

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID

FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS

Departamento de Física de Materiales



TESIS DOCTORAL

**Estudio de la deformación de aleaciones
superplásticas de aluminio mediante análisis de
texturas**

TESIS DOCTORAL

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR

PRESENTADA POR

María Teresa Pérez Prado

Director:

Gaspar González Doncel

Madrid, 2003

ISBN: 978-84-669-1591-5

© María Teresa Pérez Prado , 1998



UNIVERSIDAD COMPLUTENSE



5314279377

TF 1998/26

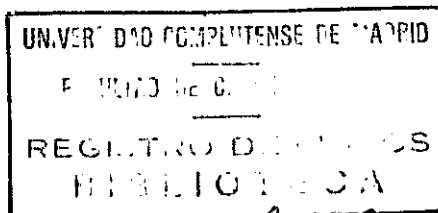
Memoria presentada para optar al grado de Doctor en Ciencias Físicas en el Departamento de Física de Materiales de la Universidad Complutense de Madrid por:

MARÍA TERESA PÉREZ PRADO

**ESTUDIO DE LA DEFORMACIÓN
DE ALEACIONES SUPERPLÁSTICAS DE ALUMINIO
MEDIANTE ANÁLISIS DE TEXTURAS**

Director: GASPAR GONZÁLEZ DONCEL

Codirector: ÓSCAR ANTONIO RUANO MARIÑO



N.º REGISTRO 27-642

Madrid, mayo de 1998

*A mis padres,
a Pili y a Pepin.*

Agradecimientos

Jamás pensé que esta etapa de mi vida, que afrontaba con cierto escepticismo, fuera a resultar una experiencia tan interesante y enriquecedora... A ello han contribuido muchas personas que han estado a mi lado durante estos cuatro años y a quienes deseo agradecer su compañía...

Quiero agradecer al director de esta tesis doctoral, Dr. Gaspar González Doncel, su dedicación y apoyo incondicional en el día a día, sus enseñanzas en el campo de la Ciencia de Materiales y la metodología científica y su acertada orientación de esta tesis doctoral. La ilusión y el entusiasmo con que ha afrontado este trabajo han sido siempre un estímulo para mí.

Al Dr. Oscar Antonio Ruano Mariño, codirector de esta tesis doctoral, quiero agradecerle la confianza depositada en mí desde el primer momento al haberme propuesto como candidata para la beca FPI adscrita a su proyecto de investigación. Desde entonces he contado siempre con su apoyo, sus palabras de ánimo y con su ayuda. Le agradezco haber valorado siempre positivamente mi trabajo y su colaboración en el análisis y discusión de los resultados.

Agradezco al Prof. Terry McNelley su cálida acogida en la Escuela Naval para Posgraduados de Monterey, California y el gran interés mostrado por mi trabajo. Su colaboración ha contribuido a enriquecer esta tesis doctoral. Al Dr. M.E. McMahon le agradezco su paciencia y el tiempo dedicado a enseñarme la técnica de EBSD y a desenvolverme en el laboratorio.

A Mari Carmen Cristina le agradezco su total disponibilidad y su muchísima ayuda con los experimentos de difracción de rayos x y con tantas otras cosas. Le agradezco haber compartido conmigo día a día este trabajo con ilusión y haberme apoyado en todo momento.

De todos mis compañeros del Depto. de Metalurgia Física del CENIM he recibido siempre ayuda, ánimos y buenos consejos. Joaquín Ibáñez y Pablo González me enseñaron y ayudaron a utilizar el Microscopio de Barrido, Paloma Adeva me dedicó su tiempo con las desagradecidas preparaciones metalográficas y ha contado conmigo en numerosas ocasiones. Guillermo Caruana me ayudó con el análisis de imagen y Marcelino Torralba siempre me dio buenos consejos. Nada habría sido igual sin los piropos de Asunción García y Fernando Carreño. A todos ellos y a los que no nombro aquí por falta de espacio, muchas gracias.

Muchas gracias a todos los becarios del Departamento. A Teresa Gerique, de cuya vieja amistad quiero seguir disfrutando muchos años más.

A mi familia, que siempre ha querido lo mejor para mí.

A mis amigos.

INDICE

Resumen .	
1	Introducción..... 1
1.1	Superplasticidad..... 2
1.1.1	Materiales superplásticos..... 6
1.1.2	Mecanismos de deformación a alta temperatura..... 7
1.1.3	Mecanismos responsables de la superplasticidad..... 9
1.2	Recristalización..... 12
1.2.1	El estado deformado..... 13
1.2.2	Restauración..... 15
1.2.3	Recristalización..... 16
1.2.3.1	Recristalización discontinua (Gibbs I)..... 16
1.2.3.2	Recristalización continua (Gibbs II)..... 19
1.2.4	Teoría unificada de Humphreys sobre los procesos de evolución microestructural a temperatura elevada..... 21
1.3	Texturas..... 24
1.3.1	Representación de la textura..... 25
1.3.1.1	Figuras directas de polos..... 25
1.3.1.2	Figuras inversas de polos..... 27
1.3.1.3	Función de distribución de orientaciones (FDO)..... 28
1.3.2	Macrotextura..... 30
1.3.2.1	Obtención de la FDO mediante macrotextura..... 30
1.3.3	Microtextura..... 34
1.3.3.1	Diagramas de kikuchi..... 34
1.3.3.2	Obtención de la FDO mediante microtextura..... 36
1.3.3.3	Mesotextura..... 37
1.4	Texturas de aleaciones de aluminio..... 41
1.4.1	Texturas de laminación..... 41
1.4.1.1	Observaciones experimentales..... 41
1.4.1.2	Modelos teóricos..... 43
1.4.1.3	Estabilidad de la componente de latón, $\{011\}\langle 211\rangle$ (B)..... 44
1.4.1.4	Gradiente de textura..... 46
1.4.2	Texturas de recristalización..... 46
1.4.2.1	Recristalización discontinua..... 46
1.4.2.2	Recristalización continua..... 47
1.4.3	Análisis de la deformación superplástica mediante texturas..... 47
2	Parte experimental..... 51
2.1	Materiales..... 51
2.1.1	Al-5%Ca-5%Zn..... 51
2.1.2	Aleaciones Al-Li: 2090 y 8090..... 52
2.1.3	Supral 2004..... 52
2.1.4	Ski 5083..... 53
2.1.5	7475..... 54

2.2	Técnicas de caracterización microestructural.....	54
2.2.1	Difracción de rayos x: macrotectura.....	54
2.2.1.1	Dispositivo experimental.....	54
2.2.1.2	Preparación de las muestras.....	56
2.2.2	Difracción de electrones (Diagramas de difracción de electrones retrodispersados-EBSD): micro y mesotectura.....	56
2.2.2.1	Dispositivo experimental.....	56
2.2.2.2	Metodología.....	59
2.2.2.3	Preparación de las muestras.....	61
2.2.3	Cálculo de las orientaciones ideales a partir de la FDO.....	61
2.2.4	Cálculo de la fracción de volumen asociada a las componentes de la textura (Fv).....	61
2.2.5	Microscopía electrónica de barrido (MEB).....	63
2.2.5.1	Preparación de las muestras.....	63
2.2.6	Microscopía electrónica de transmisión (MET).....	63
2.2.6.1	Preparación de las muestras.....	63
2.3	Ensayos de tracción.....	64
3	Al-5%Ca-5%Zn.....	66
3.1	Resultados.....	66
3.1.1	Material de partida.....	66
3.1.2	Recristalización estática.....	71
3.1.3	Deformación.....	77
3.2	Discusión.....	89
4	Generalización de los resultados a otras aleaciones continuas de aluminio.....	101
4.1	Aleaciones Al-Li: 2090 y 8090.....	101
4.1.1	Resultados.....	101
4.1.2	Discusión.....	106
4.2	Supral 2004.....	109
4.2.1	Resultados.....	109
4.2.2	Discusión.....	121
5	Una aleación discontinua: 5083.....	129
5.1	Resultados.....	129
5.2	Discusión.....	133
6	Conclusiones.....	135
	Bibliografía.....	137

RESUMEN

En este trabajo se estudian los mecanismos de deformación que operan durante la deformación en tracción de algunas aleaciones superplásticas de aluminio. La herramienta principal utilizada para estudiar la evolución microestructural ha el análisis de texturas mediante difracción de rayos x (macrotextura) y mediante difracción de electrones (microtextura). Se ha hecho énfasis especial en la aleación Al-5%Ca-5%Zn (aleación de grano fino, $d \sim 2-3 \mu\text{m}$, con un 20% vol. de segunda fase, Al_3CaZn) y los resultados obtenidos se han extendido a otras aleaciones superplásticas de aluminio: 2090, 8090, Supral 2004, 5083 y 7475. Se han realizado ensayos de tracción a diferentes velocidades de deformación y temperaturas, con el objetivo de analizar la deformación dentro y fuera del intervalo superplástico. La aportación original más importante de este trabajo de investigación es la siguiente: se ha encontrado que en algunas aleaciones superplásticas de aluminio la contribución del deslizamiento cristalográfico a la deformación es importante también en condiciones superplásticas óptimas y compite con el mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano. Este comportamiento parece ser exclusivo de aleaciones que recrystalizan de forma continua. Esto podría explicar por qué estas aleaciones experimentan mayores alargamientos a velocidades de deformación más elevadas, lo que las hace muy interesantes desde el punto de vista industrial. Las aleaciones que recrystalizan de forma discontinua siguen el esquema de comportamiento tradicional.

Con el objetivo de familiarizar al lector con los fenómenos y conceptos que se manejan en este trabajo de investigación, así como de facilitar la lectura de esta memoria, se ha estructurado su contenido según el siguiente índice. En el capítulo de Introducción (1) se resumen las características básicas de los fenómenos de superplasticidad (1.1) y recrystalización (1.2), los fundamentos del análisis de texturas (1.3) y se describe brevemente el estado actual de conocimiento de texturas en aleaciones de aluminio (1.4). A continuación se describen las técnicas utilizadas para realizar este trabajo de investigación (Capítulo 2) y se exponen y discuten los resultados obtenidos en las distintas aleaciones (Capítulos 3, 4 y 5). Finalmente, en el capítulo 6, se resumen las conclusiones más relevantes.

Capítulo 1

INTRODUCCIÓN

1.1 Superplasticidad

La superplasticidad es la capacidad que poseen algunos materiales policristalinos de experimentar, de forma isótropa, grandes alargamientos en tracción antes de alcanzar la fractura [1].

Aunque este fenómeno fue descrito por primera vez en 1912 [2], en la actualidad se especula que ya eran materiales superplásticos los antiguos bronce de arsénico, utilizados en Turquía en la Edad del Bronce (2500 a.C.) o los aceros de damasco, cuyo uso se extendió desde el año 300 a.C. hasta finales del siglo XIX [3]. En 1934 Pearson, utilizando una aleación Bi-Sn deformada hasta 1950%, demostró claramente que determinados materiales bifásicos de estructura fina eran capaces de alcanzar deformaciones inusualmente grandes [4] (Fig. 1). En este trabajo se mencionó por primera vez el deslizamiento de fronteras de grano como mecanismo principal de deformación superplástica. Desde entonces hasta la actualidad, la superplasticidad ha ido despertando creciente interés entre la comunidad científica, lo que se refleja en el aumento del número de publicaciones internacionales en este campo, de unas 5 por año en 1960 y unas 300 por año en 1991. La evolución histórica del concepto de superplasticidad y los principales hallazgos dentro de este área están descritos muy detalladamente en [5].

La superplasticidad es un fenómeno de alta temperatura ($T > 0.5 T_f$, donde T_f es la temperatura de fusión). Existen varias clases de superplasticidad. La mejor conocida y más estudiada es la *superplasticidad estructural*, sobre la que tratará este trabajo de investigación. Existe también la llamada *superplasticidad por tensiones internas*, que se basa en generar un campo de tensiones en el interior de un material, de forma que éste pueda alcanzar grandes alargamientos bajo la aplicación de una tensión externa pequeña. Este tipo de materiales superplásticos presentan exponentes de sensibilidad a la velocidad

de deformación cercanos a la unidad, es decir, pueden llegar a comportarse como un fluido viscoso newtoniano ideal [3].

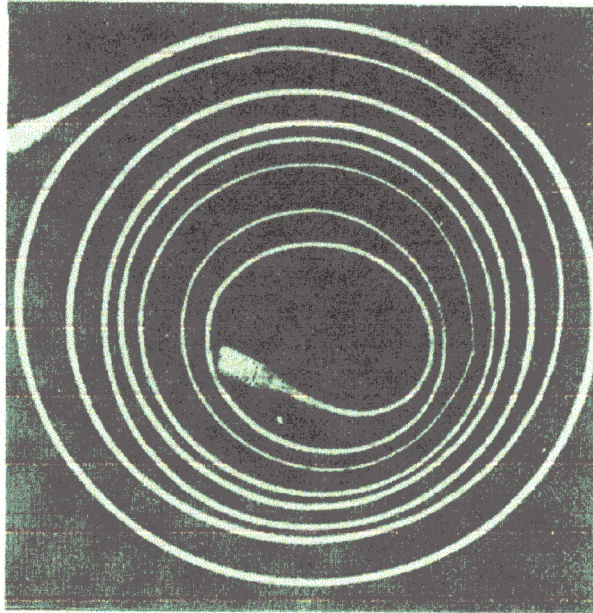
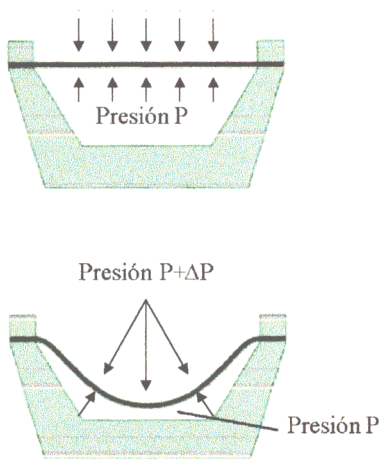


Fig. 1 Aleación Bi-Sn deformada un 1950% (Pearson 1934).

Las principales aplicaciones de la superplasticidad son el conformado superplástico y el enlace por difusión (soldadura en estado sólido). La ventaja del conformado superplástico frente a otras técnicas de conformado es que permite fabricar piezas de formas muy complejas (Fig. 2) en una sola operación, lo que conlleva una reducción de los costes y del tiempo de producción. Además, las piezas fabricadas mediante conformado superplástico tienen una estructura bastante homogénea y son más ligeras. Sin embargo, el material de partida es más caro y el espesor de las piezas no es



uniforme.

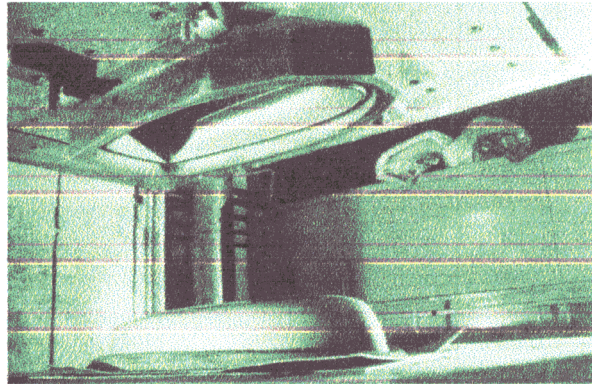


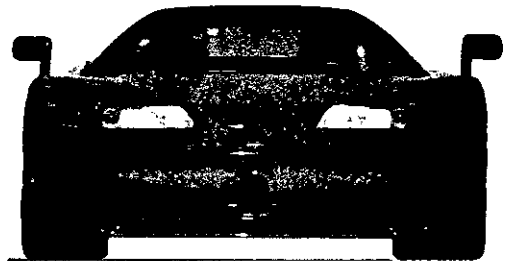
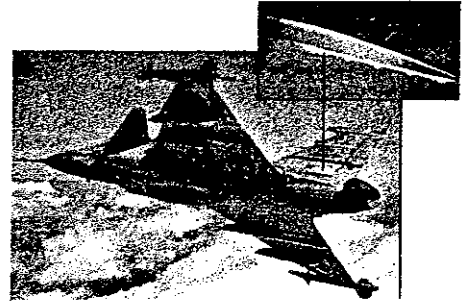
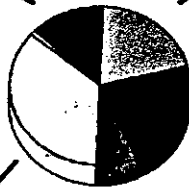
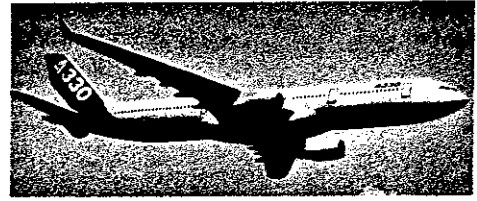
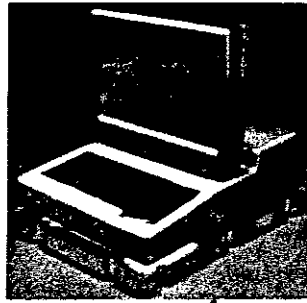
Fig.2 Conformado superplástico de una chapa de aluminio.








El interés del conformado superplástico ha crecido en los últimos años como consecuencia de varios hallazgos científicos recientes: el descubrimiento de la superplasticidad en materiales difíciles de conformar (materiales nanocristalinos [6] y cerámicas [7]), en materiales compuestos de matriz metálica [8], y en intermetálicos [9], y la observación de superplasticidad a muy alta velocidad de deformación [10]. El enlace por difusión es un proceso en estado sólido utilizado comercialmente para unir materiales de naturaleza similar o distinta. Las superficies que se van a unir se limpian y se calientan a una temperatura elevada. A continuación se aplica una presión moderada que da lugar al desplazamiento de los puntos de contacto entre ambas superficies, apareciendo un conjunto de cavidades. Mediante procesos de difusión y deformación plástica estas cavidades van desapareciendo hasta que ambos materiales quedan perfectamente unidos [11]. Los materiales de grano fino son proclives a ser unidos por difusión debido a que poseen muchas fronteras de grano, que tienen facilidad para migrar y sirven de “camino” para la difusión. Los materiales superplásticos más aptos para ser unidos por difusión son las aleaciones de titanio [12], los aceros [13] y no tanto el aluminio [14] y las cerámicas [15]. Los materiales utilizados en este trabajo de investigación son aleaciones de aluminio. Las principales aplicaciones del conformado superplástico de aleaciones de aluminio se resumen en la Fig. 3.

En este trabajo de investigación se estudia el comportamiento superplástico de varias aleaciones de aluminio que presentan superplasticidad estructural. A continuación se describen las características microestructurales de esta clase de materiales (1.1.1), los

mecanismos microscópicos de deformación a alta temperatura (1.1.2) y los modelos existentes en la actualidad para explicar el flujo superplástico (1.1.3).

Fig. 3 (Página siguiente) Aplicaciones más importantes del conformado superplástico de aleaciones de aluminio.



-  Ferrocarril (35%)
-  Medicina (1%)
-  Arquitectura (10%)
-  Electrónica (3%)
-  Aeronaves comerciales (20%)
-  Militar (22%)
-  Automoción (7%)

1.1.1 Materiales superplásticos

Los requisitos estructurales necesarios para desarrollar materiales que presenten superplasticidad estructural están ya bien establecidos para materiales metálicos [5]. Son los que se describen a continuación.

a) Tamaño de grano pequeño

El tamaño de grano, d , debe ser pequeño, menor que $10 \mu\text{m}$ en metales. Al disminuir el tamaño de grano aumenta la velocidad de deformación, de acuerdo con la expresión:

$$\dot{\epsilon} = \kappa d^{-p}, \quad (1.1.1)$$

donde $p = 2$ ó 3 dependiendo del mecanismo de acomodación. Además, para una velocidad de deformación dada, la tensión disminuye a medida que decrece el tamaño de grano. El afino de grano se consigue durante el procesado termomecánico mediante procesos de recristalización, que se describen más adelante en esta memoria.

b) Presencia de una segunda fase

La presencia de partículas pequeñas de segunda fase distribuidas de forma uniforme inhibe el crecimiento rápido de grano que tendría lugar en un material monofásico a las temperaturas a las cuales se observa la superplasticidad. La resistencia de la segunda fase debe ser parecida a la de la matriz para evitar que aparezcan cavidades en las intercaras matriz/partícula de segunda fase.

c) Naturaleza de las fronteras de grano

Las fronteras de grano entre granos adyacentes de la matriz deben ser de ángulo alto y desordenadas, ya que éstas son las fronteras que tienen más capacidad para deslizarse [5]. Ésta está también condicionada por la composición química de la frontera. Por ejemplo, una frontera heterofásica (separa dos granos con distinta composición) desliza con mayor facilidad que una homofásica (separa dos granos con idéntica composición).

Durante el deslizamiento de fronteras de grano se originan concentraciones de tensiones en los puntos triples y en otros obstáculos a lo largo de la frontera de grano. La reducción de estas tensiones depende de la capacidad de las fronteras para migrar durante

el deslizamiento. El hecho de que los granos permanezcan equiaxiales después de una deformación superplástica prueba que ha tenido lugar la migración de fronteras.

Las fronteras de grano deben poseer una energía superficial baja, de forma que no tengan tendencia a separarse al ser deformadas en tracción.

d) Forma de los granos

Los granos deben ser equiaxiales, de forma que la frontera de grano pueda experimentar una tensión de cizalla que provoque el deslizamiento. Una microestructura con granos alargados, sólo presentará un deslizamiento de fronteras de grano limitado al ser ensayado en dirección longitudinal.

1.1.2 Mecanismos de deformación a alta temperatura

La deformación plástica a alta temperatura se explica mediante tres mecanismos microscópicos: flujo difusional, deslizamiento de fronteras de grano y deslizamiento cristalográfico. Se han desarrollado modelos que describen la velocidad de deformación, $\dot{\epsilon}$, en función de la tensión, σ , y de la temperatura, T , durante la deformación plástica a temperatura elevada. Todos ellos se describen analíticamente mediante la siguiente expresión:

$$\dot{\epsilon} = A' \frac{DGb}{kT} \left(\frac{b}{d} \right)^p \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n, \quad (1.1.2)$$

donde D es el coeficiente de difusión, k es la constante de Boltzman, G es el módulo de cizalla, b el vector de Burgers, n el exponente de la tensión o el inverso de m , la sensibilidad a la velocidad de deformación y p y A' son constantes. Los tres mecanismos de deformación citados se pueden describir mediante la ecuación (1.1.2) y quedan definidos unívocamente por unos valores de n , p , y D [5].

a) Flujo difusional ($n=1$)

La deformación del material se produce por transporte de materia mediante difusión, bien a través de la red (Nabarro-Herring, $p=2$, D =coeficiente de autodifusión de la red

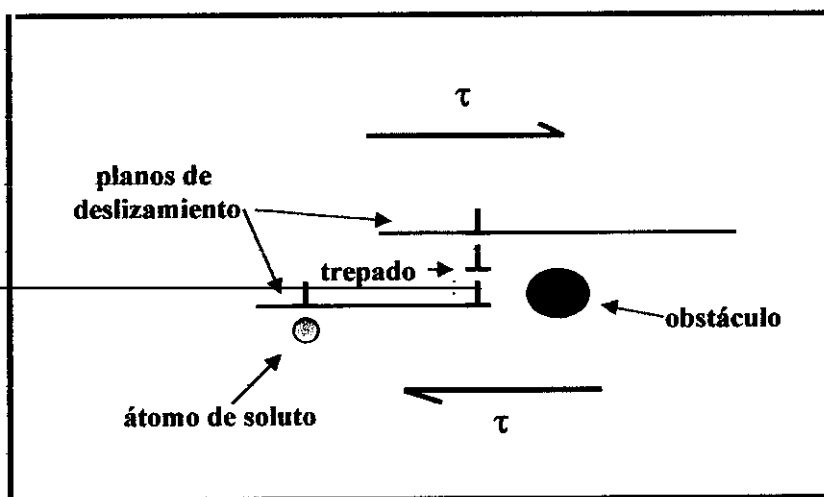
[16, 17]) o a lo largo de las fronteras de grano (Coble, $p=3$, D =coeficiente de difusión a lo largo de las fronteras de grano [16,17]). Tiene lugar a temperaturas muy elevadas, $T \approx 0.9T_r$. La existencia de flujo difusional es aún controvertida. Existen trabajos recientes donde se cuestiona la atribución a este mecanismo de la deformación en ciertos materiales [18].

b) Deslizamiento de fronteras de grano ($n=2$)

El deslizamiento de fronteras de grano se ha considerado tradicionalmente como el mecanismo responsable de la deformación superplástica [5,19-27]. Este mecanismo se describe más detalladamente en la sección 1.1.3.

c) Movimiento de dislocaciones ($n=3,4,5$)

La deformación plástica está controlada por el movimiento de dislocaciones a través de la red cristalina que, como se observa en la Fig. 4 incluye los procesos secuenciales de deslizamiento a lo largo de planos de deslizamiento y trepado sobre ciertos obstáculos físicos. Puesto que tanto el deslizamiento como el trepado de dislocaciones son mecanismos interdependientes, el más lento controlará la velocidad de deformación. En determinados materiales el deslizamiento de las dislocaciones es el más lento debido a la presencia de átomos de soluto. Entonces $n=3$ y D es el coeficiente de difusión de los átomos de soluto en el material. En la mayoría de las aleaciones y metales puros el proceso más lento es el trepado de las dislocaciones, en cuyo caso $n=4,5$ y D es el



1.2 Recristalización

La microestructura de un material trabajado en frío posee una elevada cantidad de energía almacenada en forma de dislocaciones, subgranos, etc... Durante un tratamiento térmico esta microestructura evoluciona con el fin de reducir la energía almacenada en ella. Los complejos mecanismos microscópicos que tienen lugar durante este proceso se han englobado tradicionalmente en tres categorías: restauración, recristalización y crecimiento de grano, que se tratarán más adelante con más detalle. Estos procesos, revisados detalladamente en [29-31], conducen generalmente a la recuperación total o parcial de las propiedades originales del material (ductilidad, resistencia, etc...). Pueden tener lugar en condiciones “dinámicas”, es decir, durante el procesado termomecánico (PTM) o cuando el material se deforma posteriormente a alta temperatura, y en condiciones “estáticas”, esto es, durante un tratamiento térmico posterior al procesado termomecánico.

Sin embargo, el desarrollo de técnicas de caracterización microestructural cada vez más sofisticadas ha revelado recientemente que las distinciones entre los procesos de restauración y recristalización son en ocasiones bastante difusas y que muchos cambios microestructurales observados no encajan fácilmente en la clasificación tradicional [32]. A continuación se describen brevemente los últimos avances en el conocimiento de los fenómenos de restauración (1.2.2) y recristalización (1.2.3). Se expondrán aquellos aspectos en los que ambos fenómenos solapan y una teoría reciente que ofrece una visión unificada de los mismos. Puesto que la naturaleza de estos procesos está ya latente en la microestructura inicial del material, se dedicará una breve sección a revisar el conocimiento actual sobre la microestructura de los metales trabajados en frío (1.2.1).

El conocimiento profundo de la evolución microestructural de los materiales durante los tratamientos térmicos permitiría desarrollar microestructuras ideales para determinadas aplicaciones. En la actualidad se conocen numerosos procesos termomecánicos que resultan en microestructuras con características específicas, que, sin embargo, han sido desarrollados empíricamente, por el método de “prueba y error”. El control de estos procesos es de vital importancia para la fabricación de materiales superplásticos, puesto que permitiría diseñar aleaciones con un tamaño de grano fino.

1.2.1 El estado deformado

Es muy importante conocer la microestructura original del material, porque ésta determina su respuesta frente a tratamientos térmicos posteriores y frente a sucesivos procesos de deformación. El estado deformado ha sido revisado extensivamente en [33]. En este trabajo de investigación se estudiarán aleaciones de aluminio que han sido preparadas mediante un procesado termomecánico que incluye sucesivos procesos de laminación, generalmente en frío.

En metales de estructura cúbica centrada en las caras y con energía de defecto de apilamiento intermedia o alta, como es el caso del aluminio, el mecanismo de deformación predominante durante el trabajado en frío es el deslizamiento cristalográfico. Éste tiene lugar en los planos más compactos, $\{111\}$, y a lo largo de las direcciones $\langle 110 \rangle$. Se conoce desde hace muchos años que a temperaturas elevadas se activan también otros sistemas, sobre todo en materiales con energía de defecto de apilamiento elevada. El deslizamiento tendría entonces lugar principalmente en planos $\{100\}$, $\{110\}$, $\{112\}$ y $\{122\}$. De los 12 sistemas $\{111\}\langle 110 \rangle$ posibles, sólo son operativos aquéllos que tienen los valores más altos de la tensión de cizalla resuelta, los cuales están orientados de distinta forma en los distintos granos cristalinos. Por tanto, los procesos de deslizamiento cristalográfico serán, en general, diferentes en cada grano. Además, la deformación de un grano debe ser compatible con la de los vecinos para que no tenga lugar la rotura del material. La necesidad de mantener la compatibilidad de la deformación entre granos adyacentes condiciona la deformación individual de cada grano, haciendo que distintas zonas del mismo roten por separado y adopten orientaciones diferentes. Así, en el interior de los granos aparecen formaciones de dislocaciones de diversa naturaleza que separan zonas con distintas orientaciones [30].

Hansen y cols. [34-37] han estudiado en profundidad la microestructura de materiales fcc trabajados en frío mediante técnicas de microscopía de transmisión, estableciendo una clasificación de las formaciones de dislocaciones más comunes en función del grado de deformación. Éstas se han dibujado esquemáticamente en la Fig. 1. Después de deformaciones intermedias o bajas, predominan las paredes densas de dislocaciones (PDD), que separan bloques de celdas (BC), y las microbandas (MB). Éstas últimas pueden adoptar diversas formas: láminas de dislocaciones paralelas, (LDP), paredes dobles (PD) y cadenas de pequeñas celdas alargadas (CCA). Después de

deformaciones elevadas, la estructura “equiaxial” de bloques desaparece y aparece una estructura laminar, en la que fronteras laminares (FL) separan bloques de celdas y subgranos [34]. Para deformaciones muy elevadas puede ocurrir que las orientaciones finales que adoptan distintas zonas de un mismo grano sean muy diferentes, por lo que se induce la formación de fronteras de ángulo alto (“deformation induced high-angle boundaries”), que pueden tener desorientaciones superiores a los 20° [37]. Además de todas las formaciones descritas en este apartado, se observan marañas de dislocaciones (“dislocation tangles”).

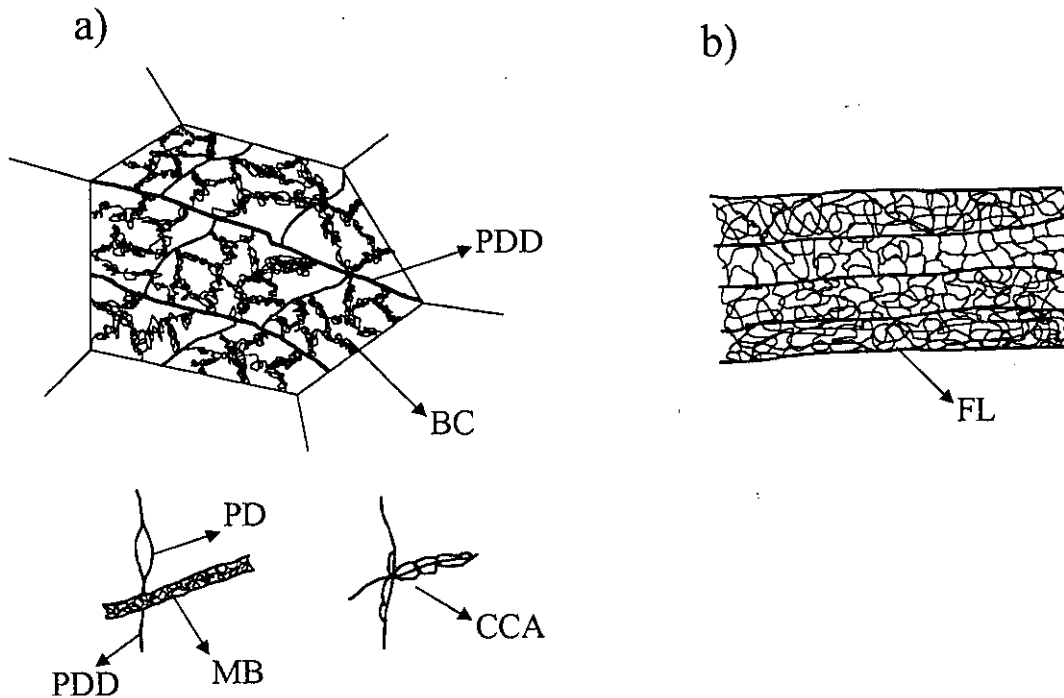


Fig.1 Microestructura de materiales deformados en frío. Cuando el grado de deformación es pequeño o intermedio (a) predominan las paredes densas de dislocaciones, que separan bloques de celdas y microbandas. Éstas pueden adoptar diversas formas: láminas de dislocaciones paralelas, paredes dobles y cadenas de pequeñas celdas alargadas. Cuando el grado de deformación es alargado (b) aparece una estructura laminar en la que fronteras laminares separan bloques de celdas y subgranos.

En general, una zona de material estará delimitada por fronteras de distinta naturaleza, por lo que en este trabajo de investigación se utilizará el término (sub)grano para designar porciones de material con orientaciones diferentes, en lugar de utilizar la clasificación tradicional en granos o subgranos.

1.2.2 Restauración

Bajo el término “restauración” se engloba una sucesión de micromecanismos que se han dibujado esquemáticamente en la Fig.2 [30]: formación de celdas de dislocaciones, aniquilación de dislocaciones dentro de éstas, formación de subgranos y crecimiento de los mismos. El que todos los procesos mencionados o sólo algunos de ellos tengan lugar en un material dependerá de numerosos parámetros, como la pureza, el grado de deformación inicial (ya se vio en el apartado anterior que algunos de estos procesos pueden tener lugar durante el trabajado) y las temperaturas de deformación y recocido.

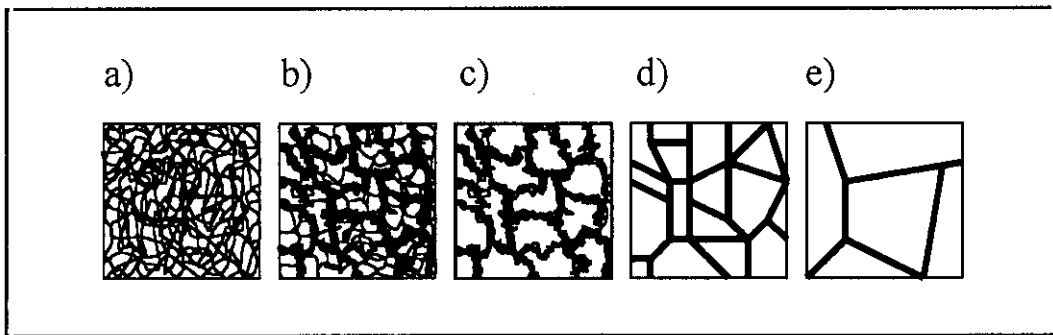


Fig. 2 Etapas del proceso de restauración de una estructura deformada: a) microestructura inicial formada por marañas de dislocaciones, b) formación de celdas, c) aniquilación de dislocaciones dentro de las celdas, d) formación de subgranos y e) crecimiento de subgranos.

La formación de celdas a partir de marañas de dislocaciones tiene lugar mediante el fenómeno de poligonización. Debido a que durante el proceso de deformación no se producen el mismo número de dislocaciones de signo contrario, no todas ellas se pueden aniquilar y las dislocaciones en exceso tienden a agruparse en configuraciones de más baja energía (celdas). La microestructura puede continuar disminuyendo su energía si las dislocaciones del interior de las celdas se aniquilan o migran y se adhieren a las paredes de las celdas, cuya desorientación va aumentando progresivamente hasta que se transforman en fronteras de bajo ángulo, que delimitan subgranos. El crecimiento de los subgranos se ha atribuido a los mecanismos de migración de subfronteras y rotación y coalescencia de subgranos.

En general, las microestructuras resultantes del trabajado son heterogéneas [38], por lo que la restauración tendrá lugar también de forma heterogénea.

1.2.3 Recristalización

Un proceso de recristalización se diferencia tradicionalmente de uno de restauración en que en el primero la microestructura del producto final está formada principalmente por fronteras de ángulo alto. Según Doherty y cols. [29] las transformaciones estructurales que tienen lugar durante un proceso de recristalización se pueden clasificar en dos grupos. El primero, transformaciones tipo Gibbs I o discontinuas, incluye los procesos que constan de las etapas de nucleación y crecimiento de granos. Estos procesos se originan de forma localizada, suponen grandes cambios estructurales. En ellos existe una intercara que separa la estructura nueva de la inicial (de ahí el calificativo de discontinuo). El segundo grupo, procesos Gibbs II o continuos, incluye transformaciones pequeñas que tienen lugar de forma homogénea en el material.

1.2.3.1 Recristalización discontinua (Gibbs I)

Es un proceso que consta de las etapas sucesivas de nucleación (formación de nuevos granos) y crecimiento de éstos. Este proceso, ilustrado en la Fig.3, incluye la formación y migración a larga distancia de fronteras de ángulo alto.

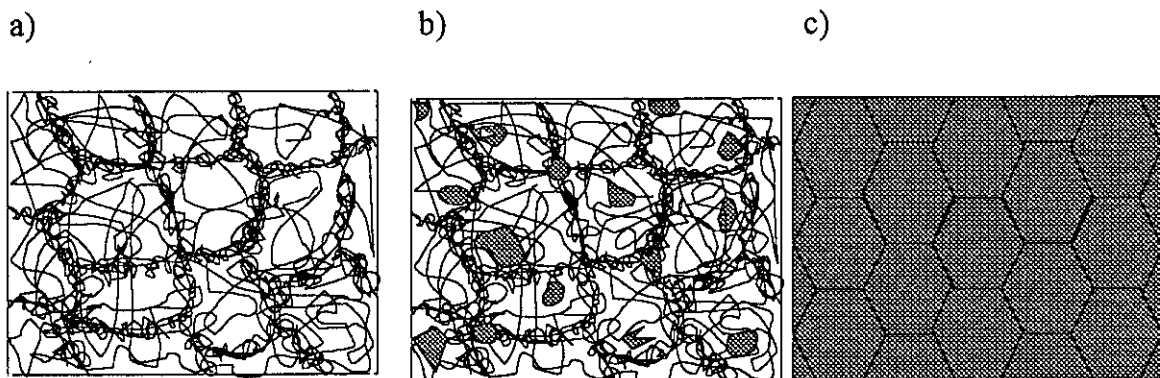


Fig.3 Recristalización discontinua: a) microestructura de partida, b) crecimiento de los núcleos y c) microestructura recristalizada.

a) *Modelo cinético de las fluctuaciones térmicas para la nucleación*

El modelo teórico utilizado con mayor éxito para simular un proceso de nucleación es el modelo cinético de las fluctuaciones térmicas, revisado por Doherty en [29]. Este modelo fue ideado en el ámbito de la física-química y posteriormente se aplicó con éxito a los procesos de solidificación y a transformaciones en estado sólido. Según este modelo, la barrera de energía (ΔG^*) que se ha de superar para que tenga lugar la formación de una región nueva ordenada y libre de dislocaciones (núcleo), capaz de crecer posteriormente (embrión o núcleo), depende fundamentalmente de dos factores: la energía libre por unidad de volumen y la energía interfacial núcleo/matriz. Por un lado la nucleación se ve favorecida porque da lugar a un mayor ordenamiento de la estructura, lo que conduce a un decrecimiento de la energía libre por unidad de volumen (ΔG_v). Por otro lado la nucleación de un embrión supone la formación de una intercara embrión/matriz, lo que requiere un aporte de energía. Según estas consideraciones,

$$\Delta G^* = \{\alpha \gamma^3 / \Delta G_v^2\} f(\cos\theta), \quad (1.2.1)$$

donde γ es la energía interfacial núcleo/matriz, α es un número que depende de la forma de la nueva región que se nuclea ($\alpha = 16\pi/3$ para un núcleo esférico) y $f(\cos\theta)$ es una función que varía entre 0.1 y 0.5. En una matriz que contenga N_v átomos por unidad de volumen, la densidad de núcleos, n_v^* , vendría dada por:

$$n_v^* = N_v \exp(-\Delta G^*/KT), \quad (1.2.2)$$

y la velocidad de formación de nuevos granos, I_v ($m^{-3} s^{-1}$) sería:

$$I_v = \beta n_v^* \quad (1.2.3)$$

El parámetro cinético β incluye varios términos como la velocidad con la que los átomos pasan a formar parte del nuevo embrión (proporcional a la movilidad de la intercara embrión/matriz) y la reducción en el valor de equilibrio de n_v^* debida a la disminución del número de embriones, a medida que éstos se transforman en granos.

Se ha comprobado que el modelo cinético de fluctuaciones térmicas predice con mucha exactitud fenómenos como la nucleación homogénea durante un proceso de solidificación. Sin embargo, las predicciones de este modelo no son muy adecuadas para describir el fenómeno de recristalización. Esto es debido a que los valores de la energía almacenada durante un proceso de deformación, generalmente muy bajos, $\Delta G_v \approx 0.1-1$ MPa, y el elevado valor de la energía de una frontera de grano de ángulo elevado, $\gamma \approx 0.5$ Jm⁻², hacen que ΔG^* sea tan grande (del orden de $10^8 KT$), que no se puedan formar nuevos

núcleos por el mecanismo de las fluctuaciones térmicas ni siquiera a temperaturas elevadas ($T > 0.5T$). Por tanto, el modelo cinético no se ajusta a las observaciones experimentales. De hecho, la velocidad de nucleación medida es aproximadamente 10^{50} veces superior a la predicción del modelo!!!. Como resultado de este desacuerdo, se ha aceptado que el fenómeno de nucleación no ha de entenderse como un proceso de construcción átomo a átomo de granos completamente nuevos, sino como el crecimiento de granos a partir de pequeñas regiones como subgranos restaurados o celdas de dislocaciones que *ya* estaban presentes en la microestructura del material.

b) Zonas de nucleación

Debido a la escasa movilidad de la mayoría de las fronteras de ángulo bajo [30], aproximadamente sólo un subgrano por millón llega a ser un “núcleo” viable de recristalización. En general la nucleación tiene lugar a partir de aquellos subgranos con mayor desorientación respecto al material deformado adyacente. Las zonas de nucleación más típicas son:

1. Fronteras de ángulo alto ya presentes en el material deformado.
2. Bandas de “transición” que separan zonas de un grano que poseen distinta orientación debido a que en ellas se han activado distintos sistemas de deslizamiento cristalográfico.
3. Zonas deformadas que rodean partículas de tamaño elevado.
4. Zonas muy desorientadas dentro de bandas de cizalla.

c) Recristalización en aleaciones con segundas fases

La mayoría de las aleaciones comerciales poseen segundas fases y éstas influyen en el proceso de recristalización. En la actualidad se conoce bastante bien cómo controlar la distribución de partículas de segunda fase en la microestructura de un material. El estudio de la influencia de las partículas de segunda fase en el proceso de recristalización permitiría utilizar éstas como herramienta para controlar el tamaño de grano y la textura del material durante el procesado termomecánico. Según Humphreys [29], los efectos de la presencia de una segunda fase en el proceso de recristalización dependen del tamaño de las partículas.

Las partículas de tamaño superior a $1 \mu\text{m}$ en una aleación deformada están rodeadas por una zona de elevada densidad de dislocaciones y con un gradiente de orientaciones apreciable. Estas zonas son ideales para que tenga lugar el proceso de nucleación. Este fenómeno recibe el nombre de “nucleación estimulada por partículas” (PSN, Particle Stimulated Nucleation) [29]. Las partículas pequeñas ($d < 1 \mu\text{m}$) y poco espaciadas anclan las fronteras de grano, fenómeno que recibe el nombre de anclaje de Zener. Esto impide o retrasa el proceso de recristalización.

1.2.3.2 Recristalización continua (Gibbs II)

En este tipo de procesos la evolución de la microestructura de deformación a una microestructura formada principalmente por granos libres de dislocaciones separados por fronteras de ángulo alto se realiza de forma homogénea en todo el material. En la reciente revisión de Doherty y cols. sobre transformaciones continuas [29], se afirma que éstas consisten en un aumento de la desorientación de las fronteras mediante interacciones a corto alcance entre dislocaciones y subfronteras, de forma similar a un proceso de restauración. Por ello la recristalización continua se designa también mediante el nombre “restauración extendida”. La diferencia entre los procesos de restauración y recristalización continua es que en este último caso las fronteras de ángulo alto, una vez formadas, migran. En ocasiones no se puede hacer una distinción clara entre ambos y es entonces cuando la clasificación tradicional de los procesos de evolución microestructural a temperatura elevada pierde sentido.

La recristalización continua se ha observado sobre todo en aleaciones bifásicas. En ocasiones un mismo material puede recristalizar de forma continua y discontinua dependiendo de la temperatura de recocido [38,39]. Según Hirsch y Lücke [40], esto se debe a la interacción entre los procesos de precipitación y recristalización. A temperaturas intermedias tiene lugar la precipitación de determinados compuestos (las partículas anclan las fronteras) que a altas temperaturas están ya en solución sólida. La recristalización continua tiene lugar preferentemente en materiales con texturas uniformes ya que los gradientes de textura pronunciados constituyen zonas propicias para la nucleación de la recristalización discontinua. Así mismo, la recristalización continua ocurre preferentemente en materiales muy deformados, en los que la distribución de dislocaciones es más homogénea. En materiales con deformaciones intermedias tiene lugar en bandas.

En la actualidad aún no se conocen bien los mecanismos microscópicos responsables de la recrystalización continua. Nes y Hornbogen explican la formación de fronteras de ángulo alto mediante la fusión de subfronteras durante el crecimiento [41] y la coalescencia [42] de subgranos. Otros autores sostienen que la recrystalización continua es un proceso dinámico, es decir, tiene lugar durante la deformación a temperatura elevada. El aumento progresivo de la desorientación se atribuye en algunos casos a la acumulación de dislocaciones en las subfronteras presentes en el material deformado. Según Hales y McNelley [43], en la aleación Al-10Mg-0,1Zr las dislocaciones resultan del proceso de acomodación del deslizamiento de fronteras de grano durante la deformación superplástica. Tsuzaki et al. [44] afirman que en el acero inoxidable dúplex 25Cr-7Ni-3Mo las dislocaciones son debidas a la acomodación del deslizamiento cristalográfico en las intercaras entre las fases ferrítica y austenítica. En otros casos, el aumento de la desorientación se atribuye a la rotación de los subgranos durante la deformación. Gudmundsson [45] estudió una aleación superplástica de Al-Zr-Si cuya microestructura de partida era de tipo laminar, con fronteras de ángulo alto separando distintas "capas" en el interior de las cuales predominaban las fronteras de baja desorientación. Inicialmente tendría lugar la rotación de los subgranos más próximos a las fronteras laminares de ángulo alto. Esta rotación daría lugar a la formación de más fronteras de desorientación elevada sobre las que podrían rotar otros subgranos, originándose un proceso en cascada. Lyttle y Wert [46] afirman que la rotación de subgranos y el intercambio de vecinos tienen lugar simultáneamente. Oscarsson et al. [47] afirman que en una aleación muy deformada en la cual la mayoría de las fronteras son ya de ángulo alto, la recrystalización continua es simplemente un crecimiento normal de grano.

1.2.4 Teoría unificada de Humphreys sobre los procesos de evolución microestructural a alta temperatura

La evolución microestructural de un material a temperatura elevada no siempre se puede incluir dentro de las categorías de restauración, recristalización y crecimiento de granos que contempla la clasificación tradicional. Recientemente Humphreys [32,48] ha presentado una visión global de todo este tipo de fenómenos que da cabida a las observaciones experimentales más recientes. Esta teoría ha sido aplicada con éxito a materiales monofásicos [32] y bifásicos [48].

Según esta nueva visión, todos los procesos de restauración, recristalización y crecimiento de grano pueden tener lugar de forma continua o discontinua. Ambas modalidades están representadas esquemáticamente en la Fig.4. Los procesos continuos serían la restauración por crecimiento de subgranos, la recristalización continua y el crecimiento normal del grano. Los procesos discontinuos serían el crecimiento discontinuo de subgranos, la recristalización discontinua y el crecimiento anormal del grano. En general, el crecimiento uniforme de las estructuras celulares resultantes del trabajado en frío da lugar a procesos continuos, mientras que la aparición de inestabilidades da lugar a los procesos discontinuos.

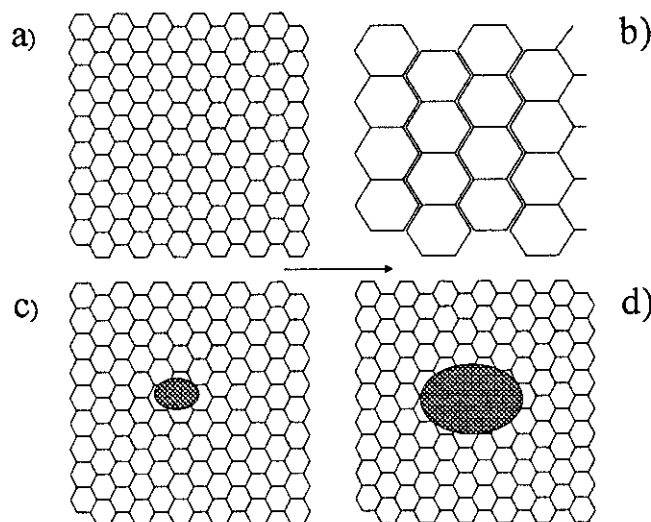


Fig.4 Representación esquemática de la evolución microestructural durante procesos continuos (a-b) y discontinuos (c-d) [32]. Ambos han sido analizados de forma conjunta en el modelo propuesto por Humphreys [32,48].

El modelo considera una microestructura inicial formada por celdas de dislocaciones, subgranos y granos, caracterizada por unos valores medios de radio, \bar{R} , desorientación, $\bar{\theta}$, energía de las intercaras (fronteras, subfronteras, paredes de dislocaciones), $\bar{\gamma}$, y movilidad de éstas, \bar{M} . Se estudian las condiciones bajo las cuales un (sub)grano particular de características (R, θ, γ, M) dará lugar a una inestabilidad o evolucionará de forma homogénea con el resto de la matriz. Para ello se tiene en cuenta que cuando un (sub)grano aumenta su radio en ΔR , aumenta la energía de la intercara y disminuye la energía almacenada en la microestructura:

$$\Delta E_{intercara} = 8\pi\alpha\beta R\Delta R \quad (1.2.4)$$

$$\Delta E_{almacenada} = 4\pi\beta R^2 E_v \Delta R, \quad (1.2.5)$$

donde α y β son constantes próximas a la unidad. El único micromecanismo contemplado es la migración de (sub)fronteras. Considerando finalmente que si el (sub)grano particular tiene unos valores de R y γ iguales a los de la colectividad no crecerá, y asumiendo el modelo de Hillert [49] para la velocidad de migración de una frontera de grano, se llega a la siguiente condición de inestabilidad:

$$M\gamma - \frac{\bar{R}\bar{M}\bar{\gamma}}{R} - \frac{R\bar{M}\bar{\gamma}}{4\bar{R}} > 0 \quad (1.2.6)$$

Por tanto, el desarrollo de una inestabilidad (un (sub)grano crece de forma inestable) depende de la relación entre el tamaño, la orientación, la movilidad de las (sub)fronteras de un (sub)grano individual y los valores medios de estos parámetros asociados a la colectividad de (sub)granos que integran la microestructura.

Las conclusiones de este modelo relevantes para este trabajo de investigación son las que siguen:

- (a) Una colectividad de subgranos de desorientación media, $\bar{\theta} < 5^\circ$ es intrínsecamente muy inestable.
- (b) Una colectividad de subgranos muy desorientados, $\bar{\theta} > 10^\circ$, es muy estable.
- (c) Sólo se producirá una inestabilidad cuando la desorientación de un (sub)grano particular sea mayor que la desorientación media de la colectividad, $\theta > \bar{\theta}$.
- (d) La microestructura de un material deformado muy severamente, en el cual existe una gran cantidad de fronteras de ángulo elevado, es muy estable.

- (e) En presencia de una dispersión de partículas de segunda fase, la evolución de la microestructura depende además del parámetro Z ($Z=3F_v \bar{R}/d$), donde F_v es la fracción de volumen de segunda fase y d el tamaño medio de las partículas.
- (f) Se propone que el micromecanismo predominante durante la “recristalización continua” es el crecimiento discontinuo de subgranos.

1.3 Texturas

La textura de un policristal queda determinada si se conocen las orientaciones preferentes de los (sub)granos cristalinos (*componentes*) y la *fracción de volumen* de material asociada a cada una de esas componentes (Fv). Dado que muchas propiedades de los materiales son anisótropas, el estudio de la textura tiene numerosas aplicaciones, entre las que destaca el control de procesos como la embutición [50] y el desarrollo de propiedades óptimas en chapas de transformadores de Fe-Si [51, 52]. En ambos casos el análisis de texturas está implantado ya a nivel industrial. En la Fig.1, se muestran de forma esquemática distintos ejemplos de texturas. Las orientaciones cristalinas se representan con distintos colores. Se muestra un monocristal (a), con una única componente de intensidad infinita y un policristal con una componente principal (b), con dos componentes principales (c) y un policristal sin textura (d).

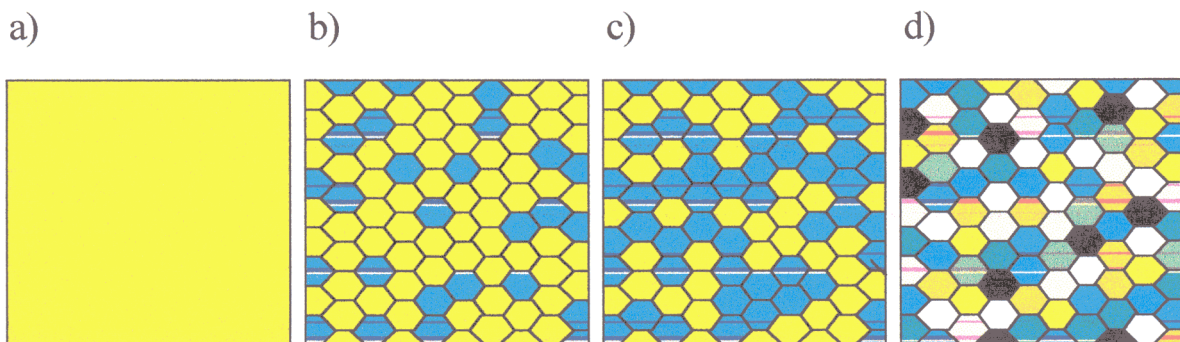


Fig.1 Ejemplos de texturas. Las distintas orientaciones se han dibujado con colores diferentes.

Las primeras medidas de textura se publicaron en 1924 y fueron obtenidas mediante difracción de rayos-x [53]. En la actualidad esta técnica sigue siendo la más utilizada, aunque ya hay numerosos estudios realizados mediante difracción de neutrones [54]. Ambas técnicas permiten obtener una descripción estadística de la textura (*macrotextura*), ya que en ambos casos el volumen de muestra analizado es de miles o decenas de miles de granos. Esto se debe a que la sección del haz de rayos-x es aproximadamente de 1 mm^2 y la penetración del haz de neutrones de varios cm. Otra forma de conocer la textura de un material es medir las orientaciones individuales de un número significativo de granos

cristalinos. La textura así obtenida recibe el nombre de microtextura. De esta forma se puede acceder también a la información relativa a la naturaleza de las fronteras de grano presentes en el material (o mesotextura). Rigurosamente la información que proporciona la macrotextura debe poder obtenerse mediante microtextura siempre que estadísticamente se estudien suficientes cristales. Además, la microtextura permite conocer la distribución espacial de las distintas orientaciones en la microestructura. Para obtener la microtextura se desarrollaron técnicas basadas en la difracción de electrones que utilizan como herramienta los diagramas de Kikuchi. Los primeros diagramas de Kikuchi obtenidos mediante difracción de electrones retrodispersados (EBSD) fueron observados ya en 1954 [55]. Sin embargo, su uso no se difundió hasta comienzos de los años 70 [56]. La utilización de diagramas de Kikuchi como herramienta para medir la textura de policristales en el microscopio electrónico de barrido fue desarrollada por Dingley a comienzos de los años 80 [57] y la automatización del sistema se llevó a cabo hace sólo una década [57,58]. En la actualidad existen varios sistemas de EBSD en el mundo. En este trabajo de investigación se utilizó el situado en la Escuela Naval para Posgraduados de Monterey, California, Estados Unidos.

1.3.1 Representación de la textura

1.3.1.1 Figuras de polos directas

La textura se ha descrito tradicionalmente por su proximidad a una o varias orientaciones ideales. Este método se aplica sobre todo a materiales cúbicos laminados durante su procesado, como los utilizados en este trabajo de investigación. La textura de estos materiales se expresa mediante índices de Miller de orientaciones cristalográficas ideales de la siguiente forma: $(DN)[DL]$, donde DN es la dirección cristalina normal al plano de laminación y DL es la dirección cristalina paralela a la dirección de laminación. Generalmente, se hace referencia a familias de planos y direcciones, $\{DN\}\langle DL\rangle$. Algunas orientaciones ideales típicas en aleaciones de aluminio laminadas son, por ejemplo, $\{001\}\langle 100\rangle$ (orientación “cubo”), $\{011\}\langle 211\rangle$ (orientación “latón”), $\{112\}\langle 111\rangle$ (orientación “cobre”).

Las figuras de polos son el método utilizado tradicionalmente para describir la textura mediante orientaciones ideales. Son representaciones de determinadas familias de

planos (h,k,l), (generalmente $\{001\}$, $\{011\}$ y $\{111\}$ en materiales fcc, por ser los de más baja multiplicidad) en una proyección estereográfica cuyos ejes son paralelos a los ejes de la muestra (DL, dirección de laminación y DT, dirección transversal). En la Fig.2 se representa el proceso de construcción de una figura de polos en proyección estereográfica. En la Fig.3 se han dibujado las figuras de polos correspondientes a las orientaciones ideales “cobre” (Fig.3a) y “latón” (Fig.3b).

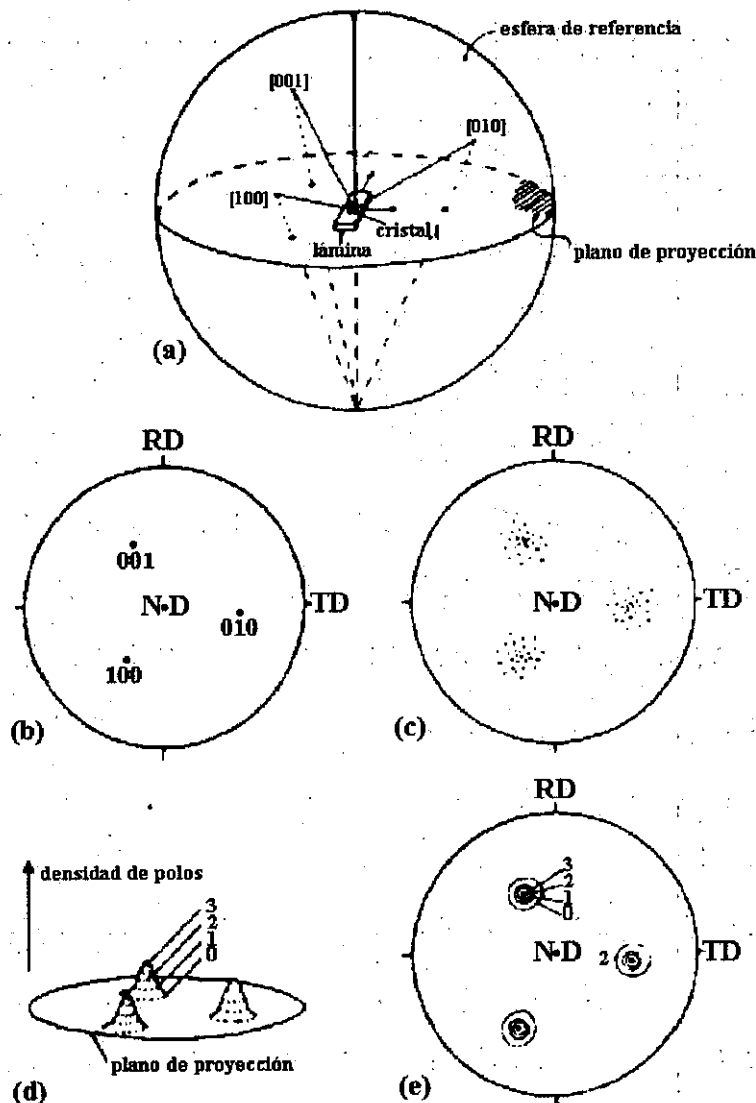


Fig.2 Construcción de figuras de polos en proyección estereográfica. (a) Proyección de las direcciones $\langle 001 \rangle$ sobre la esfera de referencia; (b) proyección de las direcciones $\langle 001 \rangle$ sobre el plano ecuatorial de la esfera (polos), tomando como foco de la proyección el polo sur de la esfera; (c) repetición del proceso con otros cristalitos con orientaciones parecidas; (d) y (e) representación de la densidad de polos mediante contornos de intensidad.

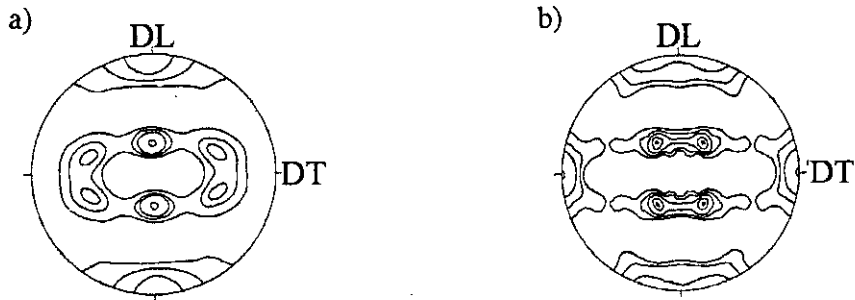
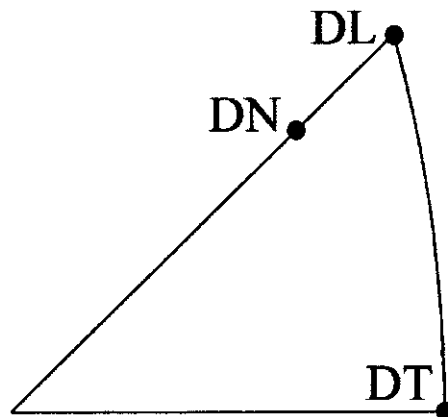


Fig.3 a) Textura tipo cobre; b) textura tipo latón.

1.3.1.2 Figuras inversas de polos

En ocasiones es útil conocer la dirección cristalina paralela a una dirección en la muestra, como DL, DT, la dirección normal, DN o, por ejemplo, el eje de tracción. Para ello se utilizan las figuras de polos inversas, en las que los ejes de referencia son los ejes cristalinos $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ y $\langle 111 \rangle$. Generalmente en las figuras de polos inversas no se hace distinción alguna entre familias de direcciones, y por tanto se representan mediante la “zona fundamental” de la proyección estereográfica, el triángulo estereográfico, de tal forma que sólo un polo de cada familia estará incluido en el mismo. La Fig.4 es una figura inversa de polos que representa la



polos en la que se han representado las direcciones DL, DT y DN de una chapa de aluminio laminada, de textura "cobre", $\{112\}\langle 111\rangle$

Fig.4 Figura inversa de polos correspondiente a una chapa de aluminio laminada, con textura "cobre", $\{112\}\langle 111\rangle$. Se han representado las direcciones longitudinal (DL), transversal (DT) y normal (DN).

1.3.1.3 Función de distribución de orientaciones (FDO)

Las figuras de polos fueron consideradas representaciones suficientemente exactas de la textura de los materiales hasta 1960 y aún hoy son ampliamente utilizadas. Sin embargo la información que proporcionan es limitada. Así, mediante las figuras de polos es difícil distinguir componentes secundarias de la textura y no proporcionan información cuantitativa acerca de las fracciones de volumen de las distintas componentes. Con el fin de obtener una mejor descripción de la textura se introdujo hacia 1960 la *función de distribución de orientaciones (FDO)*, $f(g)=f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$, definida en el espacio de orientaciones $S^0(3)$. Los ángulos $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$, llamados *ángulos de Euler*, son los giros que hay que realizar sobre el sistema de referencia de una red cristalina dada (en el sistema cúbico $\langle 100\rangle - \langle 010\rangle - \langle 001\rangle$) para hacerlo coincidir con el sistema de referencia de la muestra (en materiales laminados DL-DT-DN). Existen varias formas de escoger los ángulos de Euler. En este estudio se han utilizado los ángulos que representan las rotaciones sucesivas dibujadas en la Fig.5. Los ejes del sistema de referencia de la muestra se designan con las letras XYZ y los del cristal con las letras X'Y'Z'. Inicialmente, ambos sistemas de referencia coinciden. A continuación el sistema de referencia cristalino se gira primero un ángulo φ_1 alrededor del eje Z' (ó Z), después un ángulo Φ alrededor de X' (en su nueva posición), y finalmente un ángulo φ_2 alrededor de Z' (en su nueva posición). En general, $0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi$, $0 \leq \Phi \leq \pi$ y

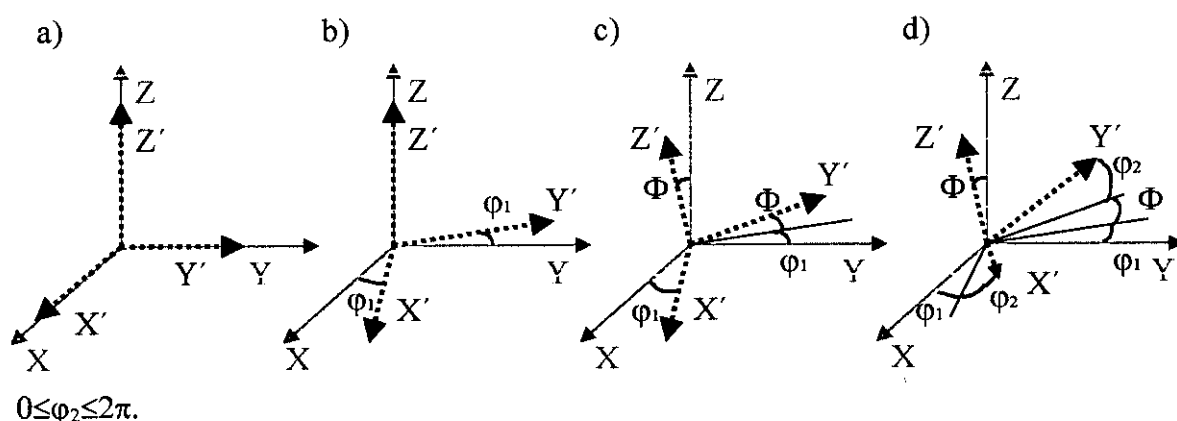


Fig.5 Ángulos de Euler.

Debido a la simetría cristalina y a la simetría de la muestra, puede ocurrir que varios puntos del espacio de Euler correspondan a orientaciones equivalentes. Así, el “dominio fundamental” del espacio de Euler, en el cual cada orientación está representada por un único punto varía en función de las simetrías. En la tabla I se especifica el dominio fundamental del espacio de Euler correspondiente a una muestra con simetría ortorrómbica (chapa laminada) y a distintas simetrías cristalinas.

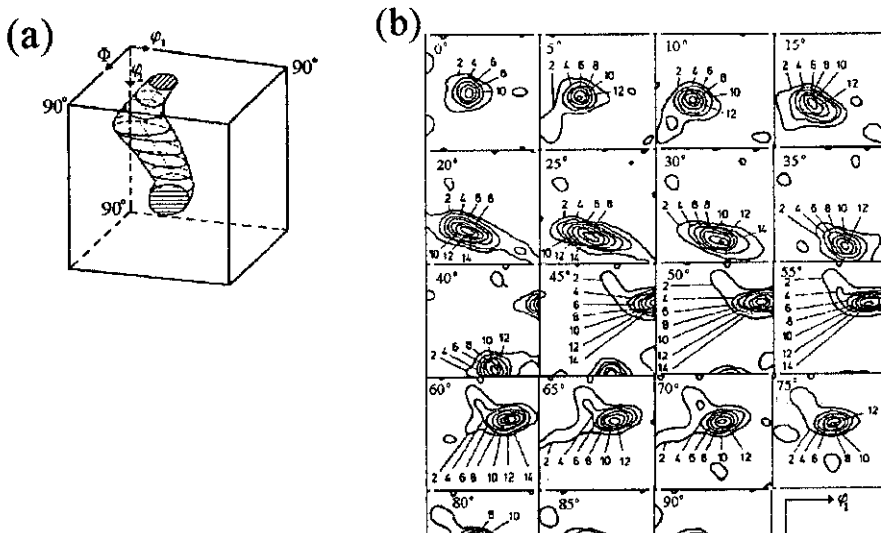
Simetría cristalina	Cúbica	Hexagonal	Tetragonal	Trigonal	Ortorrómbica
$(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$	$(\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2})$	$(\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{3})$	$(\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2})$	$(\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, \frac{2\pi}{3})$	$(\frac{\pi}{2}, \frac{\pi}{2}, \pi)$

Tabla I. “Dominio fundamental” del espacio de Euler en función de la simetría cristalina para una muestra con simetría ortorrómbica (chapa laminada).

La FDO representa la densidad de probabilidad de que una orientación, g , esté comprendida dentro de un elemento de orientación dg . Se define así:

$$\frac{dV}{V} = f(g)dg, \tag{1.3.1}$$

donde dV denota la suma de los elementos de volumen de la muestra que poseen una orientación g ó están comprendidos dentro de un elemento de orientación dg alrededor de ésta y V es el volumen total de la muestra. La función $f(g)$, por tanto, no sólo permite distinguir todas las componentes de la textura, sino que además proporciona una descripción estadística de la fracción de volumen de cada una de ellas. En [59] se puede encontrar un análisis detallado de la FDO. En la Fig.6 se representa la FDO de cobre laminado un 95%;



a) en el dominio fundamental del espacio de Euler y b) en secciones $\varphi_2=\text{cte}$ de dicho espacio. La forma más usual de representar FDOs es mediante cortes $\varphi_2=\text{cte}$ ó $\varphi_1=\text{cte}$.

Fig.6 Representación de la FDO correspondiente a cobre laminado un 95% a) en el dominio fundamental del espacio de Euler y b) en secciones $\varphi_2=\text{cte}$ [60].

1.3.2 Macrotextura

1.3.2.1 Obtención de la FDO mediante macrotextura

Los datos necesarios para construir las figuras de polos se obtienen a partir de la intensidad del haz de rayos X difractado por determinadas familias de planos en un volumen de material que contiene decenas de miles de granos. A partir de las medidas de intensidad recogidas, se calcula la *función densidad de polos*, P_h , donde $\mathbf{h}=(h,k,l)$ es un vector unitario fijo en el sistema de referencia de la red cristalina. Esta función representa la fracción de volumen de cristales cuyo vector $\mathbf{h}=(h,k,l)$ es paralelo a una determinada dirección en el sistema de referencia de la muestra, \mathbf{y} , (es decir, cuyo haz de planos (h,k,l) es perpendicular a \mathbf{y}). Comúnmente se denota por $P_h(\mathbf{y})$. Esta función es proporcional a la intensidad del haz difractado.

La FDO se calcula de forma analítica a partir de las figuras de polos. La función densidad de polos, $P_h(\mathbf{y})$, y la FDO están relacionadas de la siguiente forma:

$$P_h(\mathbf{y}) = \frac{1}{2\pi} \int_{h/\mathbf{y}} f(\mathbf{g}) d\mathbf{g} . \quad (1.3.2)$$

La integral se extiende a todas las orientaciones del espacio en las cuales la orientación del plano (h,k,l) respecto al sistema de referencia de la muestra es la misma. Por tanto, las figuras de polos son proyecciones de la FDO en un espacio de dos dimensiones.

El cálculo de $f(\mathbf{g})$ requiere invertir la ecuación integral (1.3.2) (*pole figure inversion*) y resolverla. Esto no es sencillo y para ello es necesario hacer varias aproximaciones. Aunque teóricamente serían necesarias infinitas figuras de polos, se ha comprobado que para obtener una buena aproximación a la FDO es suficiente tomar un número limitado de ellas. Este número depende de la simetría cristalina y de la intensidad de la textura, como se puede observar la Tabla II.

	Simetría cristalina				
Tipo de textura	Cúbica	Hexagonal	Tetragonal	Trigonal	Ortorrónica

Fuerte	(≥3)	(≥5)	(≥6)	(≥8)	(≥12)
Débil	(≥2)	(≥3)	(≥5)	(≥6)	(≥7)

Tabla II. Número de figuras de polos necesario para el cálculo de la FDO.

Existen varios métodos para resolver la ecuación (1.3.2). El más utilizado es el *método de los armónicos* (harmonic method), desarrollado por Bunge [61]. Otros métodos conocidos son, por ejemplo, el vectorial (vector method) [61] y el método WIMV [62-64].

A continuación se describe brevemente el método de los armónicos, que es el utilizado en este trabajo. Este método consiste en aproximar la función $f(g)$ por un desarrollo en serie de Fourier tomando como base los armónicos esféricos generalizados. Estas funciones forman un sistema ortogonal y completo en el espacio de $SO(3)$. Así,

$$f(g) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{\mu=0}^{M(l)N(l)} \sum_{\nu=0}^{N(l)} C_l^{\mu\nu} T_l^{\mu\nu}(g), \quad (1.3.3)$$

donde $C_l^{\mu\nu}$ son los coeficientes del desarrollo, que hay que calcular, y $T_l^{\mu\nu}(g)$ son los armónicos esféricos generalizados. Si se expresa g en función de los ángulos de Euler en (1.3.3), se obtiene:

$$f(g) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{\mu=0}^{M(l)N(l)} \sum_{\nu=0}^{N(l)} C_l^{\mu\nu} e^{i\mu\varphi_2} P_l^{\mu\nu}(\Phi) e^{i\nu\varphi_1}, \quad (1.3.4)$$

siendo $P_l^{\mu\nu}(\Phi)$ las funciones de Legendre asociadas. Sustituyendo (1.3.4) en (1.3.2) se obtiene la siguiente relación entre la función densidad de polos, $P_h(\mathbf{y})$, y los coeficientes del desarrollo, $C_l^{\mu\nu}$, [65]:

$$P_h(\mathbf{y}) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{\mu=0}^{M(l)N(l)} \sum_{\nu=0}^{N(l)} C_l^{\mu\nu} k_l^{\mu}(\mathbf{h}) k_l^{\nu}(\mathbf{y}), \quad (1.3.5)$$

donde $k_l^{\mu}(\mathbf{h})$ y $k_l^{\nu}(\mathbf{y})$ son armónicos esféricos de superficie (funciones en un espacio de dos dimensiones). En general, tanto los coeficientes correspondientes a términos pares (l par) como impares (l impar) son distintos de 0.

La ley de Bragg establece la condición para que tenga lugar un fenómeno de difracción en un determinado haz de planos, representado en el sistema de referencia de la red cristalina mediante un vector \mathbf{h} de dirección conocida (normal al haz de planos) y de sentido (signo) indeterminado. Esto implica que todos los experimentos de difracción son

centrosimétricos y no permiten discriminar los vectores de la red cristalina $+\mathbf{h}$ y $-\mathbf{h}$ [66]. Esta observación se refleja matemáticamente en (1.3.5) si tenemos en cuenta que para los armónicos esféricos de superficie se verifica $k_l^\mu(-\mathbf{h}) = (-1)^l k_l^\mu(\mathbf{h})$. Así,

$$P_{\mathbf{h}}(\mathbf{y}) = \sum_{l=0}^{\infty} \sum_{\mu=0}^{M(l)N(l)} \sum_{\nu=0}^{M(l)N(l)} \left\{ \frac{1 + (-1)^l}{2} \right\} C_l^{\mu\nu} k_l^{\mu*}(\mathbf{h}) k_l^{\nu}(\mathbf{y}) \quad (1.3.6)$$

El segundo miembro de (1.3.6) se anula cuando l es impar aunque los correspondientes coeficientes $C_l^{\mu\nu}$ sean distintos de 0. Por tanto, a partir de las figuras de polos sólo es posible calcular los términos pares de la serie. La FDO calculada de esta forma recibe el nombre de “función de distribución de orientaciones reducida”, $\tilde{f}(\mathbf{g})$. La FDO verdadera, $f(\mathbf{g})$, se puede escribir, por tanto, como una suma de dos términos:

$$f(\mathbf{g}) = \tilde{f}(\mathbf{g}) + \tilde{\tilde{f}}(\mathbf{g}), \quad (1.3.7)$$

donde $\tilde{\tilde{f}}(\mathbf{g})$ está formada por los términos impares de la serie. Existen bastantes similitudes entre $\tilde{f}(\mathbf{g})$ y la FDO verdadera, $f(\mathbf{g})$, debido a que los términos impares de la serie con $l=1, 3, 5, 7$ y 11 no existen. Además, cuando l es grande, los términos impares correspondientes son pequeños y, lo que es más importante, comparables a los términos pares [65]. Por tanto, los términos impares no cambian radicalmente el carácter de la FDO, pero sí afectan a ciertos detalles de su estructura. Así, si no se consideran, aparecen máximos de intensidad ficticios (denominados “fantasmas” o “ghosts”), se reduce la intensidad de los máximos verdaderos e incluso puede ocurrir que la FDO tome valores negativos para ciertas orientaciones, lo que es absurdo tratándose de una función de distribución de probabilidad.

En la actualidad existen varios procedimientos analíticos que permiten estimar aproximadamente los términos impares de la serie. [65]. El utilizado en este trabajo de investigación es un método iterativo que se basa en imponer que la FDO sea positiva en todo el espacio de Euler. En una primera aproximación (ecuación (1.3.8)) se considera que la FDO verdadera, $f(\mathbf{g})$, es igual a la FDO reducida, $\tilde{f}(\mathbf{g})$, calculada a partir de las figuras de polos. La FDO así calculada ($f_0(\mathbf{g})$) toma valores negativos en determinados puntos del espacio de Euler, por lo que es necesario introducir un factor de corrección, $\lambda_1 \tilde{\tilde{f}}_1(\mathbf{g})$, (términos impares) que sea igual a 0 donde $f_0(\mathbf{g})$ sea positiva o nula, e igual a $-f_0(\mathbf{g})$ donde $f_0(\mathbf{g})$ sea negativa. Así obtendremos una FDO “corregida”, $f_1(\mathbf{g})$. Matemáticamente,

$$f_0(g) = \tilde{f}(g)$$

$$f_1(g) = \tilde{f}(g) + \lambda_1 \tilde{f}_1(g)$$

$$f_n(g) = f_{n-1}(g) + \lambda_n \tilde{f}_n(g), \quad (1.3.8)$$

donde

$$\tilde{f}_n(g) = \begin{cases} 0 & \text{si } f_{n-1}(g) \geq 0 \\ -f_{n-1}(g) & \text{si } f_{n-1}(g) < 0 \end{cases}$$

y λ es un factor de corrección que asegura la convergencia de la serie. El proceso iterativo termina cuando $f_n(g)$ es positiva en todo el espacio de Euler, cuando no se observa ninguna mejora, o cuando se ha realizado un número de repeticiones prefijado previamente por el usuario. Al finalizar el proceso se obtiene una estimación aproximada de $\tilde{f}(g)$, $\tilde{f}(g) = \tilde{f}_n(g)$. Otro método utilizado frecuentemente para aproximar $\tilde{f}(g)$, consiste en modelar la FDO como una superposición de distribuciones de orientación de tipo gaussiano.

El método de los armónicos permite, pues, estimar la FDO desarrollando esta función en una serie de infinitos términos (ec. (1.3.3)). Sin embargo en la práctica no es posible trabajar con series ilimitadas. Truncar la serie introduce un error, denominado "error de truncamiento", cuyo valor aumenta a medida que disminuye el número de términos de la serie considerados (l_{max}). El valor de l_{max} para el cual el error de truncamiento es despreciable depende de la simetría cristalina y de la intensidad de la textura, como indica la Tabla III.

Tipo de textura	Simetría cristalina				
	Cúbica	Hexagonal	Tetragonal	Trigonal	Ortorrónica
Fuerte	34	28	22	22	22
Débil	22	16	16	16	12

Tabla III. Valores de l_{max} para los cuales el error de truncamiento es despreciable.

1.3.3 Microtextura

La textura de un material también se puede determinar a partir de la medida de orientaciones individuales (microtextura). Para obtener esta información se han desarrollado técnicas basadas en la difracción de electrones retrodispersados (EBSD) que utilizan como herramienta los diagramas de Kikuchi. Los fundamentos básicos y las aplicaciones de esta técnica están recogidos en [67-68].

1.3.3.1 Diagramas de Kikuchi

Están formados por pares de líneas blancas sobre un fondo oscuro y difuso (Fig.8). Cuando el haz incidente penetra en la muestra, la mayoría de los electrones son dispersados inelásticamente y emergen de la misma en todas direcciones. Estos electrones constituyen el fondo difuso del diagrama de difracción.

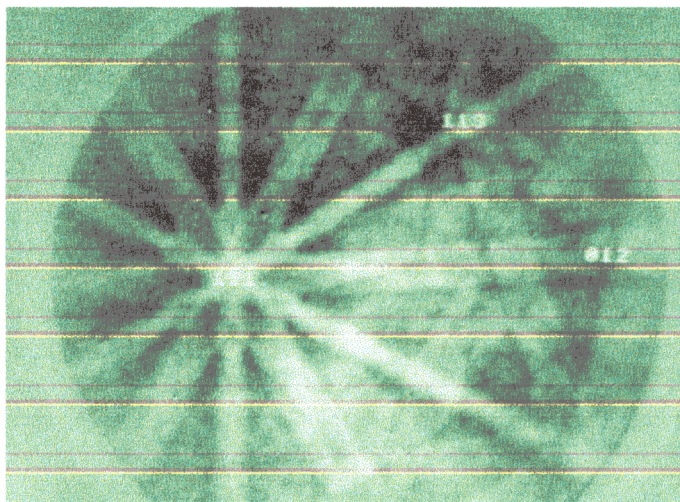


Fig.8 Diagrama de Kikuchi.

Sin embargo, algunos electrones, después de una o varias reflexiones inelásticas con poca pérdida de energía, inciden posteriormente en posición de Bragg sobre un haz de planos cristalinos y son difractados bajo un ángulo de Bragg a lo largo de las generatrices de dos conos, como se muestra en la Fig.9. Los ángulos de Bragg son mucho más pequeños que los dibujados en la Fig., típicamente 0.5° , y por tanto la apertura de los conos es muy grande. Generalmente la intensidad de los haces difractados es distinta a lo largo de cada uno de los conos, debido a que la dirección del haz de electrones inelásticos no coincide ya con la dirección del haz incidente original. Así, la intersección de los conos de difracción con una pantalla plana es un conjunto de pares de líneas, una más clara y otra más oscura (Fig.9). La anchura de las líneas es inversamente proporcional al espaciado interplanar y depende también de ciertas características del sistema como la distancia de la cámara a la muestra y la distancia de trabajo en el MEB. El ángulo entre dos pares de líneas (o bandas) de Kikuchi es equivalente al ángulo interplanar entre los planos cristalinos asociados con cada una de las líneas. Las intersecciones entre varias líneas, también llamadas polos, corresponden a direcciones importantes de la red cristalina, comunes a varios planos, y reciben el nombre de ejes de zona.

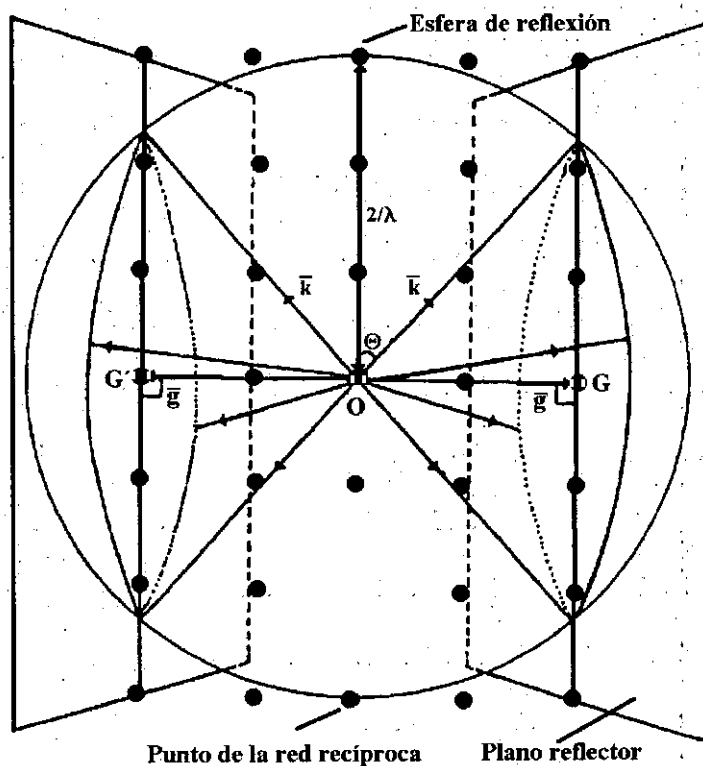


Fig.9 Esquema en el que se ilustra la formación de los pares de líneas de Kikuchi en el espacio recíproco.

Los diagramas de Kikuchi son, por tanto, “mapas de distancias angulares” que reflejan la simetría de la red cristalina. A partir de la situación de los ejes de zona es posible determinar la orientación de la red. La calidad del diagrama (definición de las líneas) refleja cualitativamente el grado de deformación del cristal.

1.3.3.2 Obtención de la FDO mediante microtextura

Las figuras de polos, que pueden ser discretas o con contornos, son las representaciones más sencillas y que resultan más familiares, pero no son las más adecuadas. La técnica de EBSP proporciona directamente información acerca la *orientación* de cada red cristalina, $g_i = g_i(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$. Esta información se degrada cuando se presenta mediante figuras de polos, que son esencialmente proyecciones *bidimensionales* del espacio de orientaciones.

Así, la forma más adecuada de representar la microtextura es también mediante la FDO. La técnica de medida de orientaciones individuales permite calcular directamente la FDO verdadera, $f(g)$, es decir, tanto los términos pares como los impares de la serie (ec. 1.3.3). Para ello se aproximan todas las orientaciones individuales por gaussianas [69], con las que se formula una expansión en serie infinita. La FDO resultante será una función que presentará picos en cada una de las orientaciones individuales medidas, g_i , y será nula en el resto (Fig.10a). Si se trunca la serie, los picos individuales se ensanchan y solapan unos con otros (Fig.10b) de tal forma que, al considerar un número de términos suficientemente bajo, se obtiene una función suave que representa la densidad de orientaciones, $f(g)$ (Fig.10c).

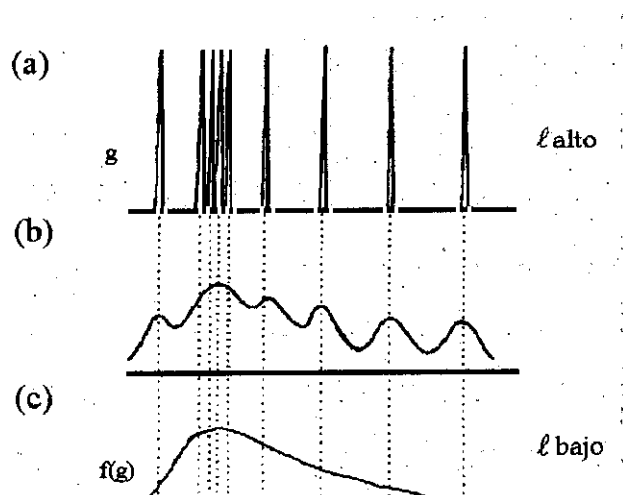


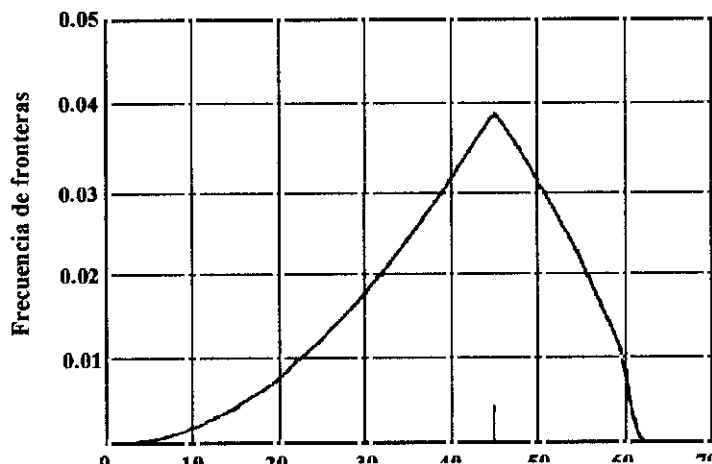
Fig.10 Truncamiento de la serie de la FDO verdadera que permite obtener una función suave que representa la densidad de orientaciones, $f(g)$.

1.3.3.3 Mesotextura

La mesotextura de un material es la naturaleza de las fronteras de grano presentes en su microestructura. Recientemente está cobrando gran importancia el estudio de la mesotextura, puesto que numerosos fenómenos como la segregación, la corrosión intergranular, la recristalización, el deslizamiento de fronteras de grano, etc... dependen de la naturaleza de las fronteras de grano presentes en el material [70].

La mesotextura se puede describir mediante un “par eje/ángulo” (ℓ/θ). El “eje de rotación”, ℓ , es la dirección cristalina alrededor de la cual es necesario girar una de las redes un ángulo θ para hacerla coincidir con la otra. Los índices de Miller de ℓ son comunes a ambas redes. θ recibe el nombre de “ángulo de desorientación”. Esta representación es la más utilizada, ya que muestra de forma muy directa ciertas características de las fronteras de grano (por ejemplo, es inmediato distinguir una frontera de ángulo bajo de una de ángulo alto mediante la representación eje/ángulo) y permite detectar fronteras con geometría especial, como las CSL. En [68] se puede encontrar una tabla con las representaciones eje/ángulo de las fronteras CSL más importantes. La forma de calcular el par eje/ángulo, (ℓ/θ), se describe a continuación.

La mesotextura se representa mediante histogramas como el de la Fig.11. En el eje



X se representa el ángulo de desorientación, θ , y en el eje Y la frecuencia de fronteras. La Fig.11 es la distribución de fronteras correspondiente a un número elevado de cubos orientados al azar, obtenida por MacKenzie en 1958 [71].

Fig.11 Distribución al azar de McKenzie.

El par eje/ángulo se calcula a partir de los ángulos de Euler como se describe a continuación. Una orientación individual se representa mediante una “matriz de orientación”, G, cuyos elementos se relacionan con los ángulos de Euler de la siguiente forma:

$$\begin{aligned}
 g_{11} &= \cos\varphi_1 \cos\varphi_2 + \operatorname{sen}\varphi_1 \cos\Phi \operatorname{sen}\varphi_2 \\
 g_{12} &= \cos\varphi_1 \operatorname{sen}\varphi_2 - \operatorname{sen}\varphi_1 \cos\Phi \cos\varphi_2 \\
 g_{13} &= -\operatorname{sen}\varphi_1 \operatorname{sen}\Phi \\
 g_{21} &= \operatorname{sen}\varphi_1 \cos\varphi_2 - \cos\varphi_1 \cos\Phi \operatorname{sen}\varphi_2 \\
 g_{22} &= \operatorname{sen}\varphi_1 \operatorname{sen}\varphi_2 + \cos\varphi_1 \cos\Phi \cos\varphi_2 \\
 g_{23} &= \cos\varphi_1 \operatorname{sen}\Phi \\
 g_{31} &= \operatorname{sen}\Phi \operatorname{sen}\varphi_2 \\
 g_{32} &= -\operatorname{sen}\Phi \cos\varphi_2 \\
 g_{33} &= \cos\Phi
 \end{aligned} \tag{1.3.9}$$

La “matriz de desorientación” entre dos redes cristalinas contiguas (D^*), se calcula a partir de las matrices de orientación de cada una de ellas, G_1 y G_2 , de la siguiente forma:

$$D^* = G_1^{-1} G_2 \tag{1.3.10}$$

A partir de la matriz de desorientación, D^* , se calcula directamente el par eje/ángulo:

$$\begin{aligned}
 \ell_1 &= d^*_{23} - d^*_{32} \\
 \ell_2 &= d^*_{31} - d^*_{13} \\
 \ell_3 &= d^*_{12} - d^*_{21} \\
 \cos\theta &= (d^*_{11} + d^*_{22} + d^*_{33} - 1)
 \end{aligned} \tag{1.3.11}$$

Dada la elevada simetría del sistema cúbico es posible encontrar 24 matrices equivalentes D_i ($i=1-24$) que representen la desorientación entre dos redes cristalinas. Para ello

basta premultiplicar D^* por las matrices correspondientes a las 24 operaciones de simetría de este sistema, $S_{i(i=1-24)}$.

$$D_i = S_i D^* \quad (1.3.12)$$

A cada matriz D_i le corresponderá un par eje/ángulo. De todos ellos se elige por convenio aquel par con el ángulo de desorientación, θ , más pequeño.

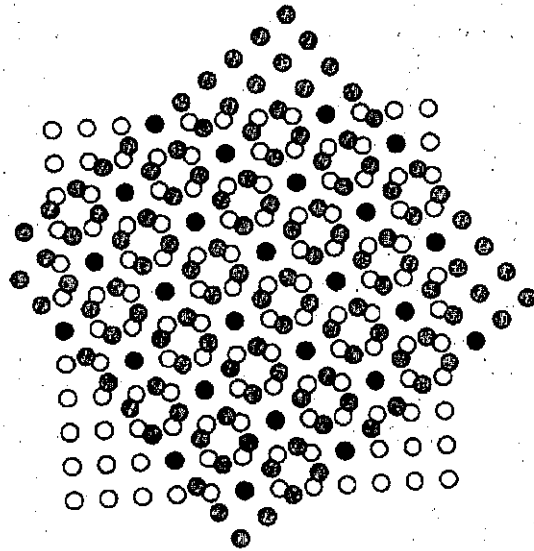
Atendiendo al ángulo de desorientación se ha establecido la siguiente clasificación de las fronteras de grano [72]:

- a) Fronteras de ángulo bajo: $\theta < 5^\circ$
- b) Fronteras de ángulo intermedio: $5^\circ \leq \theta < 20^\circ$
- c) Fronteras de ángulo alto: $\theta > 20^\circ$

La estructura de las fronteras de grano es todavía bastante poco conocida. En 1949, Kronberg y Wilson [73] formularon la teoría CSL, según la cual las fronteras se clasifican atendiendo al grado de acoplamiento entre las dos redes cristalinas que separan. El modelo se basa en construir una superred con las posiciones atómicas coincidentes de dos redes cristalinas adyacentes. En la Fig.12 se muestran dos redes interpenetradas, en las que la superred (círculos negros) estaría formada por una de cada 5 posiciones atómicas. Se define el grado de acoplamiento, Σ , como:

$$\Sigma = \frac{\text{Volumen de celda de superred}}{\text{Volumen de celda de red}} \quad (1.3.13)$$

La frontera de la Fig.12 es de tipo $\Sigma 5$.

Fig.12 Frontera CSL $\Sigma 5$.

Debido a su elevado grado de orden, algunas fronteras CSL tienen propiedades especiales. Por ejemplo, las fronteras $\Sigma 3$ y $\Sigma 11$ son muy poco energéticas [74]. La frontera $\Sigma 7$ posee poca energía y alta movilidad, por lo que juega un papel importante en procesos como la recristalización discontinua [29]. Las fronteras con un elevado valor de Σ son fronteras de ángulo alto. Para distinguirlas de las fronteras de ángulo alto no CSL, a éstas últimas se les denomina fronteras desordenadas o al azar. Se ha comprobado, por ejemplo, que las fronteras de ángulo alto desordenadas tienen más facilidad para deslizarse que las fronteras de ángulo bajo o las fronteras CSL [75]. La descripción de las fronteras CSL mediante pares eje/ángulo está tratada en [76].

En las microestructuras reales, sin embargo, no existen fronteras CSL exactas y por ello es necesario definir un “criterio de aproximación”, que determine cuándo una frontera está “suficientemente cerca” de una frontera CSL exacta para poder ser considerada como tal. En este trabajo de investigación se ha utilizado el “criterio de Brandon” [77], según el cual la “desviación permitida” viene dada por:

$$\Delta\theta = \frac{K}{\Sigma^n}, \quad (1.3.14)$$

donde $\Delta\theta$ es la desviación permitida, K es una constante igual a 15° , Σ es el grado de acoplamiento y n una constante igual a 0.5.

1.4 Texturas de aleaciones de aluminio

El análisis de las orientaciones preferentes ha demostrado ser una herramienta muy poderosa para estudiar la evolución microestructural, puesto que todos los procesos a los que es sometido un material van dejando sucesivas “huellas” en la textura del mismo. Así, recientemente ha sido posible profundizar en el conocimiento de fenómenos como la laminación (1.4.1), la recristalización (1.4.2) y la deformación superplástica (1.4.3). Los resultados más importantes del análisis de texturas relacionados con estos procesos se describen a continuación.

1.4.1 Texturas de laminación

Son un caso particular de una categoría más amplia, las texturas de deformación.

1.4.1.1 Observaciones experimentales

El conocimiento de las texturas de laminación es muy relevante para este trabajo de investigación porque todos los materiales estudiados son chapas laminadas. Por tanto, el proceso de laminación determinará la textura resultante del procesado, que influirá de forma determinante en la respuesta posterior del material.

Este apartado se dedica a revisar el conocimiento actual de las texturas que resultan después de un proceso de laminación de materiales ccc que poseen una energía de defecto de apilamiento elevada, como el aluminio y sus aleaciones.

Existen numerosos estudios acerca de la evolución de la textura durante el proceso de laminación [78-102]. Todos coinciden en afirmar que las orientaciones cristalográficas de un policristal de estructura cúbica centrada en las caras después de un proceso de laminación están distribuidas a lo largo de las fibras α y β en el espacio de Euler.

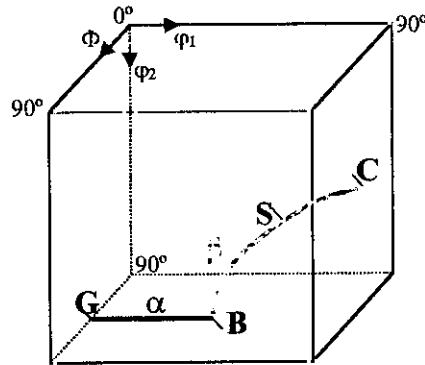
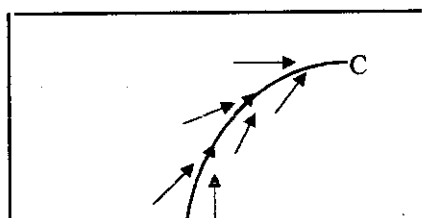


Fig.1 Situación de las fibras α y β en el espacio de Euler.

En la Fig.1 se ha representado la situación de ambas fibras en el dominio fundamental del espacio de Euler para materiales ccc. La fibra α está formada por todas aquellas orientaciones cuyo plano de laminación es el $\{011\}$, incluyendo, por ejemplo, la componente de latón, $\{011\}\langle 211 \rangle$ (B) y la componente Goss, $\{011\}\langle 100 \rangle$ (G). Aunque existen varias definiciones de la fibra β [81], sólo ligeramente diferentes unas de otras, todas coinciden en afirmar que incluye las orientaciones comprendidas entre la componente de latón, $\{011\}\langle 211 \rangle$ (B) y la componente cobre, $\{112\}\langle 111 \rangle$ (C), pasando por la componente S, $\{123\}\langle 634 \rangle$.

El grado de laminación influye decisivamente en la textura. Después de pequeñas deformaciones (20%), las orientaciones están distribuidas homogéneamente en las proximidades de las fibras α y β [78-79,82]. A medida que aumenta el grado de deformación las orientaciones en las proximidades de las fibras migran hacia éstas rápidamente y, simultáneamente aunque más despacio, se mueven a lo largo de las fibras [82], como muestra la Fig.2. Las orientaciones evolucionan por la fibra α en dirección a la componente B y desde ésta por la fibra β en dirección a la componente C, concentrándose después de deformaciones muy elevadas en torno a componentes individuales estables, que dependerán principalmente de la temperatura de deformación. Por ejemplo, cuando la laminación tiene lugar en frío, las componentes predominantes de la textura son principalmente la C y la S [78-79,82]. En cambio, cuando la laminación es en caliente, las componentes principales son la de latón, B, y también, en menor medida, la componente cubo, $\{001\}\langle 100 \rangle$ [83-88]. La laminación cruzada da lugar a



componentes finales algo diferentes a las mencionadas, como la $\{011\} \langle 332 \rangle$, alejada sólo unos 10° de la componente B [89].

Fig.2 Evolución de las componentes a lo largo de las fibras α y β durante un proceso de laminación en frío después de deformaciones elevadas.

1.4.1.2 Modelos teóricos

La evolución de la textura durante un proceso de laminación se ha simulado utilizando distintos modelos de deformación plástica de policristales. Los modelos de Taylor [90] y Sachs [91], que hoy ya se consideran clásicos, se han utilizado profusamente para este tipo de simulaciones en la última década. En ambos se considera que el único mecanismo operativo es el deslizamiento cristalográfico, que éste es homogéneo dentro de cada grano y que la deformación de un grano está determinada únicamente por su orientación. Según el modelo de Taylor (también llamado FC o “full constraints”) todos los cristales de un policristal experimentan el mismo cambio de forma durante la deformación (Fig.3). La compatibilidad de la deformación se consigue mediante la activación de al menos cinco sistemas de deslizamiento. Según el modelo de Sachs (también llamado NC o “no constraints”) que todos los cristales están sometidos a la misma tensión, lo que conduce al cambio de forma representado en la Fig.3.

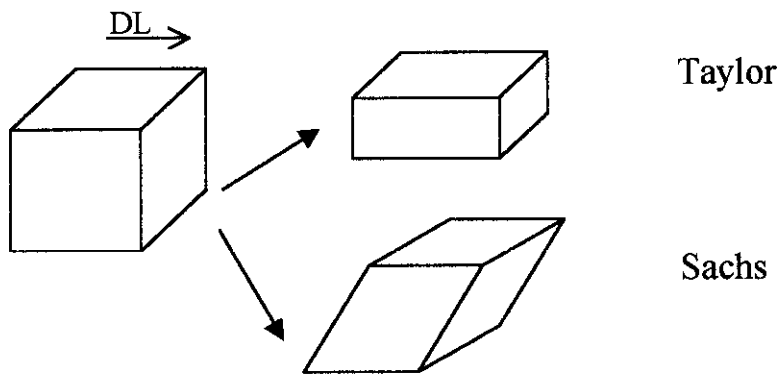
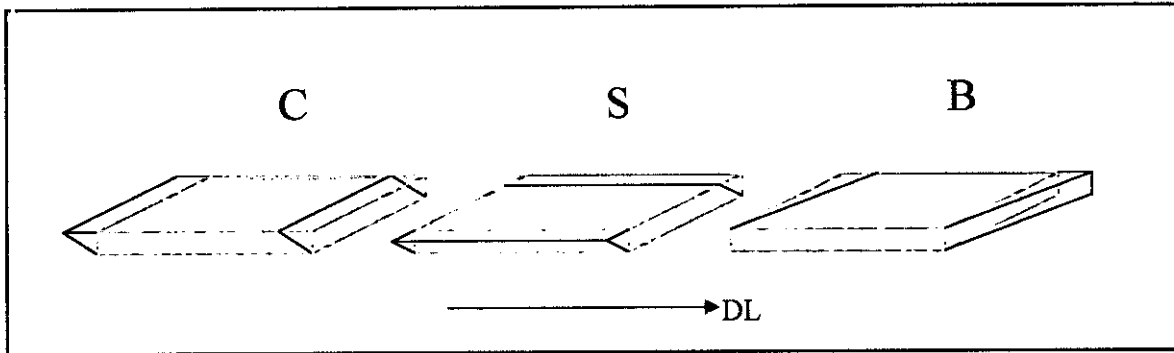


Fig.3 Cambios de forma asociados a los modelos teóricos de plasticidad policristalina de Taylor y Sachs.

Estos modelos representan casos extremos. Posteriormente fueron mejorados por Leffers [92], que ideó los modelos RC (“relaxed constraints”), en los cuales se admitían además otros cambios de forma. Los cambios de forma correspondientes a los principales



modelos RC, que reciben el nombre de modelos C, S y B se han dibujado en la Fig.4.

Fig.4 Cambios de forma asociados a los modelos RC.

Las texturas de laminación simuladas utilizando los modelos de deformación de policristales descritos reflejan con bastante exactitud las obtenidas experimentalmente [78-80]. Sin embargo, en general las texturas experimentales son más difusas que las simuladas. Además, estos modelos no explican la estabilidad de la componente B durante la deformación en caliente. Los modelos que predicen la estabilidad de esta componente son el de Sachs y el modelo B. Sin embargo, los cambios de forma asociados con estos modelos son muy poco probables en materiales con granos “pancake”, debido a que se introducirían elevadas tensiones internas. La componente es estable en materiales de baja energía de falta de apilamiento en los que tiene lugar el fenómeno de maclado [80, 93].

Aunque se han formulado varias explicaciones para explicar la estabilidad de la componente B durante la laminación en caliente de materiales de elevada energía de falta de apilamiento, hoy en día es todavía un tema de debate científico. En el apartado siguiente se exponen las principales corrientes de opinión vigentes en la actualidad.

1.4.1.3 Estabilidad de la componente de latón, $\{011\} \langle 211 \rangle$ (B)

La estabilidad de la componente B durante la laminación en caliente de materiales de elevada energía de defecto de apilamiento se ha explicado fundamentalmente mediante tres hipótesis:

- (a) Algunos autores [79-81, 94-98] critican los modelos de deformación de policristales clásicos aduciendo que no consideran las interacciones entre granos vecinos. Estos autores proponen que granos adyacentes orientados según variantes simétricas (simetría impuesta por el proceso de laminación) de la componente de latón, $\{(110)[1 \bar{1}2]$ y $(011)[2 \bar{1}1]\}$, podrían deformarse de forma compatible con menos de cinco sistemas de deslizamiento. Por tanto, no se introducirían tensiones internas elevadas y la componente B podría ser estable. En la Fig.5 se representa la configuración de orientaciones alternas propuesta. Lee y Duggan [95-96] han observado esta alternancia entre orientaciones simétricas en el interior de bandas de deformación de materiales laminados. Wang et al. [97] explican la formación de estas configuraciones como respuesta de la microestructura del material frente a las tensiones internas que se originan durante la deformación. Para simular teóricamente este tipo de configuraciones se han utilizado métodos basados en elementos finitos [98].

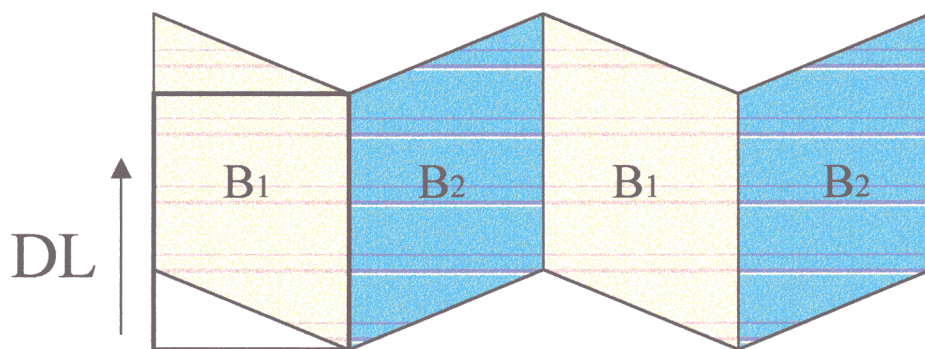


Fig.5 Configuración de orientaciones simétricas alternas [$B_1 = (110)[1 \bar{1}2]$ y $B_2 = (011)[2 \bar{1}1]$] propuesta por Lee y Duggan para explicar la estabilidad de la componente B después de un proceso de laminación en caliente.

- (b) Maurice y Driver [83-84] sostienen que la estabilidad de la componente B es debida a la activación adicional de sistemas de deslizamiento no octaédricos, es

decir distintos de los $\{111\}\langle 110\rangle$. En concreto, afirman haber observado en sus muestras líneas de deslizamiento en planos $\{112\}$. Observaciones parecidas han sido publicadas por Bacroix y Jonas [99].

- (c) Finalmente otros autores [88,100] proponen incluir en los modelos de deformación policristalina los efectos de la sensibilidad a la velocidad de la deformación, m . Afirman que la estabilidad de la componente B está favorecida en materiales con elevado valor de m .

1.4.1.4 Gradiente de textura

Existen numerosos estudios que describen la existencia de un gradiente de textura a través del espesor de materiales laminados [88-89, 101-102]. Este fenómeno ha sido observado sobre todo en aleaciones de Al-Li. Frecuentemente en la zona intermedia del material aparece una componente B y en las zonas próximas a la superficie se observa una componente C [101-102].

1.4.2 Texturas de recristalización

La textura de recristalización está extremadamente condicionada por la deformación plástica previa del material, que determinará las características microestructurales de éste. En esta sección se tratarán las texturas de recristalización estática. Las texturas de recristalización dinámica son muy parecidas a las estáticas [29].

1.4.2.1 Recristalización discontinua

En general, la recristalización discontinua da lugar a texturas muy distintas de las texturas de deformación originales [29]. Puesto que este proceso consiste en la selección de una pequeña zona del material, no es sorprendente que ésta no esté orientada según la componente principal de la textura y el crecimiento de ésta a expensas de la matriz.

La característica más significativa de las texturas de recristalización discontinua es la aparición de la componente de cubo, $\{001\}\langle 100\rangle$. Esta componente ha sido observada en numerosas ocasiones [103-110], pero su origen aún no se conoce con precisión. Las dos teorías más importantes que intentan explicar la aparición de la

componente cubo son las teorías de la “nucleación orientada” y del “crecimiento orientado” [110]. Según la teoría de la nucleación orientada el proceso de nucleación controla la recristalización discontinua. Éste tiene lugar preferentemente en ciertas zonas, lo que determina la orientación de los núcleos. Según la teoría del “crecimiento orientado”, la velocidad de crecimiento es mayor cuando la desorientación entre el núcleo y la matriz es de 40° en torno a un eje $\langle 111 \rangle$. Durante años estas teorías representaban posiciones encontradas, que hoy parecen converger hacia un modelo común que tiene en cuenta ambas visiones.

La mesotextura de un material que ha recristalizado de forma discontinua presenta una distribución de fronteras semejante a la distribución al azar de McKenzie, siendo las más frecuentes las fronteras con un ángulo de desorientación de 45° [67].

1.4.2.2 Recristalización continua

La textura resultante de un proceso de recristalización continua es prácticamente idéntica a la textura de deformación inicial del material [29]. Esto es debido a que durante un proceso de recristalización continua sólo tienen lugar interacciones “a corto alcance” entre dislocaciones, subfronteras, etc...

Es frecuente observar en materiales que recristalizan de forma continua una mesotextura especial, caracterizada por una distribución bimodal de las fronteras de grano [67]. Predominan fundamentalmente fronteras con un ángulo de desorientación comprendido entre los 5° y los 20° (fronteras de ángulo intermedio) y fronteras con un ángulo de desorientación comprendido entre los 45° y los 55° (fronteras de ángulo alto).

1.4.3. Análisis de la deformación superplástica mediante texturas

El análisis de texturas proporciona una información muy valiosa acerca de los mecanismos de deformación responsables de la deformación superplástica. El deslizamiento de fronteras de grano, que da lugar a la rotación aleatoria de los granos, se asocia con un decrecimiento gradual de la intensidad de la textura, que debería llegar incluso a desaparecer después de deformaciones elevadas. El deslizamiento de dislocaciones o cristalográfico contribuye a estabilizar distintas orientaciones,

dependiendo del número de sistemas de deslizamiento operativos. Por ejemplo, la actuación de 4, 6 y 8 sistemas da lugar a las fibras $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ y $\langle 100 \rangle$, respectivamente [111].

En la actualidad existen opiniones encontradas acerca de cuales son los mecanismos de deformación predominantes durante la deformación superplástica. Fundamentalmente se pueden resumir en cuatro, que serán tratadas detalladamente en esta sección: (a) el principal mecanismo de deformación es el deslizamiento de fronteras de grano y el deslizamiento cristalográfico es sólo un mecanismo de acomodación [5,112-113]; (b) el deslizamiento de fronteras de grano y el deslizamiento cristalográfico contribuyen a la deformación superplástica simultáneamente en todos los estadios de la deformación [114-118]; (c) el deslizamiento cristalográfico es el mecanismo predominante en los primeros estadios de la deformación y posteriormente predomina el deslizamiento de fronteras de grano [89,119-121]; y (d) el deslizamiento cristalográfico es el mecanismo predominante durante todos los estadios de la deformación [122-128].

La aceptación general del deslizamiento de fronteras de grano, acomodado por movimiento de dislocaciones, como mecanismo de deformación predominante durante la superplasticidad, es consistente con las observaciones publicadas por numerosos autores de un decrecimiento gradual de la intensidad de la textura con la deformación [71,112]. En un proceso de acomodación las dislocaciones no se mueven en una/s dirección/es preferentes, y por tanto estos mecanismos no contribuirían a estabilizar componentes de la textura. Sin embargo, son también numerosos los trabajos en los que se describe la retención preferente de ciertas orientaciones o la insignificante pérdida de intensidad de la textura durante la deformación superplástica [114-135]. Por ello, en estos trabajos se considera que el deslizamiento cristalográfico es un *mecanismo de deformación* que actúa en respuesta a la tensión aplicada y juega un papel importante en la superplasticidad. Se han propuesto distintos modelos alternativos para incluir la contribución del deslizamiento cristalográfico en la deformación superplástica.

Algunos autores afirman que la deformación superplástica es debida a la actuación simultánea de los mecanismos de deslizamiento de fronteras de grano y deslizamiento cristalográfico durante todos los estadios de la deformación. Edington y colaboradores [113-118], fueron pioneros en el estudio la deformación superplástica de las aleaciones Al-6%Cu-0.3%Zr, Al-33%Cu y Zn-40%Al mediante análisis de texturas. Concluyeron

que la contribución de cada mecanismo depende de la velocidad de deformación: el deslizamiento de fronteras de grano predomina a velocidades bajas, ambos mecanismos coexisten a velocidades intermedias y el deslizamiento cristalográfico predomina a velocidades elevadas. El número de sistemas de deslizamiento operativos depende también de la velocidad de deformación. El deslizamiento es simple a velocidades intermedias y múltiple a velocidades elevadas. Las investigaciones anteriores a 1986 en las que se observó la actuación simultánea de deslizamiento de fronteras de grano y deslizamiento cristalográfico fueron recopiladas por Padmanabhan y Lücke en [129]. Estos autores publicaron unos años más tarde un estudio sobre la aleación superplástica Al-6%Cu-0.3%Zr de elevado tamaño de grano ($d > 20\mu\text{m}$), donde afirman que la contribución del deslizamiento cristalográfico puede llegar a ser como mucho de un 20% a velocidades de deformación elevadas [130]. Muy recientemente también se han publicado estudios en los que la deformación superplástica se atribuye a la coexistencia del deslizamiento de fronteras de grano y el deslizamiento cristalográfico. Como ejemplo, los trabajos de Jin y Bieler sobre la deformación superplástica a muy alta velocidad de deformación (high strain rate superplasticity, HSRS) de la aleación IN90211 obtenida por aleado mecánico [131-132], o el estudio sobre la aleación 8090 publicado en los Anales del último congreso internacional de superplasticidad celebrado en Bangalore, India, en 1997 [133].

Otros autores [89, 119-121] proponen que el deslizamiento cristalográfico es el mecanismo predominante en los primeros estadios de la deformación ($\epsilon < 0.7$) en materiales cuya microestructura inicial no es adecuada para que tenga lugar el deslizamiento de fronteras de grano. Por ejemplo, en materiales cuya microestructura inicial está formada por granos alargados o con forma de pancake, el movimiento de dislocaciones daría lugar a la formación de granos equiaxiales, aptos para deslizarse [89]. Alternativamente, se ha propuesto que el deslizamiento cristalográfico juega un papel importante en los primeros estadios de la deformación en materiales cuya estructura inicial resultante del procesado termomecánico no está recrystalizada, sino que consta básicamente de subgranos y celdas de dislocaciones. Este fenómeno ha sido observado en materiales que recrystalizan de forma continua, como aceros dúplex inoxidables y las aleaciones de aluminio 7050 y Al-Zn-Mg-Cu [119-121]. Se propone que el deslizamiento cristalográfico daría lugar a una recrystalización continua dinámica, que consistiría en el

aumento gradual de la desorientación de las fronteras de grano debido a la adsorción de dislocaciones. Este proceso continuaría hasta que la microestructura tuviera la cantidad de fronteras de ángulo alto necesaria para que el mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano pudiese tener lugar. El deslizamiento de fronteras de grano sería el mecanismo predominante durante los sucesivos estadios de la deformación.

Finalmente, otros autores proponen que el deslizamiento cristalográfico es el mecanismo predominante durante todos los estadios de la deformación superplástica [122-128]. Basan sus afirmaciones en estudios de textura y también hacen uso de otras técnicas complementarias como la microscopía de transmisión y la medida de la anisotropía de la deformación. Blackwell y Bate [122,124], en estudios sobre la aleación 8090, observaron que la microestructura inicial está formada por bandas alargadas en la dirección de laminación, separadas por fronteras de ángulo alto. El interior de las bandas está formado por subgranos separados por fronteras de ángulo bajo. La estructura de bandas era perfectamente distinguible hasta casi los últimos estadios de la deformación, por lo que estos autores sugieren que el mecanismo de deformación predominante no puede ser el deslizamiento de fronteras de grano, que daría lugar a la formación de una microestructura homogénea y por tanto, a la desaparición de las bandas. Se propone que el mecanismo predominante durante la deformación superplástica es el deslizamiento cristalográfico, que tendría lugar en los granos de mayor tamaño. El deslizamiento de fronteras de grano (difusión) se produciría en los granos más pequeños y actuaría como mecanismo de acomodación para el deslizamiento cristalográfico. A conclusiones parecidas llegan Johnson et al. y Naziri et al. [125-126] al estudiar la anisotropía de la deformación de una aleación de Zn-Al laminada en caliente. Estos autores observaron que propiedades como el alargamiento a rotura, la relación tensión/deformación y la sensibilidad a la velocidad de deformación dependían de la dirección de ensayo, lo que no se puede explicar mediante un mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano, que ocurriría de forma homogénea en el material. Li et al. [127] atribuyen al deslizamiento cristalográfico un papel preponderante durante la deformación superplástica de la aleación de aluminio 5083, basándose en estudios de microscopía electrónica de transmisión que revelan la presencia de dislocaciones durante la deformación en el interior de los granos de mayor tamaño. Se descarta que estas dislocaciones formen parte de un proceso de acomodación porque todas tienen el mismo vector de Burgers.

Es interesante destacar que muchos materiales en los cuales se ha observado que el deslizamiento cristalográfico juega un papel importante durante la deformación superplástica recrystalizan de forma continua.

Capítulo 2

PARTE EXPERIMENTAL

2.1 Materiales

2.1.1 Al-5%Ca-5%Zn

La aleación Al-5%Ca-5%Zn fue preparada a partir de aluminio de 99.99% de pureza por la Aluminum Company of Canada (ALCAN). El procesado termomecánico consistió en primer lugar en la obtención de lingotes para laminación a partir del material fundido. Posteriormente los lingotes fueron laminados en caliente a 500°C y a continuación en frío, con reducciones de aproximadamente un 25% por pasada [135].

La composición de la aleación Al-5%Ca-5%Zn se muestra en la Tabla 2.1.

Ca	Zn	Fe	Mg	Si	Cu	Mn	Al
5.0	4.95	0.18	0.042	0.1	<0.01	<0.01	Bal.

Tabla 2.1. Composición en % en masa de la aleación Al-5%Ca-5%Zn.

La microestructura de los lingotes estaba formada por un eutéctico fino celular y un 20% en vol. de segunda fase, Al_3CaZn , en forma de barritas. Después del laminado, la microestructura consistía en una matriz de “granos o subgranos” finos (según palabras textuales de Moore et al. [135]) ($d=1-2\mu\text{m}$), y un 20% en volumen de segunda fase en forma de partículas parcialmente esferoidizadas. La segunda fase posee una estructura cristalina b.c.t. similar a la de la fase Al_4Ca [136]. La interfaz entre las partículas de segunda fase y la matriz es presumiblemente incoherente [137].

El comportamiento mecánico de la aleación Al-5%Ca-5%Zn ha sido estudiado previamente [135, 138-141]. Esta aleación presenta un comportamiento superplástico en un amplio rango de temperaturas y velocidades de deformación: $T \in (350^\circ\text{C}-550^\circ\text{C})$ y $\dot{\epsilon} \in (10^{-5} \text{ s}^{-1}-10^{-1} \text{ s}^{-1})$. Los valores máximos de la sensibilidad a la velocidad de deformación, m , se alcanzan a 10^{-2} s^{-1} y el máximo alargamiento medido en estas condiciones es 600%.

2.1.2 Aleaciones Al-Li: 2090 y 8090.

Las aleaciones de Al-Li cobraron creciente interés en la década de los 80 debido a que la adición de Li simultáneamente reduce la densidad y aumenta el módulo elástico de la aleación resultante [142].

La composición de las aleaciones utilizadas en este trabajo de investigación se resume en la Tabla 2.2 [143].

Aleación	Li	Cu	Mg	Zr	Al
2090	1.9-2.6	2.4-3.0	0.0-0.25	0.08-0.15	Bal
8090	2.4-2.8	1.0-1.6	0.6-1.3	0.04-0.16	Bal

Tabla 2.2 Rangos de composición (en % en peso) de las aleaciones 2090 y 8090.

Las aleaciones utilizadas fueron laminadas durante el procesado termomecánico. La microestructura resultante está formada por una matriz de grano fino. Además, en la aleación 2090 coexisten las fases T_1 (Al_2CuLi), T_2 (Al_6CuLi_3) y θ' (Al_2Cu) y los precipitados β' (Al_3Zr) y δ' (Al_3Li). En la aleación 8090 coexisten las fases S' (Al_2CuMg) y T_1 (Al_2CuLi) y el precipitado β' (Al_3Zr).

Estas aleaciones presentan un comportamiento superplástico en determinadas condiciones de temperatura y velocidad de deformación, que ha sido revisado en varios trabajos [144-151].

2.1.3 Supral 2004

Este material fue proporcionado por la empresa Superform, Inc.. El procesado termomecánico incluyó una laminación inicial a 300°C hasta una deformación verdadera de 2.0 y a continuación una laminación cruzada a temperatura ambiente hasta una deformación verdadera adicional de 1.0. Como resultado del procesado se obtuvieron láminas de 2mm de espesor. La composición química de las aleación Supral 2004 se resume en la Tabla 2.3.

Cu	Zr	Fe	Si	Zn	Mn	Mg	Ti	Li	Al
5.66	0.37	0.14	0.06	0.029	0.013	0.003	0.005	0.0001	Bal.

Tabla 2.3 Composición química (en % en peso) de la aleación Supral 2004.

La microestructura inicial está formada por una matriz de aluminio, la fase tetragonal θ' (Al_2Cu) y el precipitado β' (Al_3Zr) [65].

2.1.4 Ski 5083: Al-4.7%Mg-0.7%Mn

Este material fue proporcionado por la Escuela Naval de Monterey, California. La aleación fue fabricada por la empresa Sumitomo-Kaiser. En el estado de partida se presenta en forma de chapa laminada de 2 mm de espesor. La composición química de la aleación Ski 5083 se muestra en la Tabla 2.4.

Mg	Mn	Cr	Fe	Si	Al
4.48	0.65	0.11	0.07	0.05	Bal

Tabla 2.4. Composición química (en % en peso) de la aleación Ski 5083.

La microestructura inicial está formada por una matriz de aluminio de tamaño de grano igual a $9 \mu\text{m}$, partículas gruesas de Al_8Mg_5 y una dispersión uniforme de partículas submicrométricas de Al_6Mn .

En estudios recientes [152] se ha observado que esta aleación presenta valores altos de la sensibilidad a la velocidad de deformación, $m=0.5-0.65$, a velocidades de deformación de aproximadamente $5.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ y a temperaturas comprendidas en el intervalo ($525^\circ\text{C}-550^\circ\text{C}$). Los alargamientos máximos alcanzados en estas condiciones, sin embargo, no son muy grandes ($\approx 400\%$) y por ello esta aleación se utiliza sobretudo por su elevada resistencia a la corrosión.

2.1.5 7475

La composición química de esta aleación se muestra en la Tabla 2.5.

Zn	Mg	Cu	Al
5.7	2.25	1.6	Bal

Tabla 2.5. Composición química (en % en peso) de la aleación 7475.

Las características más significativas de la aleación 7475 son su elevada resistencia mecánica ($UTS > 500\text{MPa}$), su ligereza y su elevada tenacidad. Por ello se utiliza profusamente para aplicaciones militares y aeroespaciales.

La aleación 7475 presenta un comportamiento superplástico cuando se procesa adecuadamente para conseguir tamaño de grano fino. El refinamiento de grano se ha conseguido mediante dos vías: PSN [153] y recristalización continua[154]. Esta aleación presenta alargamientos superiores a 1000% a 517°C en un amplio rango de velocidades de deformación [155-156].

2.2 Técnicas de caracterización microestructural

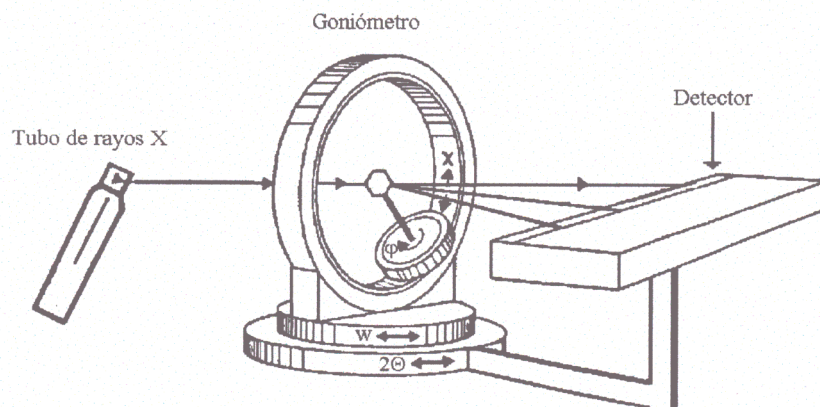
2.2.1 Difracción de rayos-x: macrotextura

2.2.1.1 Dispositivo experimental

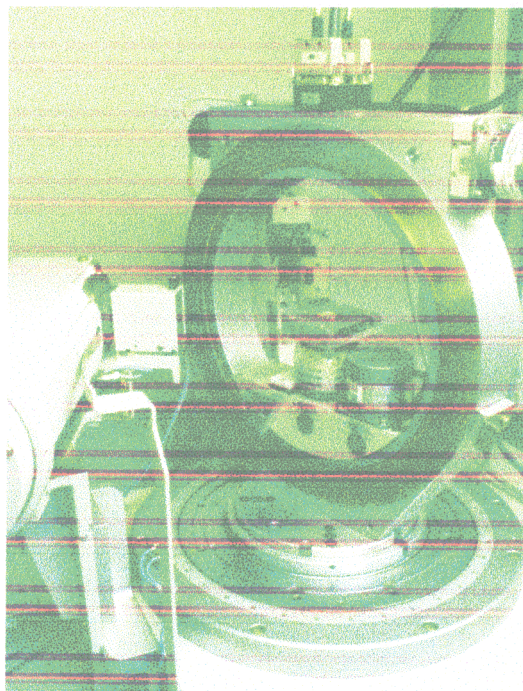
La medida de la macrotextura se realizó en un difractómetro de rayos x SIEMENS D5000 provisto de un anillo de Euler cerrado, mediante el método de reflexión de Schulz [157]. En la Fig. 1 se presenta un esquema del dispositivo y una fotografía del difractómetro disponible en el Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas.

Fig. 1 (Página siguiente) Difractómetro de rayos x. (a) Esquema del dispositivo. (b) Anillo de Euler del difractómetro disponible en el Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas.

a)



b)



La muestra se coloca en un portamuestras especial situado en la cara interior del anillo (goniómetro) de Euler, de tal forma que la superficie irradiada contiene siempre una recta tangente al círculo de enfoque que pasa por la fuente de rayos x y el detector. El anillo se gira alrededor de su diámetro paralelo a la vertical hasta conseguir que el ángulo de incidencia de los rayos x sobre la muestra corresponda a la reflexión de Bragg deseada $\mathbf{h}=(h,k,l)$. Entonces se gira el portamuestras a intervalos de 3° a lo largo de la

cara interior del anillo de Euler, de forma que planos (h,k,l) correspondientes a granos cristalinos con orientaciones diferentes vayan situándose sucesivamente en posición exacta de Bragg. En el detector se recoge la intensidad difractada en cada una de las posiciones del portamuestras. La radiación utilizada fue $\text{CuK}\alpha$.

2.2.1.2 Preparación de las muestras

El objetivo de la preparación de muestras es conseguir una superficie lisa y espejada. Dado que la profundidad de penetración de los rayos X en aluminio es aproximadamente de 70 μm y que los materiales analizados son de grano fino (en general, $d < 10 \mu\text{m}$), la calidad de la superficie es importante pero no decisiva para realizar medidas de microtextura. Por ello fue suficiente desbastar las muestras con papeles de lija de carburo de silicio cada vez más finos (600, 1000, 1600) y pulirlas mecánicamente con un paño de pulido impregnado con una solución de partículas de diamante de 1 μm de diámetro. Después de cada etapa de desbaste y pulido las muestras se aclararon y se secaron con aire caliente.

2.2.2 Difracción de electrones (Diagramas de electrones retrodispersados (EBSP)): micro y mesotextura.

2.2.2.1 Dispositivo experimental

En la Fig.2 se muestra un esquema del dispositivo experimental empleado. Consta básicamente de un microscopio electrónico de barrido, una cámara de TV y un ordenador provisto del software adecuado para analizar los datos adquiridos. El haz de electrones incide sobre la muestra bajo un ángulo pequeño, para lo cual se utilizan portamuestras especiales, que permiten colocar la muestra con una inclinación elevada (generalmente 70°) respecto a la horizontal. Así, disminuye la penetración del haz y, por tanto, la absorción, y la señal difractada obtenida es más intensa. La inclinación del portamuestras se ha optimizado, además, para orientar la señal difractada hacia la lente de la cámara y para obtener diagramas de kikuchi *con la mayor cantidad de información posible* y con el máximo contraste. Los electrones difractados emergen de la muestra a lo largo de las direcciones de un cono. La intersección entre éste y la lente plana y recubierta de fósforo

de la cámara, constituye el diagrama de líneas de kikuchi. La imagen del diagrama se graba y esta señal analógica se envía a la unidad de control de la cámara, donde la intensidad de luz se puede medir y ajustar. Simultáneamente, es posible ver la imagen del

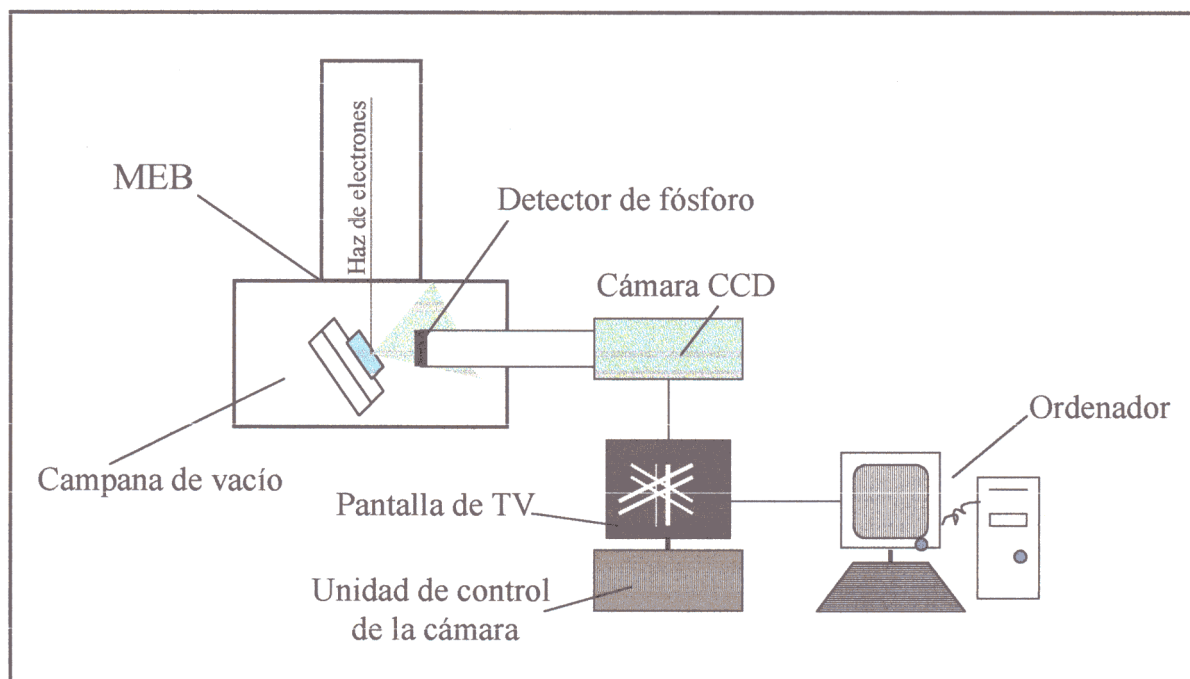


diagrama en tiempo real en una pantalla de televisión. Después de ser integrada y filtrada, la señal se digitaliza y se envía a una estación de trabajo provista de un software que permite determinar la orientación correspondiente al diagrama analizado y guardar los datos en un fichero.

Fig.2 Dispositivo experimental de EBSD.

En la Fig.3 se representan tres pasos del proceso de interpretación de diagramas de kikuchi. Una vez captada la imagen del diagrama (Fig. a), el software detecta las líneas de mayor intensidad (Fig. b) y las asocia con los correspondientes planos cristalográficos (Fig. c), asignando índices a los distintos polos. En [65] se puede encontrar una descripción muy detallada del proceso de calibrado y de las consideraciones geométricas necesarias para la asignación de índices. El software permite, además, analizar y representar los datos obtenidos, como se explicará más adelante.

El sistema de EBSP disponible en la Naval Postgraduate School se muestra en la Fig.4 Incluye un microscopio de barrido Topcon SM-510, una cámara CCD de fibra óptica LTC216, provista de una lente recubierta de fósforo, una unidad de control de la

cámara tipo CCD (modelo 852) que permite visualizar imágenes de poca intensidad, corregir, integrar y filtrar la señal analógica de entrada, y producir una señal digital de salida, y una estación de trabajo Silicon Graphics INDY en la que se ha instalado un programa informático que realiza el análisis de la información (OIM™, TexSEM Laboratories, Inc., Provo, Utah).

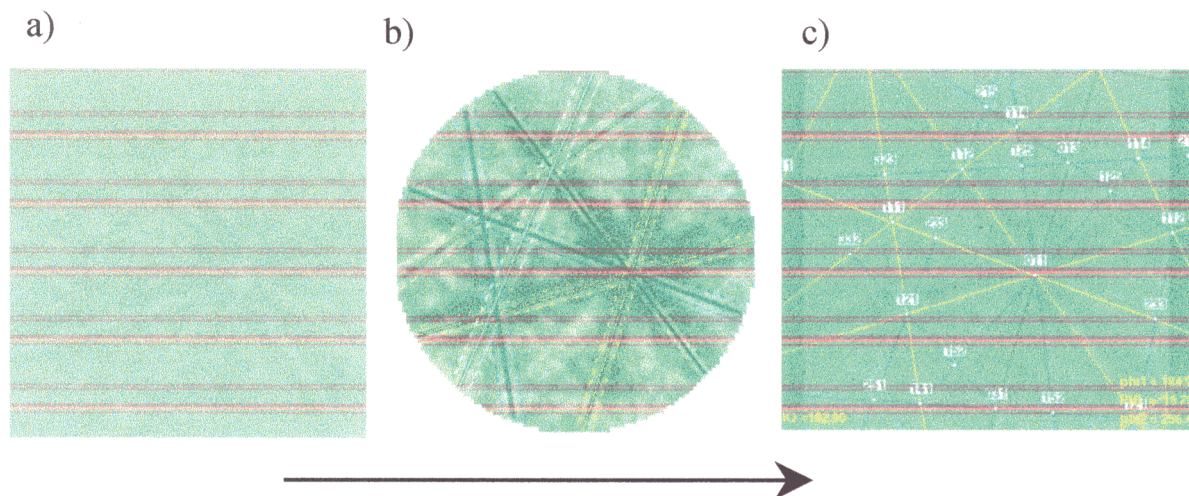


Fig.3 Determinación de orientaciones. (a) Diagrama de kikuchi; (b) detección de las líneas de mayor intensidad y (c) asignación de índices.



Fig. 4 Sistema de EBSD disponible en la Escuela Naval para Posgraduados en Monterey, California, EEUU.

2.2.2.2 Metodología

Los fundamentos del proceso de adquisición de datos en un sistema de difracción de electrones retrodispersados fueron explicados por Randle en [66]. La metodología utilizada en este trabajo de investigación se describe en la Fig.4. Inicialmente se hace incidir el haz sobre un grano cristalino ("a"). La flecha indica el diagrama de líneas de kikuchi obtenido en esta posición, al que un análisis posterior le asigna índices automáticamente. Este diagrama se visualiza en tiempo real en una pantalla de TV. Seguidamente se desplaza manualmente el haz hasta que se observa que el diagrama de Kikuchi cambia, lo que indica que el haz incide ahora sobre un grano cristalino adyacente ("b"), cuyo diagrama de kikuchi se vuelve a analizar. El número de veces que se repite esta operación y el recorrido del haz sobre la muestra han de ser elegidos por el usuario teniendo en cuenta la naturaleza del material y la información microestructural que se desea obtener.

Wright y Adams [67] determinaron que la cantidad mínima de orientaciones individuales necesarias para conseguir una descripción completa de la textura de un material depende fundamentalmente de la intensidad de ésta. Si bien para detectar todas las componentes de la textura del aluminio laminado sólo son necesarias 100 orientaciones, el nivel de intensidad de cada una de esas componentes no se satura hasta haber contabilizado 750 orientaciones. Si la textura de un material es extremadamente débil pueden llegar a ser necesarias hasta 2400. Los materiales utilizados en este trabajo de investigación poseen en general texturas de intensidad media, por lo que se utilizaron grupos de 500 orientaciones individuales para estudiar las muestras con textura más débil y grupos de 300 para estudiar las muestras con textura más acentuada. La comparación de los resultados con los obtenidos mediante difracción de rayos X permitió comprobar que el número de medidas considerado era suficiente.

El recorrido del haz elegido para este estudio se ha dibujado en la Fig.5 mediante una línea blanca. A medida que el haz barre la muestra a lo largo de esta trayectoria, se

van adquiriendo datos de orientaciones en posiciones *adyacentes*. Si se comparan dos orientaciones consecutivas es posible obtener información acerca de la *desorientación* que existe entre ellas o del carácter de la frontera de grano que las separa. La metodología utilizada permite, por tanto, realizar un análisis estadístico de la naturaleza de las fronteras de grano presentes en el material estudiado (mesotextura).

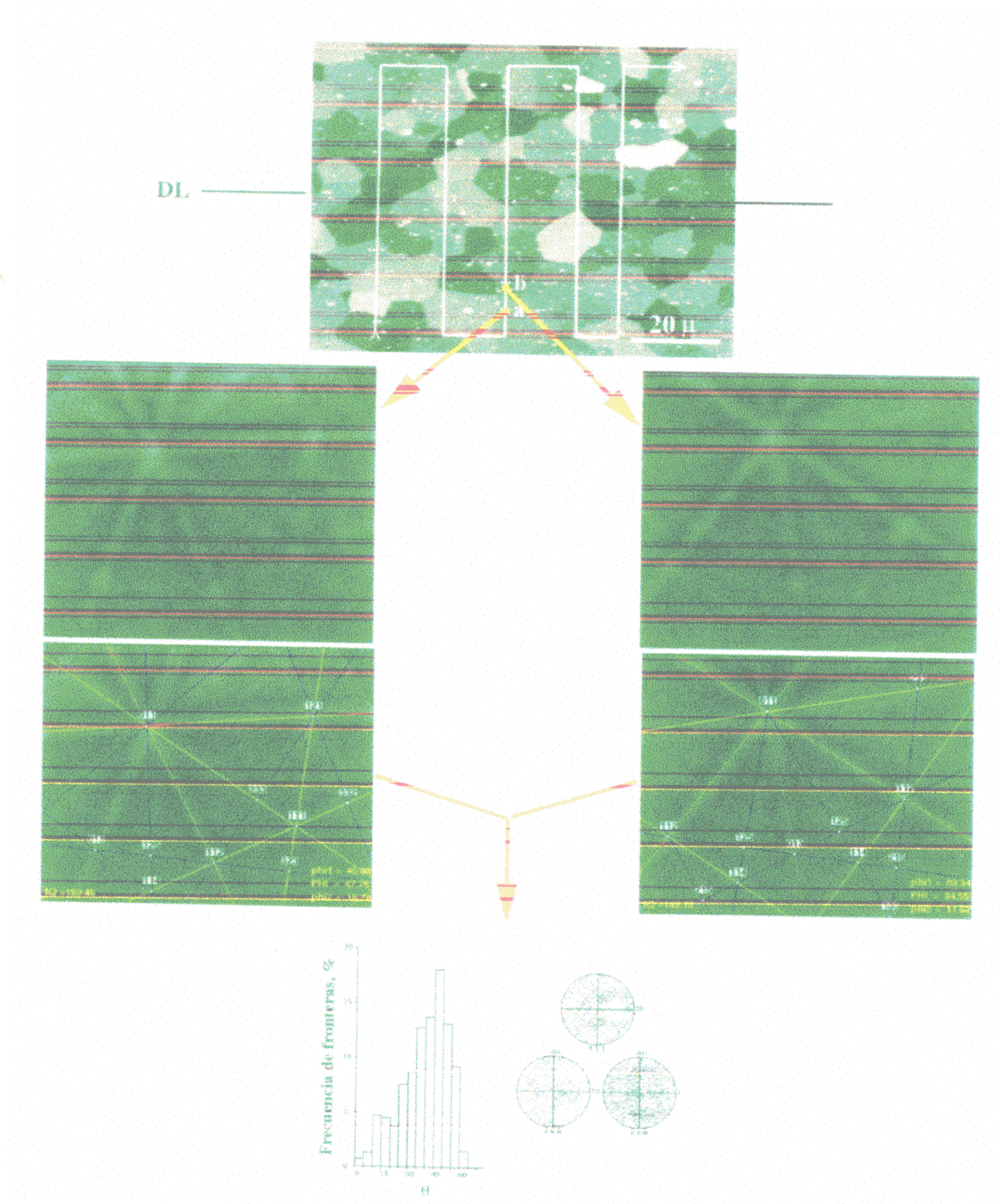


Fig.5 Metodología utilizada para la obtención de orientaciones que permite estudiar además el carácter de las fronteras de grano presentes en el material (mesotextura).

2.2.2.3 Preparación de las muestras

Una de las ventajas de la difracción de electrones retrodispersados (EBSD) es la sencilla preparación de las muestras en comparación otras técnicas con las que también se pueden medir orientaciones individuales, como la microscopía electrónica de transmisión (MET).

Debido a que la profundidad de penetración de los electrones retrodispersados es tan sólo unos 20 nm, la calidad de los diagramas de Kikuchi es muy sensible al estado de la superficie del material. El objetivo de la preparación de muestras es eliminar la deformación y la contaminación (impurezas, capa de óxido) superficiales.

En este trabajo en primer lugar se desbastaron las muestras con papeles de lija de carburo de silicio cada vez más finos (1000, 2400, 4000), con el fin de hacerlas planoparalelas. Para ello se utilizó una rueda desbastadora Struers Knuth-Rotor-3. A continuación se realizó un pulido mecánico con una suspensión de partículas de polvo de diamante (Metadi) de 6, 1 y 0,25 μm de diámetro en un paño Buehler Microtex. Después de cada etapa de pulido las muestras se aclararon y se secaron con aire caliente. Para eliminar la deformación superficial introducida durante las etapas de desbaste y pulido mecánico se realizó finalmente un pulido electrolítico utilizando una solución de ácido nítrico y metanol (20%-80%) a una temperatura de -22°C y con un voltaje de 7v. El tiempo de pulido osciló entre 20 s y 1 min..

Las muestras deben ser examinadas inmediatamente después de finalizar preparación o guardarse en vacío para que la superficie no vuelva a oxidarse.

2.2.3 Cálculo de la fracción de volumen de material asociada a cada componente de la textura (F_v)

Una de las ventajas de la FDO es que a partir de ella es posible estimar la fracción de volumen de cristales asociada a cada una de las componentes de la textura. Se han descrito en la literatura varios métodos para calcular F_v [158]. En este trabajo se ha utilizado un método numérico de integración de los datos de intensidad de la FDO [159], obtenidos a intervalos de 5° en ϕ_1 , Φ y ϕ_2 , que consta de los siguientes pasos:

a) Cálculo de la Fv de cristales asociados a cada elemento de volumen en el espacio de Euler.

El elemento de volumen alrededor de una orientación g en el espacio de Euler (ΔV_g) se escribe así:

$$\Delta V_g = \left(\frac{4}{\pi^2} \right) 2 \Delta\varphi_1 \Delta\varphi_2 [\cos(\Phi - \Delta\Phi) - \cos(\Phi + \Delta\Phi)], \quad (12)$$

donde $\Delta\varphi_1 = \Delta\Phi = \Delta\varphi_2 = 2.5^\circ$, y $\left(\frac{4}{\pi^2} \right)$ es un factor de normalización.

Suponiendo que la FDO es constante en cada elemento de volumen del espacio de Euler, $I(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = \text{cte.}$, el elemento de fracción de volumen de cristales se puede escribir como:

$$\Delta f_g = I(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) \cdot \Delta V_g, \quad (13)$$

donde $I(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ para una distribución de cristales al azar es igual a 1 en todo el espacio de Euler.

b) Cálculo de la Fv correspondiente a una componente de la textura.

Fv se obtiene mediante la integración numérica de todos los elementos de fracción de volumen asociados con una componente de la textura:

$$Fv = \sum \Delta f_g \quad (14)$$

Es necesario establecer un criterio para definir los límites de integración. En este trabajo se ha considerado que los elementos de fracción de volumen alrededor de una orientación concreta pertenecen a la misma componente hasta que su valor sea inferior a un cierto valor umbral. Aplicando este criterio se han llegado a considerar pertenecientes a la misma componente de la textura orientaciones separadas 15° de una orientación ideal. Si los dominios de integración de dos componentes solapan, la línea divisoria entre ambos se traza por los elementos de fracción de volumen de menor valor entre ambos máximos. Los cálculos fueron realizados en una hoja de cálculo disponible para ordenadores personales.

2.2.4 Microscopía electrónica de barrido (MEB)

Esta técnica se utilizó con el fin de obtener información sobre el tamaño y la morfología del grano y sobre el tamaño y la distribución de las partículas intermetálicas de segunda fase. La estructura de granos fue revelada mediante contraste cristalográfico en el modo de electrones retrodispersados, utilizando un voltaje de 8 Kv y una distancia de trabajo de 9 mm. Las partículas de segunda fase, generalmente formadas por elementos de mayor masa atómica que la matriz, pudieron ser observadas tanto mediante electrones secundarios como retrodispersados.

2.2.4.1 Preparación de las muestras

La señal de electrones retrodispersados proviene de los electrones que han sido difractados por las primeras capa atómicas, sin apenas pérdida de energía. Para obtener esta señal la superficie de la muestra debe estar “limpia”, es decir, sin impurezas y libre de dislocaciones. Esto se consigue mediante una preparación metalográfica que consta de las etapas de desbaste, pulido mecánico y pulido electrolítico, tal y como se explica en el apartado “microtexturas: preparación de muestras”.

2.2.5 Microscopía electrónica de transmisión (MET)

Esta técnica se utilizó para estudiar la presencia de dislocaciones presentes en las aleaciones estudiadas. Además la MET se utilizó como técnica complementaria de la difracción de rayos x en el proceso de determinación de los parámetros de red de la segunda fase de la aleación Al-5%Ca-5%Zn.

2.2.5.1 Preparación de las muestras

Es un proceso laborioso que consta de las siguientes etapas: a) adelgazamiento mecánico mediante lijas cada vez más finas (240, 400, 600, 1200, 1600) hasta un espesor de 500 μm , b) adelgazamiento químico con el reactivo Keller (0.5 ml HF, 1.5 ml HCl, 2.5 ml HNO₃ y 95 ml H₂O) hasta un espesor de 150 μm , c) corte de las muestras en discos de 3 mm de diámetro y d) adelgazamiento final hasta conseguir una superficie transparente a

los electrones. En esta última etapa se utilizó una pulidora electrolítica de doble chorro Struers TENUPOP trabajando a -30°C y 18 v. El electrolito usado fue Nitol (20% HNO_3 y 80% CH_3OH).

2.3 Ensayos de tracción

Se realizaron ensayos de tracción con el fin de estudiar tanto las propiedades mecánicas (alargamiento a rotura y tensión máxima) como la evolución microestructural (textura, tamaño de grano, tamaño de partícula, distribución de las partículas) de las aleaciones durante la deformación en las direcciones longitudinal y transversal. Para ello se mecanizaron probetas planas, como la de la Fig.5, con el eje de tracción paralelo a DL y a DT, respectivamente.

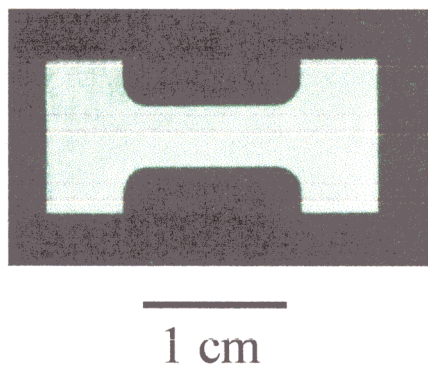


Fig.5 Probeta de tracción.

Se utilizó la máquina SERVOSIS representada en la Fig.6. Esta máquina lleva acoplado, mediante un brazo móvil, un horno de radiación que permite alcanzar y estabilizar temperaturas de hasta 550° en un tiempo de 15 min. o inferior. Todos los ensayos se llevaron a cabo a temperatura constante. Los ensayos se realizaron a velocidad de deformación real constante, con el fin de obtener información acerca de las propiedades mecánicas *reales*, considerando el hecho de que las dimensiones de la probeta cambian continuamente durante la deformación.

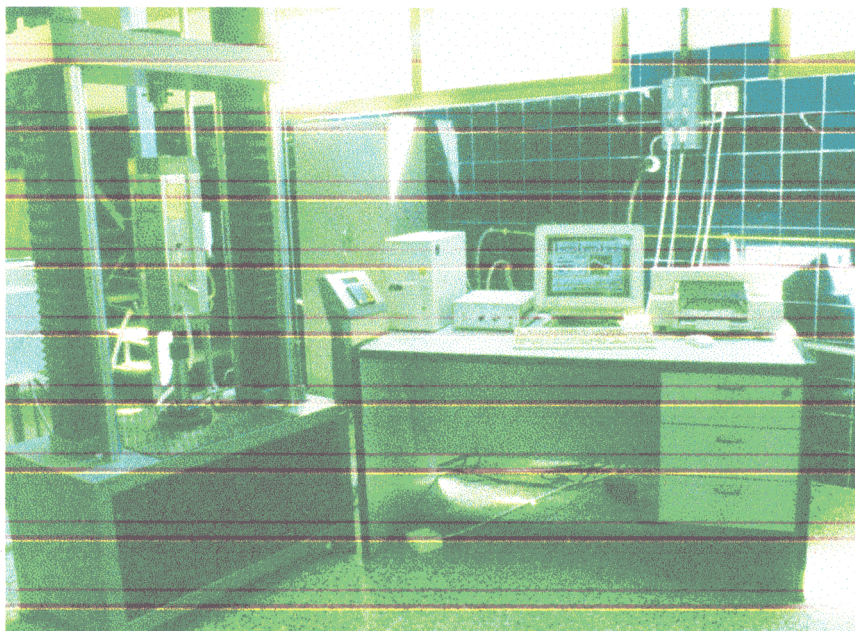


Fig.6 Máquina de tracción provista de un horno de radiación que permite realizar ensayos a temperatura elevada.

Capítulo 3

AL-5%CA-5%ZN

3.1 Resultados

3.1.1 Material de partida

Este material tenía originalmente una estructura laminar característica de la solidificación eutéctica. Después del procesado termomecánico, que consistió en sucesivas laminaciones en caliente y en frío, se obtuvo la microestructura que se muestra en la Fig.1. La estructura laminar original se rompe, dando lugar a la aparición de partículas de segunda fase, Al_3CaZn , cuyo tamaño oscila entre las $0,2 \mu m$ y las $8 \mu m$. Las partículas, especialmente aquéllas de mayor tamaño, están alargadas en la dirección de laminación, que coincide con la horizontal en la micrografía. No fue posible revelar la estructura de la matriz del material de partida por contraste cristalográfico.

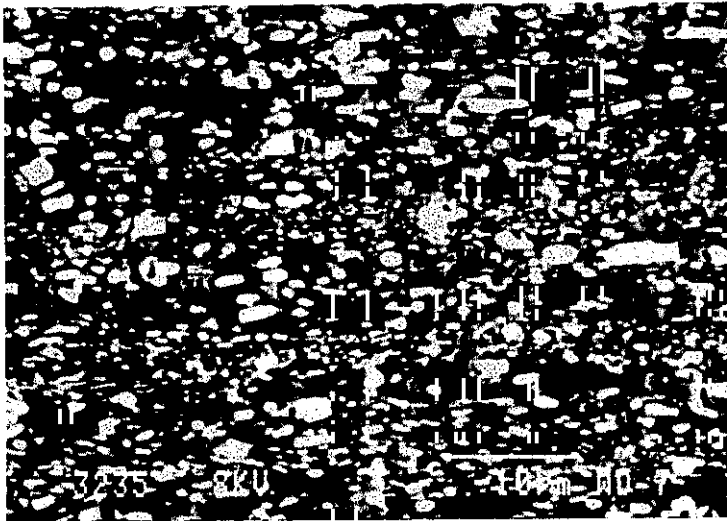


Fig.1 Microestructura del material de partida.

La textura de la aleación Al-5%Ca-5%Zn en el estado de partida es ligeramente inhomogénea a lo largo del espesor de la chapa laminada. En la Fig.2 se muestran las figuras de polos (111) correspondientes a las zonas externas, que llamaremos “zonas I” y

a la zona interna (aproximadamente un tercio del espesor total), que llamaremos “zona II”. Se puede observar que ambas figuras de polos son muy similares.

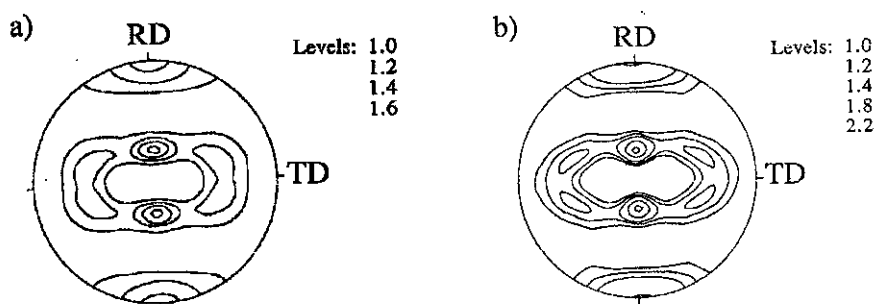


Fig.2 Figuras directas de polos (111) correspondientes a las zonas I (a) y II (b) del material de partida.

Un análisis más detallado de la textura mediante la FDO, sin embargo, permite distinguir las componentes más importantes de la textura, que son ligeramente diferentes en ambas zonas. Debido a la simetría ortorrómbica de la chapa laminada, existen varias variantes simétricas de la misma componente de la textura, situadas en distintos puntos del espacio de Euler. En la Fig.3 se han representado las secciones $\phi_1=90^\circ$ de las FDOs correspondientes a las zonas I y II, donde está situada al menos una de las variantes de cada una de las componentes de la textura. En la zona I la componente principal es la orientación $\{113\}\langle 332\rangle$ y existen además dos componentes secundarias, $\{011\}\langle 100\rangle$ (G) y $\{013\}\langle 310\rangle$. En la zona II (interior de la chapa) la componente principal es la orientación $\{225\}\langle 554\rangle$, muy próxima a la $\{113\}\langle 332\rangle$. Ambas orientaciones principales son “tipo cobre” o “tipo C”, porque están muy próximas a la componente de cobre, $\{112\}\langle 111\rangle$. Las componentes secundarias de la zona II son las orientaciones $\{011\}\langle 100\rangle$ (G), que también estaba presente en la zona I y $\{014\}\langle 410\rangle$.

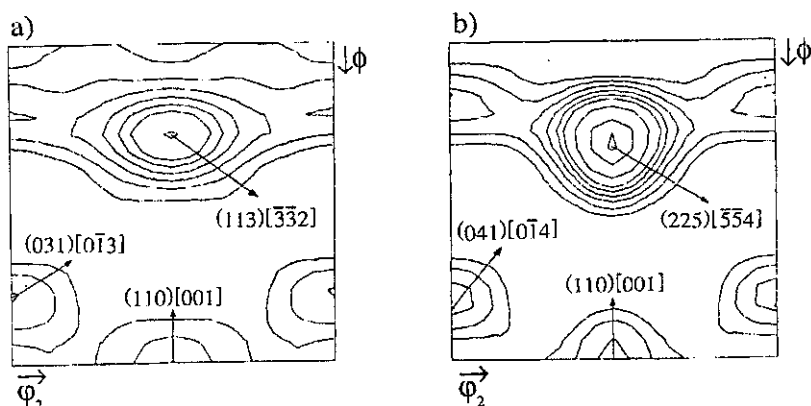


Fig. 3 Sección $\varphi_1=90^\circ$ de la FDO correspondiente a las zonas I (a) y II (b) del material de partida.

En la Tabla I se han resumido los ángulos de Euler correspondientes a las variantes de las componentes de la componente principal y las secundarias situadas en la sección de la FDO $\varphi_1=90^\circ$.

Zona	Componente	φ_1 (°)	Φ (°)	φ_2 (°)
I	(113)[$\bar{3}$ $\bar{3}2$]	90	25	45
	(011) [100]	90	90	45
	(031) [0 $\bar{1}3$]	90	70	0
II	(225) [$\bar{5}$ $\bar{5}4$]	90	30	45
	(110) [001]	90	90	45
	(041) [0 $\bar{1}4$]	90	75	0

Tabla I. Ángulos de Euler correspondientes a las componentes presentes en las zonas I y II del material de partida.

La fracción de volumen de material orientado según las componentes principales de la textura, en las zonas I y II, es aproximadamente un 17%. Por tanto, se puede considerar que la textura del material de partida es débil. La fracción de volumen correspondiente a las componentes secundarias es aproximadamente un 1%. El resto de los (sub)granos cristalinos están orientados al azar. Este trabajo de investigación se basará en el análisis en la evolución de las componentes principales de la textura.

En la Fig.4 se muestran dos triángulos estereográficos inversos en los cuales se ha dibujado la posición de las direcciones longitudinal y transversal correspondientes a las componentes principales de las zonas I y II del material. En ambos casos la dirección longitudinal está situada en la frontera [011]-[111] del triángulo estereográfico, a 10° del polo $\langle 111 \rangle$ en la zona I y a 5° en la zona II. La dirección transversal es la dirección $\langle 011 \rangle$, en las dos zonas.

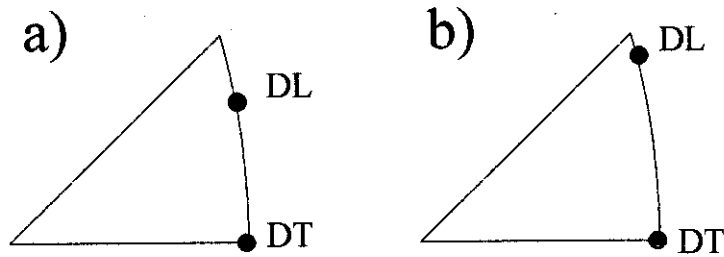


Fig.4 Figuras inversas de polos (111) en las que se han representado la direcciones longitudinal (DL) y transversal (DT) de cristales orientados según la componente principal (a) en la zona I (exterior) y (b) en la zona II (interior) del material de partida.

La naturaleza de las fronteras de grano de la matriz del material de partida se ha representado en la Fig.5. Este histograma se obtuvo tomando 300 orientaciones individuales, generalmente espaciadas entre sí unas $0.5 \mu\text{m}$. Se puede observar que existen fronteras con todas las desorientaciones posibles, siendo las más frecuentes aquéllas con un ángulo de desorientación comprendido entre los 45° y los 50° . Esta distribución es muy similar a la predicha por MacKenzie para una distribución de cubos al azar.

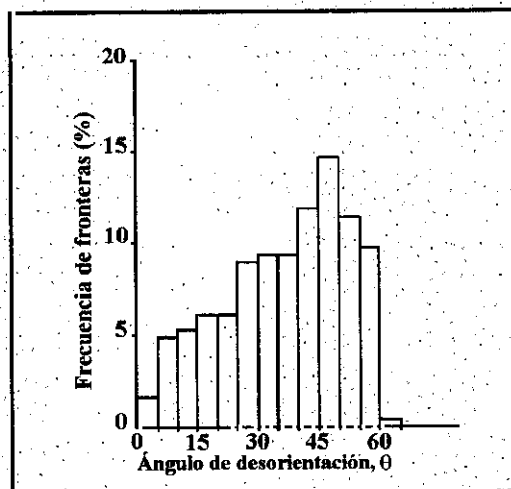


Fig.5 Histograma de desorientación correspondiente a la zona II de la aleación Al-5%Ca-5%Zn de partida.

Se ha encontrado que la estructura cristalina de la segunda fase Al_3CaZn es tetragonal centrada (bct) con parámetros de red $a=b=4.22 \text{ \AA}$ y $c=11.31 \text{ \AA}$. Para la determinación de los parámetros de red se han utilizado técnicas de difracción de rayos x y difracción de electrones.

Para calcular la textura de la segunda fase se utilizaron los siguientes planos cristalinos: (110), (112), (114), (105), (006) y (204). En la Fig.6 se muestra la función de distribución de orientaciones correspondiente al material de partida. Se puede observar que las zonas de mayor intensidad se encuentran dentro de una banda situada en $\Phi=0^\circ$. Se trata aproximadamente de una textura de fibra $\langle 001 \rangle$. Así pues, las partículas de segunda fase están orientadas preferentemente de forma que el eje c está alineado con la dirección normal de laminación. Un análisis más detallado de la Fig.6 permite afirmar que la intensidad de la textura no es uniforme en toda la fibra y se observan ciertos máximos, poco pronunciados, para determinados valores de φ_1 y φ_2 . Es decir, el material no posee una simetría cilíndrica perfecta alrededor del eje z, sino que existen unas posiciones preferentes para los ejes x e y. La fracción de volumen de segunda fase orientada según la fibra $\langle 001 \rangle$ es aproximadamente 28%.

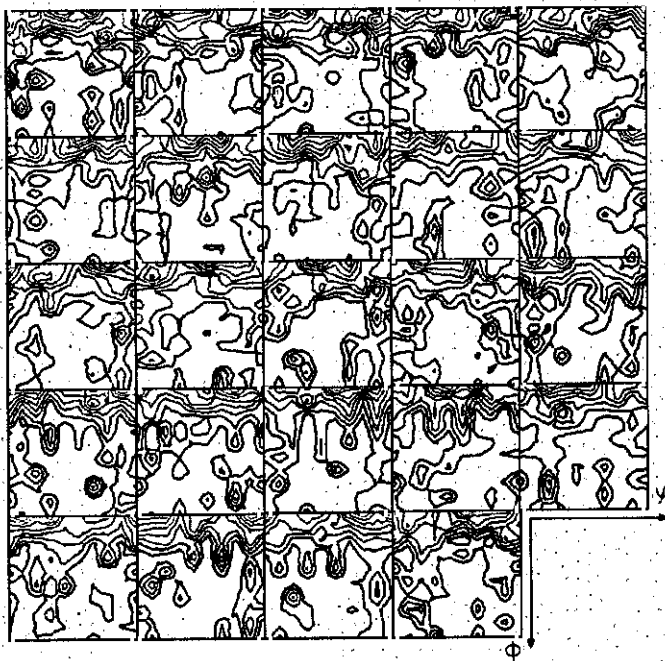
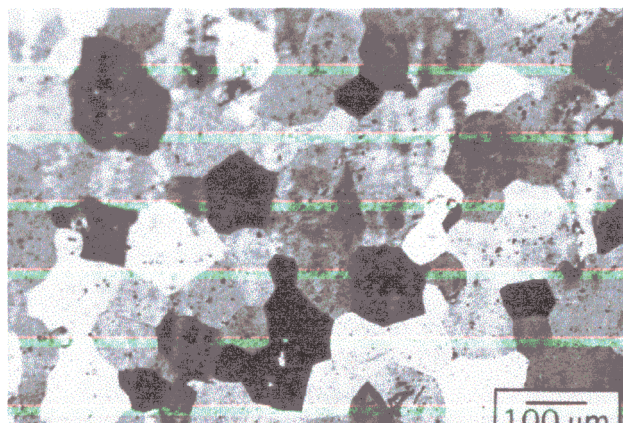


Fig.6 FDO correspondiente a la segunda fase del material de partida. Se trata de una textura de fibra $\langle 001 \rangle$, es decir, los cristales se orientan preferentemente con eje c paralelo a la dirección normal de laminación.

3.1.2 Recristalización estática

La evolución de la microestructura durante tratamientos térmicos estáticos a 520°C está representada en la Fig.7. Se ha escogido esta temperatura porque está dentro del rango de temperaturas a las cuales el Al-5%Ca-5%Zn presenta un comportamiento superplástico. Incluso después de un tratamiento de una duración muy corta (7 minutos), Fig.7a, ya se observan cambios apreciables en la microestructura. Es posible revelar por contraste cristalográfico la estructura de la matriz, formada por una estructura de (sub)granos de tamaños que oscilan entre las $2\ \mu\text{m}$ y las $5\ \mu\text{m}$. Si se comparan la Fig. 7a y la Fig.1 se aprecia que las partículas de segunda fase se han esferoidizado y han aumentado de tamaño después del tratamiento térmico. Este fenómeno se observa con claridad después de un tratamiento de 6h de duración (Fig.7b). El diámetro medio de las partículas de segunda fase es entonces aproximadamente unas $5\ \mu\text{m}$. Simultáneamente, tiene lugar un aumento del tamaño de (sub)grano de la matriz. Finalmente, después de un tratamiento muy severo, de 90 h. de duración Fig. 7c, las partículas alcanzan un tamaño medio de $10\ \mu\text{m}$.

El crecimiento de los (sub)granos de la matriz está controlado por la presencia de las partículas de la segunda fase. Si se produce un sobrecalentamiento local en alguna zona del material, las partículas se disuelven y los (sub)granos crecen desmesuradamente, como se observa en la Fig.8, obtenida también después de un tratamiento térmico a 520°C durante 90h. La forma de los (sub)granos es más equiaxial



después de tratamientos térmicos severos.

Fig.8 Micrografía óptica mostrando la microestructura de la aleación Al-5%Ca-5%Zn recocida a 520°C/90 h. Crecimiento desmesurado del grano debido a un sobrecalentamiento local.

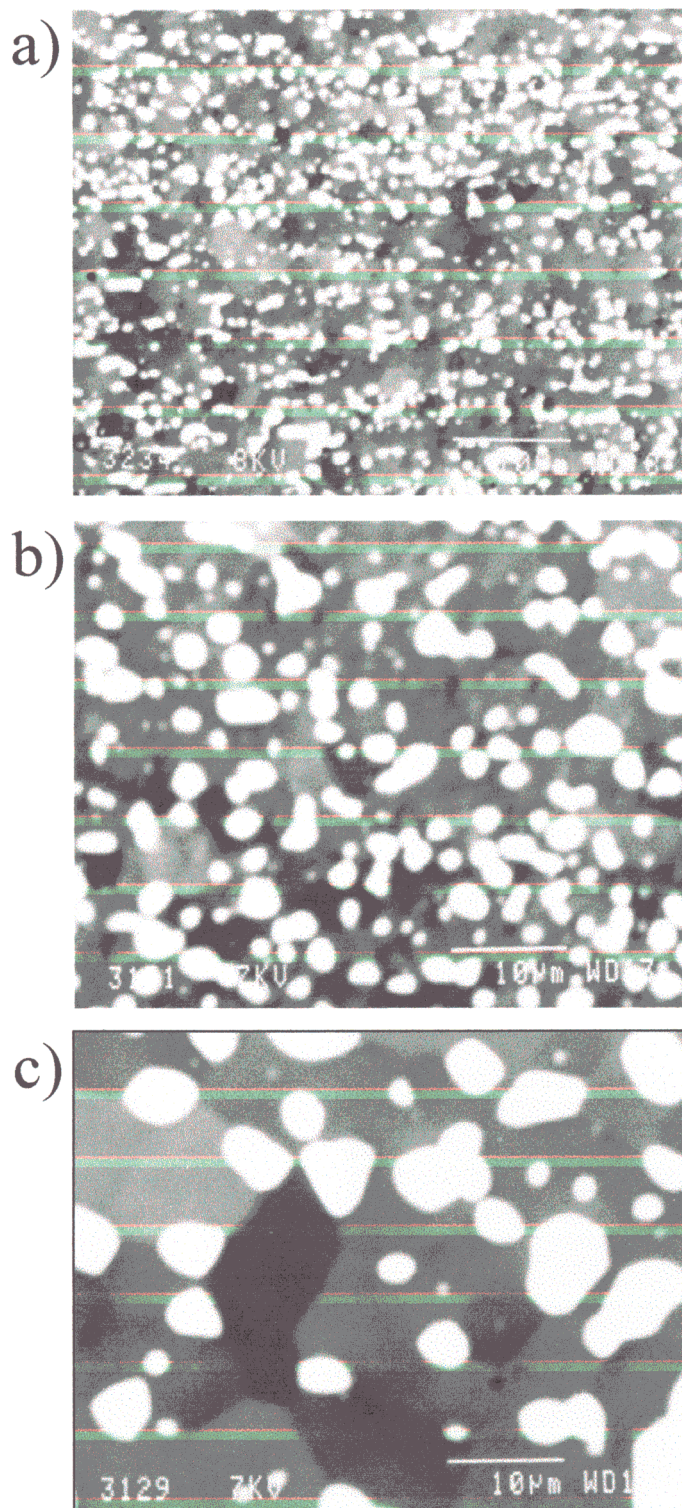


Fig.7 Evolución de la microestructura de la aleación Al-5%Ca-5%Zn después de tratamientos térmicos a 520°C durante (a) 7 min., (b) 6h y (c) 90h.

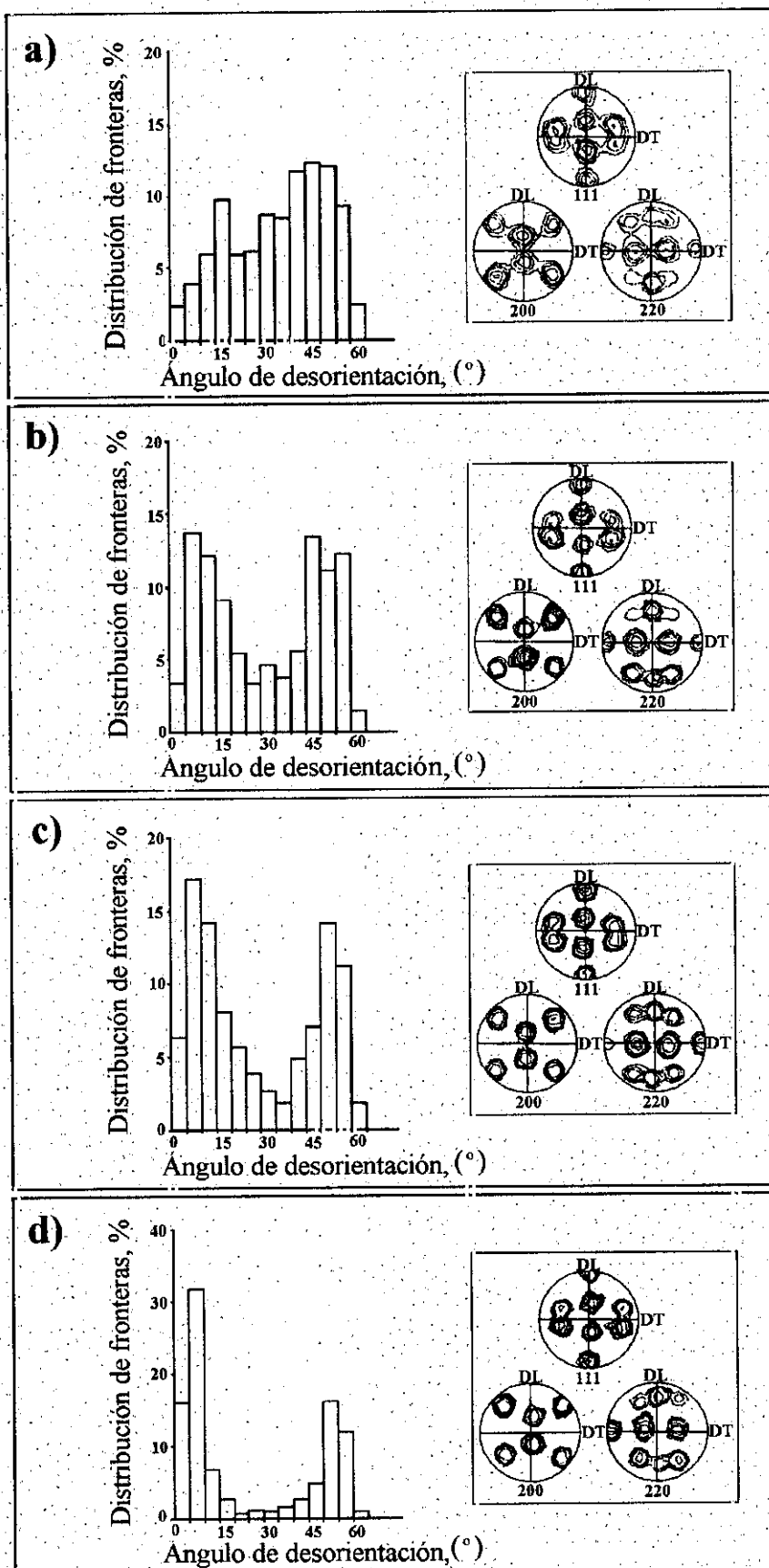
Las componentes principales de la textura de partida se retienen durante tratamientos térmicos estáticos de cualquier duración. En la Fig.9 se muestra la sección $\varphi_1=90^\circ$ de la FDO correspondiente a las zonas I y II del Al-5%Ca-5%Zn recocido a 520°C durante 4h. Se puede observar que las componentes principales siguen siendo las orientaciones $\{113\} \langle 332 \rangle$ (zona I) y la $\{225\} \langle 554 \rangle$ (zona II). Es apreciable en la Fig.9 que la intensidad de los máximos aumenta después de tratamientos térmicos. Esto se refleja en un aumento de la fracción de volumen de material asociada a las componentes principales.

La fracción de volumen asociada a la componente principal aumenta con la severidad del tratamiento térmico.

La evolución de la micro y mesotextura del Al-5%Ca-5%Zn con tratamientos térmicos a 520°C de 7 min, 6h, 24h y 90h de duración se ha representado en la Fig.10 mediante figuras de polos (111), (110) y (001) e histogramas de desorientación. Los datos que se muestran corresponden a la zona I (exterior) del material. Se consideran representativos de los cambios microestructurales de todo el material, ya que las medidas de macrotextura indican que las zonas I y II evolucionan de forma similar con los tratamientos térmicos. (En ambas zonas no hay cambios en la componente principal y se produce un aumento similar de la fracción de volumen después de tratamientos térmicos severos).

Las medidas de microtextura son consistentes con las de macrotextura. Después de tratamientos térmicos las componentes de la textura no cambian pero la textura está mejor definida. Los máximos de intensidad se hacen más “agudos”, indicando que las orientaciones reales tienden a concentrarse progresivamente en torno a las orientaciones ideales presentes ya en el material de partida. Después de un tratamiento de 7 min a 520°C (Fig.10a) apenas se aprecian cambios en el histograma de desorientación si se compara con el correspondiente al material de partida (Fig.1). Sin embargo, recocidos algo más severos resultan en cambios importantes en el histograma de desorientación. Después de un tratamiento de 6h, la distribución de fronteras de grano adopta un carácter bimodal (Fig.10b). Esto indica que predominan sobretodo dos clases de fronteras: las que poseen una desorientación de 5° a 15° (fronteras de ángulo intermedio o de desorientación intermedia) y las que poseen una desorientación de aproximadamente 50°-55° (fronteras de ángulo alto). El carácter bimodal de la distribución de fronteras de grano se acentúa con la severidad de los tratamientos térmicos (Figs.10c,d). La altura del pico correspondiente a fronteras de desorientación intermedia aumenta también con la duración del tratamiento térmico. Sin embargo, la altura del pico correspondiente a fronteras de ángulo alto permanece constante y es prácticamente igual que la del material de partida.

Fig.10 (Página siguiente) Evolución de la microtextura de la aleación Al-5%Ca-5%Zn después de tratamientos térmicos a 520°C durante (a) 7 min., (b) 6h, (c) 24 h y (d) 90h.



En la Fig.11 se representa la evolución de la textura de la segunda fase, Al_3CaZn , con tratamientos térmicos estáticos a 520°C durante 24 h (Fig.11a) y 90 h (Fig.11b). La textura de fibra (100) se acentúa a medida que aumenta la severidad del tratamiento. Las componentes alejadas de la fibra tienden a desaparecer y la intensidad de la textura se hace progresivamente más homogénea a lo largo de la fibra (los contornos de intensidad en la sección $\varphi_1=0^\circ$ son cada vez más paralelos al eje $\Phi=0^\circ$).

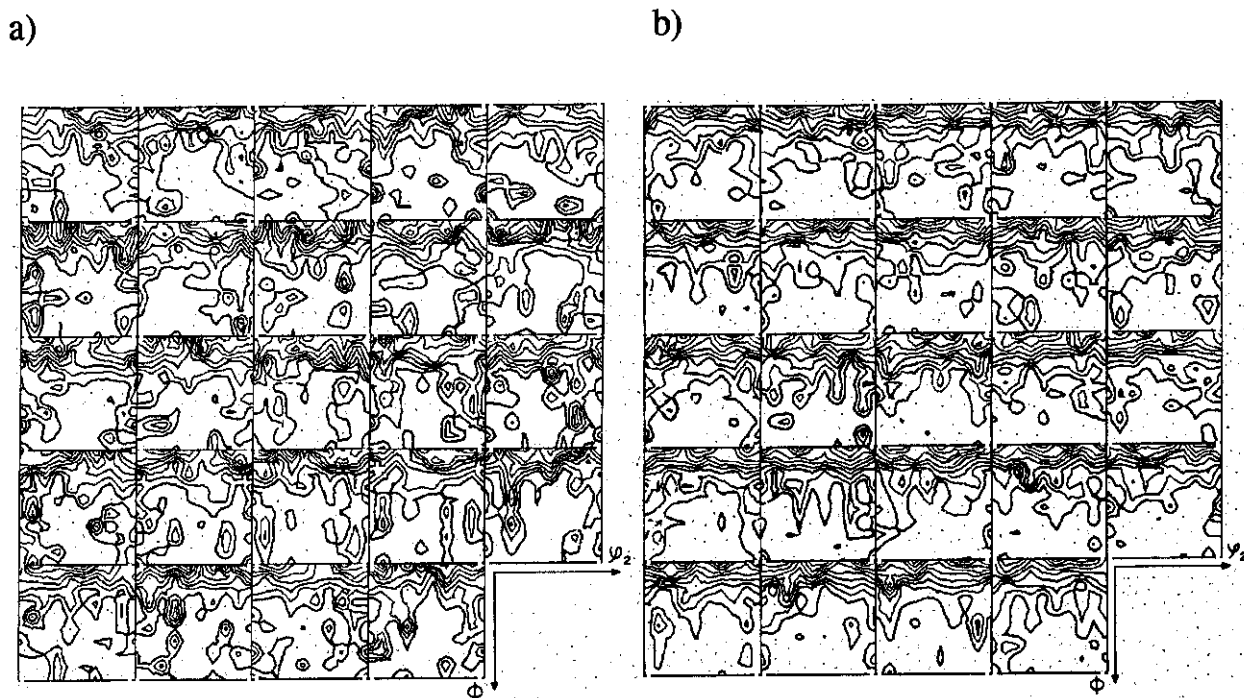


Fig. 11 Evolución de la textura de la segunda fase con tratamientos térmicos a 520°C de (a) 24 h y (b) 90 h de duración.

La fracción de volumen de segunda fase orientada según la fibra (100) aumenta con la severidad del tratamiento térmico. Después de un tratamiento de 24 h la fracción de volumen es de % y después de un tratamiento de 90 h es de %.

3.1.3 Deformación

En la Fig. 12 se han dibujado las curvas tensión verdadera vs. deformación verdadera correspondientes a ensayos realizados a 10^{-2} s^{-1} (Fig. 12a) y a 10^{-1} s^{-1} (Fig. 12b) en el intervalo de temperaturas (100°C - 550°C). El comportamiento mecánico del material es muy similar cuando se ensaya en las direcciones longitudinal y transversal, por lo que sólo se han representado las curvas correspondientes a los ensayos transversales. La tensión se representa en escala logarítmica para facilitar la comparación entre las curvas correspondientes a las distintas temperaturas. Se puede observar que el comportamiento en tracción depende fuertemente de las condiciones de ensayo. El alargamiento a rotura aumenta y la tensión de flujo disminuye con la temperatura de ensayo. Los valores del alargamiento a rotura y la tensión de flujo se han recogido en la Tabla II.

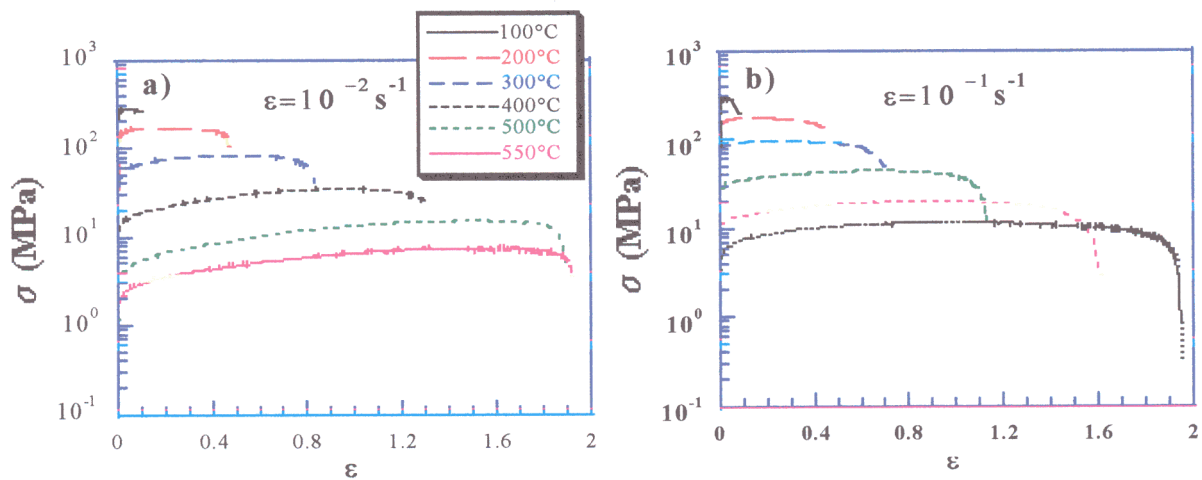


Fig. 12 Curvas tensión vs. deformación correspondientes a ensayos realizados a 10^{-2} s^{-1} (Fig. 12a) y a 10^{-1} s^{-1} (Fig. 12b) en el intervalo de temperaturas (100°C - 550°C).

ε (%)	σ (MPa)	100°C		200°C		300°C		400°C		500°C		550°C	
		0,1	285	0,5	200	0,82	85	1,3	30	1,85	15	1,9	5
10^{-2} s^{-1}													
10^{-1} s^{-1}		0,1	300	0,42	200	0,7	100	1,1	45	1,6	22	1,95	13

Tabla II. Alargamiento a tracción y tensión de flujo correspondientes a ensayos realizados en distintas condiciones de velocidad de deformación y temperatura.

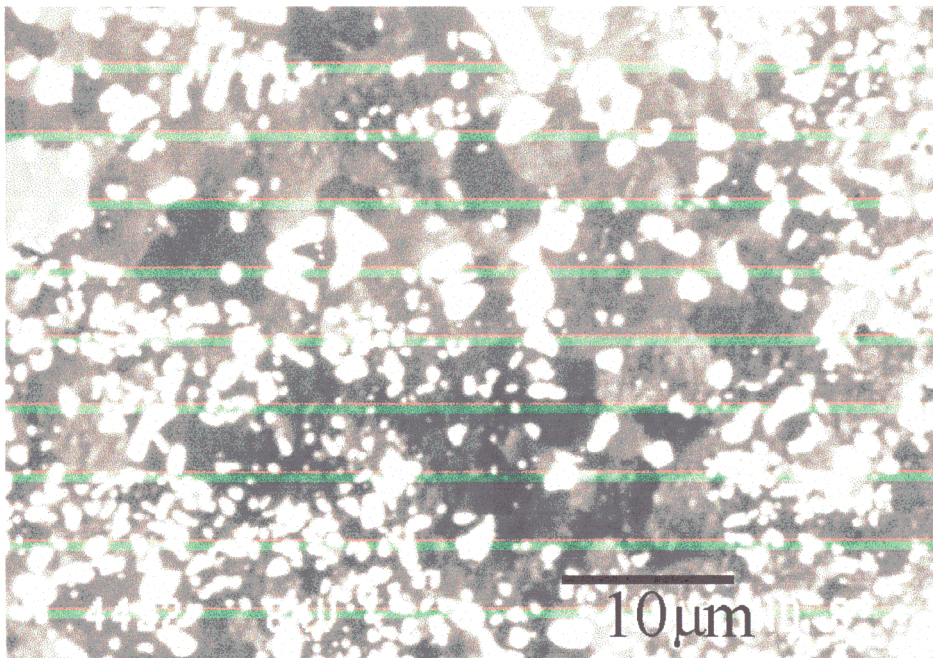
Por ejemplo, a 300°C y 10^{-2} s^{-1} los valores del alargamiento a rotura y la tensión de flujo son, respectivamente, 0,83 (129%) y 83 MPa, mientras que a 550°C y la misma velocidad de deformación, el alargamiento a rotura y la tensión de flujo son 1,84 (560%) y 2 MPa, respectivamente. El mayor alargamiento a rotura se alcanza curiosamente a 10^{-1} s^{-1} , la velocidad más alta. Estas diferencias en el comportamiento en tracción se reflejan también en la sensibilidad a la velocidad de deformación, m , cuyos valores, medidos a 10^{-2} s^{-1} , se muestran en la Tabla III.

T(°C)	200	300	400	500	550
m	0,1	0,16-0,2	0,25	0,5	0,5

Tabla III. Sensibilidad a la velocidad de deformación, m , medida a 10^{-2} s^{-1} a distintas temperaturas de ensayo.

La Fig. 13 son dos micrográficas obtenidas mediante microscopía de barrido en las que se muestra la microestructura del material deformado a 400°C/ 10^{-2} s^{-1} (Fig. 13a) y a 550°C/ 10^{-2} s^{-1} (Fig. 13b) en la dirección transversal. La dirección de tracción en las micrográficas coincide con la horizontal. La forma de los granos en ambos casos es equiaxial a pesar de la elevada deformación que experimenta el material en esas condiciones (280% a 400°C y 560% a 550°C). El tamaño de (sub)grano es mayor en el material deformado a más alta temperatura, pero en ambos casos es inferior a 10 μm . Las partículas de segunda fase son de mayor tamaño también en el material deformado a 550°C y están más separadas unas de otras. La forma de las partículas de segunda fase es aproximadamente esférica, pero los contornos están peor definidos en el material deformado que en el material recocido.

a)



b)

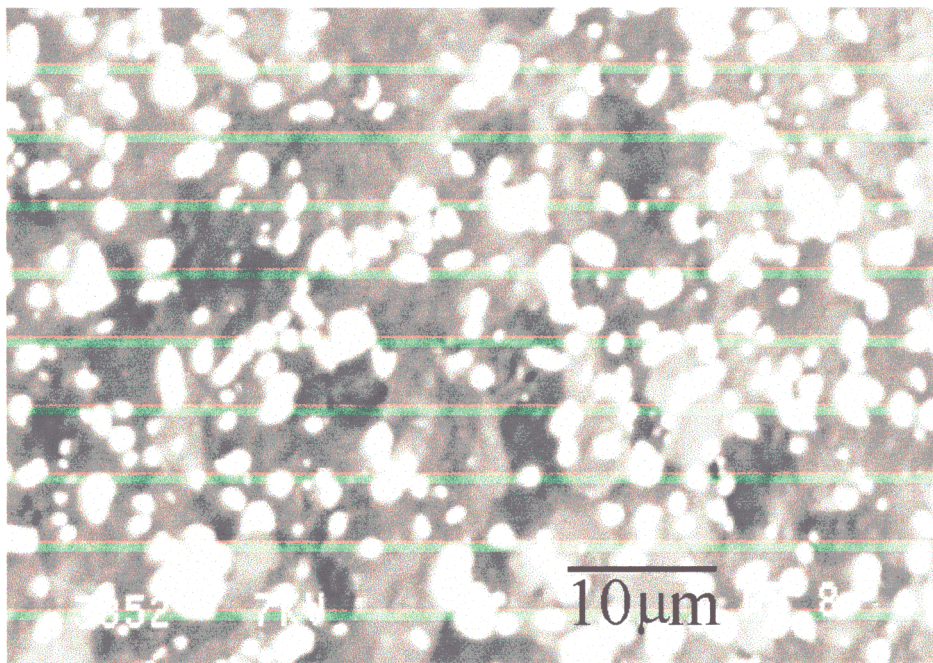


Fig. 13 Microestructura de la aleación Al-5%Ca-5%Zn deformado a $400^{\circ}\text{C}/10^{-2} \text{ s}^{-1}$ (a) y a $550^{\circ}\text{C}/10^{-2} \text{ s}^{-1}$ (b).

En la Fig. 14 se muestran tres micrografías de transmisión de la microestructura de la aleación Al-5%Ca-5%Zn deformada a 500°C y 10^{-2} s^{-1} . En todas ellas se observa la presencia de partículas redondeadas (que aparecen más oscuras) en el interior de los (sub)granos y en las fronteras. Otra característica común en las tres micrografías es la presencia de dislocaciones en el interior de los (sub)granos cristalinos. La distribución de dislocaciones no es uniforme, habiendo (sub)granos con una elevada densidad de dislocaciones (Fig. 14a) y otros prácticamente libres de ellas (Fig. 14b). En la Fig. 14c se observan líneas de deslizamiento que evidencian el movimiento de dislocaciones durante la deformación. Las partículas de segunda fase anclan las dislocaciones, dificultando así su movimiento.

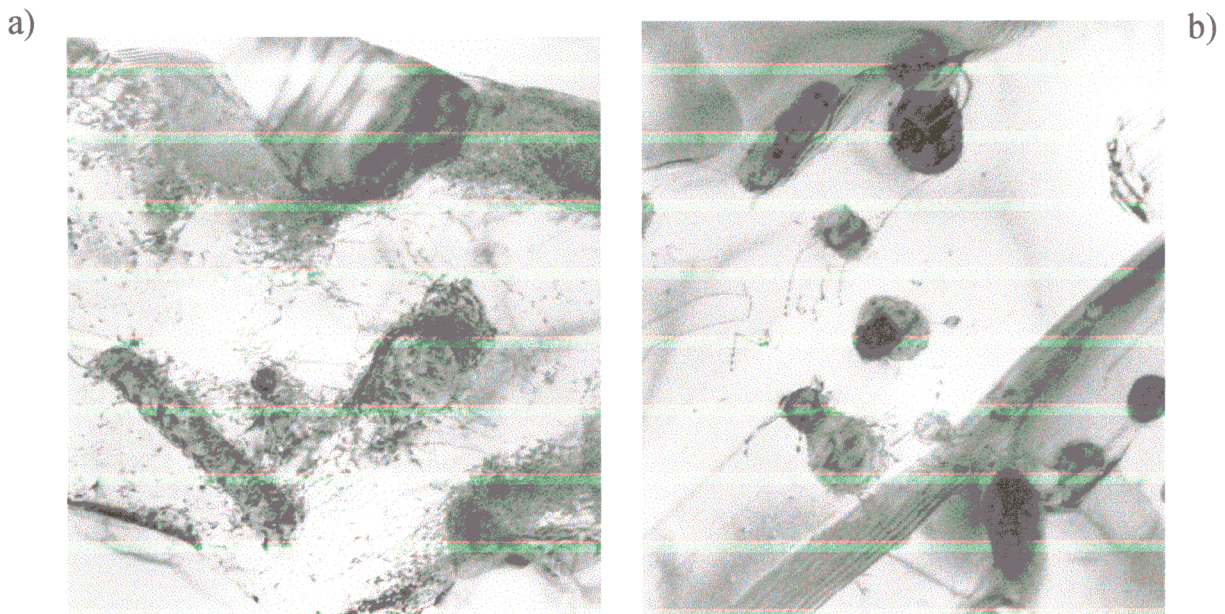


Fig. 14 Micrografías de transmisión que muestran la presencia de dislocaciones en la microestructura de la aleación Al-5%Ca-5%Zn deformada en condiciones superplásticas (500°C y 10^{-2} s^{-1}). La distribución de éstas no es uniforme: existen zonas del material con una elevada cantidad de dislocaciones (a) y otras prácticamente libres de ellas (b). La presencia de líneas de deslizamiento (señaladas con una flecha negra) (c) (página siguiente) refleja la activación del mecanismo de deslizamiento cristalográfico.

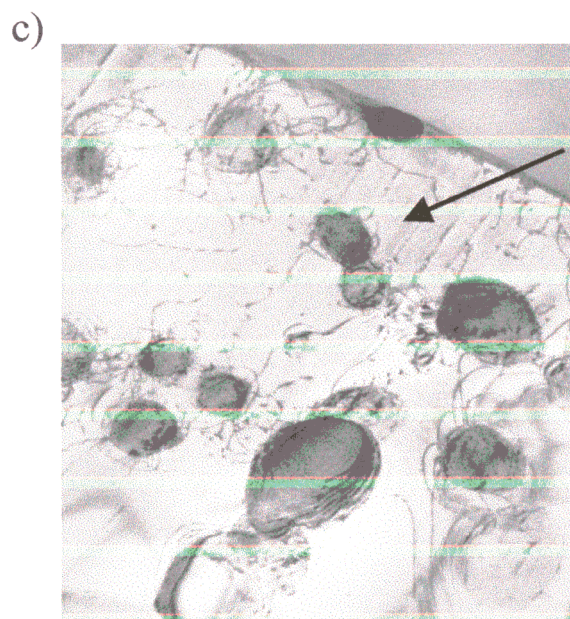


Fig. 14 (Página anterior)

La evolución de la textura durante la deformación de la aleación superplástica Al-5%Ca-5%Zn a $400^{\circ}\text{C}/10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y a $550^{\circ}\text{C}/10^{-2} \text{ s}^{-1}$ en las direcciones longitudinal y transversal se ha representado en la Fig.15 mediante figuras de polos directas (111). Ambas condiciones son interesantes: a 400°C el alargamiento a rotura es 280% (deformación superplástica) y sin embargo la sensibilidad a la velocidad de deformación es 0.25; a 550°C se obtiene un alargamiento a rotura muy elevado (560%). Se han representado las texturas correspondientes a las zonas I y II. Al lado de cada figura de polos se halla un triángulo estereográfico inverso, en el cual se ha dibujado la posición del eje de tracción (la dirección de laminación en los ensayos longitudinales y la dirección transversal en los ensayos transversales). El ligero gradiente de textura presente en la aleación de partida se acentúa drásticamente durante la deformación. La componente principal de la textura en la zona I (exterior) del material de partida, $\{113\}\langle 332\rangle$, no cambia durante la deformación. Sin embargo, en la zona II se producen cambios importantes en la componente principal.

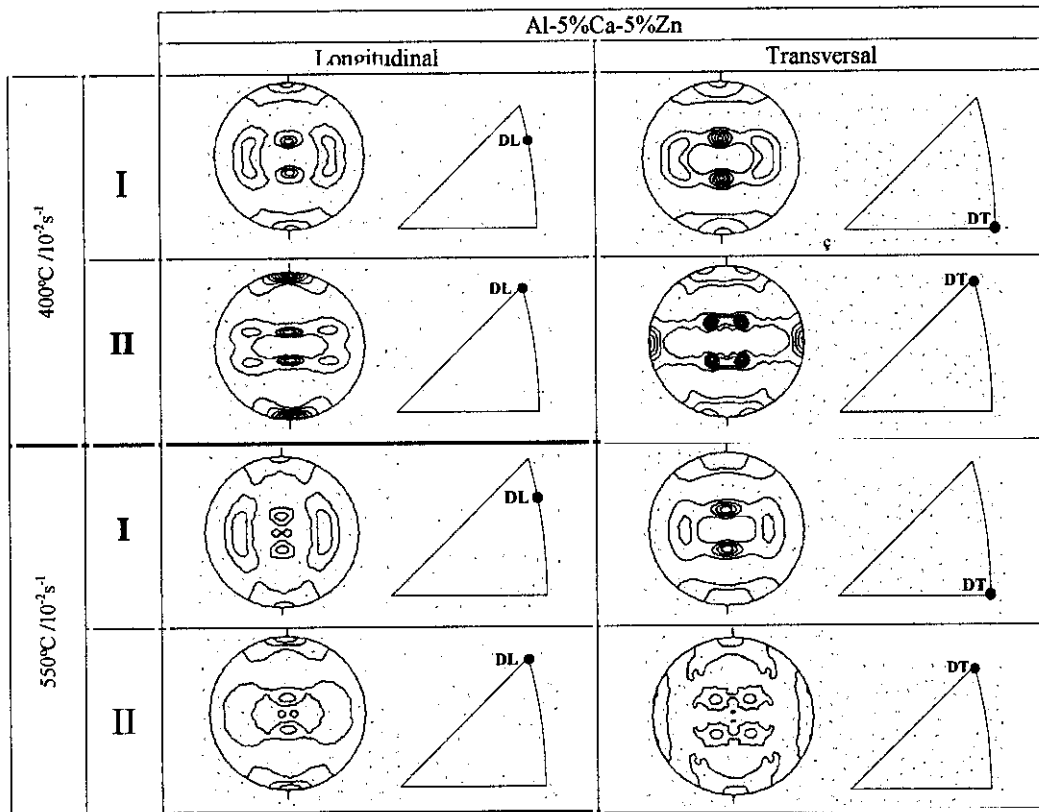


Fig. 15 Textura (figuras de polos (111)) de la aleación Al-5%Ca-5%Zn (zonas I y II) deformada a 400°C/10⁻² s⁻¹ y a 550°C/10⁻² s⁻¹ en las direcciones longitudinal y transversal. El eje de tracción se ha representado en cada caso en un triángulo estereográfico inverso.

Después de ensayar en la dirección longitudinal, la componente principal es la orientación C, $\{112\}\langle 111\rangle$, o componente cobre, próxima a la componente principal original, $\{225\}\langle 554\rangle$. Como se puede observar en la Fig.16, este cambio equivale a un $\Delta\Phi=5^\circ$ en la sección $\varphi_1=90^\circ$ de la FDO. Simultáneamente el eje de tracción se mueve 5° a lo largo de la frontera [011]-[111] del triángulo estereográfico inverso, hasta llegar al polo [111]. Después de ensayar en la dirección transversal, la componente principal es la componente B o componente de latón, $\{011\}\langle 211\rangle$. La posición final del eje de

tracción es de nuevo el polo [111]. Es especialmente sorprendente el cambio de posición del eje de tracción durante los ensayos transversales, que “se mueve” desde el polo [011] (material de partida) hasta el polo [111], lo que equivale a una rotación del eje de 35° . Estos cambios de textura ocurren tanto en las dos condiciones de deformación analizadas en la Fig.15 ($400^\circ\text{C}/10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y $550^\circ\text{C}/10^{-2} \text{ s}^{-1}$) como en todos los ensayos dibujados en la Fig.12 con excepción de los realizados a 100°C . Cuando el Al-5%Ca-5%Zn se ensaya a esta temperatura, tanto en la dirección longitudinal como en la transversal, las componentes del material de partida se retienen y no se observan cambios apreciables en la textura.

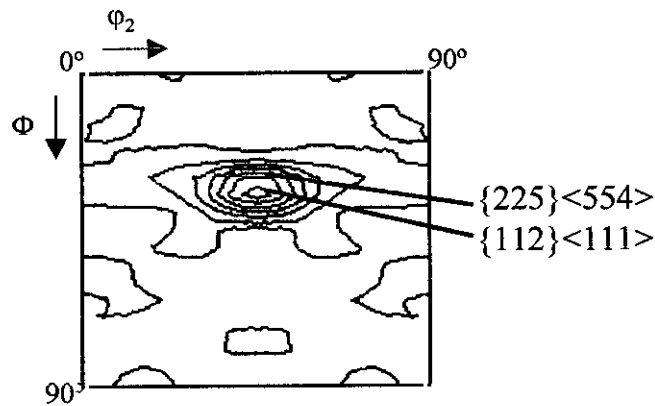


Fig. 16 Sección $\phi_1 = 90^\circ$ correspondiente a la aleación Al-5%Ca-5%Zn deformada a $400^\circ\text{C}/10^{-2} \text{ s}^{-1}$ en la que se muestra la posición de las orientaciones ideales principales antes y después de deformar.

Para profundizar en el cambio de textura $\{225\} \langle 554 \rangle$ (tipo C) $\rightarrow \{011\} \langle 211 \rangle$ (B) tan drástico que tiene lugar al deformar el material en la dirección transversal, se realizaron ensayos a $400^\circ\text{C}/10^{-2} \text{ s}^{-1}$ hasta deformaciones intermedias, sin alcanzar la rotura. Se eligieron estas condiciones de temperatura y velocidad de deformación porque, como se puede apreciar en la Fig.15, la componente B está muy bien definida después de ensayar a rotura. En la Fig.17 se ha representado la curva tensión real vs. deformación real y las figuras de polos directas (111) correspondientes a los distintos estadios de la deformación. Se puede advertir que la evolución de la textura

durante la deformación es gradual. Esta observación se hace aún más patente si se analizan las FDOs, que permiten averiguar la posición del eje de tracción correspondiente a los (sub)granos orientados según la componente principal en el triángulo estereográfico inverso.

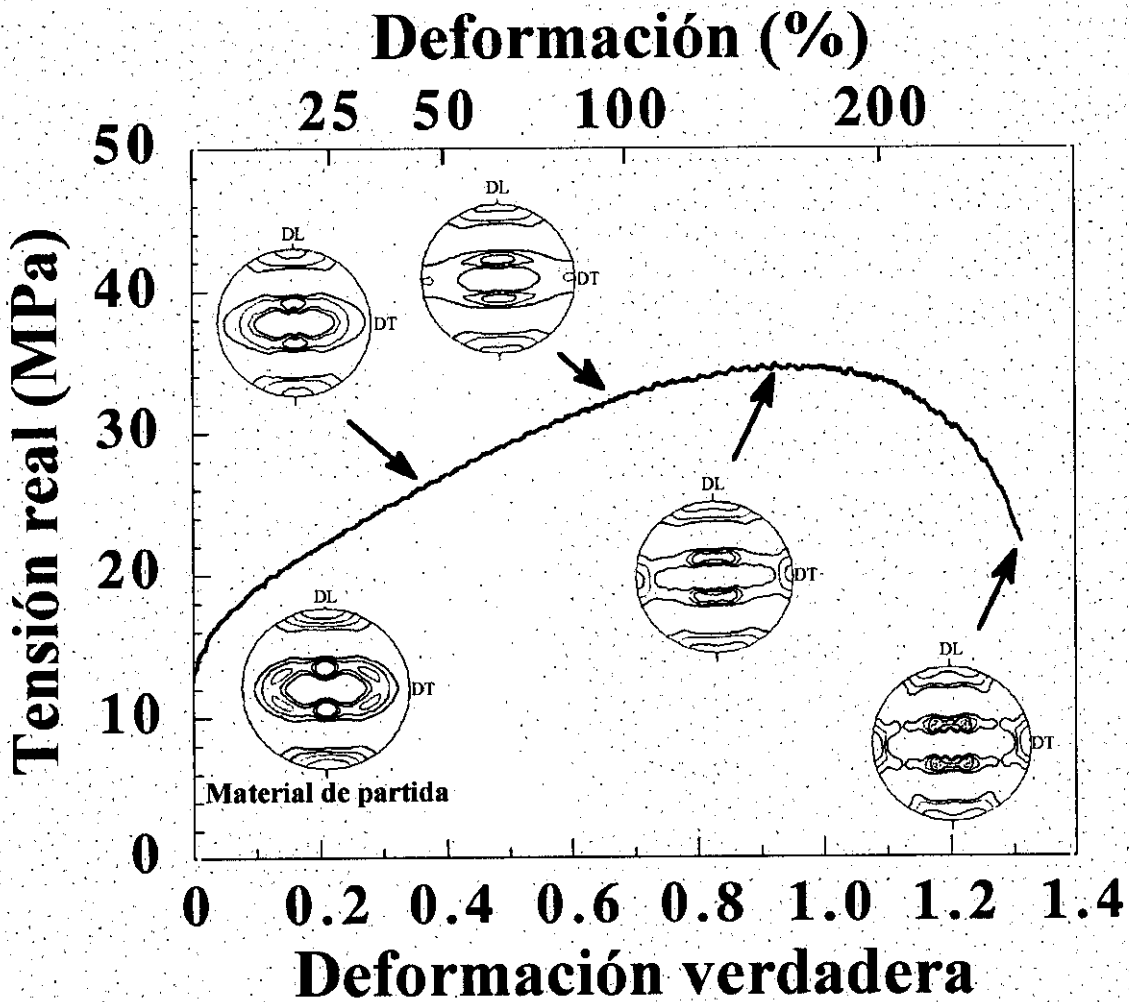


Fig. 17 Evolución gradual de la textura (cambio de componentes $\{225\} \langle 554 \rangle \rightarrow \{011\} \langle 211 \rangle$) de la aleación Al-5%Ca-5%Zn con la deformación durante un ensayo de tracción a $400^\circ\text{C}/10^{-2} \text{ s}^{-1}$ en la dirección transversal.

En la Fig.18 se ha representado el movimiento del eje de tracción desde su posición al comienzo de la deformación hasta la rotura del material, el eje se mueve gradualmente a lo largo de la frontera $[011]-[\bar{1}11]$ del triángulo estereográfico a medida que aumenta la deformación hasta llegar al polo $[\bar{1}11]$, donde permanece estable. Esta evolución equivale a una rotación de 35° del eje de tracción con respecto al sistema de referencia cristalino.

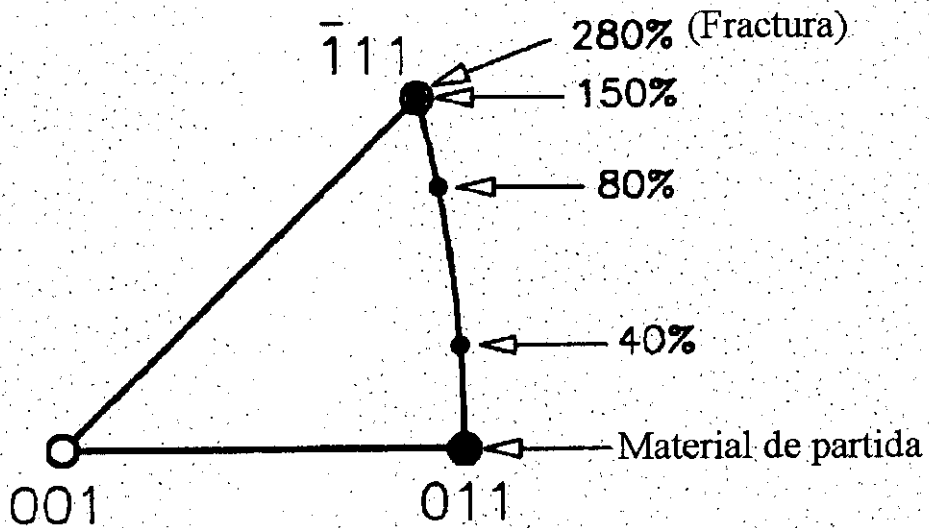


Fig. 18 Movimiento del eje de tracción correspondiente al cambio de componentes $\{225\}\langle 554\rangle \rightarrow \{011\}\langle 211\rangle$ que tiene lugar durante la deformación de la aleación Al-5%Ca-5%Zn a $400^\circ\text{C}/10^{-2}\text{ s}^{-1}$ en la dirección transversal.

Las medidas de microtextura obtenidas en muestras deformadas de Al-5%Ca-5%Zn son consistentes con las medidas de macrotextura. Esto demuestra que el número de orientaciones individuales adquiridas mediante la técnica de EBSP son suficientes para representar la textura del material. Los datos de mesotextura aportan nueva información sobre la evolución de la distribución de fronteras de la aleación Al-5%Ca-5%Zn durante la deformación. En las Figs.19, 20 y 21 se han representado los histogramas de

desorientación y las figuras de polos (111), (011), y (001) correspondientes a la zona I de muestras deformadas a $400^{\circ}\text{C}/10^{-2} \text{ s}^{-1}$, $550^{\circ}\text{C}/10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y $550^{\circ}\text{C}/10^{-1} \text{ s}^{-1}$, respectivamente. Se representan los datos tomados en las cabezas (Figs.19a, 20a y 21a) y en la parte deformada (Figs.19b, 20b y 21b). Las cabezas son esencialmente Al-5%Ca-5%Zn recocido a la temperatura de ensayo durante el tiempo de ensayo más el tiempo de estabilización de la temperatura, aproximadamente una media hora. Los datos correspondientes a las cabezas son consistentes con el estudio de recristalización descrito anteriormente. Las componentes de la textura del material de partida se retienen. A 400°C (Fig.19a), la distribución de fronteras es de tipo MacKenzie o al azar. El tratamiento térmico a que ha estado sometida la cabeza (aproximadamente una media hora a 400°C) no es suficientemente severo como para que la distribución sea bimodal (se recuerda que el carácter bimodal de la distribución de fronteras de grano se desarrollaba después de un recocido de entre 7 minutos y 6 horas a 520°C). En cambio, a 550°C (Fig.20a) ya se observa una distribución de fronteras bimodal, mejor definida en el ensayo más lento (10^{-2} s^{-1}), porque la mordaza ha estado más tiempo a temperatura. Después de la deformación (Figs. 19b, 20b y 21b), la textura no cambia (las medidas de macrotextura indicaron que se retenía la componente inicial $\{113\}\langle 332\rangle$) y la distribución de fronteras es en ambos casos similar a una distribución tipo MacKenzie o al azar, en la que predominan fronteras desorientadas entre 45° y 50° .

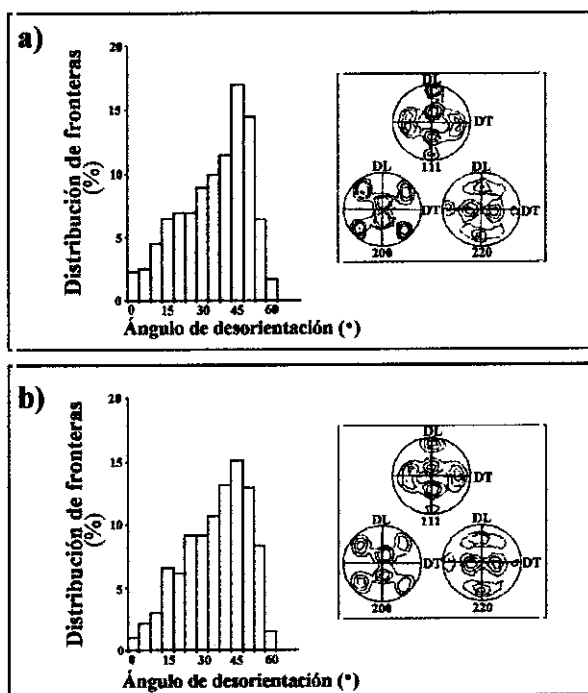


Fig. 19 Microtextura correspondiente a la zona I de las cabezas (a) y la parte deformada (b) de una probeta de la aleación Al-5%Ca-5%Zn deformada a $400^{\circ}\text{C}/10^{-2}\text{ s}^{-1}$.

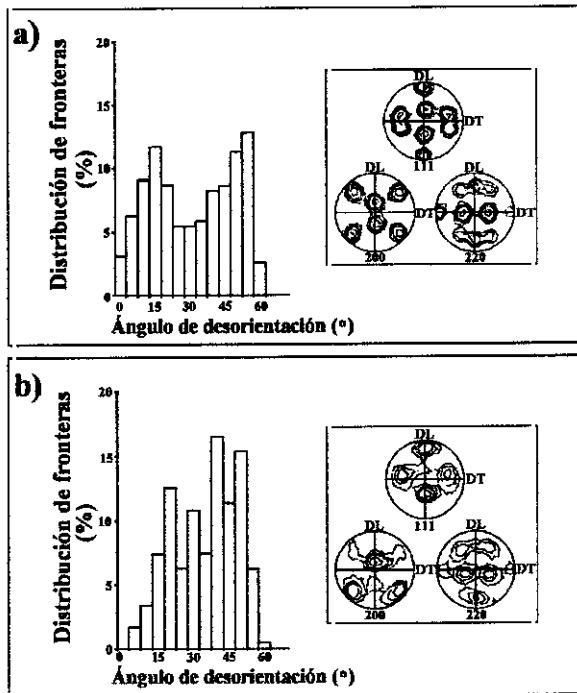


Fig. 20 Microtextura correspondiente a la zona I de las cabezas (a) y la parte deformada (b) de una probeta de la aleación Al-5%Ca-5%Zn deformada a $550^{\circ}\text{C}/10^{-2}\text{ s}^{-1}$.

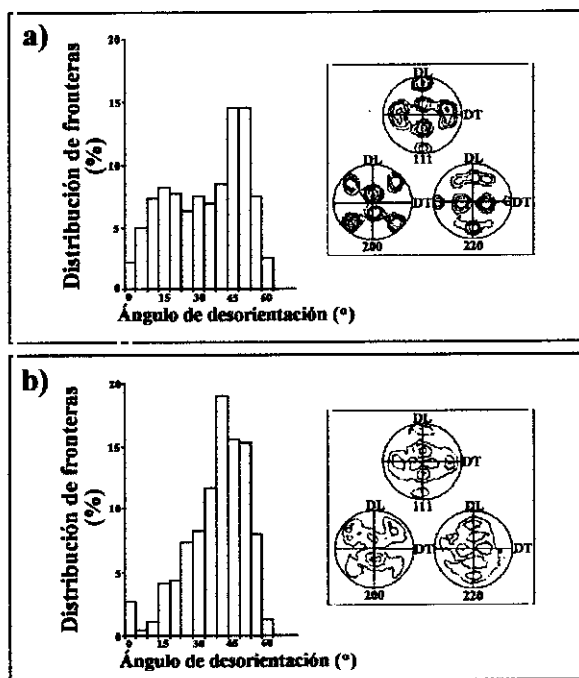


Fig. 21 Microtextura correspondiente a la zona I de las cabezas (a) y la parte deformada (b) de una probeta de la aleación Al-5%Ca-5%Zn deformada a $550^{\circ}\text{C}/10^{-1}\text{ s}^{-1}$.

En la Fig.22 se muestra la microtextura de la zona II de la aleación Al-5%Ca-5%Zn deformada a $550^{\circ}\text{C}/10^{-1}\text{ s}^{-1}$. La microtextura en las cabezas es consistente con el estudio de recristalización: la textura inicial se retiene y la distribución de fronteras se hace bimodal (Fig.22a). En la parte deformada se produce el cambio de textura $\{225\}\langle 554 \rangle \rightarrow \{011\}\langle 211 \rangle$ y la distribución de fronteras se asemeja a la distribución al azar de MacKenzie.

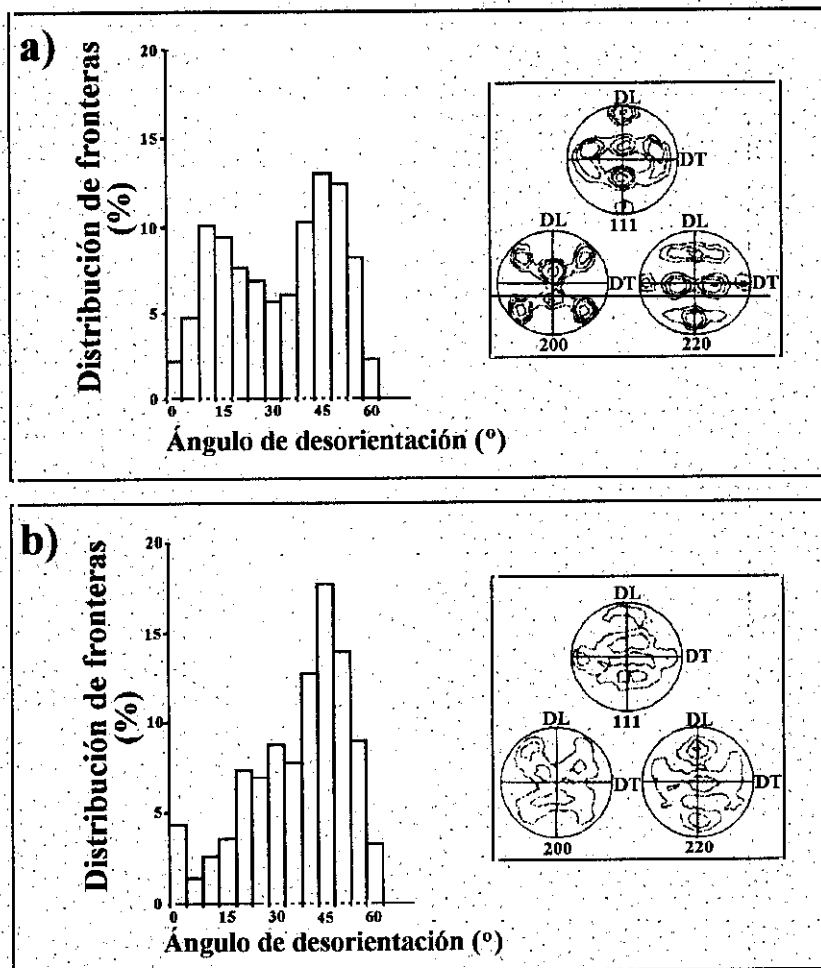


Fig. 22 Microtextura correspondientes a la zona II de las cabezas (a) y la parte deformada (b) de una probeta de la aleación Al-5%Ca-5%Zn deformada a $550^{\circ}\text{C}/10^{-1}\text{ s}^{-1}$.

3.2 Discusión

Según Moore y col. [136], la estructura de partida de la aleación Al-5%Ca-5%Zn después del procesado termomecánico, que consistió básicamente en una laminación en caliente seguida de una laminación en frío, está formada por una estructura de granos de unas 2 μm de diámetro. Sin embargo, mediante la técnica de EBSP se detectaron cambios de orientación cada aproximadamente 0.5 μm , lo que revela la presencia de una estructura más refinada que la descrita por Moore y col. Además, la distribución de fronteras de grano correspondiente al material de partida muestra que existen fronteras en todos los rangos de desorientación, siendo algo más abundantes las fronteras con desorientación entre 45°-50°. Por tanto, no parece probable que la microestructura inicial esté formada por simplemente por granos divididos en subgranos (en ese caso habría una proporción muy elevada de fronteras de ángulo bajo). Se propone que la microestructura de partida de la aleación Al-5%Ca-5%Zn es similar a las descritas por el grupo de Risø [34-37] para materiales ccc laminados en frío. De acuerdo con estos autores, cuando el grado de laminación en frío es elevado ($\approx 95\%$), la microestructura es laminar [34] y en ella son frecuentes las fronteras de ángulo alto (laminares) [37] que separan bloques de celdas y subgranos con diversa desorientación.

La textura inicial es una textura típica de laminación en frío de materiales ccc [78-79]. Debido al elevado grado de laminación, la textura está formada por componentes discretas y las orientaciones no se distribuyen de forma homogénea a lo largo de las fibras α y β . Las componentes principales en las zonas I y II, $\{113\}\langle 332\rangle$ y $\{225\}\langle 554\rangle$ respectivamente, pertenecen a la fibra β y han sido observadas previamente en aleaciones de aluminio muy laminadas [78-80, 81].

La retención de la textura de partida después de tratamientos térmicos severos (520°C/90h) revela que la aleación Al-5%Ca-5%Zn recristaliza de forma continua en un amplio rango de temperaturas y tiempos de tratamiento. No se produciría, por tanto, la formación y migración de fronteras de ángulo alto, característica de un proceso de recristalización discontinua [29]. La recristalización continua ha sido definida como un proceso por el que aumenta la desorientación de las fronteras mediante interacciones a

corto alcance entre dislocaciones y subfronteras, de forma similar a un proceso de restauración [29]. Existen numerosos trabajos que proponen mecanismos para explicar el aumento de desorientación de las fronteras durante la recristalización continua [41-47]. La evolución de la distribución de fronteras de grano durante tratamientos a 520°C desde 7 min. hasta 90 h (Fig.10) revela, sin embargo, que la recristalización continua en este material consiste básicamente en la *retención* de determinadas fronteras/formaciones de dislocaciones que ya estaban presentes en el material de partida. Preferentemente se retienen fronteras de ángulo alto con desorientación comprendida entre (50°-55°) y fronteras/paredes de dislocaciones de ángulo intermedio (5°-15°). Las fronteras/paredes de dislocaciones con desorientación comprendida entre (15°-40°) son eliminadas preferentemente. Es importante advertir que la proporción de fronteras de ángulo alto después de tratamientos térmicos es prácticamente la misma que la del material de partida. En cambio, la proporción de fronteras de ángulo intermedio, especialmente aquéllas con desorientación entre 5° y 10°, aumenta apreciablemente con la severidad del tratamiento. Se propone el mecanismo de eliminación de fronteras desorientadas entre 15° y 40° dibujado en la Fig.24. En esta figura se han representado las fronteras mediante líneas rectas. El grosor de las distintas líneas indica cualitativamente el ángulo de desorientación de la frontera. Las fronteras de ángulo intermedio (5°-15°) poseen en general menor energía interfacial que las fronteras de mayor ángulo (15°-40°). Por tanto, durante el recocido se produce un crecimiento selectivo de los granos, de forma que aquéllos rodeados por fronteras de ángulo intermedio son los que tienen preferencia para crecer. De esta forma, las fronteras con desorientación comprendida entre 15° y 40° desaparecen progresivamente. Este mecanismo tendría lugar de forma homogénea en el material.

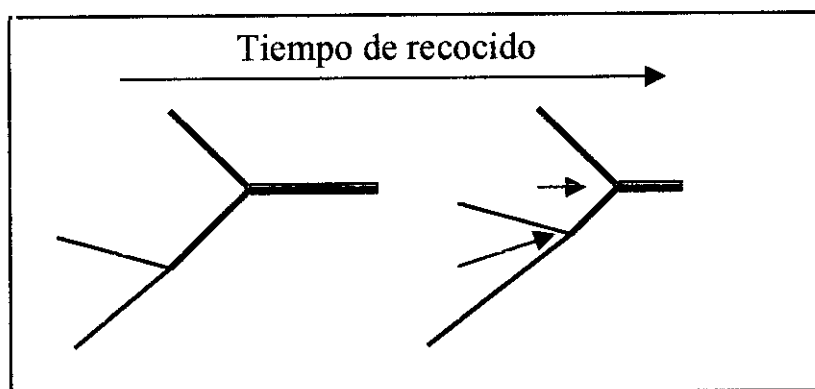


Fig. 24 Modelo de eliminación de las fronteras con desorientación entre 15° y 40° . El grosor de las líneas indica cualitativamente el ángulo de desorientación de las fronteras.

Para profundizar en la inusual estabilidad durante los tratamientos térmicos de fronteras de ángulo alto con desorientación comprendida entre 50° y 55° , se analizaron los ejes de desorientación correspondientes a esta clase de fronteras en la muestra recocida a 520°C durante 90 h. La posición de estos ejes se ha representado en el triángulo estereográfico estándar en la Fig.25. La mayoría de los ejes coinciden aproximadamente con direcciones $\langle 011 \rangle$.

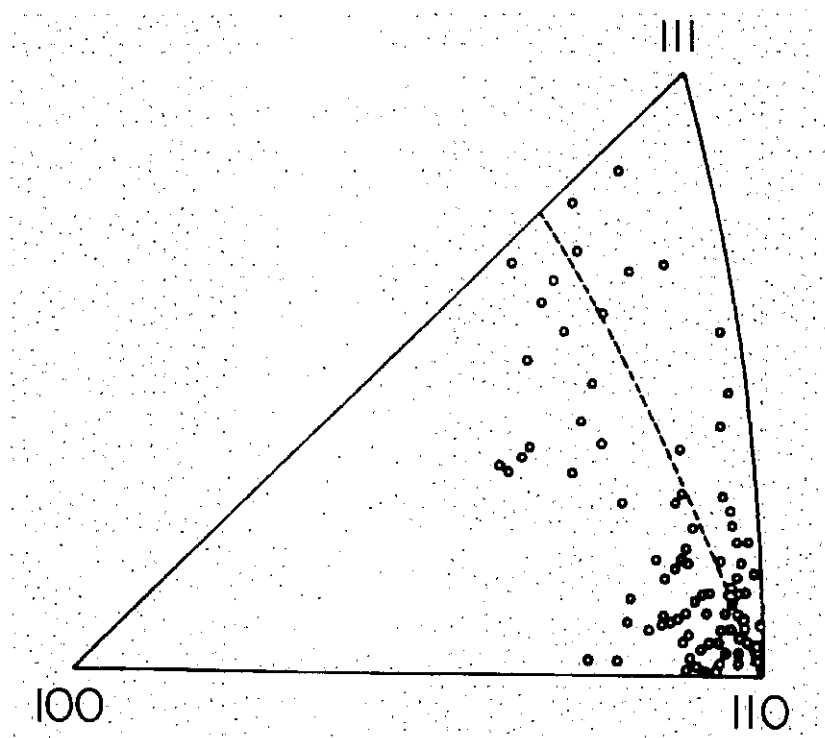
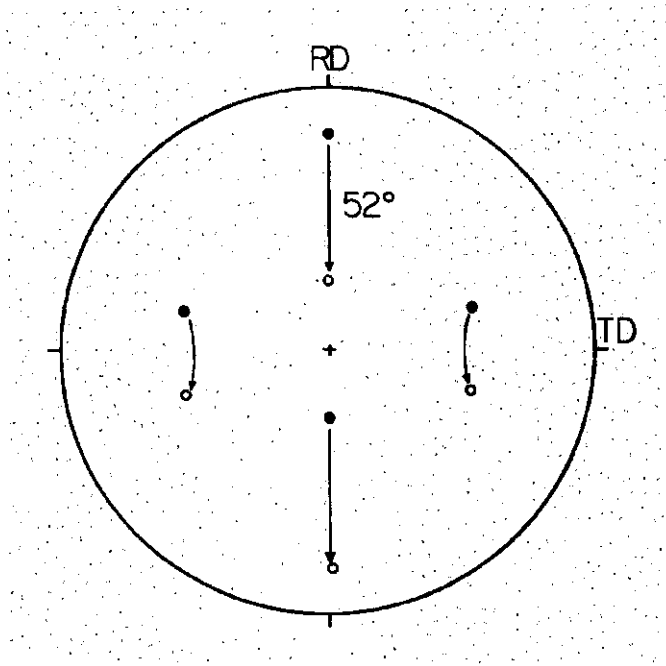


Fig. 25 Posición de los ejes de desorientación de las fronteras de ángulo alto con desorientación comprendida entre 50° y 55° presentes en la microestructura de la aleación Al-5%Ca-5%Zn recocida a 520°C durante 90 h.

La Fig.26 es una figura de polos directa (111) en la que se representan las dos variantes simétricas de la componente $\{113\}\langle 332 \rangle$, $(113)[33\bar{2}]$ y $(113)[\bar{3}32]$. Para hacer coincidir ambas variantes es necesario girar un ángulo de 52° alrededor de la dirección $\langle 011 \rangle$, que coincide con la dirección transversal. Las Figs. 26 y 25 parecen indicar que las fronteras estables de ángulo alto con desorientación entre 50° y 55° son

fronteras entre (sub)granos orientados según variantes simétricas de la textura. Las



fronteras con desorientación intermedia separan (sub)granos dentro de cada una de las variantes de la textura.

Fig. 26 Figura de polos directa (111) que muestra el ángulo de 52° que es necesario rotar alrededor de la dirección transversal para hacer coincidir dos redes cristalinas orientadas según las variantes simétricas de la componente $\{113\}\langle 332\rangle$. Los círculos llenos corresponden a la variante $(113)[33\bar{2}]$ y los vacíos a la variante $(113)[\bar{3}\bar{3}2]$.

En la Fig.27 se han representado los ejes de desorientación correspondientes a fronteras/paredes de dislocaciones con desorientación comprendida entre 5° y 10° . Como se puede observar, éstos están distribuidos al azar en el triángulo estereográfico estándar. Esto revela que (sub)granos orientados según las dos variantes distintas están situados de forma alterna y las fronteras de ángulo intermedio separan (sub)granos dentro de una misma variante. En la Fig. 28 se ha dibujado esquemáticamente esta particular microestructura.

El cambio drástico de textura $\{225\}\langle 554\rangle$ (tipo C) \rightarrow $\{011\}\langle 211\rangle$ (B) que tiene lugar en la zona II de la aleación Al-5%Ca-5%Zn durante la deformación en la dirección transversal (Fig.17) se podría explicar de al menos dos formas alternativas. Por un lado, es posible que durante la deformación se favorezca el crecimiento de

(sub)granos con orientación $\{011\}\langle 211\rangle$. También podría ocurrir que la orientación $\{011\}\langle 211\rangle$ se estabilizara como consecuencia de la actuación del deslizamiento cristalográfico. La evolución gradual del eje de tracción durante la deformación (Fig.17) revela, sin embargo, que el cambio de textura es debido a la rotación de (sub)granos como consecuencia de que el deslizamiento cristalográfico juega un papel importante en la deformación de esta aleación.

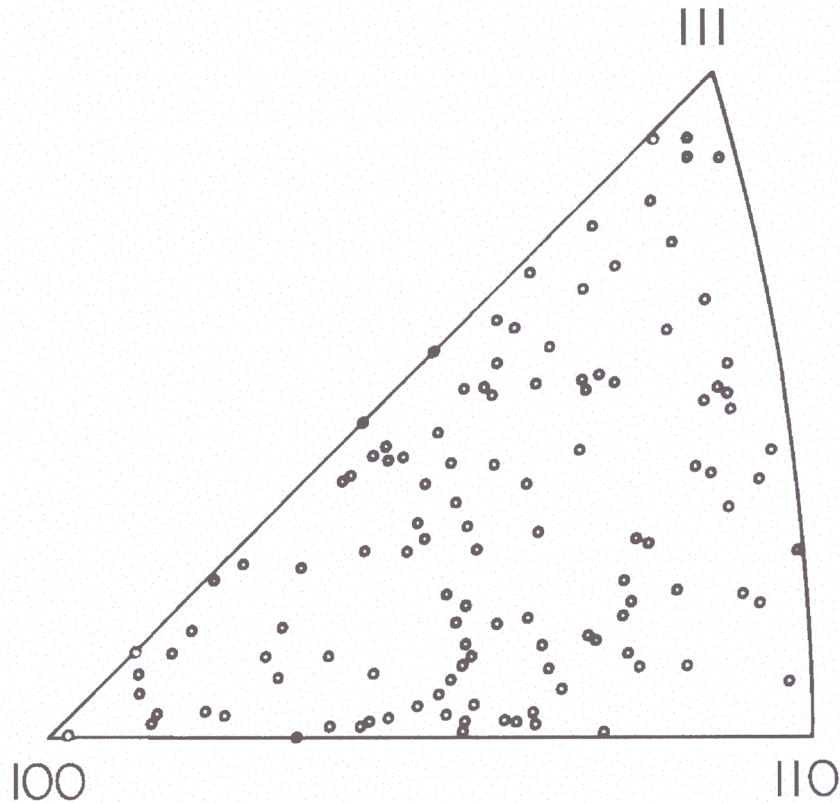


Fig. 27 Posición de los ejes de desorientación de las fronteras de ángulo alto con desorientación comprendida entre 5° y 10° presentes en la microestructura de la aleación Al-5%Ca-5%Zn recocida a 520°C durante 90 h.

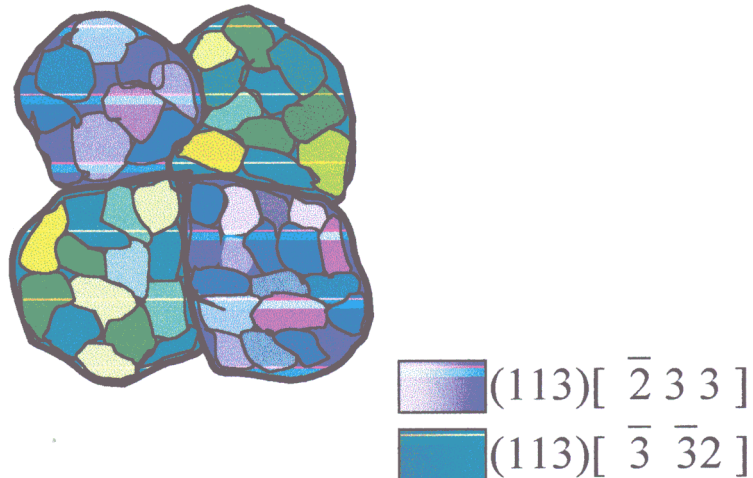
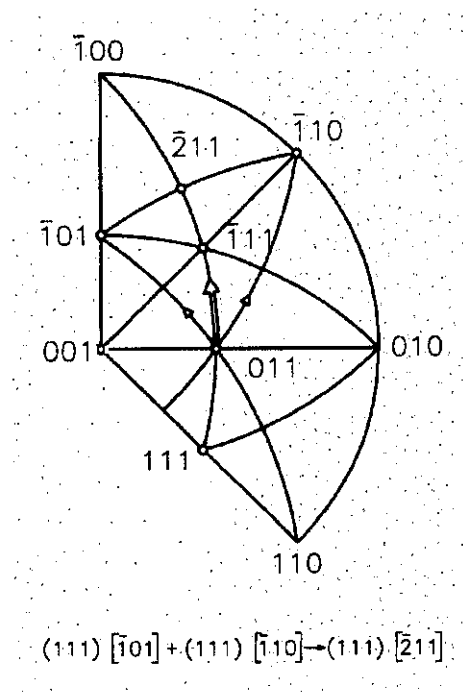


Fig. 28 Representación esquemática de la microestructura de la aleación Al-5%Ca-5%Zn resultante de un proceso de recristalización continua. La desorientación de las fronteras se representa cualitativamente mediante el grosor de las líneas. Las dos variantes se han identificado con colores diferentes.

En estudios previos [116] se afirma que el deslizamiento cristalográfico simple (en un sistema único) podría tener lugar durante la deformación superplástica, puesto que es uno de los pocos modos de deformación en el cual la difusión podría facilitar la compatibilidad de la deformación con menos de cinco sistemas de deslizamiento [90]. Según los modelos de plasticidad en monocristales [111], la rotación de 35° del eje de tracción a lo largo de la frontera de simetría [011]-[111] se puede explicar mediante la actuación de los dos sistemas de deslizamiento $(111)[\bar{1}01]$ y $(111)[\bar{1}10]$. Dos cizallas simples en el mismo plano de deslizamiento son equivalentes a una única cizalla en ese mismo plano. La dirección de deslizamiento resultante sería la suma vectorial de las dos direcciones de deslizamiento, $[\bar{2}11]$. Por tanto, durante la deformación de la aleación Al-5%Ca-5%Zn, en condiciones superplásticas y no superplásticas, tendría lugar un deslizamiento cristalográfico simple en el sistema $(111)[\bar{2}11]$, como se muestra en la Fig.29. Además, puesto que no aparece una textura de fibra se descarta la posibilidad de que la estabilización del eje de tracción en el polo [111] sea debida a una rotación de los



(sub)granos originada por deslizamiento múltiple.

Fig. 29 Proyección estereográfica de los sistemas de deslizamiento cristalográfico (111)[$\bar{1}01$] y (111)[$\bar{1}10$] (flechas finas) y el sistema equivalente (111)[$\bar{2}11$] (flecha gruesa) que produce la rotación del eje de tracción desde el polo [011] hacia el polo [111].

Es interesante que el deslizamiento cristalográfico se haya observado en un amplio rango de temperaturas y velocidades de deformación. En la Fig.30 se ha representado la dependencia de la rotación del eje de tracción con la temperatura para ensayos realizados en la dirección transversal a 10^{-2} s^{-1} . La rotación teórica que experimentaría el eje de tracción si el único mecanismo responsable de la deformación de cada (sub)grano fuera el deslizamiento cristalográfico simple en el sistema (111)[$\bar{2}11$] se ha superpuesto a los datos experimentales con el fin de establecer una comparación entre ambos. Esta curva se puede calcular según el siguiente procedimiento [111]:

$$\frac{\text{sen } \lambda}{\text{sen } \lambda_0} = \frac{\ell}{\ell_0} \quad (3.1.1)$$

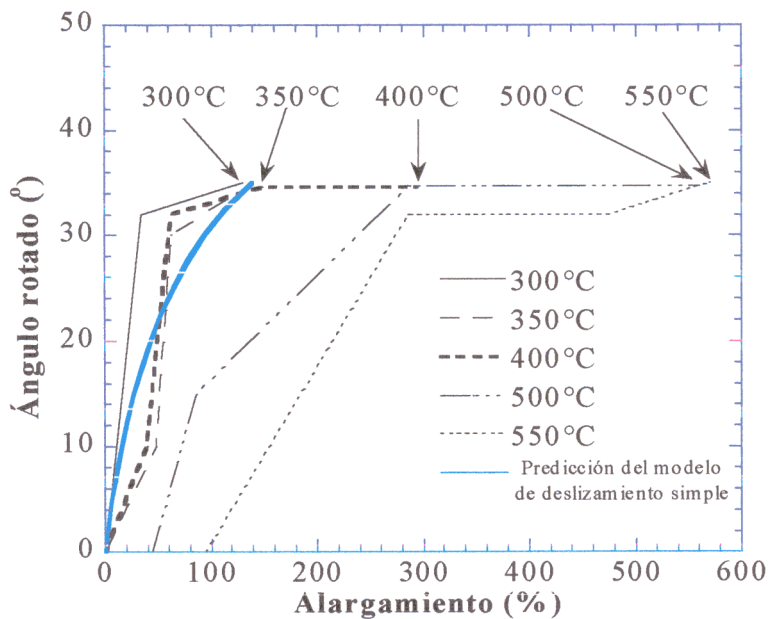
de donde se deduce:

$$\lambda = \arcsen[\text{sen } \lambda_0(1+e)] \quad (3.1.2)$$

donde ℓ_0 es la longitud de ensayo inicial de la probeta, ℓ es la longitud de la probeta después de la deformación, λ es el ángulo entre el eje de tracción y la dirección de deslizamiento, λ_0 es el ángulo entre el eje de tracción y la dirección de deslizamiento al comienzo de la deformación y e es la deformación ingenieril, $e = 1 - (\ell / \ell_0)$. Para los (sub)granos orientados inicialmente según la componente principal, $\{225\} \langle 554 \rangle$, $\lambda_0 = 55^\circ$.

En la Fig.30 se puede observar en primer lugar que la rotación del eje de tracción que tiene lugar durante la deformación a 300°C , 350°C y 400°C es similar a la predicha por el modelo teórico que considera como mecanismo de deformación únicamente el deslizamiento simple en el sistema (111)[$\bar{2}11$]. No obstante, la componente $\{011\} \langle 211 \rangle$ (B) se alcanza ligeramente “antes”, es decir, después de deformaciones algo más pequeñas que las que predice el modelo teórico (línea gruesa). En segundo

lugar, la rotura del material a 300°C y 350°C se produce una vez que la rotación del eje de tracción hacia el polo [111] ha finalizado. A 400°C, sin embargo, el alargamiento alcanzado es muy superior al necesario para que se complete la rotación, esto es, la componente B es estable con la deformación una vez que la rotación ha finalizado. En



tercer lugar, la rotación del eje de tracción que tiene lugar a 500°C y 550°C, que también finaliza cuando el eje alcanza el polo [111], no se ajusta al modelo teórico de deslizamiento cristalográfico simple. Por tanto, el deslizamiento de fronteras de grano debe jugar un papel muy importante en estas condiciones. Además, a temperaturas superiores a 400°C, la deformación necesaria para que el eje de tracción rote un cierto ángulo a lo largo de la frontera [011]-[111] aumenta con la temperatura, lo que también sugiere que el deslizamiento de fronteras de grano cobra importancia creciente con la temperatura de ensayo.

Fig. 30 Rotación del eje de tracción durante la deformación a temperaturas comprendidas en el intervalo (300°C-550°C). Como referencia se ha dibujado también la curva teórica correspondiente a la rotación predicha por el modelo de deslizamiento cristalográfico simple en monocristales. Las flechas indican el máximo alargamiento alcanzado a las distintas temperaturas.

El análisis de la Fig.30 y el hecho de que el cambio de textura $\{225\} \langle 554 \rangle \rightarrow \{011\} \langle 211 \rangle$ tenga lugar en un amplio intervalo de temperaturas y velocidades de deformación sugieren que el deslizamiento cristalográfico juega un papel muy importante en la deformación de la aleación Al-5%Ca-5%Zn en condiciones superplásticas y no superplásticas. La presencia de dislocaciones en el interior de los (sub)granos del material deformado (Fig.14) en condiciones superplásticas corrobora esta observación. La importancia de los mecanismos de deslizamiento cristalográfico y deslizamiento de fronteras de grano durante la deformación a una velocidad de deformación dada es, sin embargo, muy dependiente de la temperatura de ensayo. Con el fin de evaluar cualitativamente la contribución de cada uno de los mecanismos, la fracción de volumen (Fv) correspondiente a las componentes $\{225\} \langle 554 \rangle$ y $\{011\} \langle 211 \rangle$ se ha representado en función de la deformación a 10^{-2} s^{-1} para varias temperaturas de ensayo. Así mismo, como referencia, también se ha representado la Fv correspondiente a las mordazas de cada una de las muestras deformadas. La superposición de la evolución de la Fv exclusivamente con la temperatura (mordazas) y con la temperatura y la deformación (parte deformada) permitirá separar la influencia de ambas variables en la evolución microestructural de la aleación Al-5%Ca-5%Zn.

En la Fig.31 se puede observar que la evolución de la textura (fracción de volumen) con la deformación depende fuertemente de la temperatura de ensayo. Se pueden distinguir dos rangos de temperaturas: (a) 400°C o temperaturas inferiores (Fig.31a-c) y (b) temperaturas superiores a 400°C (Fig.31d-e). Es la misma división de rangos de temperaturas que se infiere de la Fig.30.

A 400°C o temperaturas inferiores, la rotación del eje de tracción tiene lugar después de deformaciones inferiores a 100% y la fracción de volumen correspondiente a la componente principal aumenta mucho con la deformación. En las mordazas también aumenta la fracción de volumen de la componente principal, debido exclusivamente al efecto de la temperatura, pero este aumento es mucho menor. Por ejemplo, en la Fig.31 se puede observar que la fracción de volumen inicial de la componente principal, $\{225\} \langle 554 \rangle$, ($\approx 17\%$), aumenta hasta el 33% después de la deformación, cuando ya la componente principal es la $\{011\} \langle 211 \rangle$. En las mordazas la componente principal se

retiene y la Fv aumenta sólo desde un 17% hasta un 20%. En la Fig.32 se ha representado la evolución de Fv correspondiente a la componente principal a 400°C en función del ángulo rotado por el eje de tracción a lo largo de la frontera [011]-[111]. Fv aumenta progresivamente durante la rotación y después de que se ha alcanzado el polo [111]. Este aumento se atribuye al crecimiento de los (sub)granos que están rotando. Estas observaciones confirman que el deslizamiento cristalográfico simple es un mecanismo de deformación importante en la aleación Al-5%Ca-5%Zn a 400°C o temperaturas inferiores, por lo menos en los (sub)granos orientados según la componente principal. Es importante advertir que la deformación alcanzada a 400°C es bastante elevada, aproximadamente 280%, por lo que se puede considerar que en estas condiciones el material experimenta una deformación superplástica. La microestructura del Al-5%Ca-5%Zn deformado a 400°C y 10^{-2} s^{-1} en la dirección transversal (Fig.13a) está formada por (sub)granos equiaxiales, a pesar del elevado grado de deformación que posee. Este hecho sugiere que a pesar de que el deslizamiento cristalográfico es importante en este rango de temperaturas, el deslizamiento de fronteras de grano sigue siendo el mecanismo de deformación predominante, como se considera tradicionalmente. Sin embargo, puesto que la textura permanece estable una vez que el eje de tracción ha alcanzado el polo [111], el deslizamiento de fronteras de grano debe producirse como un intercambio de granos, sin rotación al azar.

A temperaturas superiores a 400°C el cambio en la componente principal, $\{225\} \langle 554 \rangle \rightarrow \{011\} \langle 211 \rangle$ también tiene lugar, pero sólo después de que se ha alcanzado una deformación de $\approx 200\%$, es decir, después de una deformación mucho mayor que en el primer rango de temperaturas. Esto sugiere que el deslizamiento cristalográfico simple todavía actúa como mecanismo de deformación, aunque el mecanismo predominante es el deslizamiento de fronteras de grano. Además, la evolución de la fracción de volumen de las componentes de textura principales indica que la importancia del deslizamiento de fronteras de grano aumenta con la temperatura: a 500°C (Fig.31d) Fv no aumenta con la deformación (como ocurría a 400°C o a temperaturas inferiores), sino que permanece constante y a 550°C Fv disminuye apreciablemente con la deformación. La microestructura de la aleación Al-5%Ca-5%Zn deformada a 550°C y 10^{-2} s^{-1} (Fig.13b) está formada por granos equiaxiales, lo que

confirma el papel predominante del deslizamiento de fronteras de grano a esta temperatura. Se propone que en estas condiciones también crecen los (sub)granos orientados según la componente principal que están rotando. Sin embargo, simultáneamente tiene lugar la rotación al azar causada por el deslizamiento de fronteras de grano, que predomina sobre el efecto anterior, dando como resultado un debilitamiento de la textura.

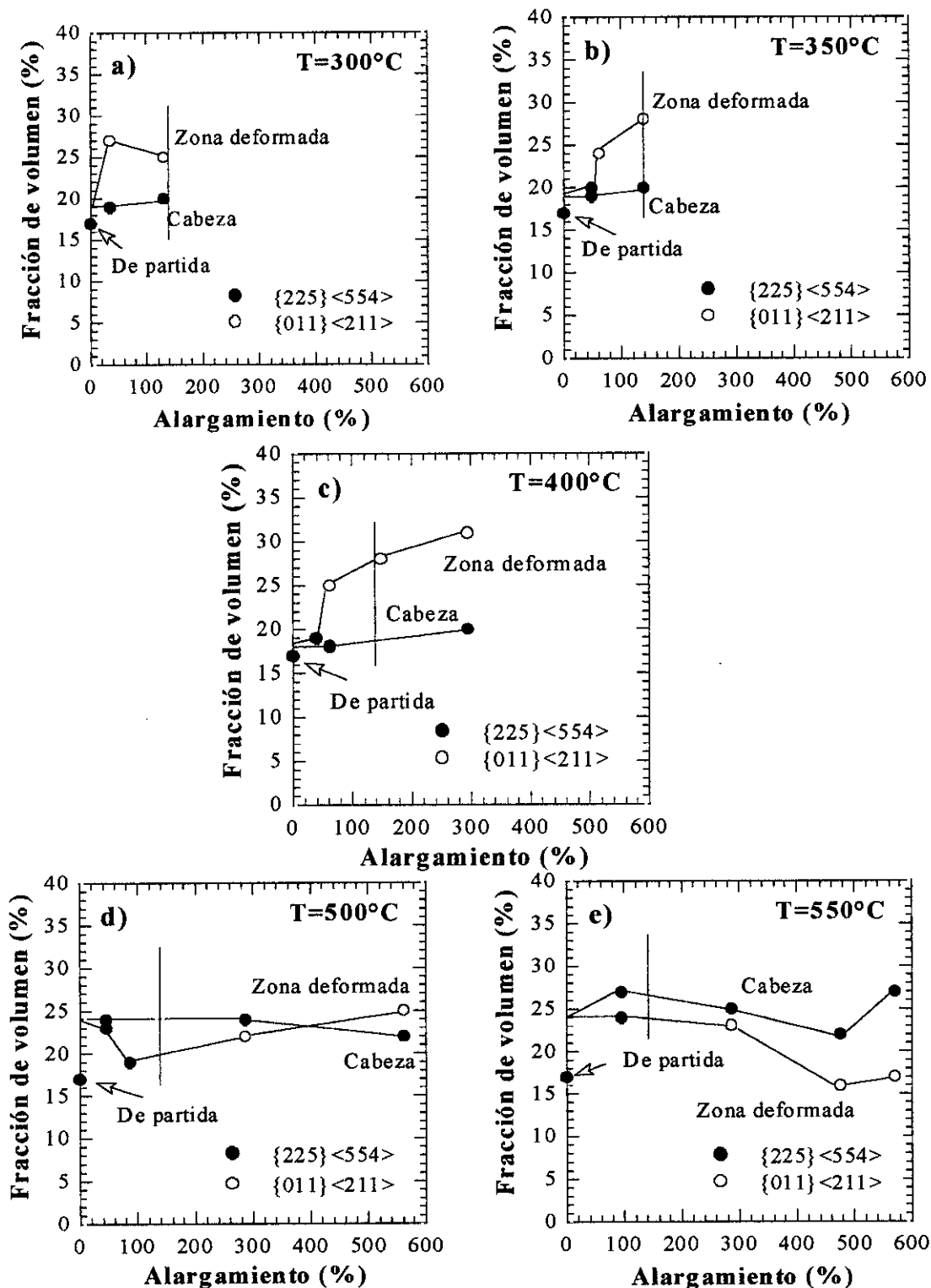


Fig. 31 Evolución de la fracción de volumen de las componentes principales de la textura, $\{225\}\langle 554\rangle$ y $\{011\}\langle 211\rangle$, en la zona II (zona central) durante la deformación a 10^{-1} s^{-1} y a distintas temperaturas. La línea vertical indica la rotación necesaria para que el eje de tracción rote desde el polo $\langle 011\rangle$ hasta el polo $\langle 111\rangle$ según el modelo de deslizamiento simple.

En la literatura se han publicado numerosos trabajos en los que se evalúan las contribuciones del deslizamiento cristalográfico y el deslizamiento de fronteras de grano durante la deformación superplástica [113-135]. Estos trabajos han sido descritos brevemente en el capítulo 1.4. En el Al-5%Ca-5%Zn la deformación superplástica tiene lugar como consecuencia de la operación simultánea de los mecanismos de deslizamiento cristalográfico y deslizamiento de fronteras de grano. Simultáneamente tienen lugar los fenómenos de recristalización continua y el crecimiento de (sub)granos, que también influyen en ambos mecanismos de deformación. La contribución de cada mecanismo depende de las condiciones de ensayo, especialmente de la temperatura. La importancia del deslizamiento de fronteras de grano aumenta con la temperatura pero el deslizamiento cristalográfico contribuye en mayor o menor medida en todas las condiciones de ensayo investigadas. Por tanto, el modelo propuesto por Bricknell y Edington [116], según el cual ambos mecanismos de deformación contribuyen a la deformación superplástica, es el más adecuado para describir la evolución microestructural de la aleación Al-5%Ca-5%Zn. Según estos autores, el deslizamiento simple actúa como mecanismo independiente y también puede actuar como mecanismo de acomodación para el deslizamiento de fronteras de grano.

Sin embargo, se debe tener en cuenta que la rotación del eje de tracción a lo largo de la frontera [011]-[111] *debida exclusivamente al deslizamiento cristalográfico simple* no explica geoméricamente “per se” el cambio de textura $\{225\}\langle 554\rangle \rightarrow \{011\}\langle 211\rangle$. Como se demostró en [137], dos mecanismos de deslizamiento simple tienen que tener lugar para explicar esta transformación de la textura. El primer mecanismo de deslizamiento daría lugar al movimiento del eje de tracción desde el polo [011] hasta el polo [112] situado en la frontera [001]-[111]. El segundo llevaría el eje de tracción hacia el polo [111] a lo largo de la frontera [001]-[111]. En otras palabras, el cambio de textura no es una función de estado de las orientaciones inicial y final del eje de tracción. Sin embargo, se ha demostrado que durante la deformación de la aleación Al-5%Ca-5%Zn el eje de tracción se mueve a lo largo de la frontera [011]-[111] (Fig.14). Se propone que los procesos de recristalización continua y crecimiento de (sub)granos, que tienen lugar simultáneamente durante la deformación, alteran la evolución microestructural de la aleación Al-5%Ca-5%Zn, alejándola de la que sería de esperar si el deslizamiento cristalográfico simple actuase de forma independiente. La recristalización continua y el crecimiento de (sub)granos permitirían, por tanto, que el deslizamiento cristalográfico simple en el sistema $(111)[\bar{2}11]$ diera lugar al cambio de textura observado.

Capítulo 4

GENERALIZACIÓN A OTRAS ALEACIONES DE ALUMINIO

4.1 Aleaciones Al-Li: 2090 y 8090

4.1.1 Resultados

La textura de laminación de las aleaciones 2090 y 8090 se representa en la Fig.1 mediante figuras de polos (111) y triángulos estereográficos inversos en los que se ha dibujado la posición de las direcciones longitudinal y transversal correspondientes a los cristales orientados según las componentes principales. (Estas direcciones coincidirán con los ejes de tracción en los ensayos longitudinales y transversales, respectivamente). Las componentes exactas de la textura fueron determinadas mediante el análisis de la FDO. Se puede observar que existe un gradiente de textura a lo largo del espesor en ambas aleaciones, al igual que ocurría en la aleación Al-5%Ca-5%Zn. La componente principal en la zona I (exterior) es la orientación $\{113\}\langle 332\rangle$ ($\varphi_1=90^\circ$, $\Phi=25^\circ$, $\varphi_2=45^\circ$) en las aleaciones 2090 y 8090. Esta componente también aparecía en la zona I de la aleación Al-5%Ca-5%Zn de partida. El gradiente de textura es muy pronunciado en la aleación 2090: en la zona II (interior) la componente principal es la B (componente de latón) ($\varphi_1=35^\circ$, $\Phi=45^\circ$, $\varphi_2=0^\circ$). En la aleación 8090 el gradiente es más suave: en la zona II la componente principal es la orientación $\{156\}\langle 877\rangle$ ($\varphi_1=45^\circ$, $\Phi=50^\circ$, $\varphi_2=10^\circ$). Las direcciones de laminación están situadas a lo largo de las fronteras del triángulo estereográfico [001]-[111] y [011]-[111] y las direcciones transversales a lo largo de la frontera [011]-[111].

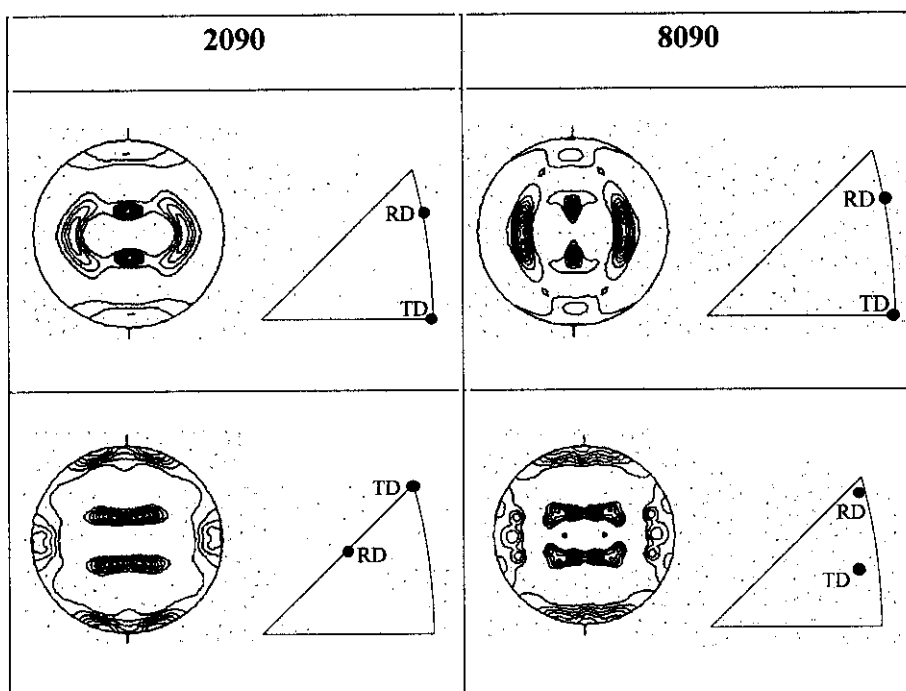


Fig. 1 Textura de partida de las aleaciones 2090 y 8090.

Se realizaron ensayos de tracción en las condiciones de temperatura y velocidad de deformación: $400^{\circ}\text{C}/10^{-2} \text{ s}^{-1}$ y $550^{\circ}\text{C}/10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Se escogieron estas condiciones porque al ensayar así la aleación Al-5%Ca-5%Zn se observaron cambios importantes: a 400°C tiene lugar en la zona II el cambio de textura $\{225\}\langle 554\rangle$ (tipo C) \rightarrow $\{011\}\langle 211\rangle$ (B) y la componente B es muy pronunciada al final del ensayo. A 550°C se alcanza el máximo alargamiento (800% al ensayar en la dirección longitudinal y 600% al ensayar en la dirección transversal) y todavía se observa el cambio de textura. Además, las aleaciones 2090 y 8090 han sido ensayadas en otras condiciones más apropiadas para conseguir mayores alargamientos [145, 150]: $530^{\circ}\text{C}/10^{-3} \text{ s}^{-1}$ para la aleación 2090 y $500^{\circ}\text{C}/10^{-3} \text{ s}^{-1}$ para la aleación 8090. Estas condiciones se denominarán “condiciones óptimas”. En la Tabla 4.1 se muestran los alargamientos a rotura obtenidos al ensayar las aleaciones 2090 y 8090 a lo largo de las direcciones longitudinal y transversal en todas las condiciones mencionadas.

Dirección de ensayo	2090		8090	
	RD	TD	RD	TD
400°C/10 ⁻² s ⁻¹	150	150	150	120
550°C/10 ⁻² s ⁻¹	300	250	225	230
Cond. Óptimas	560	560	270	270

Tabla 4.1 Alargamiento a rotura (en %) de las aleaciones 2090 y 8090 ensayadas a lo largo de las direcciones longitudinal y transversal en distintas condiciones de temperatura y velocidad de deformación.

La aleación 2090 es más dúctil en todas las condiciones de ensayo. La baja ductilidad de la aleación 8090 comparada con la de la 2090 ha sido puesta de manifiesto en otras condiciones de deformación en trabajos previos [150].

En la Fig.2 se muestra la evolución de la textura (figuras de polos directas (111)) y los movimientos del eje de tracción durante la deformación de las aleaciones 2090 y 8090 a lo largo de las direcciones longitudinal y transversal en las diferentes condiciones de ensayo. La evolución de la textura en las zonas I y II se tratará por separado.

En la aleación 2090 tienen lugar los siguientes cambios de textura (Fig.2a). En la zona I (exterior), después de ensayar a lo largo de la dirección longitudinal a 400°C/10⁻² s⁻¹ y 550°C/10⁻² s⁻¹, el movimiento del eje de tracción es similar al que tiene lugar en la zona II de la aleación Al-5%Ca-5%Zn en las mismas condiciones de ensayo: se desplaza 10° a lo largo de la frontera [011]-[111] del triángulo estereográfico hasta estabilizarse en el polo [111]. La componente principal inicial, {113}<332> (tipo C) cambia hacia la componente {112}<111> (C), lo que supone un $\Delta\Phi=10^\circ$ en la sección $\phi_1=90^\circ$ de la FDO (Fig.3). Después de ensayar en condiciones óptimas (530°C/10⁻³ s⁻¹; $\varepsilon = 560\%$), el cambio descrito no tiene lugar completamente, y la componente final es la orientación {225}<554>. El eje de tracción se desplaza sólo 5° a lo largo de la frontera de simetría [011]-[111]. Los cambios que tienen lugar en la zona I cuando se ensaya a lo largo de la dirección transversal son los siguientes. El eje de tracción se mueve a lo largo de la frontera [011]-[111] hacia el polo [111]: a 400°C/10⁻² s⁻¹ se mueve hasta situarse finalmente a 10° del polo [111] y a 550°C/10⁻² s⁻¹ el eje se “aleja” sólo 15° de su posición inicial, el polo [011].

En condiciones superplásticas óptimas no se observa ningún cambio de textura en la zona I: la componente inicial $\{113\}\langle 332\rangle$ permanece después de la deformación. En la zona II, en los ensayos realizados a lo largo de la dirección longitudinal, el eje de tracción se mueve a lo largo de la frontera $[001]$ - $[111]$ hacia desde el polo $[211]$ hasta el polo $[111]$. El desplazamiento del eje es mayor a 400°C que a 550°C . No se han observado cambios significativos en los ensayos transversales: la textura "tipo latón" inicial permanece después de ensayar a 400°C y a 550°C .

a)

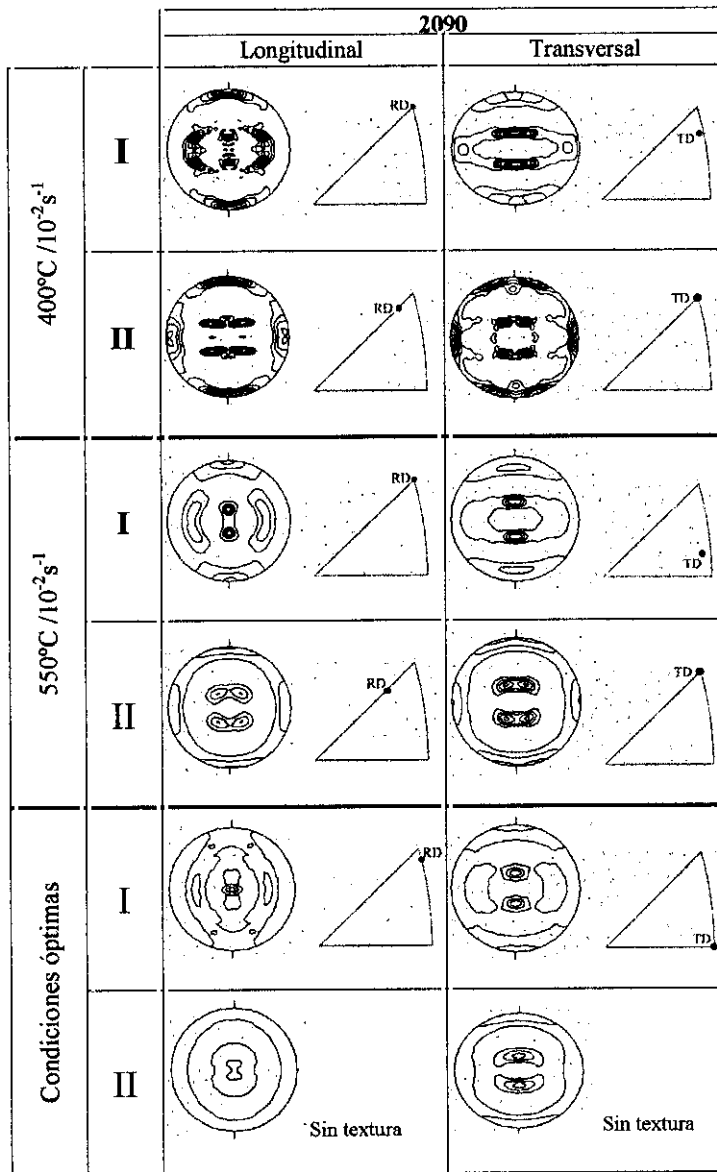


Fig. 2 Textura de las aleaciones (a) 2090 y (b) 8090 deformadas en distintas condiciones de temperatura y velocidad de deformación.

b)

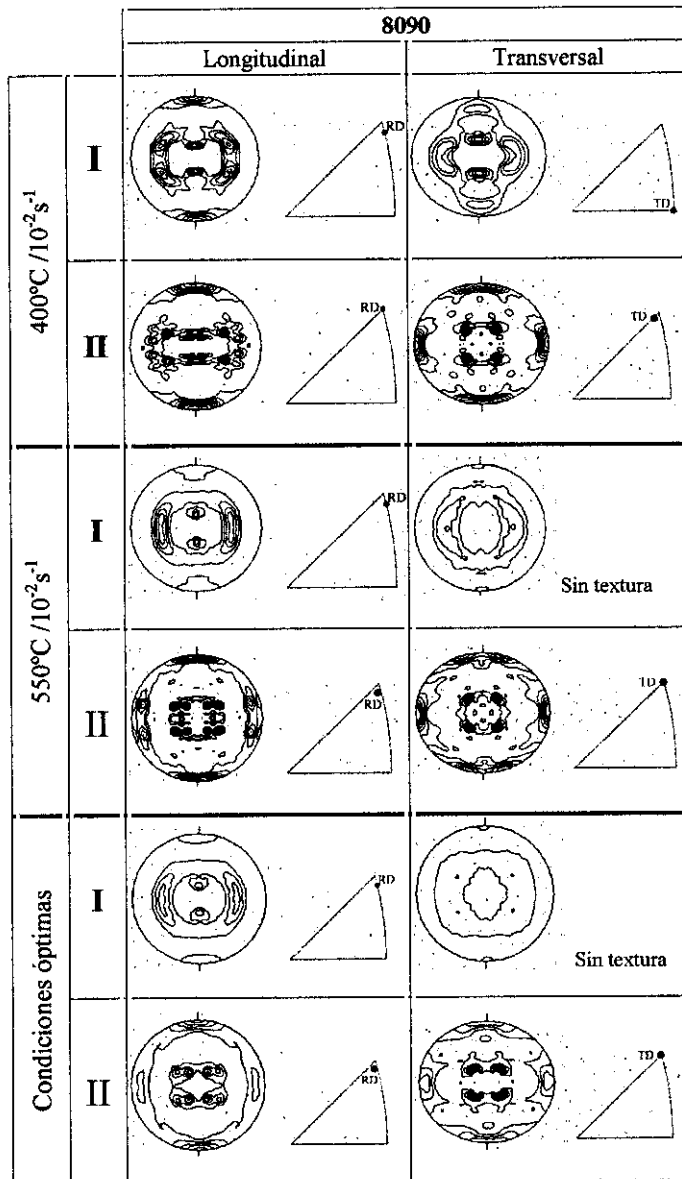


Fig. 2 Textura de las aleaciones (a) 2090 y (b) 8090 deformadas en distintas condiciones de temperatura y velocidad de deformación.

La aleación 8090 (Fig.2b) también experimenta cambios con la deformación similares a los descritos anteriormente. En la zona I, después de ensayar en la dirección longitudinal, el eje de tracción se mueve a lo largo de la frontera [011]-[111] hacia el polo [111]. La componente inicial, {113}<332> cambia hacia la {225}<554>. Este cambio equivale a un $\Delta\Phi=5^\circ$ en la sección $\phi_1=90^\circ$ de la FDO (Fig.3). Cuando se ensaya en la dirección transversal a 400°C/10⁻² s⁻¹ el eje de tracción no se mueve y la componente

El análisis detallado de la Fig.2 de este capítulo y de la Fig.15 del capítulo 3 permite inferir tendencias generales en la evolución microestructural de las tres aleaciones Al-5%Ca-5%Zn, 2090 y 8090 durante la deformación. Todos los cambios de textura y las rotaciones del eje de tracción observados corresponden a cambios de la componente principal a lo largo de la fibra β en el espacio de Euler, como se ilustra en la Fig.4. Los ángulos de Euler correspondientes a las distintas orientaciones incluidas a lo largo de la fibra β se representan en la Fig.4a ; las direcciones longitudinal y transversal correspondientes a cada una de esas orientaciones se han situado en el triángulo estereográfico inverso en la Fig.4b, y el "camino" seguido por la componente principal a lo largo de la fibra β se ha señalado en la Fig.4c. En resumen, cuando las aleaciones estudiadas se ensayan en la dirección longitudinal, la componente principal evoluciona a lo largo de la fibra β hacia la componente de cobre (C), $\{112\}\langle 111\rangle$, mientras que al ensayar en la dirección transversal la componente principal evoluciona hacia la componente de latón (B), $\{011\}\langle 211\rangle$. En todos los casos, sin embargo, el eje de tracción se mueve hacia el polo [111]. Cuando la componente principal no se encuentra inicialmente a lo largo de la fibra β , como por ejemplo la componente $\{225\}\langle 554\rangle$, presente inicialmente en la zona II de la aleación Al-5%Ca-5%Zn, tiende a evolucionar hacia la fibra. Finalmente, algunas orientaciones permanecen estables durante la deformación.

El movimiento de orientaciones a lo largo de la fibra β , desde la componente B hacia la componente C, ha sido observado en ensayos de laminación [76] y Hirsch y Lücke [77] predijeron este cambio de orientaciones utilizando modelos de deformación de policristales. El desplazamiento del eje de tracción a lo largo de la frontera [011]-[111] se explicó anteriormente mediante la actuación de dos sistemas de deslizamiento, $(111)[\bar{1}01]$ y $(111)[\bar{1}10]$, utilizando modelos de plasticidad de monocristales. Geométricamente esto es equivalente a un deslizamiento simple en el sistema $(111)[\bar{2}11]$. El movimiento del eje de tracción a lo largo de la frontera [001]-[111], desde el polo [211] hasta el polo [111], sin embargo, se puede explicar según modelos de plasticidad en monocristales como consecuencia de la actuación de deslizamiento simple en el sistema $\{001\}\langle 110\rangle$. Sin embargo, este tipo de modelos son sólo primeras aproximaciones al problema, puesto que aunque explican el movimiento del eje de tracción no son capaces de explicar simultáneamente los cambios de textura que tienen lugar a lo largo de la fibra β .

principal, $\{113\}\langle 332\rangle$, no cambia. A $550^{\circ}\text{C}/10^{-2}\text{ s}^{-1}$ y en condiciones superplásticas óptimas la textura prácticamente desaparece, lo que revela la importancia del deslizamiento de fronteras de grano en estas condiciones. En la zona II, después de deformar en la dirección longitudinal, el eje de tracción, que inicialmente estaba situado en la frontera $[001]\text{-}[111]$ a 8° del polo $[111]$, lo alcanza durante la deformación a 400°C . La componente $\{112\}\langle 111\rangle$ (C) aparece. A temperaturas superiores ($T \geq 500^{\circ}\text{C}$) el eje de tracción no se mueve y la textura inicial se retiene en la zona II. Después de ensayar en la dirección transversal, el eje de tracción se mueve a lo largo de la frontera de simetría $[011]\text{-}[111]$ hasta alcanzar el polo $[111]$ y aparece la componente de latón (B), $\{011\}\langle 211\rangle$ en todas las condiciones de ensayo estudiadas.

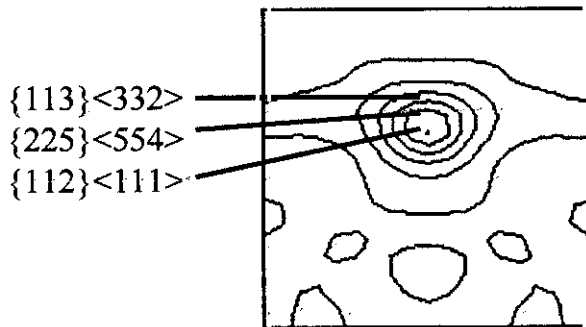


Fig. 3 Sección $\phi_1=90^\circ$ de la FDO correspondiente a la aleación 2090 deformada a 550°C y 10^{-2} s^{-1} (zona I) en la dirección longitudinal. Posición de las orientaciones ideales antes y después de la deformación.

4.1.2 Discusión

La evolución de la textura de las aleaciones Al-Li 2090 y 8090 presenta numerosas semejanzas con la evolución de la textura de la aleación Al-5%Ca-5%Zn descrita en el capítulo anterior.

Las texturas de partida, originadas durante el procesado termomecánico, son texturas típicas de aleaciones de aluminio. Al igual que en el caso de la aleación Al-5%Ca-5%Zn todas las componentes principales de partida pertenecen a la fibra β . La agrupación de orientaciones en torno a componentes individuales indica que el grado de laminación en frío durante el procesado ha sido elevado [77].

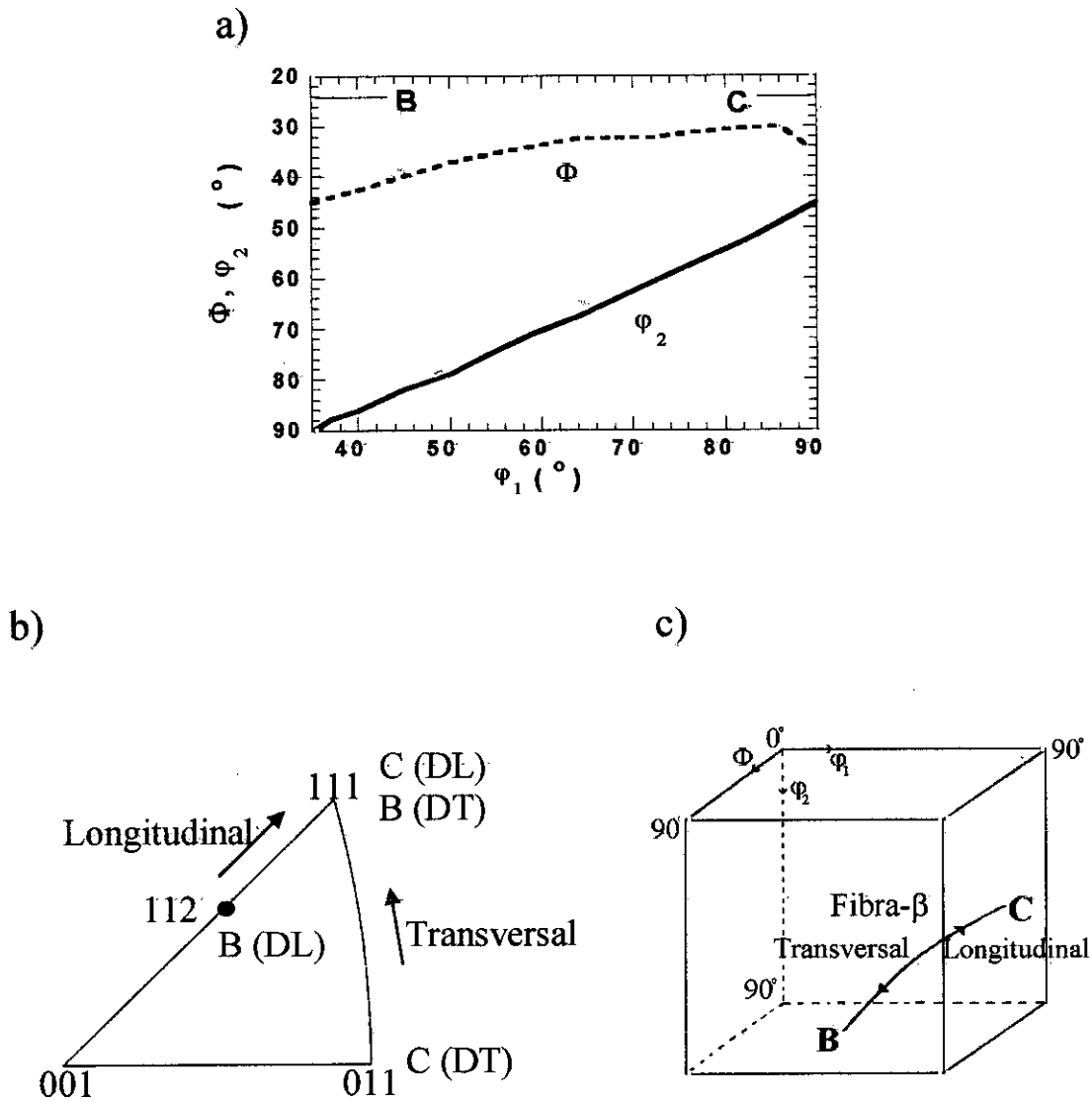


Fig. 4 Descripción de la equivalencia entre los movimientos del eje de tracción a) Ángulos de Euler que corresponden a las orientaciones situadas a lo largo de la fibra β . b) Triángulo estereográfico inverso: las DL de las orientaciones situadas a lo largo de la fibra β están situadas en la frontera [001]-[111], entre los polos [112] y [111]. Las DT están situadas a lo largo de la frontera [011]-[111]. c) Evolución de la componente principal de la textura a lo largo de la fibra β . En ensayos longitudinales, la componente principal evoluciona hacia la componente C; en ensayos transversales la componente principal evoluciona hacia la componente B.

Es bien conocido que las aleaciones 2090 y 8090 recrystalizan de forma continua [145-147]. La actuación del deslizamiento cristalográfico como mecanismo de deformación durante la deformación superplástica es una característica común de las tres aleaciones (Al-5%Ca-5%Zn, 2090 y 8090) estudiadas. Además, el deslizamiento cristalográfico tiene lugar en todas ellas en menos de cinco sistemas de deslizamiento (uno o dos) tanto en condiciones superplásticas como no superplásticas. Se propone que este comportamiento durante la deformación está íntimamente relacionado con el fenómeno de recrystalización continua y se puede generalizar a todas las aleaciones superplásticas que recrystalizan de forma continua.

4.2 Supral 2004

4.2.1 Resultados

En las Figs.5 y 6 se muestran la microestructura y la microtextura del material de partida, respectivamente. Ambas corresponden al plano definido por la dirección de la última laminación (este material fue procesado por laminación cruzada) y la dirección normal (Plano DL-DN). La micrografía de electrones retrodispersados revela una dispersión de partículas θ (Al₂Cu) gruesas en una matriz de (sub)granos de tamaño fino alargados en la dirección de la última laminación. La microtextura se representa mediante la FDO (cortes $\varphi_1 = \text{cte.}$). Las componentes principales de la textura y los ángulos de Euler correspondientes se muestran en la Tabla II. Las componentes principales son la componente de latón (B), $\{011\} \langle 211 \rangle$ y dos componentes muy próximas a ésta, $\{011\} \langle 533 \rangle$ (B(R₁)) y $\{011\} \langle 322 \rangle$ (B(R₂)). La componente B pertenece a las fibras α y β y las otras dos componentes pertenecen a la fibra α , ya que el plano de laminación coincide con el plano $\{011\}$. Se han escrito por separado las distintas variantes simétricas de las componentes detectadas, designadas con los subíndices 1 y 2.

Componente	Orientación ideal	φ_1	Φ	φ_2
B ₁	(0 1 1)[2 $\bar{1}$ 1]	35°	45°	0°
B ₂	(1 1 0)[1 $\bar{1}$ 2]	55°	90°	45°
B(R ₁) ₁	(0 1 1)[5 $\bar{3}$ 3]	40°	45°	0°
B(R ₁) ₂	(1 1 0)[3 $\bar{3}$ 5]	50°	90°	45°
B(R ₂) ₁	(0 1 1)[3 $\bar{2}$ 2]	45°	45°	0°
B(R ₁) ₂	(1 1 0)[2 $\bar{2}$ 3]	45°	90°	45°

Tabla II Componentes principales (incluidas variantes simétricas) de la textura de partida de la aleación Supral 2004, nomenclatura que se utilizará para designar cada una de ellas y ángulos de Euler correspondientes.

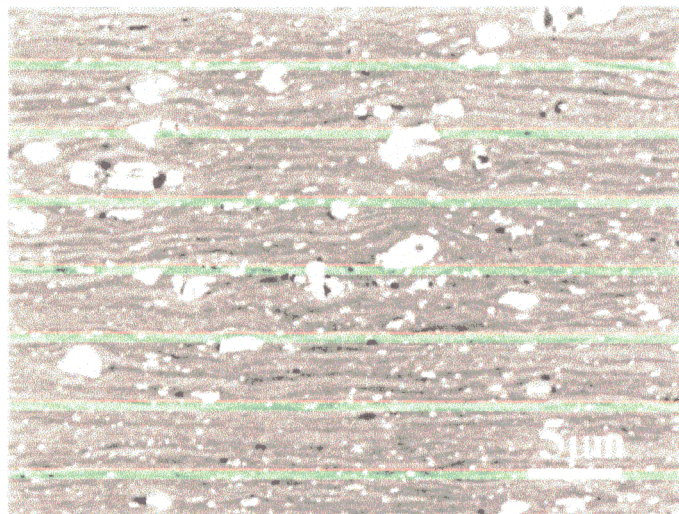


Fig. 5 Microestructura de la aleación Supral 2004 en estado de recepción.

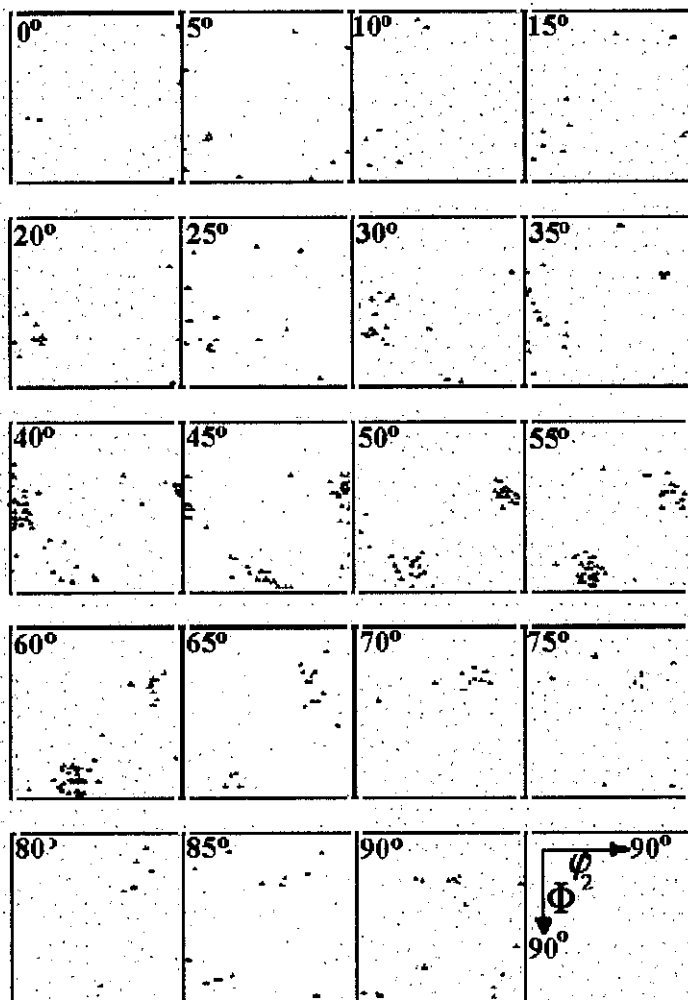
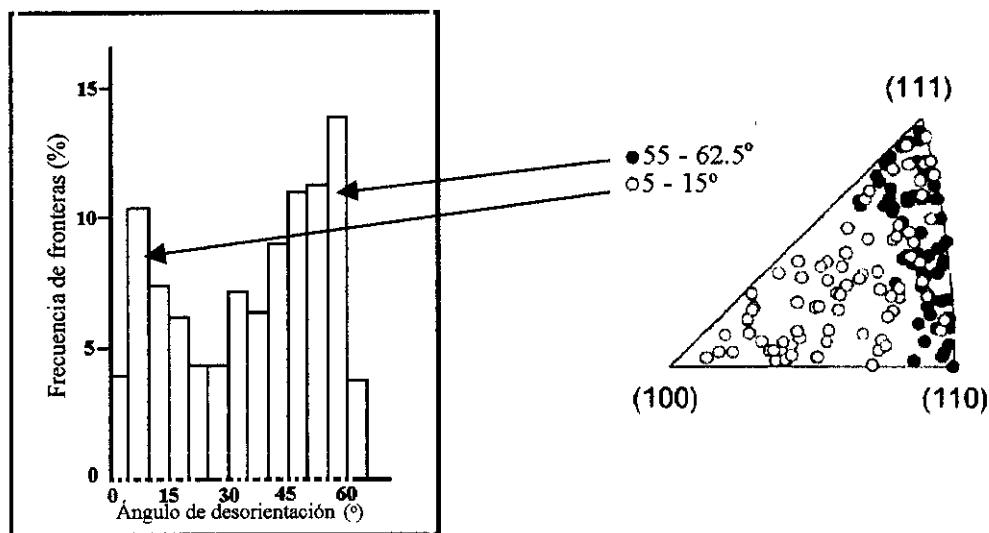


Fig. 6 Microtextura de la aleación Supral 2004 en estado de recepción. (Secciones $\phi_1 = \text{cte.}$ de la FDO)

En la Fig.7 se ha representado el histograma de desorientación correspondiente al material de partida y el triángulo estereográfico inverso en el cual se ha dibujado la posición de los ejes de rotación correspondientes las fronteras más frecuentes en la microestructura de la aleación Supral 2004. La naturaleza bimodal del histograma de desorientación indica que las fronteras más frecuentes son las que tienen una desorientación de 55° - 60° (fronteras de ángulo alto) y aquellas con una desorientación comprendida entre 5° y 15° (fronteras de ángulo intermedio). Los ejes de desorientación

correspondientes a fronteras de ángulo alto se han dibujado con círculos llenos y los ejes correspondientes a fronteras de ángulo intermedio se han representado con círculos vacíos. Se puede observar que los primeros están distribuidos a lo largo del arco $[011]$ - $[111]$ del



triángulo, mientras que los segundos están dispersados a lo largo de toda la superficie del mismo.

Fig. 7 Histograma de desorientación correspondiente a la aleación Supral 2004 en estado de recepción.

En la Fig.8 se ha representado la microestructura, la microtextura y la distribución de fronteras de la aleación Supral 2004 recocida a 450°C durante 30 min. Las medidas han sido tomadas en los tres planos ortogonales definidos respectivamente por la dirección de laminación (la última) y la dirección transversal (plano DL-DT), la dirección de laminación y la dirección normal (plano DL-DN) y la dirección transversal y la dirección normal (plano DT-DN). Se pueden observar diferencias claras en la forma de los granos en los tres planos de observación. Estas diferencias se atribuyen al alargamiento de los granos en la dirección de laminación y a la formación de granos con forma de "pancake" debido a la laminación cruzada, como se muestra de forma esquemática en la Fig.9. La microtextura medida en cada plano se muestra en la Fig.8. mediante las figuras de polos directas (111), (011), y (001). Los datos de microtextura son idénticos en los tres planos y revelan la

presencia de una textura tipo latón, igual que la del material de partida. Las componentes principales de la textura, calculadas mediante la FDO, son las mismas que las del material de partida. La retención de la textura durante tratamientos térmicos indica que este material recrystaliza de forma continua (Gibbs II), lo que es consistente con observaciones publicadas en trabajos previos [69]. La distribución de fronteras de grano es de carácter bimodal en los tres planos. Se ha encontrado recientemente que esta distribución de fronteras es también característica de materiales que recrystalizan de forma continua [65]. Al igual que en el caso de la aleación Al-5%Ca-5%Zn las fronteras más frecuentes en Supral 2004 son las fronteras de ángulo alto (ahora con desorientación entre 55° y 60°) y las fronteras de ángulo intermedio, con desorientación entre 5° y 15° . Sin embargo, existen también ciertas diferencias entre los histogramas de desorientación correspondientes a los tres planos de observación. La frecuencia de fronteras de ángulo alto aumenta desde aproximadamente un 12% en el plano DL-DT, hasta un 15% en el plano DL-DN y hasta un 18% en el plano DT-DN. Por otro lado, la frecuencia de fronteras de ángulo intermedio permanece constante en los tres planos, siendo igual a 12% o 13%.

En la Fig. 10 se muestra la posición de los ejes de rotación correspondientes a fronteras con desorientación entre 55° y 60° y entre 5° y 15° en el material recocido a 450°C durante 30 min. Los datos fueron obtenidos en el plano DL-DN. Los ejes correspondientes a fronteras de ángulo alto están distribuidos en la región del triángulo próxima al arco $[011]$ - $[111]$ y los ejes correspondientes a fronteras de ángulo intermedio están situados al azar en el interior del triángulo, como ocurría en el material de partida.

El incremento en la frecuencia de fronteras de ángulo alto (aumenta la altura del pico correspondiente) indica que a lo largo del camino trazado para la adquisición de datos (ver parte experimental) el número relativo de fronteras de ángulo alto encontradas es 12/12 en el plano DL-DT, 15/12 en el plano DL-DN y 18/12 en el plano DT-DN. Esta observación sugiere un modelo idealizado de la microestructura, que se ha dibujado en la Fig. 11, formado por granos en forma de “pancake” o ladrillo. En el esquema de la microestructura se ha dibujado mediante una línea de puntos una porción del “camino” seguido durante la adquisición de datos en cada plano de observación. Tomando el mismo camino en cada plano, se ha escalado el tamaño de los granos de forma consistente con los números relativos de fronteras de ángulo alto que revelan los histogramas de

desorientación. Por tanto, a lo largo del camino dibujado, se cruzarían 4, 5 y 6 fronteras de ángulo alto en los planos DL-DT, DL-DN y DT-DN, respectivamente.

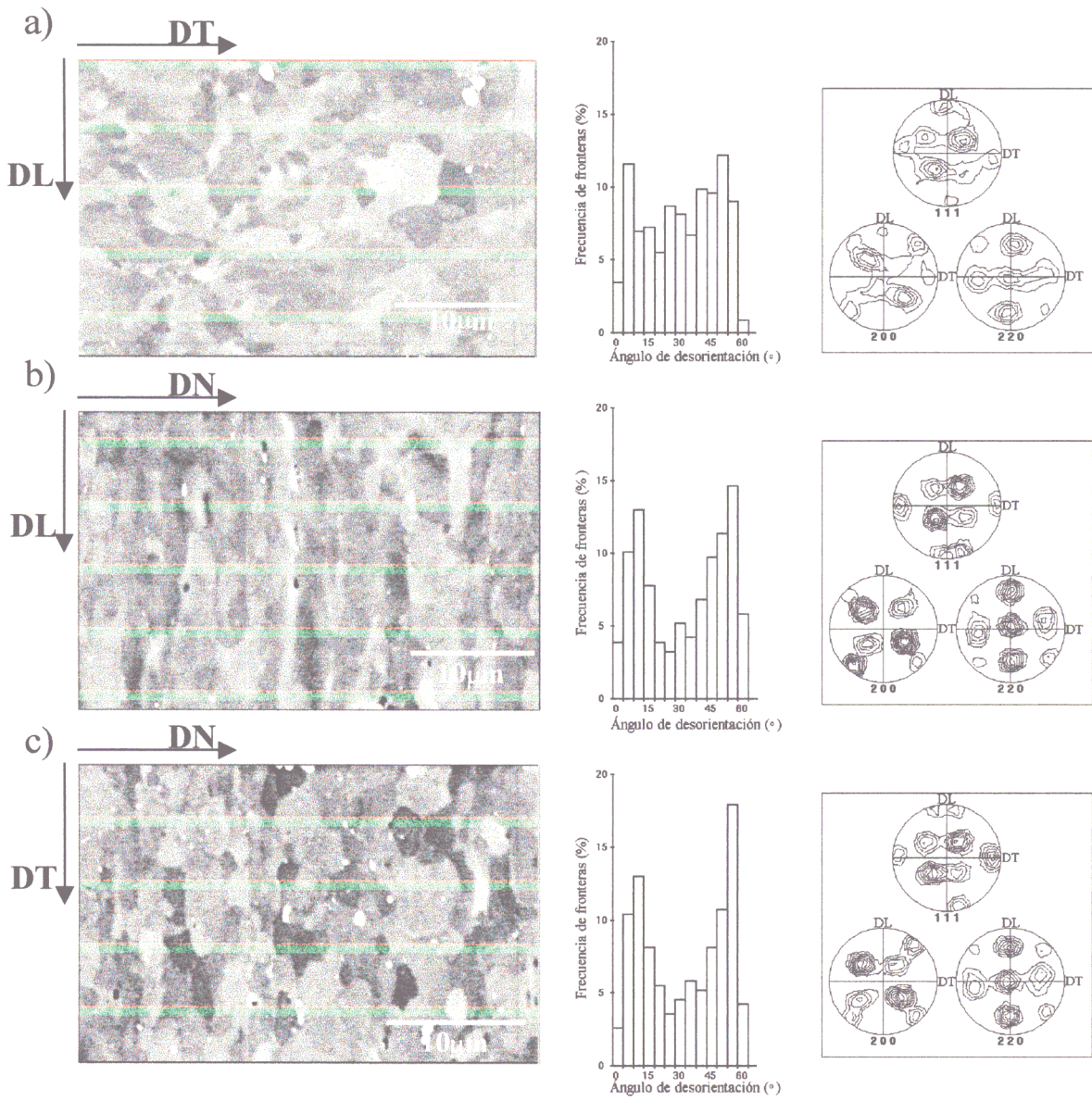


Fig. 8 Aleación Supral 2004 recocida a 450°C durante 30 min. Microestructura y microtextura correspondientes a los planos (a) DL-DT, (b) DL-DN y (c) DT-DN.

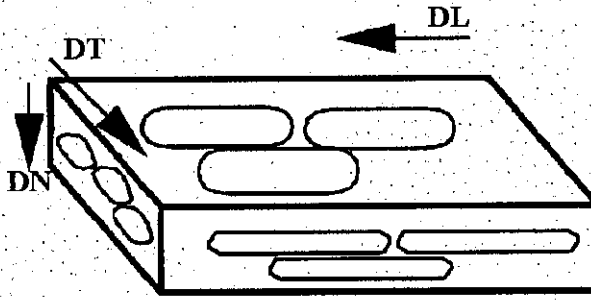


Fig. 9 Modelo de microestructura formada por granos con forma de pancake. Se han dibujado las secciones de los granos que corresponden a los tres planos ortogonales DL-DT, DL-DN y DT-DN.

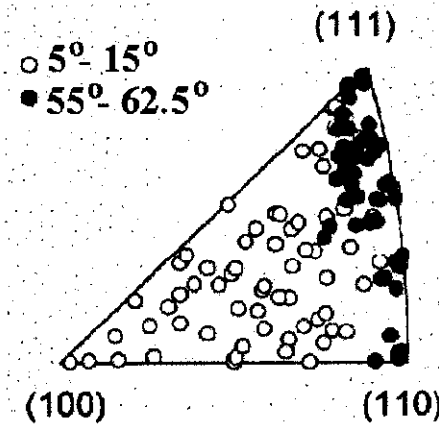


Fig. 10 Posiciones de los ejes de rotación de las fronteras más frecuentes en Supral 2004 recocido a 450°C durante 30 min. (Plano DL-DN).

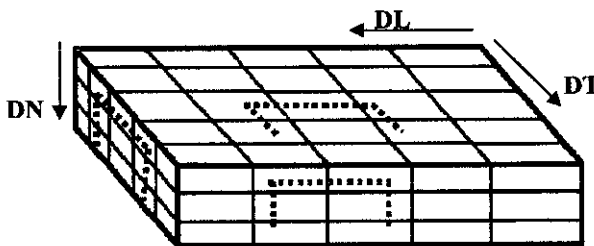


Fig. 11 Microestructura ideal en la que se muestran las proporciones relativas de fronteras de ángulo alto correspondientes a los tres planos ortogonales DL-DT, DL-DN y DT-DN.

En la Fig.12 se muestra la microtextura y los histogramas de desorientación correspondientes a la aleación Supral 2004 recocida a 450°C durante 12 h (Fig.12a) y a 480°C durante 30 min (Fig.12b). La textura inicial se retiene en ambos casos y la distribución de fronteras de grano sigue siendo bimodal. Sin embargo, después de un recocido más severo tienen lugar cambios importantes en la microestructura de esta aleación. La Fig.13 muestra la microestructura, la microtextura y los histogramas de desorientación correspondientes a los tres planos ortogonales DL-DT, DL-DN y DT-DN de la aleación Supral 2004 recocida a 480°C durante 6h. Después de este tratamiento tan severo ha tenido lugar un elevado crecimiento de grano. Tanto la microtextura como la distribución de fronteras son muy similares en los tres planos de observación. Además, la textura es completamente diferente a la del material de partida. Está formada por una componente tipo-cubo claramente definida, característica de procesos de recrystalización discontinua. La distribución de fronteras es similar a una distribución al azar o tipo Mackenzie, en la que las fronteras más frecuentes son aquéllas con desorientación comprendida entre 45° y 50°. Este cambio de textura revela que la aleación Supral 2004 recrystaliza de forma discontinua durante tratamientos térmicos severos.

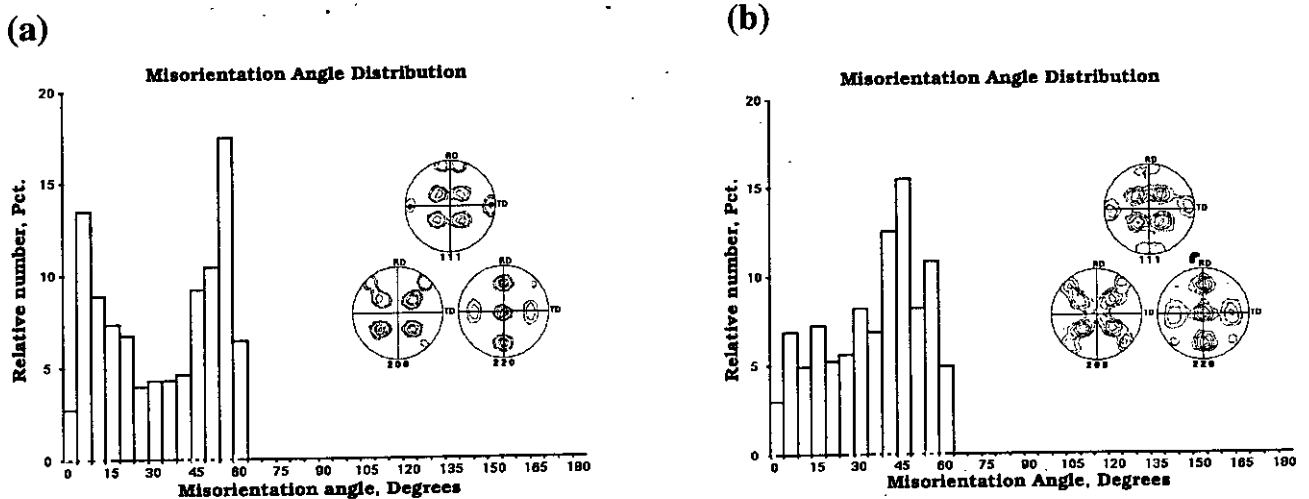
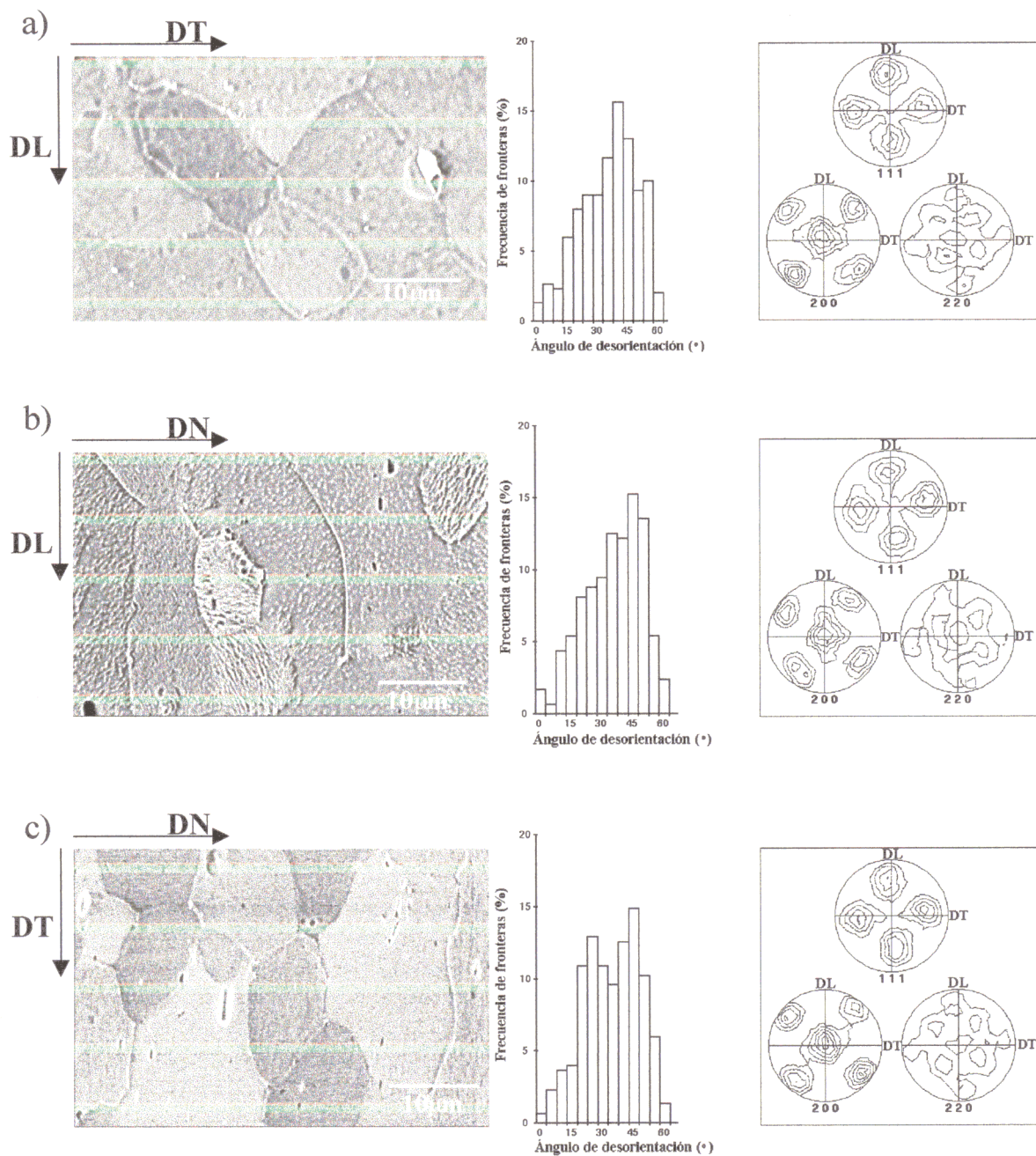


Fig. 12 Microtextura de la aleación Supral 2004 recocida (a) a 450°C durante 12 h y (b) a 480°C durante 30 min.



En la Tabla 2.3 se han resumido las características mecánicas (máxima tensión y alargamiento a rotura) de la aleación Supral 2004 deformada en tracción a 10^{-2} s^{-1} a lo largo de las direcciones longitudinal (L) y transversal (T). El alargamiento a rotura aumenta y la tensión máxima disminuye con la temperatura. El comportamiento mecánico es similar cuando se ensaya en las direcciones longitudinal y transversal aunque, en general, los alargamientos son algo mayores al ensayar en la dirección transversal. Este efecto es muy patente a 480°C : al ensayar en la dirección longitudinal el alargamiento alcanzado es 555% y al ensayar en la dirección transversal el alargamiento es aproximadamente 1000%. Esta variación de la ductilidad se atribuye a condiciones particulares del ensayo y no a características microestructurales específicas.

Temperatura ($^\circ\text{C}$)	Direcc.	Máxima tensión (MPa)	Alargamiento a rotura (%)
280	L	82	107
	T	86	118
380	L	29	220
	T	28	311
480	L	14	555
	T	12	1074

Tabla 4.3 Comportamiento mecánico (máxima tensión y alargamiento a rotura) de la aleación Supral 2004 deformada en tracción a 10^{-2} s^{-1} en las direcciones longitudinal (L) y transversal (T).

En la Fig.14 se muestra la microtextura y la distribución de fronteras correspondiente a la aleación Supral 2004 deformada a 10^{-2} s^{-1} y a 280°C en las direcciones longitudinal (L) (Fig.14a) y transversal (T) (Fig.14b). La microtextura se representa mediante las figuras de polos directas (111), (011) y (001). Los alargamientos a rotura alcanzados son 107% y 118% en las direcciones longitudinal y transversal, respectivamente, por lo que se puede considerar que estas condiciones de ensayo no pertenecen aún al rango superplástico. La textura del material de partida se retiene y se acentúa de forma dramática, como ocurría al deformar las aleaciones Al-Li y la aleación Al-5%Ca-5%Zn fuera del rango superplástico. La distribución de fronteras de grano es claramente bimodal, similar a la del material de partida, de forma que predominan fronteras de ángulo alto (55° - 60°) y fronteras de ángulo intermedio (5° - 15°). Sin embargo, la frecuencia de estas últimas es muy superior a la correspondiente al material de partida o al material tratado térmicamente: 20% en el ensayo longitudinal y 15% en el ensayo transversal. La Fig.14 incluye, además, dos triángulos estereográficos inversos en los cuales se ha representado la posición de los ejes de desorientación correspondientes a las fronteras más abundantes en la microestructura: las fronteras de ángulo alto se representan con círculos llenos y las de ángulo intermedio con círculos vacíos. Independientemente de la dirección de ensayo los ejes de desorientación correspondientes a fronteras de ángulo alto están situados a lo largo de la frontera [011]-[111] del triángulo y los ejes correspondientes a fronteras de ángulo intermedio están uniformemente distribuidos a lo largo de toda la superficie del triángulo. Sin embargo, en ensayos longitudinales los ejes correspondientes a fronteras de ángulo alto se agrupan principalmente en torno a la dirección [221] y en ensayos transversales se sitúan sobretudo a lo largo del arco delimitado por los polos [221] y [111].

En la Fig.15 se muestra la microtextura y la distribución de fronteras de grano correspondiente a ensayos longitudinales (Fig.15a) y transversales (Fig.15b) realizados a 10^{-2} s^{-1} y 380°C . En estas condiciones los alargamientos alcanzados son 220% y 311% en las direcciones longitudinal y transversal, respectivamente, por lo que se puede considerar que el material experimenta una deformación superplástica. Sin embargo, la textura tipo-Brass se retiene y aparece claramente definida. Los efectos de la elevada deformación que experimenta el material en estas condiciones de ensayo se hacen más patentes en la distribución de fronteras de grano. Aunque ésta sigue siendo bimodal, los dos picos no se distinguen tan claramente como en los ensayos a más baja temperatura. De hecho en los ensayos transversales el pico correspondiente a fronteras de ángulo intermedio es apenas perceptible. La posición de los ejes de desorientación en el triángulo estereográfico inverso es similar a la descrita anteriormente para los ensayos realizados a 280°C . Los ejes correspondientes a las fronteras de ángulo alto están distribuidos a lo largo del arco [011]-[111]. En los ensayos longitudinales se observa de nuevo una concentración de ejes en torno al polo [221]. Los ejes correspondientes a fronteras de ángulo intermedio están distribuidos al azar.

En la Fig.16 se han representado los datos de micro y mesotextura correspondientes a la aleación Supral 2004 deformada en las direcciones longitudinal y transversal a 10^{-2} s^{-1} y 480°C . A pesar de que los alargamientos alcanzados al ensayar en cada una de las direcciones son bien distintos (555% en la dirección longitudinal y 1074% en la dirección transversal), no se observan diferencias apreciables en los datos de micro y mesotextura en ambos casos. La textura se debilita de forma drástica, llegando prácticamente a desaparecer. Simultáneamente, la distribución de fronteras se aproxima a una distribución al azar o tipo MacKenzie. Curiosamente, aún después de deformaciones tan elevadas, los ejes de desorientación correspondientes a fronteras de ángulo alto (55° - 60°) siguen estando diseminados a lo largo del arco [011]-[111] y no están distribuidos al azar como cabría esperar si el material no tuviera textura.

4.2.2 Discusión

Los resultados descritos anteriormente permiten inferir que la evolución microestructural de la aleación Supral 2004 se puede englobar en el mismo patrón de comportamiento esbozado para las aleaciones Al-5%Ca-5%Zn, 2090 y 8090. Además, nuevos datos de micro y mesotextura ayudan a profundizar y completar determinados aspectos de este patrón de comportamiento.

En el estado de partida, la aleación Supral 2004 presenta una microestructura típica de laminación, con granos finos alargados en la dirección de laminación y una dispersión de partículas de segunda fase, Al_2Cu . La textura inicial es común a muchas aleaciones de aluminio fuertemente laminadas y está formada principalmente por tres componentes, $\{011\}\langle 211\rangle$ (B), $\{011\}\langle 533\rangle$ y $\{011\}\langle 322\rangle$, que pertenecen a la fibra α . La componente B está situada en la intersección entre las fibras α y β , y por tanto pertenece a ambas. Esta componente es característica de procesos de laminación en caliente [81-86] y las componentes $\{011\}\langle 533\rangle$ y $\{011\}\langle 322\rangle$ se han observado anteriormente en materiales procesados mediante laminación cruzada [87].

Puesto que la textura de partida está bien definida, se puede predecir que el pico del histograma de desorientación correspondiente a fronteras de ángulo alto representará a fronteras entre (sub)granos orientados según variantes simétricas de la textura. La relación entre la microtextura y la distribución de fronteras de grano del material de partida se representa en la Fig.17. En ella se han dibujado las figuras de polos directas (111) correspondientes a cada una de las variantes simétricas de las componentes principales de la textura, descritas en la Tabla 4.2. Así mismo, se han escrito los pares eje/ángulo correspondientes a la desorientación entre variantes simétricas de una misma componente y de distintas componentes. Por ejemplo, para hacer coincidir las redes cristalinas de dos (sub)granos orientados según las componentes B_1 y B_2 , habría que girar 60° alrededor de un eje $\langle 111\rangle$. Para las dos variantes simétricas de la componente $B(R_1)$ el par eje/ángulo es $\langle 332\rangle/60.6^\circ$ y para las dos variantes de la componente $B(R_2)$ el par es $\langle 552\rangle/62.7^\circ$. Así mismo, la desorientación entre las variantes B_1 y $B(R_2)_2$ viene representada por el par $\langle 221\rangle/60.6^\circ$. Se puede observar que todos los ángulos de desorientación entre variantes simétricas están comprendidos entre 60° y 62.7° . En la Fig.18 se ha representado la posición de los ejes de desorientación en el triángulo estereográfico inverso. Todos ellos están distribuidos exactamente sobre el arco $[011]-[111]$. Sin embargo, en el histograma de

desorientación el pico correspondiente a fronteras de ángulo alto está situado en el rango 55° - 60° y no en el rango 60° - 65° . Además, no todos los ejes de desorientación están localizados sobre el arco $[011]$ - $[111]$, sino en una región del triángulo próxima a este arco. Esto sugiere que las orientaciones reales de los (sub)granos son próximas a las componentes ideales mencionadas en la Tabla 4.2., pero en general no coinciden con ellas.

A continuación se describe el análisis que ha sido realizado para modelar la distribución de fronteras de grano bimodal del material de partida. Se supondrá que las orientaciones reales de los (sub)granos están distribuidas homogéneamente en los dominios del espacio de Euler dibujados en la Fig.19. Estos dominios se extienden a lo largo de la fibra α e incluyen todas las orientaciones ideales mencionadas en la Tabla 4.2 y otras orientaciones vecinas. Las dos variantes simétricas de todas las orientaciones se encuentran incluidas en dominios diferentes. Los pares eje/ángulo correspondientes a todas las combinaciones posibles de dos orientaciones pertenecientes a distinto dominio se han calculado utilizando el método descrito por Randle [66] con pequeñas modificaciones que se detallan en el capítulo 1.3. En la Fig.20 se muestra la localización de los ejes de desorientación obtenidos por este procedimiento en el triángulo estereográfico inverso. Estos ejes están situados a lo largo del arco $[011]$ - $[111]$, tanto sobre él como dentro del triángulo, de forma muy similar a la distribución de ejes obtenida experimentalmente (Fig.). Se ha encontrado que todos los ángulos de desorientación están comprendidos en el intervalo (47.5° - 62.7°). La cantidad relativa de fronteras correspondiente los rangos de desorientación (47.5° - 50°), (50° - 55°), (55° - 60°) y (60° - 62.8°) se muestra en la Tabla 4.4.

Rango de Desorientación	47.5° - 50°	50° - 55°	55° - 60°	60° - 62.8°
Frecuencia de Fronteras (%)	11%	22%	44%	23%

Tabla 4.4 Frecuencia relativa de fronteras correspondiente a cada rango de desorientación.

Las fronteras más abundantes son aquéllas con desorientación comprendida en el intervalo (55° - 60°). Esto está de acuerdo con la distribución de fronteras obtenida experimentalmente, que se muestra en la Fig.21.

Por tanto, se puede afirmar que durante el procesado termomecánico los (sub)granos rotan hasta alcanzar orientaciones estables a lo largo de las fibras α y β . Además, vecinos adyacentes rotan hacia variantes simétricas (no hay acumulación de fronteras de bajo ángulo en torno al eje $\langle 110 \rangle$, lo que ocurriría si fueran frecuentes las fronteras $B_1/B(R_1)_1$, $B_2/B(R_2)_2$, etc...). Esta distribución de variantes simétricas alternas se mantiene y se afianza durante tratamientos térmicos cuando el material recristaliza de forma continua. Así, la distribución de ejes correspondientes a fronteras con desorientación (55° - 60°) en el material recocido a 450°C durante 30 min es similar a la del material de partida. En el estudio de la aleación Al-5%Ca-5%Zn se observó que después de recocidos severos esta estructura de variantes simétricas alternas se hacía claramente patente. Por tanto, se puede concluir que el proceso de recristalización continua da como resultado una microestructura característica en la cual (sub)granos adyacentes están orientados según variantes simétricas de las componentes principales de la textura. En el interior de estas variantes hay una distribución de formaciones de dislocaciones que constituyen el pico del histograma de desorientación correspondiente a fronteras con desorientación intermedia.

Siguiendo una propuesta reciente de Hughes y Hansen [36] se ha simulado la distribución de fronteras con desorientación intermedia utilizando una función del tipo:

$$h(u) = a u^n \exp(-u^{n-1}), \quad (1)$$

donde u es el cociente entre la desorientación de un (sub)grano y la desorientación media de la microestructura (θ/θ_{av}), n es un exponente y a es una constante que representa la distribución de probabilidad de las formaciones de dislocaciones inducidas por deformación en un determinado metal severamente laminado. Hughes y Hansen encontraron que este tipo de funciones simulaban bastante bien las distribuciones de fronteras de ángulo intermedio observadas si se utilizaban valores de θ_{av} comprendidos entre 10° y 15° . En este trabajo de investigación se ha encontrado que la función que mejor se ajusta a los datos experimentales tanto del material de partida (Fig) como del material recocido a 450° durante 30 min (plano DL-DN) (Fig.) es la distribución de Rayleigh,

$$h(u) = a u^{n-1} \exp(-u^n). \quad ()$$

La bondad del ajuste ha sido evaluada mediante el parámetro R. Los valores de θ_{av} , n y a que proporcionan el mejor ajuste son, respectivamente, los siguientes: 15.7°, 2, -0.77. La desorientación media es ligeramente superior a la obtenida por Hughes y Hansen al estudiar monocristales de Al, Ni y Ta severamente laminados. Esto no es sorprendente puesto que la presencia de fronteras de ángulo intermedio es una característica específica, ya bien documentada [65,111], de aleaciones que recrystalizan de forma continua. La bondad de este ajuste se puede observar en la Fig. donde se ha representado la distribución de fronteras de ángulo intermedio correspondiente al material de partida y al material recocido a 450°C durante 30 min y la distribución de Rayleigh con los parámetros θ_{av} , n y a iguales a 15.7°, 2, -0.77, respectivamente.

Si se integra la distribución de Rayleigh entre 0° y 45° se obtiene la cantidad relativa de fronteras de ángulo intermedio, que resultó ser igual a 38%. El 62% restante son fronteras de ángulo alto de distinta desorientación, cuyas proporciones relativas se muestran en la Tabla 4.4. Así pues, teniendo en cuenta tanto las contribuciones de las fronteras de ángulo alto entre variantes simétricas como la distribución de formaciones de dislocaciones que predice la función de distribución de Rayleigh, se puede construir el histograma de desorientación modelo que se muestra en la Fig., el cual se ajusta bastante bien a los histogramas correspondientes al Supral 2004 de partida y recocido a 450°C durante 30 min.

Se propone que el modelo de microestructura esbozado en la Fig. y la simulación de la distribución de fronteras de grano descrita son aplicables a las aleaciones que recrystalizan de forma continua.

La evolución de la textura de la aleación Supral 2004 durante tratamientos térmicos revela que este material recrystaliza de forma continua en un determinado rango de temperaturas (retención de la textura de partida) y tiempos de tratamiento, pero si las condiciones son severas el proceso de recrystalización es discontinuo (aparición de la componente tipo-cubo). Si la microestructura inicial es la misma (igual desorientación media, igual movilidad de las fronteras, igual energía de la intercara), ¿no contradice este cambio de comportamiento el modelo de Humphreys?

La evolución de la microestructura de la aleación Supral 2004 durante la deformación presenta numerosas semejanzas con la evolución de las aleaciones Al-5%Ca-5%Zn, 2090 y 8090. Es necesario tener en cuenta que todos los ensayos en la aleación Supral 2004 se realizaron a una velocidad rápida, 10^{-2} s^{-1} . La duración del ensayo a 480°C más el tiempo de estabilización de la temperatura no fue un tiempo superior a dos horas, y por tanto el “tratamiento térmico” al que estuvo el material durante la deformación no fue suficientemente severo como para que tuviera lugar un proceso de recristalización discontinua. Por tanto, se supondrá que durante la deformación tiene lugar una recristalización continua dinámica. La textura tipo latón inicial se retiene en todas las condiciones de ensayo analizadas. Después de deformar a 380°C , ensayo en el que se alcanza un alargamiento a rotura de más de 300% en la dirección transversal, todavía la textura del material está claramente definida e incluso es más intensa que en el material de partida. Esto revela la importancia del deslizamiento cristalográfico en la deformación superplástica de esta aleación, al igual que ocurría en el resto de las aleaciones “continuas” analizadas. La contribución del deslizamiento cristalográfico disminuye a medida que aumenta la temperatura de ensayo, pero incluso a después de una deformación de 1000% a 480°C se observa la retención parcial de la textura inicial, ya muy débil. El deslizamiento de fronteras de grano compite con el deslizamiento cristalográfico en todas las condiciones de ensayo analizadas. Al igual que ocurría en la aleación Al-5%Ca-5%Zn se propone que a bajas temperaturas el deslizamiento de fronteras de grano origina simplemente un intercambio de granos, sin apenas rotación de éstos, lo que justifica la textura tan intensa que se obtiene después de una deformación de 300% a 380°C en la dirección transversal. En cambio, a medida que la temperatura aumenta, el deslizamiento de fronteras de grano empieza a tener una componente de rotación aleatoria importante, lo que contribuye a reducir de forma apreciable la intensidad de la textura.

La estabilidad de la componente de latón, $\{011\}\langle 211 \rangle$ (B), después de una laminación en caliente es aún hoy en día un tema de debate en la comunidad científica. Las simulaciones de la evolución de la textura durante un proceso de laminación que hacen uso de los modelos clásicos de plasticidad policristalina [77-78] predicen que la componente B es inestable y tiene que rotar hacia otras orientaciones estables durante la

deformación. Sin embargo, experimentalmente se ha demostrado que la componente B aparece frecuentemente en aleaciones laminadas en caliente y en este trabajo de investigación se ha comprobado que esta componente es estable durante la deformación en tracción de la aleación Supral 2004 en condiciones superplásticas y no superplásticas. Lo mismo ocurre, por ejemplo, en la zona II de la aleación 2090. Se han propuesto varias explicaciones de este fenómeno en la literatura, que se resumen en la sección 4.1.3. La estabilidad de la componente B se atribuye, básicamente, bien a la presencia de granos vecinos orientados según variantes simétricas de la textura [77-79, 92-96], o bien a la activación de sistemas de deslizamiento distintos de los $\{111\} \langle 011 \rangle$ [81-82] o bien a la elevada sensibilidad a la velocidad de deformación del material [86,98], que no se tiene en cuenta en modelos clásicos de plasticidad policristalina. En la aleación Supral 2004 se ha demostrado que (sub)granos vecinos están orientados según componentes simétricas de la textura. No necesariamente están juntos (sub)granos orientados según variantes simétricas de la *misma* componente de la textura (por ejemplo, fronteras B_1/B_2), sino que también existen fronteras que separan (sub)granos orientados según variantes simétricas de distintas componentes (por ejemplo, fronteras $B_1/B(R_2)_2$). Esto se pone de manifiesto en que los ejes de desorientación correspondientes a fronteras desorientadas en el rango (55° - 60°) están distribuidos a lo largo del arco $[011]$ - $[111]$ (Figs.) y no se acumulan únicamente alrededor de los polos $\langle 111 \rangle$, $\langle 332 \rangle$ y $\langle 552 \rangle$ que son los ejes de desorientación de fronteras B_1/B_2 , $B(R_1)_1/B(R_1)_2$ y $B(R_2)_1/B(R_2)_2$, respectivamente. Se propone que la presencia de fronteras entre variantes simétricas es la causa de la estabilidad de la textura de latón de la aleación Supral 2004 durante la deformación.

En la Tabla 2.5 se encuentran los factores de Schmid correspondientes a las distintas variantes de las principales componentes de la textura para los ensayos en las direcciones longitudinal y transversal. Se puede observar que existen siempre dos sistemas de deslizamiento que poseen los mayores valores del factor de Schmid (iguales y con distinto signo), excepto en el caso de las componentes B_1 y B_2 , en las cuales hay 6 sistemas de deslizamiento con el mismo valor del factor de Schmid (de uno u otro signo). Por tanto, prácticamente en todos los casos existen dos sistemas que se activan preferentemente durante la deformación. La estabilidad de la textura de latón se conseguiría con la activación de sólo dos sistemas de deslizamiento. En caso de que se activasen 4, 6 u 8 sistemas se habrían originado las texturas de fibra $\langle 110 \rangle$, $\langle 111 \rangle$ y

$\langle 100 \rangle$, respectivamente. Se propone que la microestructura especial característica de aleaciones que recrystalizan de forma continua, formada por (sub)granos adyacentes orientados según variantes simétricas, es capaz de acomodar localmente la deformación con sólo dos sistemas de deslizamiento.

Según Hirsch [79] si dos variantes simétricas de la componente B están en contacto en la dirección normal, se originan tensiones iguales y opuestas que condicionan la deformación y dan lugar a una rotación de esta componente a lo largo de la fibra β . Este autor afirma también que dos variantes simétricas de la componente de cobre, $\{112\}\langle 111 \rangle$ (C) en contacto en la dirección normal, son capaces de acomodar localmente la deformación y hacer que la componente permanezca estable mediante la activación de menos de cinco sistemas de deslizamiento. Por tanto, la evolución de la textura de todas las aleaciones estudiadas durante la deformación (movimiento de orientaciones a lo largo de la fibra β , estabilidad de las orientaciones tipo-C y tipo-B) se puede explicar si en todas ellas existe una microestructura formada por (sub)granos adyacentes orientados según variantes simétricas de las componentes de la textura.

Se propone que el proceso de recrystalización continua proporciona la microestructura adecuada para que tenga lugar la deformación por deslizamiento cristalográfico compatible mediante la actuación de menos de cinco sistemas de deslizamiento.

Componente	Dirección	(111)			$(\bar{1}\bar{1}1)$			$(\bar{1}11)$			$[0\bar{1}\bar{1}]$	$(1\bar{1}1)$	
		$[01\bar{1}]$	$[\bar{1}01]$	$[1\bar{1}0]$	$[0\bar{1}\bar{1}]$	$[101]$	$[\bar{1}10]$	$[01\bar{1}]$	$[101]$	$[\bar{1}10]$		$[\bar{1}01]$	$[110]$
B ₁	L	-0.272	-0.136	0.408	0	0	0	0.272	-0.408	0.136	0	-0.272	0.272
	T	-0.272	0	0.272	0	0.272	-0.272	0.272	-0.272	0	0	0	0
B ₂	L	-0.408	0.136	0.272	-0.136	0.408	-0.272	0	0	0	-0.272	0.272	0
	T	0	0.272	-0.272	-0.272	0	0.272	0	0	0	0.272	-0.272	0
B(R ₁) ₁	L	-0.284	-0.094	0.379	0	0.075	-0.075	0.284	-0.379	0.094	0	-0.208	0.208
	T	0.284	-0.313	0.028	0	-0.075	0.075	-0.284	-0.028	0.313	0	0.208	-0.208
B(R ₁) ₂	L	-0.379	0.094	0.284	-0.094	0.379	-0.284	0.075	-0.075	0	-0.208	0.208	0
	T	0.021	0.231	-0.252	-0.231	-0.021	0.252	0.071	-0.071	0	0.324	-0.324	0
B(R ₂) ₁	L	-0.288	-0.072	0.360	0	0.120	-0.120	0.288	-0.360	0.072	0	-0.168	0.168
	T	0.238	-0.209	-0.029	0	0.109	-0.109	-0.238	0.029	0.209	0	0.348	-0.348
B(R ₂) ₂	L	-0.360	0.072	0.288	-0.072	0.360	-0.288	0.120	-0.120	0	-0.168	0.168	0
	T	0.029	0.209	-0.238	0.209	-0.029	0.238	0.109	-0.109	0	0.348	-0.348	0

Tabla 2.5 Factores de Schmid correspondientes a las variantes de las principales componentes de la textura para ensayos en las direcciones longitudinal (L) y transversal (T).

Capítulo 5

UNA ALEACIÓN DISCONTINUA: SKI5083

Es conocido que la aleación ski 5083 utilizada en este trabajo de investigación recrystaliza de forma discontinua [65]. El objetivo de este capítulo es mostrar la evolución microestructural de esta aleación durante la deformación en condiciones superplásticas y no superplásticas con el fin de comprobar si presenta las mismas pautas de comportamiento que se han observado en otras aleaciones superplásticas que recrystalizan de forma continua.

5.1 Resultados

En la Fig.1 se muestra la microestructura y la micro y mesotextura de partida de la aleación ski 5083. La microestructura está formada por granos equiaxiales de $8.9 \mu\text{m}$ de tamaño, partículas gruesas de Al_8Mg_5 y una dispersión de partículas finas (submicrométricas) de Al_6Mn . La microtextura se representa mediante las figuras de polos directas (111), (011) y (100). La textura del material es muy débil, pero se puede distinguir una leve componente de latón, $\{011\}\langle 211\rangle$. La distribución de fronteras de grano es consistente con esta observación y se asemeja mucho a una distribución tipo MacKenzie, con un máximo correspondiente a fronteras con un ángulo de desorientación de 45° .

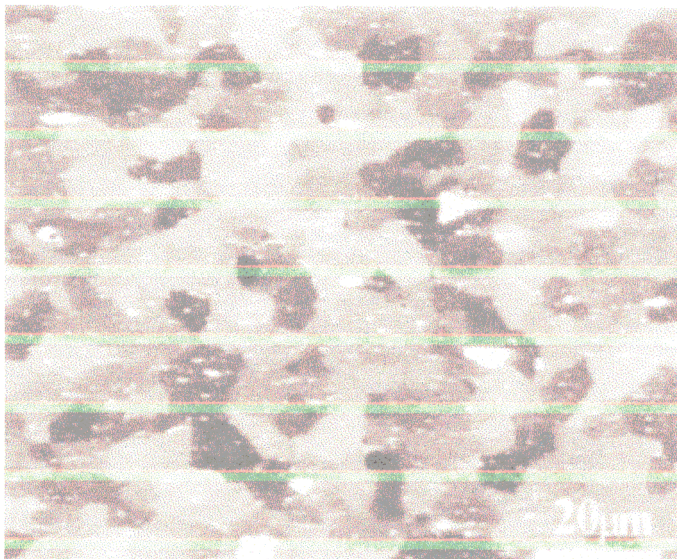


Fig. 1 Microestructura y microtextura de la aleación ski 5083.

En la Fig.2 se muestra la microestructura y la microtextura de partida de la aleación 5083 después de un recocido a 535°C durante 30 min. Los (sub)granos, que conservan una forma equiaxial, experimentan un crecimiento apreciable. El tamaño medio es ahora 12.3 μm . Esto sugiere que las fronteras de grano presentes en el material de partida poseen una movilidad elevada y que la fracción de volumen de dispersoides es insuficiente para retardar la migración de las fronteras a esta elevada temperatura ($\approx 0.8 T_f$). Durante el recocido aparece una textura de cubo bien definida (véase la agrupación de orientaciones en torno al centro de la figura de polos (100)), $\{001\}\langle 100\rangle$. La distribución de fronteras de grano es similar a la del material de partida. La formación de la textura de cubo confirma que durante el recocido tiene lugar un proceso de recristalización discontinua [83].

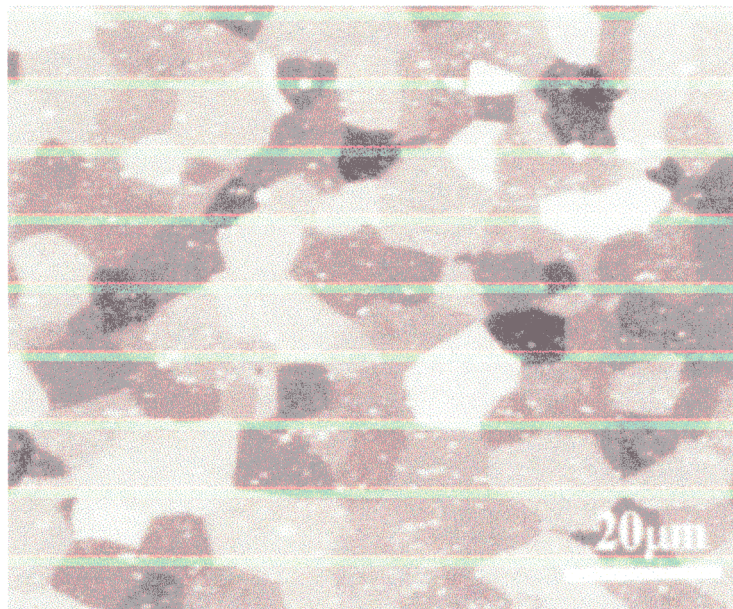
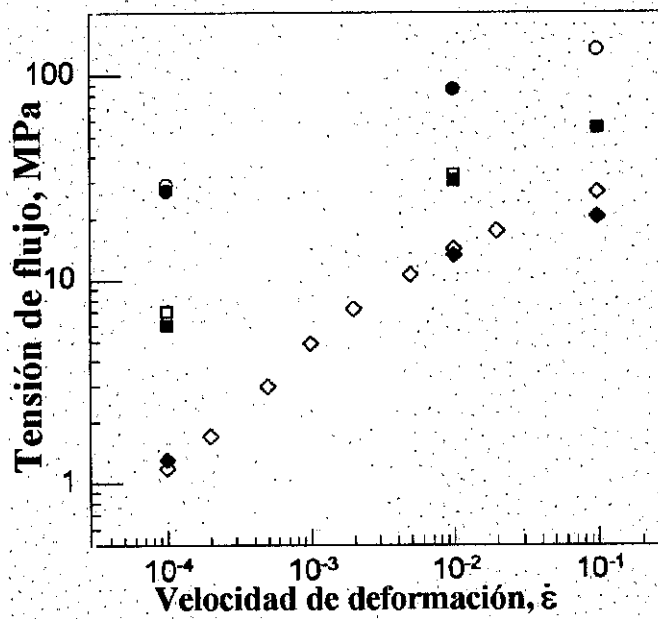


Fig. 2 Microestructura y microtextura de la aleación ski5083 recocida a 535°C durante 30 min.

Las características mecánicas (alargamiento a rotura y máxima tensión) de la aleación ski 5083 correspondientes a ensayos realizados a velocidades de deformación comprendidas en el intervalo (10^{-4} s^{-1} - 10^{-1} s^{-1}) y a las temperaturas de 335°C, 435°C y 535°C en las direcciones longitudinal y transversal se resumen en la Fig.3. El alargamiento a rotura disminuye y la tensión máxima aumenta a medida que aumenta la velocidad de deformación y disminuye la temperatura de ensayo. Los máximos alargamientos se alcanzan a velocidades lentas, del orden de 10^{-4} s^{-1} y a 535°C. No existen diferencias claras entre el comportamiento mecánico en los ensayos longitudinales y en los transversales.

a)



b)

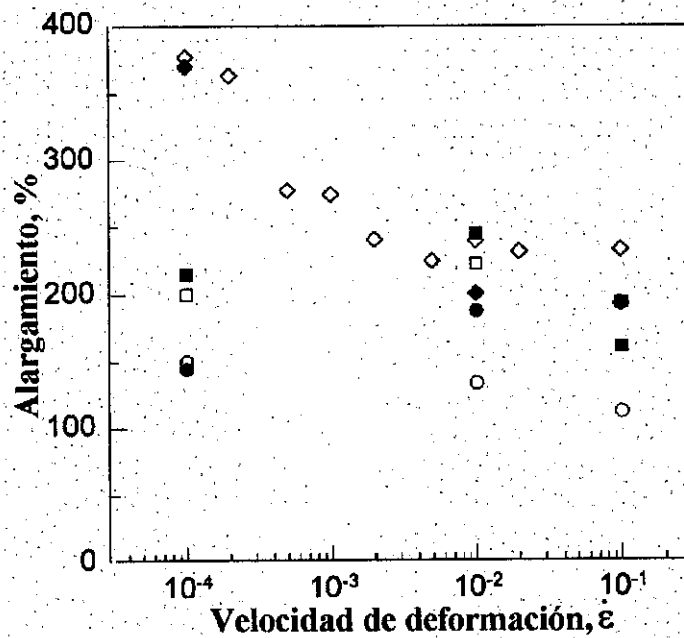


Fig. 3 Tensión de flujo y alargamiento a rotura de la aleación ski 5083 deformada en tracción a velocidades de deformación comprendidas en el intervalo (10^{-4} s $^{-1}$ - 10^{-1} s $^{-1}$) y a las temperaturas de 335°C, 435°C y 535°C en las direcciones longitudinal y transversal.

En la Fig.4 se muestran los datos de micro y mesotextura correspondientes a la aleación ski 5083 deformada a 335°C y 10^{-2} s^{-1} en la dirección longitudinal. En estas condiciones el alargamiento a rotura es 133%, por lo que se puede considerar que el material no se encuentra en régimen superplástico. Durante la deformación tiene lugar la aparición de una ligera textura de fibra $\langle 111 \rangle$, es decir, las direcciones cristalinias $\langle 111 \rangle$ tienden a alinearse con el eje de tracción. La aparición de una ligera componente de cubo, $\{001\}\langle 100 \rangle$, indica que el material recristaliza de forma discontinua durante la deformación. La distribución de fronteras presenta dos máximos: uno correspondiente a fronteras desorientadas entre 5° y 10° y otro correspondiente a fronteras de ángulo alto desorientadas entre 45° y 50° . En los triángulos estereográficos inversos se ha dibujado la posición de los ejes de desorientación correspondientes a las dos clases de fronteras mencionadas. En ambos casos los ejes están distribuidos al azar a lo largo de toda la superficie del triángulo estereográfico.

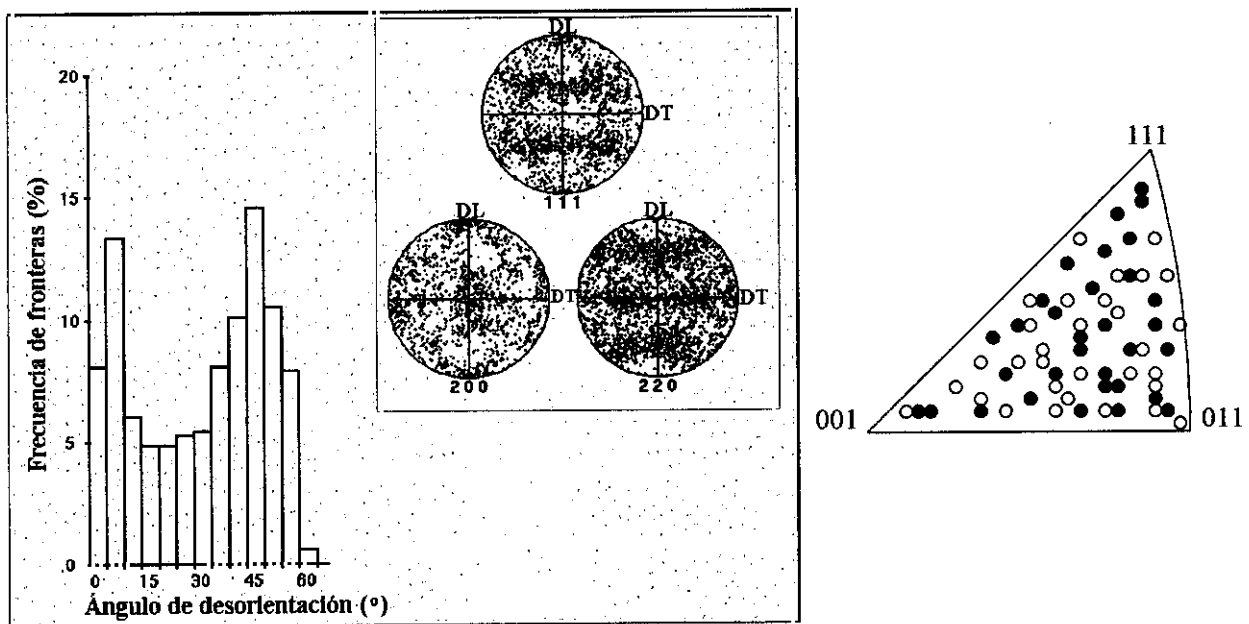


Fig. 4 Micro y mesotextura de la aleación ski 5083 deformada a 335°C y 10^{-2} s^{-1} en la dirección longitudinal. En los triángulos estereográficos inversos se ha dibujado la posición de los ejes de desorientación correspondientes a fronteras desorientadas entre 5° y 10° (círculos vacíos) y a fronteras de ángulo alto desorientadas entre 45° y 50° (círculos llenos).

Los datos de micro y mesotextura obtenidos al ensayar en la dirección transversal, Fig.5, en las mismas condiciones de temperatura y velocidad de deformación (335°C y 10^{-2} s^{-1}) revelan que los cambios microestructurales que tienen lugar son muy similares a los que ocurrían al ensayar a lo largo de la dirección longitudinal. El alargamiento a rotura es ahora 187% por lo que también se considerará que el ensayo tiene lugar en condiciones no superplásticas. Después de deformar aparece de nuevo una ligera textura de fibra $\langle 111 \rangle$ según la cual las direcciones cristalinas $\langle 111 \rangle$ tienden a alinearse con el eje de tracción, que es ahora la dirección transversal. Se observa también la existencia de una componente de cubo. La distribución de fronteras de grano también tiene dos máximos, correspondientes a fronteras desorientadas entre 0° y 10° y entre 45° y 50° . Los ejes de desorientación correspondientes a ambos tipos de fronteras están orientados al azar, como se puede ver en los triángulos estereográficos inversos incluidos en la Fig.5.

La evolución de la textura durante la deformación superplástica se ha representado en la Fig.6 mediante las figuras directas de polos (111), (110) y (100) (microtextura) e histogramas de desorientación (mesotextura). Los datos presentados corresponden a ensayos realizados a 535°C y 10^{-4} s^{-1} en las direcciones longitudinal (Fig.6a) y transversal (Fig.6b). Los alargamientos a rotura alcanzados en estas condiciones son aproximadamente 370% en ambas direcciones. La evolución microestructural es similar al ensayar en las direcciones longitudinal y transversal. En las figuras directas de polos, éstos están distribuidos homogéneamente, lo que indica que la textura después de la deformación es extremadamente débil. Sin embargo, todavía es apreciable una leve componente de cubo, $\{001\}\langle 100 \rangle$, que revela que durante la deformación ha tenido lugar un proceso de recristalización discontinua. La distribución de fronteras es tipo Mackenzie, con un único máximo correspondiente a fronteras desorientadas en torno a 45° y 50° .

5.2 Discusión

La textura del material de partida es muy débil, aunque se puede distinguir una componente de latón, $\{011\}\langle 211 \rangle$, típica de aleaciones de aluminio laminadas. El número de orientaciones individuales adquiridas para calcular la textura de este material fueron 500. Según Wright y Adams [67] el número mínimo de orientaciones necesario para obtener una representación fiable de la textura de un material es mayor cuanto más débil es

la textura. Por tanto, no se puede asegurar que el número de orientaciones utilizado sea suficiente para caracterizar la intensidad relativa de las distintas componentes de la textura. En cualquier caso, se puede afirmar que la textura de partida es débil y que está formada por componentes incluidas en la fibra β .

La aparición de una componente de cubo al tratar térmicamente la aleación 5083 tanto en condiciones estáticas como dinámicas (deformación a alta temperatura) confirma que esta aleación recrystaliza de forma discontinua. El proceso de recrystalización consiste, por tanto, en la formación y migración de fronteras de ángulo elevado.

La evolución microestructural de la aleación ski 5083 durante la deformación no se ajusta a las pautas observadas en aleaciones que recrystalizan de forma continua. En condiciones no superplásticas el mecanismo predominante es el deslizamiento cristalográfico. La formación de una textura de fibra es debida a la rotación de (sub)granos como consecuencia de la activación de seis sistemas de deslizamiento cristalográfico [109]. Esto es consistente con el criterio de Taylor [88], según el cual el número mínimo de sistemas necesarios para mantener la compatibilidad de la deformación entre granos adyacentes es 5. La aparición de un pico en el histograma de desorientación correspondiente a fronteras de ángulo bajo (0° - 15°) se atribuye a la formación de una subestructura resultante de la reorganización de las dislocaciones originadas durante la deformación.

En el régimen superplástico la evolución microestructural de la aleación ski 5083 se ajusta al modelo tradicional aceptado ampliamente en la comunidad científica [5]. El mecanismo de deformación predominante es el deslizamiento de fronteras de grano, entendido como rotación aleatoria de granos, que conduce al debilitamiento de la textura. La presencia de una componente de cubo después de la deformación revela que tiene lugar el proceso de recrystalización discontinua dinámica. Las medidas de textura indican que el deslizamiento cristalográfico no actúa como mecanismo de deformación en el régimen superplástico, como ocurre en las aleaciones que recrystalizan de forma continua.

Capítulo 6

CONCLUSIONES

En esta sección se resumen las aportaciones novedosas de este trabajo de investigación al conocimiento actual sobre la evolución microestructural de aleaciones superplásticas de aluminio durante los procesos de recristalización y deformación.

1. El proceso de recristalización continua consiste en la retención preferente de ciertas fronteras de ángulo alto que separan (sub)granos orientados según variantes simétricas de las principales componentes de la textura y en la eliminación progresiva del resto de las fronteras con desorientaciones superiores a 15° .
2. La evolución microestructural durante la deformación está condicionada por la naturaleza del mecanismo microscópico dinámico que tiene lugar. Se han observado dos modelos de comportamiento que corresponden a materiales que recristalizan de forma continua y discontinua.

(a) Aleaciones que recristalizan de forma continua

3. El deslizamiento cristalográfico y el deslizamiento de fronteras de grano son los mecanismos microscópicos responsables de la deformación tanto en condiciones superplásticas como no superplásticas. La importancia del deslizamiento de fronteras de grano aumenta con la temperatura, para una velocidad de deformación dada.
4. El mecanismo de deslizamiento de fronteras de grano tiene dos componentes, intercambio de granos y rotación aleatoria de los mismos, que coexisten en todas las condiciones de ensayo. A bajas temperaturas predomina el intercambio de granos, sin rotación de éstos. A medida que la temperatura aumenta el deslizamiento de fronteras de grano la componente de rotación se hace cada vez más importante.
5. El deslizamiento cristalográfico tiene lugar mediante la activación de menos de cinco sistemas de deslizamiento. No se cumpliría, por tanto, el criterio de Taylor, según el cual el número mínimo de sistemas de deslizamiento necesarios para asegurar la compatibilidad de la deformación entre granos vecinos es 5.

6. La distribución espacial local de los (sub)granos propiciada por la recristalización continua (granos adyacentes orientados según variantes simétricas de las componentes principales de la textura) permite asegurar la compatibilidad de la deformación mediante la activación de menos de 5 sistemas de deslizamiento.

(b) Aleaciones que recristalizan de forma discontinua

7. La evolución microestructural durante la deformación se rige por la descripción clásica tanto fuera como dentro del rango superplástico.
8. El deslizamiento cristalográfico es el mecanismo predominante durante la deformación fuera del rango superplástico. El deslizamiento cristalográfico tiene lugar en más de cinco sistemas de deslizamiento, por lo que se satisface el criterio de compatibilidad de Taylor.
9. El deslizamiento de fronteras de grano, que consiste en la rotación aleatoria de los granos, es el mecanismo predominante dentro del rango superplástico.

Bibliografía

1. I. S. Hori, M. Tokizane and N. Furushiro, Proc. Int. Conf. on Superplasticity in Advanced Materials, The Japan Society of Research on Superplasticity, Osaka, Japan (1991).
2. G.D. Bengough, *J. Inst. Metals*, 7, p. 123 (1912).
3. O.D. Sherby, T.G. Nieh y J. Wadsworth, *Materials Science Forum*, 170-172, p. 13 (1994).
4. C.E. Pearson, *J. Inst. Metals*, 54, p. 111 (1934).
5. T.G. Nieh, J. Wadsworth and O.D. Sherby, Superplasticity in Metals and Ceramics, Cambridge University Press, Cambridge, Reino Unido (1997).
6. R.Z. Valiev, A.V. Korznikov y R.R. Mulyukov, *Mater. Sci. Eng. A*, 168, p. 141 (1993).
7. F. Wakai, S. Sakaguchi y Y. Matsuno, *Adv. Cerm. Mater.*, 1, p. 259 (1986).
8. M.Y. Yu, J. Wadsworth y O.D. Sherby, *Scripta Metall.*, 18, p. 773 (1984).
9. V.K. Sikka, C.T. Liu y E.A. Loria, Processing of Structural Metals by Rapid Solidification, p.417, Ed. F.H. Froes S.J. Savage, American Society of Metals, Metals Park, Ohio (1987).
10. T.G. Nieh, C.A. Henshall y J. Wadsworth, *Scripta Metall.*, 18, p. 1405 (1984).
11. N. Ridley, Z.C. Wang y G.W. Lorimer, Proc. Int. Conf. on Superplasticity of Advanced Materials, Ed. by Materials Science Forum, Vol. 243-245, p. 669, Bangalore, India (1997).
12. E.D. Weisert y G.W. Stacher, Superplastic Forming of Structural Alloys, p. 273, Eds. N. Paton y C.H. Hamilton, TMS-AIME, Warrendale, Pasadena (1982).
13. N. Ridley, M.T. Salehi y J. Pilling, *Mater. Sci. Tech.*, 8, p. 791 (1992).
14. J. Pilling y N. Ridley, *Mater. Sci. Tech.*, 3, p. 353 (1987).
15. J. Ye y A. Dominguez-Rodriguez, *Scripta Metall.*, 33, p. 441 (1995).
16. F.R.N. Nabarro, *Phil. Mag. A*, 16, p. 231 (1967).
17. C. Herring, *J. Appl. Phys.*, 21, p. 437 (1951).
18. O.A. Ruano, J. Wadsworth, J. Wolfenstine y O.D. Sherby, *Mater. Sci. Eng. A*, 165, p.133 (1993).
19. J.W. Edington, K.N. Melton y C.P. Cutler, *Prog. Mater. Sci.*, 21, p. 61 (1976).
20. O.A. Kaibyshev, Proc. Int. Conf. on Superplasticity: 60 years after Pearson, p. 25, Ed. N. Ridley, Manchester, Reino Unido (1994).

21. M.G. Zelin y A.K. Mukherjee, *Mater. Sci. Eng. A*, 208, p. 210 (1996).
22. M.F. Ashby y R.A. Verrall, *Acta Metall.*, 21, p. 149 (1973).
23. K.A. Padmanabhan, Proc. Int. Conf. on Superplasticity in Advanced Materials, p. 3, Ed. by Materials Science Forum, Vol. 243-245, Bangalore, India (1997).
24. R.C. Gifkins, *Metall. Trans. A*, 7, p. 1225 (1976).
25. A. Ball y M.M. Hutchinson, *Met. Sci. J.*, 3, p. 1 (1969).
26. A.K. Mukherjee, *Mater. Sci. Eng. A*, 8, p. 83 (1971).
27. A. Arieli y A.K. Mukherjee, *Mater. Sci. Eng. A*, 45, p. 61 (1980).
28. T.G. Langdon, *Mater. Sci. Eng. A*, 137, p. 1, (1991).
- 29 R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D. Juul Jensen, M.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen y A.D. Rollet, *Mater. Sci. Eng. A*, 238/2, p.219 (1997).
- 30 F.J. Humphreys y M. Hatherly, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Elsevier Science Ltd., Oxford, Reino Unido (1995).
- 31 F. Haessner (Ed.), Recrystallization of Metallic Materials, 2ª Edición, Rieder-Verlag, Stuttgart (1978).
- 32 F.J. Humphreys, *Acta Mater.*, 45, p. 4231 (1997).
- 33 J. Gil Sevillano, P. van Houtte y E. Aernoudt, *Prog. Mater. Sci.*, 25, p. 69 (1981).
- 34 B.Bay, N. Hansen, D.A. Hughes y D. Kuhlman-Wilsdorf, *Acta Metall.*, 40, p. 205 (1992).
- 35 G. Winther, D. Juul Jensen y N. Hansen, *Acta Mater.*, 45, p. 5059 (1997).
- 36 G.I. Rosen, D. Juul Jensen, D.A. Hughes y N. Hansen, *Acta Metall.*, 43, p. 2563 (1995).
- 37 D.A. Hughes y N. Hansen, *Acta Mater.*, 45, p. 3871 (1997).
- 38 D.A. Hughes, Proc. Int. Conf. on Recrystallization and Related Phenomena ReX'96, p.171, Ed. T.R. McNelley, Monterey, California, EEUU (1996).
- 39 M.T. Pérez-Prado y T.R. McNelley, enviado para su publicación en *Scripta Metall.*
- 40 J. Hirsch y K. Lücke, *Acta Metall.*, 33, p. 1927 (1985).
- 41 E. Nes, Superplasticité, p. 71, Eds. B. Baudalet y M. Suéry, Centre National de la Recherche Scientifique, París (1985).
- 42 E. Hornbogen, *Metall. Trans. A*, 10, p. 947 (1979).
- 43 S.J. Hales, T.R. McNelley y H.J. McQueen, *Metall. Trans. A*, 22, p. 1037 (1991).

- 44 K. Tsuzaki, H. Xiaoxu y T. Maki, *Acta Mater.*, 44, p. 4491 (1996).
- 45 H. Gudmundsson, D. Brooks y J.A. Wert, *Acta Mater.*, 39, p. 19 (1991).
- 46 M.T. Lyttle y J.A. Wert, *J. Mat. Sci.*, 29, p. 3342 (1994).
- 47 A. Oscarsson, H.E. Ekström y B. Hutchinson, Proc. Int. Conf. Recrystallization '92, Ed. by Materials Science Forum, 113-115, p. 177 (1993).
- 48 F.J. Humphreys, *Acta Mater.*, 45, p. 5031 (1997).
- 49 M. Hillert, *Acta Metall.*, p. 227 (1965).
- 50 Proc. of the 10th Int. Conf. On Textures of Materials, pp. 1953, 1961, 1979, Ed. by Materials Science Forum, Vol. 157-162, Clausthal, Alemania (1994).
- 51 H.J. Kopinek, Proc. of the 10th Int. Conf. On Textures of Materials, p. 1929, Ed. by Materials Science Forum, Vol. 157-162, Clausthal, Alemania (1994).
- 52 B. Hutchinson, Proc. of the 10th Int. Conf. On Textures of Materials, p. 1917, Ed. by Materials Science Forum, Vol. 157-162, Clausthal, Alemania (1994).
- 53 F. Wever, *Z. Phys.*, 28, p. 69 (1924).
- 54 H.G. Brokmeier, Proc. of the 10th Int. Conf. On Textures of Materials, p. 59, Ed. by Materials Science Forum, Vol. 157-162, Clausthal, Alemania (1994).
- 55 M.N. Alam, M. Blackman, y D.W. Pashley, *Proc. of the Royal Society*, 221A, p. 224 (1954).
- 56 O. Daaland, y E. Nes, *Acta Metall.*, 44, N°4, p. 1389 (1996).
- 57 D.J. Dingley, *Scanning Electron Microscopy*, 11, p. 74 (1984).
- 58 V. Randle, B. Ralph, y D.J. Dingley, *Acta Metall.*, 36, p. 267 (1988).
- 59 H.J. Bunge, *Texture Analysis in Materials Science*, Butterworths, London (1982).
- 60 R.W. Cahn, in "Processing of Metals and Alloys", MST, Vol. 15, p. 429, VCH, Ed. R.W. Cahn (1996).
- 61 D. Ruer y R. Baro, *J. App. Cryst.*, 10, p. 458 (1967).
- 62 S. Matthies y G.W. Vinel, *Physica Status Solidi (b)*, 112, K111 (1982).
- 63 J. Imhof, *Tex. & Mic.*, 4, p. 189 (1982).
- 64 R.O. Williams, *J. App. Phys.*, 39, p. 4329 (1968).
- 65 K. Lücke, J. Pospiech, K.H. Virnich, y J. Jura, *Acta Metall.*, 29, p. 167 (1981).
- 66 S. Matthies, *Physica Status Solidi (b)*, 92, K135 (1979).
- 67 M.E. McMahon, *Grain Boundary Development in Superplastic Aluminum Alloys*, Tesis Doctoral, Naval Postgraduate School, Monterey, CA, Estados Unidos (1996).

- 68 V. Randle, *Microtexture Determination and its Applications*, The Institute of Metals, London, UK (1992).
- 69 S.I. Wright y B.L. Adams, *Textures and Microstructures*, 12, p. 65 (1990).
- 70 T. Watanabe, H. Fuji, H. Oikawa y K.I. Arai, *Acta Metall.*, 37, p. 941 (1989).
- 71 T.R. McNelley y M.E. McMahon, *Metall. Mater. Trans. A*, 28A, p. 1879 (1997).
- 72 M.L. Kronberg y F.H. Wilson, *Trans. Metall. Soc. A.I.M.E.*, 185, p. 501 (1949).
- 73 A.P. Sutton y R.W. Balluffi, *Acta Metall.*, 35, p. 2177 (1987).
- 74 T. Watanabe, Proc. Int. Conf. on Superplasticity in Advanced Materials, p. 21, Ed. A.K. Chokshi, Materials Science Forum, Vol. 243-245, Bangalore, India (1997).
- 75 S. Ranganathan, *Acta Cryst.*, 21, p. 197 (1966).
- 76 D.G. Brandon, *Acta Metall.*, 14, p. 1479 (1966).
- 77 J.K. MacKenzie, *Biometrika*, 45, p. 229 (1958).
- 78 J. Hirsch y K. Lücke, *Acta Metall.*, 36, p. 2863 (1988).
- 79 J. Hirsch y K. Lücke, *Acta Metall.*, 36, p. 2883 (1988).
- 80 J. Hirsch y K. Lücke, *Acta Metall.*, 36, p. 2905 (1988).
- 81 J. Hirsch, *Mater. Sci. Tech.*, 6, p. 1048 (1990).
- 82 Y. Zhou, L.S. Tòth y K.W. Neale, *Acta Metall.*, 40, p. 2691 (1993).
- 83 Cl. Maurice y J.H. Driver, *Acta Metall.*, 45, p. 4627 (1997).
- 84 Cl. Maurice y J.H. Driver, *Acta Metall.*, 45, p. 4639 (1997).
- 85 O. Daaland y E. Nes, *Acta Metall.*, 44, p. 1389 (1996).
- 86 S. Panchanadeeswaran y D.P. Field, *Acta Metall.*, 43, p. 1683 (1995).
- 87 H.J. McQueen y H. Mecking, *Z. Metallkde.*, 78, p. 387 (1987).
- 88 O. Engler, P. Wagner, J. Savoie, D. Ponge y G. Gottstein, *Scripta Metall.*, 28, p. 1317 (1993).
- 89 A.W. Bowen, *Mat. Sci. Tech.*, 6, p. 1058 (1990).
- 90 G.I. Taylor, *J. Inst. Met.*, 62, p. 307 (1938).
- 91 E. Sachs, *Z. Ver. Dt. Ing.*, 72, p. 734 (1928).
- 92 T. Leffers, *Texturen in Forshung und Praxis*, Springer, Berlin (1969).
- 93 P. Van Houtte, *Acta Metall.*, 26, p. 591 (1978).
- 94 E. Aernoudt y P. Stüwe, *Z. Metallkde.*, 61, p. 128 (1970).
- 95 C.S. Lee, B.J. Duggan y R.E. Smallman, *Acta Metall.*, 41, p. 2265 (1993).
- 96 C.S. Lee y B.J. Duggan, *Acta Metall.*, 41, p. 2691 (1993).

- 97 T. Wang, B.L. Adams y P.R. Morris, *Metall. Mater. Trans. A*, 21, p. 2223 (1990).
- 98 R. Becker, *Acta Metall.*, 29, p. 1211 (1991).
- 99 B. Bacroix y J.J. Jonas, *Tex. & Mic.*, 8&9, p. 267 (1988).
- 100 L.S. Tòth, P. Gilormini y J.J. Jonas, *Acta Metall.*, 36, p. 3077 (1988).
- 101 F. Barlat, J.C. Brem y J. Liu, *Scripta Metall.*, 27, p. 1121 (1992).
- 102 O. Engler y K. Lücke, *Mater. Sci. Eng. A*, 148, p. 15 (1991).
- 103 D.H. Rogers y W.T. Roberts, *Z. Metallkde.*, 65, p. 100 (1974).
- 104 A.L. Dons y E. Nes, *mater. Sci. Tech.*, 2, p. 2 (1986).
- 105 K. Ito, R. Musick y K. Lücke, *Acta Metall.*, 31, p. 2137 (1983).
- 106 J. Hirsch y K. Lücke, *Acta Metall.*, 33, p. 1927 (1985).
- 107 J. Hirsch, E. Nes y K. Lücke, *Acta Metall.*, 35, p. 427 (1987).
- 108 D. Juul Jensen, *Acta Metall.*, 43, p. 4117 (1995).
- 109 O. Engler, H.E. Vatne y E. Nes, *Mater. Sci. Eng. A*, 205, p. 187 (1996).
- 110 R.E. Smallman y C.S. Lee, *Mater. Sci. Eng. A*, 184, p. 97 (1994).
- 111 C.N. Reid, *Deformation Geometry for Materials Scientists*, p. 138, Pergamon Press, New York (1973).
- 112 O.D. Sherby y J. Wadsworth, *Prog. Mater. Sci.*, 33, p. 169 (1989).
- 113 T.R. McNelley y M.E. McMahon, *Metal. Mater. Trans. A*, 28A, p. 1879 (1997).
- 114 J.W. Edington, K.N. Melton y C.P. Cutler, *Prog. Mater. Sci.*, 21, p. 61 (1976).
- 115 C.P. Cutler, J.W. Edington, J.S. Kallend y K.N. Melton, *Acta Metall.*, 22, p. 665 (1974).
- 116 K.N. Melton y J.W. Edington, *Scripta Metall.*, 8, p. 1141 (1974).
- 117 R.H. Bricknell y J.W. Edington, *Acta Metall.*, 27, p. 1303 (1979).
- 118 R.H. Bricknell y J.W. Edington, *Acta Metall.*, 27, p. 1313 (1979).
- 119 K.N. Melton, J.W. Edington, J.S. Kallend y C.P. Cutler, *Acta Metall.*, 22, p. 165 (1974).
- 120 K.A. Padmanabhan y K. Lücke, *Z. Metallkde.*, 77, p. 12 (1986).
- 121 K.A. Padmanabhan, J. Hirsch y K. Lücke, *J. Mat. Sci.*, 26, p. 5309 (1991).
- 122 Z. Jin y T.R. Bieler, *Proc. Int. Conf. on Superplasticity and Superplastic Forming*, Eds. A.K. Ghosh y T.R. Bieler, TMS, Warrendale, Pasadena, EEUU, (1998), in press.

- 123 Z. Jin y T.R. Bieler, Proc. Int. Conf. on Advances in Superplasticity and Superplastic Forming, p.121, Ed. N. Chandra, H. Garmestaniy R.E. Goforth, The Minerals, Metals & Materials Society (1993).
- 124 W. Fan, M.C. Chaturvedi, W.G. Goel y N.L. Richards, Proc. Int. Conf. on Superplasticity in Advanced Materials, p.563, Ed. by Materials Science Forum, Vols. 243-245, Bangalore, India (1997).
- 125 V.S. Levchenko, V.K. Portnoy y I.I. Novikov, Proc. Int. Conf. on Superplasticity in Advanced Materials, p.37, Eds. S. Hori, M. Tokizane, N. Furushiro, The Japan Society for Research on Superplasticity (1991).
- 126 B. Baudalet y J. Lian, Proc. Int. Conf. Superplasticity: 60 years after Pearson, p. 60, Ed. N. Ridley, The Institute of Materials, Manchester, Reino Unido (1994).
- 127 K. Tsuzaki, H. Matsuyama, M. Nagao y T. Maki, *Mater. Trans. JIM*, 31, p.983 (1990).
- 128 L. Qing, H. Xiaoxu, Y. Mei y Y. Jinfeng, *Acta Mater.*, 40, p.1753 (1992).
- 129 J. Liu y D.J. Chakrabarti, *Acta Mater.*, 44, p.4647 (1996).
- 130 P.L. Blackwell y P.S. Bate, *Metall. Trans. A.*, 24, p.1085 (1993).
- 131 P.S. Bate, *Metall. Trans. A*, 23, p.1467 (1992).
- 132 P.L. Blackwell y P.S. Bate, Proc. Int. Conf. Superplasticity: 60 years after Pearson, p. 183, Ed. N. Ridley, The Institute of Materials, Manchester, Reino Unido (1994).
- 133 R.H. Johnson, C.M. Parker, L. Anderson y O.D. Sherby, *Phil. Mag.*, 18, p.1309 (1968).
- 134 H. Naziri y R. Pearce, *J. Inst. Met.*, 98, p.71 (1970).
- 135 F. Li, W.T. Roberts y P.S. Bate, *Scripta Metall.*, 29, p.875 (1993).
- 136 D.S. McDermid, A.W. Bowen y P.G. Partridge, *Mater. Sci. Eng.*, 64, p.105 (1984).