punto pertenece al estado de tensión constante o estacionario.

La forma de la curva (σ) - (ϵ) de un material en tracción puede variar dependiendo de la microestructura, velocidad de deformación y temperatura. Los procesos de endurecimiento y ablandamiento interactúan entre sí de manera compleja lo que hace que la predicción de la curva se desvíe de la teórica tal como se ve en Fig. 2.20. En este caso, por ejemplo, los procesos de endurecimiento predominan hasta el máximo de la curva a partir del cual los procesos de ablandamiento controlan la deformación.

Un aumento de la temperatura de ensayo hace aumentar la contribución de los procesos de recuperación. En general, para temperaturas superiores a 0,4 la temperatura de fusión del material, los procesos difusivos son más activos. En este rango de temperaturas la eliminación de dislocaciones entre sí por el fenómeno de escalada de dislocaciones es importante. Por otra parte, la deformación en frío que causa un aumento en densidad de dislocaciones, introduce cambios drásticos en la forma y tamaño de grano por deformación. La combinación de los granos deformados con el aumento de dislocaciones se traduce en tensiones residuales dentro del material. Asimismo, este cambio en el estado del material puede en paralelo influir sobre las propiedades eléctricas.

Cabe señalar que la restauración de las propiedades del material después de una deformación en frío puede surgir por dos procesos importantes que ocurren a altas temperaturas, como son la recuperación, recristalización y/o crecimiento del grano. Durante la recuperación, parte de la energía interna en el material es liberada a causa del movimiento de dislocaciones por difusión. La densidad de dislocaciones disminuye y su configuración evoluciona hacia una estructura de equilibrio. Ello, también hace que algunas propiedades físicas como la conductividad eléctrica y térmica se restauren a los valores previos a la deformación. Aún cuando la recuperación es completa, los granos a menudo poseen un estado de elevada energía. Así la recristalización tiende a disminuir esa energía por formación de nuevos granos libres de deformación y con baja densidad de dislocaciones. La fuerza que produce esta nueva estructura de granos es la diferencia entre la energía interna del material deformado y no deformado.

Los nuevos granos se forman de núcleos pequeños que crecen hasta consumir por completo los granos deformados originales. Este proceso que depende tanto de la temperatura como del tiempo al que está expuesto el material requiere en principio una difusión de corto alcance. En general, la temperatura de recristalización se encuentra entre un tercio y la mitad de la temperatura de fusión absoluta del metal, y depende de varios factores, incluidos la cantidad de trabajo en frío y la pureza de la aleación. La recristalización ocurre más rápido en los metales puros que en las aleaciones, por lo tanto, al alear un metal se incrementa su temperatura de recristalización.

Por ello las operaciones de deformación plástica se realizan a menudo a temperaturas por encima de la temperatura de recristalización en la cual la microestructura es dúctil y pueden lograrse grandes deformaciones plásticas. Los granos libres de deformación pueden seguir creciendo si el metal se mantiene a la temperatura elevada, aún después de que la recristalización haya finalizado, lo que se denomina crecimiento de grano. Este fenómeno ocurre debido a que a medida que el grano crece, el área total de las fronteras de los granos decrece, disminuyendo por tanto la energía total almacenada en el material.

2.4. Estándares de medida para la caracterización eléctrica

En este apartado describiremos los métodos o técnicas de medida más utilizados para determinar la resistencia de una muestra y su valor de resistividad eléctrica [7].

Para medir valores de resistencia pequeños ($<10\Omega$) se puede utilizar una fuente de corriente de (100mA, 1A) y medir la tensión generada en la resistencia “pequeñas caídas de potencial en la muestra” con un nanovoltímetro. Dado los pequeños valores de resistencias a medir, no es necesario apantallamiento de cables o conexiones. En nuestro caso utilizaremos SourceMeter, modelo Keithley 2410 como fuente de excitación “fuente de corriente”, y un nanovoltímetro modelo Keithley 182 para la medida de la caída de potencial en la muestra.

2.4.1. Método de dos puntas

Las medidas de resistencia por el método de dos puntas se realizan mediante el montaje mostrado en circuito de la figura 2.22. Se inyecta una corriente I , la cual es común a todos los elementos del circuito conectados en serie (R_C y R). La corriente produce una caída de potencial total V_M que se mide con un multímetro y que es la suma de las caídas de potencial en los cables o sondas R_C , más la de la muestra R . A partir de los valores de I y V_M se calcula el valor de R con una precisión que dependerá de lo pequeña que sea R_C frente a R .

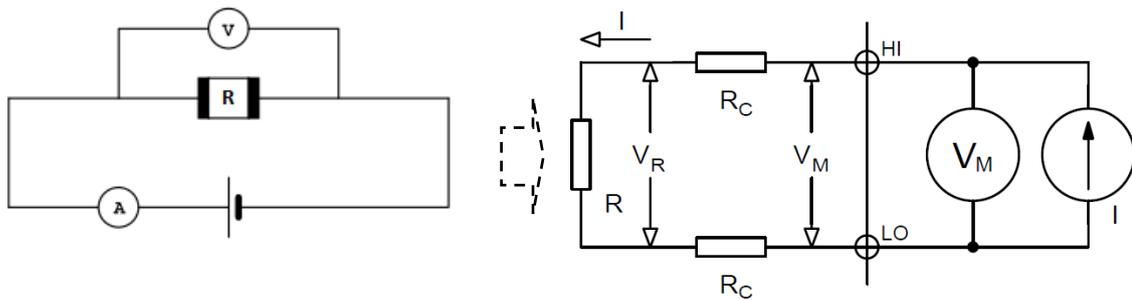


Fig. 2.22. Esquema de medida de resistencia a dos puntas.

donde:

V_M = Voltaje medido por el multímetro

V_R = Caída de potencial en la muestra

R = Resistencia que se quiere medir

R_C = Resistencia de los contactos

I = Corriente inyectada por la fuente

A = Amperímetro medidor de la corriente que circula por la muestra

Siendo la resistencia medida = $R_M = \frac{V_M}{I} = R + 2R_C$

La limitación de este método surge de la imposibilidad de eliminar el efecto de la resistencia de los cables y de los contactos (R_C) en la resistencia a determinar, R . Una vez introducida la corriente de excitación, se producen pequeñas caídas de potencial debido a la resistencia de los cables de conexión y a la resistencia de los contactos (de las pinzas con las puntas de prueba y de las puntas de prueba con la muestra). El voltaje

medido por el voltímetro V_M nunca será igual que V_R , siendo sus valores más próximos en la medida que $R_C \ll R$. Valores típicos de resistencia de los cables que provocan estos errores están en el rango de $1\text{m}\Omega$ a $10\text{m}\Omega$, por lo que es muy difícil de obtener, con el método a dos puntas, medidas exactas de muestra con resistencias inferiores 1Ω ó a 10Ω .

2.4.2. Método de cuatro puntas

El método a cuatro puntas es el método óptimo para medidas de baja resistencia ya que elimina los efectos de la resistencia de los cables, pinzas y de los contactos necesarios para realizar las conexiones. Cualquier caída de tensión en los cables no será medida por el instrumento. Existen pinzas de conexión especiales, llamadas pinzas Kelvin que proporcionan una conexión con baja resistencia eléctrica. La figura 2.23 muestra el montaje eléctrico para la medida de resistencia a cuatro puntas.

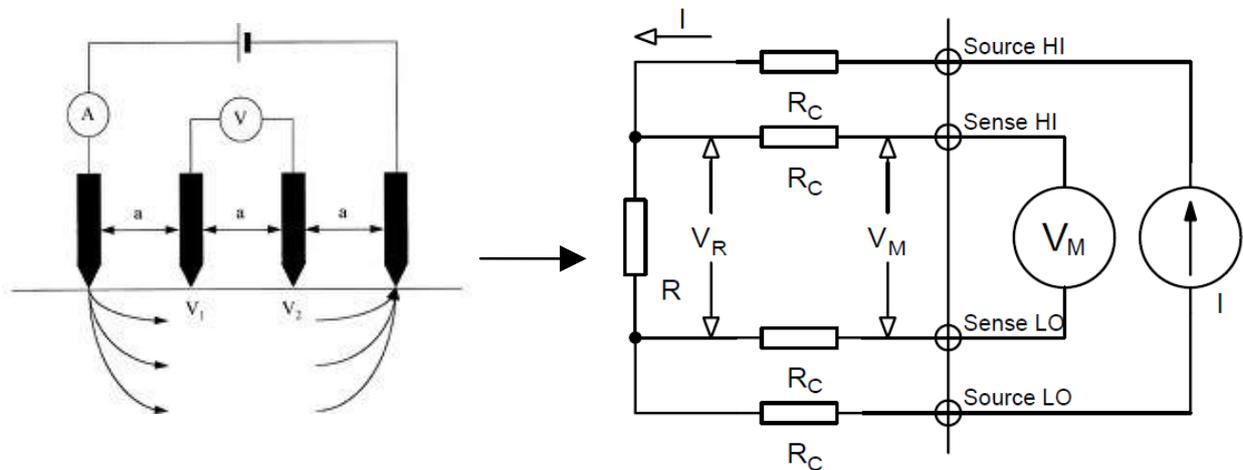


Fig. 2.23. Esquema para medida de resistencia a cuatro puntas.

donde:

V_M = Voltaje medido por el instrumento medidor

V_R = Voltaje de la resistencia medida

R = Resistencia que se quiere medir

R_C = Resistencia de los contactos

I = Corriente inyectada por la fuente

A = Amperímetro medidor de la corriente que circula por la muestra

Siendo la resistencia medida = $R_M = \frac{V_R}{I} = \frac{V_M}{I} = R_M$

Como se observa en la figura, se colocan los 4 contactos en línea, inyectando corriente por los contactos más exteriores y midiendo la caída de potencial en los 2 contactos interiores. Con esta configuración, se fuerza a que la corriente de excitación, I pase por la resistencia a medir, R “muestra bajo estudio” a través de la sonda de la fuente (Source), mientras que el valor de voltaje V_M se mide a través de la sonda de detección (Sense).

El voltímetro “nanovoltímetro” debe tener una alta impedancia de entrada, tal que la fuga de corriente hacia su interior sea mínima. Los contactos del potencial sobre la muestra deben estar situados lo suficientemente lejos de los de intensidad para que la corriente que pasa por la muestra a la altura de ellos sea homogénea, sin olvidar que las medidas deben realizarse lo más al centro posible de la muestra para evitar posibles efectos de borde “muestra finita”. Aunque alguna pequeña corriente puede fluir por los cables de detección (Sense), es por lo general insignificante y puede ser ignorada. El voltaje medido por el voltímetro V_M es prácticamente el mismo voltaje V_R que cae en la resistencia R . De este modo, el valor de la resistencia puede ser determinado con mucha más precisión que con el método a dos puntas. Este es el método idóneo para medir la resistencia en materiales semiconductores o conductores que implican la medición de voltajes bajos y donde la resistencia de la sonda metálica y del contacto con la muestra semiconductor o conductora es comparable con la resistencia de la muestra bajo estudio.

Las medidas de resistencia que se describen en este proyecto se realizaron utilizando el método de 4 puntas, puesto que es más robusto que el método de 2 puntas y nos permite eliminar los efectos de la resistencia de los contactos y de la sonda de medida, que en nuestro caso son comparables a los de la muestra. Como se detallará en el capítulo 3 de esta memoria, se ha utilizado un portamuestra diseñado por nosotros en el cual se han colocado 6 contactos en línea que nos permiten realizar medidas a 4 puntas con espaciado de 5 y 10 mm respectivamente.

2.4.3. Método de Van der Pauw

Este método es una variante del método de 4 puntas y permite determinar la resistividad específica de una muestra plana de forma arbitraria, siendo utilizado principalmente para medir resistencias en muestras con geometrías complicadas, mientras se cumplan las siguientes condiciones [8]:

- Los contactos deben estar en el perímetro de la muestra.
- Los contactos deben ser lo suficientemente pequeños.
- La muestra debe ser homogénea en espesor.
- La superficie de la muestra está conectada singularmente, es decir, la muestra no debe tener huecos.

Van der Pauw demostró que, sobre una muestra de forma arbitraria sobre la que se sitúan 4 contactos (véase la figura 2.24) que verifican las condiciones anteriores, la resistividad viene dada por la expresión:

$$\rho = \frac{\pi t}{2 \ln 2} (R_{AB,DC} + R_{BC,AD})$$

donde:

$$R_{AB,DC} = \frac{V_D - V_C}{I_{AB}}; R_{BC,AD} = \frac{V_A - V_D}{I_{BC}}$$

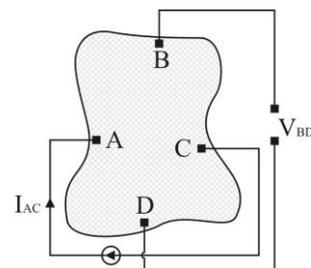


Fig. 2.24. Gráfico que representa los puntos de medición en una muestra según Van der Pauw.

Al igual que el método de 4 puntas, éste permite eliminar el problema del efecto de la resistencia de los contactos en la medida de la resistencia de la muestra. El esquema eléctrico equivalente del circuito se muestra en la figura 2.25. Se supone que la resistencia de los cuatro contactos es la misma e igual a R_c y la resistencia se representa por R_s .

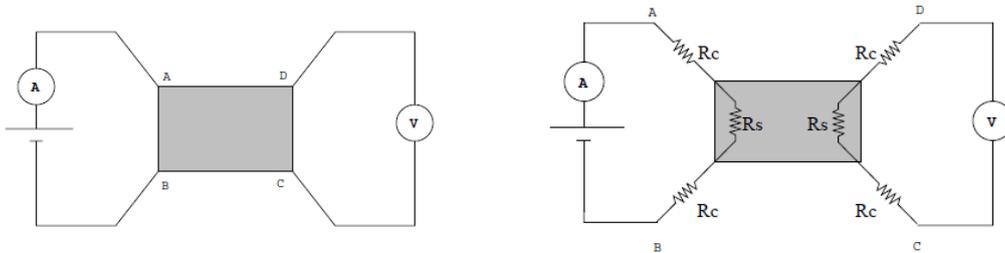


Fig. 2.25. Circuito de conexión con el amperímetro y voltímetro y circuito eléctrico equivalente con la resistencia de los contactos R_c y la de la muestra R_s .

La corriente I_{AB} que mide el amperímetro, vendrá dada por la tensión de la fuente V_G y está limitada tanto por R_s como por $2R_c$. Como los contactos y la muestra están conectados en serie, la corriente I_{AB} será también la que circula a través del conductor:

$$I_{AB} = I \text{ (a través de } R_s) \approx \frac{V_G}{R_s + 2R_c}$$

Por otra parte, el voltímetro V mide la caída de tensión que hay en R_s y en $2R_c$. Como la impedancia de entrada del voltímetro es lo suficientemente alta, no habrá paso de corriente apreciable a través de R_c (será esencialmente un circuito abierto) y el voltímetro medirá únicamente la caída de tensión en el conductor R_s .

El método de Van der Pauw resulta el más idóneo cuando vamos a medir resistencias de muestras conductoras o semiconductoras que posean una geometría laminar con forma complicada. El margen de aplicabilidad de este método, siempre que se utilice la instrumentación adecuada (fuentes de corriente estabilizadas, voltímetros de muy alta impedancia de entrada) es amplísimo, pudiendo medirse con precisión resistividades comprendidas en el margen $10^{-3} \Omega \text{ cm}$ hasta $10^{-6} \Omega \text{ cm}$.

2.4.4. Método de resistencia extendida

Se trata de otro método distinto a los anteriormente expuestos y que es utilizado principalmente en semiconductores.

En la figura 2.26 se muestra el esquema experimental que se utiliza en este método. Según dicha disposición, la resistencia R , que se determina mediante los valores medidos por los multímetros, corresponderá a la resistividad de la muestra en

torno al contacto puntual. Se asume que la resistencia de la sonda es despreciable y que la resistencia del semiconductor es muy pequeña [9].

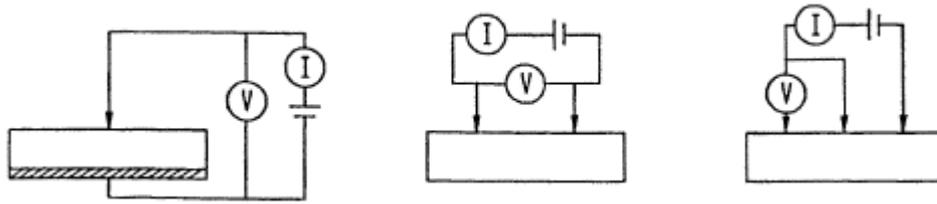


Fig. 2.26. Esquemas del conexionado de la instrumentación a la muestra según el método de la resistencia extendida.

Para el cálculo de la resistividad a partir de la resistencia medida, es necesario conocer la geometría y naturaleza particular del contacto puntual, e incluso la deformación que producirá en la muestra (relacionada con el módulo de Young). A continuación se muestran los dos casos típicos, donde se representa también el valor de la resistividad (véase la figura 2.27).



Fig. 2.27. Esquemas de la geometría del contacto puntual con la muestra.

Las ventajas de este método son su simplicidad y su gran capacidad de resolución espacial, ya que el volumen efectivo que se mide es un cubo con dimensiones D^3 . Por lo tanto es útil para comprobar la homogeneidad y evaluar los defectos superficiales. Por otra parte, la mayor dificultad radica en poder conocer con precisión el área efectiva de contacto.

2.5. Factores de corrección para las medidas de resistividad en muestras finitas por el método de 4 puntas

Como ya se ha expuesto anteriormente, entre los objetivos del proyecto está la determinación de la resistividad eléctrica de muestras metálicas a partir de la medida del valor de su resistencia eléctrica, la cual se realizará utilizando el método de 4 puntas.

El hecho real que las muestras presenten unas dimensiones espaciales finitas, se refleja en los valores experimentales medidos de su resistencia. La forma de eliminar este efecto ha sido ampliamente estudiada y una extensa literatura puede ser consultada [9,10,11,12,13]. A efectos prácticos, el hecho de que una muestra posea dimensiones finitas, se traduce en que en las formulas que se utilizan para el cálculo de la resistividad

eléctrica a partir de la medida de la resistencia, deben incluirse algunos términos denominados factores de corrección que nos permiten obtener un valor de la resistividad más próximo al valor teórico para dicho material. Estos factores de corrección son muy dependientes del método de medida y de que las dimensiones de la muestra cumplan determinadas relaciones geométricas. Este hecho se recoge en el estándar o criterios de medida bajo los cuales las medidas experimentales de la resistencia para cada método específico de medida deben ser realizadas.

A continuación discutiremos las expresiones y el origen de los factores de corrección que deben ser aplicados al cálculo de la resistividad de una muestra conductora con fronteras contenidas por un medio no conductor, con dimensiones que cumplen determinadas relaciones geométricas y cuyo método para la medida de la resistencia es el de 4 puntas ^[14] (véase la figura 2.28).

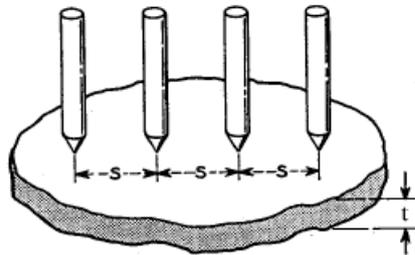


Fig. 2.28. Esquema de la disposición de los contactos según el método de 4 puntas.

S es espaciado entre las puntas y t es el espesor de la muestra.

La expresión según el estándar ^[15] para la determinación de la resistividad en muestras conductoras con un ancho finito y de espesor no despreciable es:

$$\rho = \frac{\pi}{\ln(2)} t \left(\frac{V}{I}\right) f_1 f_2 = 4,5324 t \left(\frac{V}{I}\right) f_1 f_2 \quad (2.13)$$

donde:

ρ = Resistividad [$\Omega \cdot m$ ó $\Omega \cdot mm^2/m$]

t = Espesor de la muestra en [cm]

I = Corriente de excitación aplicada sobre la muestra en A

V = Voltaje medido en la muestra en [V]

f_1 = Factor de corrección para muestras con un espesor finito t, cuyo valor se obtiene de la grafica representada en la figura 2.29.

f_2 = Factor de corrección para muestras con un ancho finito d, cuyo valor se obtiene de la grafica representada en la figura 2.30.

El coeficiente 4,5324 es el resultado de calcular la expresión $\frac{\pi}{\ln(2)}$.

El factor de corrección f_1 es función del cociente t/s como se muestra en la grafica de la figura 2.30 y depende de si la muestra está contenida en un medio no conductor o conductor.

Si la muestra conductora está rodeada por un medio no conductor:

$$f_1 = f_{11} = \frac{\ln(2)}{\ln\left[\frac{\sinh\left(\frac{t}{s}\right)}{\sinh\left(\frac{t}{2s}\right)}\right]}$$

Si la muestra conductora está rodeada por un medio conductor:

$$f_1 = f_{12} = \frac{\ln(2)}{\ln\left[\frac{\cosh\left(\frac{t}{s}\right)}{\cosh\left(\frac{t}{2s}\right)}\right]}$$

Se deducen dos casos límite en función del valor del coeficiente t/s :

a) Para muestras muy delgadas donde el espesor t es mucho menor que el espaciado entre contactos S ($t \ll S$) tenemos que:

$f_{11} \approx 1$ y $f_{12} \approx \frac{8}{3} \ln(2) \frac{s^2}{t^2}$ por lo que la resistividad vendrá dada por:

$$\rho = \frac{\pi}{\ln(2)} t \left(\frac{V}{I}\right) f_2 = 4,5324 t \left(\frac{V}{I}\right) f_2 \quad \text{y} \quad \rho \approx \frac{8\pi}{3} \frac{s^2}{t} \left(\frac{V}{I}\right) f_2 \quad (2.14)$$

b) Para muestras gruesas donde el espesor t es mucho mayor que el espaciado entre contactos S , ($t \gg S$) tenemos que:

$f_{11} = f_{12} \approx \frac{8}{3} \ln(2) \frac{s^2}{t^2}$ por lo que la resistividad vendrá dada por:

$$\rho = 2\pi S \left(\frac{V}{I}\right) f_2. \quad (2.15)$$

La expresión para la resistividad en el caso de que $t \ll s$, con la muestra rodeada por un medio no conductor se obtiene considerando que las puntas de prueba en contacto con la muestra tienen forma esférica y siendo la muestra lo suficientemente delgada obligaría a la corriente a expandirse dentro del material con una simetría en forma de anillos de área $A = 2\pi xt$. Por lo que la resistencia será:

$$R = \int_{x_1}^{x_2} \rho \frac{dx}{2\pi xt} = \frac{\rho}{2\pi t} \int_s^{2s} \frac{dx}{x} = \left[\frac{\rho}{2\pi t} \ln x \right]_s^{2s} = \frac{\rho}{2\pi t} \ln 2$$

como $R = \frac{V}{2I}$ entonces $R = \frac{\rho}{2\pi t} \ln 2 = \frac{V}{2I}$ de aquí que la resistividad sea igual a:

$$\rho = \frac{\pi}{\ln 2} t \frac{V}{I} \quad (2.16)$$

La expresión para la resistividad en el caso de que $t \gg s$, y con independencia de si la muestra está rodeada por un medio conductor o no conductor, se obtiene considerando que las puntas de prueba en contacto con la muestra tienen forma esférica y la corriente emana de las puntas en dirección al electrodo opuesto encontrando una resistencia diferencial dada por: $R = \rho \frac{x}{S} \rightarrow \Delta R = \rho \frac{dx}{A}$ donde $S = 2\pi r^2$ por lo que integrando en la distancia entre los electrodos interiores donde el potencial es medido tenemos:

$$R = \int_{x_1}^{x_2} \rho \frac{dx}{2\pi x^2} = \left[\frac{\rho}{2\pi} - \frac{1}{x} \right]_{x_1}^{x_2} = \frac{1}{2S} \frac{\rho}{2\pi}$$

como $R = \frac{V}{2I}$ entonces $R = \frac{1}{2S} \frac{\rho}{2\pi} = \frac{V}{2I}$ de aquí que la resistividad sea igual a:

$$\rho = 2\pi S \frac{V}{I} \quad (2.17)$$

El factor de corrección f_2 para una muestra de ancho finito d es función del cociente d/s como se muestra en la grafica de la figura 2.31. Como puede verse sus valores cambian ligeramente en función de si la muestra tiene forma circular ($f_2=f_{2C}(d/s)$) o rectangular de longitud a y ancho d , ($f_2=f_{2R}(a/d, d/s)$), ver figura 2.29.

En el caso de muestra con un ancho d (en la dirección perpendicular a la línea de colocación de las puntas) mucho mayor que el espaciado entre las puntas ($d \gg s$) el factor de corrección $f_2 = f_{2C} = f_{2R} \approx 1$



Fig. 2.29 Esquemas que representan el espaciado (s), el ancho (d) y la longitud (a) de una muestra circular y otra rectangular.

En las ecuaciones anteriormente mostradas se deduce perfectamente que el cálculo de la resistividad se determinará con una ecuación diferente en función de cómo sea la relación del espesor y el espaciado y como sea la relación de la anchura y el espaciado. En el caso de un espesor mucho más pequeño que el espaciado el factor de corrección f_1 tiende a 1, con lo que el valor de la resistividad solo se verá afectado por el factor de corrección f_2 .

En el caso particular de muestras cuya geometría en forma de laminas sea tal que sus dimensiones laterales sean mucho mayor que el espaciado entre las puntas ($d \gg s$), con d igual al diámetro, en el caso de muestras circulares y sus espesores sean menor que el dicho espaciado ($t \ll s$) entonces los factores de corrección del espesor finito f_1 y del ancho finito f_2 son aproximadamente igual a uno por lo que la resistividad se puede aproximar por la expresión:

$$\rho = \frac{\pi}{\ln(2)} t \left(\frac{V}{I} \right) = 4,5324 t \left(\frac{V}{I} \right) \quad (2.18)$$

En nuestro caso, las dimensiones de las muestras están limitadas por las características propias de proceso de obtención, como es el caso de las muestras de la aleación de aluminio que fueron deformadas utilizando la técnica de ECA, o las muestras de aluminio puro utilizadas para el estudio de la dependencia de la resistencia con el ancho d y con el espesor t , (experimento1) en el apartado 3.3. Esto hace que necesariamente tengamos que aplicar los factores de corrección en el cálculo de la resistividad eléctrica de las muestras.

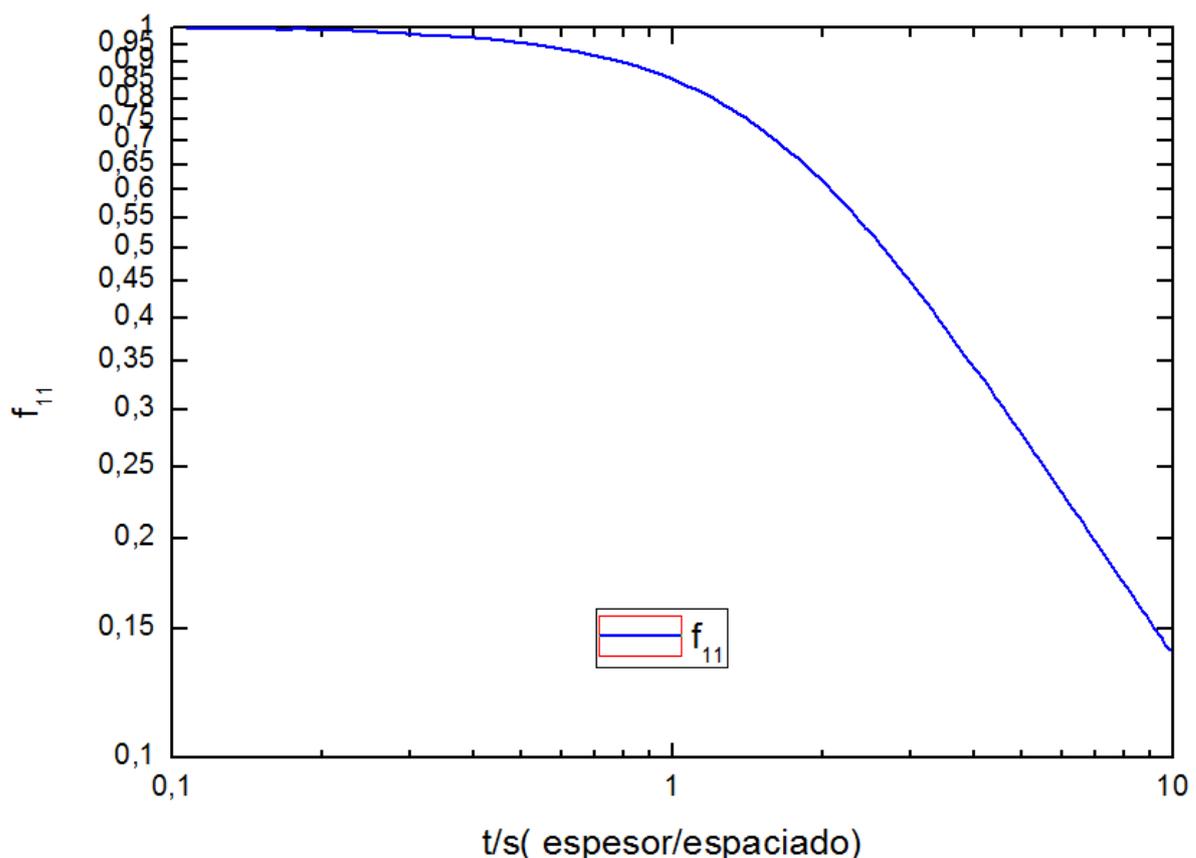


Fig. 2.30. Gráfico con las curvas de los factores de corrección f_1 para corregir el valor de resistividad de una muestra, en función de t/s (espesor/espaciado).

Se observa como para el factor de corrección f_1 , dependiente del cociente espesor/espaciado (t/s) de la muestra, cuanto menor sea dicho cociente, más cercano a 1 será el factor de corrección que hay que emplear y por tanto menos relevante será en el cálculo de la medida final de la resistividad, llegando incluso a despreciarse en los casos en los que es muy cercano a 0,1.

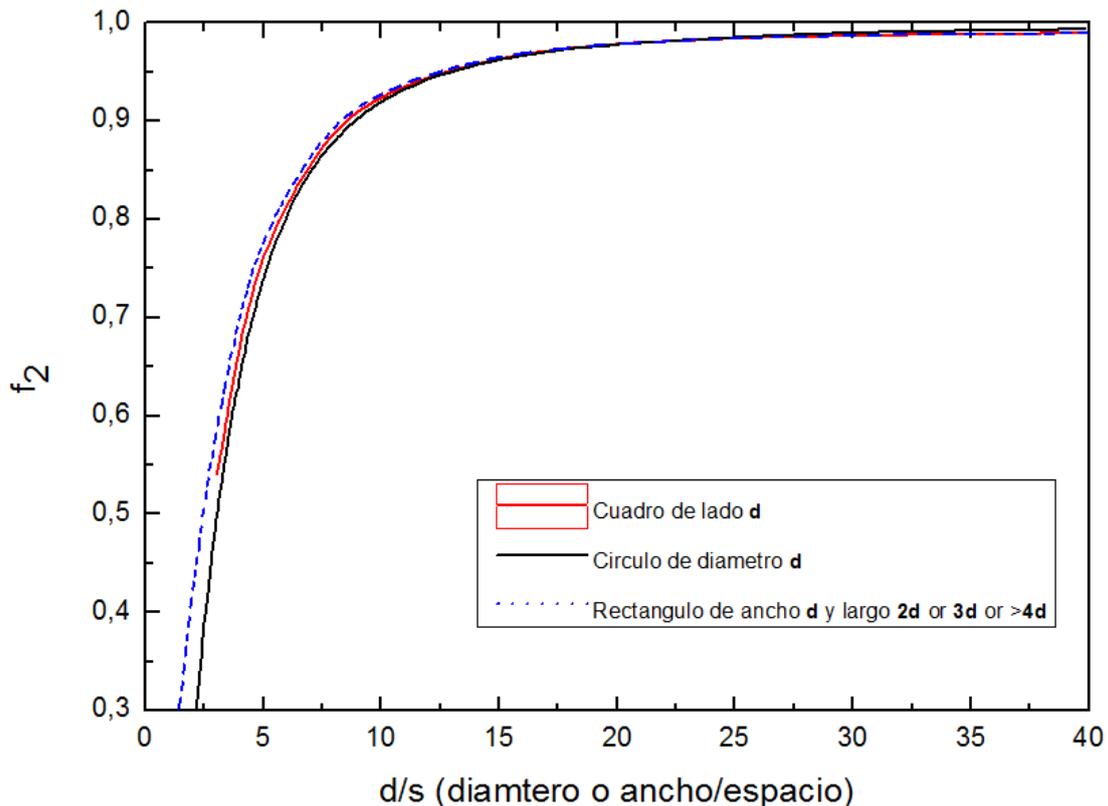


Fig. 2. 31 Gráfico con las curvas de los factores de corrección f_2 para corregir el valor de resistividad de una muestra, en función de d/s (ancho/espaciado).

Para el factor de corrección f_2 observamos algo similar, pero en este caso el factor f_2 será más cercano a 1 cuanto mayor sea el cociente entre el ancho y el espaciado de la muestra (d/s). Hay que resaltar que para valores del cociente (d/s) cercanos a cero resulta imposible obtener un factor corrector f_2 puesto que los valores del eje de abscisas no cortan con ningún punto de la curva tal y como se muestra en la figura 2.31. Esta situación se resolverá en el experimento 1 como se verá más adelante.

Se utilizarán los factores de corrección anteriormente analizados para las muestras de aluminio y aleación AlMgCr bajo estudio y determinar así su valor de resistividad a partir de las medidas de resistencia obtenidas. Además, en función de los valores de resistividad obtenidos, se intentará calcular unos nuevos factores de corrección específicos para el aluminio con el fin de asemejar lo más posible dichos valores al valor teórico de la resistividad del aluminio y así comprobar si es un tema interesante para profundizar en futuros proyectos y estudios. Para todo ello se ha llevado a cabo un estudio en función de la anchura y espesor de las muestras expuesto en el capítulo correspondiente a las técnicas y experimentos.



3. TÉCNICAS, MATERIALES Y EXPERIMENTOS



3. TÉCNICAS, MATERIALES Y EXPERIMENTOS

3.1 Técnicas experimentales

3.1.1. Caracterización microestructural

Para caracterizar la microestructura de la muestra se ha seguido un método de preparación metalográfica básico que consta de 3 fases principales: 1) desbaste grueso, 2) desbaste fino y 3) un pulido final [16]. El desbaste grueso (o severo) se realiza mediante lijas de papel abrasivo que contienen partículas de carburo muy gruesas (lijas 180 o 240). Se pretende eliminar asperezas e irregularidades dejando así la superficie de la muestra lisa y plana y para ello se ha utilizado una pulidora (véase la figura 3.1). Con el desbaste fino se obtiene una superficie aún más lisa ya que se utilizan en este caso lijas con partículas finas (lijas 600, 1000 o 1200) que eliminan las rayas de desbaste de las lijas gruesas. En el proceso de desbaste se aplica una presión débil para evitar la formación de heterogeneidades en el volumen del material.



Fig. 3.1. Pulidoras empleadas en el desbaste y pulido.

El pulido final de las muestras consiste en pulirlas con una solución acuosa de alúmina (Al_2O_3). Ello permite eliminar las rayas finas producidas por el desbaste final y conseguir una superficie brillante. En esta etapa se han empleado paños de tela especialmente diseñados para pulir los metales a espejo. A veces y para obtener una superficie aún mejor pulida, se procede a pulir la muestra con una solución de sílice (SiO_2) después del pulido con alúmina.

Para revelar la microestructura se han utilizado diferentes reactivos químicos. En general estos reactivos son ácidos orgánicos disueltos en agua, alcohol, glicerina, etc. El grado de ataque de una probeta es función de la composición, temperatura y tiempo de ataque. En esta memoria se han utilizado varios reactivos químicos dependiendo del estado microestructural del material. Antes de realizar el ataque químico, la superficie de la muestra debe ser limpiada con alcohol y después secada.

Básicamente, se han utilizado los siguientes reactivos:

- Graff: 15,5 ml HNO₃ (conc), 0,5 ml HF (48,8%), 3 g CrO₃, 84 ml H₂O destilada.
- Poulton: 12 ml HCl (conc), 6ml HNO₃ (conc), 1 ml HF (48,8%), 1 ml H₂O destilada.
- Barker (anodizado): 5% HBF₄ (48%) en H₂O destilada utilizando Al como cátodo aplicando un voltaje de 20 V durante 1-2 min.

En general el revelado macroscópico de la microestructura se realizó por emersión de la probeta en uno de los dos primeros reactivos citado arriba, o frotando con algodón ya mojado con el reactivo. Para un revelado microscópico se ha aplicado un anodizado de las muestras empleando la solución Barker.

Las observaciones de la microestructura se realizaron mediante microscopio óptico (MO) Nikon Eclipse-Modelo ME 600 (Fig. 3.2).



Fig. 3.2. Microscopio óptico (Nikon Eclipse-Modelo ME 600).

El tamaño de grano se determinó mediante el método de intersecciones con línea que consiste en poner una rejilla sobre la micrografía y contar el número de fronteras de grano que interceptan cada línea de la rejilla. La longitud de la línea, L , dividido por el número de intersecciones, N ; resulta en $L/N = \bar{L}$. El tamaño de grano medio, \bar{d} , se determina de acuerdo con el método ASTM E 112-82 mediante la expresión $\bar{d} = 1,74 \times \bar{L}$.

3.1.2. Caracterización mecánica. Microdureza Vickers

Los ensayos de microdureza se realizaron con un microdurómetro modelo Future-Tech-Corp-Modelo FM-100e (Fig. 3.3). Antes de los ensayos de microindentación, todas las muestras fueron pulidas con alúmina y posteriormente con sílice. Las cargas (P) seleccionadas fueron de 100 y 200 gramos y el tiempo de exposición era de 20 s. Las diagonales (d) de las huellas de microdureza se midieron tanto in situ como mediante el MO. En el ensayo de dureza Vickers se hace penetrar un

indentador de diamante en forma de pirámide de 4 caras con un ángulo de 136° en el vértice, que deja una huella con dos diagonales en el material (se toma el valor medio).

$$HV = 1,8544 \frac{P}{d^2}$$

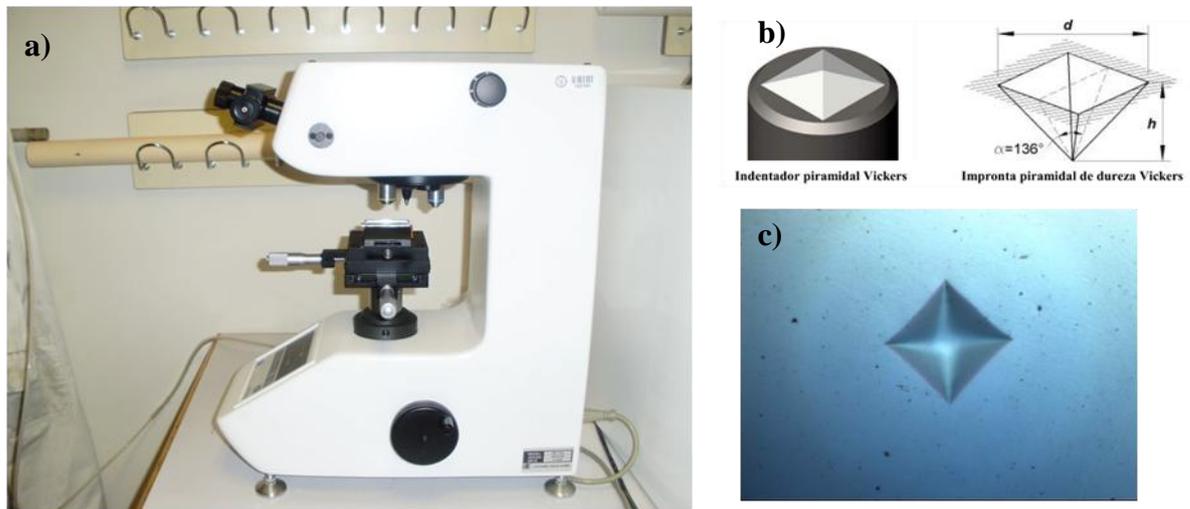


Fig. 3.3. a) Microdurómetro empleado para las medidas de microdureza Vickers (Future-Tech-Corp-Modelo FM-100e). b) Esquemas del indentador piramidal Vickers y de su impronta. c) Huella piramidal por microindentación Vickers.

3.1.3. Caracterización eléctrica. Instrumentación

Para la medida de la resistencia en la configuración de 4 puntas se utilizaron fundamentalmente dos instrumentos de alta precisión. Como fuente de corriente estabilizada utilizamos la fuente modelo SourceMeter Keithley 2410 y como voltímetro para la determinación de la caída de potencial en la muestra se utilizó un nanovoltímetro modelo Keithley 182. El control de la instrumentación se realizó desde un ordenador por medio de una aplicación informática desarrollada en la plataforma de programación LabVIEW que nos permite configurar los equipos con los parámetros adecuados para la excitación del sistema (fuente de corriente) y para la toma de valores de voltaje (nanovoltímetro) y corriente (picoamperímetro) de forma sincronizada. A continuación describiremos brevemente las especificaciones técnicas de la instrumentación utilizada y el uso de la misma desde la aplicación a fin [17].

3.1.3.1. Especificaciones técnicas del Nanovoltímetro Keithley 182 y del SourceMeter Keithley 2410

El nanovoltímetro Keithley 182 (véase la figura 3.4) dispone de un rango de lectura de voltaje que va desde los 3mV hasta los 30V, como se puede apreciar en la tabla 3.1., donde se muestran además las lecturas máximas en función de la resolución.

La precisión que proporciona este instrumento según el rango de medida dependerá de la resolución seleccionada, como se muestra en la tabla 3.1. La principal función de este instrumento es medir pequeños voltajes con gran precisión. En el presente proyecto se ha utilizado una interfaz que permite al usuario utilizarlo de modo remoto y obtener un mejor rendimiento del instrumento.

Tabla 3.1. Precisión en función del rango y la resolución del instrumento Keithley 182.

Range	Display Resolution			
	3 1/2d	4 1/2d	5 1/2d	6 1/2d
3mV	1μV	100nV	10nV	1nV
30mV	10μV	1μV	100nV	10nV
300mV	100μV	10μV	1μV	100nV
3V	1mV	100μV	10μV	1μV
30V	10mV	1mV	100μV	10μV

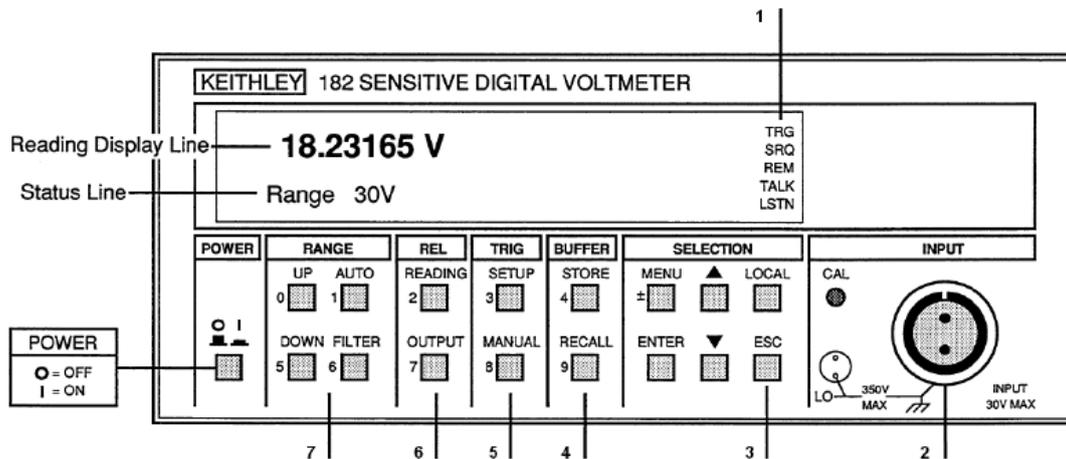


Fig.3.4. Panel frontal del nanovoltímetro Keithley 182.

Además del botón de encendido/apagado (power) y la pantalla, donde se muestra la medida y el estado, el nanovoltímetro presenta los siguientes elementos:

1. Indicador de estado de comunicación en el bus IEEE-488.
2. Terminal de entrada. Se le acopla una sonda específica. El máximo valor de voltaje que se le puede aplicar a la entrada corresponde con 35V de continua, 120V durante 10 segundos. Exceder estos niveles puede causar daño al instrumento. El voltaje en modo común máximo (voltaje entre la entrada LO y la tierra del chasis) es de 350V de pico.
3. Teclas de selección.
4. Teclas para almacenamiento (buffer).



5. Teclas de disparo.
6. Función de lectura relativa.
7. Función de rango.

El SourceMeter Keithley 2410 incorpora una fuente programable de voltaje o corriente que nos permite excitar el sistema con una amplia gama de señales eléctricas, (rampas, pulsos cuadrados, etc...)

Las características principales de la fuente son:

- Fuente de voltaje de $5\mu\text{V}$ a 1100V .
- Fuente de corriente de 50pA a 1.05A .

Se debe tener en cuenta que la fuente de alimentación proporcionará una potencia máxima de salida de 22W (21V a 1.05A ó 1100V a 21mA).

Las características de medida del instrumento Keithley 2410 son:

- Medida de voltaje de $1\mu\text{V}$ a 1100V .
- Medida de corriente de 10pA a 1.055A .
- Medida de resistencia de $100\mu\Omega$ ($<100\mu\Omega$ en medida de ohmios en modo manual) a $211\text{M}\Omega$.

La medida de resistencia se puede configurar para ser realizada de modo auto o de modo manual. Cuando se configura en modo auto, el SourceMeter opera como un óhmetro o voltímetro convencional con fuente de corriente constante.

Cuando se utiliza el modo de lectura manual, se puede seleccionar tanto la fuente de corriente como la fuente de tensión como excitación de nuestro dispositivo a la hora de realizar medidas de ohmios. Los rangos permitidos en el caso de medidas de resistencias son de: 20Ω , 200Ω , $2\text{k}\Omega$, $20\text{k}\Omega$, $200\text{k}\Omega$, $2\text{M}\Omega$, $20\text{M}\Omega$ y $200\text{M}\Omega$.

Cuando el instrumento funciona en modo de fuente de voltaje o de corriente, se puede establecer un límite de corriente o de voltaje respectivamente, a través del valor de compliance. La salida de la fuente no excederá de este valor.

- Panel frontal del SourceMeter Keithley 2410.

La figura 3.5 muestra el panel frontal del instrumento Keithley 2410.

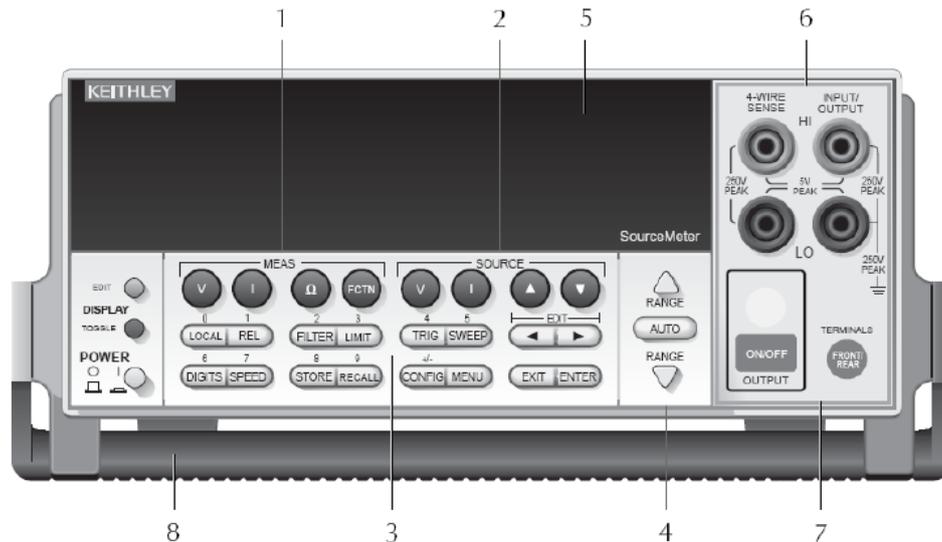


Fig. 3.5. Panel frontal del SourceMeter Keithley 2410.

Además del botón de encendido/apagado (power), la pantalla y el asa (8), el SourceMeter Keithley 2410 presenta, en su parte delantera, los siguientes elementos:

1. Teclas de función de medidas (MEAS).
2. Teclas de función de fuente (SOURCE).
3. Teclas de operación.
4. Teclas de rango.
5. Indicadores de estado.
6. Conectores entrada/salida.
7. Controles de entrada/salida.

3.1.3.2. Conexiones del Nanovoltímetro Keithley 182 y del SourceMeter Keithley 2410. Puerto GPIB

La conexión para la medida de voltaje en el nanovoltímetro Keithley 182 implica unir el conector de entrada del panel frontal mediante la sonda de medida a los puntos donde queremos medir la diferencia de potencial como se muestra en la figura 3.6.

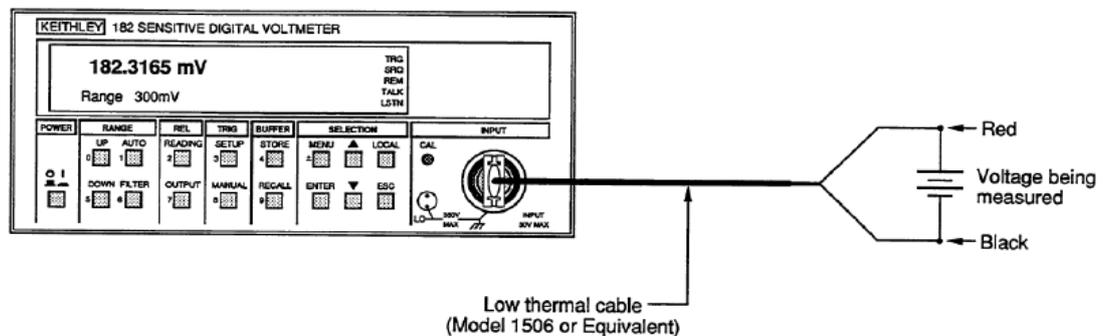


Fig. 3.6. Conexión típica de prueba en el nanovoltímetro Keithley 182.

El instrumento Keithley 2410 permite realizar medidas en configuración de dos y cuatro puntas. La figura 3.7 muestra las conexiones del instrumento para estas configuraciones de medida. En la medida a cuatro puntas se tiene que configurar el instrumento para activar esta sensibilidad. Al activarla se muestra en la pantalla el indicador 4W.

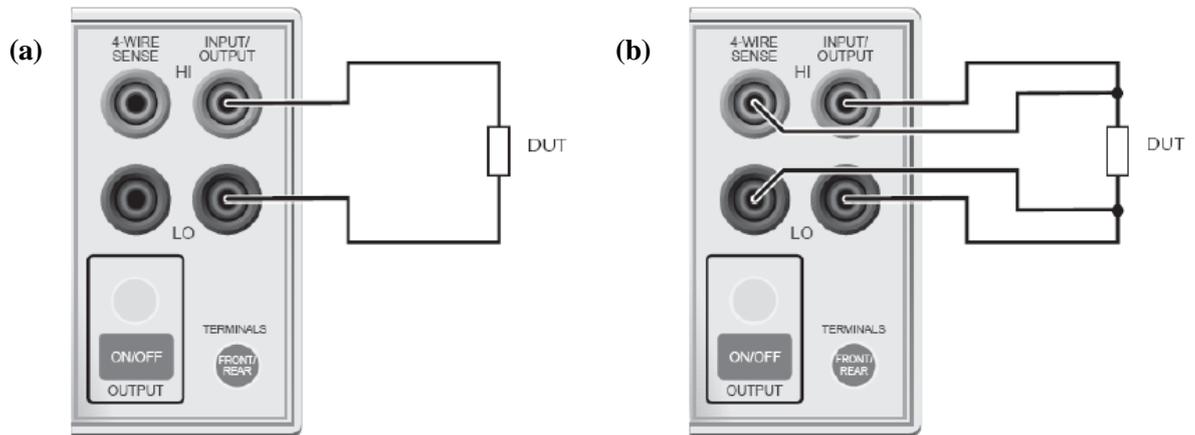


Fig. 3.7. Configuración de conexión para la medida a dos (a) y cuatro (b) puntas con el SourceMeter Keithley 2410 desde el panel frontal.

La conexión de los instrumentos anteriormente descritos con el ordenador se realiza utilizando el puerto IEEE-488 (GPIB), diseñado específicamente para comunicar instrumentos y controladores como el PC. El puerto GPIB es un estándar de conexión que permite la comunicación del ordenador con instrumentos electrónicos de medida y se encuentra en el panel trasero de la instrumentación y el PC.

3.1.3.3. Aplicación a Fin

Se trata de una aplicación desarrollada en el entorno de programación LabVIEW para los instrumentos de medida Keithley 2410, 182 y 6487 bajo un mismo panel de control. El instrumento Keithley 2410 funcionará como fuente de corriente. El instrumento Keithley 182 está configurado en modo de lectura de voltaje. El instrumento Keithley 6487 está configurado en modo de lectura de corriente (aunque estará apagado para las mediciones del proyecto). Se decidió utilizar esta configuración con el fin de mejorar la resolución de las medidas de tensión y de corriente respecto a las que nos proporcionaba el SourceMeter Keithley 2410, puesto que su resolución para la medida de voltaje no era suficiente.

La siguiente figura muestra la pantalla de presentación de la aplicación:



Fig. 3.8. Pantalla de presentación de la aplicación a fin.

La información contenida en el panel frontal se divide en los siguientes bloques (véase la figura 3.8):

- **Bloque 1:** correspondiente a los botones de control de la aplicación (encendido, apagado y salida de datos).
- **Bloque 2:** corresponde al módulo de temperatura. En nuestro caso siempre irá en OFF.
- **Bloque 3:** corresponde al módulo de configuración de la fuente de voltaje o corriente. Presenta los siguientes controles:

FUNCTION corresponde al control de selección del tipo de fuente que se desea usar para excitar la muestra: fuente de voltaje o fuente de corriente.



Los controles *RANGE* y *COMPLIANCE* presentan valores que dependen del tipo de fuente seleccionada (voltaje o corriente).

MODE es el control del modo de fuente. Los modos que se pueden seleccionar son *LEVEL* (nivel), *SWEEP* (barrido de rampa) y *PROG* (barrido de rampa programada).

Si se selecciona el modo *SWEEP* o *PROG* aparecerán visibles los controles Minor Value, Major Value, Points, Delay (s), Initial Dir y Rampa/Ciclo. Estos controles fijan el valor menor, valor mayor, número de puntos, retraso entre puntos, dirección inicial ascendente o descendente y selección de una única rampa o de un ciclo de rampa de ida y vuelta completo, respectivamente.

- **Bloque 4:** corresponde a los controles para la configuración del instrumento Keithley 182.

Resolution: permite fijar la resolución que empleará el instrumento al realizar sus medidas. Se puede seleccionar la resolución auto o seleccionar directamente cualquiera de los valores: 3 ½, 4 ½, 5 ½ y 6½.

Range: permite fijar el rango de medida. Se puede seleccionar auto rango o un rango manual del desplegable.

Filter: se puede activar o desactivar el filtro presente en el instrumento Keithley 2410. Se carga el valor por defecto, que es Off. Este filtro es utilizado para reducir el ruido de lectura.

Rate: permite modificar el tiempo de integración entre varias posibilidades. El tiempo de integración afecta a la velocidad de las medidas. Para medidas más rápidas, se debe utilizar un tiempo de integración más corto.

-**Bloque 5:** corresponde al módulo de medida de corriente asociado al picoamperímetro Keithley 6487. Mediante el uso del control *CURR* podemos seleccionar si se va a realizar esta medida o no a través de los controles *ON* y *OFF*.

- **Bloque 6:** este bloque permite la activación y desactivación de los controles de pantalla de los instrumentos. Cuando el control *Displays* presenta la selección *DES*, todos los controles de pantalla no se encuentran disponibles. Por el contrario, cuando está seleccionado *ACT*, los controles de pantalla de los instrumentos utilizados en esta aplicación estarán visibles.

- **Bloque 7:** corresponde con el bloque de salida de los resultados de las medidas. Cuenta con la gráfica de la medida de voltaje frente a la medida de corriente y muestra el valor de temperatura obtenida para cada medida, en el caso de que el módulo de temperatura se encuentre activo. También dispone de un indicador de fuente *SOURCE ON* que se ilumina cuando la fuente del Keithley 2410 va a ser encendida.

- **Bloque 8:** en este bloque se fija el número de muestras a tomar (control Samples) y el retraso de software introducido (control Delay). Con el control Setup se envían los comandos de configuración a los instrumentos.

En la configuración elegida para nuestro estudio (véase la figura 3.8) se ha seleccionado el SourceMeter Keithley 2410 como fuente de corriente programada en rampa, inyectando corrientes desde los 50 mA hasta 1 A (en total 20 puntos de corriente) cada 2 segundos y se ha fijado en 2,1 V el valor de compliance.

El nanovoltímetro Keithley 182 está configurado en ON para la medición de voltajes, con los filtros OFF, un rango de 3 mV y la resolución más alta disponible ($6\frac{1}{2}$).

3.1.4. Diseño y puesta a punto del portamuestra para los experimentos de caracterización eléctrica

Teniendo en cuenta que el método de medida de resistencia es el método de cuatro puntas y que las muestras que disponemos tienen unas características geométricas determinadas, diseñamos un portamuestra que permitiera realizar las medidas de resistencia en muestras con la mayor variabilidad de sus dimensiones geométricas dentro de los límites que marcan el estándar de medida discutido en el apartado “Factores de corrección de la resistividad para el método de 4 puntas” para muestras conductoras contenidas en un entorno no conductor.

El portamuestra se ha fabricado a partir de una barra cilíndrica de teflón, (material aislante con una resistividad eléctrica de $10^{13} \Omega\text{m}$) a partir de la cual se ha diseñado una base en la que se depositan las muestras y una tapa superior deslizante mediante unas guías. Tanto la tapa deslizante como la base están integradas en una estructura de acero para proporcionar mayor robustez al portamuestra (véase la figura 3.9). Al final de la memoria se adjuntan los planos del diseño del portamuestra, cuya fabricación ha sido llevada a cabo por el técnico David Fernández.

La tapa de teflón tiene 4 orificios en los extremos (dos a cada lado simétricamente) por donde se pasan las guías que le permiten deslizarse respecto a la base y así depositar o extraer las muestras. Además, tiene 6 orificios dispuestos linealmente con un espaciado (s) entre ellos de 5 mm, donde se colocan los electrodos de medida a través de puntas autorregulables bañadas en oro (punta de prueba modelo GKS075305064A1500 y vaina de cuello 3mm modelo KS07530E03) proporcionadas por el fabricante Ingun [18], que permiten mantener una presión homogénea en la zona de contacto con la muestra. Esto permite realizar medidas en la muestra (véase figura 3.9) para espaciados de 5 (puntas 2-5 para inyectar corriente y 3-4 para medir voltaje) y 10 mm (puntas 1-6 para inyectar corriente y 3-5 para medir voltaje) sin necesidad de cambiar su posición dentro del porta muestra y siempre que las dimensiones de la misma lo permitan.

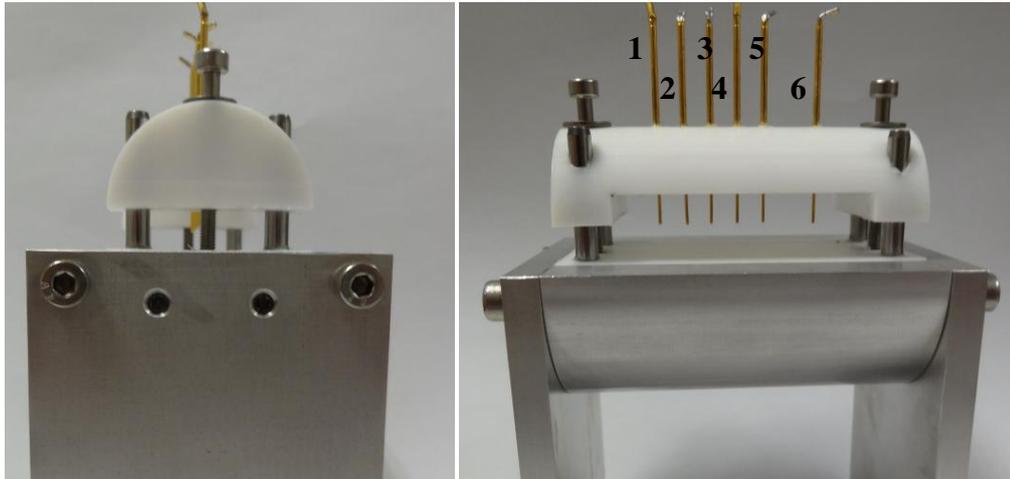


Fig. 3.9. Imágenes del portamuestra empleado en los experimentos.

La conexión entre los instrumentos de medida y el portamuestra se realiza por medio de las sondas de baja impedancia que vienen con los instrumentos y que son diseñadas para este fin. En las puntas externas se conecta la SourceMeter 2410 que actúa como fuente de corriente estabilizada y a las puntas interiores se conecta el nanovoltímetro que nos permite medir la caída de potencial entre ellas. Es importante tener en cuenta que las puntas conectadas a las entradas de alto potencial (HI) de los instrumentos deben estar colocadas secuencialmente en el circuito sin intercalar las entradas de bajo potencial entre las mismas (LO) como se muestra en la figura 3.10. Ambos instrumentos son controlados y gestionados por la aplicación que se describió en el apartado anterior.



Fig. 3.10. Conexión y polaridad del portamuestra con la instrumentación.

3.2. Materiales a caracterizar

3.2.1. Deformación severa por ECA

Para ver el efecto de la deformación en la resistividad eléctrica se han deformado los materiales mediante la extrusión por canal angular ECA descrita en detalle en anteriores trabajos. En resumen, el procesado consiste en presionar con un pistón una muestra de un material a través de una matriz especial que contiene dos canales, un canal de entrada y otro de salida (Fig. 3.11). Estos canales poseen igual sección transversal y se juntan en ángulo. En la matriz están incorporados cartuchos de resistencia que permiten realizar ensayos a temperaturas hasta unos 700 °C. El proceso de deformación que sufre el material durante el ECA resulta, principalmente, por cizalla a lo largo de la dirección 45° respecto al eje de la extrusión. Además, se ha calculado que una sola pasada por ECA proporciona una deformación del orden de 1. Por otro lado, se ha determinado que se obtiene una deformación óptima cuando el ángulo entre los dos canales es de 90°. En el presente proyecto se ha empleado un canal de sección cuadrada con dimensiones de 10 x 10 mm². Existen varias maneras de procesar el material haciendo rotar la muestra alrededor de su eje longitudinal (eje de simetría) en las sucesivas extrusiones (pasadas), por lo que se habla de diferentes rutas por ECA. Ello implica un cambio en la dirección y plano de cizalla que, consecuentemente, influyen en la microestructura y textura del material [19]. Las diferentes rutas establecidas en la literatura se describen en Fig. 3.11. Para la ruta A (sin rotación alrededor del eje longitudinal de la muestra) se produce una acumulación de deformación siempre en la misma dirección o en el mismo plano de cizalla. Para la ruta C (rotación de 180°) la deformación por cizalla se invierte en cada número par de pasadas. Generalmente, en este caso la deformación es redundante y la microestructura es equiáxica. La ruta Ba consiste en rotar la muestra alternativamente $\pm 90^\circ$ en las sucesivas pasadas por ECA mientras que la ruta Bc consiste en rotar siempre en el mismo sentido 90°.

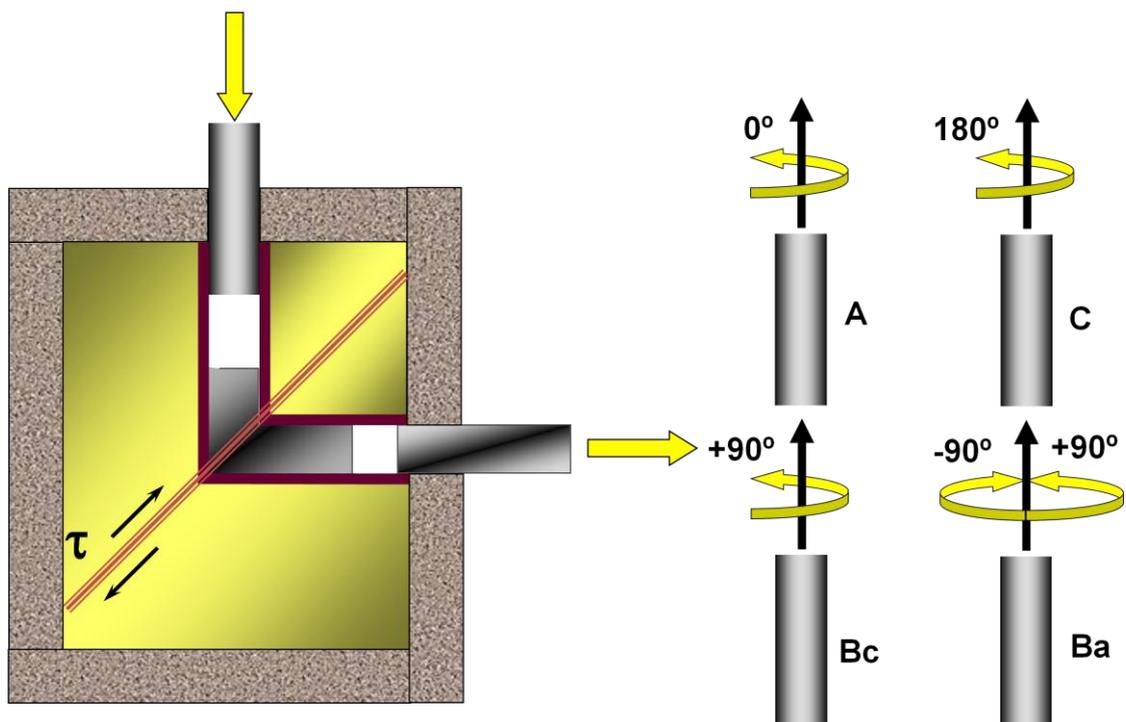


Fig. 3.11. Esquema que el ilustra el sistema ECA y las diferentes rutas establecidas para procesar los materiales por deformación plástica severa.

3.2.2. Aluminio puro (99.6% y 99.99%)

En este estudio se han empleado dos tipos de aluminio que se diferencian tanto por su grado de pureza como en por el procesado de fabricación. El primero posee un grado de pureza de 99,99% (Target Materials, Inc) que fue probablemente procesado por colada y laminación. Las dimensiones de la muestra son las siguientes:

- Ancho: 32,9 mm
- Largo: 44,9 mm
- Espesor: 3 mm

El segundo posee un grado de pureza de 99,6% y fue obtenido por colada convencional en el CSIC. Las dimensiones de la muestra son las siguientes:

- Ancho: 9,6 mm
- Largo: 41 mm
- Espesor: 9,6 mm

3.2.3. Aleación Al-5%Mg-1,2%Cr

El material de aleación Al-5%Mg-1,2%Cr que se ha estudiado en este proyecto es una aleación ligera de gran importancia en el campo industrial, aeronáutico y automoción. La aleación Al-5%Mg-1,2%Cr fue preparada por vía pulvimetalúrgica siguiendo las etapas que se describen a continuación [20].

- 1) Fusión de la aleación madre que a continuación se atomizó a $10^4 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ por gas inerte.
- 2) Compactación en frío al 70% de densidad de polvo previamente tamizado. Desgasificación durante 8 horas a 520 °C y compactación en caliente a 480 °C al 100% de densidad.
- 3) Extrusión en caliente a 370 °C del compacto.

Las dimensiones de las muestras de aleación son las siguientes:

- Ancho: 7,7 mm (excepto el estado sin deformar que son 9,6 mm)
- Largo: 27, 8 mm
- Espesor: 0,5 mm

En la Tabla 3.2 se muestran todos los materiales estudiados en este proyecto y el procesado aplicado en cada caso. La técnica ECA permite procesar los materiales por diferentes rutas, a diferentes temperaturas y velocidades de extrusión.

Tabla. 3.2. Materiales estudiados y el procesado aplicado en cada caso.

MATERIAL	PROCESADO
Al-5%Mg-1,2%Cr 1. De partida 2. 1p/200°C y 1p/300°C 3. 2pB/200°C y 2pB/300°C 4. 2pC/200°C y 2pC/300°C	1. Pulvimetalurgia + extrusión 2. una pasada pro ECA a 200 y 300 °C 3. dos pasadas pro ECA vía ruta B a 200 y 300 °C 4. dos pasadas por ECA vía ruta C a 200 y 300 °C
Al (99,99% puro) 1. Al (99,99%)	1. Colada+laminación
Al (99,6%) 1. Al(99,6%), de partida 2. 8pB/25° 3. 8pC/25°	1. Colada 2. ocho pasadas por ruta Ba a temperatura ambiente 3. ocho pasadas por ruta C a temperatura ambiente

3.3. Diseño de los experimentos

3.3.1. Experimento 1. Comprobación del estándar de medida en aluminio puro

El objetivo de este experimento es comprobar cómo afecta la variación del espesor y del ancho de las muestras de los dos aluminios puros según el espaciado, comprobando si los factores reportados en la bibliografía son perfectamente válidos. También se hará un ajuste en la curva (prolongación mediante un polinomio) puesto que algunos valores del cociente (d/s) no cortan en la curva y no se puede obtener el factor f_2 .

Partiendo de la muestra de aluminio 99,99% puro se ha rebajado su anchura desde los 32,9 mm hasta los 25, 20, 15 y 10 mm., manteniendo fijo su espesor y longitud. Se han tomado 20 puntos de referencia para cada espaciado y cada ancho, inyectando con el Keithley SourceMeter 2410 corrientes desde los 50 mA hasta 1 A, midiendo así la caída de potencial y pudiendo determinar el valor de la resistencia calculando la pendiente de la recta que forman dichos valores mediante un ajuste lineal y con un factor de correlación muy cercano a 1. Este procedimiento se ha repetido 3 veces para cada espaciado entre contactos (5 y 10 mm) y cada anchura, consiguiendo así un valor medio de resistencia más preciso. Tras ello, se han calculado los valores de resistividad a partir de la ecuación 2.13 mostrada en la introducción de esta memoria.

Partiendo del aluminio 99,6% puro se ha reducido el espesor de la muestra desde 9,45 mm a espesores de 8, 6, 4, 2, 1 y 0,5 mm, manteniendo en todo momento el mismo ancho y largo. Para la medición de la resistencia se han tomado 20 puntos de referencia inyectando corrientes a la muestra que abarcan valores desde los 50 mA hasta 1 A mediante el Keithley SourceMeter 2410, midiendo la caída de potencial con el nanovoltímetro Keithley 182 y calculando la pendiente de la recta que forman dichos puntos mediante un ajuste lineal con un factor de correlación muy cercano a 1, tal y

como se muestra en el siguiente capítulo. Dicho procedimiento se ha repetido 3 veces para cada uno de los espesores y espaciados, con el fin de obtener un valor de resistencia más preciso. Para el cálculo de la resistividad se han empleado las ecuaciones 2.14 y 2.15 (mostradas en el capítulo que hace referencia a los factores de corrección para el cálculo de la resistividad mediante el método de 4 puntas) utilizando en cada caso la que mejor se adecúe a la relación espaciado y espesor.

La tercera parte de este experimento consiste en determinar la resistividad de dos muestras del mismo aluminio pero con deformaciones 8pB y 8pC mediante ECA.

3.3.2. Experimento 2. Resistividad de las muestras de Al-5%Mg-1,2%Cr deformadas y sin deformar

En este experimento se han utilizado una muestra de aleación Al-5%Mg-1,2%Cr en su estado inicial y 6 muestras de aleación Al-5%Mg-1,2%Cr con deformación a dos temperaturas, 200°C y 300°C (3 muestras para cada temperatura), correspondiéndose a deformaciones 1P, 2B y 2C respectivamente. Para medir su resistencia se han tomado 20 puntos de referencia para cada muestra inyectando corrientes desde los 50 mA hasta 1 A mediante el Keithley SourceMeter 2410, midiendo así la caída de potencial con el nanovoltímetro Keithley 182 y determinando el valor de la pendiente de la recta que forman esos puntos mediante un ajuste lineal con un factor de correlación muy cercano a 1. El procedimiento se ha repetido 3 veces para cada muestra, consiguiendo un valor medio de resistencia más preciso.

Se ha elegido un espesor de 0,5 mm porque tras el experimento 1 se ha comprobado que la relación que guarda con el espaciado de 5 mm y con la precisión y resolución conseguida en la toma de medidas, es el idóneo. Para el cálculo de la resistividad se ha empleado la ecuación 2.14.





4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN



4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Caracterización microestructural y mecánica del Al antes y después de ECA

Para llevar a cabo una rigurosa comparación de resultados y tener medidas de referencia, se ha introducido en el estudio un aluminio puro (99,6%) sin deformar plásticamente y deformado por ECA. Asimismo, se ha empleado otro aluminio con mayor grado de pureza (Al 99,99%). Por ello es necesario caracterizar ante todo la microestructura, ya que es bien conocido que existe una fuerte relación entre las propiedades mecánicas del material y la misma. Ello permitirá aproximar la relación entre dichas propiedades y la resistencia y resistividad eléctrica de las muestras estudiadas en el presente proyecto.

4.1.1. Estructura de grano

La figura 4.1 muestra la microestructura de dos tipos de aluminio que, en principio, se diferencian por su grado de pureza y el procesado de fabricación. El primero ha sido obtenido por colada convencional (Fig. 4.1a) y su grado de pureza, estimado en torno a 99,6 %, es inferior al del segundo (99,99%). Este último ha sido probablemente procesado por laminación, Fig. 4.1b. En el primer caso, la microestructura consiste en una estructura de grano grueso que oscila entre 100 y 300 μm y que encierra una estructura dendrítica.

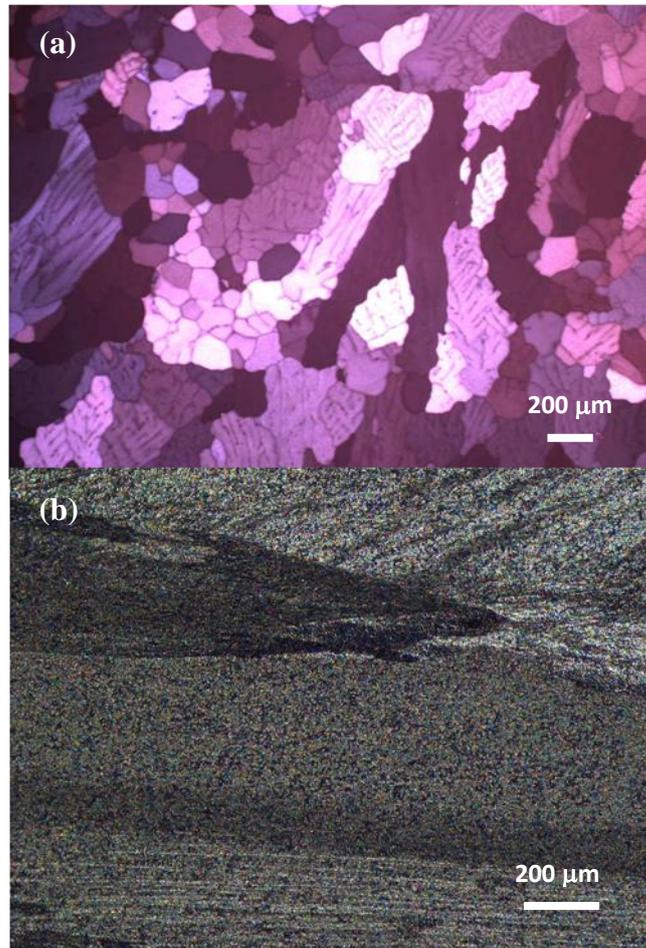


Fig. 4.1. (a) Microestructura del aluminio 99,6% y (b) Aluminio 99,99%.

El Al (99,6%) ha sido sometido a una deformación plástica severa por ECA de hasta 8 pasadas vía ruta Ba y C a temperatura ambiente. Tras estos tratamientos la microestructura almacena una alta energía libre por deformación y se transforma en otra mostrada en la figura 4.2a. El grano inicial se deforma (se fragmenta) por cizalladura asistida por el desarrollo de bandas de deformación que contienen pequeños subgranos del orden de micras. Sin embargo, la resolución de MO y SEM no permiten revelar dicha subestructura. A simple vista se nota que la ruta B induce la formación de una estructura alargada ligeramente inclinada con respecto a la dirección de extrusión, mientras que por la ruta C se observa una microestructura aparentemente equiáxica (véase Fig. 4.2b). Es importante destacar en este caso que la microestructura alberga una considerable densidad de bandas de deformación y bandas cruzadas. Asimismo, los granos no se deforman en la dirección de cizalla como era de esperar ya que la ruta C tiende a establecer el estado original de la microestructura (Fig. 4.2b). El cambio en la microestructura producido por ambas rutas también lleva consigo un cambio en la textura del material. Esto se aprecia por los espectros de rayos X realizados en las muestras deformadas después de 8 pasadas, teniendo en cuenta que la textura inicial puede considerarse como al azar.

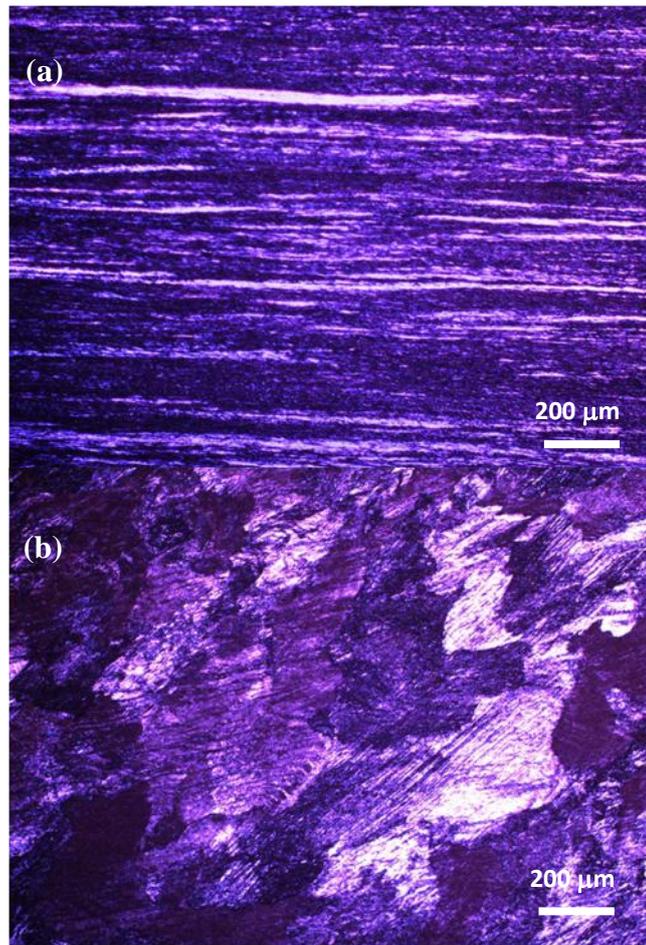


Fig. 4.2. Microestructura del Al (99,6%) procesado por ECA hasta 8 pasadas vía: (a) ruta Ba y (b) ruta C.

4.1.2. Microdureza

Se han llevado a cabo varias indentaciones en la superficie de las muestras en su estado de partida y después de haber sufrido una deformación por ECA. Las medidas se realizaron en la zona central de las muestras, zona en la cual se realizaron previamente las medidas de resistencia eléctrica. En otros términos, las indentaciones se hicieron a lo largo de una franja que contiene las 4 puntas de medida tal como se ilustra en la Fig. 4.3. Con ello se pretende minimizar la dispersión de valores y por tanto establecer una correlación rigurosa entre la resistividad eléctrica y la microdureza.

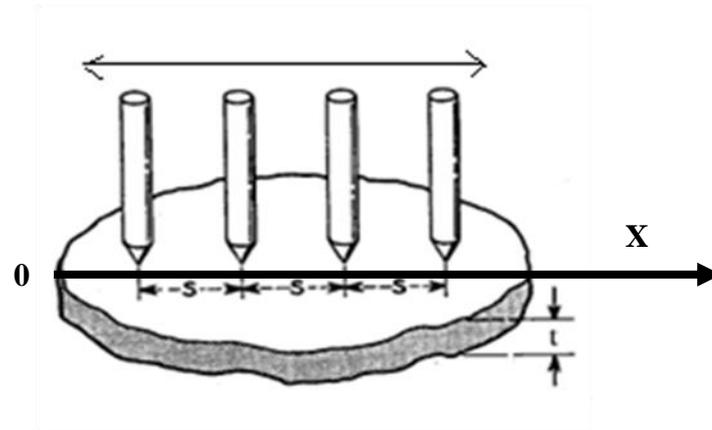


Fig. 4.3. Esquema que ilustra la zona en la cual se realizaron las medidas de microdureza.

Las medidas de microdureza del Al 99,6% (estado inicial y después de ECA) y el Al 99,99% (estado inicial) se representan en la Fig. 4.4.

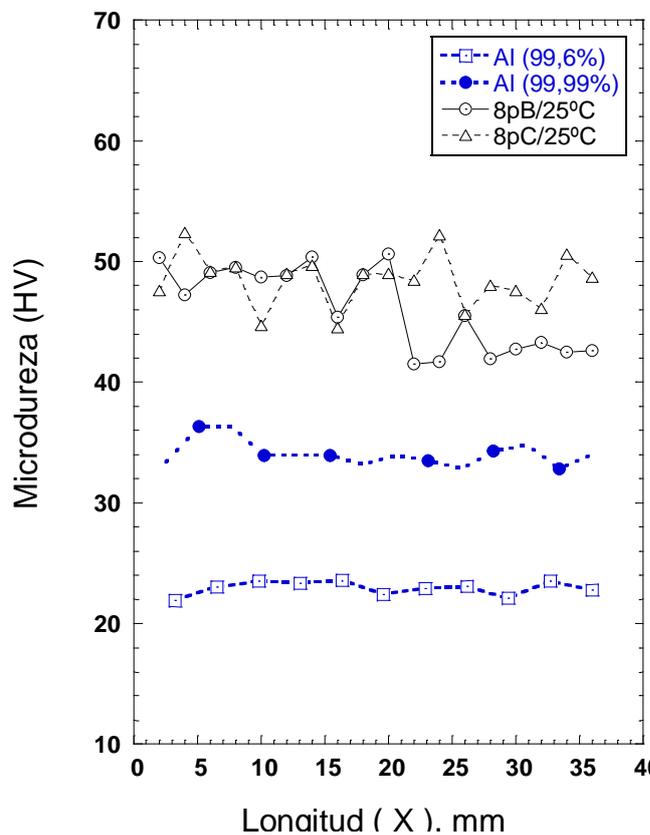


Fig. 4.4. Microdureza a lo largo del eje que une las puntas de medida de resistencia eléctrica del Al antes y después de ECA.

Se observa que el Al (99,99%) tiene una dureza media superior a la del Al (99,6%), HV~34,1 comparado a HV~22. Esta diferencia está asociada evidentemente a la diferencia en la microestructura (Fig. 4.1). Después del tratamiento por ECA hasta 8 pasadas a temperatura ambiente (25°) la dureza del Al (99,6 %) se duplicó pasando a ser en torno a 48,4. Curiosamente, no era de esperar que el material tratado por ruta C tenga de media la misma dureza que la del material tratado por ruta Ba. Posiblemente, esto se debe a la a la textura y/o a la formación de alta densidad de bandas de cizalla.

4.2. Caracterización microestructural y mecánica del Al-5%Mg-1,2%Cr en estado inicial y después de ECA

4.2.1. Estructura de grano de Al-5%Mg-1,2%Cr antes y después de ECA

En la figura 4.5 se muestra la microestructura de partida de la aleación Al-5%Mg-1,2%Cr antes del procesado ECA (estado inicial). Se observan granos gruesos alargados en la dirección de extrusión. Algunos de estos granos contienen pequeños subgranos entre 3 y 5 μm .

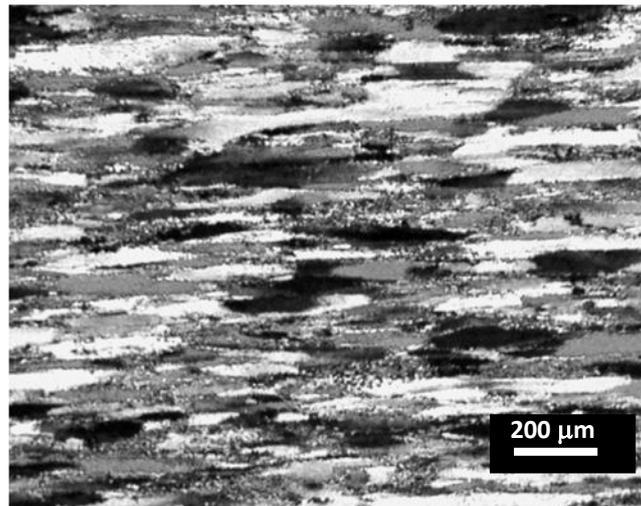


Fig. 4.5. Micrografía de MO que muestra la microestructura de partida de Al-5%Mg-1,2%Cr antes de ECA.

En general la deformación severa por ECA introduce cambios microestructurales muy significativos en la forma y tamaño de grano y en la textura del material (orientación cristalográfica). En la literatura existen muchos trabajos que desvelan el efecto de las condiciones de ECA sobre la microestructura final y asimismo, su influencia en las propiedades del material, especialmente las propiedades mecánicas. En la figura 4.6 se muestran la microestructura del material después de una pasada y dos pasadas por ECA vía rutas B y C a dos temperaturas, 200 y 300 °C. En referencia a la nomenclatura establecida en el apartado de Técnicas Experimentales de este estudio, se trata de las muestras 1p/200°C, 2pB/200°C, 2pC/200°C, 1p/300°C, 2pB/300°C y 2pC/300°C.

Se observa que el tamaño del grano ha sido reducido por ECA en comparación con la microestructura de partida. Esto indica que hubo una cierta recrystalización durante la deformación severa, que se manifiesta en un afinamiento de la microestructura. Este fenómeno es más apreciable a 200 que a 300 °C, debido probablemente a los procesos de recuperación (eliminación de dislocaciones) que son más activos cuanto mayor es la temperatura.



Resumiendo, el afinamiento de la microestructura se basa en que el grano inicial de tamaño de entre 100 y 150 μm después de una pasada se fragmenta en pequeños subgranos o granos de entre 20 y 50 μm que a su vez se fragmentan en granos aún más finos de entre 5 y 10 μm después de 2 pasadas. Es de notar que dos pasadas por ECA no son suficientes para afinar totalmente la microestructura de partida ya que se aprecia la presencia de granos originales sin fragmentación.

Se puede concluir que la microestructura después de dos pasadas por ECA vía ruta B y C se fragmenta por recristalización dinámica en pequeños granos y/o subgranos. El afinamiento es parcial y es de esperar que a mayores pasadas por ECA dicha microestructura sufra una recristalización total. Además del tamaño de grano, la deformación almacenada, la distribución de la segunda fase y la textura del material son factores estructurales importantes que influyen sensiblemente en las propiedades tanto mecánicas como físicas, conductividad y resistividad eléctrica.

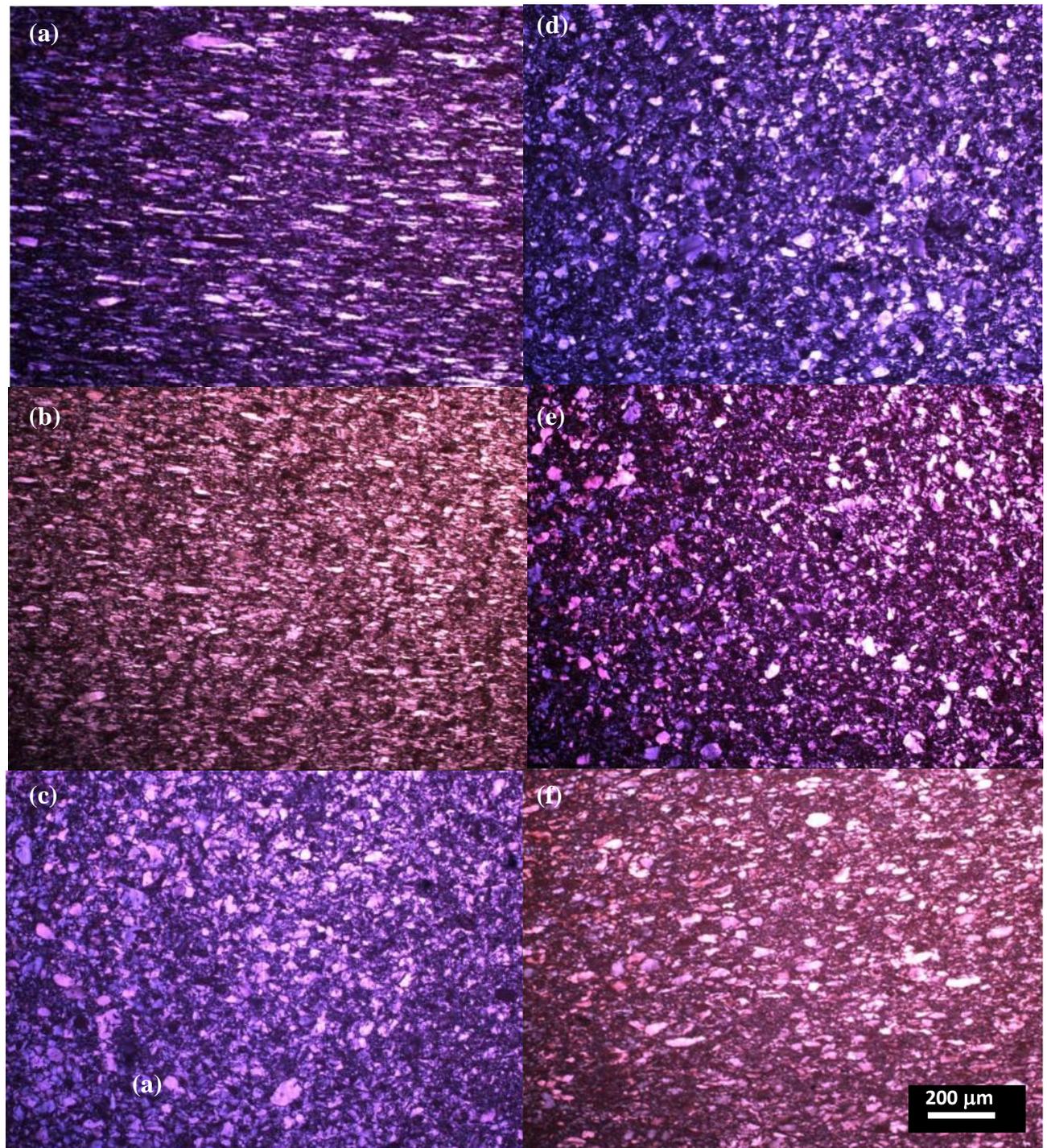


Fig. 4.6. Microestructura de Al-5%Mg-1,2%Cr procesado por ECA: (a) 1p/200°C, (b) 2pB/200°C, (c) 2pC/200°C, (d) 1p/300°C, (e) 2pB/300°C y (f) 2pC/300°C. La escala en (f) es la misma para todas las micrografías (MO).

4.2.2. Microdureza de Al-5%Mg-1,2%Cr antes y después de ECA

En la figura 4.7 se muestra la microdureza de la aleación Al-5%Mg-1,2%Cr tratada por ECA una pasada (1p), dos pasadas vía ruta B (2pB) y dos pasadas vía ruta C (2pC) a 200 y 300°C, respectivamente. Se observa que la dureza de la muestra 1p/300°C es ligeramente superior a la del material de partida, 93,5 comparado con 90,7. Sin embargo, la muestra 1p/200°C manifiesta una dureza mucho mayor, 115 frente a 90. Asimismo, se nota que la dureza después de dos pasadas vía ruta B es más notable a 200°C (113,5) que a 300°C (86,9), pero sufre un descenso en el caso de la ruta C (108,6 para 200°C). Aparentemente, estos resultados están muy relacionados con la microestructura (estructura de grano y textura). En particular, la dureza de los materiales 2pB/300°C y 2pC/300°C es ligeramente inferior a la dureza del material 1p/300°C. Esto es debido a los procesos de recuperación que hacen que la deformación acumulada sea menor cuanto mayor es la temperatura. Este efecto es notable en el caso de la ruta C que restaura en cierto modo el estado inicial de la microestructura.

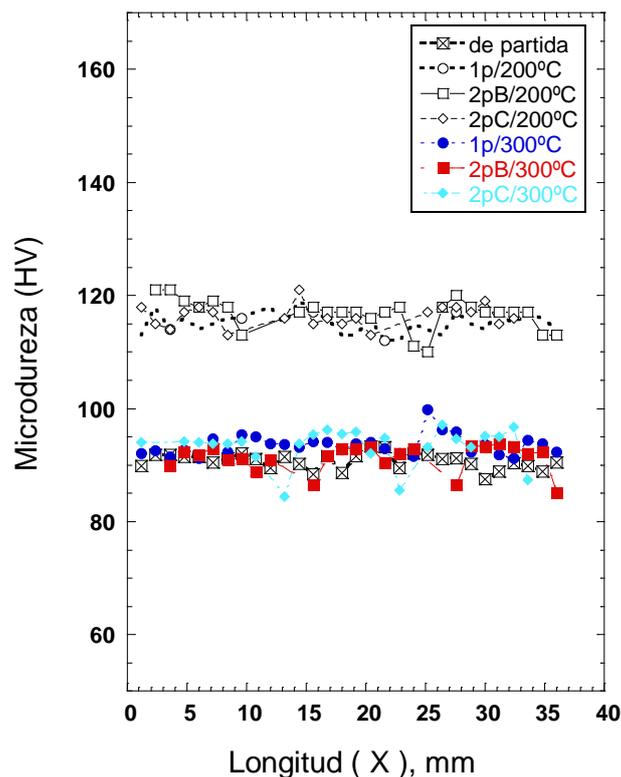


Fig. 4.7. Dureza de la aleación Al-5%Mg-1,2%Cr en su estado inicial y después de ECA.

4.3. Caracterización eléctrica

4.3.1. Optimización de las condiciones del entorno de las medidas eléctricas

Antes de proceder a recolectar los datos de la corriente y su correspondiente voltaje mediante la técnica desarrollada en el laboratorio, se han realizado numerosas medidas de prueba y ajustes para establecer las condiciones óptimas de medida:

1. Se ha verificado el correcto funcionamiento de todos y cada uno de los instrumentos utilizados para las medidas de resistencia eléctrica mediante el método de 4 puntas, tanto del Keithley SourceMeter 2410 como del nanovoltímetro Keithley 182.
2. Se han ajustado todas las aplicaciones del entorno LabVIEW desarrolladas para el método de medida.
3. La estructura del nuevo sistema permite aislar la muestra de cualquier interacción externa y facilita la toma correcta y fiable de las medidas.
4. Se han realizado medidas de resistencia eléctrica en Al puro y Al-5%Mg-1,2%Cr con diferentes estados de superficie, o sea tanto pulida con alúmina y sílice como sin ello (simplemente desbaste suave y ligero con una lija de 1000). Los resultados indican que el estado de la superficie no influye tanto en la medida de resistencia eléctrica. Aún así, todas las muestras han sido pulidas con alúmina y sílice.
5. Asimismo se llevaron a cabo medidas tanto en el centro como en los bordes de las muestras. Los resultados son muy parecidos. Los datos ilustrados en la memoria derivan de medidas realizadas en el centro de las muestras tal y como indica el método de las 4 puntas.
6. Del mismo modo, se ha observado que la presión en las 4 puntas puede influir ligeramente en la caída del voltaje entre ellas. Por ello se ha procurado ejercer una presión similar en todas y cada una de la muestras, ajustando de la misma manera en todas las medidas los tornillos que unen la tapa superior con la base del porta muestra. También, se ha tomado la temperatura del entorno en todas las medidas realizadas, ya que variaciones en la misma pueden inducir cambios en la resistividad del material.
7. Para evitar cualquier calentamiento de la muestra inducido por la corriente eléctrica, se han empleado corrientes entre 50 mA y 1 A. Este intervalo ha sido seleccionado gracias a varias medidas de prueba.

4.3.2. Variación de la resistencia y resistividad eléctrica del Al (99,99%) con el ancho de la muestra

Las figuras 4.8 y 4.9 muestran el voltaje en función de la corriente para diferentes anchos de la muestra y un espaciado entre puntas de 10 mm y 5 mm, respectivamente. Se observa que los datos correspondientes a cada caso se ajustan a una

ecuación lineal (Ley de Ohm (ecuación 2.1)), con un factor de correlación muy cercano a 1, cuya pendiente es la resistencia eléctrica correspondiente. En las tablas 4.1 y 4.2 se ilustran los valores de la resistencia halladas de las Figs. 4.8 y 4.9. Se aprecia que la resistencia eléctrica para ambos espaciados aumenta cuando disminuye el ancho de la muestra. Este resultado era de esperar analizando la ecuación 2.2 descrita en el capítulo de la introducción, ya que la sección de la muestra es cada vez menor cuando se reduce el ancho.

Se ha determinado la resistividad eléctrica mediante la ecuación 2.13 empelando los factores de corrección f_1 y f_2 que se obtienen de las figuras 2.30 y 2.31 ilustradas en el capítulo 2.5 de la introducción de esta memoria. En algún caso se ha recurrido a una nueva curva ajustada por nosotros mediante un polinomio (una extensión de la teórica) expuesta en la figura 4.11, debido a que algunas relaciones geométricas no permitían obtener un f_2 en la curva teórica. La figura 4.10 representa la resistividad y en paralelo la resistencia correspondiente en función de la razón ancho/espaciado de la muestra. Se observa que la resistividad del Al medida en laboratorio es superior a la reportada oficialmente en la bibliografía. Esta ligera diferencia puede ser atribuida a la textura y/o microestructura del material. En todos casos, se observa que el valor de la resistividad está dentro del margen de los valores establecidos en la literatura para el Al puro, que es entre $2,4 \times 10^{-6} \Omega \text{ m}$ y $2,9 \times 10^{-6} \Omega \text{ m}$. Ello induce a pensar que el método empleado para estimar la resistividad es aceptable. Sin embargo, las pequeñas variaciones en el valor de la resistividad podrían haber sido minimizadas si hubiésemos empleado un espaciado entre puntas de menos de 5 mm. Ello requiere otro diseño del sistema de medida.

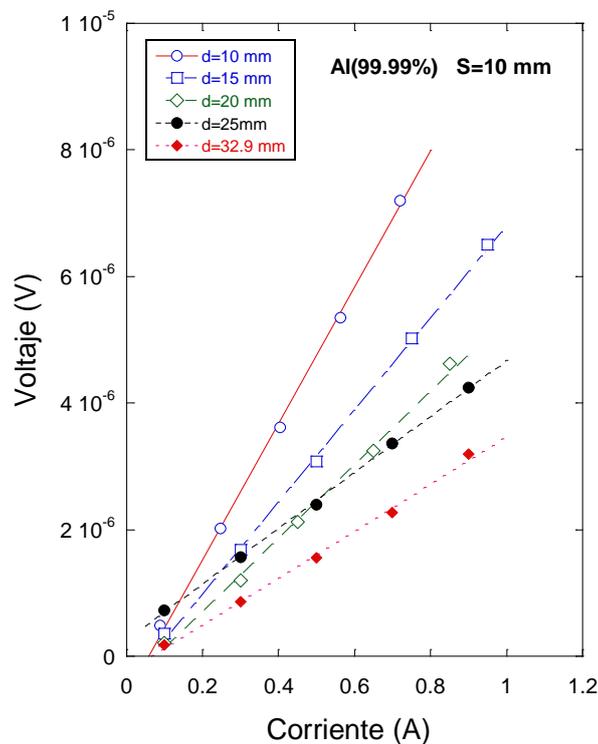


Fig. 4.8. Voltaje en función de la corriente para un espaciado de 10 mm (Al 99,99%).

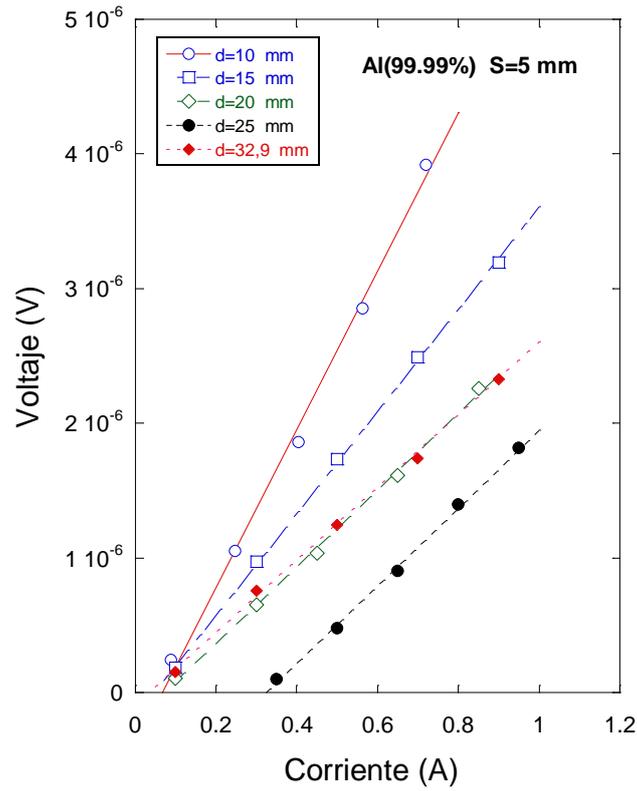


Fig. 4.9. Voltaje en función de la corriente para un espaciado de 5 mm (Al 99,99%).

La nomenclatura correspondiente a las tablas donde se muestran los resultados es la siguiente:

- t: Espesor de la muestra (mm).
- d: Ancho de la muestra (mm).
- f1: Factor f1 teórico en función del cociente (t/s).
- f2: Factor f2 teórico en función del cociente (d/s).
- f2 (exp): Nuevo factor f2 calculado con nuestro ajuste de la curva.
- R: Resistencia de la muestra (Ω).
- ρ : Resistividad de la muestra (Ω m).

Tabla 4.1. Resistencia eléctrica a diferentes anchos y los factores de corrección correspondientes a un espaciado de $s=10$ mm del Al (99,99%).

t(mm)	d(mm)	t/s	d/s	f_1	f_2	R(Ω)	$\rho(\Omega\text{cm})$
3	32,9	0,3	3,29	0,985	0,585	3,68E-06	2,92721E-06
3	25	0,3	2,5	0,985	0,502	4,481E-06	3,05864E-06
3	20	0,3	2	0,985	0,41	5,541E-06	3,08903E-06
3	15	0,3	1,5	0,985	0,323	7,198E-06	3,16129E-06
3	10	0,3	1	0,985	0,192	1,091E-5	2,84823E-6

Tabla 4.2. Resistencia eléctrica a diferentes anchos y los factores de corrección correspondientes a un espaciado de 5 mm del Al (99,99%).

t(mm)	d(mm)	t/s	d/s	f_1	f_2	R(Ω)	$\rho(\Omega\text{cm})$
3	32,9	0,6	6,58	0,936	0,845	2,719E-06	2,92409E-06
3	25	0,6	5	0,936	0,785	2,891E-06	2,88831E-06
3	20	0,6	4	0,936	0,71	3,154E-06	2,85E-06
3	15	0,6	3	0,936	0,6	3,719E-06	2,8399E-06
3	10	0,6	2	0,936	0,415	5,857E-06	3,09349E-06

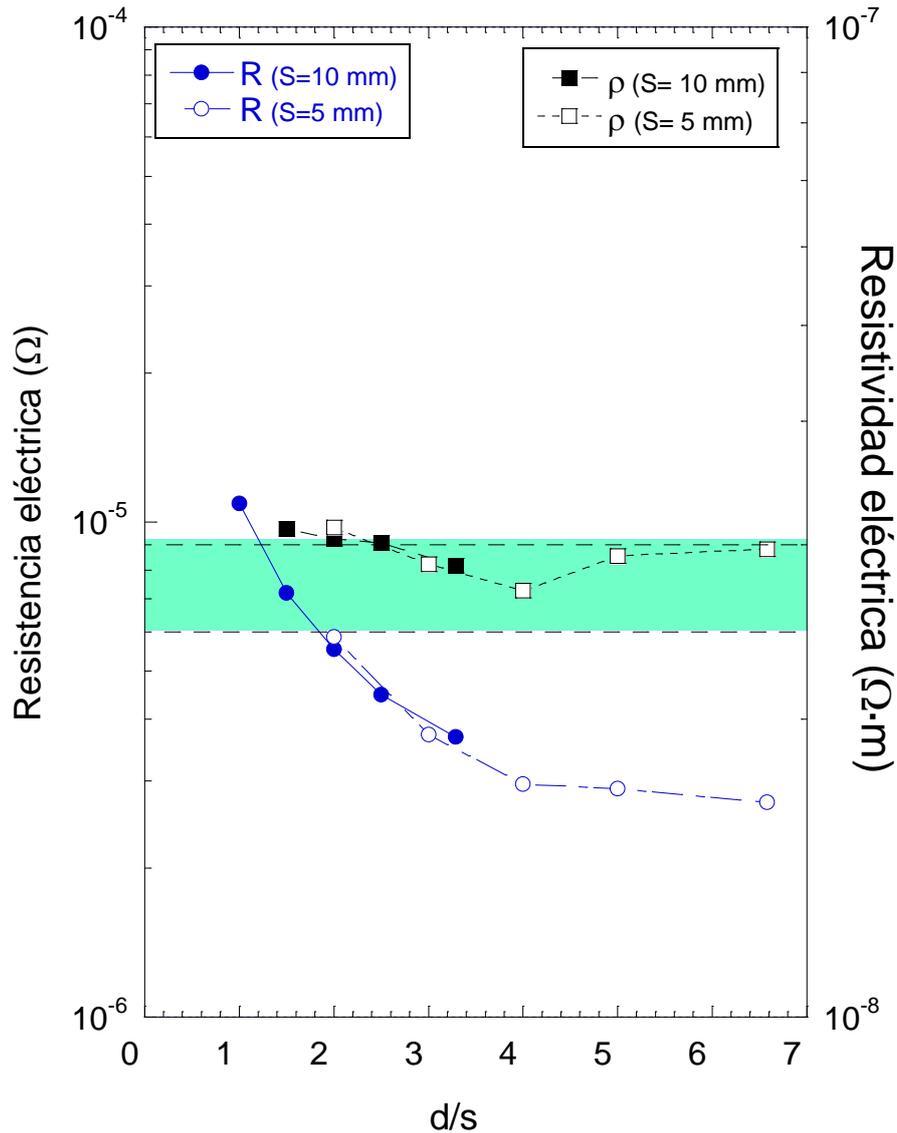


Fig. 4.10. Resistencia y resistividad eléctrica frente a la razón ancho/espaciado para el Al (99,99%).

Por otro lado, uno puede pensar que la dispersión de valores de resistividad puede también provenir del hecho de que los factores de corrección que se han aplicado en este estudio son en realidad para materiales semiconductores, aunque el aluminio es un buen conductor. Se sugiere, como alternativa a metales, calcular nuevos factores de corrección para Al asociado al sistema de medida desarrollado en el laboratorio. Por ello, se ha introducido un polinomio de ajuste que se describe en la figura 4.11 mediante valores predeterminados y creíbles de la resistividad eléctrica. Se han tomado valores de $2,92409 \times 10^{-6} \Omega \cdot m$ para el espaciado de 5 mm y $2,92721 \times 10^{-6} \Omega \cdot m$ para el espaciado de 10 mm, que corresponden al caso del ancho de 32,9 mm (en rojo en Tablas 4.1 y 4.2 respectivamente). Estos valores son fiables ya que la razón ancho/espaciado corresponde a un factor de corrección f_2 muy próximo a 1, o sea la influencia del factor geométrico de la muestra en la resistividad es insignificante.

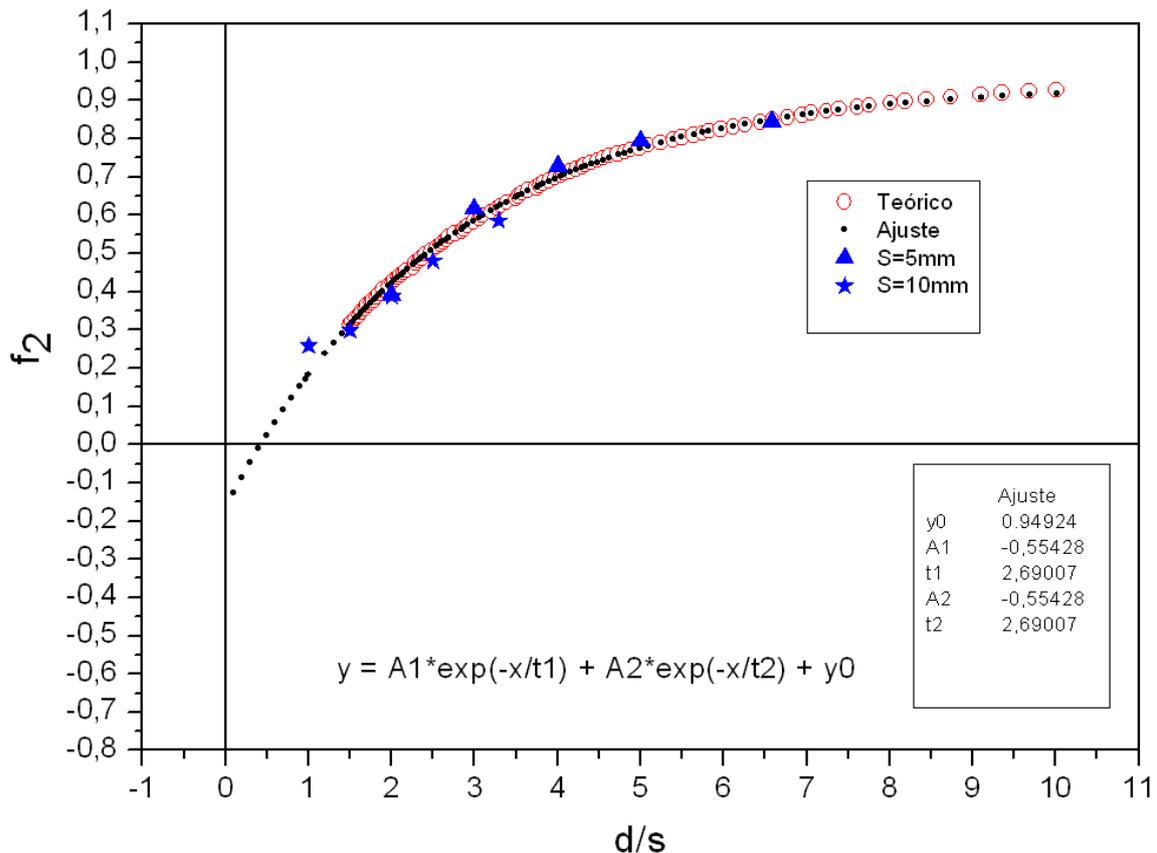


Fig. 4.11. Factor de corrección f_2 en función del cociente ancho/espaciado teórico y experimental.

La nueva curva del factor f_2 que se deriva del ajuste realizado presenta similar tendencia que la correspondiente a los semiconductores como se observa en la figura 4.11. Los valores de resistividad calculados empleando los nuevos factores de corrección se dan en las Tablas 4.3 y 4.5 ya que con las curvas teóricas para f_2 había cocientes (d/s) que no cortaban con la curva, lo cual se ha solucionado con el ajuste que hemos hecho sobre la misma. No obstante queda por ver si este polinomio de ajuste puede ser extrapolado a otros metales aplicando el mismo sistema de medida.

4.3.3. Variación de la resistividad con el espesor del Al (99,6%)

En este apartado se ha utilizado el Al (99,6%) cuyo espesor inicial era de 9,6 mm. Se partió de dicha muestra y se redujo su espesor hasta llegar a un valor de 0,5 mm. En cada reducción de espesor, se ha tomado la precaución de desabastecer el material siempre del mismo lado y medir la resistencia eléctrica del otro lado. Los valores de la resistencia eléctrica para ambos espaciados de 10 mm y 5 mm se dan en las tablas 4.3 y 4.4. Se observa que el valor de la resistencia correspondiente al espaciado de 10 mm es aproximadamente el doble de la resistencia determinada para un espaciado de 5 mm, que era de esperar ya que entre ambos espaciados existe un factor 2.

Siguiendo el mismo procedimiento mostrado en el apartado 4.3.2, se determina la resistividad eléctrica mediante las ecuaciones 2.13, 2.14 y 2.15 empelando los factores de corrección correspondientes a cada caso. Sin embargo, para un espaciado de $s=10$ mm y un espesor de $t=9,6$ mm el valor abscisa $t/s=0,96$ como se observa en la figura 2.30 no le corresponde ningún ordenada f_2 , por lo que se ha recurrido al ajuste de la curva teórica mostrado anteriormente. La Fig. 4.12 muestra la resistividad y en paralelo la resistencia eléctrica en función de la razón espesor/espaciado. Se observa que para el espaciado de 5 mm la resistividad eléctrica es mucho mayor de lo esperado. Por lo contrario, para el espaciado de 10 mm, la resistividad cae en la franja de los valores de resistividad establecidos para el Al.

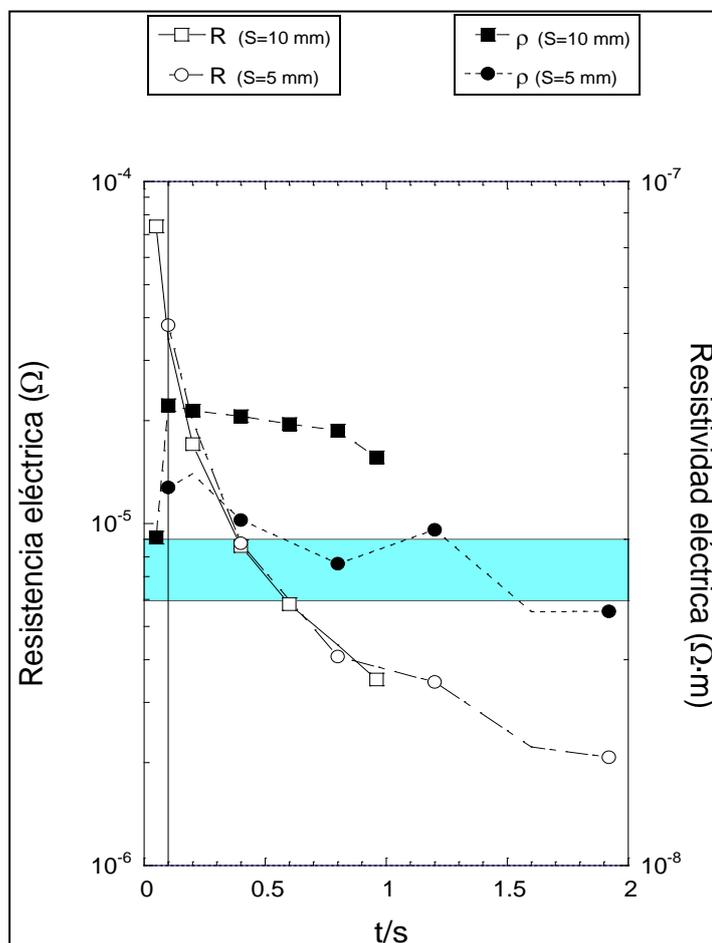


Fig. 4.12. Resistencia eléctrica frente a la resistividad eléctrica del Al (99,6%) en función de la razón espesor/espaciado (t/s).

En realidad la resistividad debe ser similar en todos casos independientemente de la geometría de la muestra ya que es una propiedad intrínseca del material. En la Fig. 4.12 el espaciado de 5 mm resulta en valores de resistividad dispares lo que induce a pensar que quizás hay que introducir nuevos factores de corrección, derivados del sistema de medida, igual como se realizó en el caso de la variación de la resistividad con el ancho para el Al (99,99%). Las Tablas 4.3 y 4.4 ilustran el valor de resistividad obtenidos para el Al (99,6%).

Tabla 4.3. Resistencia y resistividad para diferentes espesores de la muestra (Al 99,6%) y un espaciado de 10 mm.

t(mm)	d(mm)	t/s	d/s	f ₁	f ₂	R(Ω)	f ₂ (exp)	ρ(Ωcm)
0,5	9,6	0,05	0,96	1	-	7,39E-05	0,171	2,86377E-06
1	9,6	0,1	0,96	1	-	3,46E-05	0,171	2,68164E-06
2	9,6	0,2	0,96	0,995	-	1,71E-05	0,171	2,63738E-06
4	9,6	0,4	0,96	0,97	-	8,59E-06	0,171	2,58315E-06
6	9,6	0,6	0,96	0,935	-	5,8E-06	0,171	2,52183E-06
8	9,6	0,8	0,96	0,888	-	4,425E-06	0,171	2,43636E-06
9,6	9,6	0,96	0,96	0,869	-	3,5E-06	0,171	2,26299E-06

Tabla 4.4. Resistencia y resistividad para diferentes espesores de la muestra (Al 99,6%) y un espaciado de 5 mm.

t(mm)	d(mm)	t/s	d/s	f ₁	f ₂	R(Ω)	ρ(Ωcm)
0,5	9,6	0,1	1,92	1	0,409	3,80000E-05	3,52213E-06
1	9,6	0,2	1,92	0,995	0,409	2,00000E-05	3,68897E-06
2	9,6	0,4	1,92	0,97	0,409	8,76000E-06	3,15034E-06
4	9,6	0,8	1,92	0,888	0,409	4,09000E-06	2,69307E-06
6	9,6	1,2	1,92	0,805	0,409	3,44000E-06	3,08005E-06
8	9,6	1,6	1,92	0,702	0,409	2,22000E-06	2,31117E-06
9,6	9,6	1,92	1,92	0,609	0,409	1,99000E-06	2,15672E-06

A continuación, se procederá a ver el efecto de la deformación severa plástica introducida por ECA sobre la resistividad del mismo Al (99,6%). Las Figs. 4.13 y 4.14 muestran la resistencia eléctrica de las muestras después de haber sido deformadas 8pB/25° y 8pC/25° por ECA a temperatura ambiente. Al igual que en el caso del ancho, no se obtienen coeficientes de corrección para un espaciado de 10 mm, por lo que se recurre a la curva ajustada que si permite obtener este factor. En este caso el factor f₁ tiende al valor 1. Los valores obtenidos para estas muestras de aluminio deformadas se muestran en las tablas 4.5 y 4.6 (se ha utilizado la ecuación 2.14 mostrada en la introducción de la memoria).

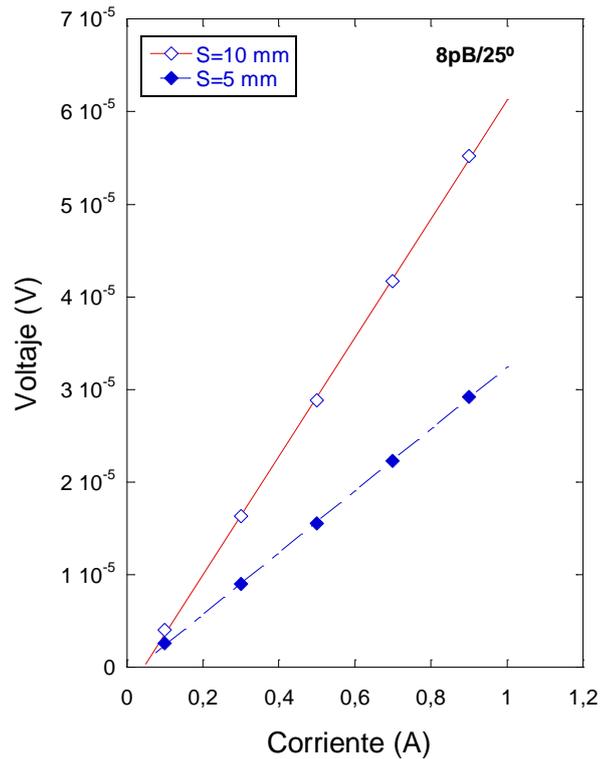


Fig. 4.13. Gráfico con los valores de voltaje respecto a corriente para un espaciado de 5 y 10 mm para aluminio deformado 8pB por ECA a temperatura ambiente.

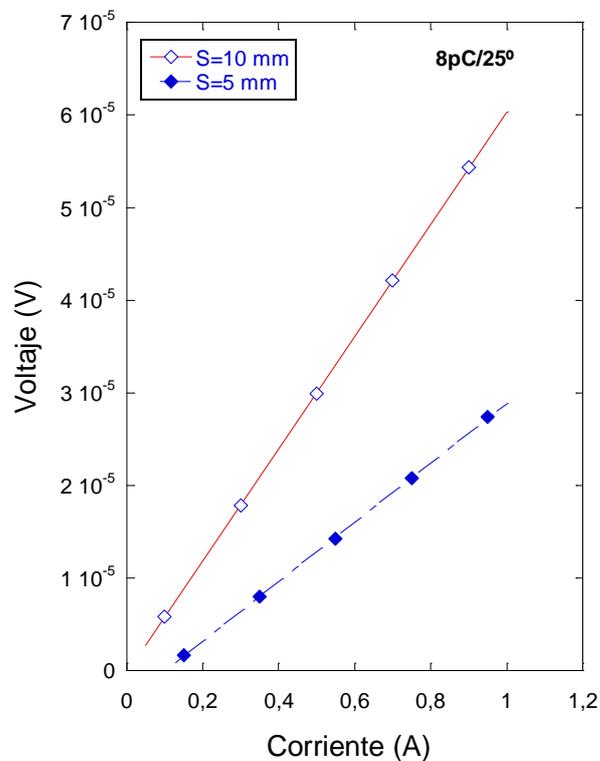


Fig. 4.14. Gráfico con los valores voltaje respecto a corriente para un espaciado de 5 y 10 mm para Al (99,6%) deformado 8pC por ECA a temperatura ambiente.

Tabla 4.5. Resistividad del Al (99,6%) deformado 8pB/25° y 8pC/25° por ECA para un espaciado de 5 mm.

Material	t(mm)	d(mm)	t/s	d/s	f ₁	f ₂	R(Ω)	ρ(Ωcm)
8pBa/25°	0,5	9,6	0,1	1,92	1	0,409	3,30900E-05	3,06703E-06
8pC/25°C	0,5	9,6	0,1	1,92	1	0,409	3,19000E-05	2,95673E-06

Curiosamente, se observa que el efecto del ECA en la resistividad es contrario a lo esperado si se compara la resistividad de las muestras deformadas 8pB/25° y 8pC/25° y la del material de partida. La microdureza después de 8 pasadas es mayor en ambos casos en comparación con la inicial (Fig. 4.15). En otras palabras, la introducción de un alto grado de dislocaciones, sub-fronteras y bandas de deformación, que en conjunto son obstáculos para la corriente, no ha resultado en un aumento de la resistencia eléctrica del material. Ello indica que otro parámetro estructural que puede ser la textura puede predominar sobre la deformación.

Tabla 4.6. Resistividad del Al (99,6%) deformado 8pB/25° y 8pC/25° por ECA para un espaciado de 10 mm.

Material	t(mm)	d(mm)	t/s	d/s	f ₁	f ₂	R(Ω)	f ₂ (exp)	ρ(Ωcm)
8pBa/25°	0,5	9,6	0,05	0,96	1	-	6,41700E-05	0,171	2,48672E-6
8pC/25°C	0,5	9,6	0,05	0,96	1	-	6,08900E-05	0,171	2,35961E-6

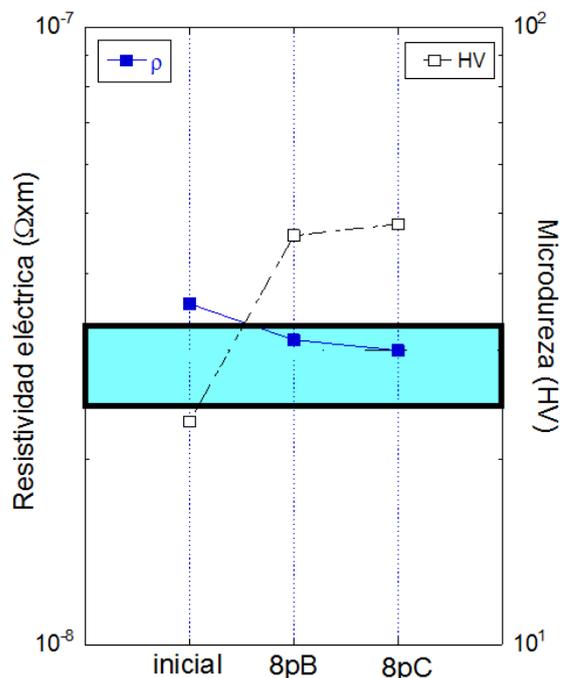


Fig. 4.15. Microdureza y resistividad del Al (99,6%) en estado inicial y después de ECA.

Para estimar si hay diferencia en textura o no, se han realizado medidas de rayos X en Al (99,6%) en estado de partida y después de ECA en muestras 8pC/25° y 8pB/25°. En la figura 4.16 se presentan los difractogramas de rayos X obtenidos correspondientes a cada caso [21]. El material colado exhibe una alta intensidad y su distribución de orientaciones puede considerarse como al azar. Este espectro de difracción puede considerarse como referencia para el material deformado por ECA.

Después de 8 pasadas vía ruta B la intensidad decrece drásticamente y la diferencia entre los picos de difracción es muy notable. Esto quiere decir que el material adquiere una cierta textura. Del mismo modo, para el material 8pC/25° la intensidad disminuye también después de la deformación por ECA pero no tan severa como en el caso del 8pB/25°. Esto puede explicar que hay una diferencia de textura entre ambos materiales.

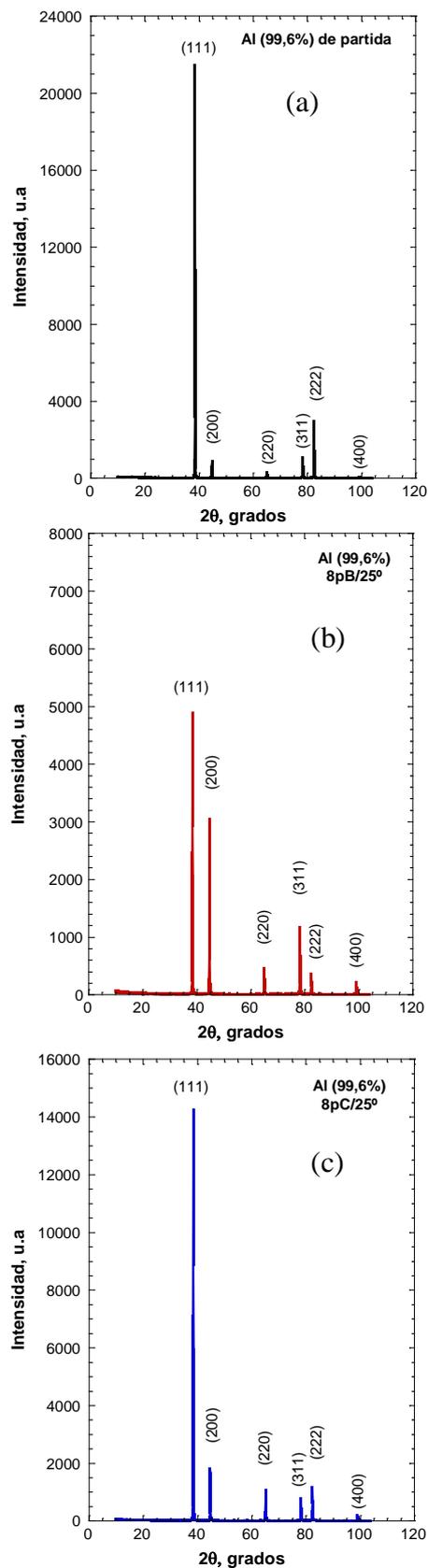


Fig. 4.16. Difractograma de rayos X del Al (99,6%): (a) estado de partida, (b) 8pC/25° y (c) 8pB/25°.

4.3.4. Efecto de la deformación ECA en la resistividad eléctrica de la aleación Al-5%Mg-1,2%Cr

Igual que en el caso del Al (99,6%), se procedió a medir la resistividad eléctrica de la aleación Al 5%Mg 1,2%Cr en estado inicial y después de la deformación por ECA empleando un espaciado de 5 mm y un espesor de 0.5 mm (utilizando la ecuación 2.14 mostrada en la introducción de la memoria). La Tabla 4.7 ilustra los resultados obtenidos en el material de partida sin deformar y después del procesado por ECA a 200°C y 300°C.

Las Figs. 4.17 y 4.18 muestran curvas del voltaje respecto a la corriente para un espaciado de 5 mm, correspondientes a muestras deformadas por ECA a 200 y 300°C, respectivamente.

Tabla 4.7. Resistencia y resistividad eléctrica de la aleación Al-5%Mg-1,2%Cr.

AlMgCr	t(mm)	d(mm)	t/s	d/s	f ₁	f ₂	R(Ω)	ρ(Ωcm)
Inicial	0,5	9,6	0,1	1,92	1	0,409	1,33100E-04	1,23367E-05
1p/200°C	0,5	7,7	0,1	1,54	1	0,325	1,03100E-04	7,59347E-06
2pB/200°C	0,5	7,7	0,1	1,54	1	0,325	9,42600E-05	6,94239E-06
2pC/200°C	0,5	7,7	0,1	1,54	1	0,325	9,98900E-05	7,35705E-06
1p/300°C	0,5	7,7	0,1	1,54	1	0,325	1,03600E-04	7,63030E-06
2pB/300°C	0,5	7,7	0,1	1,54	1	0,325	1,02200E-04	7,52718E-06
2pC/300°C	0,5	7,7	0,1	1,54	1	0,325	9,36200E-05	6,89525E-06

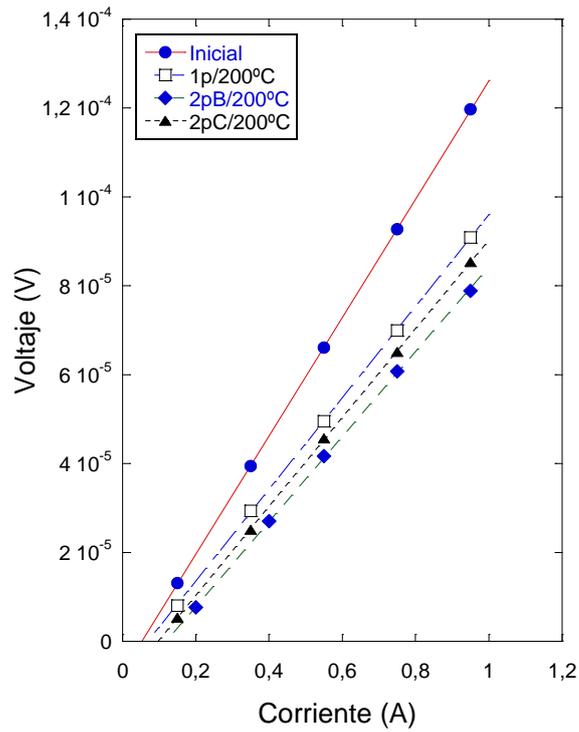


Fig. 4.17. Curvas de voltaje respecto a la corriente de la aleación en estado inicial y después de la deformación pro ECA a 200 °C.

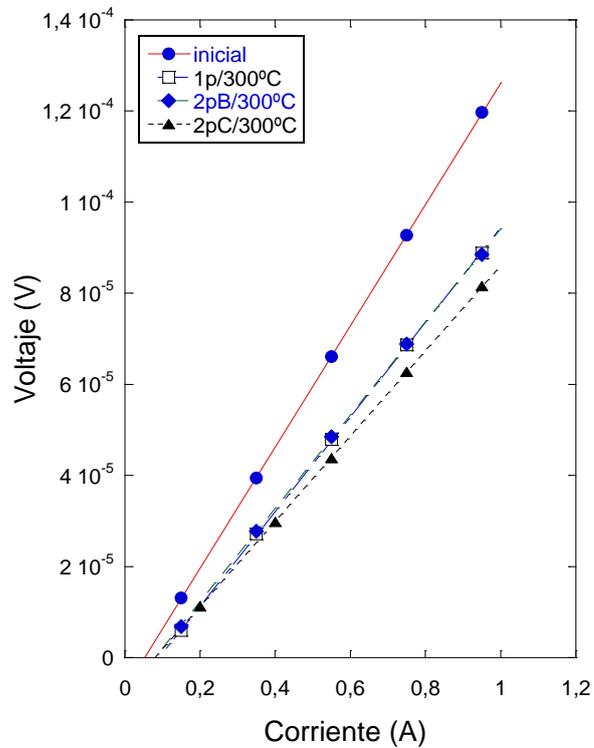


Fig. 4.18. Curvas de voltaje respecto a la corriente de la aleación en estado inicial y después de la deformación pro ECA a 300 °C.

Inesperadamente, se aprecia que la resistividad disminuye en las muestras deformadas. De igual modo, la resistividad correspondiente a las muestras procesadas por ECA a 300 °C es menor respecto a la de la muestra inicial sin deformar. Este resultado pone de manifiesto que la naturaleza de la microestructura que se desarrolle por ECA, especialmente la textura, es de gran importancia a la hora de analizar la resistividad, puesto que una orientación preferente de los granos puede en cierto modo favorecer la conductividad eléctrica, pese a que el material alberga deformación plástica severa. Más en concreto, puede también que el flujo plástico adquiera una orientación que permita el paso fácil o no del movimiento de electrones tal como se puede deducir comparando las muestras 2pB/200°C y 2pC/200°C en Fig. 4.19. Se nota que la dureza de la muestra 2pC/200°C es menor que la de la muestra 2pB/200°C mientras que su resistividad es mayor. La misma tendencia se observa en la muestra tratada con dos pasadas por ECA a 300°C (Fig. 4.20). La muestra 2pC/300°C manifiesta mayor dureza, pero, sin embargo, su resistividad es menor comparada con la de la muestra 2pB/300°C.

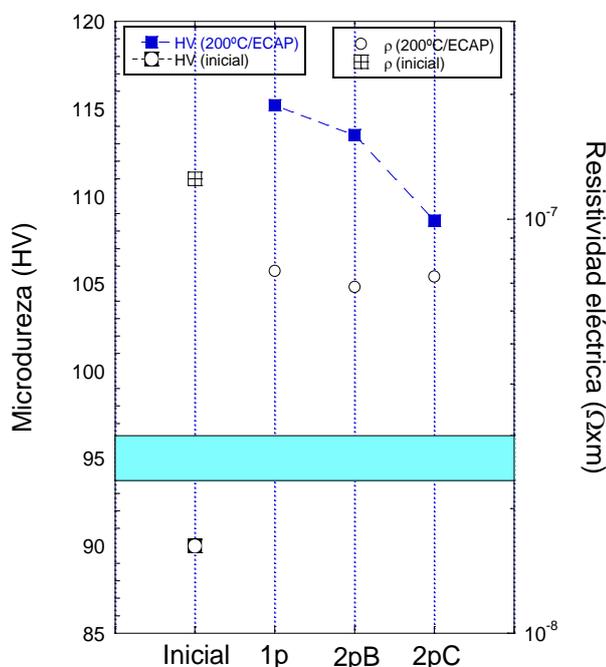


Fig. 4.19. Microdureza y resistividad de la aleación Al-5%Mg-1,2%Cr de partida y después de ECA a 200°C.

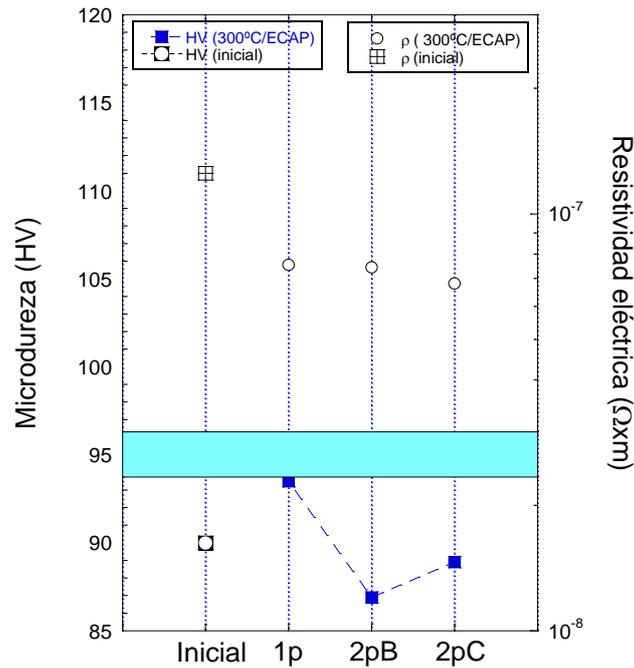


Fig. 4.20. Microdureza y resistividad de la aleación Al-5%Mg-1,2%Cr de partida y después de ECA a 300°C.

En resumen, se puede concluir que la combinación de ciertos parámetros termomecánicos como la temperatura, el grado de deformación plástica y parámetros estructurales como la textura y la estructura de grano, pueden influir sensiblemente en el valor de la resistencia y de la resistividad eléctrica. Se ha podido correlacionar la resistividad y la dureza de las muestras estudiadas; la resistividad decrece cuando crece la dureza. Más aún, cabe creer que existe una relación también entre la textura y la resistividad eléctrica tal y como se ha observado en Al (99,6%). Este resultado es muy importante y al parecer no aparece reflejado en ningún trabajo en la literatura.





5. CONCLUSIONES



5. CONCLUSIONES

En lo referente a mi formación profesional la realización del presente proyecto me ha permitido:

- dar mis primeros pasos en la investigación científica enseñándome el valor del método de investigación, de ser meticuloso, sistemático y ser consciente del tiempo que es necesario invertir en la investigación. Además, ahora más que nunca, soy consciente de lo importante que es hacer una correcta interpretación de los datos experimentales, de hacer adecuados diseños de experimentos aunque implique una gran cantidad de tiempo, ya que esto es primordial para avanzar en la obtención del buen resultado.
- conocer y saber manejar los estándares de medida para la caracterización eléctrica aplicables a los materiales metálicos, en particular el método de 4 puntas. Conocer el funcionamiento de la instrumentación electrónica necesaria para la realización de las medidas eléctricas de precisión, teniendo en cuenta que entre la instrumentación y el material a caracterizar por lo general es necesario la utilización de una interfaz “portamuestra” que debe ser caracterizada y tenida en cuenta en los resultados de las medidas reportadas. Por ello hay que poner especial cuidado en la selección de las propiedades de los materiales que se utilicen en el diseño, fabricación y posterior funcionamiento de portamuestra, de tal forma que nos permita separar en la medida resultante los efectos no deseados de la interfaz de acoplamiento entre la instrumentación y el sistema bajo estudio.
- adquirir nuevos conocimientos en ciencia de materiales en particular en temas relacionados con las aleaciones metálicas, las técnicas de procesado, obtención y deformación de materiales metálicos (ECA); las técnicas de caracterización microestructural y mecánica; las técnicas de preparación de muestra para caracterización por diferentes técnicas experimentales. “Aprendí lo complicado que es revelar una microestructura”.

En lo referente al los resultados más significativos del trabajo realizado en el proyecto:

- se ha diseñado y puesto a punto un portamuestra de teflón que permite fijar las muestras metálicas objeto de la caracterización eléctrica por el método de las cuatro puntas, posibilitando las medidas de sus resistencias con un doble espaciado en la separación entre puntas sin necesitadas de cambiar su posición en portamuestra. Los valores nominales obtenidos para la resistividad a partir de las medidas de resistencia eléctrica en las muestras de aluminio puro están en un margen de error inferior al 15 % respecto a las reportadas en la literatura.
- se han utilizado los factores de corrección geométricos f_1 y f_2 del estándar de medida para materiales semiconductores con alto nivel de dopaje, para el cálculo de la resistividad por el método de 4 puntas y se han realizado ajustes pertinentes sobre

las curvas de corrección del factor f_2 para obtener los valores de resistividad en muestras de aluminio puro cuya relación (d/s) no podía ser obtenida de las mismas.

- se ha estudiado como influyen en el valor de la resistividad los factores de corrección f_1 y f_2 en función de los valores de los parámetros (espesor/espaciado) y (ancho/espaciado), respectivamente. Dentro del margen que permiten las dimensiones de partida de las muestras, se han determinado cuales deben ser los valores más apropiados de estos parámetros para que la resistividad eléctrica de las muestras estén lo menos afectados por la geometría de la misma, es decir, que los valores de los factores de corrección sean cercanos a la unidad.
- se han deformado por ECA la aleación Al-5%Mg-1,2%Cr y el aluminio 99,6%, y se ha observado que la microdureza de las muestras deformadas es mayor que la de su estado inicial.
- se ha determinado que la DPS por ECA influye en la microestructura modificando el tamaño del grano y su orientación, condicionando los valores la dureza y de resistividad.
- se han revelado mediante ataque químico las microestructuras de las muestras de aluminio puro y de la aleación, deformada y sin deformar, observándose como en función del procesado previo del material, la forma y el tamaño del grano se modifican.
- se han realizado ensayos de microdureza Vickers para la determinación de dureza en las muestras de aluminio y de la aleación obteniéndose valores acordes con los de la literatura.
- se ha correlacionado la resistividad eléctrica con la dureza en todos los casos y se ha observado que, curiosamente, los materiales que manifiestan mayor dureza exhiben menor resistividad. Este efecto inverso induce a pensar que además de la textura los parámetros microestructurales como el tamaño y forma del grano, son determinantes en la resistividad de las muestras con valores opuestos a lo teóricamente esperado.

Líneas futuras

De los resultados y experiencias obtenidos en este proyecto se sugirieren algunas líneas futuras para la continuidad del trabajo investigación:

- Debido a que se ha observado que la textura es un parámetro importante en las propiedades electromecánicas de las aleaciones metálicas, sería interesante realizar un exhaustivo estudio sobre su relevancia en un amplio abanico de aleaciones en base aluminio con diferentes texturas.



- Debido a la contribución de la interacción fonónica en la resistividad a temperatura ambiente sería recomendable realizar las medidas en un rango de temperaturas inferior a la temperatura ambiente, que nos permitiría obtener valores de la resistividad más dependiente de la densidad de defectos contenidos en el material. Además sería conveniente disponer de muestras patrón cuyos valores de resistividad sean conocidos.





6. REFERENCIAS



6. REFERENCIAS

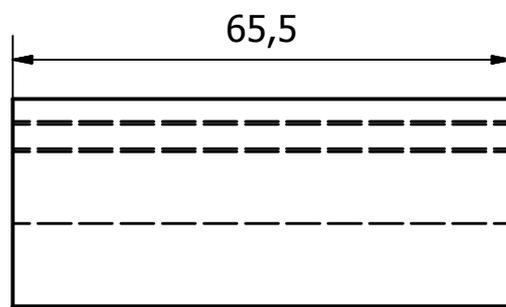
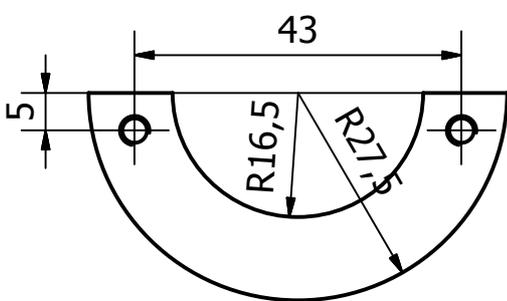
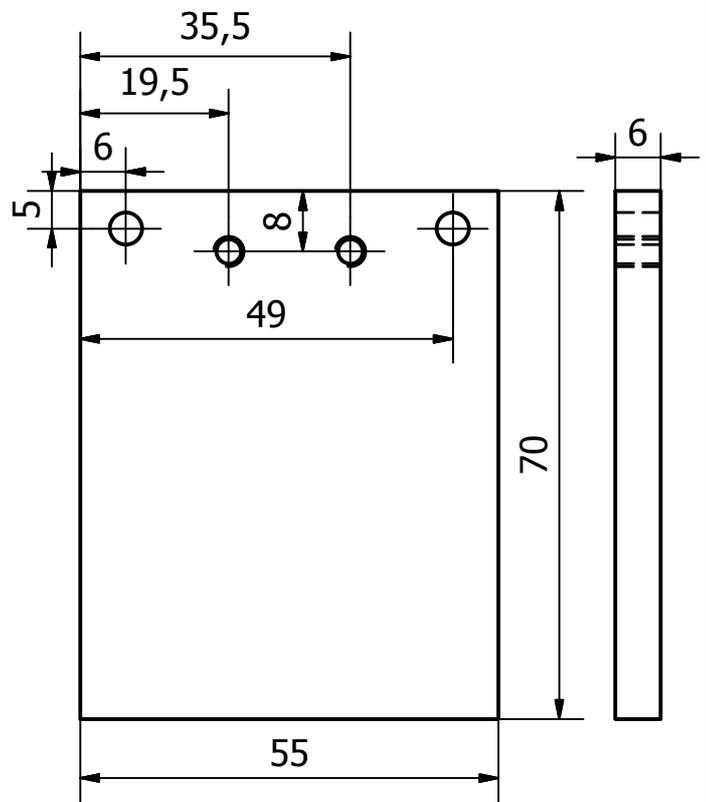
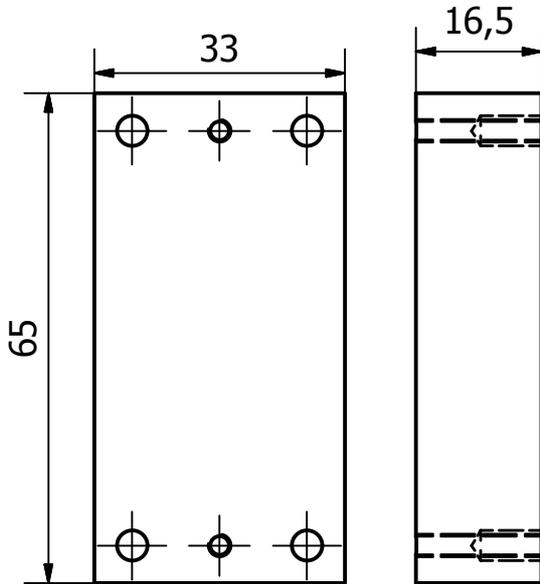
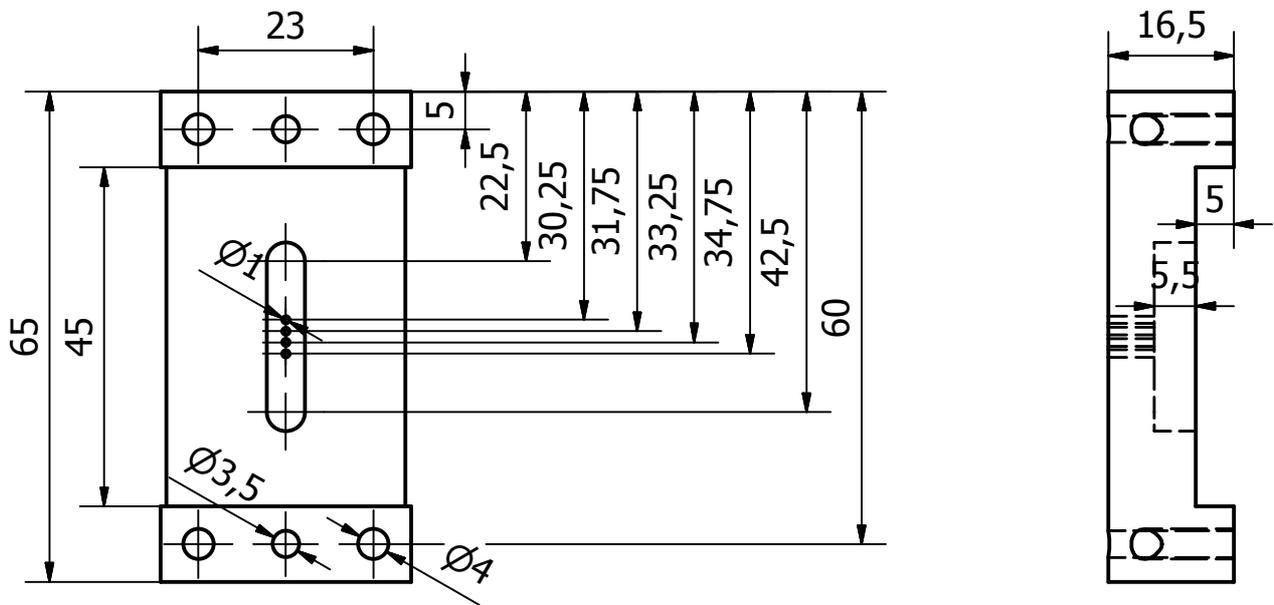
- [¹] ANDRADE, Carmen. *La resistividad eléctrica como parámetro de control del hormigón y su durabilidad*. Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja, 2009. 1-2.
- [²] J.Bass; K.H.Fischer, "Metals: Electronic Transport Phenomena", Landolt-Börnstein New Series III/15, 2 (1982).
- [³] ARRANZ MONGE, Miguel Ángel. *Apuntes de la asignatura: Materiales*. Universidad de Castilla-La Mancha, 2005. 14-17.
- [⁴] GARCÍA G., Claudia Patricia. *Apuntes de la asignatura: Ciencia de los materiales: Defectos e imperfecciones cristalinas*. Universidad Nacional de Colombia, Departamento de Física, 2008.
- [⁵] George E. Dieter, *Mechanical Metallurgy*, McGraw-Hill Book Company UK, 1988.
- [⁶] J.P. Poirier, *Plasticité à haute température des solides cristallins*. Editions Eyrolles, Paris 1976.
- [⁷] OJEDA GARCÍA, Jacobo. *Automatización en el entorno de programación LabVIEW de un sistema flexible de instrumentación aplicado a las medidas eléctricas*. Tutor: Miguel Tardío López. Proyecto fin de carrera. Universidad Carlos III de Madrid, Escuela Politécnica Superior, Departamento de Física, 2011. 93-95.
- [⁸] L.J. Van der Pauw. Philips Res. Rep. 20 (1958). 220.
- [⁹] FERNÁNDEZ RODRÍGUEZ, Jesús. *Variación térmica de la resistividad eléctrica en nuevos materiales metálicos: compuestos de tierras raras y aleaciones amorfas*. Memoria para el Grado de Doctor en Ciencias Físicas. Universidad de Cantabria, 1987. 18-19
- [¹⁰] F.M. Smits, "Measurement of Sheet Resistivities with the Four-Point Probe", The Bell System Technical Journal 37, 711-718 (1958)
- [¹¹] A. Uhlir Jr. The Bell System Technical Journal 34, 105 (1955)
- [¹²] L.J. Swartzendruber "Correction factor tables for four-point probe resistivity measurements on thin, circular semiconductor samples" National Bureau of Standards (1964)
- [¹³] <http://www.fourpointprobes.com/>
- [¹⁴] D.K.Schroeder, *Semiconductor Material and Device Characterization*, Wiley 1990.
- [¹⁵] Finite-size corrections for 4-point probe measurements (rev07Jan04)

- [¹⁶] BERMÚDEZ OLIVARES, María Dolores...[et al.]. *Prácticas de Ciencia de Materiales: Fundamentos y desarrollo*. Murcia: Universidad, Secretariado de Publicaciones, 1992. p. 75-85.
- [¹⁷] OJEDA GARCÍA, Jacobo. *Automatización en el entorno de programación LabVIEW de un sistema flexible de instrumentación aplicado a las medidas eléctricas*. Tutor: Miguel Tardío López. Proyecto fin de carrera. Universidad Carlos III de Madrid, Escuela Politécnica Superior, Departamento de Física, 2011. p. 27-35,193-200.
- [¹⁸] INGUN. *Test probes catalog*, 2006-2007.
- [¹⁹] A. Gholinia, P. B. Prangnelli y M.V Markushev, *Acta mater.* 48 (2000) 1115-1130.
- [²⁰] M. Eddahbi, M. Carsí y O. A. Ruano, *Mater. Sci. Eng.* A361 (2003) 36-44.
- [²¹] SUSI JIMÉNEZ, Laura. *Comportamiento al Desgaste de aleaciones superplásticas de Al-Mg-Cr y Mg-Al-Zn Procesadas por Extrusión por Canal Angular (ECA)*. Tutor: Mohamed Eddahbi. Proyecto fin de Máster. Universidad Carlos III de Madrid, Escuela Politécnica Superior, Departamento de Física, 2010.



7. ANEXO





Diseño y fabricación de
David Fernandez Martin

Fecha
29/02/2012

Material
PTFE - Aluminio



Universidad
Carlos III de Madrid

Portamuestras 4 puntas

File

Escala
1 / 1

Hoja
1 / 1