



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

**ESTUDIO Y MODELADO DE LA MICROESTRUCTURA DE LA**  
**ALEACIÓN A5083 PROCESADA POR CORRUGADO-PLANCHADO**  
**REPETITIVO**

T E S I S

**QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:**  
**MAESTRO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES**

**P R E S E N T A:**  
**IQM. CARLOS ALBERTO DE LA TRINIDAD BENÍTEZ**

**TUTOR PRINCIPAL**

Dr. José Gonzalo González Reyes  
Instituto de Investigaciones en Materiales

**MIEMBROS DEL COMITÉ TUTOR**

Dr. José Bernardo Hernández Morales  
Facultad de Química

Dr. Armando Ortiz Prado  
Facultad de Ingeniería

**MÉXICO, CDMX, Mayo 2021**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

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

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

## **AGRADECIMIENTOS:**

A mi mamá Silvia Benítez y mi hermana Karen De la Trinidad porque sin ellas no estaría donde estoy, gracias por hacerme compañía, escucharme y darme su apoyo incondicional, a ustedes les debo este logro.

A mi familia, quienes estaban al pendiente de mí, en especial a mi abuelo Ismael Benítez quien fue una inspiración y un ejemplo a seguir y a mi primo Luis Vázquez por sus consejos.

A mi tutor principal, el Dr. José Gonzalo González Reyes por ayudarme y guiarme para llevar a cabo el presente trabajo y ponerme el ejemplo de cómo ser un gran investigador.

A los miembros del comité tutor, el Dr. Bernardo Hernández y el Dr. Armando Ortiz por su apoyo y disposición.

Al Dr. José María Cabrera, por el recibimiento y el apoyo de mi estancia de investigación, así como su conocimiento compartido.

Al Dr. José Antonio Barrera, por sus consejos y apoyo en mi vida académica.

Al equipo técnico y alumnos del IIM: M.C. Eliezer Hernández, Ing. Carlos Flores, M.C. Adriana Tejeda, M.C. Liliana Romero y David.

A mis amigos de la maestría: Sharon Rojas, Mariana Valdez, Fernanda Pascacio y Sebastián Espinosa, fueron excelentes compañeros e hicieron más divertida y enriquecedora toda esta etapa.

De igual forma agradezco a mis viejas amistades que me apoyaron en esta etapa: Sergio Venegas, Gerardo Guerrero, Amauri Bautista, Angélica López, Yareli Hernández, Linette Rojas, Aldair Brito, Eduardo García, Sergio Elizalde y Marco Ezequiel.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la beca de maestría otorgada.

## ÍNDICE

Índice de figuras .....	
Índice de tablas.....	
Resumen .....	1
Abstract .....	2
<b>I. Introducción .....</b>	<b>3</b>
Hipótesis .....	5
Objetivo general .....	6
Objetivos particulares .....	6
<b>II. Antecedentes y fundamentos teóricos .....</b>	<b>7</b>
2.1 Serie 5xxx, efecto de los elementos de aleación y sus aplicaciones .....	7
2.2 Mecanismos de endurecimiento.....	9
2.3 Tratamientos térmicos.....	14
2.4 Deformación plástica severa .....	15
2.4.1 Deformación plástica severa en metales con estructura cubica centrada en las caras (FCC).....	17
2.4.2 Proceso de Corrugado-Planchado Repetitivo .....	18
2.4.3 Descripción del proceso de Corrugado-Planchado Repetitivo .....	18
2.5 Recuperación, recristalización y crecimiento de grano .....	21
<b>III. Modelado matemático .....</b>	<b>25</b>
3.1 Análisis del proceso metalúrgico a modelar .....	25
3.2 Ecuaciones de fenómenos de transporte aplicables al proceso.....	26
3.3 Propuesta de elaboración de modelo.....	30
3.4 Simplificaciones .....	32
3.5 Condiciones inicial y de frontera .....	33

3.6 Selección del método de solución.....	34
3.7 Diferencias finitas.....	34
3.8 Ecuaciones de solución .....	39
<b>IV. Metodología de trabajo .....</b>	<b>41</b>
4.1 Materiales y equipo.....	44
4.2 Simulación del proceso metalúrgico (transporte de energía) .....	46
4.2.1 Implementación del algoritmo computacional de solución utilizando Python .....	46
4.3 Desarrollo del Proceso.....	46
4.3.1 Laminación .....	46
4.3.2 Tratamiento térmico.....	47
4.3.3 Proceso Corrugado-Planchado Repetitivo (RCS).....	48
4.4 Caracterización cristalográfica y microestructural.....	51
4.4.1 Difracción de rayos X y figuras de polos.....	51
4.4.2 Determinación de esfuerzos residuales por difracción de rayos X.....	60
4.4.3 Termodifracción .....	64
4.4.4 Espectroscopía de Rayos X de Energía Dispersa (EDS) .....	66
4.5 Pruebas mecánicas.....	67
4.5.1 Ensayo de tracción uniaxial .....	67
<b>V. Resultados y discusión.....</b>	<b>69</b>
5.1 Simulación de la respuesta térmica .....	69
5.1.1 Validación mediante predicciones del programa/modelo.....	69
5.1.2 Efecto e independencia de la malla sobre la precisión del modelo....	70
5.1.3 Datos para la verificación del modelo .....	74
5.2 Caracterización cristalográfica y microestructural .....	79

5.2.1 Determinación de esfuerzos residuales por difracción de rayos X ....	79
5.2.2 Análisis de microestructura por termodifracción .....	82
5.2.3 Difracción de rayos X (Refinamiento de Rietveld) .....	87
5.2.4 Análisis de textura cristalográfica por difracción de Rayos X.....	97
5.2.5 Análisis de micro experimental SEM-EDS .....	105
5.3 Pruebas mecánicas.....	109
5.3.1 Ensayo de tracción uniaxial .....	109
<b>VI. Trabajos en colaboración .....</b>	<b>111</b>
6.1 Simulación por el método de elemento finito.....	111
6.1.1 Resultados de la simulación .....	112
<b>VII. Conclusiones .....</b>	<b>116</b>
<b>VIII. Perspectivas .....</b>	<b>117</b>
<b>IX. Referencias .....</b>	<b>118</b>
Anexo I: Recuperación, recristalización y crecimiento de grano: conceptos para profundizar el tema y aplicados en el modelo matemático .....	124
Anexo II: deformaciones medidas por difracción .....	143

## Índice de figuras

Figura 1. Esquema simplificado del movimiento de las dislocaciones. ....	10
Figura 2. Comparación de curvas esfuerzo-deformación en función de su porcentaje de aleación. ....	11
Figura 3. Esquema de la laminación en caliente. ....	13
Figura 4. Ejemplo de tratamiento térmico para promover recristalización parcial en una aleación Cu-Al-Mn [39]. ....	15
Figura 5. Esquema simplificado del proceso RCS. ....	19
Figura 6. Posibles geometrías de las matrices para el proceso RCS. ....	20
Figura 7. Alteración de la estructura del grano del metal policristalino como resultado de la deformación plástica. a) antes de la deformación los granos son equiaxiales. b) la deformación produce granos alargados. ....	21
Figura 8. Efecto del recocido de recristalización sobre la estructura y cambios de las propiedades metálicas de un metal trabajado en frío. ....	22
Figura 9. Efecto de la temperatura de recocido en la microestructura de los metales trabajados en frío. (a) Metal trabajado en frío, (b) después de la recuperación, (c) después de la recristalización y (d) después del crecimiento de grano. ....	23
Figura 10. Esquema del sistema acoplado con el perfil de temperatura en función del tiempo. ....	26
Figura 11. Representación esquemática del principio de Scheil [59,62]. ....	28
Figura 12. Esquema de la lámina de Aluminio dentro del horno. ....	30
Figura 13. Coordenadas del sistema a modelar. ....	31
Figura 14. Esquema del calentamiento de la lámina de Aluminio acoplado con su perfil térmico. ....	31
Figura 15. Derivada de una función por diferencias finitas [58]. ....	36
Figura 16. Discretización del paralelepípedo empleado en el modelo. ....	39
Figura 17. Diagrama general de la metodología de trabajo. ....	42
Figura 18. Material de llegada de la aleación A5083 cortadas para su posterior laminación. ....	44
Figura 19. Esquema simplificado de la laminación en frío [17]. ....	47
Figura 20. Tratamiento térmico para promover una recristalización parcial en la aleación A5083. ....	48
Figura 21. Perfil sinusoidal que poseen las matrices para el proceso RCS. ....	49
Figura 22. Ruta elegida para una repetición del proceso RCS. ....	50
Figura 23. Ley de Bragg. ....	51
Figura 24. Ejemplo de un difractograma de rayos X. ....	52
Figura 25. Orientación del plano basal (001) de un cristal hexagonal. ....	54
Figura 26. a) esfera unitaria. b) figura de polo (001). ....	54
Figura 27. Ejemplo de figura de polos mostrando las intensidades pertenecientes a cada estructura cristalina. ....	55
Figura 28. Esquema de un arreglo de difracción de rayos X para trazar una figura de polo. ....	56
Figura 29. ODF's generadas a partir de una fibra Beta teórica. ....	57
Figura 30. ODF's generadas a partir de una componente de textura tipo cubo teórica. ....	57
Figura 31. Representación de la ecuación fundamental en la figura de polo (100). ....	58
Figura 32. a) componentes de orientación (123) en el espacio de Euler reducido. b) mismas componentes de (a) graficadas con líneas de isointensidad en la sección $\psi^2$ ( $\Delta\psi^2$ igual a $5^\circ$ ) del espacio de Euler. ....	59
Figura 33. Dirección de medida en la difracción de rayos X. ....	61
Figura 34. Cámara de calentamiento para realizar termodifracción. ....	65
Figura 35. Principales elementos de un SEM con la capacidad de realizar EDS. ....	66
Figura 36. Microscopio de Barrido, BENCHTOP SEM (Modelo JCM6000). ....	66
Figura 37. Máquina Universal Instron 5500R. ....	67
Figura 38. Dimensiones de una probeta para ensayos de tracción uniaxial (cotas en mm). ....	68
Figura 39. Mapeo de temperaturas (distribución inicial). ....	69
Figura 40. Mapeo de temperaturas a un valor dado $t=50s$ . ....	70
Figura 41. Mapeo de temperaturas a un valor dado Número de nodos: 3 en cada dirección. ....	71

Figura 42. Mapeo de temperaturas a un valor Número de nodos: 5 en cada dirección.....	71
Figura 43. Mapeo de temperaturas a un valor Número de nodos: 9 en cada dirección.....	72
Figura 44. Mapeo de temperaturas con un valor $dt=10s$ .....	73
Figura 45. Mapeo de temperaturas con un valor $dt=1s$ .....	73
Figura 46. Mapeo de temperaturas con un valor $dt=0.1s$ .....	74
Figura 47. Respuesta térmica en la superficie de una lámina de aluminio: solución analítica (círculos naranjas) y numérica (círculos azules).....	76
Figura 48. Diámetro (en micras) de la microestructura modelada con un tratamiento térmico propuesto; (representación de un corte del plano z).....	77
Figura 49. Distribución del tamaño de grano modelada a partir del tratamiento térmico propuesto en un corte del eje z. ....	78
Figura 50. Muestras laminadas en frío para alcanzar un espesor de 1mm, en la imagen superior se observa una muestra sin tratamiento térmico y en la imagen inferior se observa una muestra con tratamiento térmico.....	79
Figura 51. Gradiente de deformaciones en el volumen analizado para una muestra laminada en frío hasta los 3mm de la aleación A5083. ....	81
Figura 52. Gradiente de deformaciones en el volumen analizado para una muestra laminada en frío hasta los 3mm y con un tratamiento térmico de la aleación A5083. ....	81
Figura 53. Difractogramas del pico (200) a diferentes temperaturas para la aleación A5083 sometida al proceso de laminación y al tratamiento térmico. ....	82
Figura 54. Difractogramas del pico (200) a diferentes temperaturas para la aleación A5083 sometida al proceso de laminación, al tratamiento térmico y a 2 pasos del proceso RCS. ....	82
Figura 55. Evolución térmica del ancho del pico (200) para la aleación A5083 sometida al proceso de laminación y al tratamiento térmico.....	83
Figura 56. Perfil térmico de la intensidad del pico (200) para la aleación A5083 sometida al proceso de laminación y al tratamiento térmico. ....	83
Figura 57. Evolución térmica del ancho del pico (200) para la aleación A5083 sometida al proceso de laminación, al tratamiento térmico y a 2 pasos del proceso RCS.....	85
Figura 58. Perfil térmico de la intensidad del pico (200) para la aleación A5083 sometida al proceso de laminación, al tratamiento térmico y a 2 pasos del proceso RCS.....	86
Figura 59. Difractograma de Rayos X de la muestra en su condición inicial (laminación) refinado con el método de Rietveld.....	87
Figura 60. Difractograma de Rayos X de la muestra sometida a los procesos de laminación y tratamiento térmico refinado con el método de Rietveld. ....	90
Figura 61. Difractograma de Rayos X de la muestra sometida a los procesos de laminación, tratamiento térmico y un paso de RCS (1RCS) refinado con el método de Rietveld. ....	92
Figura 62. Difractograma de Rayos X de la muestra sometida a los procesos de laminación, tratamiento térmico y dos pasos de RCS (2RCS) refinado con el método de Rietveld.....	94
Figura 63. Evolución de las figuras de Polos de los planos (111), (200) y (220) de la aleación A5083 sometida a un proceso para observar la evolución microestructural. ....	98
Figura 64. Evolución de las ODF's a diferentes cortes de $\phi_2$ de la aleación A5083 sometida a un proceso para observar la evolución microestructural. ....	99
Figura 65. Figuras inversas de polos de la aleación A5083 sometida a un proceso para observar la evolución microestructural. ....	101
Figura 66. Evolución en % de fracción de volumen de la componente de textura conocida como Fibra Beta en las diferentes etapas del proceso. ....	102
Figura 67. Evolución en % de fracción de volumen de la componente de textura conocida como textura "cubo" en las diferentes etapas del proceso. ....	103
Figura 68. Evolución en % de fracción de volumen de la componente de textura conocida como textura "brass" en las diferentes etapas del proceso.....	104
Figura 69. Micrografías de la evolución de la microestructura de la aleación A5083 en las diferentes etapas del proceso, imágenes tomadas a 200x.....	105
Figura 70. Micrografías de la evolución de la microestructura de la aleación A5083 en las diferentes etapas del proceso, imágenes tomadas a 1000x.....	106



Figura 71. Análisis de la composición química por EDS. a) Ejemplo de la trayectoria seguida para hacer el microanálisis. b) Ejemplo de los difractogramas generados para conocer la composición química. ....	107
Figura 72. Curvas Esfuerzo-Deformación de la aleación A5083 en diferentes etapas del proceso. ....	109
Figura 73. Ejemplo de láminas sometidas al proceso RCS para la aleación A5083, mostrando un acercamiento de la zona de periodicidad mínima que genera el estampado de la matriz. ....	113
Figura 74. Evolución de la distribución y estados de esfuerzos (de Von Mises) impartidos por el proceso RCS. ....	114
Figura 75. Zona de interés del estado de esfuerzos (de Von Mises) impartidos por el proceso RCS. ....	115
Figura 76. Alteración de la estructura del grano del metal policristalino como resultado de la deformación plástica. a) Antes de la deformación los granos son equiaxiales. b) La deformación produce granos alargados.....	125
Figura 77. Efecto del recocido de recristalización sobre la estructura y cambios de las propiedades metálicas de un metal trabajado en frío. ....	127
Figura 78. Poligonización en el Aluminio (Paredes estables de dislocaciones). ....	129
Figura 79. Fotomicrografías mostrando varias etapas de la recristalización y del crecimiento del grano del latón. (a) estructura del grano del material deformado en frío (33 % CW). (b) etapa inicial de la recristalización después de calentar durante 3 segundos a 580 °C. Los granos muy pequeños son los que han recristalizado. (c) reemplazo parcial de los granos con acritud por granos recristalizados (4 s a 580 °C). (d) recristalización completa (8 s a 580 °C). (e) crecimiento del grano después de 15 min a 580 °C. (f) crecimiento del grano después de 1° min a 700 °C. ....	131
Figura 80. Influencia de la temperatura de recocido sobre la resistencia a la tracción y sobre la ductilidad de un metal. Se representa el tamaño del grano en función de la temperatura de recocido. Estructura del grano durante la recuperación, recristalización y crecimiento del grano, tal como se muestra de forma esquemática.....	132
Figura 81. Curva general de fracción transformada contra tiempo a temperatura constante (ley de Avrami).....	136
Figura 82. Cinética de recristalización a 155°C de Aluminio ultrapuro, reducido 40% en frío. ....	137
Figura 83. Efecto de la temperatura de recocido en la microestructura de los metales trabajados en frío. (a) Metal trabajado en frío, (b) después de la recuperación, (c) después de la recristalización y (d) después del crecimiento de grano.....	138

## Índice de tablas

Tabla 1. Clasificación de las aleaciones de aluminio para el conformado mecánico.....	7
Tabla 2. Composición química nominal de la aleación A5083; % en peso. ....	8
Tabla 3. Distribución de las ecuaciones en el modelo matemático de acuerdo con su geometría. ..	40
Tabla 4. Matriz de experimentos del estudio microestructural de la aleación A5083.....	43
Tabla 5. Datos obtenidos con ayuda de las gráficas de Heisler y valores obtenidos con el programa basal realizado. ....	75
Tabla 6. Refinamiento de Rietveld para la aleación A5083 en su condición inicial (laminación)..	88
Tabla 7. Refinamiento de Rietveld para la aleación A5083 sometida a los procesos de laminación y tratamiento térmico.....	91
Tabla 8. Refinamiento de Rietveld para la aleación A5083 sometida a los procesos de laminación, tratamiento térmico y un paso de RCS.....	93
Tabla 9. Análisis de Rietveld para la aleación A5083 sometida a los procesos de laminación, tratamiento térmico y dos pasos de RCS.....	95
Tabla 10. Propiedades mecánicas de la aleación A5083 sometida al proceso RCS. ....	112
Tabla 11. Temperaturas de recristalización y fusión para diversos metales y aleaciones.....	133

## Resumen

Las aleaciones de aluminio de la serie 5xxx tienen varias aplicaciones debido a que combinan su capacidad de endurecimiento por deformación con buenas propiedades mecánicas. Por otro lado, hay un interés considerable en los métodos de deformación plástica severa, como el Corrugado-Planchado Repetitivo (RCS), debido a su capacidad para ser aplicados en láminas metálicas. Este proceso induce una deformación plástica por corte cíclico, con el fin de reducir el tamaño de grano y mejorar la resistencia mecánica de la aleación.

El objetivo de este trabajo es estudiar la evolución microestructural en la aleación A5083 sometida tanto a procesos térmicos como mecánicos, así como modelar el flujo de calor del tratamiento térmico al cual fue sometida dicha aleación. Para ello fue necesario determinar los tratamientos térmicos óptimos, predecir el tamaño de grano de la aleación, medir los esfuerzos residuales, caracterizar las fases secundarias presentes en el material, determinar la textura cristalográfica antes y después del proceso RCS y, por último, evaluar por medio de ensayos de tracción uniaxial la respuesta mecánica del material.

El modelo de flujo de calor se realizó por el método de diferencias finitas explícitas para una geometría rectangular en 3 dimensiones y en un estado no estacionario, mientras que los métodos de caracterización empleados fueron: microscopía electrónica de transmisión, espectroscopia de rayos X de energía dispersa, difracción de rayos X, figuras de polos, tensiones residuales por el método  $\sin^2 \psi$ , termodifracción y pruebas de tracción.

Como principales resultados se obtuvieron; la optimización del tratamiento térmico para lograr una recristalización parcial, la predicción el tamaño de grano (alrededor de 0.9 micras) y generar una estabilidad en el mismo con base en las fases secundarias presentes, así como la determinación de los esfuerzos residuales, la textura cristalográfica producidos por el proceso (componente *cubo* coexistiendo con la componente *brass*), así como una buena relación límite de cedencia-ductilidad desde el primer paso de RCS en la aleación A5083.

## Abstract

5xxx series aluminum alloys have several applications because they combine their deformation hardening capacity with good mechanical properties. On the other hand, there is considerable interest on severe plastic deformation methods, such as Repetitive Corrugated and Straightening (RCS), because of their ability to be applied to metal sheets. This process induces plastic deformation by cyclic cutting to reduce grain size and improve the mechanical strength of the alloy.

The main objective of this work was to study the microstructural evolution in the A5083 alloy under both thermal and mechanical processes, as well as to model the heat flow of the thermal treatment to which said alloy was subjected. For this purpose, it was necessary to determine the optimal thermal treatments, predict the grain size of the alloy, measure the residual stresses, characterize the secondary phases present in the material, determine the crystallographic texture before and after the RCS process and finally evaluate by uniaxial tensile tests the mechanical response of the material.

The heat flux model was performed by the explicit finite differences method for a rectangular geometry in 3 dimensions and in a nonstationary state, while the characterization methods used were: scanning electron microscope, energy dispersive spectrometry, X-ray diffraction, pole figures, residual stresses (using the  $\sin^2 \psi$  method), thermodiffraction and tensile tests.

The main results obtained were: optimization of heat treatment to achieve partial recrystallization, prediction of grain size (about 0.9 microns) and stabilization of the grain size based on the secondary phases present, as well as the determination of residual stresses, crystallographic texture produced by the process (*cube* component coexisting with the *brass* component), as well as a good yield-ductility limit ratio from the first step of RCS in alloy A5083.

## I. Introducción

A pesar de que el aluminio es el metal más abundante en la corteza terrestre, aproximadamente el 8.2 %, con un peso estimado entre  $10^{16}$  y  $10^{18}$  ton, solamente superado por el oxígeno y el silicio en su abundancia, el aluminio no es el metal con mayor producción por el hombre, es el segundo metal más utilizado en el mundo, solo detrás del acero. La razón física es debido a sus propiedades mecánicas, principalmente la resistencia a la tracción y el límite elástico, en donde el acero supera aproximadamente entre un 50 y 60% al aluminio en dichas propiedades, sin embargo, el aluminio es una excelente opción por sus propiedades: su peso ligero, alta resistencia, buena conductividad de la electricidad y el calor, su buena resistencia a la corrosión, incluyendo la resistencia al agua y los productos químicos, y su excelente reciclabilidad hace que este material sea muy demandado en diferentes sectores e industrias. Por esa razón, la demanda de este material aumenta en un 4 % cada año en todo el mundo <sup>[1]</sup>. Actualmente se sabe que las propiedades mecánicas de un metal o más generalmente de las aleaciones se rigen por su composición química y su microestructura, por tanto, es de gran importancia conocer los mecanismos de formación y crecimiento de grano, así como fenómenos asociados tales como la textura cristalográfica. La textura cristalográfica se refiere a la orientación predominante que adquieren un conjunto significativo de granos, y cuya orientación repercute en las propiedades físicas del material. Debido a los intereses científicos, tecnológicos e industriales, la microestructura y la textura cristalográfica se han estudiado ampliamente, principalmente de este último, se busca entender y predecir dicho fenómeno, sin embargo, aún no se ha entendido claramente <sup>[2]</sup>.

Hoy en día existen diferentes tecnologías y métodos para mejorar las propiedades mecánicas de las aleaciones metálicas sin penalizar otras propiedades físicas como la conductividad eléctrica o la resistencia a la corrosión, así como para controlar el crecimiento de grano. En los procesos industrialmente más comunes para la producción de láminas de aluminio se utilizan procesos de laminación para conformar mecánicamente al material, y tratamientos térmicos que permiten

modificar su microestructura para mejorar sus propiedades mecánicas, además, debido al advenimiento de nuevas tecnologías y la tendencia a hibridar propiedades para mejorar la eficiencia de un material, han surgido nuevos procesos como la deformación plástica severa que nos permiten alcanzar ese objetivo. Dado que se cuentan con metodologías para deformar severamente un material, se ve con interés desarrollar un nuevo proceso para promover la obtención de una textura cristalográfica, estudiar comportamientos mecánicos del material, y entendido esto, proponer procesos para mejorar sus propiedades mecánicas.

Por lo tanto, este trabajo tiene el propósito de explorar la termodinámica, la química y la ingeniería de materiales para desarrollar una propuesta que permita estudiar tanto a nivel térmico como mecánico, la evolución microestructural de la aleación A5083, así como propiciar una textura cristalográfica singular en el proceso de corrugado-planchado repetitivo.

Dada la complejidad del problema, se recurre a la elaboración de un modelo matemático que permita obtener los parámetros térmicos óptimos para la obtención de una microestructura que, aparentemente, no sufre cambios al ser sometida a un proceso térmico, y, sin embargo, es bastante sensible a procesos mecánicos; el uso de un programa para modelarlo elimina la elaboración de varios experimentos de laboratorio.

De igual forma, se recurre a una simulación realizada con el *software* comercial *SIMULIA Abaqus®* y en colaboración con el Laboratorio de Procesos e Ingeniería en Mecánica y Materiales (Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux o PIMM) de la Escuela Nacional Superior de Artes y Oficios (École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers o ENSAM), Paris, para demostrar la heterogeneidad del proceso mecánico.

## **Hipótesis**

Mediante el proceso de laminado y modelado el ciclo térmico en conjunto con el proceso RCS, es posible obtener una aleación de A5083 con una textura cristalográfica característica con una componente típica de recristalización coexistiendo con una componente típica de deformación, y, con un tamaño de grano submicrométrico, con una buena relación del límite de cedencia-ductilidad.

Mediante el mencionado tratamiento térmico controlado, se propiciará la formación fases secundarias que podrían ser importantes en la estabilidad de la textura cristalográfica y del tamaño de grano.

## **Objetivo general**

Estudiar la microestructura de la aleación A5083 procesada por corrugado-planchado repetitivo por técnicas de difracción de rayos X, microscopía electrónica y textura cristalográfica, así como modelar el flujo de calor del tratamiento térmico al cual fue sometida dicha aleación, con el propósito de evaluar el impacto de este proceso con la textura cristalográfica y relacionarla con algunas propiedades mecánicas.

## **Objetivos particulares**

- Determinar un tratamiento térmico que produzca una microestructura que sea muy favorable para procesos subsecuentes de deformación.
- Predecir el tamaño de grano de la aleación A5083 bajo las condiciones del proceso desarrollado.
- Determinar la distribución de los esfuerzos residuales en la aleación A5083.
- Caracterizar las fases secundarias presentes iniciales producto del proceso, así como evaluar su efecto en las propiedades mecánicas.
- Obtener una textura cristalográfica característica de recristalización (cubo) con otra(s) componente(s) producto del proceso desarrollado para la aleación A5083.
- Determinar propiedades mecánicas mediante ensayos de tracción uniaxial de la aleación A5083 antes y después de la obtención de una textura cristalográfica característica.

## II. Antecedentes y fundamentos teóricos

En este capítulo se abordarán los conceptos necesarios para entender y respaldar el presente trabajo, así como para justificar la experimentación realizada.

### 2.1 Serie 5xxx, efecto de los elementos de aleación y sus aplicaciones

El aluminio es considerado como un material del futuro por sus propiedades físicas y químicas: Su peso ligero, alta resistencia, buena conductividad térmica y eléctrica, su buena resistencia a la corrosión, y su excelente reciclabilidad hace que este material sea muy demandado en diferentes sectores e industrias.

Para diferenciar las diferentes aleaciones de aluminio, existen dos sistemas de clasificación para las aleaciones utilizados en el ámbito ingenieril, una de estas clasificaciones se enfoca en productos para el conformado mecánico y la otra en productos para fundición, en el presente trabajo se utilizará la primera clasificación la cual se muestra en la Tabla 1.

*Tabla 1. Clasificación de las aleaciones de aluminio para el conformado mecánico.*

Designación	Elemento de Aleación más importante
1XXX	Aluminio puro (99% de pureza o mayor)
2XXX	Cu
3XXX	Mn
4XXX	Si
5XXX	Mg
6XXX	Mg y Si
7XXX	Zn
8XXX	Otros elementos
9XXX	Serie poco usual

Con el objetivo de aumentar la resistencia mecánica en las aleaciones de aluminio, los elementos de aleación propician la formación de elementos en solución sólida, la



presencia de fases secundarias y/o la precipitación de partículas coherentes submicrométricas.

Las aleaciones de la serie 5xxx se endurecen por la coherencia, distancia entre precipitados y la densidad de estos, estos generalmente se presentan en solución sólida.

En este trabajo se estudió la aleación A5083, cuya composición nominal se muestra en la tabla 2.

*Tabla 2. Composición química nominal de la aleación A5083; % en peso.*

<b>A5083</b>	<b>Si</b>	<b>Fe</b>	<b>Cu</b>	<b>Mn</b>	<b>Mg</b>	<b>Cr</b>	<b>Zn</b>	<b>Ti</b>	<b>Otros</b>	<b>Al</b>
<i>% en peso del elemento</i>	0.4	0.4	0.1	0.4-1	4-4.9	0.05-0.25	0.25	0.15	0.15	Restante

Magnesio. El sistema de aluminio-magnesio es la base para la serie 5xxx. Estas aleaciones presentan excelentes combinaciones de resistencia mecánica y resistencia a la corrosión. En estas aleaciones hay una cierta dificultad en la nucleación de la fase  $Al_3Mg_2$ , lo cual ha impedido comercialización de las aleaciones de aluminio-magnesio tratables térmicamente, a menos que contengan silicio (o cobre, o zinc) en modo suficiente, para formar precipitados de  $Mg_2Si$ , Al-Cu-Mg o Al-Zn-Mg.

Silicio. Este elemento es también una impureza presente en todas las aleaciones de aluminio comerciales, en dichas aleaciones, las fases pueden no ser las predichas por los diagramas de equilibrio debido los extensos tiempos requeridos a altas temperaturas para acercarse al equilibrio. En grandes cantidades de silicio, esta mejora la colabilidad y la fluidez de la aleación líquida. El silicio se añade deliberadamente en algunas aleaciones que contienen magnesio para proporcionar la formación de precipitados. A bajos contenidos de magnesio, el silicio elemental puede estar presente como partículas de segunda fase. Sin embargo, a medida que aumenta el contenido de magnesio, se encuentran partículas de silicio elemental y el

constituyente  $Mg_2Si$ . Aumentando aún más el contenido de magnesio, sólo estará presente la fase  $Mg_2Si$ .

Zinc. Este elemento genera una escasa formación de precipitados. Dos fases pueden formarse por descomposición eutéctica en aleaciones comerciales de Al-Zn-Mg:  $MgZn_2$ , (hcp), y  $Al_2Mg_3Zn_3$ , (bcc). Dependiendo de la relación de zinc / magnesio, las aleaciones sin cobre se ven reforzadas por precursores metaestables de  $MgZn_2$  o  $Al_2Mg_3Zn_3$ .

Manganeso. El manganeso cumple una función similar al magnesio. Durante la solidificación de los lingotes de tamaño comercial, se forman por reacción eutécticas las fases  $Al_6(Mn,Fe)$  y  $Al_{12}(Fe,Mn)Si$ . El manganeso restante permanece en solución y precipita durante el precalentamiento de lingotes como  $Al_{12}(Mn,Fe)Si$  y dispersoides  $Al_6(Mn,Fe)$ . Estos dispersoides refuerzan el material y ayudan a controlar el tamaño de grano recristalizado.

## **2.2 Mecanismos de endurecimiento**

La razón predominante para alear el aluminio puro y fabricar una aleación es aumentar la resistencia, la dureza, la resistencia al desgaste, la fluencia, la relajación de tensiones o la fatiga del material resultante. Los efectos sobre estas propiedades son específicos de los diferentes elementos de aleación y combinaciones de ellos, y están relacionadas con los diagramas de fase de la aleación y de las microestructuras y las subestructuras que se forman como resultado de la solidificación, historia termomecánica, tratamiento térmico y/o trabajo en frío.

Los metales tienen diversos mecanismos de endurecimiento que van relacionados directamente con la modificación de su microestructura, ya sea adicionando elementos de aleación, modificando la distribución y tamaño de los granos presentes en dicha microestructura o aumentando su densidad de dislocaciones.

## Endurecimiento por fronteras de grano o afinamiento de grano

El refinamiento de grano es consecuencia de que los bordes de grano actúan como una barrera infranqueable para el movimiento de las dislocaciones como se observa en la Figura 1, y que el número de dislocaciones dentro de un grano afecta a cómo éstas pueden transmitir su efecto a granos vecinos a través de los bordes. El tamaño de grano de un material depende del tratamiento térmico posterior a la deformación plástica, o bien de la velocidad de solidificación [9].

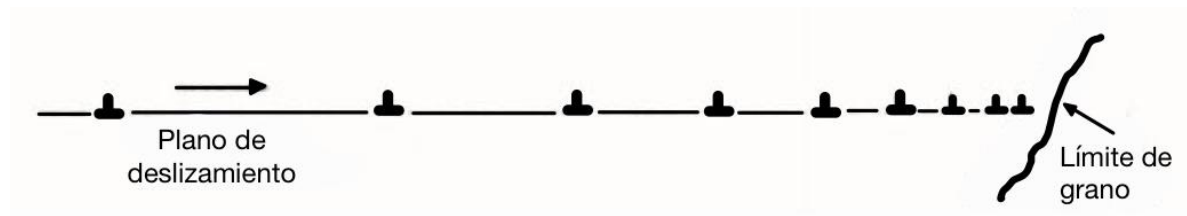


Figura 1. Esquema simplificado del movimiento de las dislocaciones.

El borde de grano actúa como punto de fijación, impidiendo la propagación de las dislocaciones. Por un lado, la estructura reticular de los granos adyacentes difiere en la orientación, por lo que se requeriría más energía para cambiar de dirección de deslizamiento.

El tamaño y el número de granos dentro de un material se controlan mediante la velocidad de solidificación de la fase líquida, o bien, a la cinética de recristalización.

Con el fin de modelar este fenómeno de forma cuantitativa, se formuló una ecuación empírica que relaciona el tamaño de grano en un metal policristalino con su esfuerzo de cedencia, esta relación es conocida como la ecuación Hall-Petch: ecuación 1.

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad (\text{Ec. 1})$$

En esta ecuación:

- $\sigma_0$  esfuerzo de fricción al movimiento de dislocación
- $d$  es tamaño de grano
- $\sigma_y$  es el límite elástico
- $k_y$  es una constante asociada con el incremento de resistencia que aportan las fronteras de grano.

### Endurecimiento por solución sólida

El endurecimiento por solución sólida se debe a la interacción entre los átomos de soluto y las dislocaciones. Esta interacción puede ser de atracción o repulsión y en ambos casos se produce un endurecimiento, ya que se requerirá de un esfuerzo extra para continuar moviendo las dislocaciones. Cuando hay atracción, la dislocación es inicialmente atraída por el soluto y no se requiere un esfuerzo extra, pero cuando la dislocación se aleja, el soluto la atrae de regreso, actuando como un lastre que frena la dislocación. En caso de repulsión, la dislocación es rechazada por el soluto, de modo que se requiere un esfuerzo extra para vencer esa resistencia. En general, los átomos intersticiales producen más endurecimiento que los sustitucionales.

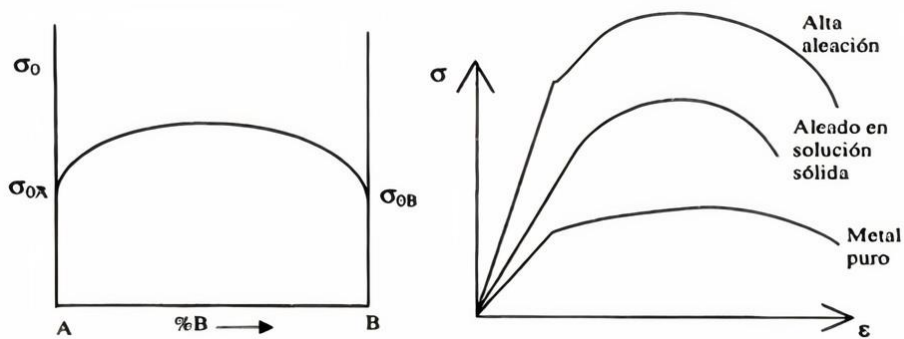


Figura 2. Comparación de curvas esfuerzo-deformación en función de su porcentaje de aleación.

## **Endurecimiento por precipitación**

El objetivo del reforzamiento por precipitación es crear, en una aleación tratada térmicamente, una dispersión densa y fina de partículas precipitadas en una matriz de metal deformable. Las partículas precipitadas actúan como obstáculo del movimiento de las dislocaciones y, de ese modo, refuerzan la aleación tratada térmicamente.

## **Endurecimiento por deformación**

La densidad de dislocaciones aumenta con la deformación, por esto es más difícil el movimiento de éstas a través de las dislocaciones ya existentes y el material se vuelve mucho más duro. El mecanismo exacto por el que se producen este tipo de deformaciones no se conoce con exactitud, pero durante la deformación se crean nuevas dislocaciones que interactúan con las existentes.

Entre los procesos en los que se utiliza la deformación en frío destaca la laminación por ser un proceso utilizado a escala industrial, su acabado y su facilidad para aplicarlo.

## **Laminación**

Se conoce como laminación o laminado al proceso por medio del cual se reduce el espesor de una lámina de metal o de materiales semejantes con la aplicación de presión mediante el uso de distintos procesos en los cuales se deforma plásticamente el material que circula de modo continuo y en una dirección preferente. La laminación se aplica tanto en frío como en caliente. Este proceso se aplica sobre materiales con un buen nivel de maleabilidad. La máquina que realiza este proceso se le conoce como laminador.

En este proceso ocurren internamente dislocaciones cristalinas masivas, los bordes de grano se acúan unos contra otros, ocasionando el aumento en la dureza. La Figura 3 es un esquema del proceso de laminado.

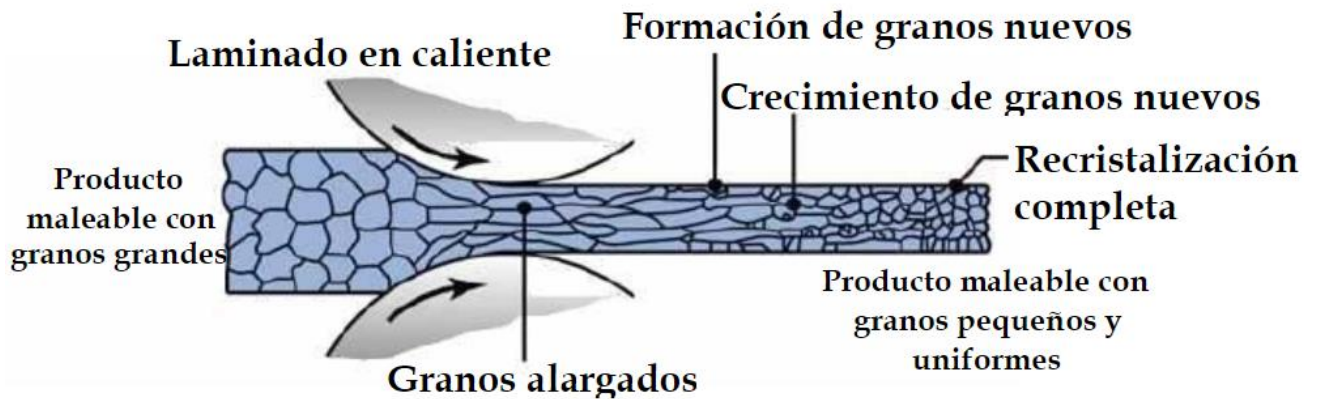


Figura 3. Esquema de la laminación en caliente.

En este trabajo se utiliza el proceso de la laminación, algunos otros procesos en los que se utiliza la deformación en frío son el embutido, trefilado, extrusión y forja.

### **2.3 Tratamientos térmicos**

Un tratamiento térmico es un ciclo de calentamiento y enfriamiento controlado a la que puede ser sometida una aleación sólida con el fin de modificar su microestructura (y en consecuencia sus propiedades), sin que cambie la composición química de la aleación.

El estudio de los tratamientos térmicos consiste en estudiar las condiciones más favorables, de calentamiento y enfriamiento, para obtener una determinada estructura y la forma en que influye ésta en las características físicas, químicas, mecánicas y estructurales de los aceros, con el fin de conseguir las mejores características en la utilización.

De entre los tratamientos térmicos más utilizados destacan el temple (enfriamientos súbitos empleando agua o líquidos refrigerantes) que tiene como finalidad aumentar la dureza, la resistencia mecánica y el límite elástico, el normalizado (enfriamientos lentos, al aire) cuyo objeto es homogeneizar su estructura y eliminar tensiones internas, el recocido (enfriamientos muy lentos, inicialmente en el horno y posteriormente al aire) que tiene como finalidad ablandar el material para procesos de mecanizado, y el revenido (es un tratamiento complementario del temple y posterior a éste en donde se calienta el metal templado sin llegar a la temperatura de solubilización y se deja enfriar en el horno o al aire) cuyo fin es eliminar tensiones internas y mejorar su ductilidad y tenacidad.

Sin embargo, también existen otros tratamientos térmicos para obtener resultados más específicos, como el tratamiento térmico propuesto a través del modelo matemático, del cual se parte de una microestructura deformada o refinada, y posterior a esto, se somete el metal a calentamientos parciales con el fin de recrystalizar y promover el crecimiento de grano sin alterar la textura cristalográfica, y terminar con un enfriamiento al aire.

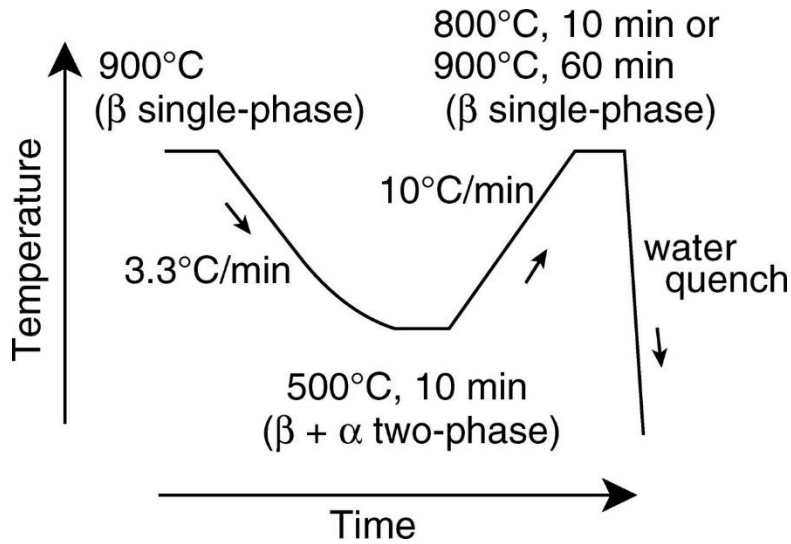


Figura 4. Ejemplo de tratamiento térmico para promover recristalización parcial en una aleación Cu-Al-Mn [39].

## 2.4 Deformación plástica severa

La deformación plástica severa (SPD por sus siglas en inglés), es un proceso que produce refinamiento de grano en materiales metálicos (llegando a tener hasta granos del orden de decenas de nanómetros), y es utilizada para alcanzar excelentes propiedades en materiales metálicos. Las ventajas del refinamiento de grano fueron reconocidas desde hace muchos años, requiriendo del desarrollo de operaciones de procesamientos termomecánicos en los que se someten los materiales a tratamientos mecánicos de deformación y recocidos para reducir el tamaño de grano. En 1988 se demostró el potencial que tiene la deformación plástica severa de alcanzar tamaños de grano más pequeños dentro del rango del submicrómetro, a este enfoque se le denomina procesamiento de deformación plástica severa.

El procesamiento de metales a través de la aplicación de deformación plástica severa se refiere a los diversos procedimientos experimentales en los que se imponen altas tensiones sobre muestras de metal utilizando herramientas con geometrías especiales para evitar el flujo plástico libre del metal, y, la operación de procesamiento se produce bajo una presión hidrostática en la mayoría de los procesos. Un requisito crítico en el procesamiento de SPD es que el material



experimente una tensión muy alta sin introducir ningún cambio significativo en las dimensiones generales de la pieza de trabajo. Esto significa que el procesamiento de SPD difiere de manera crítica de los procesos industriales más convencionales, como la extrusión, el laminado y la forja.

Una de las características más atractivas del procesamiento SPD, es la capacidad de refinar los granos a tamaños que no se pueden lograr con procesos termomecánicos convencionales, el procesamiento SPD produce granos dentro del rango submicrométrico y nanométrico. Los granos producidos por este método se designan como UFGs, bastante homogéneos, con tamaños de grano promedio entre 1  $\mu\text{m}$  y 0.1  $\mu\text{m}$ , y con límites de grano de ángulo alto (HAGBs por sus siglas en inglés). Los tamaños de grano nanométricos se refieren a un tamaño de grano promedio menor de 100 nm (0.1  $\mu\text{m}$ ). Los materiales procesados con SPD tienen un tamaño medio de grano menor a 1 $\mu\text{m}$ , y generalmente poseen una subestructura con una alta densidad de dislocaciones debido a que las redes cristalinas son altamente distorsionadas. La formación de tal nanoestructura se logra mediante estos métodos de SPD que proporcionan deformaciones muy grandes a temperaturas relativamente bajas, con altas presiones compresivas hidrostáticas.

La evolución de la microestructura durante la SPD se puede obtener mediante K que es la relación inversa del tamaño de celda o subgrano  $d$  alcanzado y con la raíz cuadrada del total de densidad de dislocaciones del material, obteniendo:

$$d = \frac{K}{\sqrt{\rho}} \quad (\text{Ec. 2})$$

Utilizando la relación entre el esfuerzo y la densidad dislocaciones:

$$\sigma = M\alpha\mu b\sqrt{\rho} \quad (\text{Ec. 3})$$

donde M es el factor de Taylor,  $\alpha$  es una constante con valor alrededor de 0.5, b el vector de Burgers y  $\mu$  es el módulo de corte del material, por lo que la ecuación anterior se puede escribir como:

$$d = \frac{KM\alpha\mu b}{\sigma} \quad (Ec. 4)$$

Afirmando que entre mayor sea la respuesta del material ante el esfuerzo, será menor el tamaño de grano.

Existen diversos métodos de deformación plástica severa, mediante los cuales se pueden procesar materiales con geometrías variadas tales como laminas y perfiles de sección transversal constante. Algunas de estas técnicas son:

- Extrusión por canal angular de sección constante (ECAP por sus siglas en inglés).
- Unión por laminado acumulativo (ARB por sus siglas en inglés).
- Corrugado-Planchado Repetitivo (RCS por sus siglas en inglés).
- Corrugado en dado cerrado (CGP por sus siglas en inglés).
- Torsión a alta presión (HPT por sus siglas en inglés).
- Extrusión angular de fricción continua (ECAE por sus siglas en inglés).

#### **2.4.1 Deformación plástica severa en metales con estructura cubica centrada en las caras (FCC)**

El procesamiento de metales FCC por métodos SPD, es relativamente fácil debido a la multiplicidad de los sistemas de deslizamiento activo, los granos más gruesos se refinan al esfuerzo continuo mediante la multiplicación y la migración de dislocaciones. El mecanismo de multiplicación y migración de dislocaciones es el modelo más estudiado. Dado que se necesita alta movilidad de dislocaciones, el mecanismo de multiplicación y migración de dislocaciones suele ser más activo en los metales con mayor número de sistemas de deslizamiento activos, esto como consecuencia de la Ley de Schmitdt.

La presencia de dislocaciones lleva a refinar la microestructura del material, al principio del proceso, se forma una distribución de dislocaciones aleatoria. Aumenta la densidad de dislocaciones mientras se incrementa la deformación, y como resultado se tiene una formación de aglomeraciones o también llamadas “marañas” de dislocaciones. A medida que continúa la deformación, las dislocaciones se reorganizan para formar límites de grano fino. Al combinar con el proceso SPD, la acumulación de dislocaciones aumenta en las paredes y límites de grano, lo que provoca la formación de subgranos con límites de ángulo bajo, entre más deformación, el número de subgranos aumenta hasta que el material se convierte en una estructura UFG o nanométrica. Cuando aumentan los ciclos de SPD, se provoca la rotación de los subgranos y tienden a desorientarse, formando límites de grano de ángulo alto. Dado que existe una alta movilidad de dislocaciones, el mecanismo suele ser más activo en materiales con una estructura fcc, como aleaciones de aluminio.

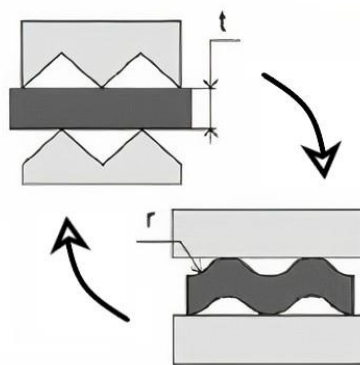
#### **2.4.2 Proceso de Corrugado-Planchado Repetitivo**

El Corrugado-Planchado Repetitivo o RCS (Repetitive Corrugation and Straightening) por sus siglas en inglés, es un proceso diseñado para inducir deformación a laminas metálicas, provocando un refinamiento de grano hasta alcanzar niveles ultrafinos (entre  $1\ \mu\text{m}$  y  $0.1\ \mu\text{m}$ ) o nanométricos (inferior de  $0.1\ \mu\text{m}$ ), esto con el objetivo de mejorar sus propiedades mecánicas, ya que se introduce una gran cantidad de dislocaciones e induce la formación de nuevos límites de grano. Su implementación y desarrollo es relativamente reciente.

#### **2.4.3 Descripción del proceso de Corrugado-Planchado Repetitivo**

Es un proceso de deformación plástica severa que consta de dos pasos, una corrugación seguida de un planchado. Existen dos variantes del proceso, una continua y otra discontinua, una vez corrugada la lámina entre dos dados se procede al enderezamiento de la placa, el cual se da entre dos placas planas, que sería el proceso discontinuo, o el proceso continuo, que se da entre dos rodillos cilíndricos planos [12,14].

El método RCS muestra una presión hidrostática relativamente baja, como resultado de la libre deformación en los bordes, lo que facilita la formación de micro y nano fisuras durante el proceso. Esto representa una limitación del proceso para ser aplicado a muestras muy grandes y en consecuencia aumentar el tamaño mínimo de granos saturados [12,15]. El RCS es un método que implica un proceso repetitivo, el cual consiste en aplicar presión sobre el molde con troqueles ranurados, se somete al esfuerzo de corte en el plano y en el segundo paso se aplana con troqueles planos y se produce el esfuerzo de corte inverso.



*Figura 5. Esquema simplificado del proceso RCS.*

Dado que un esfuerzo grande no se puede aplicar en la mayoría de las muestras, los pasos de RCS deben repetirse, por lo que este método tiene una velocidad baja en la aplicación de deformación plástica [13,15,16]. Es una alternativa de proceso continuo, permite una amplia producción industrial a gran escala, y una homogeneidad en el refinamiento de grano. Un problema general en el proceso RCS es que en los pasos previos a la falla (cerca del número de pasos máximo antes de que fracture), la resistencia a la cedencia disminuye en comparación con los pasos anteriores, debido al desarrollo de grietas superficiales. El proceso de muestras en RCS se divide en 3 segmentos, el primero es el efecto de fortalecimiento debido al endurecimiento por deformación y a la acumulación de los límites de grano estables. El segundo segmento se debe a la formación de subgranos, debido a una generación y reorientación de dislocaciones. El tercer segmento se debe a la formación estable de los límites de grano debido al aumento de la densidad de dislocaciones [13]. En la

literatura se proponen diferentes geometrías para el proceso de RCS, la primera es un molde semicircular, el segundo es un molde de ranura plana y el tercero es un molde de ranura en V.

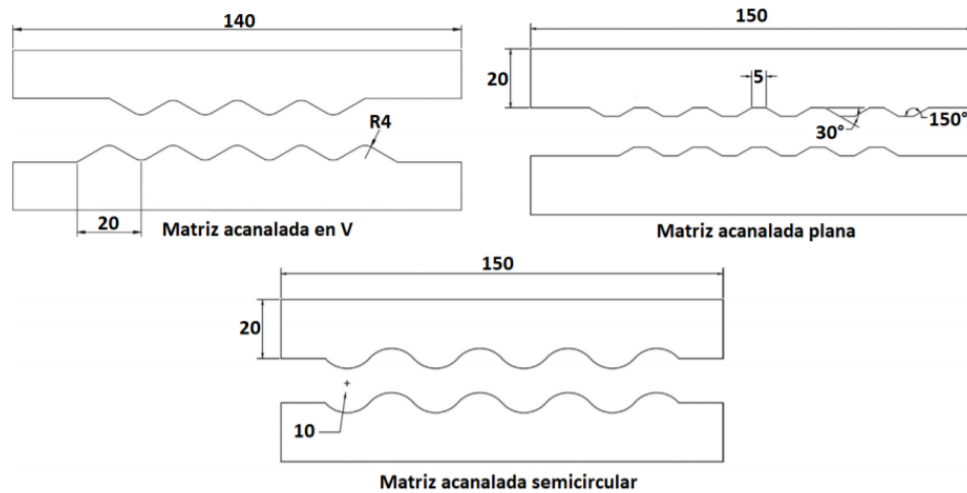


Figura 6. Posibles geometrías de las matrices para el proceso RCS.

Para el cálculo teórico de la deformación en un molde semicircular, la deformación impartida en cada paso se puede calcular con la siguiente ecuación:

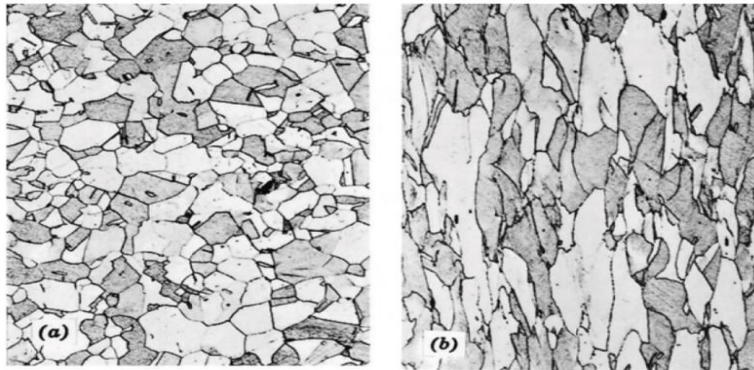
$$\varepsilon = n \frac{4}{\sqrt{3}} \ln \left( \frac{r + t}{r + 0.5t} \right) \quad (Ec. 5)$$

Donde n es el número de pasos, r es el radio del molde semicircular y t el espesor de la muestra. Al repetir este proceso de forma cíclica, se pueden introducir altas deformaciones en la pieza de trabajo.

## 2.5 Recuperación, recristalización y crecimiento de grano

En los procesos de conformado la energía almacenada aumenta con la cantidad de deformación aplicada hasta alcanzar un valor de saturación, y es mayor cuando la temperatura de deformación es menor. La mayor parte de este almacenamiento se debe a la generación e interacción de las dislocaciones [51]. Su densidad aumenta hasta con un orden de  $10^{14}$  dislocaciones por centímetro cuadrado para materiales sometidos a procesos de deformación plástica severa<sup>1</sup>, según Taylor.

Los granos de un material deformado en frío tienden a alargarse y a adquirir una orientación cristalográfica preferente (“textura”).



*Figura 7. Alteración de la estructura del grano del metal policristalino como resultado de la deformación plástica. a) antes de la deformación los granos son equiaxiales. b) la deformación produce granos alargados.*

La deformación plástica de un material metálico policristalino a temperaturas que son bajas respecto a la temperatura de fusión produce cambios en la microestructura y en las propiedades. Los cambios más importantes son cambio en la forma del grano, endurecimiento por deformación y un aumento en la densidad de dislocaciones.

Las propiedades y estructuras pueden recuperar sus valores anteriores a la deformación en frío mediante tratamientos térmicos apropiados. Tales fenómenos

---

<sup>1</sup> Cálculo de densidad de dislocaciones a partir de la ecuación de Taylor:  $\rho_d = \left[ \frac{\sigma - \sigma_0}{\alpha M G b} \right]^2$

de restauración se conocen como Recuperación, Recristalización y Crecimiento de Grano.

Además, dicha deformación plástica confiere acritud a los materiales metálicos. Este estado supone un aumento de energía respecto a la del material policristalino no deformado en frío.

Durante la etapa de recuperación no se modifica la textura cristalina correspondiente al estado de deformación (los granos deformados no presentan ninguna diferencia con el estado previo).

Cuando un metal, suficientemente deformado en frío, es sometido a un calentamiento adecuado se propicia una disminución en la densidad de dislocaciones para recuperar paulatinamente las propiedades que presentaba el metal antes de la deformación, por lo cual el metal se ablanda, disminuye su resistencia mecánica, aumenta su elongamiento y cambia su textura cristalográfica.

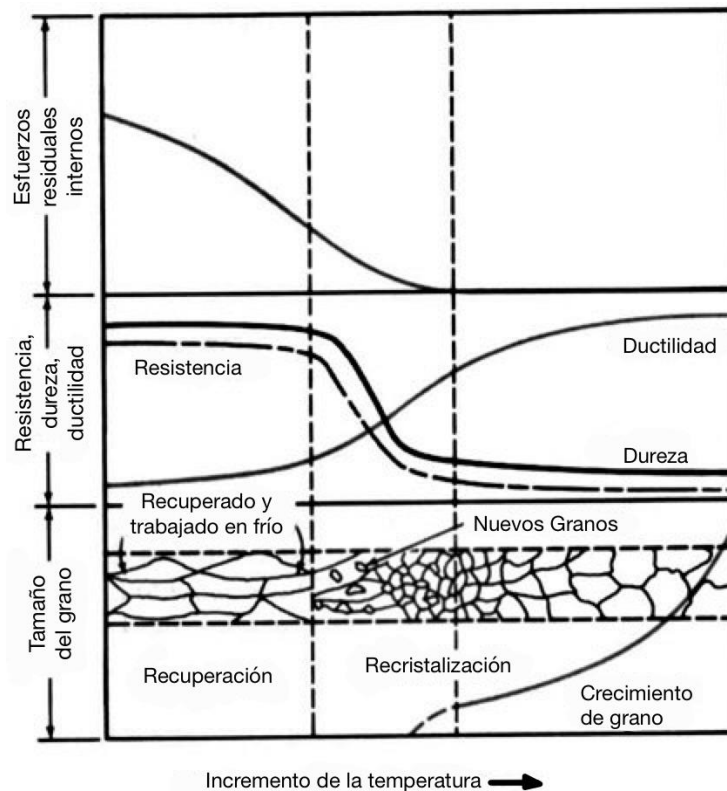


Figura 8. Efecto del recocido de recristalización sobre la estructura y cambios de las propiedades metálicas de un metal trabajado en frío.

Aun después de la recuperación, los granos están todavía en un estado de alta energía de deformación. La recrystalización es la formación de un nuevo conjunto de granos equiaxiales libres de deformación que tienen baja densidad de dislocaciones, lo cual es una característica de la condición del material antes de ser deformado [52].

La formación de la estructura recrystalizada tiene lugar cuando el calentamiento se realiza por encima de una cierta temperatura  $T_R$ , denominada temperatura de recrystalización primaria estática.

Una vez recrystalizada la estructura, si se prolonga su permanencia a la temperatura de recrystalización, o a otras superiores a ella, el efecto resultante es un crecimiento del tamaño medio del grano.

Para el metal en estado sólido, recrystalizado a una temperatura  $T_1$ , la estructura tiende a evolucionar hacia granos de gran tamaño, para así aminorar la relación superficie/volumen, es decir, disminuir la energía libre de superficie [53].

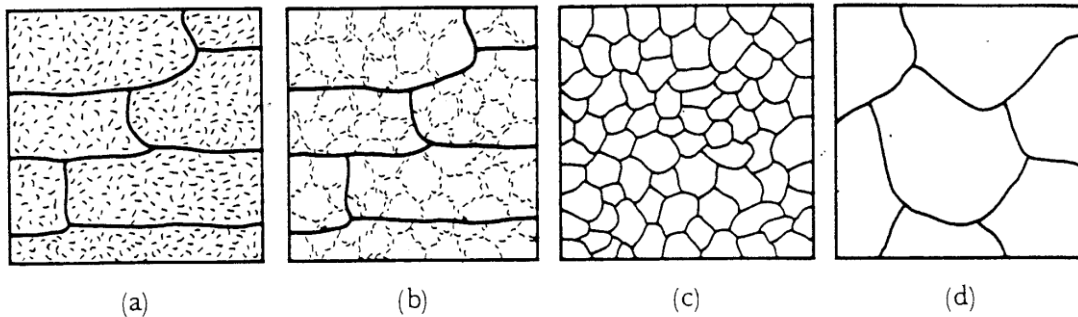


Figura 9. Efecto de la temperatura de recocido en la microestructura de los metales trabajados en frío. (a) Metal trabajado en frío, (b) después de la recuperación, (c) después de la recrystalización y (d) después del crecimiento de grano.

Burke y Tumbull determinaron los modos de crecimiento dándoles un valor y una expresión. El crecimiento continuo sigue la ley (ec. 6):

$$\bar{D}^{1/n} - \bar{D}_0^{1/n} = Kt \quad (\text{Ec. 6})$$

En donde  $\bar{D}_0^{1/n}$  es el tamaño de grano inicial promedio,  $\bar{D}^{1/n}$  es el tamaño de grano promedio,  $K$  es una constante de proporcionalidad y  $t$  el tiempo.



Para temperaturas de calentamiento inferiores a la de recristalización hay una cierta variación de propiedades del metal o aleación, pero no se aprecia modificación de la estructura deformada visible al microscopio óptico, ni de su textura. Esta etapa de recuperación parcial de propiedades, sin modificación de la microestructura, se denomina restauración.

### **III. Modelado matemático**

En este capítulo se abordarán los conceptos necesarios para entender y respaldar el modelado matemático del presente trabajo, así como para justificar la integración con la experimentación realizada.

#### **3.1 Análisis del proceso metalúrgico a modelar**

El proceso por desarrollar tiene como objetivo simular la evolución de los perfiles de temperatura, fracciones transformadas y tamaño de grano dentro de una lámina de aluminio en un medio donde se suministre o extraiga calor. Se hacen las siguientes consideraciones y simplificaciones:

- Se analizará únicamente el transporte de energía, se considera al transporte de masa, momentum y de carga como constantes durante todo el proceso.
- Se realizará un modelo en 3D y una geometría rectangular (de un paralelepípedo).
- Se considerará un sistema en estado no estacionario (cambia en función del tiempo).
- Se considerará un proceso intermitente.

Este modelo tiene como fin, simular diferentes condiciones de tratamientos térmicos para encontrar las temperaturas y el tiempo adecuado para obtener una microestructura que no cambie una vez realizado dicho tratamiento, y, que sea bastante sensible a un posterior proceso mecánico.

### 3.2 Ecuaciones de fenómenos de transporte aplicables al proceso

A continuación, se mostrarán los detalles del proceso controlado por transporte de energía, así como una descripción de este, partiendo del esquema mostrado en la figura 10.

Transporte de energía

- Calentamiento de la lámina de aluminio

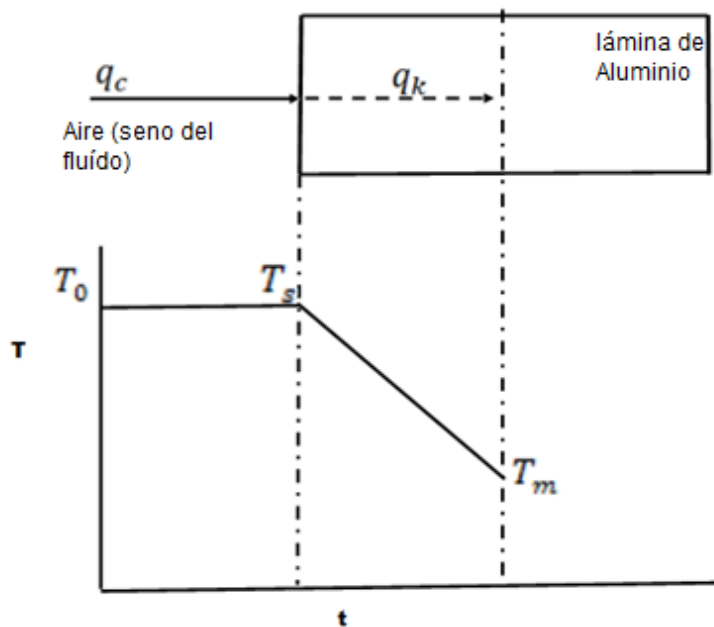


Figura 10. Esquema del sistema acoplado con el perfil de temperatura en función del tiempo.

Descripción:

En esta etapa hay únicamente transporte de energía y se presentan dos mecanismos. Considerando primero por convección ( $q_c$ ) del seno del fluido a la intercala solido-gas.

La ecuación que describe al mecanismo anterior es la siguiente:

$$\text{En el gas cercano al sólido: } q_c = -\bar{h}(T_f - T) \quad (\text{Ec. 7})$$

Consideración:

- Coeficiente de transferencia de calor por convección constante.

Se da un mecanismo por conducción ( $q_k$ ) dentro de la placa.

La ecuación que describe al mecanismo anterior es la siguiente:

$$\text{En el sólido: } q_x = -k \frac{dT}{dx} \quad (\text{Ec. 8})$$

Dentro del sólido podemos aplicar la siguiente ecuación para la transferencia de energía:

*(Ecuación General de Conducción, con propiedades constantes)*

$$\nabla^2 T(\vec{x}, t) + \frac{1}{k} q_G(\vec{x}, t) = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T(\vec{x}, t)}{\partial t} \quad (\text{Ec. 9})$$

Con la siguiente ecuación, se puede determinar la rapidez volumétrica de generación aportada por la transformación de fase que se va desarrollando a lo largo del proceso.

$$q_G = \rho * \Delta H * \frac{dX}{dt} \quad (\text{Ec. 10})$$

En donde gracias a las aportaciones de Johnson y Mehl, Avrami y Kolmogorov quienes investigaron la teoría cinética de transformaciones de fases, se han desarrollado modelos semi-empíricos para la predicción de transformaciones de fases en estado sólido. El modelo en la cual se aplica las contribuciones de los cuatro autores es conocido como el modelo de Johnson-Mehl-Avrami Kolmogorov <sup>[66]</sup> (JMAK), esta relación ha sido utilizada de referencia para describir los procesos de nucleación y crecimiento de grano como se explicó en el capítulo anterior.

$$X = 1 - e^{-Bt^k} \quad (\text{Ec. 11})$$

Diferenciando la ecuación anterior se obtiene:

$$\frac{dX}{dt} = nk(1 - X) * [-\ln(1 - X)]^{\left(\frac{n-1}{n}\right)} \quad (\text{Ec. 12})$$

La cual es conocida como la ecuación de rapidez de JMA.

Dado que esta ecuación fue concebida para estudiar un comportamiento isotérmico, y el proceso a modelar es de enfriamiento continuo, se utiliza el principio de aditividad de Scheil para lograrlo, en el cual, una curva de enfriamiento es tratada como un conjunto de pasos isotérmicos.

La etapa de nucleación se alcanza con los pasos isotérmicos y la curva será alcanzada cuando la suma de los pasos de tiempo dividida entre el tiempo de inicio de transformación en la reacción sea igual a 1. Matemáticamente se expresa como:

$$\sum \Delta t_i / \tau_i = 1 \quad (\text{Ec. 13})$$

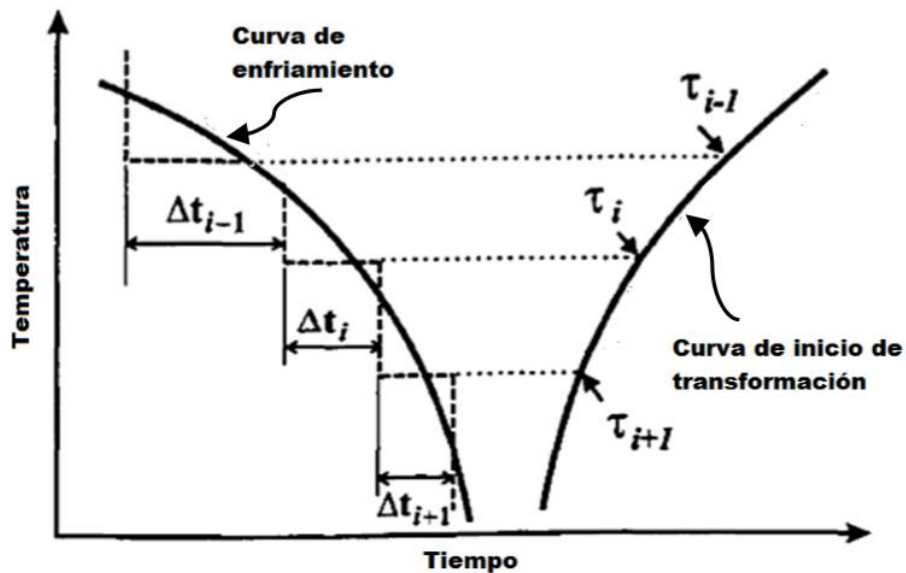


Figura 11. Representación esquemática del principio de Scheil [59,62].

La suma de  $\Delta t_i$  empezará justo debajo de la temperatura de equilibrio de transformación y el número de pasos isotérmicos dependerán de la precisión que se quiera obtener.

En la etapa de crecimiento la regla de adición se aplica como la suma de una serie de transformaciones isotérmicas, para cada transformación isotérmica corresponde una curva de transformación sigmoideal calculada con los modelos de JMAK.

Para modelar el crecimiento de grano, se utiliza la relación de crecimiento de Ashby-Easterling, que supone un crecimiento exponencial después de la disolución de los precipitados:

$$\frac{dD}{dt} = C * e^{\left(-\frac{Q}{RT}\right)} \quad (\text{Ec. 14})$$

Donde  $D$  es el tamaño promedio de grano,  $Q$  es una constante positiva que tiene que ver con la energía de activación,  $R$  es la constante universal de los gases,  $t$  es el tiempo y  $T$  temperatura.

### 3.3 Propuesta de elaboración de modelo

El sistema por modelar será el tratamiento térmico de una lámina de aluminio.

Como primer paso se realiza un esquema simplificado del medio, mostrando las características principales para un análisis térmico: la lámina de aluminio que es el sistema de interés a modelar y el aire caliente que es el fluido que está en contacto con la lámina.

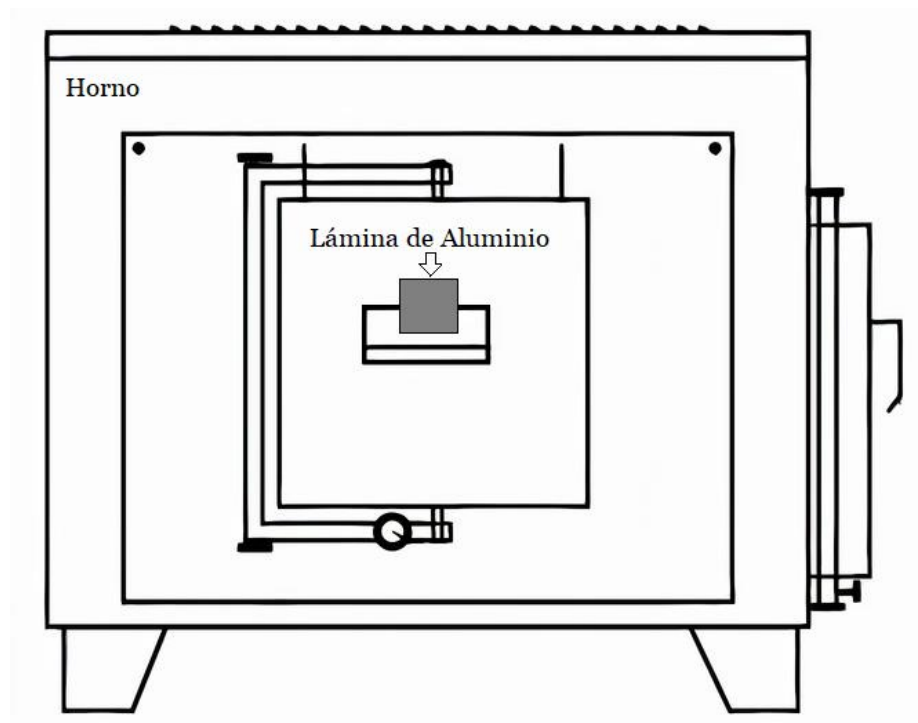


Figura 12. Esquema de la lámina de Aluminio dentro del horno.

Dado que solo es de interés analizar el transporte de energía dentro de la lámina de aluminio, se simplifica el modelo tomando una porción del sistema.

En este capítulo, se analizarán y presentaran esquemas en una sola dimensión, ya que como se mencionó en una geometría rectangular, el análisis en una dimensión es análogo a hacerlo en tres dimensiones para geometrías simples, además permite una forma más sencilla de visualizar el problema.

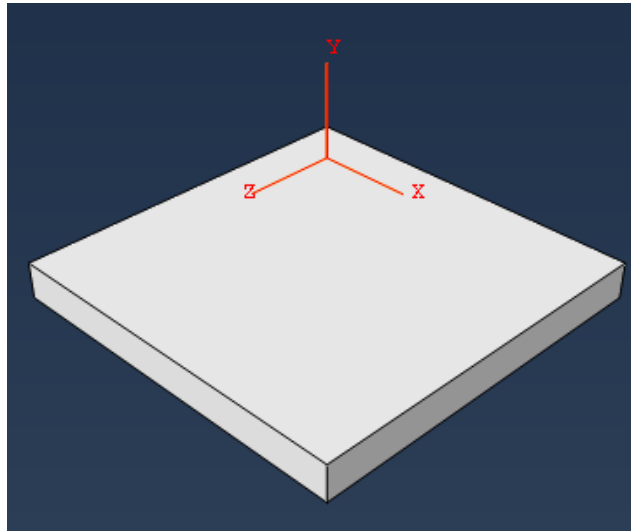


Figura 13. Coordenadas del sistema a modelar.

Como se observa en la figura 13, el sistema consta de una geometría simple y utiliza coordenadas cartesianas.

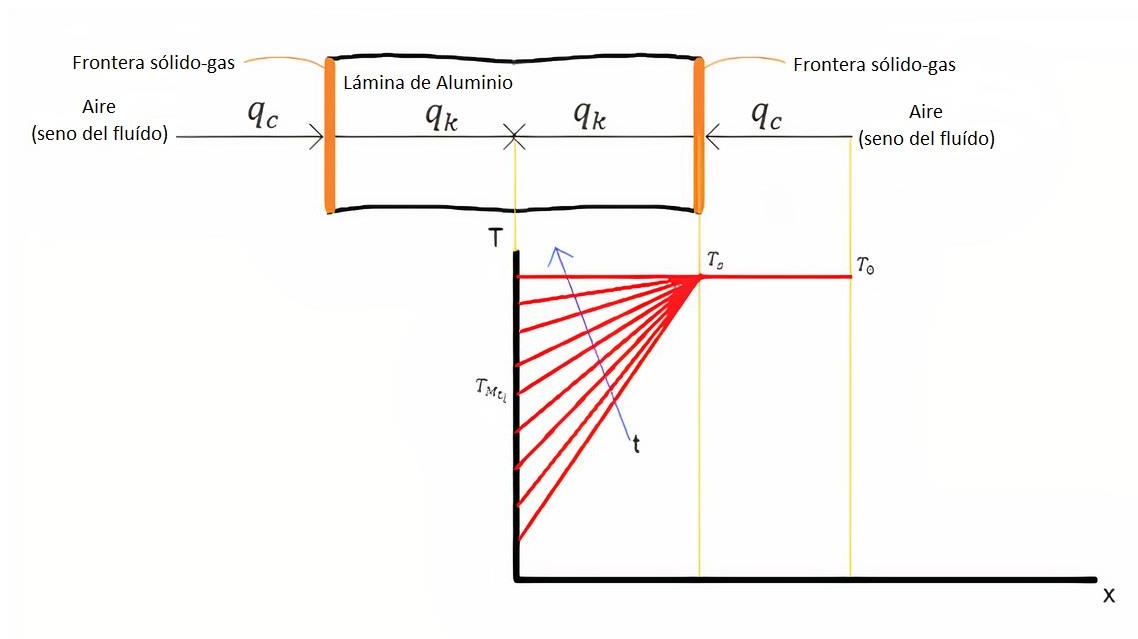


Figura 14. Esquema del calentamiento de la lámina de Aluminio acoplado con su perfil térmico.

Como se observa en la figura 14, el modelo cuenta con condiciones a la frontera de tipo Neumann.



Se tiene una percepción microscópica del sistema a modelar, en donde se consideran gradientes térmicos considerables dentro del sólido y dicho sistema se divide en dos mecanismos:

- Mecanismo de convección ( $q_c$ ) del seno del fluido a la intercara solido-gas.
- Mecanismo de conducción ( $q_k$ ) dentro de la lámina de aluminio.

### **3.4 Simplificaciones**

Se hacen las siguientes consideraciones y simplificaciones:

- Se analizará únicamente el transporte de energía, se considera al transporte de momentum y de corriente eléctrica como constantes durante todo el proceso ya que se considerarán las condiciones hidrodinámicas constantes, y la corriente eléctrica que pasa por las resistencias del horno genera energía térmica en forma de calor la cual interactúa con el sistema.
- Se considerará un sistema en estado no estacionario porque este cambiará respecto al tiempo de exposición del proceso.
- Coeficiente de transferencia de calor por convección variable, debido a que se ve afectado por el proceso de fabricación del aluminio, afectado principalmente por condiciones de flujo, orientación, temperatura y posición
- Se considerará un sistema intermitente, sin embargo, en el modelo se modela una etapa de dicho sistema.
- Las dimensiones de la lámina de aluminio cambian de manera proporcional con respecto al tiempo.

### 3.5 Condiciones inicial y de frontera

El modelo considera las siguientes condiciones a la frontera:

#### Dirichelt:

- Temperatura conocida:
  - $T = cte$
  - $T = T(\vec{x})$
  - $T = T(t)$
  - $T = T(\vec{x}, t)$

#### Robin:

- Convectiva:
  - $-k \left( \frac{\partial T}{\partial x} \right) \Big|_{x=0} = -h_c (T_\infty - T|_{x=0})$ 
    - $h_c = cte$
    - $h_c = h_c(x)$
    - $h_c = h_c(T)$
    - $h_c = h_c(\text{orientacion})$
    - $h_c = h_c(\text{condiciones de flujo})$
    - $h_c = h_c(Nu)$

#### Neumann:

- Simetría:
  - $\frac{dT}{dx} = 0$

### **3.6 Selección del método de solución**

Actualmente, la tecnología ha creado muchos software o herramientas que permiten desarrollar y resolver problemas de fenómenos de transporte de manera rápida y eficaz. Esto se debe al incremento en las habilidades de programar modelaciones numéricas que resuelven ecuaciones o expresiones algebraicas.

De modo que, para resolver el problema, es conveniente aplicar un modelo matemático que permita conocer a detalle el objeto de estudio, con el fin de mejorar el proceso RCS al manipular múltiples variables que están involucradas en el sistema. Parte fundamental del análisis del sistema, es mediante la aplicación de la discretización con ayuda de un mallado (*mesh*) el cual conviene por la geometría que se tiene y también porque se tiene buen volumen de control de la alícuota del sistema en cualquier parte del dominio. Con esto se podrá determinar un sistema de nodos que ayuden a realizar el balance y análisis para cada punto  $i$  con cierta variación respecto al tiempo.

### **3.7 Diferencias finitas**

La técnica de diferencias finitas fue la primera técnica que surgió para resolver problemas prácticos en ingeniería. Actualmente esta técnica compite con las técnicas de elemento finito, las cuales son técnicas más sofisticadas que permiten una mayor flexibilidad en cuanto a geometrías.

Sin embargo, la técnica de diferencias finitas sigue siendo muy utilizada en problemas de transferencia de energía y masa debido a su fácil entendimiento y alta eficiencia.

La idea de diferencias finitas surge a partir de la expansión en serie de Taylor, la cual es una aproximación de funciones mediante una suma de potencia enteras de polinomios llamados términos de la serie, dicha suma se calcula a partir de las

derivadas de la función para un determinado valor o punto suficientemente derivable sobre la función y un entorno sobre el cual converja la serie.

Dicha serie es la siguiente [58]:

$$f(x + \Delta x) = f(x) + \frac{f'(x)}{1!} \Delta x + \frac{f''(x)}{2!} \Delta x^2 + \dots + \frac{f^n(x)}{n!} \Delta x^n \quad (\text{Ec. 15})$$

Para el método de diferencias finitas se utiliza un error de truncamiento de segundo orden, por lo que la expansión queda lineal:

$$f(x + \Delta x) = f(x) + \frac{f'(x)}{1!} \Delta x \quad (\text{Ec. 16})$$

$$f'(x) = \frac{f(x + \Delta x) - f(x)}{\Delta x} \quad (\text{Ec. 17})$$

Dicha ecuación resultante es la definición de la derivada:

$$f'(x) = \frac{df(x)}{dx} = \lim_{\Delta x \rightarrow 0} \frac{\Delta f(x)}{\Delta x} = \frac{f(x + \Delta x) - f(x)}{\Delta x} \quad (\text{Ec. 18})$$

Para el método de diferencias finitas se utiliza una nomenclatura específica para expresar la derivada, en donde:

$$y = f(x) \quad (\text{Ec. 19})$$

$$y' = f'(x) = \frac{dy}{dx} \quad (\text{Ec. 20})$$

$$y' = \frac{dy}{dx} = \frac{\Delta y}{\Delta x} = \frac{y(x + \Delta x) - y(x)}{\Delta x} \quad (\text{Ec. 21})$$

Dado que la derivada indica la pendiente de la función en un punto  $i$ , la derivada en un punto  $x_i$  se puede definir de varias formas:

- Si utilizamos el punto que está a la izquierda  $y_{i-1}$ , tenemos que:

$$y'_i{}^I = \left(\frac{\Delta y}{\Delta x}\right)_i = \frac{y_i - y_{i-1}}{\Delta x} \quad (\text{Ec. 22})$$

*Diferencia Finita por la Izquierda (Diferencia Finita hacia atras)*

- Utilizando el punto que está a la derecha  $y_{i+1}$ , tenemos que:

$$y'_i{}^D = \left(\frac{\Delta y}{\Delta x}\right)_i = \frac{y_{i+1} - y_i}{\Delta x} \quad (\text{Ec. 23})$$

*Diferencia Finita por la Derecha (Diferencia Finita hacia adelante)*

- Bien podemos obtener la derivada de la función en el punto  $x_i$ , a través de los puntos que están a la derecha y a la izquierda del punto  $i$ .

$$y'_i{}^C = \left(\frac{\Delta y}{\Delta x}\right)_i = \frac{y_{i+1} - y_{i-1}}{2\Delta x} \quad (\text{Ec. 24})$$

*Diferencia Finita Central (Diferencia Finita central)*

- Dado que la diferencia finita central es el valor promedio de las diferencias finitas por la izquierda y derecha, se aproxima más al valor exacto.

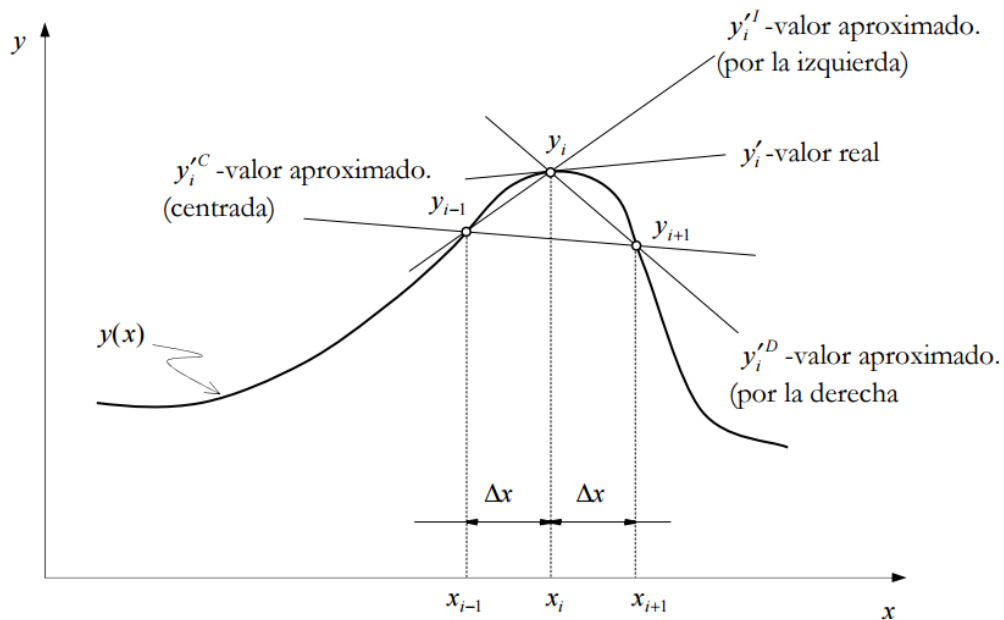


Figura 15. Derivada de una función por diferencias finitas [58].

Las ecuaciones que describen los fenómenos en los que estamos interesados (transporte de energía y de masa) son ecuaciones en derivadas parciales en su versión diferencial, o ecuaciones integro-diferenciales en su versión integral. La solución de estas ecuaciones mediante el método numérico de diferencias finitas necesita realizar dos discretizaciones, una espacial y otra temporal, y la calidad de la solución depende de la calidad de dicha discretización. Dichas discretizaciones aproximan las ecuaciones mediante diferentes tipos de formulaciones matemáticas que incorporan los valores de las propiedades de interés en los diferentes nodos de la malla de cálculo. De esta manera, las ecuaciones se transforman en sistemas de ecuaciones algebraicas que son las que a la postre deben resolverse y que se caracterizan por tener una dimensión muy elevada. Cada nodo de la discretización incorpora una o más incógnitas al sistema.

Es importante tener presente que la solución obtenida por un método numérico es una aproximación de mayor o menor calidad del proceso real y existen diferentes etapas en el proceso de resolución que pueden dar lugar a diferencias entre el resultado final y las observaciones experimentales.

Con base en lo anterior, es importante establecer ciertos pasos que nos permitan desarrollar la descripción total de cualquier cuestión a resolver.

Como primera etapa, se debe plantear la descripción fisicomatemática y se propone un modelo aproximado del fenómeno real bajo estudio.

La segunda etapa, corresponde a realizar la discretización espacial y temporal del dominio de solución.

Por último, la tercera etapa consiste en la resolución de los sistemas de ecuaciones algebraicas resultantes de las discretizaciones. En caso de tener ecuaciones no lineales, se emplean otras aproximaciones que permitan su linealización junto con métodos numéricos.

La discretización, es de suma importancia para plantear la solución de ecuaciones discretizadas. ya que existe una relación entre la discretización y la cuestión a resolver.

El tipo de mallado dependerá de las necesidades que se tengan o de las geometrías que modelen nuestro problema a resolver.

Este método numérico necesita cumplir ciertas propiedades que aseguren la bondad de sus resultados [58,59]:

i. Consistencia:

El proceso de discretización debería reproducir el valor exacto a medida que se mejora el refinamiento de malla. La diferencia entre la ecuación discretizada y la solución exacta se denomina error de truncamiento. Para asegurar entonces la consistencia del método, el error de truncamiento debe tender a cero a medida que los parámetros de la malla ( $\Delta x$  y  $\Delta t$ ) se hacen arbitrariamente pequeños.

Aun cuando la solución sea consistente, no puede asegurarse que la solución del sistema discreto reproduzca la solución exacta. Para que esto sea así el método debe ser estable.

ii. Estabilidad:

Decimos que un método numérico es estable si no magnifica los errores que aparecen en el transcurso del proceso de resolución.

iii. Convergencia:

Un método numérico es convergente si la solución del problema discretizado tiende a la solución exacta de la ecuación diferencial original a medida que el paso de malla se reduce.

iv. Conservación:

Dado que las ecuaciones a resolver son leyes de conservación el esquema numérico también tiene que serlo respecto a estas mismas leyes.

v. Valor acotado:

Las soluciones numéricas deben estar acotadas, es decir, la magnitud de sus propiedades debe de tener sentido físico.

vi. Exactitud:

Se deben poder minimizar los tres tipos de errores (errores de modelado, de discretización y de iteración) en la solución numérica para tener una mayor exactitud en el modelado matemático.

Diferencias finitas es un método que nos permite cumplir las propiedades anteriormente mencionadas si se lleva a cabo de manera adecuada.

### 3.8 Ecuaciones de solución

Se hicieron veintisiete ecuaciones las cuales se hicieron a partir de la discretización (figura 16) que se hizo utilizando el método de diferencias finitas explícito.

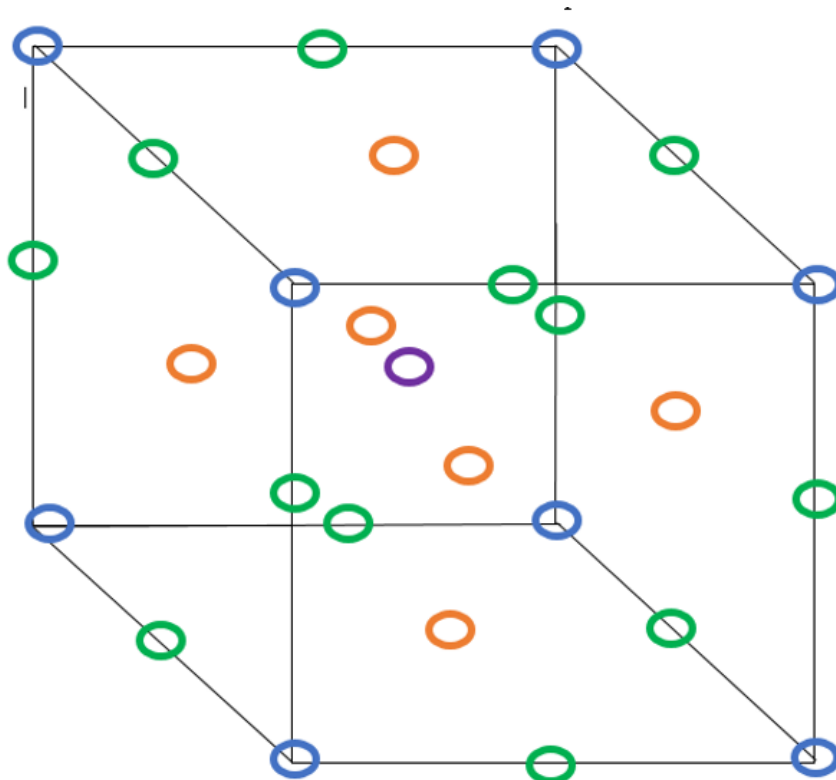


Figura 16. Discretización del paralelepípedo empleado en el modelo.



Las ecuaciones se distribuyeron de acuerdo con la siguiente relación:

*Tabla 3. Distribución de las ecuaciones en el modelo matemático de acuerdo con su geometría.*

<b>Discretización</b>	<b>Número de ecuaciones</b>
<b>Esquinas</b>	8
<b>Caras</b>	6
<b>Aristas</b>	12
<b>Nodo central</b>	1

El código de programa puede consultarse en el almacenamiento en la nube del autor<sup>2</sup>.

---

<sup>2</sup> <https://drive.google.com/file/d/1DsG8X6MoezP1vfxmJ1pKObEpoYE9NZE/view?usp=sharing>

#### **IV. Metodología de trabajo**

La metodología consiste en realizar un modelo de la evolución microestructural en la aleación A5083 bajo la premisa de que el campo térmico es el que gobierna y controla dicha evolución, con la finalidad de obtener el mejor tratamiento térmico para lograr los objetivos, así como para que el trabajo sea eficiente, ahorrando pruebas en el laboratorio.

Enseguida se elabora una propuesta de proceso que involucra un proceso de conformado mecánico (laminación), tratamientos térmicos controlados y un proceso de deformación plástica severa (RCS) para estudiar la microestructura y obtener una textura cristalográfica poco convencional. Se caracterizarán los resultados microestructurales y cristalográficos mediante técnicas de difracción de rayos X, tales como determinación de esfuerzos residuales por difracción de rayos X, termodifracción y figuras de polos; se comparará las propiedades mecánicas (mediante ensayos de tracción uniaxial) del material antes y después de la obtención de una textura poco convencional. Se determinará la cantidad de fases precipitadas (mediante EDS).

Al final, se utilizará una simulación realizada con SIMULIA Abaqus® para vislumbrar el tipo de deformación a la que fue sometido el material.

A continuación, se presenta el diagrama general de la metodología experimental empleada.

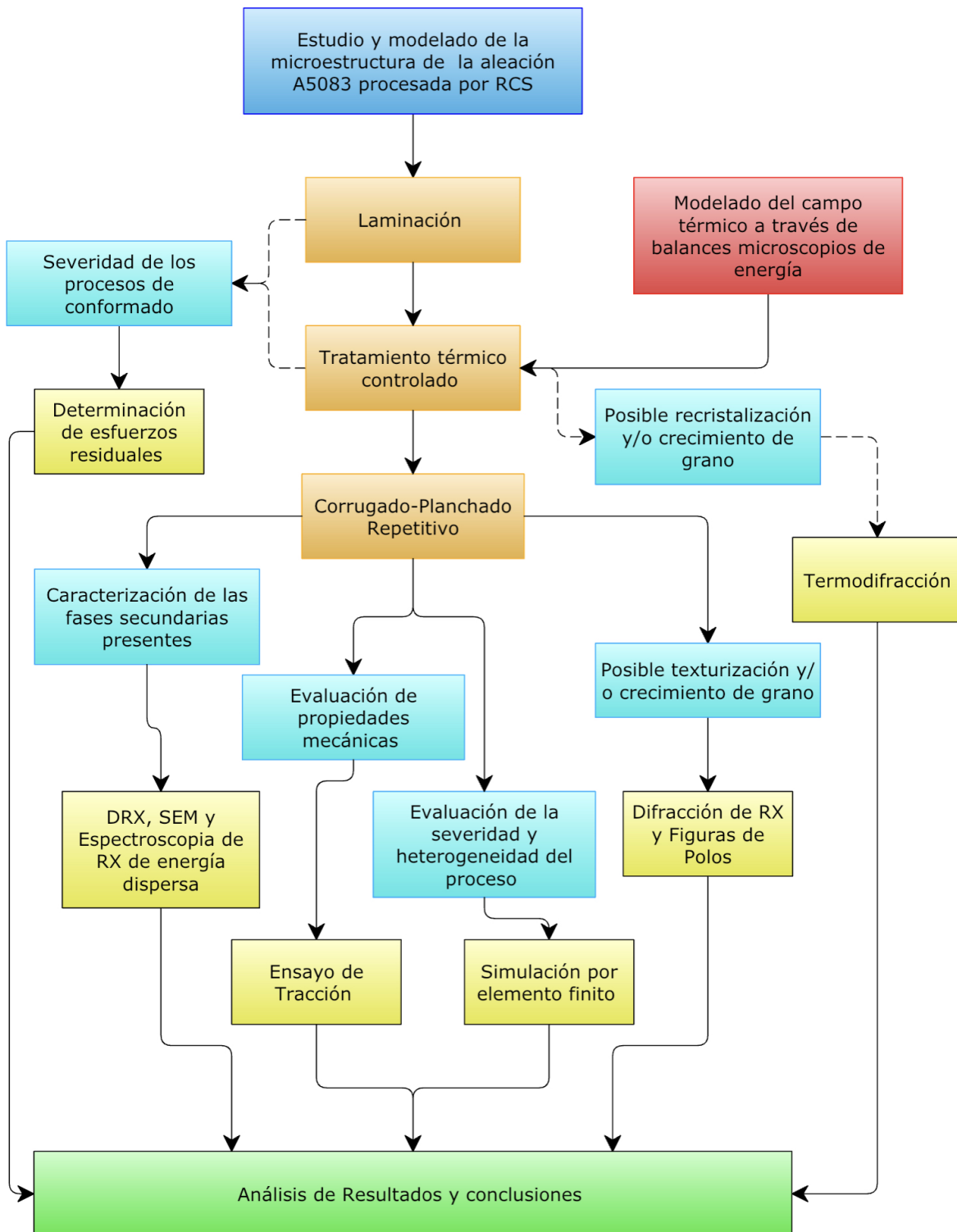


Figura 17. Diagrama general de la metodología de trabajo.

A continuación, se presenta la matriz de experimentos en la Tabla 4.

Tabla 4. Matriz de experimentos del estudio microestructural de la aleación A5083.

<b>No. de prueba</b>	<b>Laminación</b>	<b>Tratamiento térmico</b>	<b>1RCS</b>	<b>2RCS</b>	<b>Esf. Res. Por DRX</b>	<b>Termodifracción</b>	<b>DRX y figuras de polos</b>	<b>SEM-EDS</b>	<b>Ensayo de Tracción</b>
<i>Pba A</i>	x				x		x	x	x
<i>Pba B</i>	x	x			x	x	x	x	x
<i>Pba C</i>	x	x	x				x	x	x
<i>Pba D</i>	x	x	x	x			x	x	x
<i>Número total de pruebas:</i>									15

#### 4.1 Materiales y equipo

En el presente capítulo se describirá el equipo empleado, así como el material seleccionado.

Se escogió la aleación A5083 ya que, por ser una de las más utilizadas en la industria y con mayor aplicabilidad.

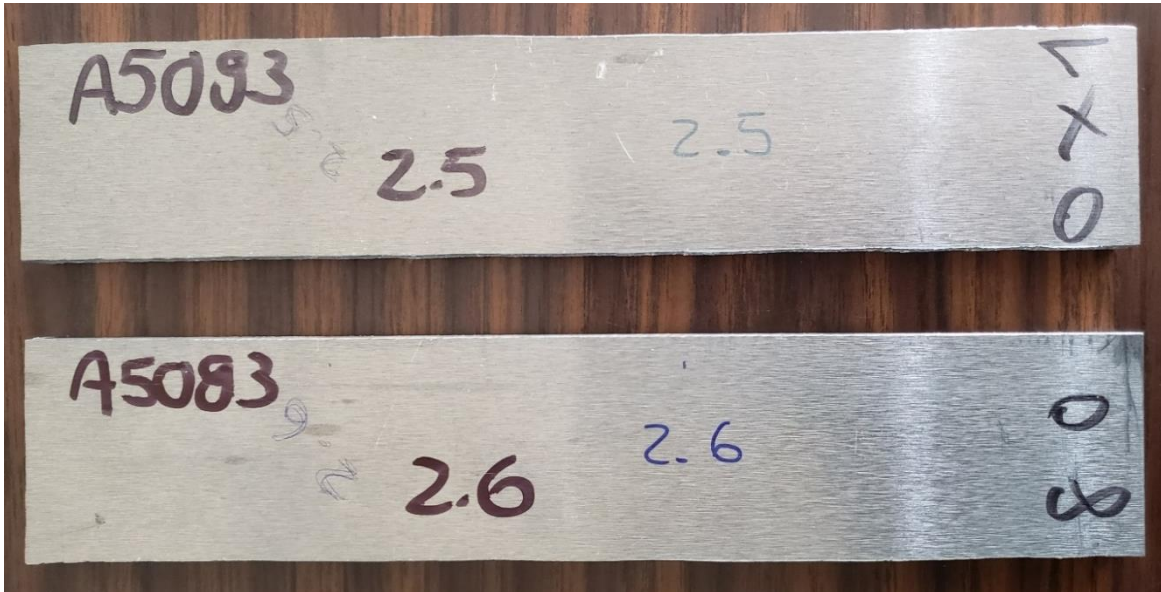


Figura 18. Material de llegada de la aleación A5083 cortadas para su posterior laminación.

El material de llegada fueron unas láminas de la aleación A5083, las cuales se compraron en Francia, con medidas iniciales de 50cm x 15cm x 1.2cm, el primer paso fue cortarlas en laminas 25cm x 5cm x 1.2cm (figura 18) para poder ser laminadas.

El equipo utilizado es el siguiente:

Para el proceso de laminación.

- Cortadora de disco de baja revolución para cortar y obtener las probetas.
- Laminadora automática de hasta 50rpm.
- Un par de rodillos de laminación lisos de 14 in de largo y 4 in de diámetro.
- Acetona para limpieza de muestras.

Para el tratamiento térmico.

- Mufla eléctrica digital para tratamientos térmicos marca EUROTHERM 2408.
- Guantes de asbesto.
- Pinzas para crisol de acero inoxidable.

Para el proceso corrugado-planchado repetitivo.

- Prensa hidráulica para el paso de compresión (máquina universal Instron 5500R).
- Matriz y dado de acero grado herramienta tipo D2 y con diseño propio descrito en la sección 4.3.3 *Proceso de Corrugado-Planchado Repetitivo (RCS)*.
- Disulfuro de molibdeno ( $\text{MoS}_2$ ) como lubricante.

Para preparación de muestras.

- Cortadora de disco de baja revolución para corte de probetas.
- Lijas para metal de grados 80, 240, 320, 600, 1000, 1200 y 2000 para desbaste grueso.
- Pasta de diamante de 3  $\mu\text{m}$  y 1  $\mu\text{m}$  para pulido.
- Silica coloidal de 0.04  $\mu\text{m}$  para pulido a espejo.
- Pulidora manual marca Prezi empleada a 200rpm para desbaste grueso y a 50rpm para pulido fino.
- Acetona para limpieza de muestras.

Para caracterización cristalográfica y microestructural.

- Difractómetro de rayos X marca Rigaku.
- Microscopio de Barrido, BENCHTOP SEM (Modelo JCM6000).

Para pruebas mecánicas.

- Máquina universal Instron 5500R.

## **4.2 Simulación del proceso metalúrgico (transporte de energía)**

### **4.2.1 Implementación del algoritmo computacional de solución utilizando Python**

Python es un lenguaje de programación creado por Guido van Rossum en el año 1991, desarrollado como un proyecto de código abierto el cual es multiparadigma, lo cual permite varios tipos de programación y lo hace amigable al modelo que se desarrolló en el presente trabajo.

Se desarrolla un modelo matemático para simular el fenómeno térmico asociado a la parte experimental del punto 4.1.3 Tratamiento térmico, lo cual permite prescindir de pruebas de laboratorio para observar el comportamiento de la aleación ante diversos ciclos térmicos, permitiendo elegir el ciclo térmico adecuado para cumplir con los objetivos.

## **4.3 Desarrollo del proceso**

### **4.3.1 Laminación**

Como primer paso de preparación para cualquier proceso de conformado mecánico, se realiza un tratamiento térmico de relevado de esfuerzo para asegurar homogeneidad en el material a trabajar y eliminar cualquier esfuerzo residual presente, lo cual es crítico para la nucleación y crecimiento de grano.

Dado que se parte con placas de material base con dimensiones de 15cm x 50.1cm x 1.2cm esta se lámino tanto para llegar a su espesor deseado, como para suministrar energía al sistema para promover la movilidad de las dislocaciones y realizar la primera modificación a la microestructura, resultando así, en granos más pequeños (del orden de 5-10 micras) y alargados.

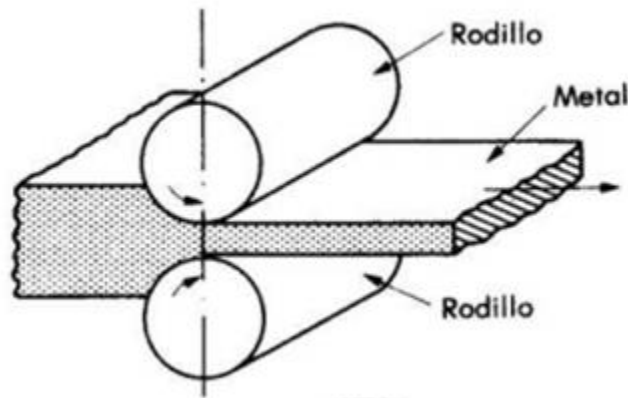


Figura 19. Esquema simplificado de la laminación en frío [17].

Las condiciones a las cuales fue laminado el material son las siguientes:

- Laminado en frío.
- Velocidad de laminación de 2.7 cm/min.
- Espesor final de aproximadamente 1mm.
- Una sola dirección de laminación con el fin de asemejar la laminación continua.

De igual manera, es importante enfatizar que el proceso de laminado es de vital importancia por dos razones, primero por, como se mencionó, la deformación suministra energía para al sistema, la cual se convierte en la fuerza motriz para la recristalización de nuevos granos y es la misma energía crítica para la cinética del crecimiento de grano, y segundo, porque se ha demostrado que los procesos de deformación plástica severa funcionan mejor si se parte de una microestructura fina.

#### 4.3.2 Tratamiento térmico

Dado que ya se cuenta con una microestructura refinada y alargada, el segundo paso del proceso es recristalizar y hacer crecer nuevos granos, sin embargo, esto debe ser controlado, razón por la cual se propuso el siguiente ciclo térmico a partir del modelado matemático (figura 20):

- Se calienta la aleación desde temperatura ambiente a una rapidez de 15°C/min hasta alcanzar una temperatura de solubilización de 400°C, se mantiene dicha temperatura durante 60min.



- Se calienta nuevamente la aleación desde la temperatura de 400°C a una rapidez de 15°C/min hasta alcanzar una temperatura de solubilización de 500°C, se mantiene dicha temperatura durante 30min.
- Finalmente se saca la aleación del horno y se deja enfriar al aire.

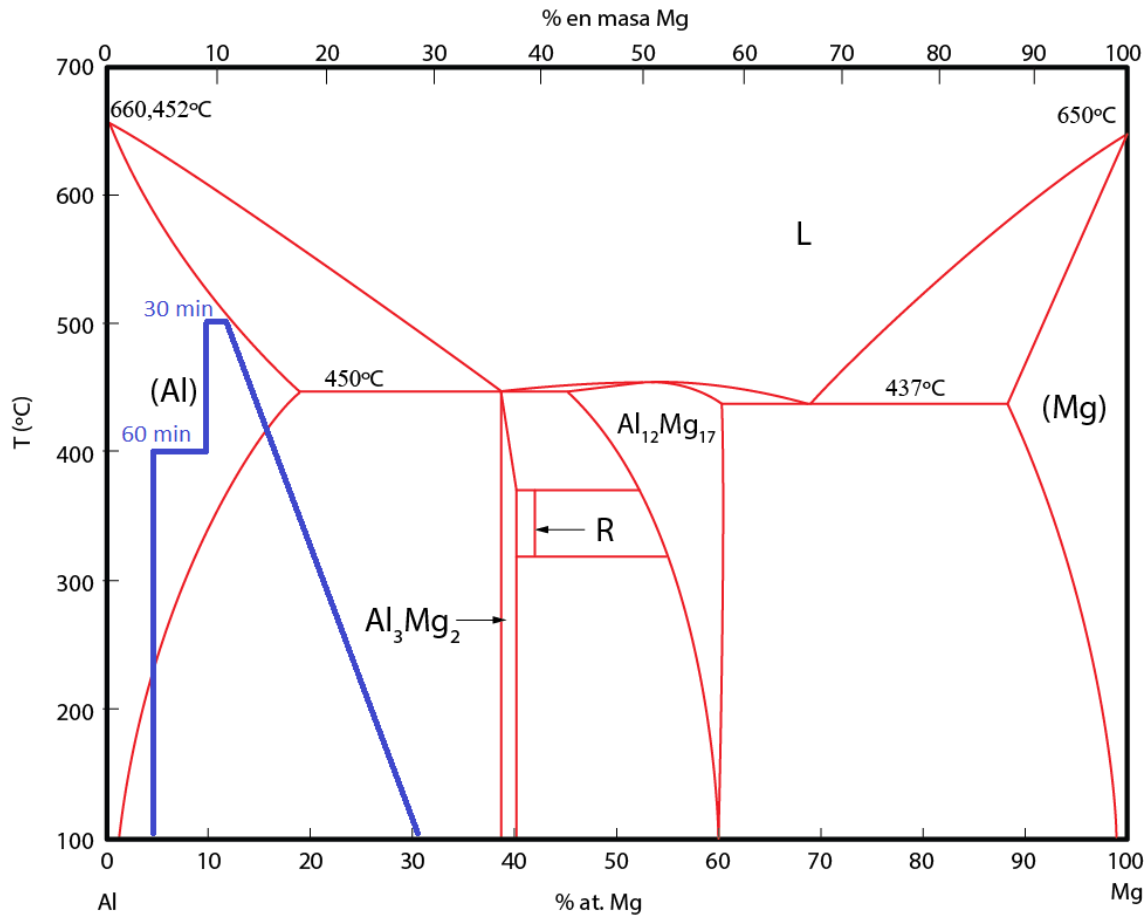


Figura 20. Tratamiento térmico para promover una recristalización parcial en la aleación A5083.

### 4.3.3 Proceso Corrugado-Planchado Repetitivo (RCS)

El tercer paso, es la obtención de cierta densidad de granos submicrométricos para lograr la rotación de una porción significativa del dominio cristalino, razón por la cual se realizó el proceso RCS. Las matrices seleccionadas cuentan con la unión de perfiles sinusoidales que intersectan perpendicularmente, dicho perfil se muestra en la figura 21.

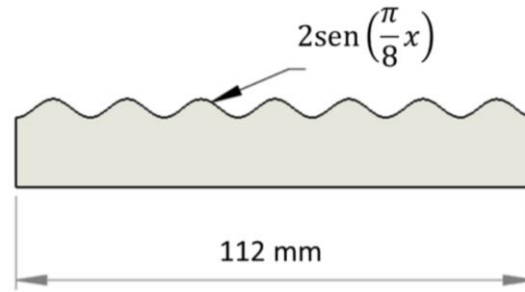
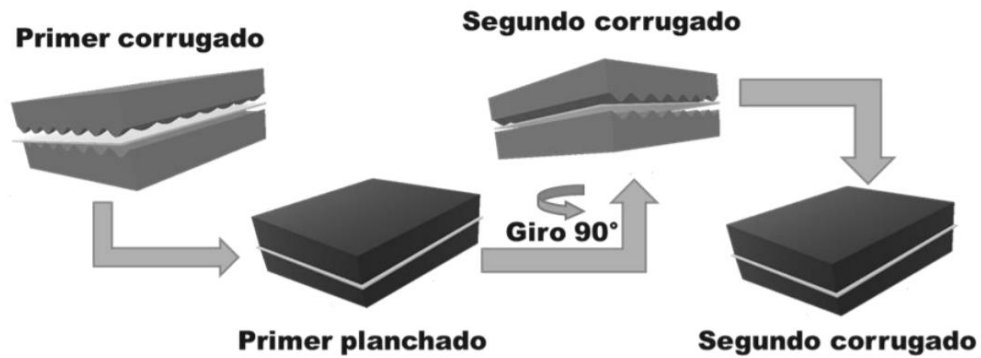


Figura 21. Perfil sinusoidal que poseen las matrices para el proceso RCS.

El arreglo de este modelo está inspirado en un estudio de varias geometrías (pirámide triangular, pirámide trunca arriba y acanalado) [13], y se optó por una modificación que respetara la periodicidad, así como la penetración de la superficie, modificando únicamente la geometría del indentador y con ello favorecer los esfuerzos cortantes que se forman entre valles y crestas.

Una característica esencial de estas matrices es su capacidad de impartir deformación heterogénea a la lámina, lo cual es ideal en este proceso, pues, dado que se desea obtener una microestructura bimodal, esta heterogeneidad en la deformación se traduce en la capacidad de formar granos de tamaño nanométrico o ultrafino en ciertas zonas y no en todo el material, y, como se explicó en la sección de *Antecedentes y fundamentos teóricos*, esto propiciaría una mejora en la resistencia del material sin afectar demasiado su ductilidad.

Para aplicar el proceso, se utilizó la ruta señalada en la figura 22. En esta ruta, la lámina se corruga con las matrices seleccionadas, posteriormente se plancha con un par de placas, luego se gira la lámina 90 grados y se vuelve a corrugar con las mismas matrices, finalmente se plancha de nuevo. Todo lo anterior se considera una repetición del proceso. En este caso de estudio se propone realizar dos pasos de proceso pues, 2 pasos resultaron en la mejor relación número de pasos / deformación inducida.



*Figura 22. Ruta elegida para una repetición del proceso RCS.*

La característica principal del diseño del molde elegido hace que no se tenga un ángulo de  $45^\circ$  en el indentador que forma la “X” en el material, esto provoca que se tenga un gradiente de esfuerzos impartidos a lo largo de la marca que deja el indentador, además por ley de Schmidt se sabe que los esfuerzos cortantes más severos se dan justamente a  $45^\circ$  en materiales fcc, por esta razón la zona donde más se acerquen a esos  $45^\circ$  serva la zona con mayor deformación.

## 4.4 Caracterización cristalográfica y microestructural

### 4.4.1 Difracción de rayos X y figuras de polos

Los rayos X son radiación electromagnética cuya longitud de onda se encuentra entre el ultravioleta ( $\lambda=1\text{nm}$ ) y la de la radiación  $\gamma$  ( $\lambda=10^{-3}\text{nm}$ ). En 1912 Laue explico que, si el cristal se compone de átomos regularmente espaciados, y si los rayos X son ondas electromagnéticas de longitud de onda cercanas a la distancia interatómica, entonces debe ser posible que los rayos X sean difractados por un cristal. Con esto, Bragg analizó el descubrimiento de Laue y formuló una expresión matemática simplificada:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (\text{Ec. 25})$$

Donde  $n$  es un número entero,  $\lambda$  es la longitud de onda de los rayos X,  $d$  es el espacio del plano difractando, y  $\theta$  es el ángulo de incidencia de los electrones en el plano difractado.

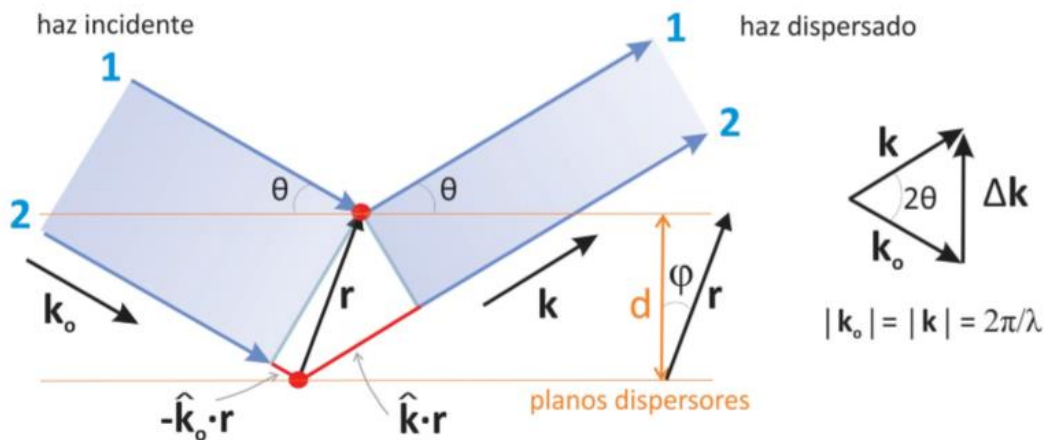


Figura 23. Ley de Bragg.

El espectro continuo: Los rayos X se producen cuando una partícula cargada eléctricamente con suficiente energía cinética es frenada rápidamente. Los electrones son las partículas utilizadas habitualmente y la radiación se obtiene en un dispositivo conocido como tubo de rayos X.

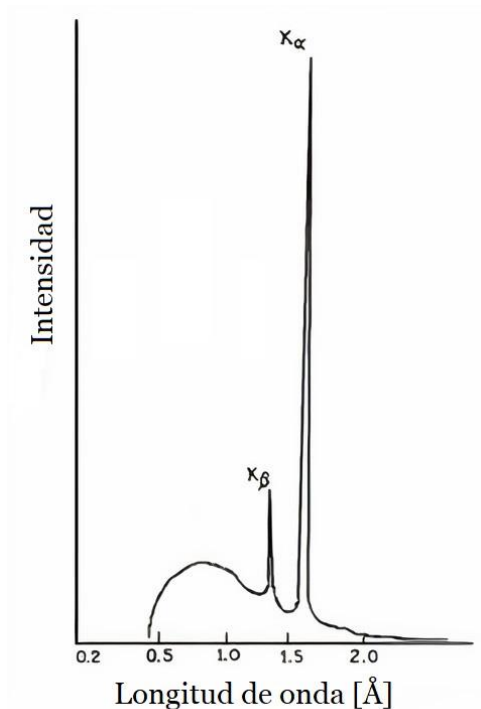


Figura 24. Ejemplo de un difractograma de rayos X.

Los rayos x emitidos consisten en una mezcla de diferentes longitudes de onda y la variación de intensidad con  $\lambda$  depende del voltaje del tubo. La figura muestra el tipo de curvas obtenidas. La intensidad es cero hasta cierta longitud de onda, llamada  $\lambda_{\text{lim}}$ , aumenta rápidamente hasta un máximo y entonces decrece sin un límite abrupto en la parte de larga longitud de onda. Esta radiación se denomina radiación continua o blanca, pues está formada igual que ocurre con la luz blanca por muchas longitudes de onda.

El espectro característico: Cuando el voltaje de un tubo de rayos X supera cierto valor crítico, aparecen picos estrechos y agudos a ciertas longitudes de onda superpuestos sobre el espectro continuo. Dado que son picos estrechos y que la longitud de onda depende del metal usado como blanco se denominan *líneas características*. Estas líneas se agrupan en conjuntos denominados K, L, M, etc en orden de  $\lambda$  creciente y todas juntas forman el *espectro característico* del metal usado como blanco. Normalmente únicamente las líneas K son útiles en difracción, las de  $\lambda$  más larga son absorbidas con demasiada facilidad. Hay varias líneas en el conjunto K, pero sólo las

tres más intensas se observan en el trabajo de difracción habitual: son  $K\alpha_1$ ,  $K\alpha_2$  y  $K\beta_1$ .

Mientras que el espectro continuo tiene su origen en la deceleración de los electrones que inciden sobre el blanco de un tubo de rayos X, el origen del espectro característico está en los átomos mismos del blanco. Para comprender este fenómeno es suficiente considerar un átomo como un núcleo central rodeado por electrones formando capas donde los términos K,L,M... corresponden al número cuántico principal  $n=1,2,3,\dots$ . Si uno de los electrones que bombardean el blanco posee suficiente energía cinética puede arrancar un electrón de la capa K dejando el átomo en un estado excitado de alta energía. Uno de los electrones en niveles superiores cae inmediatamente en la vacante generada emitiendo energía en el proceso; la energía emitida tiene una  $\lambda$  definida, es de hecho radiación K.

La interacción de los rayos X con la materia esencialmente ocurre mediante dos procesos:

- I. Algunos fotones del haz incidente son desviados sin pérdida de energía, constituyen la radiación dispersada exactamente con la misma  $\lambda$  que la radiación incidente (es la que origina el fenómeno de la difracción).
- II. Los fotones pueden sufrir una serie de choques inelásticos al incidir sobre un blanco y su energía incrementa la temperatura de la muestra o da lugar al fenómeno de fluorescencia.

Un pico en un difractograma representa la intensidad de una reflexión determinada (hkl) en una cierta orientación. Mediante la inclinación y la rotación de la muestra, montada en un difractómetro, se puede registrar la distribución de la intensidad de una reflexión sobre la esfera de orientación (una figura de polo). Cuando se ha medido un conjunto de figuras de polo para orientaciones de cristal independientes, se puede calcular la función de distribución de orientación (ODF) de los cristalitos.

Una dirección cristalográfica puede ser representada como un punto en una esfera unitaria con un radio nominal igual a uno. La figura 25 muestra el plano (0001) de

un cristal hexagonal. El punto de intersección de la normal de este plano con la esfera es el polo (0001). La posición de un polo en la esfera está definida en términos de los ángulos  $\alpha$  y  $\beta$ .

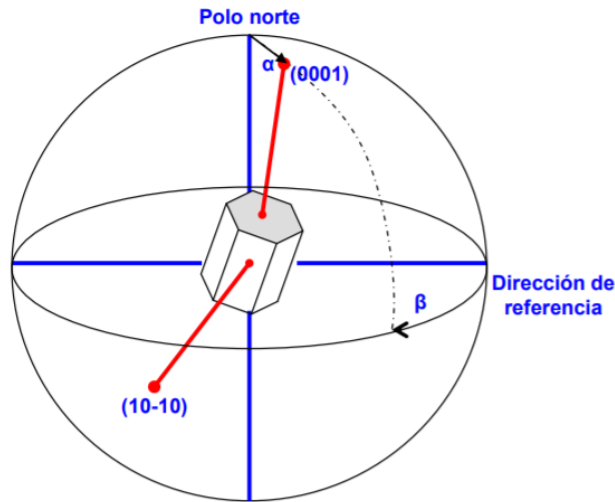


Figura 25. Orientación del plano basal (001) de un cristal hexagonal.

La distribución de las orientaciones puede ser graficada en dos dimensiones mediante las figuras de polos con la finalidad de simplificar el análisis. La figura 26b muestra la figura de polo (001). Se observan tres puntos que corresponden a tres planos del cristal de la figura 26a. Los tres círculos blancos corresponden a los planos que se encuentran en la otra mitad de la esfera de la figura 26a.

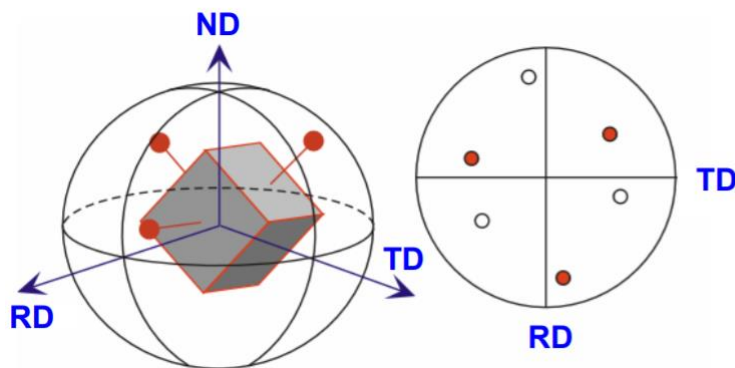
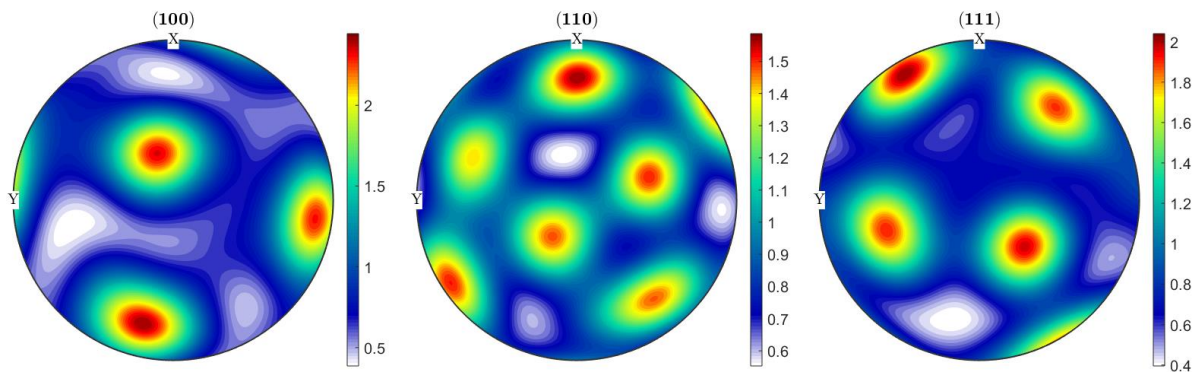


Figura 26. a) esfera unitaria. b) figura de polo (001).

Para comparar figuras de polos de distintos materiales es necesario normalizar la densidad de las orientaciones. La convención usada comúnmente consiste en

expresar los datos en múltiplos de una distribución de orientaciones aleatoria. En una figura de polos la intensidad  $1x$  representa una textura totalmente aleatoria y las regiones con intensidad mayor a  $1x$  indican que más planos están alineados en esta dirección respecto a la textura aleatoria y viceversa.

La figura de polos puede ser dibujada en escala de colores como se muestra en la figura 27.



*Figura 27. Ejemplo de figura de polos mostrando las intensidades pertenecientes a cada estructura cristalina.*

La textura cristalográfica se refiere a la distribución de las orientaciones relativas de los granos dentro de un material. En los materiales metálicos la mencionada textura es de vital importancia pues influye de manera directa en las propiedades mecánicas.

La ya mencionada textura cristalográfica se puede visualizar mediante una herramienta conocida como figura de polo, la cual es una aplicación de la difracción de rayos X. Esta figura se obtiene haciendo un barrido en los ángulos  $\alpha$  y  $\beta$  mostrados en la figura 28 monitoreando y registrando la intensidad de uno de los picos de difracción del material fijando el ángulo  $\theta$  correspondiente.



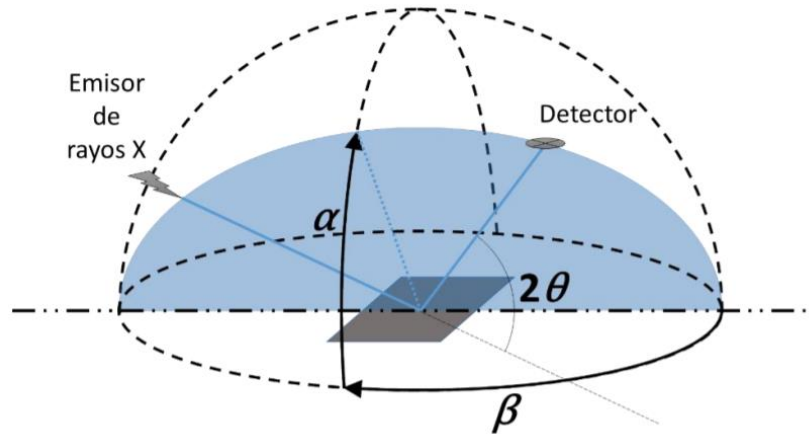


Figura 28. Esquema de un arreglo de difracción de rayos X para trazar una figura de polo.

A partir de dicho barrido, se mapean las intensidades correspondientes a cada coordenada en una proyección estereográfica, la cual es llamada figura de polo. Cada intensidad es proporcional a la cantidad de cristales que están orientados en una posición y, ya que se mide un área macroscópica por difracción de rayos X, esta figura generada nos permite determinar la macrotextura.

Para realizar análisis cuantitativos de macrotextura cristalográfica es mediante el uso de una herramienta llamada función de distribución de orientación u ODF (Orientation Distribution Function) por sus siglas en inglés, esta herramienta utiliza los llamados ángulos de Euler, que son tres rotaciones que se pueden realizar entre un sistema de coordenadas al cual pertenece la muestra y los ejes cristalográficos. Las ODFs de macrotextura no pueden ser medidas directamente, pero pueden ser calculadas a partir de las figuras de polos.

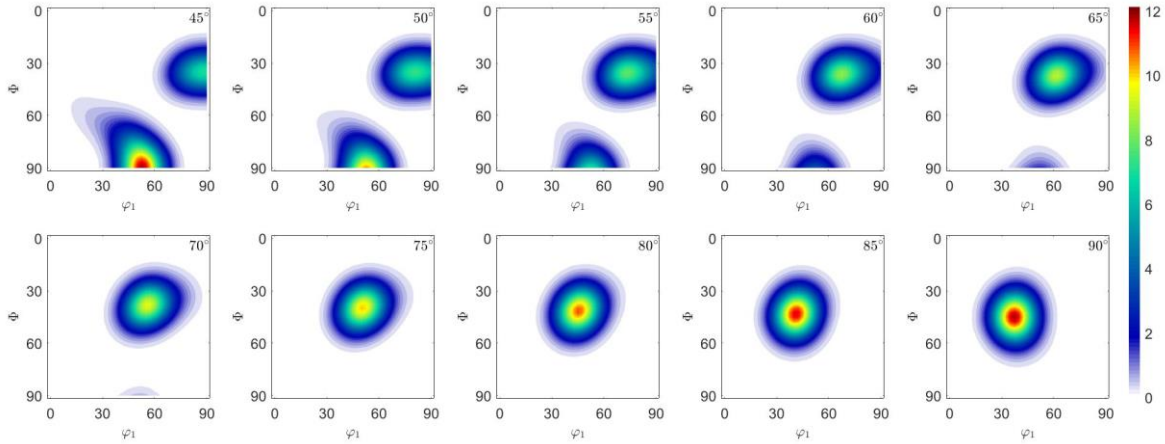


Figura 29. ODF's generadas a partir de una fibra Beta teórica.

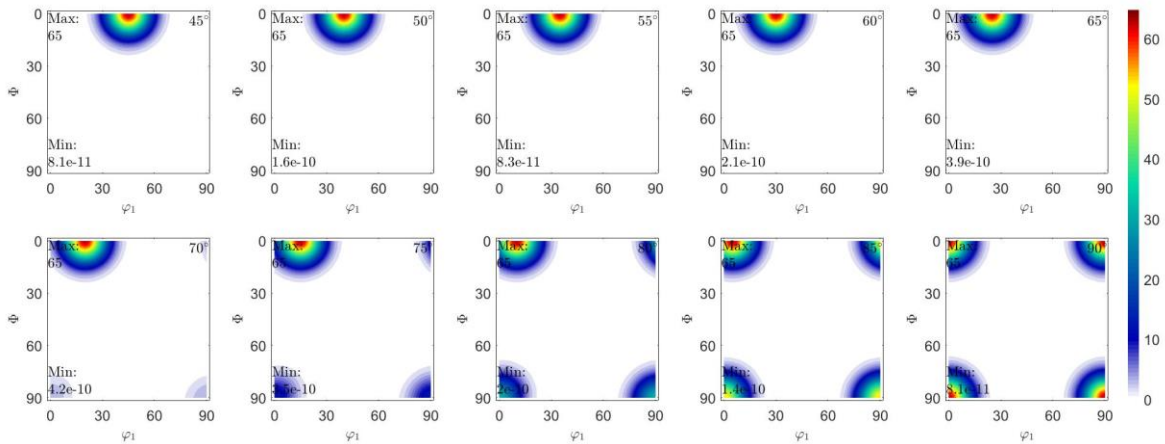


Figura 30. ODF's generadas a partir de una componente de textura tipo cubo teórica.

Como se muestra esquemáticamente en la figura 31, un polo definido por la dirección y el cual está en función de los ángulos  $\alpha$  y  $\beta$  en una figura de polos bidimensional  $P_h(y)$ , corresponde a una región del ODF  $f(g)$  que contiene todas las posibles rotaciones con ángulo  $\gamma$  sobre esta dirección y matemáticamente se representa por la ecuación 26:

$$P_h(y) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} f(g) d\gamma \quad (\text{Ec. 26})$$

donde  $y = \{\alpha, \beta\}$ ;  $g = \{\psi_1, \phi, \psi_2\}$ . La ecuación integral 26 representa la ecuación fundamental de la ODF, la cual hay que resolver para calcular la ODF. En la literatura

se pueden encontrar algunas aproximaciones matemáticas que han sido propuestas para resolver la ecuación, tales como métodos de expansión de series y métodos directos.

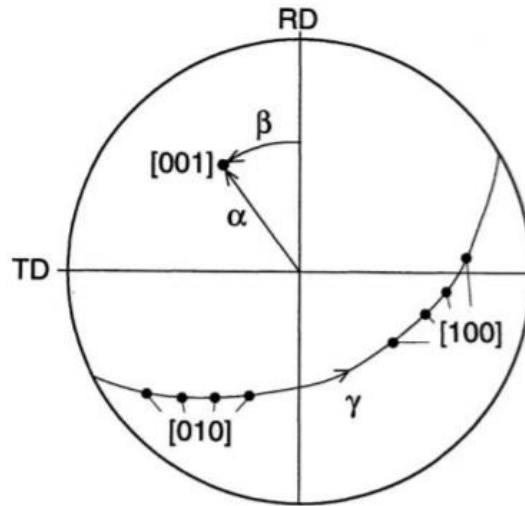


Figura 31. Representación de la ecuación fundamental en la figura de polo (100).

La figura 32a muestra el arreglo espacial de los tres componentes de la orientación (123) con dispersión isotrópica de  $10^\circ$  en el espacio de Euler reducido. Esta representación no es adecuada para su publicación en una página impresa y por lo tanto es más práctico representar las ODFs en secciones a través del espacio de orientaciones, como se muestra en la figura 32b.

La distribución de la intensidad de las orientaciones de cada sección puede ser representada por diferentes colores, en una escala de grises o mediante líneas de isointensidad.

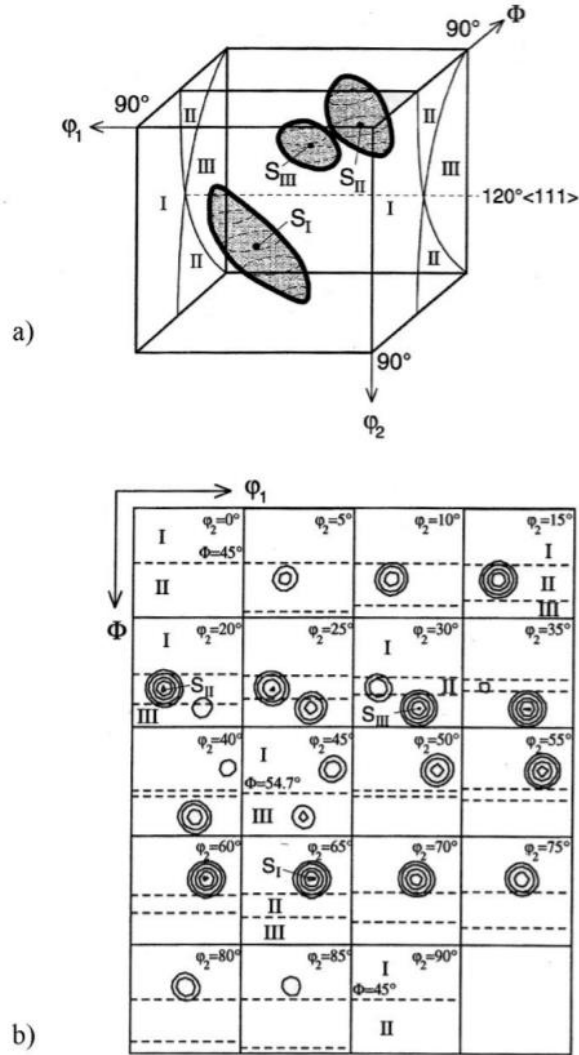


Figura 32. a) componentes de orientación (123) en el espacio de Euler reducido. b) mismas componentes de (a) graficadas con líneas de isointensidad en la sección  $\psi_2$  ( $\Delta\psi_2$  igual a  $5^\circ$ ) del espacio de Euler.

En muchos estudios se analiza una serie de texturas comparables, por ejemplo, las texturas de laminación a diferentes niveles de deformación o texturas de recristalización obtenidas después de un recocido a distintas temperaturas. Para comparar las texturas en estos casos puede ser útil limitar la representación de las secciones de la ODF utilizando aquellas secciones que muestran los cambios característicos de textura.

#### **4.4.2 Determinación de esfuerzos residuales por difracción de rayos X**

Cuando un material es sometido a un conjunto de fuerzas y momentos estáticamente equivalentes a la distribución de tensiones sobre un área determinada, y se llega a un equilibrio mecánico, el material sufre deformaciones elásticas y plásticas, estas últimas prevalecen dentro del material en lo que se conoce como estado de esfuerzos.

Al momento de liberar las fuerzas que actuaban sobre el material, este se recupera elásticamente, sin embargo, plásticamente permanece tensionado, a estas tensiones se les conoce como *tensiones residuales*. Las tensiones residuales (internas) de la estructura de un material o componente son las tensiones que existen en él cuando no hay (y a veces cuando ni siquiera ha habido anteriormente) solicitaciones o cargas externas. Los procesos de conformado son las causas más comunes que provocan tensiones residuales.

Virtualmente todos los procesos de conformado y fabricación introducen tensiones residuales en el material conformado. En algunas ocasiones, las tensiones residuales pueden ser introducidas también más tarde a lo largo de la vida de la estructura por procedimientos de instalación o montaje, por sobrecargas ocasionales, por efectos de asentamiento del suelo o estructuras subterráneas, o por cargas muertas que puedan llegar a ser parte integrante de la estructura.

Los efectos de las tensiones residuales pueden ser beneficiosos o perjudiciales, dependiendo de la magnitud, sentido, y distribución de estos esfuerzos con respecto a las tensiones inducidas por cargas. Por lo general, las tensiones residuales son perjudiciales, y hay muchos casos en los que estas tensiones fueron el factor predominante que contribuyó a la fatiga y a otros fallos estructurales cuando las tensiones aparecidas en servicio se superponen a las tensiones residuales ya presentes.

El análisis de difracción de rayos X es una técnica no destructiva para la medición de tensión residual cerca de la superficie.

La difracción de rayos X permite determinar distancias entre los planos de la red en muestras cristalinas. Se observará la reflexión de un haz incidente siempre y cuando se cumpla la condición de Bragg [55] (ec. 25).

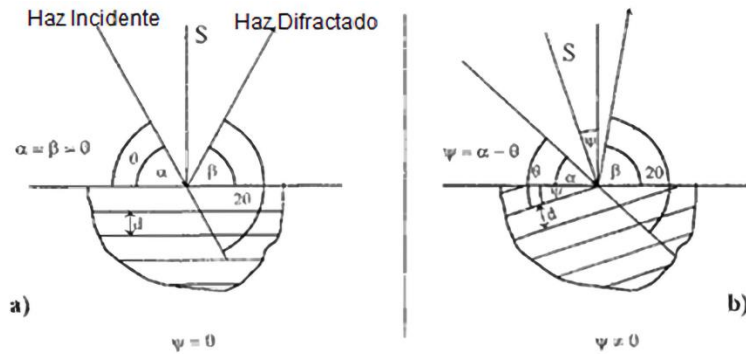


Figura 33. Dirección de medida en la difracción de rayos X.

Considerando las leyes de la difracción el ángulo  $\theta$  es el mismo para el haz incidente que para el haz difractado y, para un determinado ángulo  $\theta$ , solo participan en la difracción los planos perpendiculares a la bisectriz  $S$ , entre el haz incidente y el difractado. De esta forma se considera  $S$  como la dirección de medida de la difracción.

En una muestra policristalina no texturada o en un polvo, los cristales y, consecuentemente, sus planos, están estadísticamente distribuidos en todas las direcciones del espacio, así que, dada una dirección de medida  $S$ , se pueden detectar todas las familias de planos  $(hkl)$  existentes en el cristal.

Por razones de focalización del haz reflejado en el detector los equipos convencionales de difracción mantienen la dirección de medida,  $S$ , perpendicular a la superficie de la muestra (figura 33a) variando simultáneamente durante el barrido el ángulo  $\alpha$  del haz incidente con la muestra y el ángulo  $\beta$  de la dirección del detector con la muestra. En este caso  $\alpha$  y  $\beta$  son ambos iguales a  $\theta$  y se detectan exclusivamente los planos paralelos a la superficie.

Para detectar familias de planos, que forman un ángulo  $\psi \neq 0$  con la superficie, hace falta desplazar la dirección de medida por el mismo ángulo respecto a la normal de la superficie (figura 36b).  $\alpha$  y  $\beta$  ya no son iguales y ambos diferentes a  $\theta$ . El ángulo

entre la dirección del detector y la prolongación del haz incidente, sin embargo, sigue siendo  $2\theta$  y consecuentemente puede determinarse el valor de  $d$  correspondiente en la nueva dirección de S.

La tensión residual de la superficie puede ser muy diferente a la que hay en la mitad del espesor de la muestra. La profundidad de penetración es calculada mediante la siguiente expresión:

$$T(2\theta, \alpha) = \left[ \frac{-\ln(1 - Gx)}{\mu \left( \frac{1}{\sin \alpha} + \frac{1}{\sin(2\theta - \alpha)} \right)} \right] 10000 \quad (\text{Ec. 27})$$

Donde  $T$  es la penetración en micras,  $Gx$  es la fracción de radiación absorbida,  $\alpha$  es el ángulo de incidencia,  $2\theta$  es el ángulo de difracción y  $\mu$  es la longitud de onda de los rayos X.

Por ejemplo, para una muestra de aluminio, como la que se utilizó en el presente trabajo, con un ángulo de difracción de  $136^\circ$  y un ángulo de incidencia de  $10^\circ$ , se obtiene una penetración de 29.25 micras<sup>3</sup>. Esta técnica se limita hasta 100 micras en la mayoría de los metales.

La técnica se basa en la difracción de rayos X, por los planos paralelos de las redes cristalinas (grano) de la muestra. Como resultado, las deformaciones medidas son deformaciones plásticas y las tensiones residuales se calculan utilizando la ley de Hooke.

Expresando las deformaciones en términos de los esfuerzos se obtiene:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1 + \nu}{E} \sigma_{\phi} \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} Tr(\sigma) = \frac{1}{2} S_2 \sigma_{\phi} \sin^2 \psi + S_1 Tr(\sigma) \quad (\text{Ec. 28})$$

---

<sup>3</sup> Cálculo de la penetración:  $T(2\theta, \alpha) = \left[ \frac{-\ln(1-0.63)}{48.6 \left( \frac{1}{\sin 10} + \frac{1}{\sin(136-10)} \right)} \right] 10000 = 29.25 \text{ micras}$

Donde  $\varepsilon$  es la deformación,  $\sigma$  la tensión aplicada,  $E$  y  $\nu$  son el módulo de Young y el coeficiente de Poisson,  $\phi$  y  $\psi$  son los ángulos que describen la trayectoria de la deformación,  $S_1$  y  $S_2$  son las direcciones sobre las cuales se están aplicando tensiones uniaxiales  $\sigma_{xy}$  y  $Tr(\sigma)$  es la traza de la matriz de esfuerzos. El análisis de esta ecuación puede consultarse a detalle en el *Anexo II: Deformaciones medidas por Difracción*.

El principio de la determinación de una tensión en una dirección  $\phi$  es el siguiente: la traza de la deformación medida  $\varepsilon_{\phi\psi}$  como una función de  $\sin^2 \psi$ , la pendiente es proporcional a  $\sigma_{\phi}$  y la ordenada al origen es proporcional a la traza del tensor de esfuerzos. Es esta ecuación la que le da a la técnica el nombre de "Método del  $\sin^2 \psi$ "<sup>4</sup>.

Se requiere un tamaño de grano suficientemente pequeño (0.1 micras de diámetro) para tener una estadística suficiente y una forma de pico bien definida. Se puede obtener un perfil de esfuerzo en función del espesor, para ello las muestras tienen que ser electropulidas en zonas lo más pequeñas posibles, para impedir la relajación de esfuerzos.

---

<sup>4</sup> Nota: para  $\phi = 0$ , la tensión  $\sigma_{\phi}$ , es igual a  $\sigma_{11}$  y para  $\phi = \pi/2$ , la tensión  $\sigma_{\phi}$  es igual a  $\sigma_{22}$ . Entonces es suficiente llevar a cabo una medición en una tercera dirección  $\phi$  para obtener el tensor de tensión completo.



### 4.4.3 Termodifracción

La difracción de rayos X puede realizarse sometiendo la muestra a un programa de temperatura controlado. De esta manera es posible realizar estudios como los siguientes <sup>[54]</sup>:

- Es posible seguir el grado de avance de una reacción química. Se puede hacer a temperatura constante o calentando a velocidad constante. Sin embargo, para realizar esto con una razonable resolución en temperatura es necesario usar una fuente de rayos X de alta intensidad preferiblemente con un detector sensible a la posición. Después de completar la reacción a una temperatura particular la temperatura puede bajarse a diferentes velocidades con objeto de comprobar si la reacción es reversible o si el producto de reacción sufre alguna transformación de fase al enfriarse.
- La difracción de rayos X puede utilizarse para seguir el proceso de recristalización y crecimiento de grano. Se tienen que tomar en cuenta las mismas consideraciones para seguir el grado de avance de una reacción química.
- También es posible el estudio de disoluciones sólidas. Una disolución sólida contiene un soluto B distribuido de forma aleatoria en un disolvente A bien en los huecos o sustituyendo a los átomos o iones. Debido a esa distribución aleatoria el soluto no da lugar a nuevos picos de difracción, sino que el efecto que produce es desplazar la posición de los picos ligeramente. En una disolución sólida de tipo intersticial el efecto que produce el soluto es un incremento en las constantes de red y por tanto un desplazamiento de las posiciones de los picos a valores menores de  $2\theta$ . En el caso de una solución sólida sustitucional el efecto sobre la posición de los picos depende del tamaño relativo de soluto y solvente. Si el átomo de soluto es de mayor tamaño que el solvente se produce un incremento en los parámetros de red y por tanto un desplazamiento de los picos a menor ángulo. Si el tamaño del soluto es

menor que el del solvente el efecto es el contrario. El desplazamiento es a grosso modo proporcional a la concentración de soluto. A esto se le conoce como Ley de Vegard [42].

- El coeficiente de expansión térmica puede determinarse midiendo el incremento de las constantes de red con el aumento de temperatura (es decir la disminución en el ángulo  $2\theta$  para un pico de difracción dado).

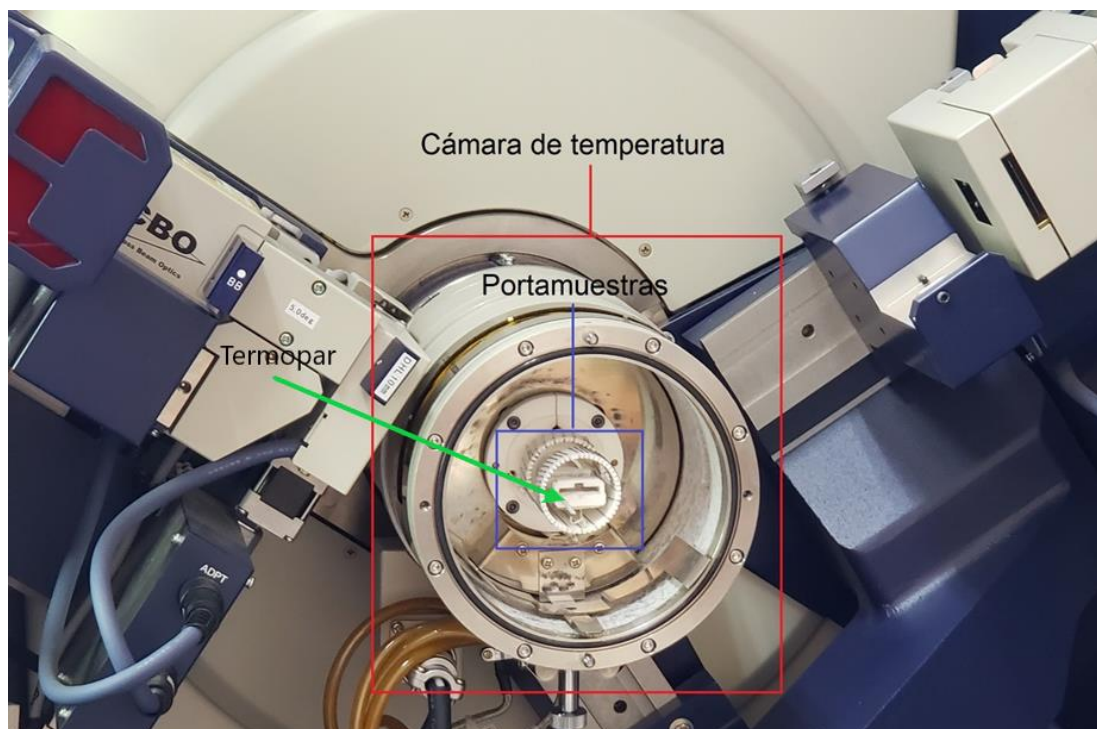


Figura 34. Cámara de calentamiento para realizar termodifracción.

#### 4.4.4 Espectroscopía de Rayos X de Energía Dispersa (EDS)

La espectroscopia de rayos X de energía dispersa (EDS) se basa en la detección de la radiación X que emite un material excitado por un haz de electrones enfocado en un área muy pequeña. Estos electrones producen transiciones energéticas entre los orbitales de los átomos, y, para volver al equilibrio, el átomo produce un fotón de rayos X, el cual es característico de cada tipo de átomo y, en la mayoría de los casos, permiten identificarlos inequívocamente. Esta técnica está basada en el microscopio electrónico de barrido (SEM) que proporciona información cristalográfica sobre la microestructura de una muestra.

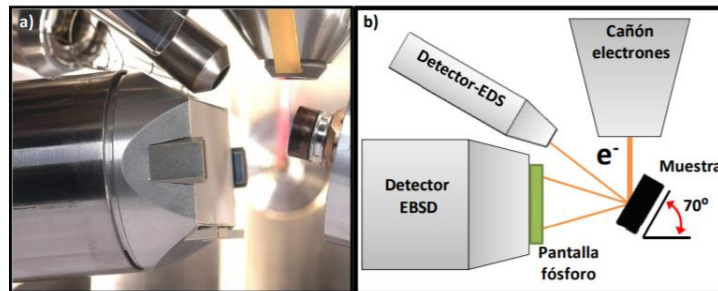


Figura 35. Principales elementos de un SEM con la capacidad de realizar EDS.

La microscopia electrónica de barrido (SEM) consiste en la generación de una imagen de electrones secundarios o retrodispersados de la muestra a observar mediante el barrido de un haz de electrones acelerados y enfocados sobre su superficie. Los electrones retrodispersados son colectados por un detector de estado sólido cuya señal eléctrica es procesada por computadora. Esta técnica permite observar, además de la topografía, cambios en la densidad y composición superficial de la muestra hasta profundidades máximas del orden de 1  $\mu\text{m}$ .



Figura 36. Microscopio de Barrido, BENCHTOP SEM (Modelo JCM6000).

## 4.5 Pruebas mecánicas

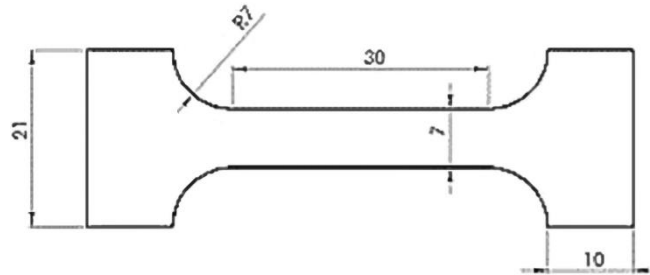
### 4.5.1 Ensayo de tracción uniaxial

Como se mencionó en los *Antecedentes y fundamentos teóricos*, una de las formas más utilizadas para medir las propiedades mecánicas es con un ensayo de tracción uniaxial. Con dicho ensayo se calcula la curva esfuerzo-deformación, la cual proporciona mucha información, entre la más relevante es el límite de cedencia, la elongación del material y la ductilidad, información altamente útil, pues se compararán ensayos con probetas de antes y después del proceso RCS, el cual es el predominante para modificación de la textura cristalográfica.



Figura 37. Maquina Universal Instron 5500R.

Las probetas para los ensayos son cortadas con un punzón y dado con la geometría estandarizada de una probeta de tracción como se muestra en la figura 38 además de sus dimensiones.



*Figura 38. Dimensiones de una probeta para ensayos de tracción uniaxial (cotas en mm).*

## V. Resultados y discusión.

En esta sección se presentan los resultados obtenidos de los diferentes modelos, procesos y técnicas empleadas de acuerdo con la metodología previamente detallada, así como el análisis de estos.

### 5.1 Simulación de la respuesta térmica

El modelo elaborado ha sido corroborado de acuerdo con algunas situaciones. Las cuales se explicarán a continuación.

#### 5.1.1 Validación mediante predicciones del programa/modelo

En las figuras 39 y 40 se muestra el cambio de la temperatura con respecto al tiempo, fijando un plano en  $z=0.2\text{mm}$ , calentamiento en las direcciones  $x, y$ , asilamiento en la dirección  $z$ :

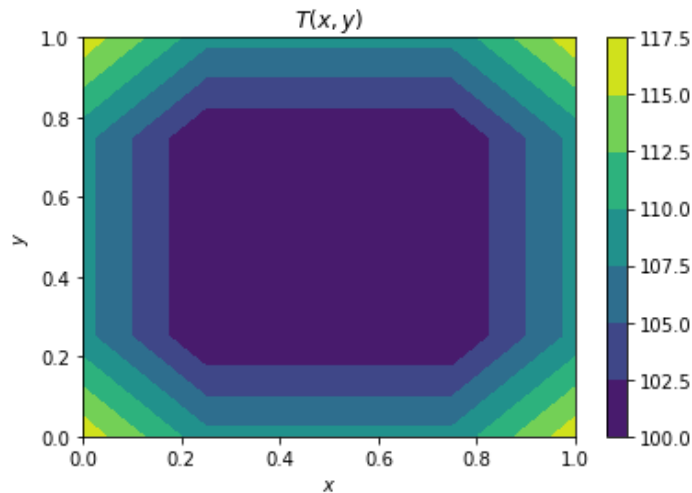


Figura 39. Mapeo de temperaturas (distribución inicial).

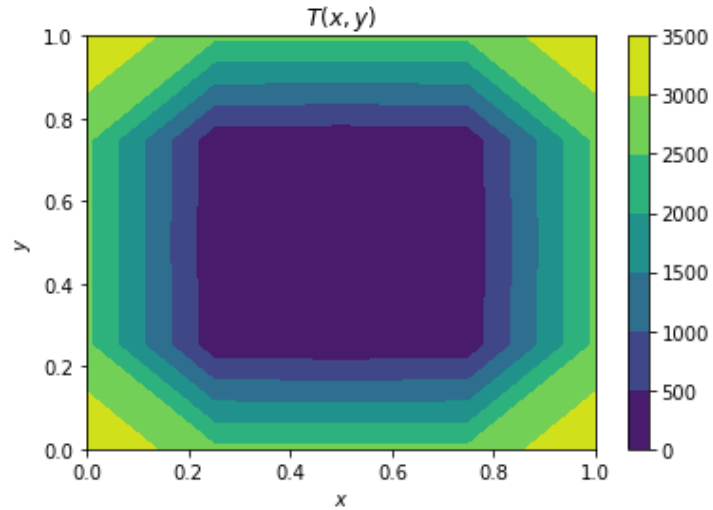


Figura 40. Mapeo de temperaturas a un valor dado  $t=50s$ .

Como se muestra en las figuras anteriores el calentamiento de la lámina evoluciona de forma satisfactoria con respecto al tiempo, si bien son valores fuera de la realidad pues a  $3500^{\circ}\text{C}$  la lámina ya estaría fundida, se muestra la estabilidad del modelo y del mallado, lo cual se explica de manera lógica ya que al llegar a una temperatura igual a la suma de las temperaturas del fluido, alrededores y de contacto, la lámina simplemente no se puede calentar más y pasa de ser un problema en estado no estacionario a uno en estado estacionario cuyas temperaturas son constantes en cada nodo, por lo que no tiene sentido seguir calculando a tiempos más largos que ese.

### 5.1.2 Efecto e independencia de la malla sobre la precisión del modelo

La calidad de las mediciones está en función del número de nodos; a mayor cantidad de nodos la exactitud del programa aumenta. A continuación, en las figuras 41, 42 y 43, se muestran corridas del programa para el primer paso de cálculo, fijando un plano en  $z=0.2\text{mm}$ , calentamiento en las direcciones  $x, y$ , asilamiento en la dirección  $z$  a  $t=5\text{min}$ :

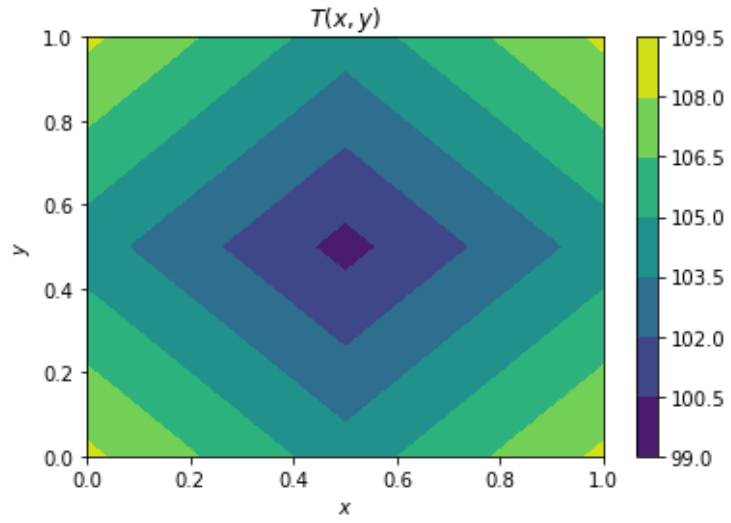


Figura 41. Mapeo de temperaturas a un valor dado Número de nodos: 3 en cada dirección.

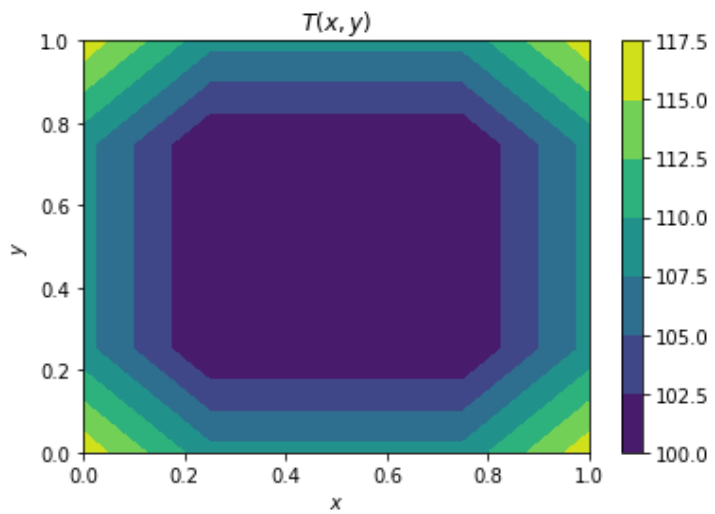
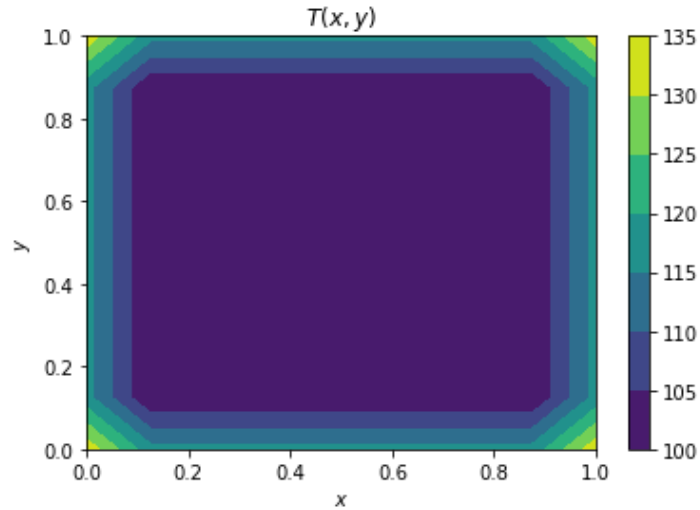


Figura 42. Mapeo de temperaturas a un valor Número de nodos: 5 en cada dirección.





*Figura 43. Mapeo de temperaturas a un valor Número de nodos: 9 en cada dirección.*

Como se muestra en las figuras anteriores a mayor cantidad de nodos el programa simula un calentamiento más preciso en cada punto y por lo tanto mayor calidad en las predicciones, la única limitante es el poder de procesamiento de la computadora en que se ejecute.

El otro parámetro que define la calidad del modelo es el  $dt$ , el cual mientras más pequeño más preciso será el modelo. A continuación, en las figuras 44, 45 y 46, se muestran corridas del programa variando el  $dt$ , fijando un plano en  $z = 0.2mm$ , calentamiento en las direcciones  $x, y$ , asilamiento en la dirección  $z$ , tiempo final de 10s y con 5 nodos:

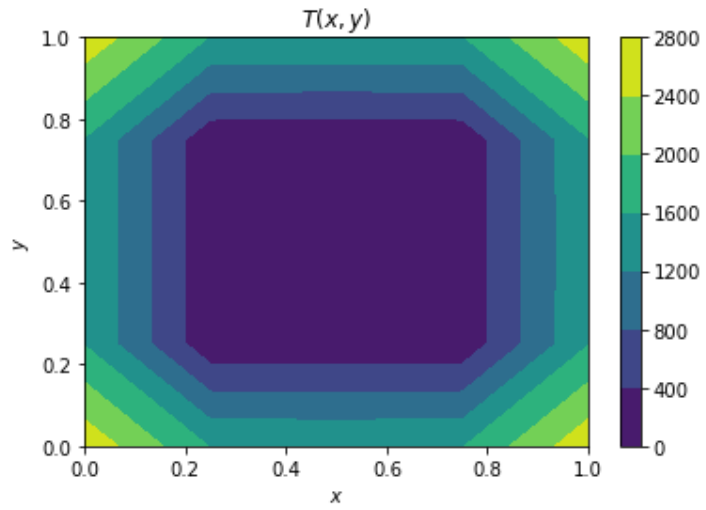


Figura 44. Mapeo de temperaturas con un valor  $dt=10s$ .

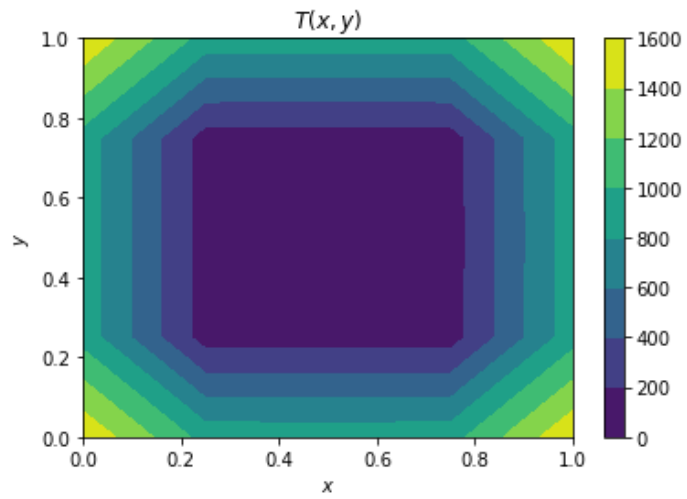


Figura 45. Mapeo de temperaturas con un valor  $dt=1s$ .

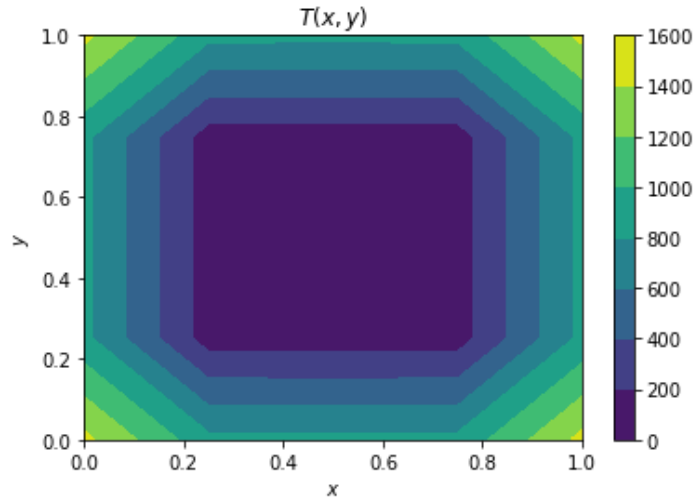


Figura 46. Mapeo de temperaturas con un valor  $dt=0.1s$ .

Como se muestra en las figuras anteriores, aunque la distribución de temperaturas se ve igual en todas las figuras, las temperaturas presentes en la matriz cambian, esto debido a que mientras menor sea el  $dt$ , le da mayor precisión al modelo, aumentando su calidad, pero a costa de un mayor tiempo de cálculo computacional, por esta razón se recurre a un número pequeño de nodos para que no sea un factor para considerar.

### 5.1.3 Datos para la verificación del modelo.

Para la verificación de este modelo, se emplearon los diagramas de temperaturas transitorias y de transferencia de calor para una pared plana de espesor  $2L$ , inicialmente a una temperatura sujeta a convección desde ambos lados hacia un medio ambiente a la temperatura  $T_{inf}$  con un coeficiente de convección  $h$ . Lo cual se encuentra en las gráficas de Heisler. [66].

Tabla 5. Datos obtenidos con ayuda de las gráficas de Heisler y valores obtenidos con el programa basal realizado.

<b>dt</b>	0.1						<b>Sol. Analítica</b>	<b>Sol. Numérica</b>
tiempo [s]	Bi	1/Bi	Fo	tetha o	x/L	Tetha distribución	T [°C] graficas	T [°C] programa
0	1.538	0.65	0.5	0.73	0.14	0.51	325	325.0
100	1.538	0.65	0.81	0.5	0.14	0.38	405	512.4
200	1.538	0.65	1.5	0.24	0.14	0.24	510	595.6
300	1.538	0.65	2.24	0.12	0.14	0.12	580	604.8
400	1.538	0.65	2.99	0.049	0.14	0.049	622	610.6
500	1.538	0.65	3.74	0.022	0.14	0.022	638	614.7
600	1.538	0.65	4.49	0.01	0.14	0.01	645	617.7
700	1.538	0.65	5.24	0.001	0.14	0.001	650	620.1

Para ello fue necesario utilizar valores de tiempos propuestos, temperaturas del medio al cual se encontraba expuesto, valor de conductividad, valores del coeficiente de transferencia de calor, un valor de  $L$  y el cálculo de  $\alpha$  para la determinación del número de Fourier. Con los datos anteriores, también fue necesario obtener el inverso del número de Biot para poder determinar los valores que permitieran calcular la temperatura futura de nuestra paca de acero expuesta a cierta temperatura por un tiempo variado.

El tiempo que se propuso fue de acuerdo con valores que se pudieran corroborar por el programa y empleando este método de validación con la utilización de las gráficas de Heisler. Estos fueron a 200s, 400s y 700s, ya que la limitante también es la

información que nos permiten las gráficas (en cuanto a precisión de lectura de los valores).

En la figura 47 se observa la comparación entre la solución analítica y la numérica de la respuesta térmica, en donde la diferencia entre ambas soluciones tiende a cero (tiene un comportamiento asintótico) conforme aumenta el tiempo en los pasos de cálculo.

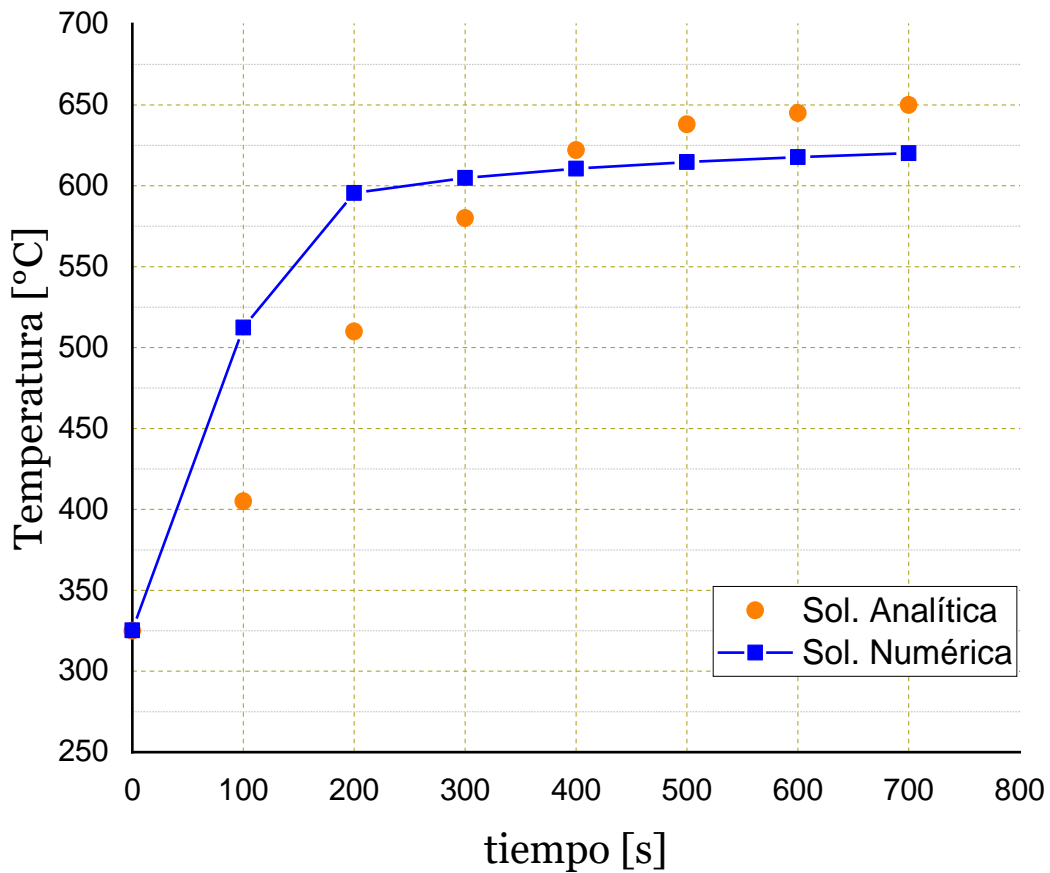
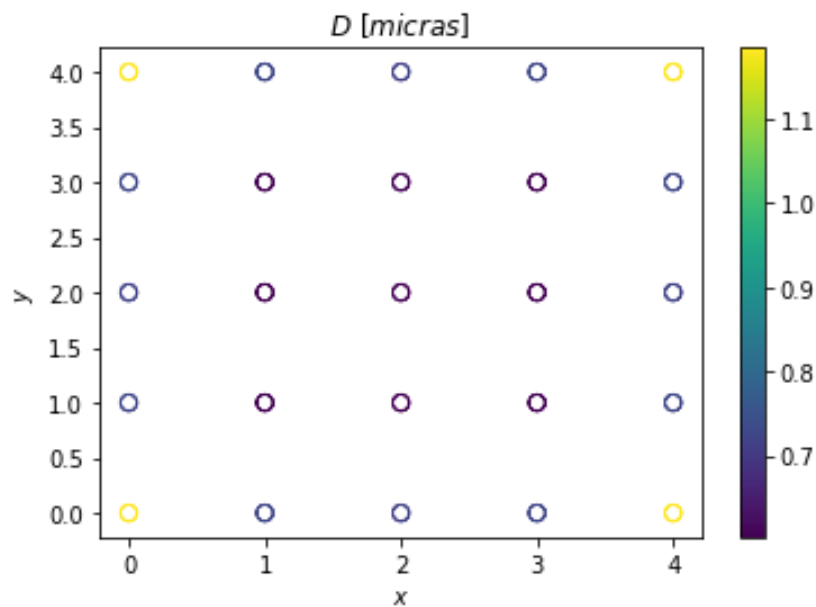


Figura 47. Respuesta térmica en la superficie de una lámina de aluminio: solución analítica (círculos naranjas) y numérica (círculos azules).

El modelo elaborado proporciona, además de perfiles de temperatura y datos cinéticos sobre la transformación de fase, el tamaño de grano para la aleación trabajada sometida a los tratamientos térmicos correspondientes.

Este modelo fue desarrollado con la finalidad de simular los tratamientos térmicos a los que pudieran ser sometidas las probetas, lo cual tiene como aplicación conocer las condiciones óptimas para llevar a cabo un tratamiento térmico que promueva una recristalización parcial (cuya historia térmica se explica en la sección 4.3.2 *Tratamiento térmico*) y eficientizar el proceso ya que el modelo contempla todas las variables gobernantes en el proceso de calentamiento, esto se refleja en la estimación del tamaño de grano que se presenta en las figuras 48 y 49.



*Figura 48. Diámetro (en micras) de la microestructura modelada con un tratamiento térmico propuesto; (representación de un corte del plano z).*

Como se observa en la figura 48, con el ciclo térmico elegido, se obtienen tamaños de grano bastante semejantes en toda la matriz, debido a la naturaleza del problema, la extracción de calor en las aristas es mayor, y lo es aún más en las esquinas (como se observa en la figura 49), razón por la cual no se puede tener un crecimiento uniforme en toda la matriz.

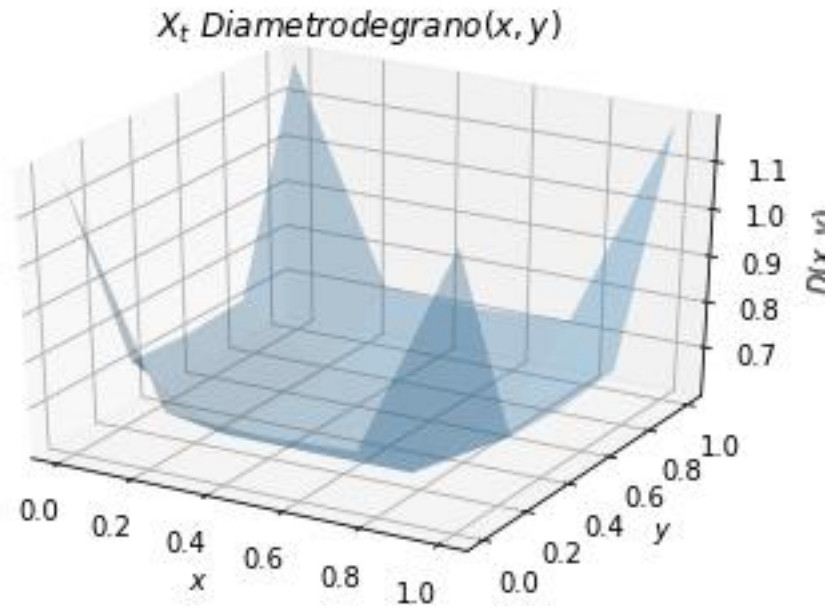


Figura 49. Distribución del tamaño de grano modelada a partir del tratamiento térmico propuesto en un corte del eje z.

## 5.2 Caracterización cristalográfica y microestructural

### 5.2.1 Determinación de esfuerzos residuales por difracción de rayos X

Se hicieron pruebas sobre láminas de espesor de 3mm y 1mm, resultando en un 75% y 92% de deformación respectivamente<sup>5</sup>, ya que, como se mencionó en los *antecedentes y fundamentos teóricos*, la deformación proporciona la energía o fuerza motriz necesaria para la recrystalización y crecimiento de grano, y este estado de deformación genera esfuerzos residuales está presente en los materiales en forma de esfuerzos residuales.



Figura 50. Muestras laminadas en frío para alcanzar un espesor de 1mm, en la imagen superior se observa una muestra sin tratamiento térmico y en la imagen inferior se observa una muestra con tratamiento térmico.

Por esta razón se realizó un análisis de esfuerzos residuales por difracción de Rayos X (figuras 51 y 52), los cuales son esfuerzos presentes dentro del material, en este caso debido al proceso de laminación.

Además, como ya fue mencionado en la sección 4.4.2 *Determinación de esfuerzos residuales por Difracción de rayos X*, la presencia de estos esfuerzos afecta al crecimiento de grano ya que obstaculizan el movimiento tanto de dislocaciones y sistemas de deslizamiento, como de fronteras de grano, lo que provoca un endurecimiento en el material y una menor susceptibilidad a seguir siendo deformado (algo crucial pues el siguiente paso es realizar el proceso RCS).

---

<sup>5</sup> Para laminación:  $\% \text{trabajo en frío} = \% \text{reducción de espesor} = \frac{e_0 - e_f}{e_0} \times 100$

En donde  $e_0$  y  $e_f$  son los espesores inicial y final respectivamente.



Sin embargo, estos esfuerzos pueden “relajarse” (es decir, activar térmicamente el campo de desplazamientos para que, al moverse, rompan con los estados de esfuerzos de tensión-compresión) por medio de tratamientos térmicos, por tanto, se necesitaba evaluar esta implicación, para esto, se recurrió a un software de *Wolfram Mathematica*, en el cual, se carga una expresión matemática que considera un material isotrópico, desgraciadamente es un fenómeno complejo pues tiene acoplado un campo térmico y un campo de desplazamientos (deformaciones), lo que da como resultados tres posibles escenarios:

- Un comportamiento lineal
- Un comportamiento elíptico
- Un comportamiento tipo “snake”

La pendiente de los dos primeros casos, se puede asociar a ciertos efectos del proceso en el material [40,55], como son los esfuerzos de tensión o compresión, sin embargo, en el último caso, que fue el obtenido experimentalmente, vemos dos curvas tipo “snake” en donde nos dice simplemente que el modelo no puede dar resultados cuantitativos, pues no se ajusta linealmente, sin embargo, comparando la figura 51 con la 52, si se puede observar que el tratamiento térmico sirvió disminuir poco más de un orden de magnitud los esfuerzos residuales presentes en el material, es decir, disminuyó las deformaciones presentes dentro del mismo, lo cual nos indica que está funcionando dicho tratamiento, y gracias a esto, se puede continuar con seguridad con el proceso RCS, pues no se espera que el material se fracture al primer paso del mismo.

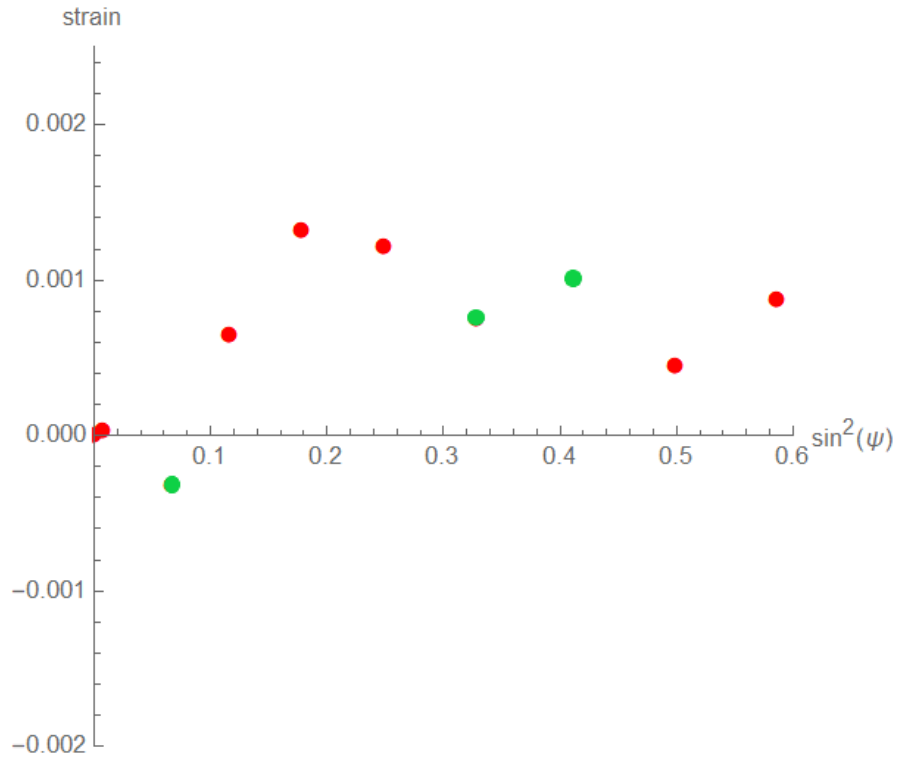


Figura 51. Gradiente de deformaciones en el volumen analizado para una muestra laminada en frio hasta los 3mm de la aleación A5083.

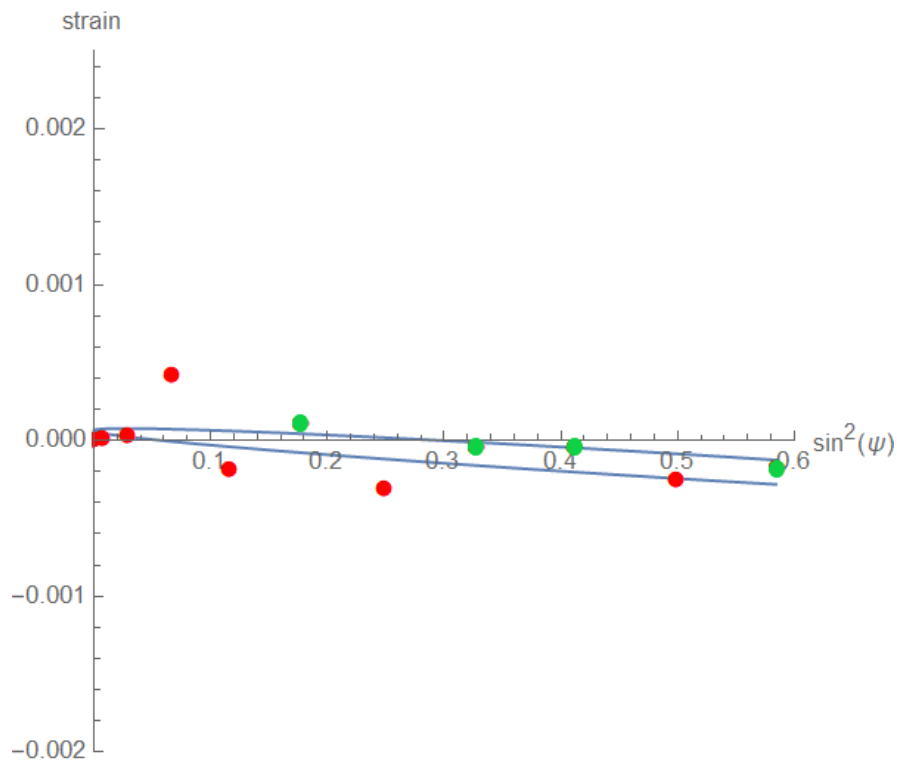


Figura 52. Gradiente de deformaciones en el volumen analizado para una muestra laminada en frio hasta los 3mm y con un tratamiento térmico de la aleación A5083.

### 5.2.2 Análisis de microestructura por termodifracción

La difracción de rayos X acoplada con un ciclo térmico permite no solo identificar las fases cristalinas, si no también observar los cambios microestructurales con base en el cambio de ancho de pico y la intensidad de estos.

En las figuras 53 y 54 se examinaron los picos asociados al plano (200), el cual difracta comúnmente a  $44^\circ$  en  $2\theta$ , se escogió este plano por tener un buen balance entre intensidad y sensibilidad al efecto de la temperatura.

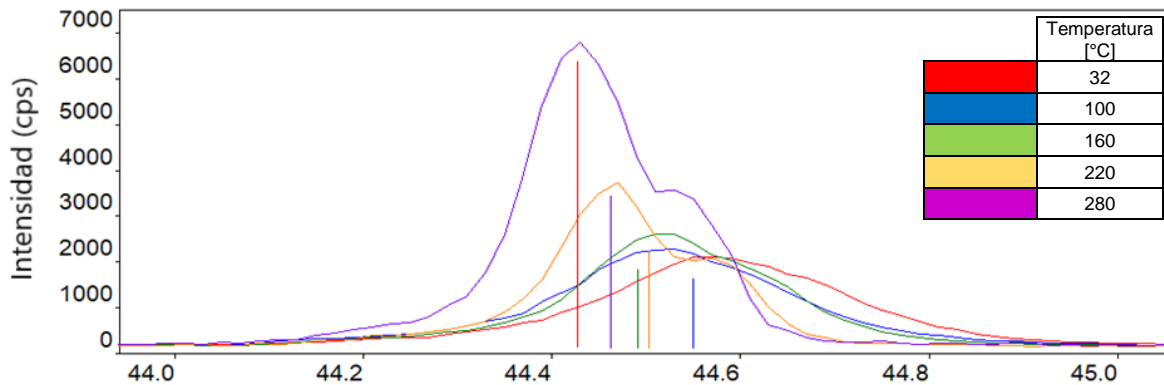


Figura 53. Diffractogramas del pico (200) a diferentes temperaturas para la aleación A5083 sometida al proceso de laminación y al tratamiento térmico.

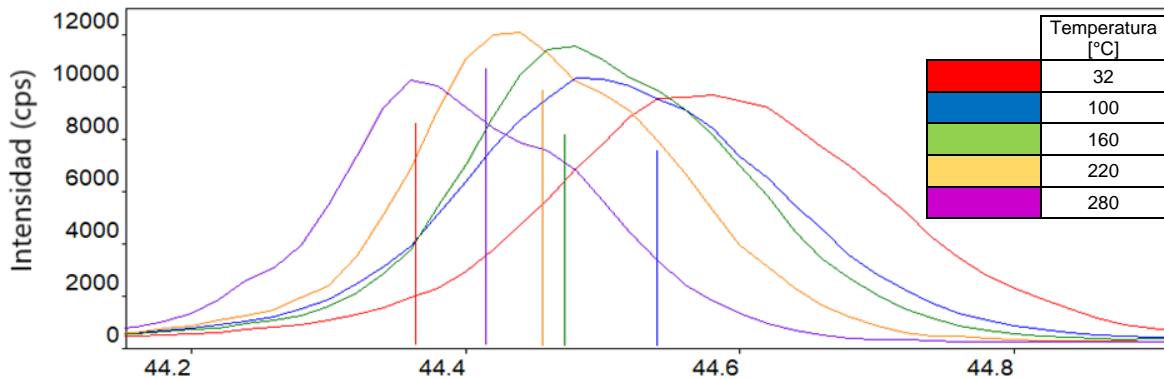


Figura 54. Diffractogramas del pico (200) a diferentes temperaturas para la aleación A5083 sometida al proceso de laminación, al tratamiento térmico y a 2 pasos del proceso RCS.

En las figuras 53 y 54 se observa como el incremento de temperatura desplaza hacia la izquierda los picos de difracción sin importar su estado previo de deformación, esto es debido a la dilatación térmica que ocurre en el material, dicha dilatación provoca un incremento en el parámetro de red "a", el cual es inversamente proporcional al ángulo de difracción como lo expresa la Ley de Bragg (ec. 25).

En las figuras 55 y 56 se observa como el aumento de temperatura provoca una disminución en el ancho de pico, esto es debido a dos factores: tamaño del cristal y microdeformaciones.

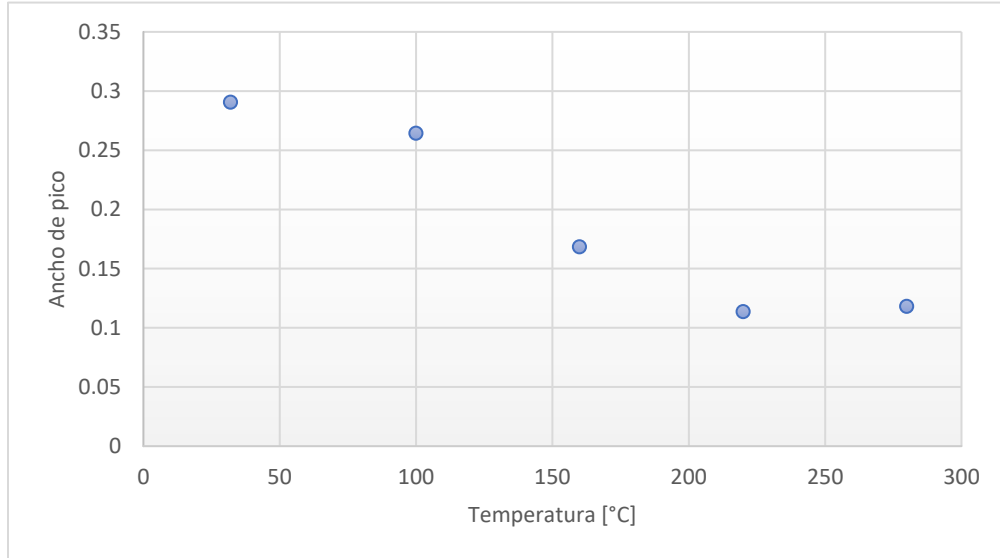


Figura 55. Evolución térmica del ancho del pico (200) para la aleación A5083 sometida al proceso de laminación y al tratamiento térmico.

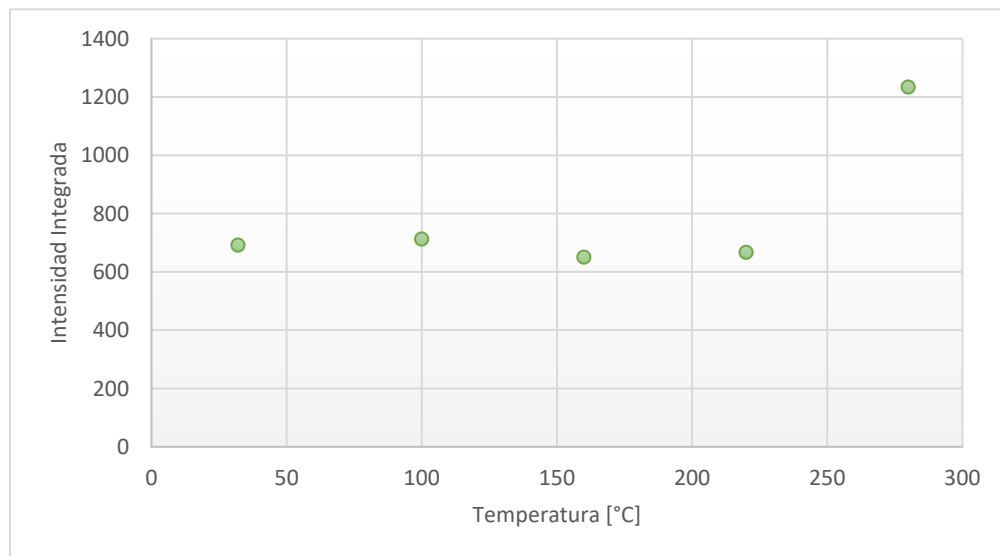


Figura 56. Perfil térmico de la intensidad del pico (200) para la aleación A5083 sometida al proceso de laminación y al tratamiento térmico.

Tamaño de cristal: A menor tamaño de cristal, ancho de picos de difracción más grande, en cristalografía, las ecuaciones de Laue relacionan las ondas entrantes con

las ondas salientes en el proceso de difracción por una red cristalina, lo que permite describir la intensidad de un pico difractado. Como se observa en la ecuación de Laue<sup>6</sup>, cuando  $N$  es pequeño, los picos de difracción se vuelven más anchos, mientras que el área del pico permanece constante e independiente de  $N$ .

Microdeformaciones: El efecto de una deformación uniforme que aumente el espaciado entre planos de acuerdo con la Ley de Bragg es un desplazamiento del pico a ángulos menores, por el contrario, una disminución en el espaciado produce un desplazamiento a ángulos mayores. Cuando existe una deformación no uniforme en la que coexisten los dos fenómenos anteriores se obtendrían finas líneas de difracción ligeramente desplazadas correspondientes a los diferentes espaciados, la línea envolvente de estos efectos combinados es lo que se observa experimentalmente, dando lugar a un pico de difracción ensanchada.

Además, se observa una curva en forma de “S” invertida, la cual se puede dividir en tres secciones, la primera, correspondiente a la temperatura de 32 y 100°C, se denomina “etapa de incubación”, en donde se da una migración y combinación de defectos lineales conocidos como dislocaciones, lo cuales ocupan la energía térmica suministrada en forma de calor al sistema para moverse a través de la red cristalina del material, lo que da como resultado una variación muy pequeña en el ancho de pico, pues el cristal conserva su tamaño y el estado de las microdeformaciones se mantiene prácticamente constante.

La segunda sección se da alrededor de la temperatura de 160°C y corresponde a la etapa de “recristalización”, en donde ocurre un rearrreglo y aniquilación de dislocaciones, así como la nucleación de subgranos y granos, en esta etapa el ancho de pico disminuye de forma lineal debido a que los nuevos granos y subgranos que

---

<sup>6</sup> Ecuación de Laue: 
$$I = I_e F^2 \frac{\sin^2(\frac{\pi}{\lambda})(S-S_0)*N_1 a_1 \sin^2(\frac{\pi}{\lambda})(S-S_0)*N_2 a_2 \sin^2(\frac{\pi}{\lambda})(S-S_0)*N_3 a_3}{\sin^2(\frac{\pi}{\lambda})(S-S_0)*a_1 \sin^2(\frac{\pi}{\lambda})(S-S_0)*a_2 \sin^2(\frac{\pi}{\lambda})(S-S_0)*a_3}$$

Donde  $N_1, N_2$  y  $N_3$  son los números de las celdas unitarias a lo largo de las direcciones  $a_1, a_2$  y  $a_3$ .  $I$  y  $I_e$  son las intensidades de las ondas de salida y entrante y  $F$  es el factor de estructura.

se forman contribuyen de manera directa al crecimiento de los cristales orientados en el plano (200).

Por último, la tercera sección que corresponde a las temperaturas de 220 y 280°C corresponde a la etapa de “crecimiento de grano”, en donde ocurre un trepado de dislocaciones y principalmente se da una coalescencia de subgranos para formar granos, así como el crecimiento de estos una vez formados conforme se aumente la temperatura.

En las figuras 57 y 58 se observa como la intensidad aumenta conforme aumenta la temperatura, esto debido a dos factores: el factor de Debye-Waller <sup>[42]</sup> y la textura preferencial.

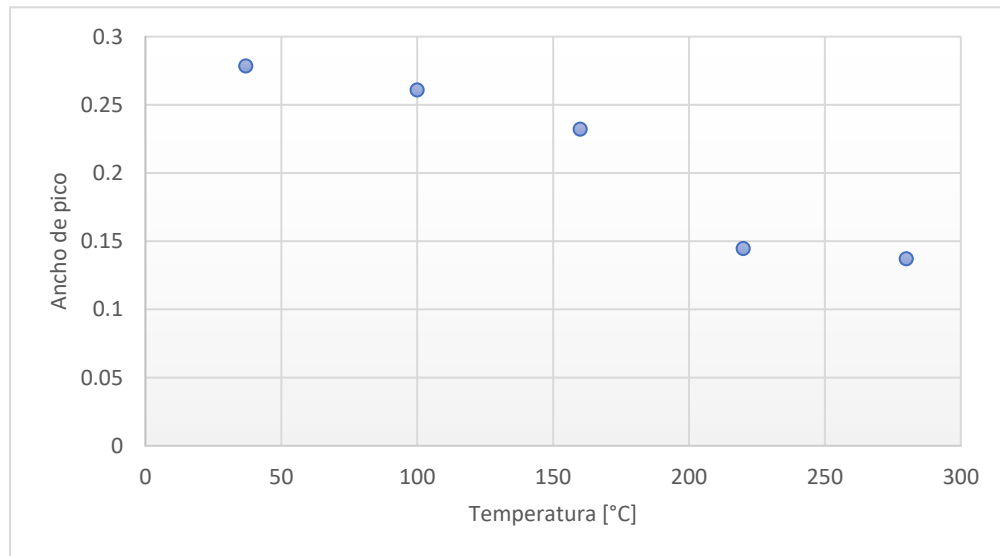


Figura 57. Evolución térmica del ancho del pico (200) para la aleación A5083 sometida al proceso de laminación, al tratamiento térmico y a 2 pasos del proceso RCS.

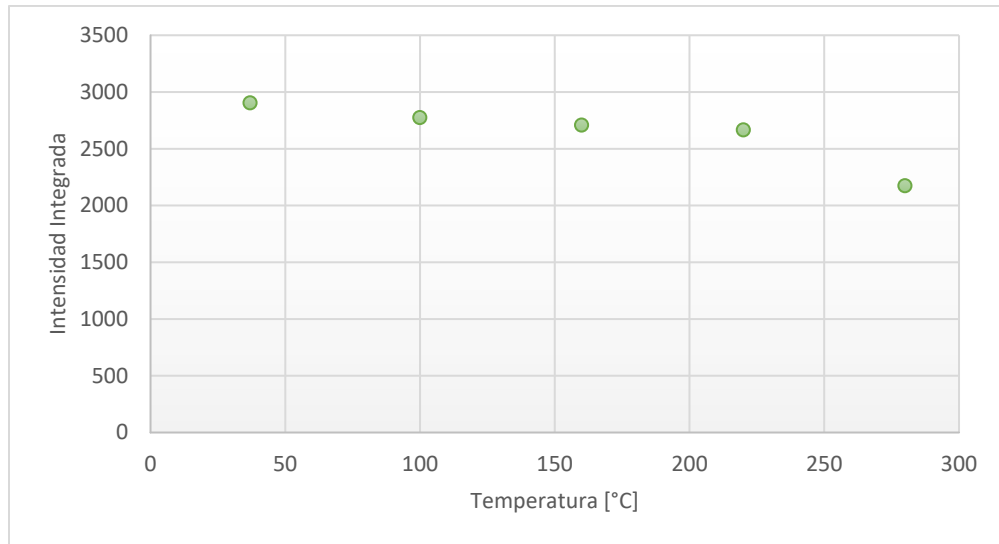


Figura 58. Perfil térmico de la intensidad del pico (200) para la aleación A5083 sometida al proceso de laminación, al tratamiento térmico y a 2 pasos del proceso RCS.

El factor de Debye-Waller nos dice que los átomos no ocupan posiciones fijas en la red, sino que están sometidos a una vibración térmica alrededor de sus posiciones de equilibrio, la agitación térmica disminuye la intensidad de un haz difractado ya que degrada la periodicidad de la red en la que se basa la Ley de Bragg.

Mientras que en el factor textura, ocurre que, la temperatura promueve la alineación de ciertas orientaciones preferenciales, algunas se ven privilegiadas como la (200), conocida como textura cubo, entonces a mayor temperatura mayor intensidad del pico. Esto hasta que se llega a la etapa de “crecimiento de grano” en donde se desacelera la cinética de nucleación y crecimiento de grano y, por tanto, este factor de textura empieza a tener menor relevancia, cuando esto ocurre, el factor Debye-Waller tiene mayor protagonismo y, por esta razón, en la figura 58, después de alcanzar los 220°C la intensidad del pico comienza a disminuir conforme aumenta la temperatura. La textura cristalográfica se analiza a fondo en la sección 5.2.4 *Análisis de textura cristalográfica por Difracción de rayos X*.





Las Tablas 6, 7, 8 y 9 muestran el refinamiento de Rietveld al que fue sometida la muestra en sus diferentes etapas del proceso, las cuales muestran información de cada fase encontrada en el material; se muestran los diferentes planos (hkl) indexados, su posición en el eje  $2\theta$ , la intensidad calculada (Icalc) con el método de Rietveld y la intensidad observada (Iobs), así como el valor ETA, que es el valor de mezcla entre las contribuciones de un pico 100% Lorentziano (ETA = 0) o un pico 100% Gaussiano (ETA = 1), este valor es importante, pues una convolución entre los picos Gaussianos y Lorentzianos debe arrojar valores similares en todos los planos (hkl) presentes en cada fase, mientras que una variación muy grande de un valor de ETA indicaría que en el pico correspondiente a ese plano está presente otra fase no caracterizada [54].

Tabla 6. Refinamiento de Rietveld para la aleación A5083 en su condición inicial (laminación).

<b>Fase No. 1</b>		<b>Al</b>	Factor R de Bragg	2.85	Factor R-F	1.74
H	K	L	2theta	Icalc	Iobs	ETA
1	1	1	38.31	120.5	120.5	0.469068
2	0	0	44.53	236.2	236.2	0.482081
2	2	0	64.79	849.5	849.4	0.514396
3	1	1	77.84	604.6	604.5	0.528562
2	2	2	82.02	6.8	6.9	0.532302
4	0	0	98.53	14.8	14.8	0.543906
3	1	3	111.32	111.3	111.3	0.567619
2	4	0	115.81	117.2	117.1	0.575888
<b>Fase No. 2</b>		<b>Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub></b>	Factor R de Bragg	1.2	Factor R-F	0.726
H	K	L	2theta	Icalc	Iobs	ETA
1	1	1	36.60	17.2	17.3	0.799244
2	0	0	42.52	21.0	20.8	0.806276
2	2	0	61.70	69.3	69.3	0.825892
3	1	1	73.92	74.9	75.0	0.836307
<b>Fase No. 3</b>		<b>Mg<sub>2</sub>Si</b>	Factor R de Bragg	4.15	Factor R-F	2.16
H	K	L	2theta	Icalc	Iobs	ETA
2	2	0	39.94	4.2	4.0	0.075677
<b>Fase No. 4</b>		<b>MgZn<sub>2</sub></b>	Factor R de Bragg	1.98	Factor R-F	1.27
H	K	L	2theta	Icalc	Iobs	ETA
2	0	1	40.74	10.8	10.8	0.895956
0	0	4	41.63	9.6	9.9	0.898780
Tamaño de Grano Aparente [nm]		133	Microdeformaciones	1.79E-03	Chi2	1.99

Como se observa en las Tablas 8, 9, 10 y 11, los valores de ETA son semejantes entre cada fase, razón por la cual podemos decir que se realizó una buena identificación e indexación en el refinamiento de Rietveld.

En lo que respecta al análisis estadístico, los coeficientes de ajuste están resaltados en amarillo en las Tablas 8, 9, 10 y 11:

El factor R de Bragg refleja la una concordancia entre la reflexión observada y la calculada, cuando se obtiene un valor igual o menor a 5 en el factor R de Bragg se puede decir que el análisis posee una buena concordancia.

Mientras que el factor R-F, es un factor no ponderado que muestra la relación entre la intensidad observada y la calculada, donde, nuevamente, si se obtiene un valor igual o menor a 5 en el factor R-F se puede decir que el análisis posee una buena concordancia [54].

En cambio, Chi2 es el término de bondad de ajuste, durante el proceso de refinamiento, Chi2 comienza grande cuando el modelo es deficiente y disminuye a medida que el modelo produce una mejor concordancia con los datos. Matemáticamente, el refinamiento por Rietveld es un refinamiento por mínimos cuadrados, razón por la cual se puede decir que, si se tiene un valor igual o menor a 2 en Chi2, se tiene un buen ajuste.

Dado lo anterior y observando los coeficientes de ajuste de las Tablas 8,9, 10 y 11, se observa que todos entran en el rango de buena concordancia, por lo que se puede confiar en los resultados arrojados en este refinamiento de Rietveld.

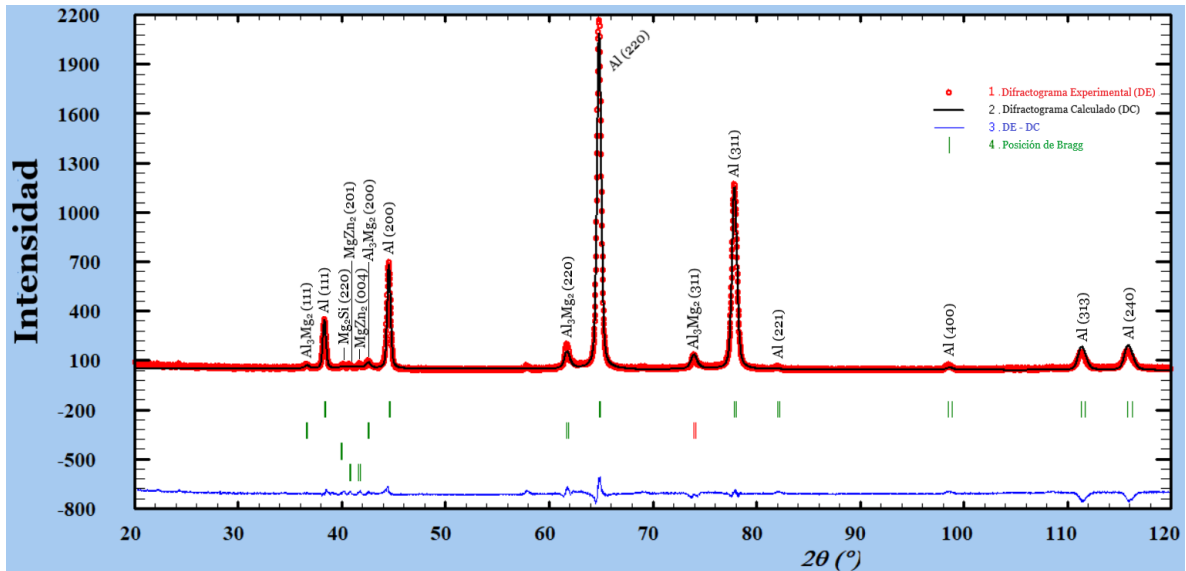


Figura 60. Difractograma de Rayos X de la muestra sometida a los procesos de laminación y tratamiento térmico refinado con el método de Rietveld.

De manera cualitativa se puede observar que la muestra, en sus diferentes momentos del proceso, tiene una textura marcada. En las figuras 59 y 60 se observa una gran intensidad del pico (220), lo cual es una evidencia de que ambas figuras poseen una textura marcada y semejante entre ellas, de forma análoga, en las figuras 61 y 62 se observa una gran intensidad en el pico (200), que indicaría que poseen una textura marcada semejante entre ellas, pero distinta a la textura de las figuras 59 y 60. Sin embargo, el análisis a detalle se realizó mediante las figuras de polos de la sección 5.2.4 *Análisis de la textura cristalográfica por difracción de Rayos X*.

Tabla 7. Refinamiento de Rietveld para la aleación A5083 sometida a los procesos de laminación y tratamiento térmico.

Fase No. 1		Al	Factor R de Bragg	0.518	Factor R-F	0.957
H	K	L	2theta	Icalc	Iobs	ETA
1	1	1	38.31	89.2	89.2	0.469068
2	0	0	44.53	204.3	204.3	0.482081
2	2	0	64.79	827.9	828	0.514396
3	1	1	77.84	528.6	528.7	0.528562
2	2	2	82.02	2.7	2.7	0.532302
4	0	0	98.53	9.4	9.4	0.543906
3	1	3	111.32	107.8	107.8	0.567619
2	4	0	115.81	120.9	120.9	0.575888
Fase No. 2		Al <sub>3</sub> Mg <sub>2</sub>	Factor R de Bragg	1.63	Factor R-F	0.941
H	K	L	2theta	Icalc	Iobs	ETA
1	1	1	36.60	9.7	9.8	0.801505
2	0	0	42.52	18.4	18.4	0.808433
2	2	0	61.70	65.3	65.3	0.827761
3	1	1	73.92	61.4	61.3	0.838028
Fase No. 3		Mg <sub>2</sub> Si	Factor R de Bragg	3.89	Factor R-F	2.42
H	K	L	2theta	Icalc	Iobs	ETA
2	2	0	39.94	4.2	4.2	0.075677
Fase No. 4		MgZn <sub>2</sub>	Factor R de Bragg	1.31	Factor R-F	0.667
H	K	L	2theta	Icalc	Iobs	ETA
2	0	1	40.74	8.4	8.4	0.895956
0	0	4	41.63	6.6	6.5	0.898780
Tamaño de Grano Aparente [nm]		133	Microdeformaciones	1.79E-03	Chi2	1.36

En ensanchamiento de pico se puede analizar de manera cualitativa, para esto, se eligió el pico correspondiente a los planos (313) y (240) del Aluminio, esto debido a que los picos situados en un valor más grande de  $2\theta$  tienen una mayor sensibilidad.

Como se observa en las figuras 59 y 60 y se corrobora en los datos presentados en las Tablas 8 y 9, las cuales se pueden observar los datos obtenidos mediante un refinamiento de Rietveld, el ancho de pico no varía cuando se le realizó el

tratamiento térmico controlado al proceso, lo cual indica que prácticamente se mantiene el dominio cristalino [38,40].

Sin embargo, comparando las figuras 59 y 60 con las figuras 61 y 62 de manera cualitativa, y las Tablas 8 y 9 con las Tablas 10 y 11 de manera cuantitativa el ancho de los picos aumenta debido al proceso RCS, esto es común en los procesos de deformación plástica severa, ya que este tipo de procesos provoca una deformación no uniforme en la red, lo que tiene como resultado una disminución del dominio cristalino [40].

De forma análoga a las figuras 59 y 60, en las figuras 61 y 62 no se percibe una variación en el ancho de los picos, lo cual indica que el dominio cristalino se mantiene prácticamente constante al cabo de dos pasos de RCS, lo cual es un indicativo de que el material ha llegado a su máximo estado de deformación y de acritud adquirida antes de romperse.

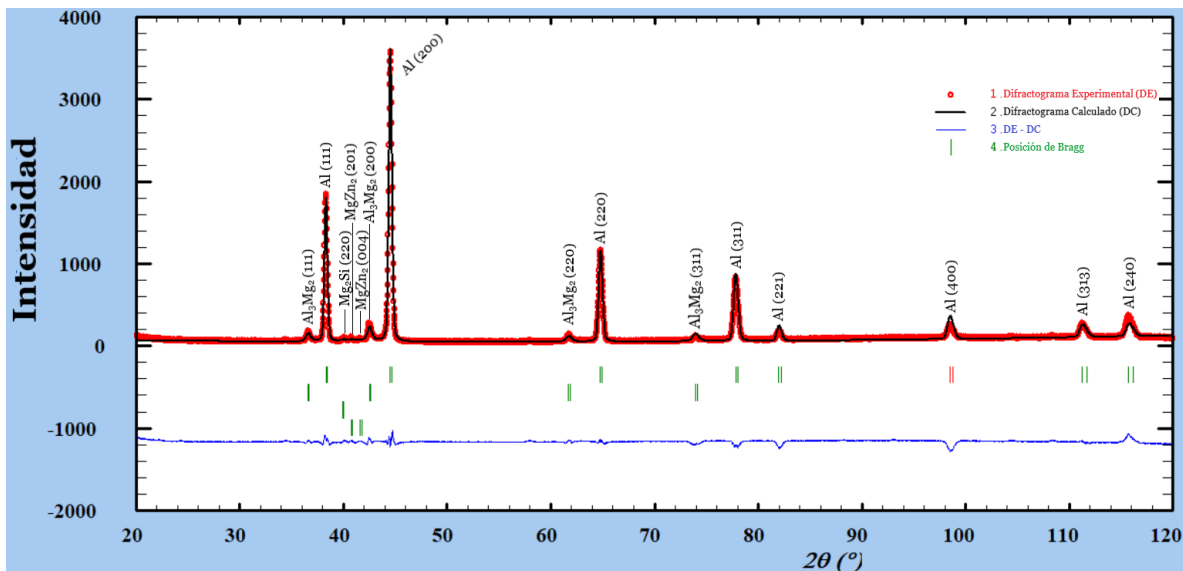


Figura 61. Difractograma de Rayos X de la muestra sometida a los procesos de laminación, tratamiento térmico y un paso de RCS (1RCS) refinado con el método de Rietveld.

Tabla 8. Refinamiento de Rietveld para la aleación A5083 sometida a los procesos de laminación, tratamiento térmico y un paso de RCS.

<b>Fase No. 1</b>		<b>Al</b>	Factor R de Bragg	1.21	Factor R-F	1.37
H	K	L	2theta	Icalc	Iobs	ETA
1	1	1	38.30	472.5	472.3	0.35783
2	0	0	44.51	1013	1012.3	0.359807
2	2	0	64.77	386.3	385.9	0.363077
3	1	1	77.82	331.3	330.9	0.362993
2	2	2	81.99	81.2	81.1	0.362803
4	0	0	98.49	150.1	150.0	0.361301
3	1	3	111.27	97.3	97.1	0.369295
2	4	0	115.75	100.5	100.2	0.372058
<b>Fase No. 2</b>		<b>Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub></b>	Factor R de Bragg	0.77	Factor R-F	0.55
H	K	L	2theta	Icalc	Iobs	ETA
1	1	1	36.60	51.6	51.6	0.799244
2	0	0	42.52	90.6	90.6	0.806276
2	2	0	61.70	43.4	43.4	0.825892
3	1	1	73.92	65.2	65.2	0.836307
<b>Fase No. 3</b>		<b>Mg<sub>2</sub>Si</b>	Factor R de Bragg	1.91	Factor R-F	1.19
H	K	L	2theta	Icalc	Iobs	ETA
2	2	0	39.94	10.7	10.8	0.075677
<b>Fase No. 4</b>		<b>MgZn<sub>2</sub></b>	Factor R de Bragg	1.8	Factor R-F	1.7
H	K	L	2theta	Icalc	Iobs	ETA
2	0	1	40.74	18.4	18.4	0.895956
0	0	4	41.63	10.9	10.9	0.898780
Tamaño de Grano Aparente [nm]		150	Microdeformaciones	1.21E-03	Chi2	2.97

En cuanto al tamaño del parámetro de red, esto se puede observar de manera cualitativa en las figuras 59, 60, 61 y 62:

En el paso a laminación y tratamiento térmico no se observa ningún corrimiento de los picos correspondientes a los planos (313) y (240), lo cual indica que el parámetro de red se mantuvo constante al someter la muestra a un ciclo térmico controlado.

En el paso de laminación y tratamiento térmico a laminación, tratamiento térmico y un paso de RCS, se nota un ligero corrimiento de los picos correspondientes a los

planos (313) y (240) hacia la izquierda, es decir, su posición se encuentra en un valor menor de  $2\theta$ , lo cual indica un ligero aumento en el parámetro de red.

Al añadirle un paso más de RCS al proceso, nuevamente se nota un ligero corrimiento de los picos correspondientes a los planos (313) y (240) hacia la izquierda, aumentando un poco más el parámetro de red. Esto es un indicativo indirecto de la severidad que posee el proceso RCS, ya que un proceso de deformación plástica convencional no modifica el tamaño de red.

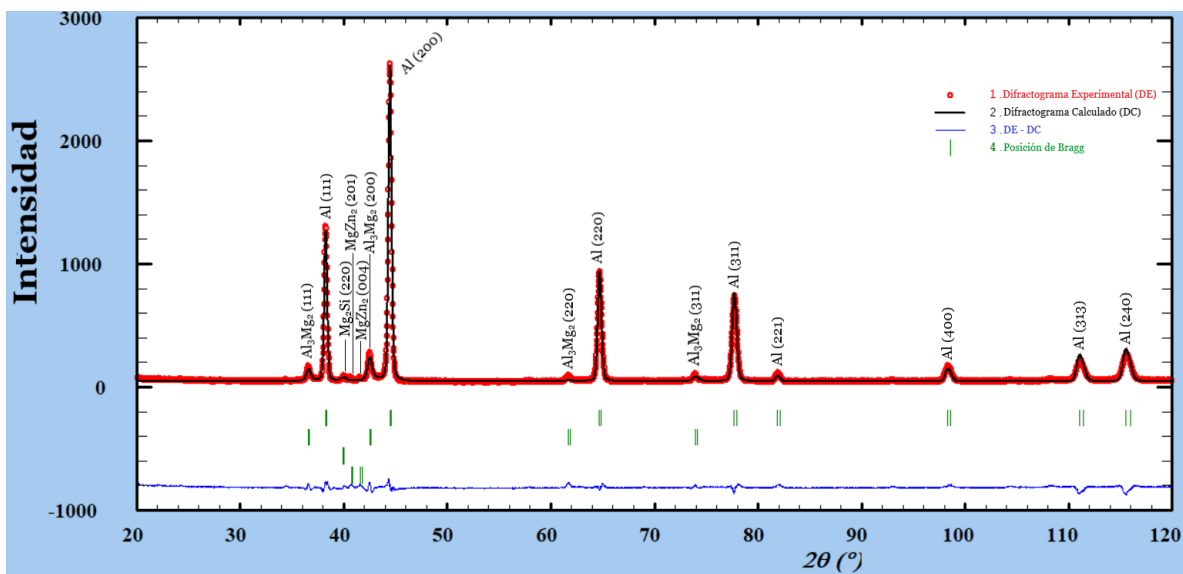


Figura 62. Difractograma de Rayos X de la muestra sometida a los procesos de laminación, tratamiento térmico y dos pasos de RCS (2RCS) refinado con el método de Rietveld.

Tabla 9. Análisis de Rietveld para la aleación A5083 sometida a los procesos de laminación, tratamiento térmico y dos pasos de RCS.

<b>Fase No. 1</b>		<b>Al</b>	Factor R de Bragg	0.978	Factor R-F	0.847
H	K	L	2theta	Icalc	Iobs	ETA
1	1	1	38.24	327.9	327.8	0.35783
2	0	0	44.45	729.8	729.9	0.359807
2	2	0	64.68	315.3	315.4	0.363077
3	1	1	77.70	292.6	292.7	0.362993
2	2	2	81.86	21.1	21.3	0.362803
4	0	0	98.32	56.7	57.0	0.361301
3	1	3	111.05	133.3	133.5	0.369295
2	4	0	115.52	171.8	171.9	0.372058
<b>Fase No. 2</b>		<b>Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub></b>	Factor R de Bragg	1.83	Factor R-F	1.46
H	K	L	2theta	Icalc	Iobs	ETA
1	1	1	36.60	50.7	50.9	0.799244
2	0	0	42.52	99.4	98.4	0.806276
2	2	0	61.70	8.3	8.5	0.825892
3	1	1	73.92	27.5	27.7	0.836307
<b>Fase No. 3</b>		<b>Mg<sub>2</sub>Si</b>	Factor R de Bragg	4.3	Factor R-F	2.38
H	K	L	2theta	Icalc	Iobs	ETA
2	2	0	39.94	13.6	13.3	0.075677
<b>Fase No. 4</b>		<b>MgZn<sub>2</sub></b>	Factor R de Bragg	4.21	Factor R-F	22.3
H	K	L	2theta	Icalc	Iobs	ETA
2	0	1	40.74	3.8	6.7	0.895956
0	0	4	41.63	0.2	0.3	0.898780
Tamaño de Grano Aparente [nm]		150	Microdeformaciones	1.21E-03	Chi2	0.89

Con ayuda del refinamiento de Rietveld, se puede apreciar de manera cuantitativa el análisis de las microdeformaciones y reducción del tamaño de grano, esta información esta resaltada en color rojo en las Tablas 8, 9, 10 y 11.

Partiendo de la condición inicial (laminación), las microdeformaciones prácticamente no aumentan al momento de realizarse el tratamiento térmico, lo cual es lógico ya que el hecho de someter a un material a, al menos un tercio de su temperatura de recristalización hace que los esfuerzos se relajen y se aniquilen un número considerable de microdeformaciones, esto se explicó a detalle en la sección *5.2.2 Análisis de microestructura por termodifracción*. En cuanto al tamaño de grano, el hecho de suministrarle energía en forma de calor provoca, luego de la



recuperación, una recristalización y posteriormente un crecimiento de grano, sin embargo, para el tratamiento térmico particular que se realizó, no hay evidencia de que llegara a la etapa del crecimiento de grano, esto debido a que dicho tratamiento térmico fue realizado con la idea de que fomentará recristalizaciones parciales, provocando que la mayor parte de la energía se utilizará para cristalizar nuevos granos (además de activar planos de dislocaciones) y no se llegará al punto de inducir un crecimiento de grano.

Una vez sometida la muestra a un paso de RCS, disminuyen un poco las microdeformaciones en la red cristalina, esto debido a la alta cantidad de esfuerzos cortantes a los que es sometido el material, y por ley de Schmidt, se sabe que estos son los encargados de deformar plásticamente el material, esto provoca deslizamiento de los planos preferenciales así como de las dislocaciones, las cuales se aniquilan y “relajan” un poco el material, en cuanto al tamaño de grano, estos esfuerzos son tan severos que provocan la rotación de subgranos para formar nuevos granos, lo cual provoca que la matriz posea nuevos granos, y al rotar estos granos y alinearse con sus predecesores, pueden juntarse para formar granos un poco más “grandes”, dando como resultado evidencia en el refinamiento de Rietveld que los granos han aumentado su tamaño.

Al realizarse otro paso de RCS, tanto las microdeformaciones como el tamaño de grano permanecen constantes, lo cual indica que el material entró en un equilibrio mecánico, térmico y químico, lo cual favorece su estabilidad. De igual forma, este resultado indica que no hay evidencia de que dos pasos de RCS sea suficiente para rotar una cantidad significativa de subgranos para formar nuevos granos pequeños y orientarse con sus predecesores.

#### **5.2.4 Análisis de textura cristalográfica por difracción de rayos X**

Como se mencionó en la sección *4.4.1 Difracción de rayos X y figuras de polos*, la difracción de rayos X es una técnica que nos permite caracterizar y observar la evolución en la textura de un material, lo cual es sumamente importante pues se ha comprobado que los procesos térmicos y/o mecánicos producen cambios significativos en la textura, la cual repercute en las propiedades del material.

El análisis se realizó para las familias de planos cristalinos  $\{111\}$ ,  $\{200\}$  y  $\{220\}$ , en cada etapa del proceso, esto debido a que son los planos donde se tiene una mayor intensidad lo cual permite una mejor definición de la textura, así como una menor multiplicidad de los planos, lo cual se observa como una posibilidad de traslape en las posiciones de las diferentes componentes que se pueden observar.

Para la identificación de las texturas, se compararon las figuras 29 y 30, correspondientes a las ODF's generadas de forma teórica, con las ODF's experimentales presentes en la figura 64 y con las figuras de polos presentes en la figura 63.

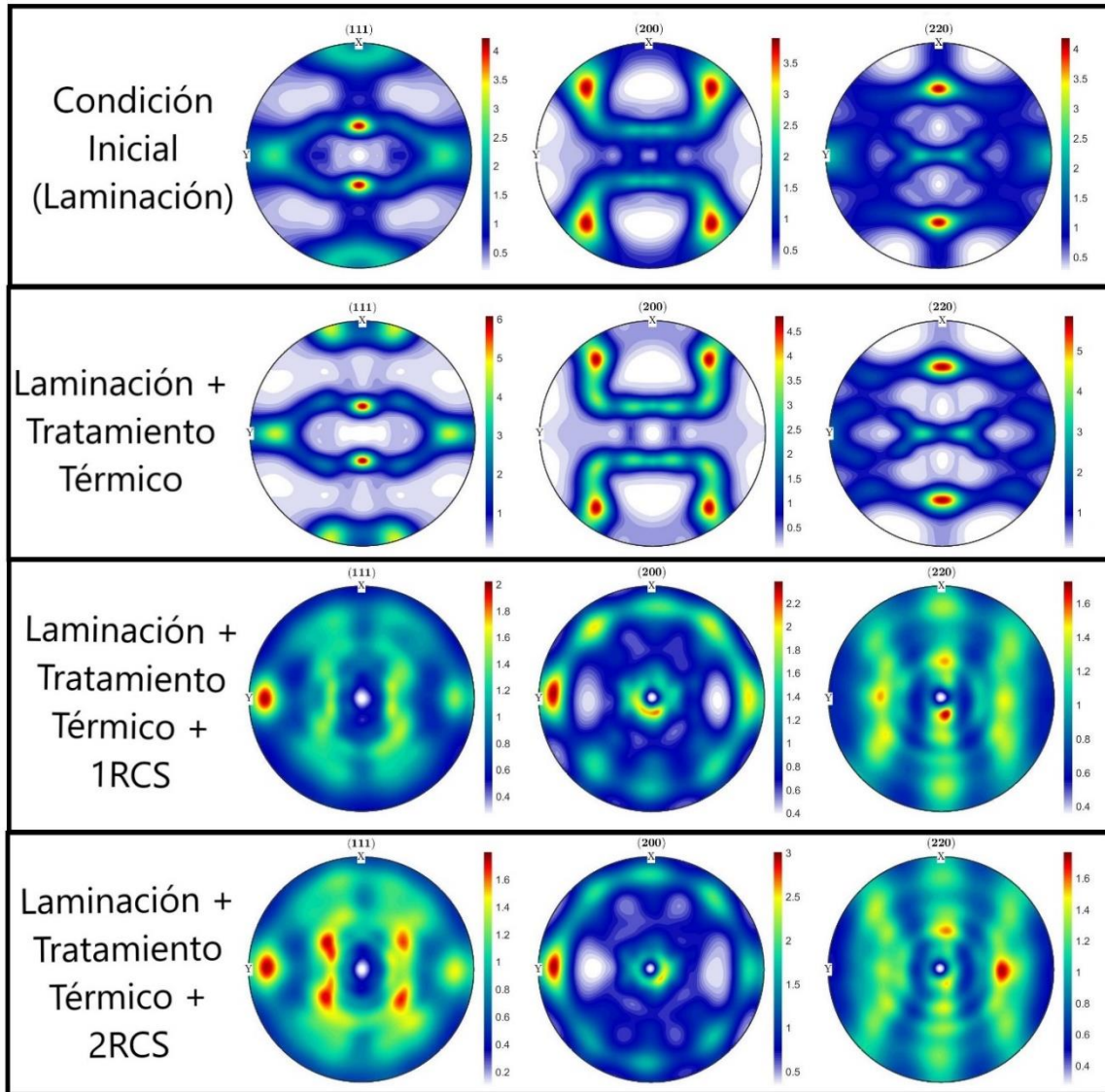


Figura 63. Evolución de las figuras de Polos de los planos (111), (200) y (220) de la aleación A5083 sometida a un proceso para observar la evolución microestructural.

De la condición de llegada se esperaba tener una componente de textura tipo cobre o brass. Dichas componentes son comunes en algunas aleaciones de aluminio provenientes de un proceso metalmecánico como laminación [67]. Sin embargo, como se observa en la figura 63 se parte de una fibra beta, lo cual se explica debido a que la fibra beta está compuesta por las componentes cobre, brass y S, en donde las bandas producidas por esfuerzos cortantes en el componente de deformación S se han identificado como sitios de nucleación para la recristalización, y, la orientación de dichas bandas también es S, lo que hace que la orientación S reaparezca como una componente de textura de la recristalización [67].

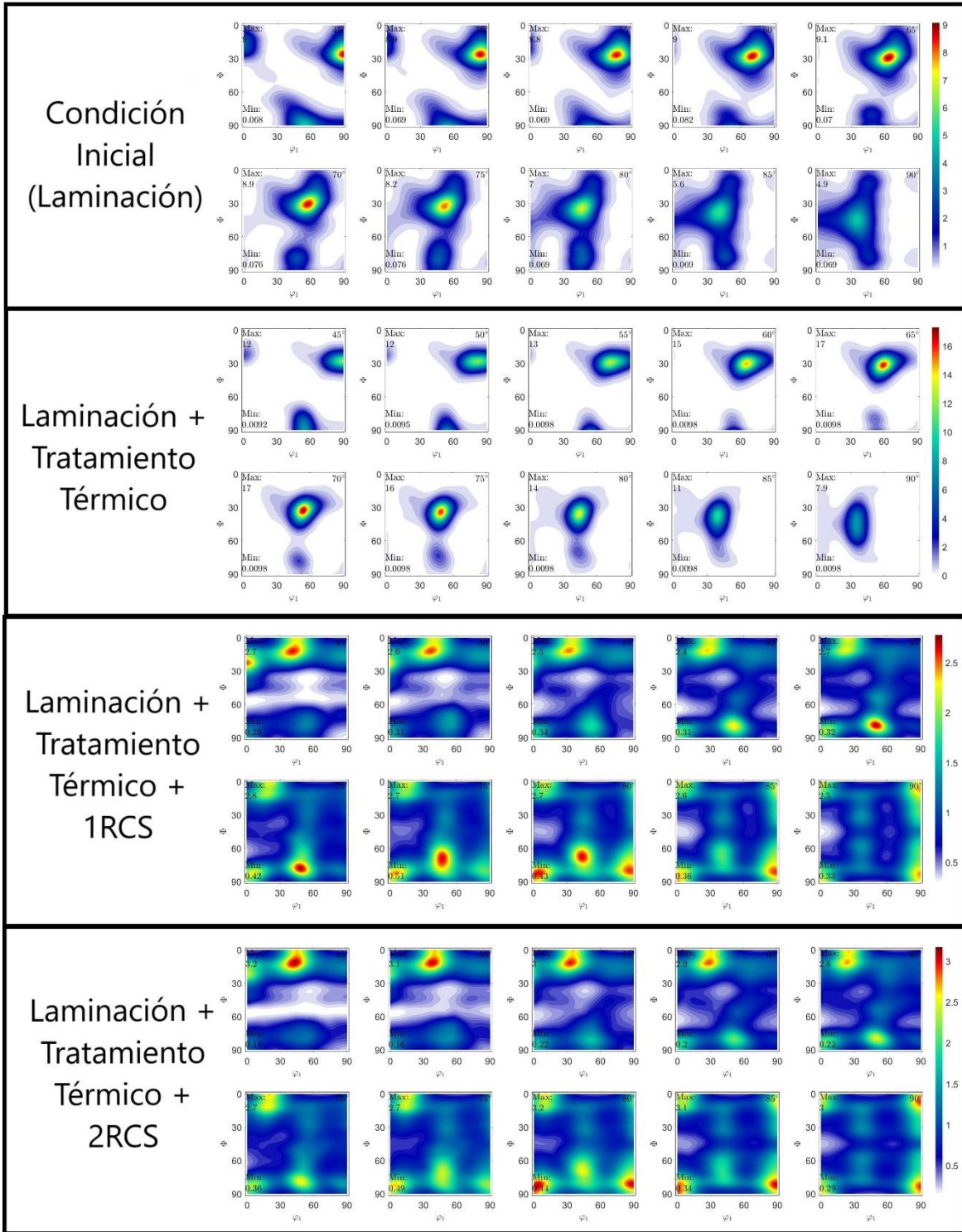


Figura 64. Evolución de las ODF's a diferentes cortes de  $\phi_2$  de la aleación A5083 sometida a un proceso para observar la evolución microestructural.

Una vez realizado el tratamiento térmico, se mantiene la fibra beta como se observa en la figura 63, se esperaría que la textura tipo cubo se formara de manera

exponencial al ser una textura característica de recristalización, sin embargo, se ha comprobado que esta textura se desarrolla en los metales fcc sometidos a un tratamiento térmico de recocido [68] y, como se ha mencionado con anterioridad, el tratamiento térmico que se realizó no fue uno convencional, lo cual explica que la textura cubo permanezca constante, en cambio, una vez realizado el primer paso de RCS, la textura cubo aumenta de manera drástica, esto debido a que, esta textura está fuertemente relacionada con la energía de falla de apilamiento y el estado de deformación previo, esta aleación de aluminio al poseer una alta falla de apilamiento y venir de un tratamiento térmico poco habitual, dio como resultado que la mayoría de sus cristales se alinearan en sus ejes cubo ([100], [010], [001]) a lo largo de la dirección de laminado. Esto se evidencia en las figuras inversas de polos (figura 65), en donde se observa cómo se intensifican los planos {111} y {011}, los cuales son los planos cristalinos que forman las fallas de apilamiento en las estructuras fcc.

Una vez realizado el primer paso del proceso RCS, como se observa en la figura 64 (ODF's seccionadas) y comparándola con las componentes de texturas teóricas cubo y brass se tiene una textura cubo + brass con una ligera rotación, la cual seguramente está presente como efectos de la preparación para la caracterización del material, y no como efecto del proceso RCS. Dichas texturas se obtienen debido al proceso mencionado con anterioridad, y además a que el proceso RCS fomenta la formación de granos y subgranos submicrométricos, esto tiene como consecuencia que las dislocaciones se acumulan en los límites de grano y subgrano, alterando así la orientación inicial y en este caso particular, favoreciendo la textura cubo+brass [69]. Cabe mencionar que aumento de la desorientación solo puede ocurrir si el límite de un subgrano absorbe un exceso de dislocaciones de un signo, lo que supone que los diversos tipos de dislocaciones no se distribuyen uniformemente en el material.

Para el segundo paso de RCS, como se observa en las figuras 63, 64 y 65, la textura no cambia, sigue siendo cubo + brass, esto debido a que el grado de evolución de la textura cubo depende de las variables de procesamiento, como nivel de deformación, el tiempo, el tipo de tratamiento térmico y la composición de la aleación, dicho lo anterior, la única variable que modificada fue el nivel de deformación y dado que el

material ya ha alcanzado el máximo de dislocaciones que puede acumular, la textura cubo prácticamente no evoluciona, esto se refuerza debido a que si se somete el material a medio paso más de RCS se fractura.

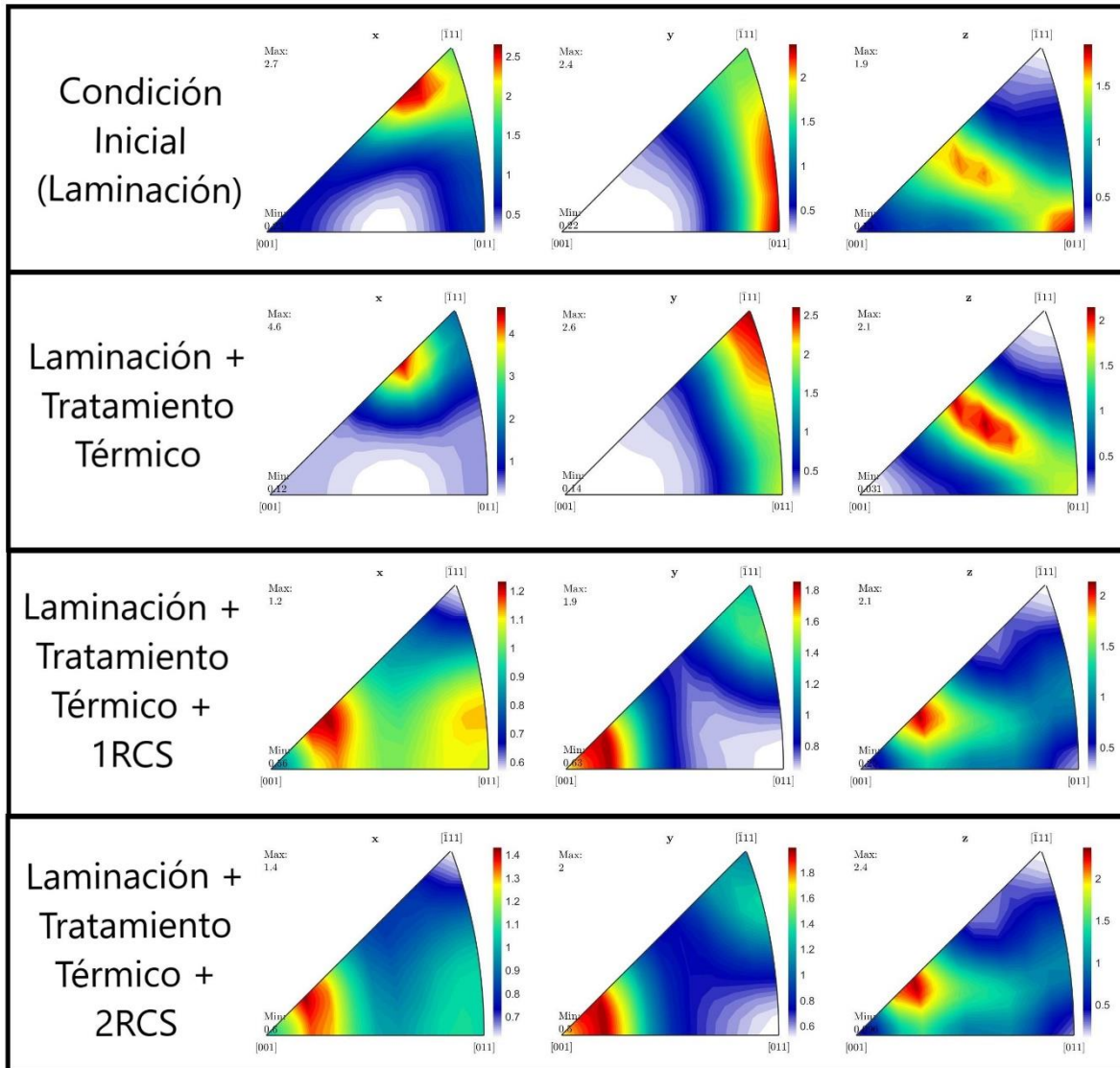


Figura 65. Figuras inversas de polos de la aleación A5083 sometida a un proceso para observar la evolución microestructural.

Para estudiar más a detalle las componentes de textura, se recurrió a un análisis semicuantitativo a partir de las fracciones de volumen en porcentaje, el cual es un volumen relativo de una representación estadística (generada a través del método de Montecarlo) de cada componente de textura que no refleja directamente la

cantidad (en volumen) de cada componente de textura que hay en la muestra. Las fracciones de volumen de cada componente se muestran en las figuras 66, 67 y 68.

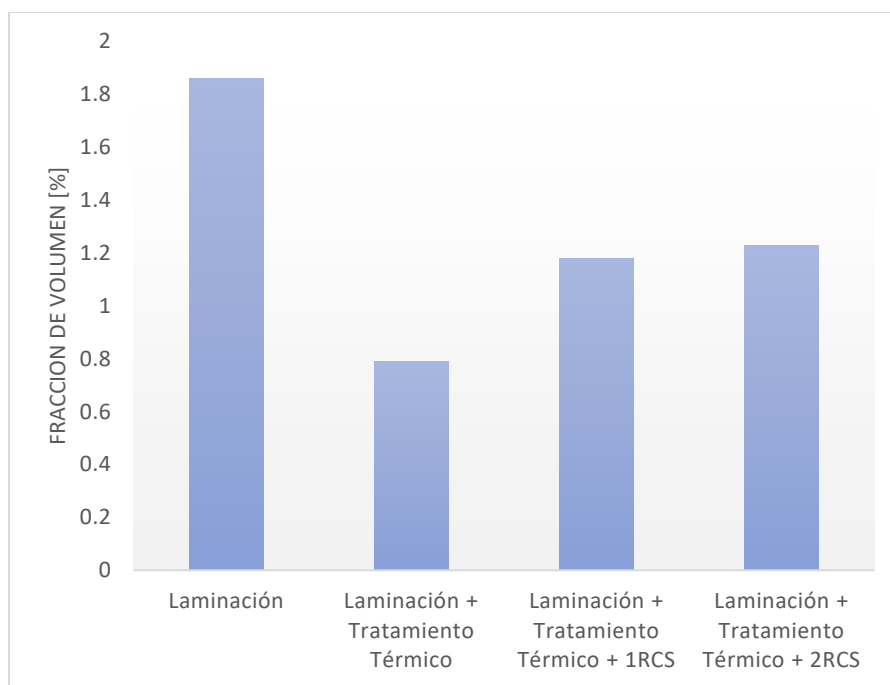


Figura 66. Evolución en % de fracción de volumen de la componente de textura conocida como Fibra Beta en las diferentes etapas del proceso.

En cuanto a la Fibra Beta, como se observa en la figura 66, se parte de una condición inicial (laminación) en donde se tiene un alto porcentaje de Fibra Beta, posterior a esto, un tratamiento térmico descompone un poco la Fibra Beta, ya que el tratamiento térmico promueve texturas de recristalización, sin embargo esto es mínimo (alrededor del 1%), razón por la cual no se refleja en las figuras de polos y ODF's mostradas en las figuras 63 y 64. Una vez realizados los pasos de RCS, la Fibra Beta se descompone como se explicó previamente, y únicamente prevalecen remanentes de dicha fibra y prácticamente son constantes a 1 y 2 pasos de RCS.

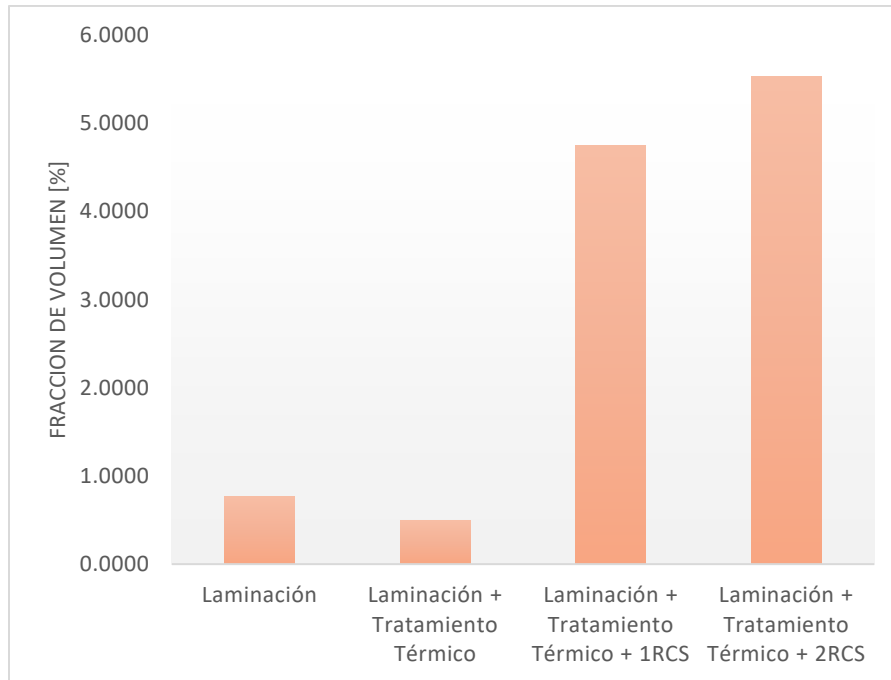


Figura 67. Evolución en % de fracción de volumen de la componente de textura conocida como textura “cubo” en las diferentes etapas del proceso.

Para la componente de textura “Cubo”, como se observa en la figura 67, se parte de una condición inicial (laminación) pobre en cuanto a componente tipo cubo, una vez realizado el tratamiento térmico se reduce un poco el porcentaje de textura cubo, esta reducción es tan mínima que no se logra apreciar en las figuras 63 y 64 (figuras de Polos y ODF’s) y, en cambio, una vez realizado el primer paso de RCS, la textura cubo aumenta de manera drástica, y prácticamente se mantiene constante con dos pasos de RCS. El porqué de esta evolución fue mencionada previamente.



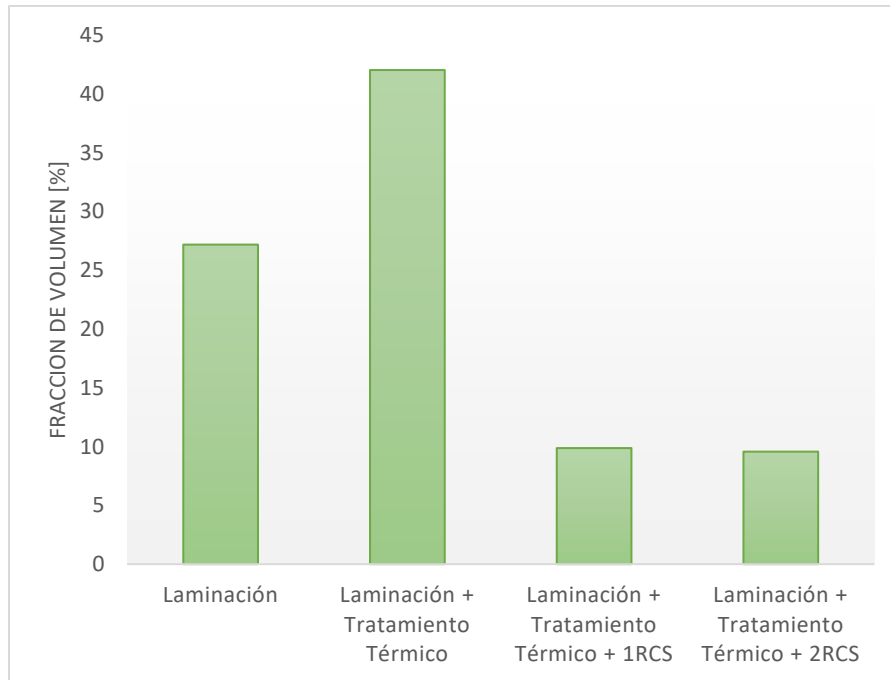


Figura 68. Evolución en % de fracción de volumen de la componente de textura conocida como textura “brass” en las diferentes etapas del proceso.

Para la componente de textura “Brass”, como se observa en la figura 68, se parte de una condición inicial (laminación) rica en cuanto a componente tipo brass, una vez realizado el tratamiento térmico aumenta dicha componente de textura, esto se aprecia en la figura 64 (ODF’s) en la cual toma predominancia la textura Brass con respecto al estado anterior, una vez realizado el primer paso de RCS, la textura Brass disminuye de manera drástica, lo cual también se aprecia en la figura 64, y prácticamente se mantiene constante con dos pasos de RCS.

Cabe mencionar, que es de suma importancia tener como resultado de un proceso una la textura tipo cubo y la textura tipo brass conviviendo (es decir, una textura de recristalización y una textura de deformación), ya que se sabe que la presencia de textura tipo cubo afecta una amplia gama de propiedades mecánicas, siendo una de las principales el problema de la formación de orejas en el embutido de aluminio [70], mientras que la textura brass ayuda a controlar la textura en procesos de conformado en frío [68] lo cual es útil pues puede reducir la anisotropía generada por otras texturas.

### 5.2.5 Análisis micro elemental SEM-EDS

Como se mencionó en la sección 4.4.4 *Espectroscopia de Rayos X de energía dispersa (EDS)*, la técnica EDS permite identificar la composición química en una matriz de manera muy localizada (en un volumen de aproximadamente  $1 \mu\text{m}^3$ ), lo cual permitió identificar la dispersión y homogeneidad de las fases presentes. Además, aprovechando que esta técnica esta acoplada en un microscopio electrónico de barrido (SEM), se obtuvieron micrografías para observar las variaciones en la microestructura de la muestra a diferentes etapas del proceso a 200x y 1000x con un acabado espejo y libre de ataque químico.

Se realizaron microanálisis por medio de EDS con la finalidad de obtener información cualitativa de la microestructura y su composición química, los cuales se muestran en las figuras 69 y 70.

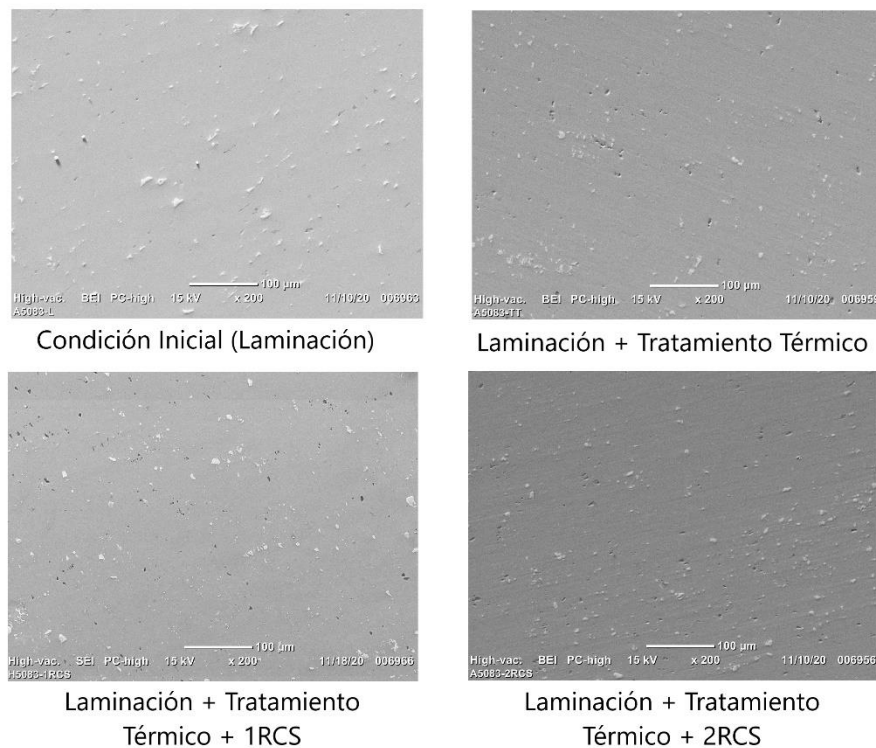
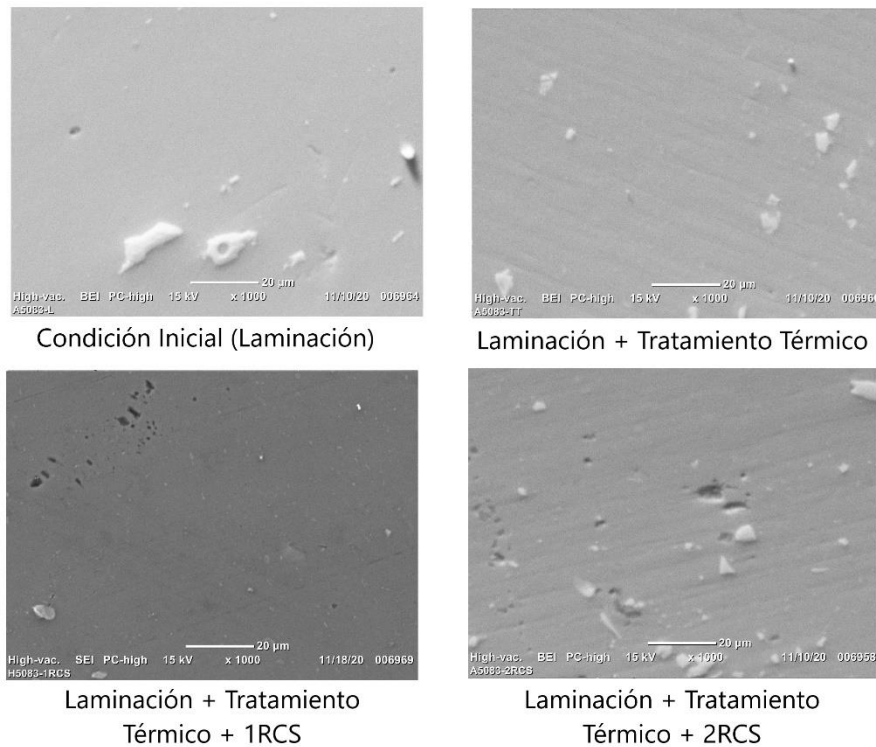


Figura 69. Micrografías de la evolución de la microestructura de la aleación A5083 en las diferentes etapas del proceso, imágenes tomadas a 200x.



*Figura 70. Micrografías de la evolución de la microestructura de la aleación A5083 en las diferentes etapas del proceso, imágenes tomadas a 1000x.*

En las figuras 69 y 70 se correspondientes a las micrografías de las diferentes etapas del proceso de observa que el material posee una matriz bastante uniforme en microestructura, ya que no se observan cambios en esta, es un indicativo de que el tamaño de grano no varía en ninguna etapa del proceso, hecho que se corrobora con el análisis de Rietveld hecho con anterioridad en donde el cambio en el tamaño de grano únicamente ocurría cuando se le suministraba un paso de RCS y era de apenas un par de decenas de nanómetros, es por esta razón que todas las micrografías se parecen entre sí, tanto a 200x como a 1000x.

En la figura 71 se ejemplifica la técnica realizada; primero se traza una trayectoria evadiendo los precipitados para tener una buena caracterización de la matriz, se discretiza en función de que tantos puntos se desean analizar (mayor cantidad de puntos, mayor estadística) y se generan los difractogramas de la radiación X que emite el material, y al final, el software se encarga de identificar esos picos e indexarlos.

En la figura 71 se ejemplifica la técnica realizada; primero se traza una trayectoria evadiendo los precipitados para tener una buena caracterización de la matriz, se discretiza en función de que tantos puntos se desean analizar (mayor cantidad de puntos, mayor estadística) y se generan los difractogramas de la radiación X que emite el material, y al final, el software se encarga de identificar esos picos e indexarlos.

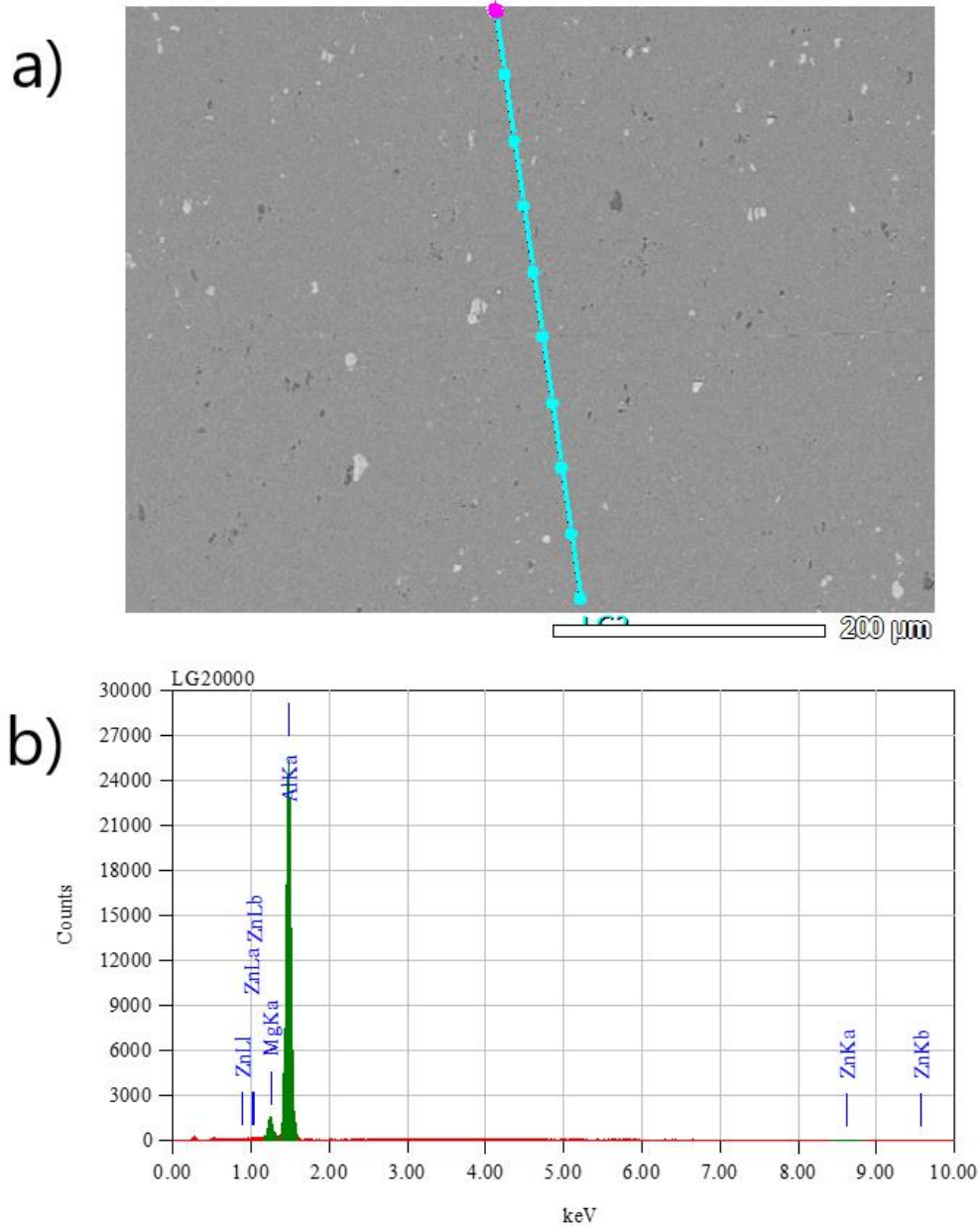


Figura 71. Análisis de la composición química por EDS. a) Ejemplo de la trayectoria seguida para hacer el microanálisis. b) Ejemplo de los difractogramas generados para conocer la composición química.

En todos los resultados de EDS, se obtuvieron valores en % masa de aproximadamente 93% de Al, 8.5% de Zn y 1.5% de Mg, con una diferencia de aproximadamente 0.5% entre cada paso del proceso, dada la resolución de la técnica, se puede tener hasta un 1% de margen de error, razón por la cual se puede afirmar de manera cualitativa que prácticamente no hay gradientes de composición química generados por un proceso térmico o mecánico, y obteniendo así una matriz químicamente homogénea.

De igual forma, llama la atención la alta cantidad en % masa de Mg y Zn que está distribuida de forma homogénea en la matriz, ya que para esta aleación en particular, posee una composición química nominal de 4.9% masa de Mg y 0.25% masa de Zinc, por el refinamiento de Rietveld realizado en la sección *5.e.3 Difracción de rayos X (Refinamiento de Rietveld)* se sabe que se formaron las fases de  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  y  $\text{MgZn}_2$  y observando el diagrama de fases de la figura 20 se determina que el elemento en menor cantidad (en este caso el Zinc) fue utilizado en su totalidad para formar la fase  $\text{MgZn}_2$ , de igual forma el Mg se distribuyó entre as fases  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  y  $\text{MgZn}_2$ . Llama la atención que estas dos fases se hayan formado y distribuido homogéneamente por toda la matriz, pues por lo regular, las fases tienden a segregarse en la matriz.

## 5.3 Pruebas mecánicas

### 5.3.1 Ensayo de tracción uniaxial

En los ensayos de tracción uniaxial se muestra el cambio en las propiedades mecánicas de la aleación A5083 en los diferentes pasos del proceso, dichos cambios se pueden observar en la figura 72, en la cual se presentan las curvas esfuerzo-deformación reales representativas de las muestras en cada etapa del proceso.

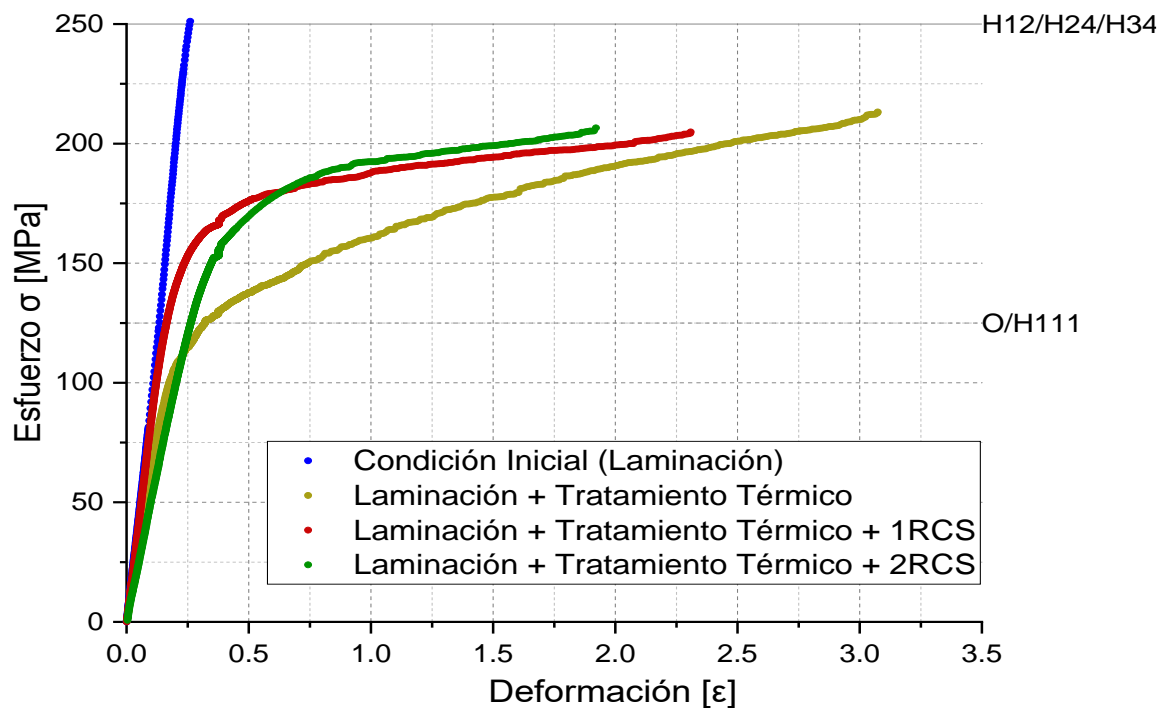


Figura 72. Curvas Esfuerzo-Deformación de la aleación A5083 en diferentes etapas del proceso.

Como se observa en la figura 72, de la condición inicial (laminación) a los subsiguientes pasos del proceso, hay una marcada diferencia en la pendiente de la parte plástica de las curvas, de hecho, el material en su condición inicial tiene una zona plástica muy pequeña, lo cual indica que el material adquirió mucha dureza por el proceso de laminación debido a la acumulación de dislocaciones (se forma una “maraña” de dislocaciones) lo cual le confiere una alta acritud al material, sin embargo esto tiene como consecuencia una baja ductilidad.

Una vez realizado el tratamiento térmico, se nota un cambio drástico de pendiente en la zona plástica del material, una menor resistencia y una mayor ductilidad, lo cual es debido a la relajación de esfuerzos, así como al movimiento y aniquilación de dislocaciones que ocurren durante los procesos de recuperación y recristalización (como se mencionó y analizó anteriormente en la sección *5.2.4 Análisis de textura cristalográfica por difracción de rayos X*, el proceso de crecimiento de grano fue prácticamente inexistente en esta etapa del proceso).

Al someter el material a 1 y 2 pasos de RCS el material adquirió una mayor resistencia penalizando muy poco la ductilidad, esto ocurrió debido a la recristalización por deformación; en donde el esfuerzo cortante inducido es tan alto que provoca que los subgranos roten y formen nuevos granos, a la par de esto, nuevamente las dislocaciones tienden a acumularse en los límites de granos y conferirle acritud al material. Entre 1 y 2 pasos de RCS las diferencias son muy pocas, el material adquirió un poco más de resistencia, pero perdió ductilidad.

A nivel ingenieril, se busca obtener un material con una buena relación entre la resistencia mecánica y la ductilidad, siguiendo el parecer de esta lógica, se sugiere la utilización del material sometido a laminación, al tratamiento térmico propuesto y a un paso de RCS, el cual es el que posee la mejor relación en las propiedades mecánicas y pose las componentes de textura tipo cubo y brass.

De igual forma, en la figura 72 se muestra el esfuerzo de cedencia que tienen las aleaciones A5083-O, H111, H12, H24 y H34, en donde el esfuerzo de cedencia de la condición laminación + tratamiento térmico + 1RCS supera 1.3 veces al de A5083-O, H111, y, aunque es menor que el de A5083-H12, H24 y H34, estos poseen una baja ductilidad (similar al de la condición inicial).

## **VI. Trabajo en colaboración**

En este capítulo se presentarán algunos resultados preliminares de un trabajo en colaboración que realiza el Instituto de Investigaciones en Materiales (IIM) con el Laboratorio de Procesos e Ingeniería en Mecánica y Materiales (PIMM por sus siglas en francés) de la Escuela Nacional Superior de Artes y Oficios (ENSAM por sus siglas en francés).

En dicho trabajo, se está haciendo un barrido lineal de impactos del haz de rayos X separados por 2 a 3mm, midiendo los esfuerzos residuales en cada punto y evaluando el cambio en la deformación ayudado por las simulaciones de elemento finito del proceso RCS (utilizando el software SIMULIA Abaqus®).

El material con el que se trabajó en esta colaboración fue aportado por las muestras presentes en esta tesis (A5083). Los resultados de las siguientes secciones forman parte de esta colaboración, y aunque no fueron hechos por el autor, si forman parte del contexto de este estudio y son útiles para comprender mejor el proceso de deformación RCS en este material.

### **6.1 Simulación por el método de elemento finito**

Como se mencionó en la sección 3.6 *Selección del método de solución* y que se enfatiza en la sección 3.7 *Diferencias Finitas*, los modelos numéricos permiten aproximar fenómenos complejos y con ayuda de las herramientas computacionales. Modelar el campo térmico es diferente a modelar el campo de esfuerzos, y así como el primero tiene al método de diferencias finitas como más usado, el segundo tiene el método de elemento finito.

El software SIMULIA Abaqus® justamente utiliza el método de elemento finito para simular el campo de esfuerzos a los que es sometido un material, donde una de sus mayores ventajas con respecto al método de diferencias finitas, es que el método de elemento finito permite simular con una geometría que puede ser compleja, en esta categoría entra el proceso RCS.



Por esta razón se debe prestar especial atención al optimizado del mallado del modelo, ya que, si este es deficiente, tiene una mala discretización o pocos elementos, la aproximación podría no ser tan buena y arrojar resultados poco confiables. Sin embargo, cabe mencionar que el mallado y su optimización fue concebido en el PIMM.

En cuanto a los datos de entrada, estos fueron proporcionados a partir de los ensayos de tracción que fueron realizados en el presente trabajo y los cuales se presentan en la siguiente tabla:

*Tabla 10. Propiedades mecánicas de la aleación A5083 sometida al proceso RCS.*

<b>Material</b>	<b>Módulo de Young [GPa]</b>	<b>Coefficiente de Poisson</b>	<b>Esfuerzo de fluencia [MPa]</b>
<b>A5083</b>	68.6	0.33	204.84

En cuanto a las medidas, diseño y geometría de los dados y matriz para realizar el proceso RCS, estos fueron enviados al PIMM con los datos de la sección 2.4.2 *Proceso Corrugado-Planchado Repetitivo*.

### **6.1.1 Resultados de la simulación**

Como se mencionó en la sección anterior, se realizó la simulación por el método de elemento finito del proceso RCS (ejemplificado en la figura 73), esto con el fin de describir y aproximar la deformación impartida por el proceso RCS. El software utilizado es SIMULIA Abaqus®.

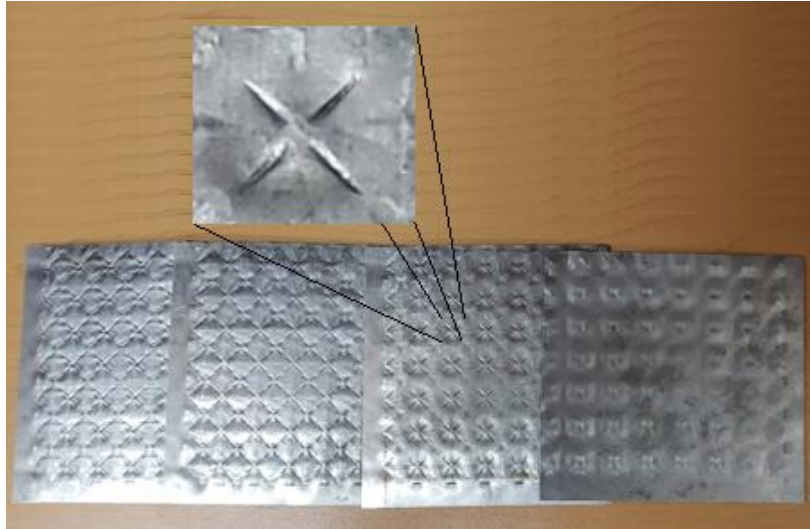


Figura 73. Ejemplo de láminas sometidas al proceso RCS para la aleación A5083, mostrando un acercamiento de la zona de periodicidad mínima que genera el estampado de la matriz.

En la figura 74 se puede observar los resultados de la simulación de la muestra en diferentes momentos del proceso RCS:

- La Figura 74.a) corresponde a la muestra antes del proceso, en donde se parte de un estado de deformación bajo.
- La Figura 74.b) corresponde justo al momento que está empezando a ejercer presión el dado en el primer medio paso del proceso, en ella se puede observar como la geometría de dicho dado o matriz influye mucho, pues a lo largo de la periferia se observan zonas amarillas que corresponden a las regiones donde se da el primer contacto entre la lámina y el dado, justo en el centro se puede observar cómo se está formando la “X” (zona de periodicidad mínima que genera el estampado en la matriz) característica de este arreglo, lo cual, en ese primer momento, es la zona con mayor esfuerzo aplicado y, por tanto, mayor deformación.
- La Figura 74.c) muestra el resultado después de haber aplicado en su totalidad medio paso de RCS (corrugado), en esta se visualiza claramente como el estado de mayor deformación dejó de ser solo en el punto medio de la “X”, y ahora, es en su totalidad la “X” el lugar donde se aplica el máximo esfuerzo, en el resto de las zonas se marca la heterogeneidad en función del arreglo geométrico del dado.

- La Figura 74.d) muestra el resultado después de un paso completo de RCS (corrugado y planchado), como se observa, el hecho de voltear la lámina favorece a la distribución de esfuerzos, haciendo menos heterogénea la deformación global.

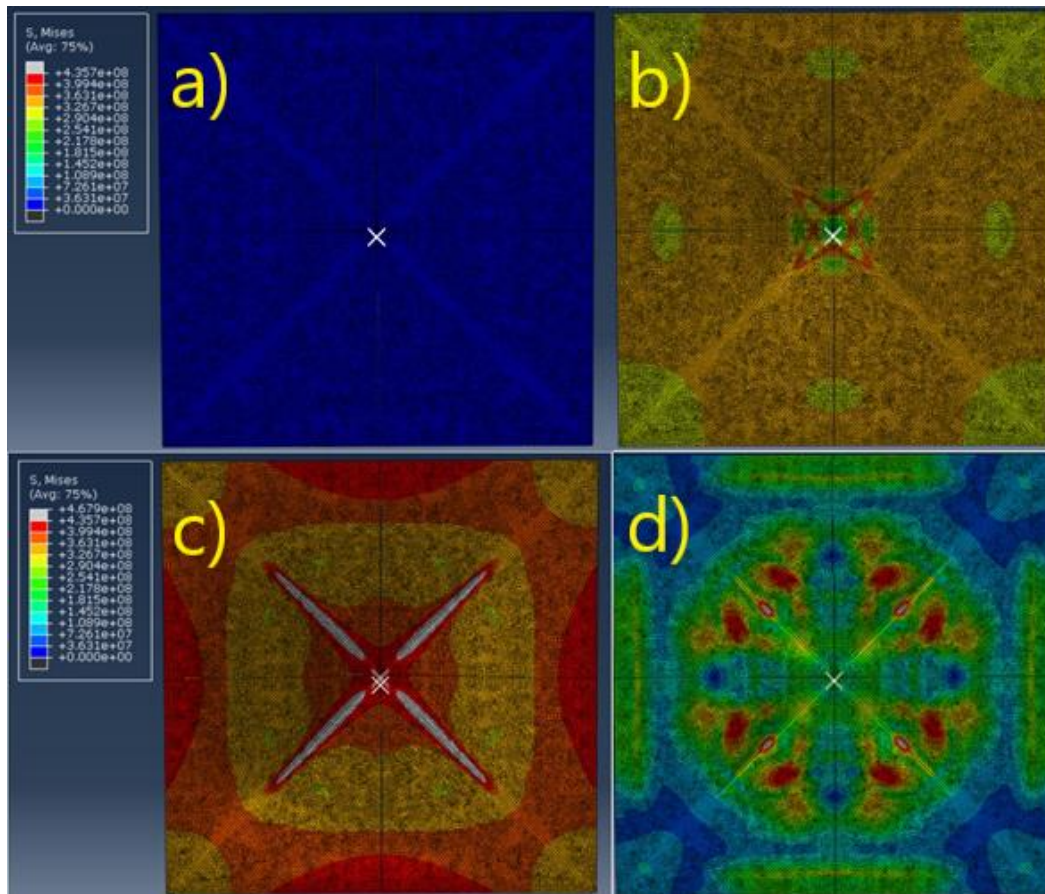


Figura 74. Evolución de la distribución y estados de esfuerzos (de Von Mises) impartidos por el proceso RCS.

En la figura 75 se muestra un acercamiento de la figura 74.d), en donde se resalta el punto más alto de la deformación ( $\epsilon=0.8$ ), el cual se sitúa a la mitad de una de las 4 líneas que forman a la “X” si consideramos que del centro parten 4 líneas separadas  $90^\circ$  entre sí, el punto a mitad de cada una de esas líneas es el más importante por el arreglo geométrico del dado y por el tipo de contacto que tiene este con la lámina, dicho arreglo propicia la formación de esfuerzos cortantes justo en ese punto, razón por la cual es el punto con mayor deformación una vez concluido un paso del proceso RCS.

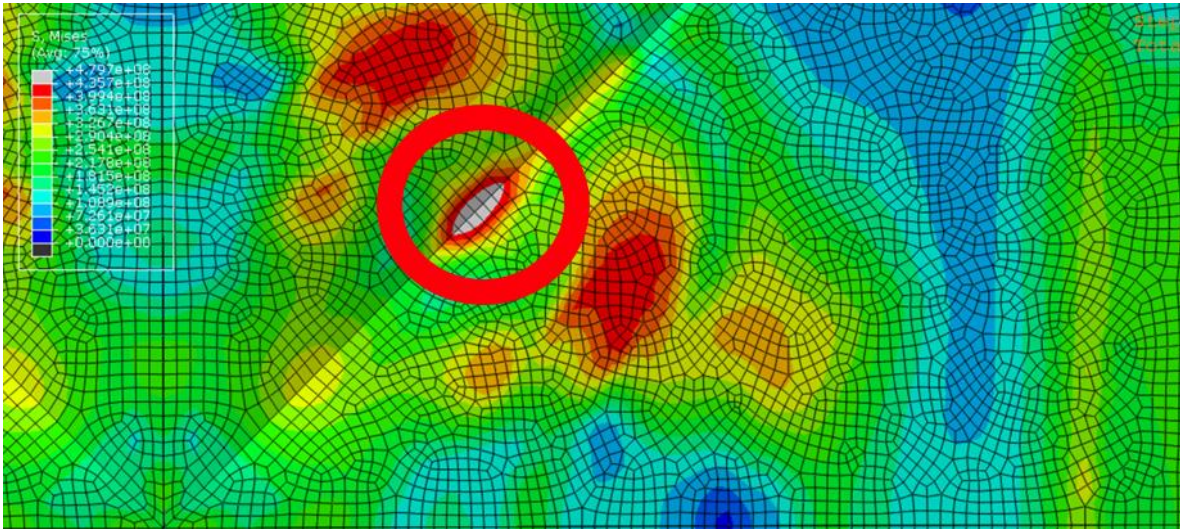


Figura 75.Zona de interés del estado de esfuerzos (de Von Mises) impartidos por el proceso RCS.

Como se mencionó en la sección 2.4.2 *Proceso Corrugado-Planchado Repetitivo*, el ángulo de  $45^\circ$  (ideal) no se puede alcanzar con este molde, y la zona resaltada en la figura 75 (la sección más próxima a formarlo) es la zona de máxima deformación.

Lo anterior corrobora la distribución heterogénea y periódica de las deformaciones.

## VII. Conclusiones

- Se logró predecir el tamaño de grano de la aleación A5083 (alrededor de 0.9 micras) sometida a un ciclo térmico mediante un modelo matemático de transporte de energía.
- Se midieron esfuerzos residuales por difracción de rayos X muy heterogéneos, mostrando un gradiente de deformación considerable en el volumen analizado y, que el tratamiento térmico empleado, fue ideal para el posterior proceso RCS (los esfuerzos residuales disminuyeron un orden de magnitud).
- Se logró obtener una textura cristalográfica característica de recristalización (componente *cubo*) con otra característica de procesos mecánicos (componente *brass*) para la aleación A5083.
- Se mostró que la dispersión homogénea de las fases  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  y  $\text{MgZn}_2$  podría estar correlacionada con la estabilidad de las componentes cubo y brass ante al proceso de deformación RCS.
- Se obtuvo una aleación con un tamaño de grano submicrométrico y estable, el cual no se modifica fácilmente con los tratamientos térmico o procesos de deformación ensayados.
- Se logró obtener una buena relación límite de cedencia-ductilidad desde el primer paso de RCS en la aleación A5083, en donde se incrementó 6.6 veces la ductilidad con respecto a la condición de laminación, y el esfuerzo de cedencia incremento 1.3 veces con respecto a la condición con el tratamiento térmico.

## VIII. Perspectivas

Este trabajo abre la vía a nuevas investigaciones que son de interés tanto científico como industrial. Entre ellas podemos destacar las siguientes:

- La textura cristalográfica obtenida (cubo+brass) es benéfica en sus propiedades mecánicas en comparación con las texturas habituales, la presencia de textura tipo cubo es favorable en los procesos de embutido profundo <sup>[70]</sup>, mientras que la textura brass ayuda a controlar la textura en procesos de conformado en frío <sup>[68]</sup> lo cual es útil pues puede reducir la anisotropía generada por otras texturas. Estos dos hechos son de interés para industria. Sin embargo, aún es de interés el estudio de formación de dichas componentes de textura y como controlar su fracción en volumen.
- A pesar de la mejora sustancial en sus propiedades mecánicas y de la textura cristalográfica, aún queda margen de mejora en el diseño del molde si se desea evitar la concentración esfuerzos en zonas específicas del material (figura 75).
- Mediante simulaciones por elemento finito, se logró encontrar el punto máximo de deformación que produce el proceso RCS, así como vislumbrar la heterogeneidad en las deformaciones que provoca. Con este tipo de metodología se pueden optimizar las variables del proceso. Dicho trabajo ya inicio en una colaboración entre el IIM (México) y el PIMM (Francia). Es necesario continuar con la simulación para mayores pasos de corrugado-planchado.

## IX. Referencias

- [1] Huang, K., & Logé, R. E. (2016). A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials. *Materials & Design*, *111*, 548-574.
- [2] Gehrman, R., Frommert, M. M., & Gottstein, G. (2005). Texture effects on plastic deformation of magnesium. *Materials Science and Engineering: A*, *395*(1-2), 338-349.
- [3] Starink, M. J. (2017). Dislocation versus grain boundary strengthening in SPD processed metals: Non-causal relation between grain size and strength of deformed polycrystals. *Materials Science and Engineering: A*, *705*, 42-45.
- [4] Bunge, H. J. (2013). *Texture analysis in materials science: mathematical methods*. Elsevier.
- [5] Suwas, S., & Ray, R. K. (2014). *Crystallographic texture of materials* (pp. 10-22). London: Springer.
- [6] ASM Handbook volume 2, Properties and selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, 10<sup>o</sup> edition 1991.
- [7] A. Nesse, G. Garbossa, G. Pérez, D. Vittori, N. Pregi - Laboratorio de Análisis Biológicos, Departamento de Química Biológica, facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Universidad de Buenos Aires.- Revista Química Viva, Volumen 2, Número 1, abril 2003.
- [8] Cabrera Marrero, J. M. (1995). *Caracterización mecánico-metalúrgica de la conformación en caliente del acero microaleado de medio carbono 38 MnSiVS5*. Universitat Politècnica de Catalunya, p. 9-11, 91-97, 157-162.
- [9] Muszka, K. M. Krzysztof, Majita, J. M. Janusz, & Bienias, L. B. Lukasz. (2006). Effect of Grain Refinement on Mechanical Properties of Microalloyed Steels. *Metallurgy and Foundry Engineering*, *32*(2).
- [10] Smith, William. Fundamentos De La Ciencia E Ingeniería De Materiales. Editorial Mc Graw Hill. 4<sup>o</sup> Edición. 2006.
- [11] Castro M., Lucas. Tratamientos Térmicos En Aceros, Diagramas TTT y CCT. Universidad a Distancia de Madrid. Junio de 2014.
- [12] Faraji, G., Kim, HS, y Kashi, HT. (2018). Fundamentals of severe plastic deformation. Severe plastic deformation. Elsevier
- [13] Thangapandian, N., Balasivandha Prabu, S., y Padmanabhan, K. A. (2019). Effect of temperature on grain size in AA6063 aluminum alloy subjected to RCS. Metallurgical act (English letters), pages 1-10.

- [14] Lowe, TC, y Valiev, RZ. (2004). The use of plastic deformation techniques in the refinement of the grain. *JOM*, 56 (10), pages 64-68.
- [15] Elizalde Huitrón, Sergio Alberto, sustentante Estudio microestructural y mecánico de la aleación de aluminio 6061 procesado por corrugado y planchado (RCS) / 2018.
- [16] Torkestani, A., & Dashtbayazi, M. R. (2018). A New method for severe plastic deformation of the copper sheets. *Materials science and engineering, A*, 737, pages 236-244.m
- [17] Porter, D. A., Easterling, K. E., & Sherif, M. (2009). *Phase transformations in metals and alloys, (revised reprint)*. CRC press.
- [18] Ralph, B. (1990). Grain growth. *Materials Science and Technology*, 6(11), 1136-1144.
- [19] Cotterill, P., & Mould, P. R. (1976). *Recrystallization and grain growth in metals*. Krieger Pub Co.
- [20] Kulagin, R., Beygelzimer, Y., Bachmaier, A., Pippin, R., & Estrin, Y. (2019). Benefits of pattern formation by severe plastic deformation. *Applied Materials Today*, 15, pages 236–241.
- [21] Figueroa, C. G. (2016). Modificación estructural por contacto deslizante en materiales dúctiles: efectos de composición y ductilidad. Universidad Nacional Autónoma de México, Ciudad de México.
- [22] Suwas, S., & Ray, R. K. (2014). Crystallographic Texture of Materials. *Engineering Materials and Processes*, 10(1).
- [23] W.X. Wang, J.X. Zhang, Z.J. Wang, and W.C. (2018). A comparative study of the transformation kinetics of recrystallization texture of CC and DC 3003 aluminum alloys. *Liu: Mater. Charact.*, vol. 141, p. 412–422.
- [24] Reyes-Ruiz, C. A. (2015). Texture and Lattice Distortion Study of an Al-6061-T6 Alloy Produced by ECAP. *Materials Transactions*, vol 56, Issue, pages 1781-1786.
- [25] Taylor, A., & Kagle, B. J. (1963). *Crystallographic data on metal and alloy structures*. Dover Publications.
- [26] Lifshitz, I. M., & Slyozov, V. V. (1961). The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions. *Journal of physics and chemistry of solids*, 19(1-2), 35-50.



- [27] Pande, C. S. (1987). On a stochastic theory of grain growth. *Acta Metallurgica*, 35(11), 2671-2678.
- [28] Ezequiel Alvarado, Marco Alejandro, sustentante Estudio microestructural y mecánico en las aleaciones Al-5083 y Al-5754 procesadas por corrugado-planchado/2018.
- [29] Starink, M. J. (2017). Dislocation versus grain boundary strengthening in SPD processed metals: Non-causal relation between grain size and strength of deformed polycrystals. *Materials Science and Engineering: A*, 705, 42-45.
- [30] Baracaldo, R. R., Páramo, J. A. B., & Marrero, J. M. C. (2007). Procesos de severa deformación plástica para obtener materiales de grano nanométricos y ultrafinos. *Ingeniería e Investigación*, 27(1), 101-105.
- [31] Muñoz Bolaños, J. A. (2016). Propiedades mecánicas y microestructurales del hierro Armco sometido a severa deformación plástica mediante presión en canal angular de sección constante (ECAP), p. 50-56, 86-87, 100-103.
- [32] M. A. Meyers, A. Mishra y D. J. Benson, «Mechanical properties of nanocrystalline materials,» *Prog. Mater. Sci.*, vol. 51, p. 427–556, 2006.
- [33] N. Q. Chinh, P. Szommer, Z. Horita y T. G. Langdon, «Experimental Evidence for GrainBoundary Sliding in Ultrafine-Grained Aluminum Processed by Severe Plastic Deformation,» *Adv. Mater*, vol. 18, pp. 34-39, 2006.
- [34] C. Pande y K. Cooper, «Nanomechanics of Hall–Petch relationship in nanocrystalline materials,» *Prog Mater Sci*, vol. 54, pp. 689-706, 2009.
- [35] I. Sabirov, M. Murashkin y R. Z. Valiev, «Nanostructured aluminium alloys produced by severe plastic deformation: New horizons in development,» *Mater Sci Eng A*, vol. 560, pp. 1-24, 2013.
- [36] J. C. M. Li, en: *Mechanical Properties of Nanocrystalline Materials*, J. S. M. Li, Ed., Singapore, Pan Stanford Publ, 2011, p. 193.
- [37] N. Lugo, N. Llorca, J. Suñol y J. Cabrera, «Thermal stability of ultrafine grains size of pure copper obtained by equal-channel angular pressing,» *J Mater Sci*, vol. 45, pp. 2264- 2273, 2010.
- [38] B. Warren, *X-ray Diffraction*, New York: Dover Publications, 1996.
- [39] Omori, T., Kusama, T., Kawata, S., Ohnuma, I., Sutou, Y., Araki, Y., & Kainuma, R. (2013). Abnormal grain growth induced by cyclic heat treatment. *Science*, 341(6153), 1500-1502.
- [40] R. Guinebrière, *Diffraction des rayons X sur échantillons polycristallins*, Paris: Lavoisier, 2006.

- [41] Brocado Guerrero, V. H. (2013). *Análisis de textura de aceros laminados* (Doctoral dissertation, Universidad Autónoma de Nuevo León).
- [42] R. Song, D. Ponge, D. Raabe, R. Kaspar. Microstructure and crystallographic texture of an ultrafine grained C–Mn steel and their evolution during warm deformation and annealing. *Acta Materialia*, Vol. 53 (2005), pp. 845–858.
- [43] Na, T. W., Park, H. K., Park, C. S., Park, J. T., & Hwang, N. M. (2016). Misorientation angle analysis near the growth front of abnormally growing grains in 5052 aluminum alloy. *Acta Materialia*, 115, 224-229.
- [44] Khorrami, M. S., Saito, N., Miyashita, Y., & Kondo, M. (2019). Texture variations and mechanical properties of aluminum during severe plastic deformation and friction stir processing with SiC nanoparticles. *Materials Science and Engineering: A*, 744, 349-364.
- [45] B. Hernández-Morales, “Cooling: Curve Analysis”, En *Encyclopedia of Iron, Steel, and Their Alloys*, 21 pp., R. Colás y G.E. Totten, eds., CRC Press/Taylor & Francis Group, Boca Ratón, FL, 2016. ISBN 978-1466511040.
- [46] Sabbaghianrad, S., Kawasaki, M., & Langdon, T. G. (2012). Microstructural evolution and the mechanical properties of an aluminum alloy processed by high-pressure torsion. *Journal of Materials Science*, 47(22), 7789-7795.
- [47] Faraji, G., & Torabzadeh, H. (2019). An Overview on the Continuous Severe Plastic Deformation Methods. *Materials Transactions*, 60(7), 1316-1330.
- [48] Higuera-Cobos, O. F., & Cabrera, J. M. (2013). Mechanical, microstructural and electrical evolution of commercially pure copper processed by equal channel angular extrusion. *Materials Science and Engineering: A*, 571, 103-114.
- [49] Cao, W. Q., Gu, C. F., Pereloma, E. V., & Davies, C. H. (2008). Stored energy, vacancies and thermal stability of ultra-fine grained copper. *Materials Science and Engineering: A*, 492(1-2), 74-79.
- [50] Lugo, N., Llorca, N., Cabrera, J. M., & Horita, Z. (2008). Microstructures and mechanical properties of pure copper deformed severely by equal-channel angular pressing and high pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A*, 477(1-2), 366-371.
- [51] B. Maschinen, A. Investition, G. Beschaffungen, B. Ersatzbeschaffungen, and S. Mittelherkunft, “Recuperación y recristalización.”
- [52] C. A. Cattaneo and S. P. Silvetti, “Evolucion del crecimiento de grano recristalizado en metales,” vol. XXXII, pp. 19–22, 2013.

- [53] M. El Wahabi, “Caracterización termomecánica de aceros inoxidables austeníticos AISI 304 - Capítulo II La deformación en caliente,” 2002, pp. 15–36, 2002.
- [54] García, M. L. R. (2007). Introducción al método Rietveld. *CdIe Energía., Editor*, 12, p. 7-16.
- [55] H. Steier, “Determinación de tensiones residuales superficiales y en capas por difracción de Rayos X,” *Boletín la Soc. Española Cerámica y Vidr.*, vol. 36, no. 1, pp. 47–54, 1997.
- [56] Modeling of the Liquid/Solid and the Eutectoid Phase Transformations in Spheroidal Graphite Cast Iron. Chang, S., Shangguan, D., & Stefanescu, D. M. (1992). Modeling of the liquid/solid and the eutectoid phase transformations in spheroidal graphite cast iron. *Metallurgical Transactions A*, 23(4), 1333-1346.
- [57] Transient Heat Transfer During Initial Stages of Steel Scrap Melting, Kim, Y. U., & Pehlke, R. D. (1975). Transient heat transfer during initial stages of steel scrap melting. *Metallurgical Transactions B*, 6(4), 585-591.
- [58] Three dimensional mathematical model of fusion of steel scrap in the converter melt, Grozdanić, V., & Markotić, A. (2004). Three-dimensional mathematical model of fusion of steel scrap in the converter melt. *Metallurgija*, 43(1), 45-48.
- [59] Fundamental mathematical model for ADO process. Part I: derivation of the model, Järvinen, M. P., Pisilä, S., Kärnä, A., Ikäheimonen, T., Kupari, P., & Fabritius, T. (2011). Fundamental mathematical model for AOD process. Part I: Derivation of the model. *steel research international*, 82(6), 638-649.
- [60] Mathematical Modeling of the Melting of Sponge Iron in a Bath of Non-reactive Molten Slag, Pineda-Martínez, E., Hernández-Bocanegra, C. A., Conejo, A. N., & Ramirez-Argaez, M. A. (2015). Mathematical Modeling of the Melting of Sponge Iron in a Bath of Non-reactive Molten Slag. *ISIJ International*, 55(9), 1906-1915.
- [61] Heat transfer analysis of blast furnace cast steel cooling stove, Qian, Z., Du, Z. H., & Wu, L. J. (2007). Heat transfer analysis of blast furnace cast steel cooling stove. *Ironmaking & Steelmaking*, 34(5), 415-421.
- [62] Simulation of the continuous casting process by a mathematical model, Tieu, A. K., & Kim, I. S. (1997). Simulation of the continuous casting process by a mathematical model. *International journal of mechanical sciences*, 39(2), 185-192.
- [63] Numerical Analysis of Cast Iron Solidification Process, Majchrzak, E., & Mendakiewicz, J. (1995). Numerical analysis of cast iron solidification process. *Journal of materials processing technology*, 53(1-2), 285-292.
- [64] A surface charge simulation method based on advanced numerical integration, Modrić, T., Vujević, S., & Lovrić, D. (2015). A surface charge simulation method

based on advanced numerical integration. *Advances in Engineering Software*, 86, 20-28.

[65] Numerical Simulation of Fluid Flow in Thin Slab Continuous Casting Mould, Zhang, J., Gao, Y., Gao, J., Wang, G., An, L., & Li, Q. (2009, April). Numerical Simulation of Fluid Flow in Thin Slab Continuous Casting Mould. In *Measuring Technology and Mechatronics Automation, 2009. ICMTMA'09. International Conference on* (Vol. 2, pp. 267-270). IEEE.

[66] M. P. Heisler, "Temperature Charts for Induction and Constant Temperature Heating," *TRANS, ASME*, vol. 69, 1947, pp. 227- 236.

[67] Hjelen, J., Ørsund, R., & Nes, E. (1991). On the origin of recrystallization textures in aluminium. *Acta metallurgica et materialia*, 39(7), 1377-1404.

[68] Suwas, S., & Ray, R. K. (2014). *Crystallographic texture of materials* (pp. -12, 155-156, 159-161, 171-173). London: Springer.

[69] Gourdet, S., & Montheillet, F. (2000). An experimental study of the recrystallization mechanism during hot deformation of aluminium. *Materials Science and Engineering: A*, 283(1-2), 274-288.

[70] Cahn, R. W. (1950). A new theory of recrystallization nuclei. *Proceedings of the Physical Society. Section A*, 63(4), 323.

## **Anexo I: Recuperación, recristalización y crecimiento de grano: conceptos para profundizar el tema y aplicados en el modelo matemático.**

En la laminación, estirado y otros procesos de deformación en frío, aproximadamente el 90% de la energía aplicada se disipa como calor. El resto se almacena en la red cristalina aumentando así la energía interna entre 0.01 a 1.0 calorías/gramo, según el punto de fusión o el contenido de aleación en el material. La energía almacenada aumenta con la cantidad de deformación aplicada hasta alcanzar un valor de saturación, y es mayor cuando la temperatura de deformación es menor. Parte de este almacenamiento puede atribuirse a la formación de vacancias y parte a energía de maclado y de fallas de apilamiento, pero en su mayoría se debe a la generación e interacción de las dislocaciones [51]. Su densidad aumenta hasta con un orden de  $10^{-4}$  dislocaciones por centímetro cuadrado para materiales sometidos a procesos de deformación plástica severa<sup>7</sup>, según Taylor.

Ecuación de Taylor:

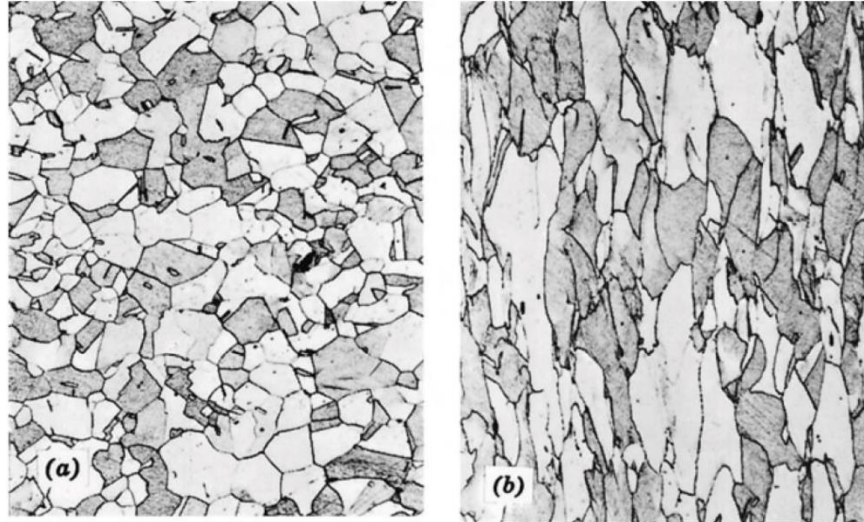
$$\sigma = \sigma_0 + \alpha M G b \rho_d^{1/2} \quad (\text{Ec. 29})$$

Donde  $\sigma$  el módulo elástico,  $\sigma_0$  el esfuerzo de fricción ( $\sigma_0 = 25 \text{MPa}$  para aleaciones de aluminio de la serie 5xxx),  $\alpha$  es una constante (se toma  $\alpha = 0.33$ ),  $G$  el módulo cortante ( $G = 26 \text{GPa}$  para aleaciones de Aluminio),  $M$  el factor de Taylor ( $M = 3$  para materiales policristalinos no texturizados),  $b$  el vector de burgers ( $b = 0.286 \text{nm}$ ) y  $\rho_d$  la densidad de dislocaciones.

Al pasar de un material totalmente recocido a uno severamente endurecido. Por lo general, la dureza y el límite elástico aumentan con la deformación en frío. Los granos de un material deformado en frío tienden a alargarse y a adquirir una orientación cristalográfica preferente (“textura”).

---

<sup>7</sup> Cálculo de densidad de dislocaciones a partir de la ecuación de Taylor:  $\rho_d = \left[ \frac{\sigma - \sigma_0}{\alpha M G b} \right]^2$



*Figura 76. Alteración de la estructura del grano del metal policristalino como resultado de la deformación plástica. a) Antes de la deformación los granos son equiaxiales. b) La deformación produce granos alargados.*

La deformación plástica de un material metálico policristalino a temperaturas que son bajas respecto a la temperatura de fusión produce cambios en la microestructura y en las propiedades. Los cambios más importantes son:

- Cambio en la forma del grano.
- Endurecimiento por deformación.
- Aumento en la densidad de dislocaciones.

Las propiedades y estructuras pueden recuperar sus valores anteriores a la deformación en frío mediante tratamientos térmicos apropiados. Tales fenómenos de restauración resultan de distintos procesos que ocurren a temperaturas elevadas:

- Recuperación.
- Recristalización.
- Crecimiento de grano.

Además, dicha deformación plástica confiere acritud a los materiales metálicos. Este estado supone un aumento de energía respecto a la del material policristalino no deformado en frío. Los cristales metálicos resultan energéticamente más estables cuando no presentan dislocaciones. Por ello, las estructuras deformadas tienden a evolucionar hacia otras con menor número de dislocaciones.

Los cristales deformados no ceden espontáneamente su exceso de energía para pasar a cristales regulares. Para ello se requiere una energía de activación, comunicada por calentamiento externo y un proceso de difusión de átomos a la temperatura de calentamiento.

Existe un tratamiento térmico para eliminar la acritud de un metal o aleación, suele denominarse recocido de recristalización o recocido contra acritud.

Cuando un metal, suficientemente deformado en frío, es sometido a un calentamiento adecuado (Recocido de recristalización) se quiere disminuir la densidad de dislocaciones para recuperar paulatinamente las propiedades que presentaba el metal antes de la deformación, por lo cual:

- El metal ablanda.
- Disminuye su resistencia en el ensayo de tracción.
- Aumenta el alargamiento.
- Cambia la textura.

La recuperación plena de las propiedades (hasta lograr las que tenía el metal antes de ser deformado en frío) está vinculada a la aparición de una nueva estructura, de granos regulares, formada a partir de la estructura deformada, la nueva estructura recibe el nombre de “recristalizada”.

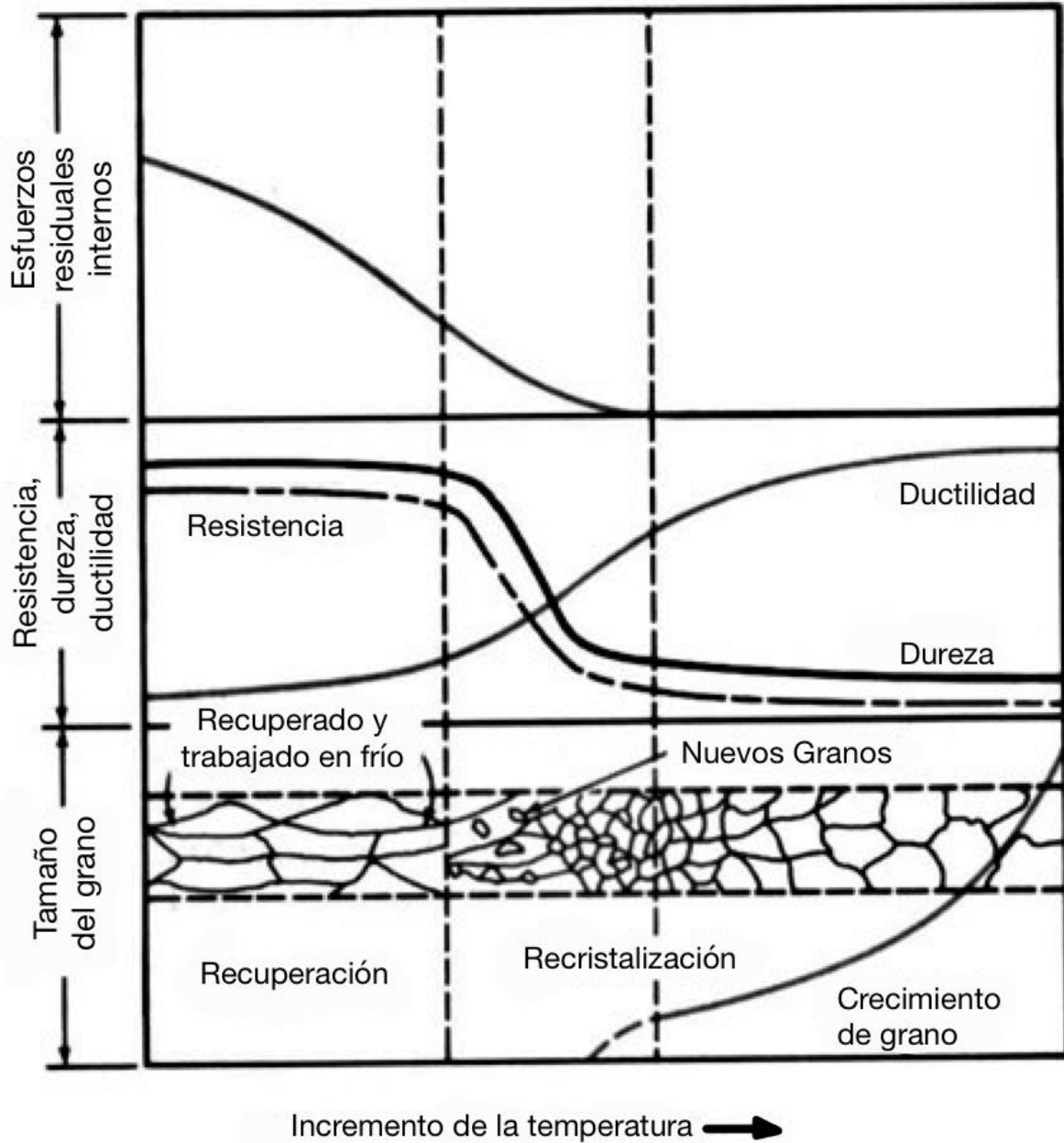


Figura 77. Efecto del recocido de recristalización sobre la estructura y cambios de las propiedades metálicas de un metal trabajado en frío.

La formación de la estructura recristalizada tiene lugar cuando el calentamiento se realiza por encima de una cierta temperatura  $T_R$ , denominada temperatura de recristalización primaria estática. Esta (generalmente superior a  $\frac{1}{3}$  de la Temperatura de fusión) depende principalmente de la deformación previa conferida en frío a cada metal o aleación y, por tanto, no es una temperatura constante.



Una vez recristalizada la estructura, si se prolonga su permanencia a la temperatura de recristalización, o a otras superiores a ella, el efecto resultante es un crecimiento del tamaño medio del grano.

Para temperaturas de calentamiento inferiores a la de recristalización hay una cierta variación de propiedades del metal o aleación, pero no se aprecia modificación de la estructura deformada visible al microscopio óptico, ni de su textura. Esta etapa de recuperación parcial de propiedades, sin modificación de la microestructura, se denomina restauración.

### **Proceso de Recuperación.**

Durante esta etapa no se modifica la textura cristalina correspondiente al estado de deformación (los granos deformados no presentan ninguna diferencia con el estado previo), pero pueden apreciarse, entre otras, las siguientes variaciones:

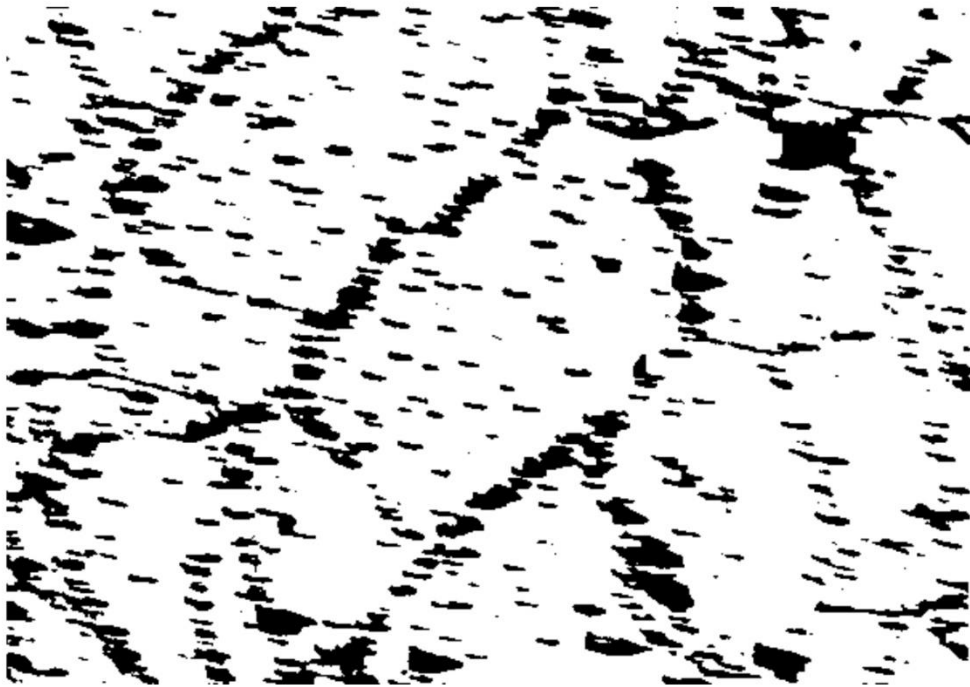
- Parte de la energía interna almacenada como energía de deformación es liberada debido al movimiento de dislocaciones. Esto ocurre como resultado del aumento de la difusión atómica a temperaturas elevadas.
- Reducción en el número de dislocaciones y las configuraciones de dislocaciones tienden a adoptar bajas energías de deformación de la red.
- Desaparición de tensiones internas.
- Recuperación de propiedades eléctricas, habida cuenta que la deformación en frío aumenta la resistividad eléctrica.
- Recuperación parcial de propiedades mecánicas, por ejemplo, pérdida de dureza y aumento del alargamiento.

Los metales, aunque cristalicen en el mismo sistema, suelen comportarse mecánicamente, durante esa restauración, de modo diferente.

En el caso del aluminio, este se ablanda bastante durante la restauración. Otros materiales metálicos del mismo sistema cristalino cúbico centrado en las caras, tales como cobre, latones alfa, bronces alfa, cuproluminos alfa, níquel, cuproníqueles,

aceros austeníticos, etc., no experimentan disminución apreciable de dureza durante la recuperación.

En la figura 77 se representa el proceso que sigue un material de alta energía de defectos de apilamiento en la recuperación, como es el caso del aluminio. Tenemos una determinada densidad de defectos (Exceso de dislocaciones). Por activación térmica aumenta la movilidad de los defectos (difusión), aumentando la probabilidad de que las dislocaciones se cancelen entre sí y se reorganizan en un proceso de poligonización: dentro de los granos se forman subgranos en cuyo interior hay una baja densidad de dislocaciones, pero en sus contornos hay una alta densidad de dislocaciones. Los defectos se concentran en las paredes.



*Figura 78. Poligonización en el Aluminio (Paredes estables de dislocaciones).*

Esto se puede apreciar por microscopía electrónica o incluso, a veces, por microscopía óptica (figura 78).

Esta formación y obtención de subgranos puede favorecerse cuando se aplica una tensión durante la recuperación (recuperación dinámica).

La formación de subgranos, de finos límites de grano polygonizados, va acompañada de:

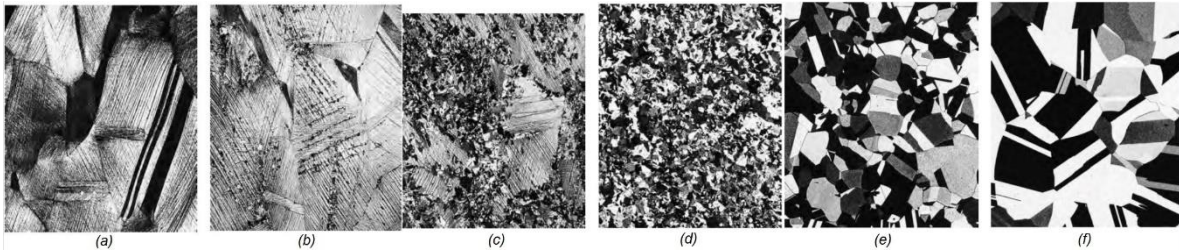
- Notable disminución de la dureza.
- Disminución parcial de la resistencia a la tracción.
- Aumento del alargamiento.

El ablandamiento durante la restauración (una compleja forma de polygonización) puede ser de tal magnitud que, a veces, pueden emplearse recocidos de recuperación en vez de recocidos de recristalización total. De todas maneras, si se desea lograr un ablandamiento pleno de esos metales aptos para polygonizar, es preciso efectuar un recocido de recristalización.

### **Proceso de Recristalización.**

Aun después de la recuperación, los granos están todavía en un estado de alta energía de deformación. La recristalización es la formación de un nuevo conjunto de granos equiaxiales libres de deformación que tienen baja densidad de dislocaciones, lo cual es una característica de la condición del material antes de ser deformado [52].

La fuerza motriz para producir esta nueva estructura de granos es la diferencia en energía interna entre el material deformado y el no deformado. Los nuevos granos se forman como núcleos muy pequeños y crecen hasta que reemplazan completamente al material deformado, proceso en el cual tiene lugar la difusión de corto alcance. En las figuras 79a-79d se muestran varias etapas del proceso de recristalización. En estas fotomicrografías, los granos pequeños son aquellos que han recristalizado, por tanto, la recristalización de los metales trabajados en frío puede utilizarse para refinar la estructura de los granos.



*Figura 79. Fotomicrografías mostrando varias etapas de la recrystalización y del crecimiento del grano del latón. (a) estructura del grano del material deformado en frío (33 % CW). (b) etapa inicial de la recrystalización después de calentar durante 3 segundos a 580 °C. Los granos muy pequeños son los que han recrystalizado. (c) reemplazo parcial de los granos con acritud por granos recrystalizados (4 s a 580 °C). (d) recrystalización completa (8 s a 580 °C). (e) crecimiento del grano después de 15 min a 580 °C. (f) crecimiento del grano después de 1° min a 700 °C.*

También, durante la recrystalización, las propiedades mecánicas que fueron modificadas durante el proceso de trabajo en frío son restauradas a sus valores previos a la deformación, es decir, el metal se hace más blando, menos resistente y más dúctil.

La recrystalización es un proceso cuya extensión depende tanto del tiempo como de la temperatura. El grado (o fracción) de recrystalización aumenta con el tiempo, tal como puede observarse en las fotomicrografías mostradas en las figuras 79a-79d.

Generalmente, la temperatura de recrystalización se sitúa entre un tercio y la mitad de la temperatura absoluta de fusión del metal o aleación y depende de varios factores, entre los cuales cabe citar el porcentaje de trabajo en frío y la pureza de la aleación. Aumentando el porcentaje de trabajo en frío aumenta la velocidad de recrystalización, de manera que la temperatura de recrystalización disminuye (véase figura 80).

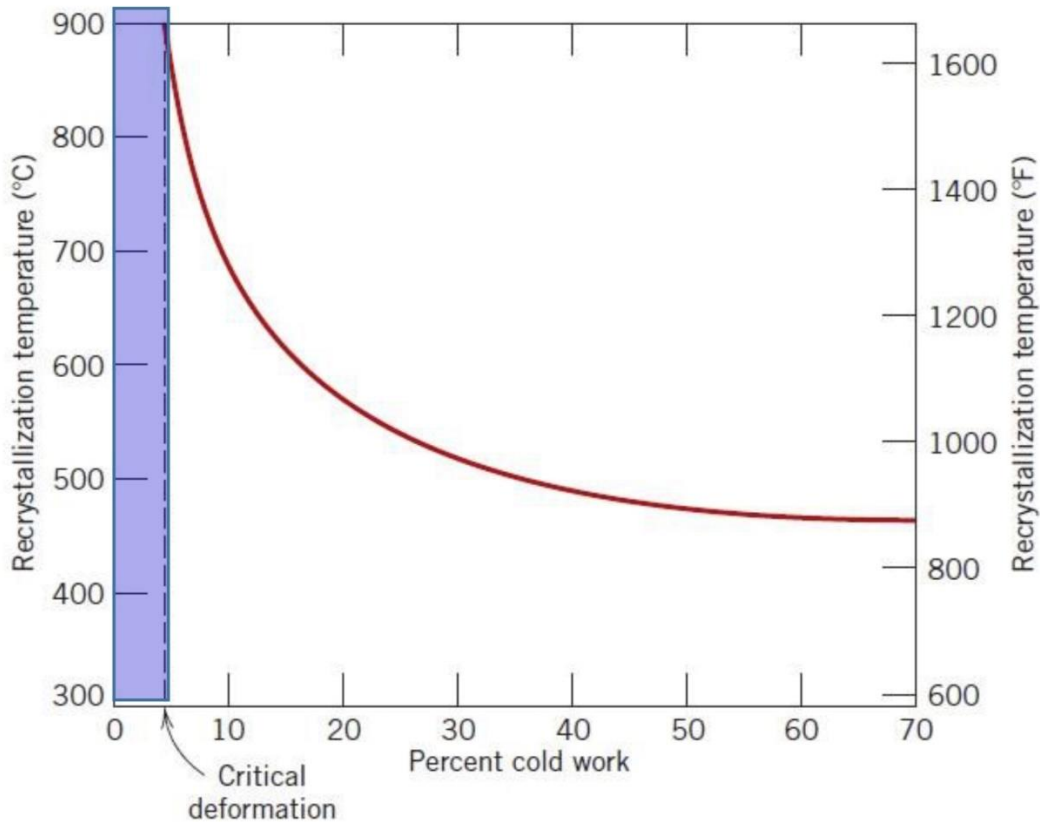


Figura 80. Influencia de la temperatura de recocido sobre la resistencia a la tracción y sobre la ductilidad de un metal. Se representa el tamaño del grano en función de la temperatura de recocido. Estructura del grano durante la recuperación, recrystalización y crecimiento del grano, tal como se muestra de forma esquemática.

Existe un grado crítico de trabajo en frío por debajo del cual la recrystalización no puede ocurrir, tal como se muestra en la figura 80. Normalmente, este valor está comprendido entre el 2 y el 20 % de trabajo en frío.

La recrystalización ocurre de forma más rápida en metales que en aleaciones. El hecho de alear aumenta la temperatura de recrystalización, algunas veces de forma muy substancial. Para metales puros, la temperatura de recrystalización normalmente es  $0.3T_f$ , donde  $T_f$  es la temperatura absoluta de fusión, mientras que en algunas aleaciones comerciales puede llegar a ser tan alta como  $0.7T_f$ . Las temperaturas de recrystalización y de fusión para algunos metales y aleaciones se indican en la Tabla 12 [52].

Tabla 11. Temperaturas de recristalización y fusión para diversos metales y aleaciones.

<b>Metal</b>	<b>Temperatura de Recristalización</b>		<b>Temperatura de Fusión</b>	
	°C	°F	°C	°F
<b>Plomo</b>	-4	25	327	620
<b>Zinc</b>	10	50	420	788
<b>Aluminio (99.999 wt%)</b>	80	176	660	1220
<b>Cobre (99.999 wt%)</b>	120	250	1085	1985
<b>Latón (60Cu – 40Zn)</b>	475	887	900	1652
<b>Níquel (99.99 wt%)</b>	370	700	1455	2651
<b>Hierro</b>	450	840	1538	2800
<b>Tungsteno</b>	1200	2200	3410	6170

## **Efecto de las impurezas y precipitados durante la recristalización.**

El tamaño promedio del grano recristalizado no depende exclusivamente de la cantidad de núcleos de recristalización activados por la deformación, sino también del efecto de las impurezas. es decir, de los átomos en solución sólida y de los precipitados.

1. Elementos en solución sólida: Con relación a la nucleación son inocuos, no la modifican. En cuanto a la recristalización (considerando está a partir del 5 %) tienen un efecto “arrastre”, dificultando el paso de recristalización. Retardan el avance de las superficies límite de los núcleos.

2. Precipitados:

a) Precipitados “grandes” (alta densidad de precipitados):

Con respecto a la nucleación puede decirse que las impurezas, o segundas fases precipitadas en la matriz deformada, aceleran la formación de núcleos si el tamaño de las segundas fases es grande (del orden de varias micras), esto es debido a la concentración local de esfuerzos que la deformación en frío produce sobre la matriz que rodea a la partícula.

En la recristalización los precipitados grandes no inhiben el proceso, no ejercen restricción al movimiento y no tienen efecto de anclaje (efecto *pinning*), es decir, los precipitados de gran tamaño no interfieren el crecimiento.

b) Precipitados “finos” (baja densidad de precipitados)

- Los precipitados finos o muy finos retrasan la nucleación.
- En la recristalización restringen el crecimiento por efecto *pinning* (restringe el avance de las interfases de grano).

El crecimiento de los núcleos, una vez formados, se ve retrasado por el obstáculo (efecto *pinning*) que, para la migración de las fronteras núcleo/matriz deformada, suponen los precipitados si son pequeños y numerosos. La obstrucción es mayor cuanto más finos y menos separados están los precipitados. Esos precipitados nanométricos

elevan la temperatura de recristalización, prolongan el tiempo para recristalizar a esa temperatura y, en consecuencia, pueden aumentar el tamaño de grano de recristalización primaria obtenido a esa temperatura. En algunos casos los precipitados nanométricos pueden no solamente retrasar la nucleación sino, incluso, impedir la recristalización.

La precipitación puede ser un potente inhibidor del movimiento de la interfase de grano, así se obtiene un tamaño de grano fino y homogéneo, por tanto, se debe analizar la influencia de las partículas en la movilidad de las interfases de grano.

La interfase de grano tiende a desplazarse hacia el centro de curvatura. La presencia de precipitados evita este movimiento (efecto *pinning*).

### **Cinética de la recristalización estática e isotérmica.**

El porcentaje de un metal recristalizado, estática e isotérmicamente, a una temperatura  $T_1$  en que resulte posible la recristalización, aumenta con el tiempo de permanencia ( $t$ ) a esa temperatura  $T_1$ . Suele seguir comportamiento de tipo sigmoideal, la cual se conoce como la ecuación de Avrami:

$$X = 1 - e^{-Bt^k} \quad (\text{Ec. 30})$$

Donde  $X$  es la fracción recristalizada,  $B$  es una falsa constante donde se incluye  $Q$  y  $T$ ,  $k$  es una constante del material y  $t$  es el tiempo. Esta ecuación se limita a considerar la recristalización entre el 5% y el 95% de fracción recristalizada ( $X$ ).



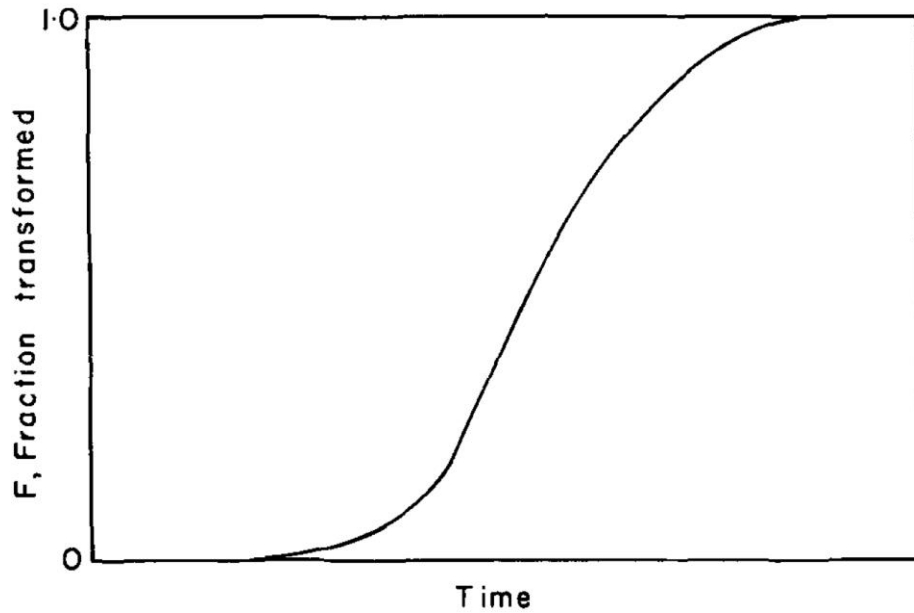


Figura 81. Curva general de fracción transformada contra tiempo a temperatura constante (ley de Avrami).

La ley de Avrami se ajusta a una recta de ordenada en el origen igual a  $\log B$  y pendiente  $k$  cuando se representan en ordenadas los valores de  $\log \left[ \ln \frac{1}{1-X} \right]$  y en abscisas los valores de  $\log t$  (ec. 34).

$$1 - X = e^{-Bt^k} \quad (\text{Ec. 31})$$

$$\frac{1}{1 - X} = e^{Bt^k} \quad (\text{Ec. 32})$$

$$\ln \frac{1}{1 - X} = Bt^k \quad (\text{Ec. 33})$$

$$\log \left[ \ln \frac{1}{1 - X} \right] = \log B + k \log t \quad (\text{Ec. 34})$$

Las desviaciones reales que a veces se observan respecto a esta ley, en algunas aleaciones con alta energía de defectos de apilamiento provienen casi siempre de que la fracción de matriz deformada, aún no recristalizada, restaura notablemente por calentamiento y, en consecuencia, la fuerza inductora para la recristalización de esa

fracción agría va disminuyendo con el tiempo (figura 82), correspondiente a recocido isotérmico de Al de gran pureza, laminado 40% a 0 °C y recristalizado a 155 °C.

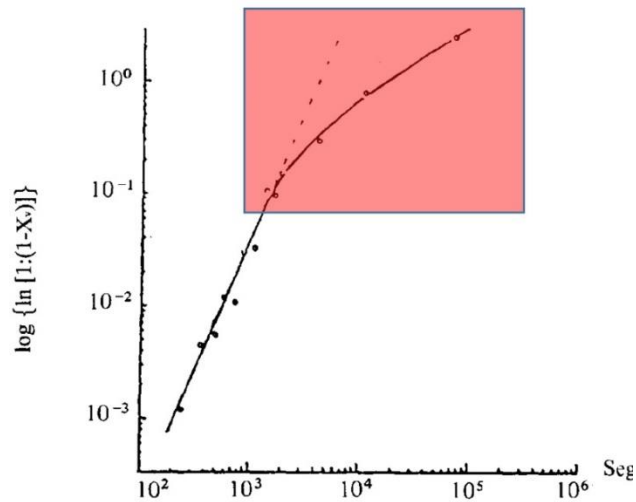


Figura 82. Cinética de recristalización a 155°C de Aluminio ultrapuro, reducido 40% en frío.

En otras ocasiones las desviaciones son debidas a que no se cumplen las hipótesis implícitas en el modelo de recristalización de Avrami, que, por ejemplo, supone un crecimiento continuo de los núcleos y a igual velocidad en todas las direcciones. Lo cual en muchos casos no ocurre (el crecimiento de los núcleos suele ser selectivo).

### **Crecimiento del grano.**

La recristalización finaliza cuando los granos de recristalización primaria entran en contacto unos con otros y la estructura micrográfica aparece constituida solamente por granos regulares sin restos de la matriz deformada.

Para el metal en estado sólido, recristalizado a una temperatura  $T_1$ , la estructura tiende a evolucionar hacia granos de gran tamaño, para así aminorar la relación superficie/volumen, es decir, disminuir la energía libre de superficie [53].

El estado sólido energéticamente más estable correspondería una estructura monocristalina. Claro está que si se llega a alcanzar la temperatura de fusión resultaría aún más estable el estado líquido.

Por eso si se eleva la temperatura, o se prolonga la temperatura a la que ha tenido lugar la recristalización primaria, los límites de grano tienden a moverse para alcanzar un equilibrio.

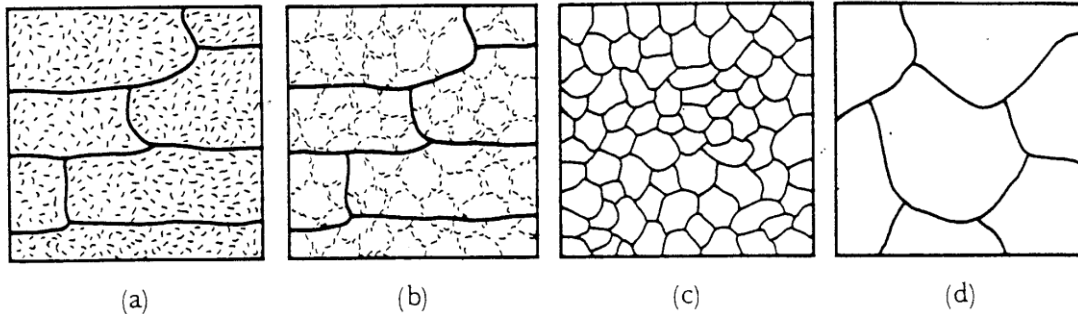


Figura 83. Efecto de la temperatura de recocido en la microestructura de los metales trabajados en frío. (a) Metal trabajado en frío, (b) después de la recuperación, (c) después de la recristalización y (d) después del crecimiento de grano.

Al elevar la temperatura y favorecer nuevamente la movilidad de las interfases de grano estos tienden hacia otro equilibrio y el tamaño de grano promedio crece. El crecimiento es tanto más factible cuanto mayor sea la diferencia entre los distintos tamaños de grano.

Burke y Tumbull determinaron los modos de crecimiento dándoles un valor y una expresión. El crecimiento continuo sigue la ley (ec. 6.0):

$$\bar{D}^{1/n} - \bar{D}_0^{1/n} = Kt \quad (\text{Ec. 35})$$

En donde  $\bar{D}_0^{1/n}$  es el tamaño de grano inicial promedio,  $\bar{D}^{1/n}$  es el tamaño de grano promedio,  $K$  es una constante de proporcionalidad y  $t$  el tiempo.

Diversos factores pueden inhibir el crecimiento continuo de un grano de un metal policristalino no deformado, es decir, hay varios modos de crecimiento discontinuo y es debido a diferentes causas:

- a) Átomos en solución sólida, segregados hacia las fronteras de grano, que impiden la movilidad de estas y frenan el crecimiento de grano: Son fuente que dificultan la difusión o desplazamiento de átomos, por tanto, para darse la energía que permita el movimiento hay que alcanzar una determinada temperatura  $T^*$ .
- b) Elementos precipitados: de gran finura que detienen a modo de alfileres (efecto *pinning*) el avance de los límites de grano. Si se alcanza una temperatura  $T^* \cong T_{disolución\ de\ precipitados}$ , los precipitados se empiezan a disolver y van desapareciendo, permitiendo de este modo empezar a crecer los granos hasta alcanzar el equilibrio.
- c) En ocasiones, especialmente cuando se trata de metales cúbicos FCC con baja energía de apilamiento (cobre, latones alfa, bronce alfa, aceros austeníticos, etc.), pueden formarse maclas de origen térmico, en el interior de los granos recristalizados, una macla necesita un 5 % de la energía disponible para el crecimiento. Al aparecer las maclas aminoran la velocidad de crecimiento de grano, ya que consumen parte de la energía de crecimiento (restan energía a la interfase de grano para crecer porque consumen energía).
- En cambio, en metales con alta energía de apilamiento como el aluminio, la energía interfacial de macla es del orden del 20 % de la energía interfacial, por ello estas maclas de recocido son muy poco frecuentes.

### **El tamaño de grano.**

Está bien establecido que, durante la fase de recalentamiento de un metal, después de la recristalización primaria (o estática) se observa un subsiguiente crecimiento de grano [17,18]. Los procesos de recristalización se completan cuando los límites de las regiones recristalizadas que se expanden se extienden por todo el material o chocan entre ellas, reemplazando la estructura original por una nueva libre de deformación. En esta etapa del proceso, el material tiene un nuevo tamaño de grano que es el mínimo que puede obtenerse para esa aleación, con la cantidad de deformación

previa acumulada y con el tiempo y temperatura de solubilización. Sin embargo, aunque la relativamente alta energía interna de deformación se ha liberado en la recristalización, la estructura resultante es todavía metaestable, de modo que aún puede reducirse la energía interna por reducción del área total de límite de grano (y por ende de la energía asociada). Por lo tanto, una continuación del proceso de austenización promueve una migración adicional de los límites de grano a través del metal, produciendo una estructura que contiene un menor número de granos de mayor tamaño, o sea, provocando crecimiento de grano

El fenómeno físico involucrado tanto en el crecimiento de grano como en la recristalización primaria es la migración de límites de grano a través de la estructura. A pesar de la similitud del fenómeno de crecimiento de grano con el involucrado en el crecimiento de los núcleos de la recristalización primaria, debe mantenerse como un proceso distinto dada la diferencia en fuerzas motoras para cada fenómeno. En efecto, el motor del crecimiento de los nuevos granos (desde que son núcleos viables hasta que chocan con otros granos durante la recristalización primaria) es la eliminación de la energía libre almacenada en forma de deformación (disminución de la densidad de dislocaciones), mientras que el motor del crecimiento de grano posterior a la recristalización primaria es la reducción del área total de límite de grano de la estructura ya libre de deformación. Esta diferencia fundamental da lugar a distintas características en ambos fenómenos.

### **Cinética del tamaño de grano.**

Diversos estudios experimentales <sup>[8]</sup> demuestran que el valor del tamaño de grano, durante el crecimiento normal bajo condiciones isotérmicas, puede relacionarse con el tiempo al que es sometido un material a cierta temperatura sin llegar a la temperatura de solubilización por una ley potencial simple del tipo:

$$D = kt^n \quad (\text{Ec. 36})$$

Donde  $D$  es el diámetro de grano medio en cualquier instante durante el crecimiento de este,  $t$  es el tiempo de recocido y  $k$  y  $n$  son constantes que dependen de la composición química del metal y de la temperatura de recocido, pero son independientes del tamaño de grano. Esta relación particular se aplica mejor si el tamaño de grano inicial es pequeño comparado con el tamaño de grano que se está midiendo durante el crecimiento. Ya que frecuentemente no se tienen estas condiciones iniciales, especialmente en las primeras etapas del crecimiento, se ha propuesto como ecuación una forma más general:

$$D^{1/n} - D_0^{1/n} = Ct \quad (\text{Ec. 37})$$

Donde  $D_0$  es el diámetro de grano medio inicial y  $C$  es una constante.

Estudios adicionales han mostrado que la velocidad de crecimiento isotérmica de los granos depende del tamaño de grano instantáneo, lo cual es evidente por diferenciación de la ec. 37.

$$\frac{dD}{dt} = nCD^{1-(\frac{1}{n})} \quad (\text{Ec. 38})$$

Siendo  $dD/dt$  la velocidad de crecimiento.

Generalmente los valores de  $n$  se encuentran entre 0.05 y 0.5 oscilando frecuentemente entre 0.2 y 0.3. Se ha observado que  $n$  vale 0.5 en metales casi puros o bien en aleaciones a alta temperatura.

El crecimiento de grano tiene lugar por difusión de átomos a través de las intercaras de límite de grano, y a su vez es proporcional a la curvatura del propio límite de grano. El crecimiento de grano es por lo tanto un fenómeno activado térmicamente, por lo que la constante  $C$  de la ec. 37 puede escribirse como:

$$C = C_0 \exp\left(-\frac{Q_g}{RT}\right) \quad (\text{Ec. 39})$$

Donde  $C_0$  es una constante que engloba la energía específica de intercara del límite de grano y  $Q_g$  es la energía de activación para la migración de átomos a través del límite.

La ideal estabilidad termodinámica asociada con la menor posible energía interna de la estructura como un conjunto, sólo se alcanza cuando se eliminan todos los límites de grano, es decir, cuando el material se convierte en un monocristal. Sin embargo, el crecimiento de grano usualmente se detiene antes de que el metal se convierta en un monocristal, y hay por lo tanto en la práctica un tamaño de grano máximo, el cual dependerá de la composición de la aleación, de la estructura cristalina y de la temperatura de recocido.

Invariablemente, y durante crecimientos normales, se encuentra que la velocidad de crecimiento de grano disminuye cuando el tamaño de grano va aumentando. Esto se puede explicar por el hecho de que el aumento del tamaño de grano necesariamente significa una disminución del área de límite de grano por unidad de volumen, lo que automáticamente reduce la fuerza motora para sustentar el crecimiento de grano posterior, a una temperatura de recocido dada. Matemáticamente se justifica porque  $n$  es inferior a 1 (véase la ec. 38).

## Anexo II: Deformaciones medidas por difracción.

Bragg demostró que la distancia interplanar  $d$  está relacionada con la posición del ángulo de difracción  $\theta$ . Cualquier desviación elástica homogénea del cristal analizado dará como resultado una variación de esta distancia  $d$ , los planos  $\{hkl\}$  tienen una tendencia a aproximarse en las direcciones en compresión y a alejarse en las direcciones de tracción. Por lo tanto, la deformación medida se puede expresar como una función de  $d$  y, en consecuencia, como una función de  $\theta$ .

Estado uniaxial de tensiones.

Si se considera una muestra con 3 marcas ( $S_1, S_2$  y  $S_3$ ), cada una en una dirección correspondiente a los ejes de un plano cartesiano, si se aplica una tensión uniaxial  $\sigma_{11}$  en la dirección  $S_1$ , la parte estará en un estado de deformación descrito por un tensor de deformación  $\varepsilon$ . En el dominio elástico del material (se supone homogéneo e isotrópico), los componentes distintos de cero de este tensor serán:

$$\varepsilon_{11} = \frac{1}{E} \sigma_{11} \quad (\text{Ec. 40})$$

$$\varepsilon_{22} = -\frac{\nu}{E} \sigma_{11} \quad (\text{Ec. 41})$$

$$\varepsilon_{33} = -\frac{\nu}{E} \sigma_{11} \quad (\text{Ec. 42})$$

Donde  $E$  y  $\nu$  son el módulo de Young y el coeficiente de Poisson.

Se puede representar la deformación de la pieza bajo el efecto de la tensión  $\sigma_{11}$  por la de un círculo ficticio dibujado en el costado de la pieza. Este círculo se deforma en una elipse que se puede reconstituir si conocemos los diámetros  $d(\psi)$  a lo largo de varias direcciones  $\psi$ . Del mismo modo, si se conoce la deformación  $\varepsilon_n$  en varias ubicaciones diferentes identificadas por el vector  $n$  descrito por el ángulo  $\psi$ , se puede volver al tensor  $\varepsilon$  de deformaciones y, en consecuencia, a la tensión  $\sigma_{11}$ . Matemáticamente, los componentes del vector  $n$  son  $(\sin \psi, 0, \cos \psi)$  y la



deformación  $\varepsilon_n = \varepsilon_\psi$  se obtiene mediante la proyección del tensor  $\varepsilon$  en la dirección  $n$ :

$$\begin{aligned}\varepsilon_\psi &= n\varepsilon n^t = n_i n_j \varepsilon_{ij} = \sin^2 \psi \varepsilon_{11} + 0\varepsilon_{22} + \cos^2 \psi \varepsilon_{33} \\ &= \sin^2 \psi \varepsilon_{11} + \cos^2 \psi \varepsilon_{33}\end{aligned}\quad (\text{Ec. 43})$$

Los únicos componentes distintos del cero del tensor de tensión son  $\varepsilon_{11}$ ,  $\varepsilon_{22}$  y  $\varepsilon_{33}$  (estado uniaxial). El símbolo  $t$  indica transposición. Al expresar las deformaciones en función de  $\sigma_{11}$ , obtenemos:

$$\varepsilon_\psi = \frac{1+\nu}{E} \sin^2 \psi \sigma_{11} - \frac{\nu}{E} \sigma_{11} = \frac{1}{2} S_2 \sin^2 \psi \sigma_{11} + S_1 \sigma_{11} \quad (\text{Ec. 44})$$

Según esta ecuación, la evolución de la deformación  $\varepsilon_\psi$  en función de  $\sin^2 \psi$  es lineal y directamente proporcional al esfuerzo  $\sigma_{11}$  que se busca determinar. El coeficiente de proporcionalidad  $\frac{1}{2} S_2$  no depende de las características elásticas del material. La elasticidad de un material isotrópico se puede describir mediante dos coeficientes que pueden ser equivalentes a  $E$  y  $\nu$ , o los coeficientes de Lamé  $\lambda$  y  $\mu$ , o incluso  $\frac{1}{2} S_2 = \frac{1+\nu}{E}$  y  $S_1 = -\frac{\nu}{E}$ . En el campo de la determinación de esfuerzos por difracción, las constantes  $\frac{1}{2} S_2$  y  $S_1$  son las más utilizadas, por lo que las ecuaciones en este texto generalmente siguen esta convención.

Estado biaxial de tensiones.

En el caso de un estado de tensión biaxial, los componentes distintos del cero del tensor de tensión son  $\sigma_{11}$ ,  $\sigma_{12}$  y  $\sigma_{22}$ . El problema se vuelve tridimensional y es necesario medir la deformación a lo largo de una dirección  $n$  descrita por dos ángulos  $\phi$  y  $\psi$ . Las deformaciones y tensiones están escritas por:

$$\left\{ \begin{array}{l} \varepsilon_{11} = \frac{1}{E}\sigma_{11} - \frac{\nu}{E}\sigma_{22} \\ \varepsilon_{22} = -\frac{\nu}{E}\sigma_{11} + \frac{1}{E}\sigma_{22} \\ \varepsilon_{33} = -\frac{\nu}{E}\sigma_{11} - \frac{\nu}{E}\sigma_{22} \end{array} \right\} \quad \left\{ \begin{array}{l} \varepsilon_{23} = 0 \\ \varepsilon_{31} = 0 \\ \varepsilon_{12} = \frac{2(1+\nu)}{E}\sigma_{12} \end{array} \right\} \quad (Ec. 45)$$

La deformación medida  $\varepsilon_n = \varepsilon_{\phi\psi}$  es la proyección del tensor  $\varepsilon$  en la dirección  $n$  de medición:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\phi\psi} &= n\varepsilon n^t = n_i n_j \varepsilon_{ij} \\ &= \sin^2 \psi \cos^2 \phi \varepsilon_{11} + \sin^2 \psi \sin^2 \phi \varepsilon_{22} \\ &\quad + \cos^2 \psi \varepsilon_{33} + \sin^2 \psi \sin 2\phi \varepsilon_{12} + \sin 2\psi \sin \phi \varepsilon_{23} \\ &\quad + \sin 2\psi \cos \phi \varepsilon_{13} \end{aligned} \quad (Ec. 46)$$

Expresando las deformaciones en términos de los esfuerzos se obtiene:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\phi\psi} &= \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{12} \sin 2\phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi) \sin^2 \psi \\ &\quad - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \end{aligned} \quad (Ec. 47)$$

En donde el primer término entre paréntesis no es otro que la proyección del tensor de tensión en la dirección  $L'_1$  de los componentes  $(\cos \phi, \sin \phi, 0)$ , es decir el valor de la restricción  $\sigma_\phi$ , siguiendo la dirección  $L'_1$ , y que el segundo término es la traza del tensor  $\sigma$ :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_\phi \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} Tr(\sigma) = \frac{1}{2} S_2 \sigma_\phi \sin^2 \psi + S_1 Tr(\sigma) \quad (Ec. 48)$$

El principio de la determinación de una tensión en una dirección  $\phi$  es el siguiente: la traza de la deformación medida  $\varepsilon_{\phi\psi}$  como una función de  $\sin^2 \psi$ , la pendiente es

proporcional a  $\sigma_\phi$  y la ordenada al origen es proporcional a la traza del tensor de tensión. Es esta ecuación la que le da a la técnica el nombre de "Método del  $\sin^2 \psi$ "<sup>8</sup>.

Estado triaxial de tensiones.

El caso de un estado triaxial de tensiones se trata de la misma manera que el caso biaxial. El tensor de deformación se proyecta en la dirección de medición  $n$  de los componentes  $(\sin \psi \cos \phi, \sin \psi \sin \phi, \cos \psi)$ . Las relaciones tensión-deformación generalmente se escriben:

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1 + \nu}{E} \sigma_{ij} - \frac{\nu}{E} \delta_{ij} \sigma_{kk}$$

(Ec. 49)

donde  $\delta_{ij} = 1$  si  $i = j$ , y  $\delta_{ij} = 0$  si  $i \neq j$

Posteriormente, los esfuerzos y deformaciones forman tensores de segundo orden en rango simétrico. Cada uno tiene  $3^2$  componentes  $\sigma_{ij}, \varepsilon_{ij}$ , que se pueden escribir en notación matricial:

$$\sigma = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{pmatrix} \quad \varepsilon = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} & \varepsilon_{32} & \varepsilon_{33} \end{pmatrix}$$

(Ec. 50)

Debido a la simetría  $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$  y  $\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ji}$ , solo 6 de 9 componentes son independientes y suficientes para describir el esfuerzo y la deformación en un punto en el material.

Dado un sistema de coordenadas y conociendo el tensor de esfuerzos, se puede conocer el esfuerzo en un plano ubicado en la normal con dirección al vector unitario  $n$ . Correspondientemente, los esfuerzos en la dirección  $n$  son la proyección del tensor de esfuerzos  $\sigma$  en  $n$ :

---

<sup>8</sup> Nota: para  $\phi = 0$ , la tensión  $\sigma_\phi$ , es igual a  $\sigma_{11}$  y para  $\phi = \pi/2$ , la tensión  $\sigma_\phi$  es igual a  $\sigma_{22}$ . Entonces es suficiente llevar a cabo una medición en una tercera dirección  $\phi$  para obtener el tensor de tensión completo.

$$\begin{aligned}
\sigma_n &= \sigma_{ij}n_i n_j \left( = \sum_{i=1}^3 \sum_{j=1}^3 \sigma_{ij}n_i n_j \right) \\
&= \sigma_{11}n_1^2 + \sigma_{22}n_2^2 + \sigma_{33}n_3^2 + 2\sigma_{12}n_1n_2 + 2\sigma_{13}n_1n_3 \\
&\quad + 2\sigma_{23}n_2n_3
\end{aligned} \tag{Ec. 51}$$

De manera similar, la deformación en la dirección  $n$  viene dada por:

$$\begin{aligned}
\varepsilon_n &= \varepsilon_{ij}n_i n_j = \varepsilon_{11}n_1^2 + \varepsilon_{22}n_2^2 + \varepsilon_{33}n_3^2 + 2\varepsilon_{12}n_1n_2 + 2\varepsilon_{13}n_1n_3 \\
&\quad + 2\varepsilon_{23}n_2n_3
\end{aligned} \tag{Ec. 52}$$

Introduciendo la representación del vector  $n$  con un ángulo  $\phi$  y el ángulo polar  $\psi$ .

$$n = (\cos \phi \sin \psi, \sin \phi \sin \psi, \cos \psi) \tag{Ec. 53}$$

Usando la identidad geométrica:  $2 \sin \alpha \cos \alpha = \sin 2\alpha$ , se obtiene:

$$\begin{aligned}
\varepsilon_n &= \varepsilon_{11} \cos^2 \phi \sin^2 \psi + \varepsilon_{22} \sin^2 \phi \sin^2 \psi + \varepsilon_{33} \cos^2 \psi \\
&\quad + \varepsilon_{12} \sin 2\phi \sin^2 \psi + \varepsilon_{13} \cos \phi \sin 2\psi \\
&\quad + \varepsilon_{23} \sin \phi \sin 2\psi
\end{aligned} \tag{Ec. 54}$$

Utilizando las constantes elásticas, a  $\varepsilon$  como función de  $\sigma$ , y factorizando:

$$\begin{aligned}
\varepsilon_{\phi\psi} &= \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{12} \sin 2\phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi - \sigma_{33}) \sin^2 \psi \\
&\quad + \frac{1+\nu}{E} \sigma_{33} - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \\
&\quad + \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{13} \cos \phi + \sigma_{23} \sin \phi) \sin 2\psi
\end{aligned} \tag{Ec. 55}$$

O usando la convención de suma de Einstein, la deformación medida  $\varepsilon_{\phi\psi}$  se expresa de la siguiente manera:

$$\begin{aligned}
\varepsilon_{\phi\psi} = & \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{11} \cos^2 \phi + \sigma_{12} \sin 2\phi + \sigma_{22} \sin^2 \phi - \sigma_{33}) \sin^2 \psi \\
& + \frac{1+\nu}{E} \sigma_{33} - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \\
& + \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{13} \cos \phi + \sigma_{23} \sin \phi) \sin 2\psi
\end{aligned} \tag{Ec. 56}$$

El primer término entre paréntesis es la tensión normal en la dirección  $\phi$  reducida en  $\sigma_{33}$ , el segundo término entre paréntesis es la traza del tensor de esfuerzos y el tercer término entre paréntesis es el esfuerzo cortante de acuerdo con la dirección  $\phi$ . La ecuación anterior se puede escribir de manera más sintética:

$$\begin{aligned}
\varepsilon_{\phi\psi} = & \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{\phi} - \sigma_{33}) \sin^2 \psi + \frac{1+\nu}{E} \sigma_{33} - \frac{\nu}{E} Tr(\sigma) \\
& + \frac{1+\nu}{E} \tau_{\phi} \sin 2\psi
\end{aligned} \tag{Ec. 57}$$

Para determinar el tensor de esfuerzos completo, es suficiente tener al menos 6 valores de  $\varepsilon_{\phi\psi}$  en direcciones independientes.

Usando las notaciones  $\frac{1}{2}S_2 = \frac{1+\nu}{E}$  y  $S_1 = -\frac{\nu}{E}$ , se puede reescribir la expresión anterior:

$$\begin{aligned}
\varepsilon_{\phi\psi} = & \frac{1}{2}S_2 (\sigma_{\phi} - \sigma_{33}) \sin^2 \psi + \frac{1}{2}S_2 \sigma_{33} + S_1 Tr(\sigma) \\
& + \frac{1}{2}S_2 \tau_{\phi} \sin 2\psi
\end{aligned} \tag{Ec. 58}$$

La expresión de la deformación medida también se puede observar en una forma más condensada:

$$\varepsilon_{\phi\psi} = F_{ij} \sigma_{ij}^I = \mathbf{F} \boldsymbol{\sigma}^I \tag{Ec. 59}$$

O los coeficientes  $F_{ij}$  (que no son los componentes de un tensor) se escriben de acuerdo con los ángulos  $\phi$  y  $\psi$  y las constantes  $\frac{1}{2}S_2$  y  $S_1$ :

$$\left\{ \begin{array}{l} F_{11} = \frac{1}{2} S_2 \cos^2 \phi \sin^2 \psi + S_1 \\ F_{22} = \frac{1}{2} S_2 \sin^2 \phi \sin^2 \psi + S_1 \\ F_{33} = \frac{1}{2} S_2 \cos^2 \psi + S_1 \end{array} \right\} \quad \left\{ \begin{array}{l} F_{12} = \frac{1}{4} S_2 \sin 2\phi \sin^2 \psi \\ F_{31} = \frac{1}{4} S_2 \cos \phi \sin 2\psi \\ F_{23} = \frac{1}{4} S_2 \sin \phi \sin 2\psi \end{array} \right\} \quad (Ec. 60)$$

La notación  $\varepsilon_{\phi\psi} = F_{ij}\sigma_{ij}^l$  tiene dos ventajas. Por un lado, facilita la implementación de una regresión lineal generalizada para calcular los componentes del tensor de tensión a partir de mediciones de una serie de valores de  $\varepsilon_{\phi\psi}$  en varias direcciones. Por otro lado, podemos mostrar que sigue siendo válido en el caso de que la muestra ya no sea isotrópica o tenga una geometría cilíndrica.