



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

**Efecto del enfriamiento rápido sobre la solubilidad química, micro-estructura y propiedades mecánicas en una aleación Al-Mg-Zn-Cu**

TESIS

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

PRESENTA:

Ing. Sebastián Espinosa Rangel

TUTOR PRINCIPAL

Dr. José Gonzalo González Reyes  
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

MIEMBROS DEL COMITÉ TUTOR

Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas  
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

Dr. Horacio Flores Zúñiga  
INSTITUTO POTOSINO DE INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA Y  
TECNOLÓGICA



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**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.

A quién tiembla de  
indignación al ver  
una injusticia.

A quién regresa sin  
disimulo el fruto de  
su pensamiento.

A quién no le  
tiene miedo  
al error.

# Agradecimientos

Al Dr. Gonzalo González por su constante apoyo y amplias discusiones.

Al Dr. Ignacio Figueroa por su disposición y retroalimentación.

Al Dr. Horacio Flores por abrirme las puertas del IPICYT y guiarme durante este proyecto.

Al Dr. Sebastián Díaz de la Torre por permitirme trabajar en el CIITEC y brindarme su valiosa crítica.

A los Dr. Gabriel Lara, Dr. Omar Novelo, M. en C. Eliezer Hernández, M. en C. Adriana Tejeda, Ing. Carlos Flores y todo el personal del IIM que siempre me tendió una mano cuando la necesite.

Al IIM de la UNAM, en cuyos laboratorios se generaron las probetas, cintas y todos los estudios de difracción de rayos X.

Al Dr. Fernando Hernández y la M. Margarita López por su apoyo en el IPICYT.

Al mismo IPICYT por las facilidades otorgadas en el Laboratorio de Tratamientos Térmicos.

Al M. Ricardo Escalona del CIITEC por su disposición.

A la Dra. Liliana Romero, M. en C. Carlos De la Trinidad, Ing. David Pineda, Ing. Helios Ocaña, Ing. Emanuel López, M. en C. Farid Azamar y a todos mis compañeros del Departamento de Materiales Metálicos y Cerámicos.

A Elia por su apoyo y compañía durante los momentos maravillosos y los momentos difíciles.

A Antonio, Mariana, Fernanda, Alfonso y a todos los que hicieron de esta etapa una de las más bellas de mi vida.

A Emmanuel y a Gisela por su amistad incondicional.

A mi hermano Emiliano, mi mamá Alejandra, mi papá Gerardo y toda mi familia que siempre me ha brindado su apoyo incondicional.

Al Dr. Abel Avila Camacho por todo el conocimiento y sabiduría que me dio. El programa LebaER fue nombrado en su honor.

A CONACYT por la beca otorgada.

Al proyecto PAPIIT No. 102321 por el apoyo.

# Índice

Índice	iii
Ecuaciones	vi
Figuras	xi
Tablas	xii
Símbolos y acrónimos	xiii
Resumen	xiv
<b>1 Introducción</b>	<b>1</b>
1.1 Hipótesis . . . . .	4
1.2 Objetivos generales . . . . .	5
1.3 Objetivos particulares . . . . .	5
<b>2 Antecedentes</b>	<b>6</b>
2.1 Aluminio . . . . .	6
2.1.1 Aleaciones de aluminio . . . . .	6
2.1.2 La aleación AA 7075-T6 . . . . .	9
2.1.3 La aleación AA 709.0 . . . . .	12
2.2 Propiedades mecánicas . . . . .	13
2.2.1 Dureza . . . . .	16
2.2.2 Pruebas de micro-dureza . . . . .	17
2.2.3 Mecanismos de endurecimiento . . . . .	20
2.3 Endurecimiento por solución sólida . . . . .	23
2.3.1 Criterios de Hume-Rothery . . . . .	28
2.3.2 Efectos de la solución sólida por sustitución sobre los parámetros de red . . . . .	33

2.4	Procesos de Solidificación Rápida . . . . .	36
2.4.1	Melt Spinning . . . . .	37
2.5	Solidificación Rápida por Melt Spinning de AA 709.0 . . . . .	41
2.6	Textura Cristalográfica . . . . .	45
2.6.1	Aplicaciones de la Textura . . . . .	46
2.6.2	Hipótesis de formación de textura en el proceso de Melt-Spinning . . . . .	49
2.7	Esfuerzos Residuales . . . . .	53
2.8	Consolidado por SPS . . . . .	57
2.9	Difracción de Rayos X . . . . .	60
2.9.1	Patrones de difracción e identificación de fases . . . . .	62
2.9.2	Método de Rietveld . . . . .	65
2.9.3	Estándar interno y externo . . . . .	69
2.9.4	Métodos de Medicion de la Textura . . . . .	70
2.9.5	Proyección estereográfica y figuras de polo . . . . .	71
2.9.6	Figuras inversas de polo . . . . .	74
2.9.7	Ángulos de Euler y la funciones de distribución de orientación . . . . .	75
2.9.8	Evaluación de esfuerzos residuales . . . . .	78
2.9.9	Evaluación de macro-esfuerzos residuales por rayos X . . . . .	81
<b>3</b>	<b>Desarrollo Experimental</b>	<b>87</b>
3.1	Generación de Cintas . . . . .	87
3.2	Obtención de los patrones de difracción . . . . .	90
3.2.1	Análisis de los patrones de difracción . . . . .	91
3.3	Medición de textura cristalográfica . . . . .	94
3.3.1	Obtención de figuras de polo . . . . .	94
3.3.2	Cálculo de ODF y fracción de volumen . . . . .	98

3.3.3	Cálculo de figuras de polo inversas	99
3.4	Evaluación de Macro-esfuerzos residuales	100
3.5	Consolidado por SPS	105
3.6	Refinamiento de Rietveld	108
3.7	Ensayos de microdureza Vickers	108
<b>4</b>	<b>Resultados y Discusión</b>	<b>110</b>
4.1	Identificación de Fases	110
4.2	Análisis cualitativo de solubilidad	114
4.3	Refinamiento de Rietveld	115
4.4	Análisis de Textura	119
4.4.1	Figuras de polo	119
4.4.2	Figuras de polo inversas	119
4.4.3	ODF y fracciones de volumen	120
4.5	Análisis de propiedades mecánicas	127
4.5.1	Desarrollo y validación del programa LebaER	127
4.5.2	Curvas $\sin^2(\psi)$ vs $d$	139
4.5.3	Tensores de macro-esfuerzos residuales	150
4.5.4	Ensayos de micro-dureza	153
<b>5</b>	<b>Conclusiones</b>	<b>157</b>
<b>6</b>	<b>Contribuciones</b>	<b>159</b>
<b>7</b>	<b>Prospectivas</b>	<b>160</b>
	<b>Glosario</b>	<b>162</b>
<b>8</b>	<b>Referencias</b>	<b>163</b>
	<b>Anexo</b>	<b>179</b>

# Ecuaciones

2.1	Ley de Hooke unidimensional . . . . .	16
2.2	Ecuación para el cálculo de microdureza Vickers . . . . .	19
2.3	Ecuación de Hall-Petch . . . . .	23
2.4	Parámetro de red del aluminio en función del porcentaje atómico de magnesio . . . . .	34
2.5	Parámetro de red del aluminio en función del porcentaje atómico de zinc . . . . .	34
2.6	Parámetro de red del aluminio en función del porcentaje atómico de cobre. . . . .	34
2.7	Ley de Bragg . . . . .	62
2.8	Ecuación básica del refinamiento de Rietveld	65
2.9	Ecuación de Thompson-Cox-Hastings . . . . .	66
2.10	Contribucion Gaussianas al FWHM . . . . .	67
2.11	Contribucion Lorentziana al FWHM . . . . .	67
2.12	Ecuación de Stokes-Wilson . . . . .	67
2.13	Ecuación de Scherrer . . . . .	67
2.14	Ecuación del Ancho Integral . . . . .	67
2.15	Vector direccional de $\hat{n}$ en es sistema de referencia ( $RD, TD, ND$ ) . . . . .	82
2.16	Tensor de deformación tridimensional . . . . .	83
2.17	Deformación tridimensional en términos de $\phi$ y $\psi$ . . . . .	83
2.18	Ley de Hooke tridimensional . . . . .	83
2.19	Deformación en términos del tensor de esfuerzos, $\phi$ y $\psi$ . . . . .	84
2.20	Deformación en términos del tensor de esfuerzos, $\phi$ y $\psi$ (Condición de esfeurzo plano) . . . . .	84

4.1	Deformación en términos del tensor de esfuerzos y $\psi$ con $\phi = 0^\circ$ . . . . .	128
4.2	Deformación en términos del tensor de esfuerzos y $\psi$ con $\phi = 45^\circ$ . . . . .	128
4.3	Deformación en términos del tensor de esfuerzos y $\psi$ con $\phi = 90^\circ$ . . . . .	129
4.4	Definición de la deformación de $d_{hkl}$ . . . . .	129
4.5	Parámetro de red $d_{hkl}$ en términos del tensor de esfuerzos y $\psi$ con $\phi = 0^\circ$ . . . . .	129
4.6	Parámetro de red $d_{hkl}$ en términos del tensor de esfuerzos y $\psi$ con $\phi = 45^\circ$ . . . . .	130
4.7	Parámetro de red $d_{hkl}$ en términos del tensor de esfuerzos y $\psi$ con $\phi = 90^\circ$ . . . . .	130
4.8	Forma general de la ecuación de $d_{hkl}$ en términos del tensor de esfuerzos y $\psi$ con $\phi = cte$ . . . . .	131
4.9	Componete $\sigma_{11}$ en términos del ajuste no lineal . . . . .	131
4.10	Componete $\sigma_{11}$ en términos del ajuste no lineal . . . . .	131
4.11	Componete $\sigma_{11}$ en términos del ajuste no lineal . . . . .	131
4.12	Componete $\sigma_{11}$ en términos del ajuste no lineal . . . . .	131
4.13	Componete $\sigma_{11}$ en términos del ajuste no lineal . . . . .	132
4.14	Traza del tensor de macro-esfuerzos residuales según el ajuste no lineal en $\phi = 0^\circ$	132
4.15	Traza del tensor de macro-esfuerzos residuales según el ajuste no lineal en $\phi = 45^\circ$ . . . . .	132

4.16	Traza del tensor de macro-esfuerzos residuales según el ajuste no lineal en $\phi = 90^\circ$ . . . . .	132
4.17	Sustracción de los componentes $\sigma_{x3}$ del tensor de macro-esfuerzos residuales según el ajuste no lineal en $\phi = 45^\circ$ . . . . .	132
4.18	Factor de error del tensor de macro-esfuerzos residuales respecto a la medición a $\phi = 0^\circ$ . . . . .	133
4.19	Factor de error del tensor de macro-esfuerzos residuales respecto a la medición a $\phi = 45^\circ$ . . . . .	133
4.20	Factor de error del tensor de macro-esfuerzos residuales respecto a la medición a $\phi = 90^\circ$ . . . . .	133
4.21	Factor de error entre las tres mediciones efectuadas . . . . .	133
4.22	Porcentaje de error entre el cálculo de <b>STRESS</b> y <b>LebaER</b> considerando el esfuerzo de cedencia $\sigma_y$ . . . . .	136
8.1	Inverso de la distancia interplanar . . . . .	179
8.2	Covarianza del inverso de la distancia interplanar . . . . .	180
8.3	Inverso de la distancia interplanar . . . . .	180
8.4	Covarianza del inverso de la distancia interplanar en términos de $S_{HKL}$ . . . . .	180
8.5	Contribución de micro deformaciones al ancho del pico . . . . .	181

# Figuras

2.1	Tratamiento térmico T6 en la aleación AA 7075-T6 [8]. . . . .	10
2.2	Diagrama Esfuerzo-Deformación [20]. . . . .	15
2.3	Esquema del indentador y la huella propios del ensayo de microdureza Vickers [22]. . . . .	18
2.4	Movimiento de dislocaciones entre dos dominios cristalinos [4]. . . . .	22
2.5	Posiciones intersticiales en una celda FCC [4]. . . . .	25
2.6	Efecto de la solución sólida por sustitución en la red cristalina de la matriz [4]. . . . .	27
2.7	Máxima solubilidad del Mg en Al en el diagrama de fases Al-Mg [27]. . . . .	30
2.8	Máxima solubilidad del Zn en Al en el diagrama de fases Al-Zn [28]. . . . .	31
2.9	Máxima solubilidad del Cu en Al en el diagrama de fases Al-Cu [29]. . . . .	32
2.10	Cambio del parámetro de red del Al en función de la solución sólida por sustitución de Mg, Zn y Cu. Tanto teórico [36] como experimental [34]. . . . .	34
2.11	Diagrama del proceso <i>chill-block melt spinning</i> [40]. . . . .	38
2.12	Microestructura de una cinta cristalina producida por MS. (A) zona de enfriamiento, (B) zona de granos columnares y (C) zona de granos equiaxiales [36]. . . . .	42
2.13	Curvas CCT de las fases características de AA 7075-T6 [10]. . . . .	44

2.14	Ejemplos de componentes de textura de laminado [60]. . . . .	46
2.15	Anisotropía del módulo elástico en el aluminio [64]. . . . .	47
2.16	Esquema de la textura tipo fibra $\gamma$ . . . . .	48
2.17	Fenómeno de “traslapado” durante la formación de planos cristalinos [73]. . . . .	51
2.18	Diagrama del proceso SPS [82]. . . . .	59
2.19	Difracción de rayos X en planos atómicos paralelos [4]. . . . .	61
2.20	Patrón de difracción teórico del aluminio con picos indexados. . . . .	63
2.21	Diagrama de la Proyección Estereográfica [59].	73
2.22	Figuras de polo correspondiente a una textura tipo Fibra $\beta$ [92]. . . . .	73
2.23	Figuras inversa de polo correspondiente a una textura tipo Fibra $\beta$ [92]. . . . .	74
2.24	Rotaciones generadas por los ángulos de Euler. . . . .	76
2.25	Función de distribución de orientación (ODF) de una textura tipo Fibra $\beta$ en el espacio de Euler [92]. . . . .	78
2.26	Efecto de la deformación inelástica permanente en los picos de difracción por rayos X [95]. . . . .	80
2.27	Definición de $\hat{n}$ en términos de $\phi$ y $\psi$ . . . . .	82
2.28	Curvas $\varepsilon$ vs $\sin^2(\phi)$ . (a) un comportamiento elíptico y (b) un comportamiento “snake” [96]. . . . .	85
3.1	Melt Spinner marca Edmund Bühler del Laboratorio del Tratamientos Térmicos del IPICYT. . . . .	87

3.2	Cinta producida a 45 $m/s$ . . . . .	89
3.3	Difractómetro Rigaku UlitmaIV del IIM. . . . .	90
3.4	Comparación de la definición del pico secundario $K_{\alpha 2}$ en el pico (222) con respecto al estándar LaB <sub>6</sub> . . . . .	92
3.5	Comparación de FWHM de las cintas y el consolidado por SPS con respecto al estándar LaB <sub>6</sub> y a una muestra sometida a SPD. . . . .	93
3.6	Configuración del difractómetro para medir figuras de polos. (A) el emisor, (B) el detector y la flecha roja ilustra la rotación de la muestra. . . . .	95
3.7	Barrido del plano ecuatorial en términos de $\alpha$ y $\beta$ [59]. . . . .	96
3.8	Mediciones de intensidad de difracción variante en $\beta$ a valores de $\alpha$ fijos. . . . .	97
3.9	Ejemplo de figura de polo del polo (100). . . . .	98
3.10	Variación de $\Delta\theta$ en distintos puntos del rango de $2\theta$ para un mismo $\Delta d_{hkl}$ . . . . .	101
3.11	Configuración para medición de $d_{hkl}$ con $\psi$ variable [98]. . . . .	102
3.12	Configuraciones no permisibles de $\psi$ . (a) $\alpha$ negativa y (b) $\beta$ negativa. . . . .	103
3.13	Picos de difracción obtenidos a $\phi = 0^\circ$ para la cinta producida a 35 $m/s$ . . . . .	104
3.14	Equipo para consolidado por arco eléctrico Dr. Sinter del CIITEC. . . . .	105
3.15	Consolidado por SPS ( $T = 350^\circ C$ ). . . . .	107
4.1	Picos de aluminio presentes en AA 7075-T6, AA 709.0, la cinta producida a 25 $m/s$ y en el consolidado por SPS. . . . .	111

4.2	Fases identificadas en AA 7075-T6, AA 709.0, la cinta producida a 25 <i>m/s</i> y en el consolidado por SPS. . . . .	112
4.3	Fases identificadas en las cintas generadas a distintas rapideces. . . . .	113
4.4	Posiciones del pico de difracción (422) de las distintas cintas y el consolidado por SPS. . . . .	114
4.5	Figuras de polo con fibra $\gamma$ . . . . .	120
4.6	Figuras inversas de polo con fibra $\gamma$ . . . . .	121
4.7	Funciones ODF con fibra $\gamma$ . . . . .	124
4.8	Funciones ODF sin fibra $\gamma$ (Aleatoria y 15 <i>m/s</i> ). . . . .	125
4.9	Funciones ODF sin fibra $\gamma$ (35 <i>m/s</i> y 45 <i>m/s</i> ). . . . .	126
4.10	Tensor de macro esfuerzos residuales del sistema Al-20%Sn obtenido con LebaER. . . . .	137
4.11	Tensor de macro esfuerzos residuales del sistema Al-20%Sn obtenido con STRESS. . . . .	137
4.12	Interfaz gráfica del programa LebaER. . . . .	138
4.13	Ajuste de medición en $\varphi = 0^\circ$ de la cinta producida a 15 <i>m/s</i> . . . . .	140
4.14	Ajuste de medición en $\varphi = 45^\circ$ de la cinta producida a 15 <i>m/s</i> . . . . .	140
4.15	Ajuste de medición en $\varphi = 90^\circ$ de la cinta producida a 15 <i>m/s</i> . . . . .	141
4.16	Ajuste de medición en $\varphi = 0^\circ$ de la cinta producida a 25 <i>m/s</i> . . . . .	142
4.17	Ajuste de medición en $\varphi = 45^\circ$ de la cinta producida a 25 <i>m/s</i> . . . . .	143
4.18	Ajuste de medición en $\varphi = 90^\circ$ de la cinta producida a 25 <i>m/s</i> . . . . .	143
4.19	Ajuste de medición en $\varphi = 0^\circ$ de la cinta producida a 35 <i>m/s</i> . . . . .	144

4.20	Ajuste de medición en $\varphi = 45^\circ$ de la cinta producida a 35 <i>m/s</i> . . . . .	145
4.21	Ajuste de medición en $\varphi = 90^\circ$ de la cinta producida a 35 <i>m/s</i> . . . . .	145
4.22	Ajuste de medición en $\varphi = 0^\circ$ de la cinta producida a 45 <i>m/s</i> . . . . .	146
4.23	Ajuste de medición en $\varphi = 45^\circ$ de la cinta producida a 45 <i>m/s</i> . . . . .	147
4.24	Ajuste de medición en $\varphi = 90^\circ$ de la cinta producida a 45 <i>m/s</i> . . . . .	147
4.25	Ajuste de medición en $\varphi = 0^\circ$ del consolidado por SPS. . . . .	148
4.26	Ajuste de medición en $\varphi = 45^\circ$ del consolidado por SPS. . . . .	149
4.27	Ajuste de medición en $\varphi = 90^\circ$ del consolidado por SPS. . . . .	149
4.28	Tensor de macro-esfuerzos residuales de la cinta producida a 15 <i>m/s</i> . . . . .	151
4.29	Tensor de macro-esfuerzos residuales de la cinta producida a 25 <i>m/s</i> . . . . .	151
4.30	Tensor de macro-esfuerzos residuales de la cinta producida a 35 <i>m/s</i> . . . . .	151
4.31	Tensor de macro-esfuerzos residuales de la cinta producida a 45 <i>m/s</i> . . . . .	152
4.32	Tensor de macro-esfuerzos residuales del consolidado por SPS. . . . .	152
4.33	Tendencia de cambio en la micro-dureza del sistema de trabajo. . . . .	154

# Tablas

2.1	Clasificación de aleaciones de forja de aluminio [1]. . . . .	7
2.2	Clasificación de aleaciones de fundición de aluminio [1]. . . . .	8
2.3	Composición nominal de la AA 7075-T6 . . . . .	9
2.4	Composición real de la AA 7075-T6 empleada . . . . .	11
2.5	Composición nominal de la AA 709.0 . . . . .	12
2.6	Radio atómico de los principales componentes del sistema de trabajo. . . . .	26
2.7	Cumplimiento de los criterios de Hume-Rothery en el sistema de trabajo . . . . .	29
2.8	Energía libre superficial de algunos planos de aluminio. Unidades en $J/m^2$ . . . . .	50
3.1	Parámetros de proceso fijos durante el consolidado por SPS . . . . .	106
4.1	Valores de parámetro de red y micro deformaciones calculados por el refinamiento de Rietveld . . . . .	115
4.2	Valores de ajuste de los refinamientos de Rietveld. . . . .	116
4.3	Valores de fracción de volumen para las ODF obtenidas en términos de porcentajes . . . . .	122
4.4	Porcentajes de error entre el cálculo de LebaER y STRESS. . . . .	136
4.5	Valores de micro-dureza de las distintas muestras estudiadas. . . . .	153

# Símbolos y acrónimos

*E* Modulo de elasticidad.

$\alpha$ -Al Fase de solución sólida de aluminio..

$\nu$  Coeficiente de Poisson.

**LaB<sub>6</sub>** hexaboruro de lantano.

**MgO** óxido de magnesio.

**AA 7075-T6** Aleación 7075 de aluminio en la condición T6.

**AA 709.0** Aleación de fundición 709.0 de aluminio.

**CCT** Transformación a enfriamiento continuo o Continuous Cooling Transformation.

**FWHM** Ancho a media altura o Full Width at Half Maximum.

**MS** Hilado en Estado de Fusión o Melt Spinning.

**ODF** Función de Orientación de Distribución.

**SPS** Sinterizado por Arco Eléctrico o Spark Plasma Sintering.

# Resumen

Se sometió un sistema Al–Mg–Zn–Cu con la composición química de la aleación AA 7075 al proceso de Melt-Spinning (MS) variando la rapidez de proceso para conseguir diferentes condiciones de solubilidad.

Mediante el refinamiento de Rietveld se calculó el parámetro de red y las micro-deformaciones residuales en cada condición de solubilidad; se encontró un posible orden general en el que los elementos aleantes del sistema ingresan en solución sólida con el aluminio en función de la rapidez de procesos.

Una hipótesis para la predicción de la textura cristalográfica generada por el proceso de MS fue propuesta y se realizó una primera comprobación de la misma al obtener una textura tipo Fibra- $\gamma$  en la superficie de la cinta generada a 25 *m/s*.

Para la evaluación de macro-esfuerzos residuales por difracción de rayos X se desarrolló un programa computacional, él cual se validó frente a sus homólogos comerciales resultando una alternativa mas versátil.

Las mediciones de micro-dureza sobre las diferentes condiciones de solubilidad tuvieron poca variación entre ellas, pero presentaron una mejoría respecto a las aleaciones comerciales equivalentes AA 7075-T6 y AA 709.0.

Como una primera evaluación de la factibilidad del proceso de Spark Plasma Sintering (SPS) para generar un material en bulto del sistema estudiado sin modificar sus propiedades micro-estructurales, se realizó un consolidado de la cinta generada a 25 *m/s*; se observó la precipitación de una posible Fase  $\eta$  tras el proceso.

# 1 Introducción

El aluminio es el metal mas abundante de la corteza terrestre siendo uno de los elementos más abundantes en la misma\* y, desde que se consiguió extraerlo con relativa facilidad mediante el proceso de Hall-Heroult [1], ha sido de gran interés por sus diversas aplicaciones [2].

Las aleaciones de aluminio han llamado particularmente la atención en el sector ingenieril debido a que pertenecen al grupo de las llamadas “aleaciones ligeras”, exhibiendo una versatilidad característica en la obtención de interesantes relaciones “propiedades/densidad” del material [3]. A su vez, dentro de las aleaciones ligeras, las aleaciones de aluminio tienen el costo más bajo de producción \*\*.

La Aleación 7075 de aluminio en la condición T6 (AA 7075-T6) es una de las mas estudiadas debido a su amplia gama de aplicaciones industriales, que van desde el sector alimenticio, aeronáutico, automotriz, llegando inclusive a la industria de blindajes.

Si bien la AA 7075-T6 se caracteriza por su alta resistencia mecánica debida a que es una aleación que

---

\*C. Dodd. (2020, Noviembre 5). The Most Abundant Elements In The Earth’s Crust. Tomado de: <https://www.worldatlas.com/articles/the-most-abundant-elements-in-the-earth-s-crust.html>

\*\*D. Kocieniewski. (2013, July 20). A shuffle of Aluminum but to banks,pure gold. Tomado de: <https://www.nytimes.com/2013/07/21/business/ashuffle-of-aluminum-but-to-banks-pure-gold.html>

endurece por precipitación, la constante demanda de nuevas aleaciones con mejores relaciones “propiedad/densidad/costo” exige a la ciencia de materiales el estudio de todos los mecanismos posibles que puedan conseguir innovar en este terreno.

En el presente trabajo se propone explorar el comportamiento de un sistema de trabajo con la composición química de la AA 7075-T6 frente al endurecimiento por solución sólida y otros posibles mecanismos que permitan aumentar la dureza de dicho sistema.

Se estudiará la variación en la solubilidad del sistema al someterlo al proceso de solidificación rápida conocido como Hilado en Estado de Fusión o Melt Spinning (MS), con la intención de alcanzar condiciones de alta solución sólida en el mismo.

A su vez, se propone abordar el área de la relación “textura/propiedades” mediante el planteamiento de una hipótesis, basada en la cristalización preferencial de planos de mínima energía superficial, que pretende predecir la textura cristalográfica que se presentará en la aleación resultante, así como el impacto de ésta sobre las propiedades mecánicas.

Finalmente, con vistas a expandir los estudios de la aleación generada, se comenzará a evaluar la factibilidad de emplear el novedoso proceso de Sinterizado por Arco Eléctrico o Spark Plasma Sintering (SPS) como una alternativa para consolidar un material en bulto sin

modificar la micro-estructura del mismo.

Se empleará el método de refinamiento de Rietveld para evaluar la variación en el parámetro de red y micro-deformaciones en el sistema ante las distintas condiciones de solubilidad.

Con el objetivo de realizar un estudio certero de los efectos contraproducentes que pueda inducir el proceso de MS sobre el sistema, se desarrolló un programa computacional que permite determinar de forma precisa los macro-esfuerzos residuales presentes en la aleación resultante mediante el uso de difracción de rayos X.

Dicho programa fue validado y comparado con sus homólogos comerciales, posicionándose como una alternativa atractiva y mas versátil frente a los mismos.

Por último, se realizarán ensayos de micro-dureza Vickers para las distintas condiciones de solubilización estudiadas y serán comparadas con la aleación AA 7075-T6 y su equivalente aleación de fundición AA 709.0, con la intención de evaluar la mejoría en las propiedades mecánicas del material producido en contraste con sus alternativas comerciales.

## 1.1 Hipótesis

En este trabajo se examinarán 4 hipótesis:

Mediante el uso del proceso de MS se pueden generar distintas condiciones de solubilidad en función de la rapidez del proceso y propiciar la cristalización preferencial de los planos de mínima energía.

La geometría de las cintas producidas por el proceso de MS limita la acumulación de macro-esfuerzos residuales inducidos por el mismo.

La cristalización del sistema de trabajo es lo suficientemente rápida para no ser afectada por la rapidez del proceso, generando así poca deformación de la red (dislocaciones).

La micro-dureza de la aleación se incrementará debido a los efectos del proceso de solidificación rápida MS, tales como el aumento en la solubilidad química y la generación de una orientación preferencial de los granos.

## 1.2 Objetivos generales

Estudiar los efectos de solubilidad y micro-estructurales del sistema de trabajo, con la composición elemental de la AA 7075-T6, al ser sometido a MS, así como el impacto de los mismos sobre sus propiedades mecánicas.

Evaluar el impacto del SPS sobre el sistema de trabajo a manera de una primera etapa de validación de este proceso como una alternativa para obtener un bulto del material estudiado.

## 1.3 Objetivos particulares

- Determinar el comportamiento de la solubilidad del sistema de trabajo a distintas rapideces de proceso y el impacto del SPS en éste.
- Evaluar la posibilidad de emplear MS para la generación de la textura tipo fibra  $\gamma$ .
- Evaluar los macro-esfuerzos residuales inducidos en las cintas fabricadas a distintas rapideces de proceso, así como el efecto del SPS sobre ellos.
- Evaluar la condición de cristalización a distintas rapideces de proceso, así como la obtenida durante su consolidado por SPS.
- Determinar el efecto de las distintas rapideces de proceso en la micro-dureza de las cintas.

## 2 Antecedentes

### 2.1 Aluminio

El aluminio es un metal muy versátil debido a la diversidad de materiales que puede generar; desde aluminio de alta pureza hasta complejas aleaciones con propiedades sorprendentes [1].

La versatilidad de este metal recae en lo bien que puede combinarse con otros elementos, así como en los diversos procesos térmicos y mecánicos a los que se le puede someter [4]. Otra ventaja es su resistencia a la oxidación debida al proceso denominado “pasivación”.

Gracias al estudio de los diversos fenómenos metalúrgicos presentes en el aluminio, se han llegado a generar aleaciones base aluminio con propiedades interesantes. Algunas de ellas pueden llegar a superar a algunos aceros en resistencia mecánica, pero a su vez hay sistemas con baja resistencia y gran ductilidad [1].

Adicionalmente, su relación propiedades/densidad/costo resulta muy atractiva, por lo que actualmente la investigación de diversas propiedades en aleaciones de aluminio es de sumo interés. [5].

#### 2.1.1 Aleaciones de aluminio

Las aleaciones de aluminio se clasifican principalmente en dos vertientes: aleaciones de forja y aleaciones de fundición [1].

Si bien una aleación de fundición puede presentar la misma composición química que una de forja [6], la forja genera una micro-estructura muy diferente y, en general, otorga a la aleación mejores propiedades mecánicas. [7].

Las aleaciones de forja involucran combinaciones de procesos de conformado mecánico y procesos de recocido para facilitar los primeros [1]. Éstas se clasifican según sus elementos aleantes mediante una nomenclatura numérica de la forma Xxxx (Tabla 2.1).

Nomenclatura	Elementos principales
1xxx	Al
2xxx	Cu, Mg
3xxx	Mn
4xxx	Si
5xxx	Mg
6xxx	Mg, Si
7xxx	Zn, Mg, Cu, Cr, Zr
8xxx	Sn, Li
9xxx	Por asignar

Tabla 2.1: Clasificación de aleaciones de forja de aluminio [1].

Los valores numéricos no asignados corresponden a particularidades en composición o procesamiento de cada aleación.

Adicionalmente, se puede extender la nomenclatura

para señalar los tipos de tratamientos térmicos, mecánicos o ambos aplicados a la aleación, esto mediante una letra acompañada en algunas ocasiones por un número. Un ejemplo es el caso de la AA 7075-T6 que se describirá a detalle en la Sección 2.1.2.

Las aleaciones de fundición no contemplan precipitación o efectos por solución. Mayoritariamente son aleaciones empleadas en piezas por colado directo y pueden llegar a tener alguna modificación térmica [1]. Su clasificación está dada por la nomenclatura numérica Xxx.x (Tabla 2.2).

Nomenclatura	Elementos principales
1xx.x	> 99%Al
2xx.x	Cu
3xx.x	Mn, ~Mg-Cu
4xx.x	Si
5xx.x	Mg
6xx.x	Por asignar
7xx.x	Zn, ~Mg-Cu
8xx.x	Sn
9xx.x	Por asignar

Tabla 2.2: Clasificación de aleaciones de fundición de aluminio [1].

Los valores numéricos previos al punto decimal son definidos por particularidades en la composición de cada aleación, mientras que el valor posterior al punto decimal puede ser 0 si es un colado sencillo o 1 ó 2 si se trata de

lingotes con especificaciones particulares.

Para este trabajo se seleccionó la aleación AA 7075-T6 como materia prima.

### 2.1.2 La aleación AA 7075-T6

La aleación AA 7075-T6 se caracteriza por tener la composición química nominal listada en la Tabla 2.3 \*.

Componente	wt%
Mg	2.1-2.9%
Cu	1.2-2.0%
Zn	5.1-6.1%
Fe	$\leq 0.5\%$
Cr	0.18-0.28%
Ti	$\leq 0.2\%$
Si	$\leq 0.4\%$
Mn	$\leq 0.3\%$
Al	Balance

Tabla 2.3: Composición nominal de la AA 7075-T6

La condición T6 se genera al someter la aleación a un tratamiento de solubilidad a  $471^{\circ}C$  por 6 horas, un temple en agua y un envejecido a  $120^{\circ}C$  por 24 horas [8] (Figura 2.1).

---

\*MatWeb (2021). Alclad Aluminum 7075-T6, T651. Tomado de: [matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=9852e9cdc3d4466ea9f111f3f0025c7d&cckc=1](https://matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=9852e9cdc3d4466ea9f111f3f0025c7d&cckc=1)

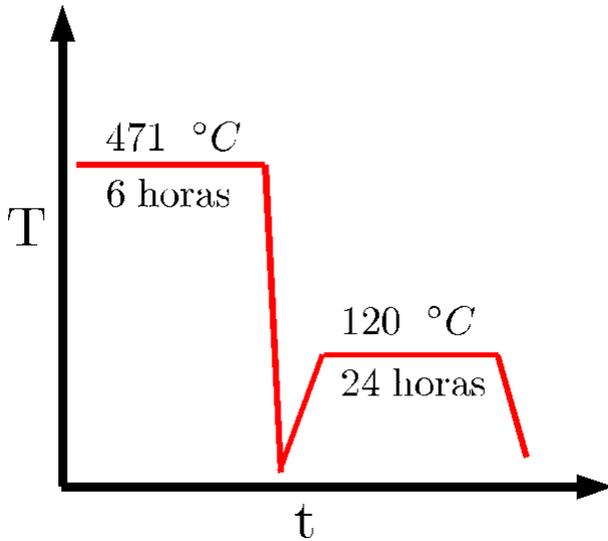


Figura 2.1: Tratamiento térmico T6 en la aleación AA 7075-T6 [8].

La aleación AA 7075-T6 tiene una temperatura de fusión de  $635\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Esta aleación fue adquirida del proveedor en su condición T6. La composición de la misma ya ha sido estudiada por el equipo de investigación [9]. Los resultados del análisis químico elemental del material de llegada se muestran en la Tabla 2.4.

Componente	%wt	%at
Mg	2.227	2.58
Zn	5.341	2.29
Cu	1.805	0.8
Fe	0.35	0.17
Cr	0.285	0.15
Ti	0.06	0.03
Ni	0.01	0.04
Al	89.921	93.90

Tabla 2.4: Composición real de la AA 7075-T6 empleada

La aleación AA 7075-T6 pertenece al grupo de las aleaciones con endurecimiento por precipitación. Las fases secundarias características de esta aleación son la fase  $\eta$  ( $MgZn_2$ ) y la Fase  $\theta$  ( $Al_2Cu$ ) [10].

En cuanto a propiedades mecánicas, esta aleación presenta un esfuerzo de cedencia  $\sigma_y$  de 462 *MPa*.

Adicionalmente, se identificó la presencia de óxido de magnesio ( $MgO$ ) en esta aleación.

El  $MgO$  posee una alta estabilidad térmica [11], una despreciable variación estequiométrica [12] y una temperatura de fusión calculada alrededor de 2,700  $^{\circ}C$  [13], por lo que se plantea usar esta fase como un "estándar interno" (Sección 2.9.3) para los estudios de este trabajo.

Esta aleación será definida como el sistema de trabajo

a partir de este punto.

Si bien el material inicial en este trabajo es la aleación AA 7075-T6, debido a que esta será sometida a un proceso de fundición, ésta dejara de ser una aleación de forja y pasara a ser la aleación de fundición AA 709.0.

### 2.1.3 La aleación AA 709.0

La denominación AA 709 se le otorga a cualquier aleación de fundición que tenga una composición elemental en los intervalos que se muestra en la Tabla 2.5 [6].

Componente	wt%
Mg	2.1-2.9%
Cu	1.2-2.0%
Zn	5.1-6.1%
Fe	$\leq 0.5\%$
Cr	0.18-0.28%
Ti	$\leq 0.2\%$
Si	$\leq 0.4\%$
Mn	$\leq 0.3\%$
Al	Balance

Tabla 2.5: Composición nominal de la AA 709.0

La aleación AA 709.0 es una aleación con la composición química de la AA 709 pero sin ningún acabado o presentación específica [14].

Considerando las propiedades mecánicas reportadas para esta aleación [15], se puede estimar que posee un

esfuerzo de cedencia  $\sigma_y$  de 96.5 *MPa* \*.

En contraste con la AA 7075-T6, una aleación con las características de una AA 709.0 sólo presenta las fases  $\alpha$ -Al y fase  $\eta$  [16].

Si bien estas aleaciones poseen propiedades térmicas, eléctricas y químicas de sumo interés [9], las propiedades mecánicas de éstas siguen siendo de vital importancia. Por la razón anterior, este trabajo se enfocará en el estudio de dichas propiedades.

## 2.2 Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas de un material describen el comportamiento del mismo al ser sometido a cargas externas y deformaciones [17].

Si bien el comportamiento mecánico del material es influenciado por factores como la temperatura y el medio, en esencia se puede decir que está regido por la relación entre las cargas externas que se ejercen sobre el mismo y las fuerzas internas que se resisten a dichas cargas. A esta relación se le conoce como resistencia del material [18].

Para estudiar la resistencia de un material se recurre a los conceptos de deformación y esfuerzo.

---

\*MatWeb (2021). Alclad Aluminum 7075-O. Tomado de: <http://matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=7d7d6e4e0bf74145800cae70b5e96314&ckck=1>

Una deformación  $\varepsilon$ , entendida como un cambio en la longitud original de un material [17], es una condición que puede generar fuerzas al interior del material.

Para el estudio de la deformación es necesario convertir las fuerzas internas en externas, esto se hace al cortar un plano imaginario a través del material en el punto de interés, generando así un desequilibrio de fuerzas que da lugar a un esfuerzo  $\sigma$  [18], entendido como la fuerza aplicada por unidad de área sobre el plano trazado [17].

La relación entre estos dos conceptos se expresa gráficamente mediante un diagrama Esfuerzo-Deformación [19].

Un diagrama Esfuerzo-Deformación (Figura 2.2) muestra dos tipos de comportamientos: Un comportamiento elástico (sección lineal) y un comportamiento plástico (sección curva).

El comportamiento elástico del material se da cuando la deformación generada en el material por un esfuerzo sólo se mantiene mientras dicho esfuerzo esté siendo ejercido, mientras que el comportamiento plástico del material responde a una etapa en la que la deformación es tal que el material la retendrá aún cuando el esfuerzo deje de ser ejercido [17].

Debe notarse que para poder alcanzar una deformación plástica, es necesario aplicar un esfuerzo

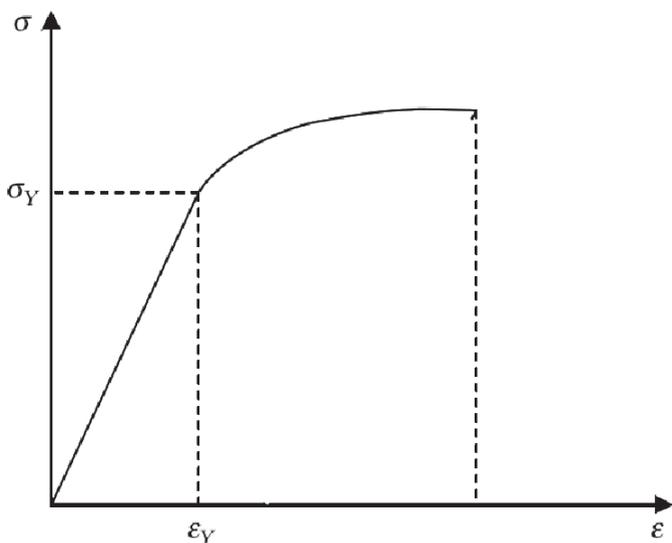


Figura 2.2: Diagrama Esfuerzo-Deformación [20].

superior al esfuerzo máximo del régimen elástico; el esfuerzo de cedencia  $\sigma_y$  [18].

Es importante mencionar que el esfuerzo de cedencia es de suma utilidad en el diseño de piezas mecánicas, pues este define la carga máxima que una pieza puede tolerar sin comprometer su geometría [21].

Prestando particular atención en la zona elástica del diagrama, se puede notar que el comportamiento lineal se puede representar mediante la ecuación de una recta con ordenada al origen igual a 0, a esta ecuación se le conoce como ley de Hooke (Ecuación 2.1) [19].

$$\sigma = E \varepsilon \quad (2.1)$$

Donde  $E$  es el módulo de elasticidad, también conocido como el módulo de Young.

Es importante notar que  $E$  es la pendiente de la recta que define el comportamiento elástico del material. Entre mas pronunciada sea esta pendiente, se requerirá un esfuerzo mayor para generar la deformación necesaria para llegar al comportamiento plástico.

Por lo anterior, se puede definir el módulo elástico  $E$  como una medida de la resistencia a la deformación en el régimen elástico [18].

Como ya se mencionó, el comportamiento mecánico del material define las diversas propiedades mecánicas del mismo.

Este trabajo se enfocará en la dureza.

### 2.2.1 Dureza

La dureza es la medida de la resistencia de un material a una deformación plástica localizada [4].

Para medir la dureza se emplean técnicas que consisten en penetrar el material utilizando un indentador al cual se le aplica una carga de manera controlada, posteriormente se mide la geometría de la

marca generada por el indentador y se relaciona la misma a un número de dureza referente a una escala determinada [4].

Si bien la metodología de una prueba de dureza puede parecer simple, conceptualmente involucra fenómenos de deformación tanto elástica como plástica del material estudiado. En el caso de los metales, el número de dureza es proporcional al esfuerzo de cedencia uniaxial ante la deformación aplicada [22].

La determinación de la carga a aplicar en la medición es muy importante y es dependiente del material.

Una regla empírica sugiere que la profundidad de penetración en el material no debe exceder el 10% de su espesor [22]. Puesto que la penetración es dependiente de la carga aplicada, la determinación de la carga a aplicar es de suma importancia.

En el caso de muestras con poco espesor, como es el caso de las cintas producidas por MS, se emplean técnicas que consideran un rango de carga que van de 1 *gf* a 1000 *gf*. A estos ensayos se les conoce como pruebas de dureza por micro-indentación o pruebas de micro-dureza [22].

### **2.2.2 Pruebas de micro-dureza**

Las pruebas de micro-dureza más empleadas son las conocidas como ensayos Knoop y Vickers.

Éstas consisten en el análisis por microscopio óptico

de la huella generada por un indentador piramidal [4]. En este trabajo se empleará el ensayo Vickers.

El indentador piramidal empleado en el ensayo Vickers (Figura 2.3) tiene un ángulo de  $136^\circ$  entre sus caras, éste genera un perfil cuadrado sobre la muestra indentada.

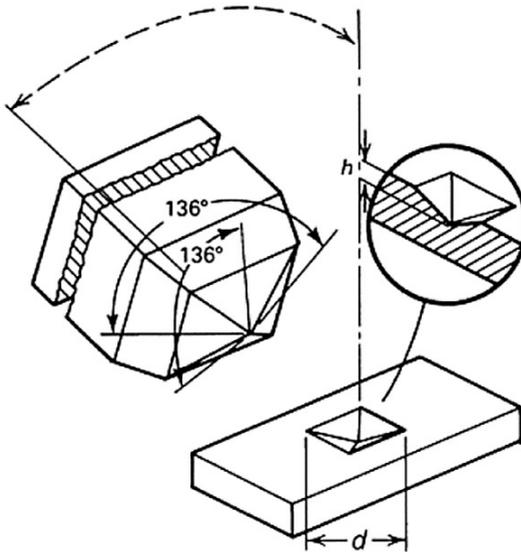


Figura 2.3: Esquema del indentador y la huella propios del ensayo de microdureza Vickers [22].

Posteriormente, las diagonales  $d$  de la marca generada son medidas y promediadas, dicho valor de diagonal promedio  $D$ , medido en  $\mu m$ , es sustituido en la Ecuación 2.2 junto con el valor de la carga aplicada  $P$  gf [22].

$$HV = \frac{2000 P \sin(136^\circ/2)}{D^2} = \frac{1854.4 P}{D^2} \quad (2.2)$$

Una relación empírica importante en el ensayo de microdureza Vickers es que, debido a la geometría del indentador, se considera que la profundidad de penetración  $h$  es  $\frac{1}{7}$  de la diagonal promedio  $D$  [22]. Esta relación es importante al determinar la carga a emplear, pues se debe respetar el criterio de no penetrar más de un 10% del espesor de la muestra (Sección 2.2.1).

Las pruebas de micro-dureza, y en general las pruebas de dureza, son los ensayos mecánicos más frecuentemente usados debido a diversos factores: [4]

- Son pruebas económicas tanto en el tiempo de preparación de probetas como en el costo del equipo de medición.
- Son pruebas no destructivas, pues el único efecto sobre la muestra es una pequeña indentación.
- Se pueden estimar otras propiedades mecánicas a partir de las medidas de la dureza.

Este último factor ha sido de particular interés, especialmente la relación entre la dureza y el módulo elástico  $E$ . Si bien ya se han obtenido relaciones empíricas al respecto [4], es de interés actual poder determinar con mayor precisión esta relación.

La búsqueda de la relación entre la dureza y  $E$  ha recurrido a simulaciones [23] y ensayos de nano-indentación [24] [25], sin embargo aun es un estudio en proceso.

La evidencia expuesta en los trabajos mencionados puede emplearse para corroborar que, al ser la dureza una medición de resistencia a la deformación plástica, a la cual se llega tras haber superado la deformación elástica (Sección 2.2) y el módulo elástico una medición de la resistencia a la deformación en el régimen elástico, la dureza es proporcional al módulo elástico  $E$  del material.

Al determinar estas relaciones, es labor de la ingeniería de materiales encontrar y emplear mecanismos que modifiquen el comportamiento mecánico para optimizar las propiedades mecánicas de un material dado.

En el caso de los poli-cristales, como el aluminio, a estos mecanismos se les conoce como mecanismos de endurecimiento.

### **2.2.3 Mecanismos de endurecimiento**

Las propiedades mecánicas de un material metálico poli-cristalino están íntimamente relacionadas con los defectos presentes tanto en la micro-estructura como dentro de los dominios cristalinos del mismo [18].

Particularmente, es la facilidad con la que se mueven las dislocaciones la que determina propiedades mecánicas

como la dureza y el esfuerzo de cendencia del material [4].

Para poder mejorar el comportamiento mecánico del sistema de trabajo, es necesario entender los mecanismos que limitan el movimiento de dislocaciones, estos mecanismos reciben el nombre de mecanismos de endurecimiento.

Existen cuatro principales mecanismos de endurecimiento [18]:

- Por precipitación.
- Por solución sólida.
- Por reducción de tamaño de dominio cristalino
- Por deformación

Debido a su relevancia en este trabajo, el endurecimiento por solución sólida será abordado de forma independiente en la Sección 2.3.

El endurecimiento por reducción de tamaño de dominio cristalino se genera cuando el tamaño promedio de dominio cristalino en el material se reduce. Este endurecimiento se debe a la dificultad que genera el límite entre dominios cristalinos para el desplazamiento de una dislocación (Figura 2.4).

Una dislocación  $d$  existente en el dominio cristalino  $A$  puede desplazarse dentro del mismo con relativa facilidad, sin embargo, al llegar al límite entre los dominios cristalinos  $A$  y  $B$ , el plano de deslizamiento por

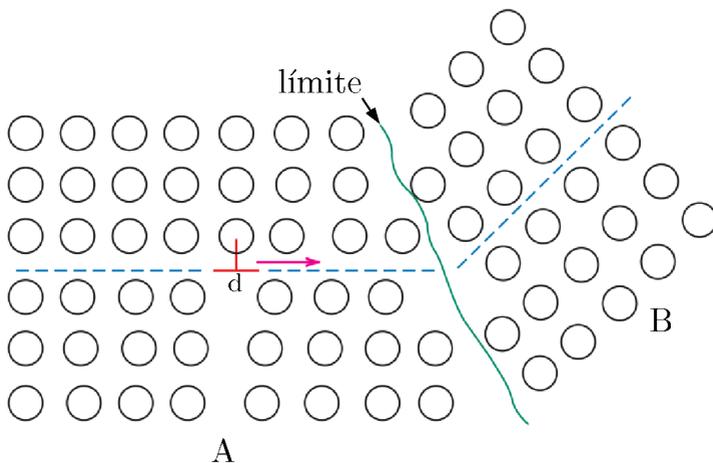


Figura 2.4: Movimiento de dislocaciones entre dos dominios cristalinos [4].

el que dicha dislocación se desplazaba cambia de dirección en función de la desorientación entre los dominios cristalinos. Este cambio, adicionado al desorden cristalino presente en el límite [18], actúa como una barrera que limita el desplazamiento de la dislocación [4].

Puesto que a mayor cantidad de dominios cristalinos presentes en una muestra existirá una mayor densidad de límites en la misma, se puede decir que la densidad de límites de dominios cristalinos aumentará al reducir el tamaño de dominio cristalinos en ella y con ésta la dificultad para que las dislocaciones puedan desplazarse [4].

El impacto de este mecanismo sobre el esfuerzo de cedencia  $\sigma_y$  está determinado por la ecuación de

Hall-Petch [18] (Ecuación 2.3).

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} \quad (2.3)$$

Donde  $\sigma_0$  es una constante del material relacionada con el esfuerzo para mover las dislocaciones,  $k_y$  mide la contribución relativa de un límite de dominio cristalino al endurecimiento y  $d$  es el diámetro equivalente del dominio cristalino.

La ecuación de Hall-Petch remarca que el esfuerzo de cedencia es inversamente proporcional al tamaño de dominio cristalino y debido a que, como ya se explicó en la Sección 2.2.1, el esfuerzo de cedencia tiene un gran impacto en la dureza del material, el efecto del tamaño de dominio cristalino no puede ser despreciado al interpretar ensayos de dureza.

## 2.3 Endurecimiento por solución sólida

Se conoce como solución sólida al fenómeno que se da cuando se agregan átomos (solutos) a una matriz de cierto elemento (solvente) y esta conserva su estructura cristalina en el estado sólido sin que se generen fases secundarias con los átomos adicionados [4]. La distribución de los átomos adicionados se considera homogénea en la matriz.

Existen dos tipos de solución sólida:

- **Solución sólida por sustitución**

En ésta, los átomos adicionados remplazan a algunos átomos de la matriz de su posición en la red cristalina ocupando su lugar.

- **Solución sólida intersticial**

Ésta se genera cuando los átomos adicionados no desplazan ningún átomo de su posición en la red cristalina de la matriz y en su lugar se colocan en espacios inter-atómicos llamados intersticios. Por lo regular este tipo de solución sólida se da cuando los átomos adicionados tienen un radio atómico pequeño como carbono, nitrógeno, oxígeno, hidrógeno o boro.

Para el caso de la celda cristalina del aluminio, una celda FCC, se tienen espacios intersticiales octaédricos y tetraédricos (Figura 2.5).

Sin embargo, estos espacios sólo pueden aceptar átomos de hasta  $0.05 \text{ nm}$  para el intersticio octaédrico y de hasta  $0.038 \text{ nm}$  para el tetraédrico, por lo que es poco probable que los elementos aleantes del sistema de trabajo puede entrar en solución sólida intersticial dentro de la matriz de aluminio (Tabla 2.6)\* [26].

---

\*Los Alamos National Laboratory (2021, Agosto 7). Periodic Table of Elements: LANL. Tomado de: <https://periodic.lanl.gov/list.shtml>

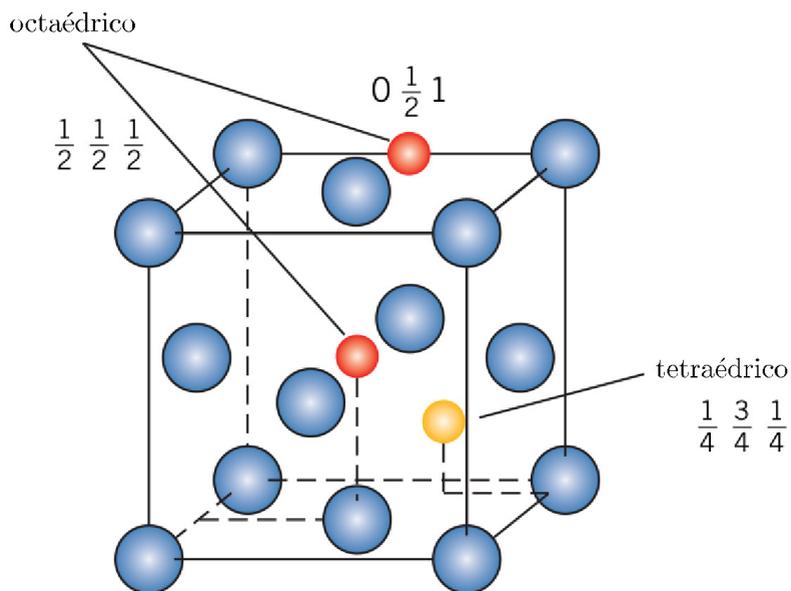


Figura 2.5: Posiciones intersticiales en una celda FCC [4].

Elemento	Radio Atómico [ <i>nm</i> ]
Al	0.184
Mg	0.173
Cu	0.14
Zn	0.139

Tabla 2.6: Radio atómico de los principales componentes del sistema de trabajo.

Por lo anterior, se puede concluir que para el sistema de trabajo sólo podría alcanzar una condición de solución sólida por sustitución.

Independientemente, del tipo de solución sólida que se presente o el radio atómico de los átomos soluto, el efecto sobre las propiedades mecánicas es el de endurecer el material.

Como se muestra en la Figura 2.6 para una solución sólida por sustitución, en caso de darse con un átomo de radio atómico menor (Figura 2.6 (a)) la red cristalina de la matriz presentará esfuerzos de tensión, mientras que en el caso de que el radio atómico del elemento agregado sea mayor al de la matriz (Figura 2.6 (b)) la matriz presentará esfuerzos de compresión.

Al presentarse los esfuerzos ya mencionados, éstos permiten generar campos de deformación locales dentro de la red cristalina, los cuales se vuelven un obstáculo para las dislocaciones.

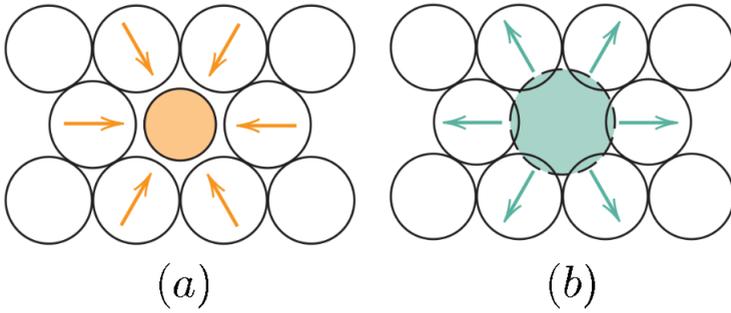


Figura 2.6: Efecto de la solución sólida por sustitución en la red cristalina de la matriz [4].

Cuando una dislocación atraviesa un campo de deformación al interior de la red cristalina su movimiento se dificulta [18].

El estudio de los mecanismos para generar soluciones sólidas es un tema de interés actual dentro de la metalurgia. Éste toma como base los llamados criterios de Hume-Rothery.

### 2.3.1 Criterios de Hume-Rothery

Los criterios de Hume-Rothery fueron propuestos en 1935 y por mucho tiempo ha fungido como referencia para el estudio de la solución sólida [18]. Éstos establecen una serie de requisitos entre los átomos soluto y solvente para ser propensos a formar una solución sólida por sustitución [4]:

1. La diferencia en el radio atómico de los átomos adicionados respecto a los átomos de la matriz debe de ser  $< 15\%$ .
2. La estructura cristalina de los átomos adicionados y la de la matriz debe de ser la misma.
3. La electronegatividad de los átomos adicionados debe de ser similar a la de los átomos de la matriz.
4. La valencia de los átomos de la matriz debe de ser menor a la de los átomos adicionados.

En la Tabla 2.7 se muestra la compatibilidad de los elementos principales del sistema de trabajo respecto a los criterios de Hume-Rothery.

Si bien lo expuesto en la Tabla 2.7 parece indicar que la compatibilidad de los elementos aleantes con respecto al aluminio no es óptima, al ver los diagramas binarios del aluminio con respecto al magnesio (Figura 2.7), al zinc (Figura 2.8) y al cobre (Figura 2.9) se puede observar que existe una solubilidad significativa de dichos elementos con el aluminio siendo ésta del 16% atómico a 723 K para el magnesio [27], 67% atómico a 654.15 K

para el zinc [28] y del 2.48% atómico a 821.35  $K$  para el cobre [29].

Propiedad	Al	Mg	Zn	Cu
Composición	93.9%at	2.5%at	2.2%at	0.8%at
Dif. respecto a $r_{Al}$	-	2.71%	24.45%	23.91%
Celda cristalina	FCC	SH	SH	FCC
Electronegatividad	1.6	1.3	1.65	1.9
Valencia	+2	+3	+2	+1,+2,+3

Tabla 2.7: Cumplimiento de los criterios de Hume-Rothery en el sistema de trabajo

Adicionalmente, se sabe que existen excepciones importantes a los criterios de Hume-Rothery en ciertos sistemas y procesos [30]. En el caso del MS se han reportado dichas excepciones [31].

En la literatura existen modelos, como los basados en Machine-Learning [32], que han reconocido estas limitaciones y proponen nuevas alternativas.

Es por lo anterior que, siguiendo lo sugerido en la literatura [33], en este trabajo se consideraran a los criterios de Hume-Rothery como una guía meramente empírica.

Para poder realizar un análisis de la solubilidad en el sistema de trabajo es necesario determinar parámetros de estudio que permitan cuantificar los efectos de la solución sólida por sustitución sobre el mismo.

Debido a que la solución sólida por sustitución afecta la estructura cristalina de la matriz, los efectos de dicha solución en parámetro de red de la matriz son de suma importancia.

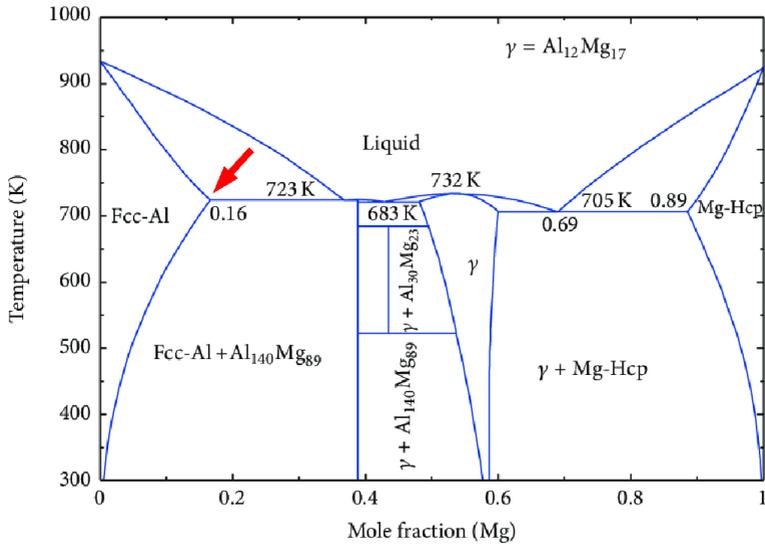


Figura 2.7: Máxima solubilidad del Mg en Al en el diagrama de fases Al–Mg [27].

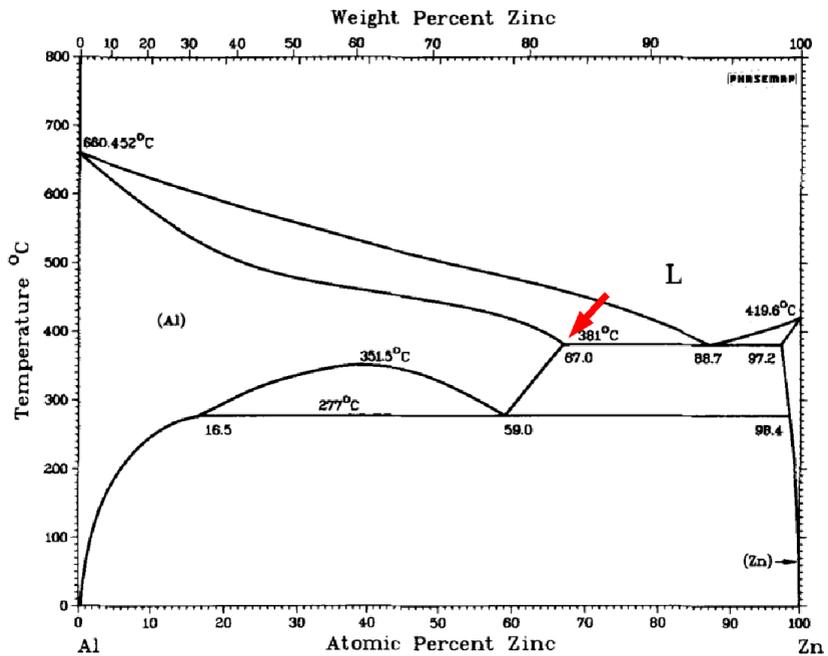


Figura 2.8: Máxima solubilidad del Zn en Al en el diagrama de fases Al–Zn [28].

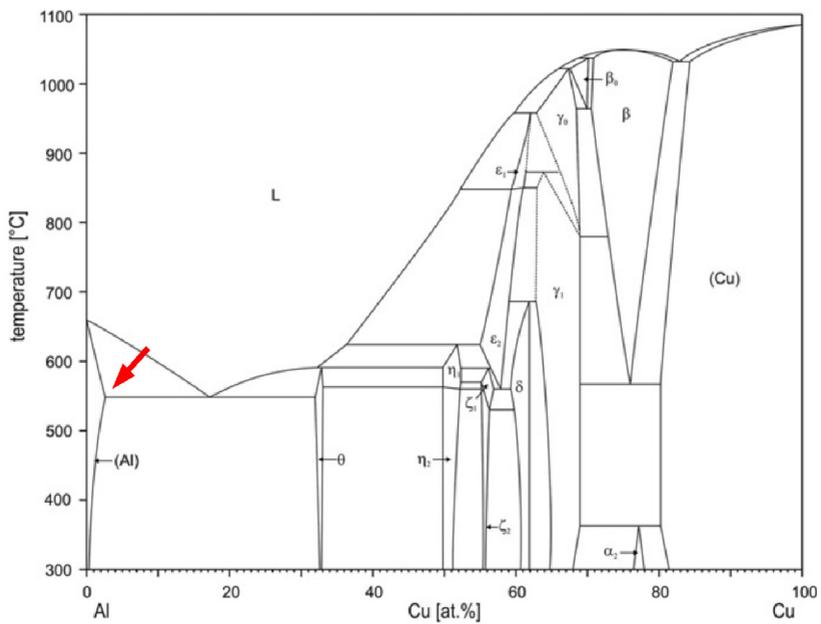


Figura 2.9: Máxima solubilidad del Cu en Al en el diagrama de fases Al–Cu [29].

### 2.3.2 Efectos de la solución sólida por sustitución sobre los parámetros de red

Como ya se mencionó en la Sección 2.3, la solución sólida por sustitución genera esfuerzos al interior de la celda cristalina de la matriz. Dichos esfuerzos son generados por deformaciones de la misma (Sección 2.2), lo cual se traduce en una variación en el parámetro de red de la matriz.

En 1921, Lars Vegard propuso un ley en la que se establece que el parámetro de red de una solución sólida binaria varia de forma linealmente proporcional al parámetro de red de cada componente en dicha solución en función de su composición, sin embargo esta no es mas que una aproximación al fenómeno real ya que se sabe que existen otros factores, como la valencia relativa y la electronegatividad de los componentes, que juegan un papel fundamental [34], por lo que aún se buscan métodos mas modernos para estudiar este fenómeno.

Actualmente, uno de los métodos mas socorridos para el modelado de interacciones atómicas en materiales cristalinos es a partir de primeros principios, también conocidos como *ab initio* [35].

Mediante éstos métodos, donde se considera una distribución homogénea de los átomos adicionados, se han estudiado los efectos de los elementos aleantes sobre el parámetro de red promedio del aluminio.

Para el caso de los principales aleantes del sistema de trabajo, se empleó una regresión lineal para determinar

la Ecuación 2.4 para el caso del magnesio, la Ecuación 2.5 para el zinc y la Ecuación 2.6 para el cobre.

$$d = 0.000432356 (\%at \text{ Mg}) + d_{\text{Al}} \quad (2.4)$$

$$d = -0.000128169 (\%at \text{ Zn}) + d_{\text{Al}} \quad (2.5)$$

$$d = -0.000505839 (\%at \text{ Cu}) + d_{\text{Al}} \quad (2.6)$$

Donde  $d_{\text{Al}}$  es el parámetro de red del aluminio y  $d$  el parámetro de red de la solución sólida.

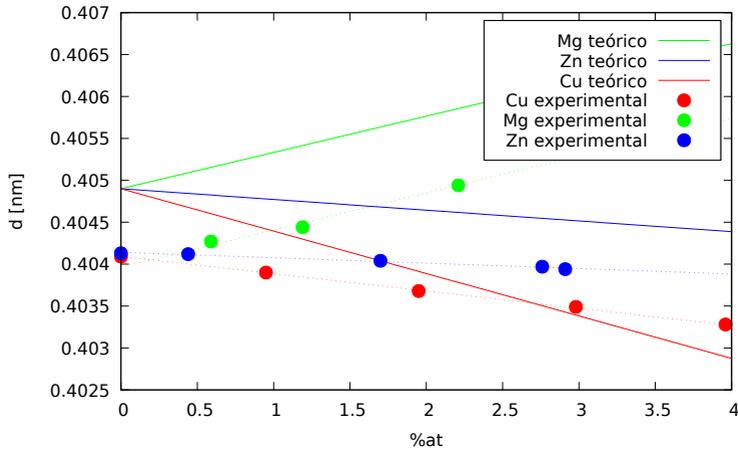


Figura 2.10: Cambio del parámetro de red del Al en función de la solución sólida por sustitución de Mg, Zn y Cu. Tanto teórico [36] como experimental [34].

Como se puede ver en la Figura 2.10, estas ecuaciones obedecen a una relación lineal, donde la única con pendiente positiva, es decir que aumenta el parámetro de red, es la correspondiente al magnesio, mientras que las relaciones correspondientes al zinc y al cobre reducen el parámetro de red al tener pendientes negativas.

De igual forma se pueden apreciar las limitaciones de las aproximaciones teóricas resultando en una disparidad entre las pendientes teóricas y las experimentales, sin embargo ésta no impide que las pendientes calculadas teóricamente sean consideradas en el presente trabajo ya que solo se considerará el signo de dichas pendientes y la relación relativa entre la magnitud de cada componente.

Es importante remarcar que los estudios a partir de primeros principios son meramente teóricos, sin embargo, pueden usarse como una guía que ayude a orientar los esfuerzos experimentales en la dirección mas conveniente que sugiera mejorías en las propiedades mecánicas.

En este caso particular, motivan a buscar procesos que aumenten la solubilidad del sistema de trabajo.

En la actualidad, los llamados procesos de solidificación rápida han sido capaces de aumentar la solubilidad de diversos sistemas de manera significativa [31].

## 2.4 Procesos de Solidificación Rápida

La solidificación es un proceso de cambio de estado que se da de manera espontánea al extraer el calor de un sistema en estado líquido llevándolo a un estado sólido, esto mediante una disminución en la energía libre del sistema [37].

En los materiales metálicos, el proceso de solidificación es de suma importancia ya que impacta directamente en la solubilidad y micro-estructura que presentará el material en su estado sólido [3]. A su vez, la solidificación puede inducir defectos geométricos importantes en el material si no se tiene un buen control de los parámetros del proceso [38].

El principal factor que impacta en el proceso de solidificación es la rapidez con la que se extrae el calor del material en cuestión, a ésta se le conoce como rapidez de enfriamiento [38].

Retomando el interés de obtener una mayor solubilidad para mejorar las propiedades mecánicas de un material (Sección 2.3), se ha encontrado que la solubilidad entre dos sistemas aumenta a medida que crece la rapidez de enfriamiento [39].

A los procesos en los que la rapidez de enfriamiento es alta, de  $10^4$   $K/s$  a  $10^{10}$   $K/s$ , se les conoce como procesos de solidificación rápida [40].

Es importante mencionar que los procesos de solidificación rápida someten al material a gradientes

térmicos significativos producto del súbito cambio de estado [41], esto puede repercutir de manera negativa en las propiedades mecánicas del material. Por esta razón los esfuerzos residuales, como se le conoce al fenómeno anterior, serán abordados con mas detalle en la Sección 2.7.

Existen diversos procesos de solidificación rápida con diversas ventajas y desventajas [40]. Para este trabajo se optó por emplear el procesos conocido como Hilado en Estado de Fusión o Melt Spinning (MS).

### 2.4.1 Melt Spinning

El proceso de Hilado en Estado de Fusión o Melt Spinning (MS) es empleado tanto en la investigación científica como en aplicaciones industriales debido a que las muestras resultantes de dicho proceso son cintas de un espesor del orden de las decenas de micrómetros, por lo que se facilita su análisis en laboratorio [42], y pueden generarse en longitudes significativas, por lo que se puede generar grandes cantidades de material [43].

Existen variaciones del proceso de MS, sin embargo en este trabajo se utilizará este término para hacer referencia a la variante llamada *chill-block melt spinning*.

La variante de MS empleada en este trabajo consiste en eyectar el material fundido por un orificio en la parte inferior del crisol al aplicar una sobrepresión; posteriormente el material impacta sobre una rueda en movimiento que extrae de forma rápida el calor del

material (Figura 2.11).

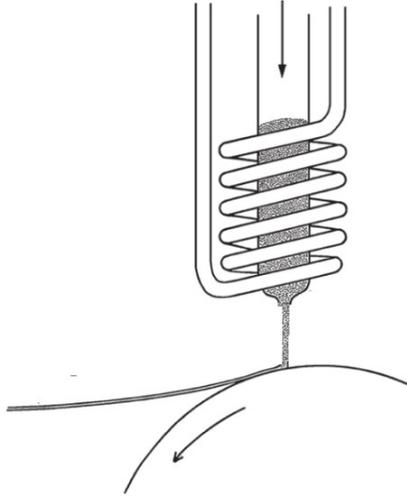


Figura 2.11: Diagrama del proceso *chill-block melt spinning* [40].

Cabe destacar que, al impactar el material sobre la rueda, se genera una pequeña acumulación del material líquido en la rueda llamada estanque o *puddle* [40].

La rueda debe de ser de un material que propicie una rápida extracción de calor, pero que también genere una condición de adherencia entre el material fundido y la superficie de la rueda. Esta condición de adherencia, también conocida como mojado, permite que el material acumulado en el *puddle* pueda ser arrastrado por la rueda generando así la cinta resultante [40].

Una vez asegurada la condición de “mojado” en la

interfaz entre el material y la rueda, el siguiente parámetro a considerar en el proceso de solidificación es la estabilidad de dicha interfaz.

La estabilidad de la interfaz rueda/material es de particular interés debido a que juega un papel determinante en la morfología de solidificación presente en las cintas resultantes [41].

Si bien el estudio de los factores que impactan en la estabilidad de esta interfaz aún no es concluyente, mediante modelado numérico se ha determinado que el factor principal se encuentra en la estabilidad de flujo del *puddle* [44].

La formación del *puddle* es independiente a la condición de “mojado” entre la rueda y el material, sin embargo, se ha reportado que, ante variaciones de esta condición, el *puddle* permite el ingreso de aire en él, generando burbujas que provocan un flujo turbulento en el material fundido [45].

En términos de proceso, una variación de la condición de “mojado” puede sonar incoherente, pues ésta está principalmente determinada por las propiedades intrínsecas tanto del material fundido como del material de la rueda. Sin embargo, se ha reportado que la condición de “mojado” también es dependiente de la rapidez tangencial de giro de la rueda [46].

Mediante la compaginación de resultados tanto teóricos como experimentales, se ha observado como la

estabilidad del *puddle* se ve comprometida conforme se aumenta la rapidez tangencial de la rueda, inclusive alcanzando un flujo turbulento que puede alterar la cinética de solidificación de la cinta [47].

Con base en lo expuesto, se puede concluir que la rapidez tangencial de la rueda, referida como rapidez de proceso en este trabajo, es un factor determinante en la micro-estructura de las cintas generadas por MS.

Si bien la rapidez de enfriamiento es función de diversos parámetros de proceso como la aleación empleada, la presión y el gas de inyección, el material de la rueda y la rapidez de proceso, esta última puede ser considerada como proporcional, mas no equivalente, a la rapidez de enfriamiento [48].

Un efecto esperable de someter un sistema al proceso de MS es que la cristalización del mismo se vea alterada, generando así defectos cristalinos significativos.

El proceso de MS ha sido capaz de retener fases estables solo presentes a altas temperaturas, producir micro-estructuras cristalinas meta-estables e, inclusive, vitrificar aleaciones con ciertas características debido a las altas rapidezces de enfriamiento que puede alcanzar, de  $10^5$  K/s y  $10^6$  K/s [40]. En el caso de la aleación AA 709.0 se han reportado micro-estructuras cristalinas en las cintas resultantes [49].

## 2.5 Solidificación Rápida por Melt Spinning de AA 709.0

Si bien se ha conseguido vitrificar aleaciones de aluminio con ciertas características [50], en general, ésta es una condición difícil de alcanzar [51] pues se ha calculado que la rapidez de enfriamiento crítica, es decir la rapidez necesaria para vitrificar, del aluminio es de  $10^9 K/s$  [52, 53].

Para el caso de la AA 709.0 se ha reportado que la micro-estructura presente es cristalina con un tamaño de grano del orden de micrómetros aún a una rapidez de proceso de  $45 m/s$  [49]. Inclusive, en su estado AA 7075-T6, ha sido sometida a procesos de deformación plástica severa (SPD) alcanzando un tamaño de dominio cristalino de  $56.1 \mu m$  [9], por lo que se puede concluir que es difícil conseguir dominios cristalinos sub-micrométricos.

Para el caso de las cintas producidas por MS a partir de sistemas que no consiguen vitrificarse, se sabe que presentan una microestructura que varía a lo largo de la sección transversal de la cinta [36].

Como se puede ver en la Figura 2.12, la microestructura puede dividirse en 3 zonas principales.

La zona marcada con una *A* es la más próxima a la superficie de la rueda. Ésta está compuesta por dominios cristalinos significativamente más pequeños que el resto. A este tipo de micro-estructura se le conoce como celular

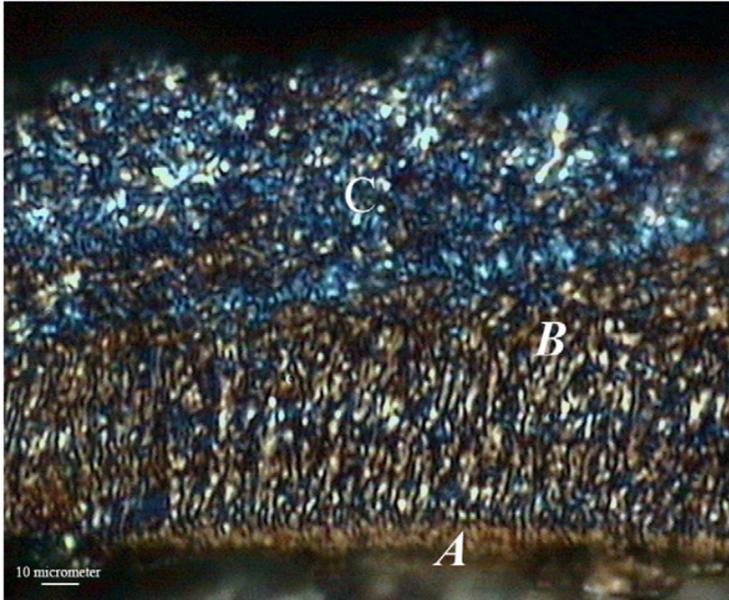


Figura 2.12: Microestructura de una cinta cristalina producida por MS. (A) zona de enfriamiento, (B) zona de granos columnares y (C) zona de granos equiaxiales [36].

o predentrítica [41], esto debido a que el enfriamiento es tan rápido que los brazos dentríticos no logran crecer mas que una pequeña distancia antes de colisionar entre si, generando dominios cristalinos muy pequeños en los que los brazos dentríticos no son apreciables [54]. Esta zona recibe el nombre de zona de enfriamiento o *chill-zone*. Para las aleaciones de aluminio procesadas por MS se ha reportado que esta zona de enfriamiento puede tener un espesor de 2 a 3  $\mu m$  [55].

Posteriormente se tiene la zona marcada con una *B*. En esta zona se tienen dominios cristalinos con una morfología columnar, la cual se debe a que en esta zona el crecimiento dentrítico se da de forma completa en la dirección del gradiente térmico. Basándose en los resultados reportados de la aleación AA 709.0 sometida a MS, se espera que la aleación resultante tenga un tamaño transversal de dominio cristalino dentro del rango de 3.4  $\mu m$  [56] y 1.6  $\mu m$  [57] en esta zona.

Finalmente, la zona marcada con una *C* presenta dominios cristalinos equiaxiales. Esta zona es la mas alejada de la superficie de enfriamiento por lo que solidifica al final. Aquí el crecimiento dentrítico se da de una forma mas aleatoria y con el tiempo suficiente para que los brazos dentríticos crezcan [58].

Si bien el sistema de trabajo parece ser lo suficientemente estable para cristalizar, al ser una aleación caracterizada por sus precipitados y se intenta aumentar la solubilidad de la misma, es necesario analizar lo que pasa con los precipitados frente a un

enfriamiento rápido.

Basándose en cálculos computacionales de las curvas CCT (Figura 2.13) de las fases características de la aleación AA 7075-T6 [10], equivalente al sistema de trabajo [16], se puede esperar que ninguna de éstas se logre formar debido a la rapidez de enfriamiento alcanzable por MS (Sección 2.4.1).

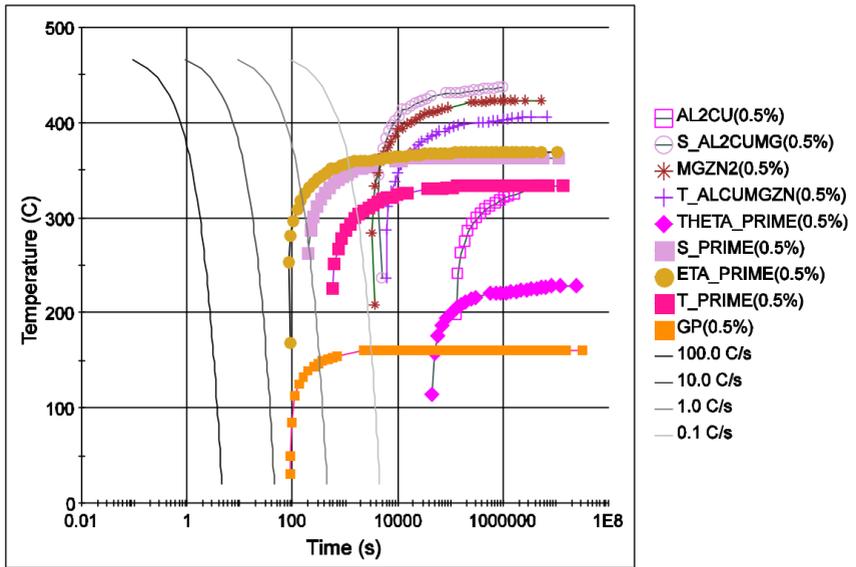


Figura 2.13: Curvas CCT de las fases características de AA 7075-T6 [10].

Este hecho es de suma importancia pues, según lo establecido en la Sección 2.3, los elementos aleantes que no formen fases secundarias entran en solución sólida en la aleación.

El efecto de solubilidad que puede generar el proceso de MS en el sistema de trabajo es de sumo interés. Sin embargo conviene por igual analizar otros efectos micro-estructurales en los que puede influir dicho proceso, como la textura cristalográfica.

## 2.6 Textura Cristalográfica

La textura cristalográfica, de manera conceptual, se puede entender como la orientación preferencial de los cristales en un material poli-cristalino. Dicha orientación preferencial tiene efectos sobre las propiedades físicas y químicas de los materiales como se verá mas adelante.

De forma mas técnica se refiere a la forma en la que los planos atómicos de un dominio cristalino se orientan respecto a una orientación relativa [59], normalmente respecto a un sistema de referencia propio de la muestra estudiada, cuyos ejes acuñen los nombres propios de una muestra laminada [60].

La orientación de cada dominio cristalino, llamada componente de textura, se describe con la notación  $\{hkl\} \langle uvw \rangle$ , donde  $\{hkl\}$  denota a la familia de planos a la que pertenece el plano paralelo a la superficie de la muestra y  $\langle uvw \rangle$  a la familia de direcciones a la que pertenece la dirección contenida en  $\{hkl\}$  paralela a la dirección de rolado de la muestra (Figura 2.14) [60].

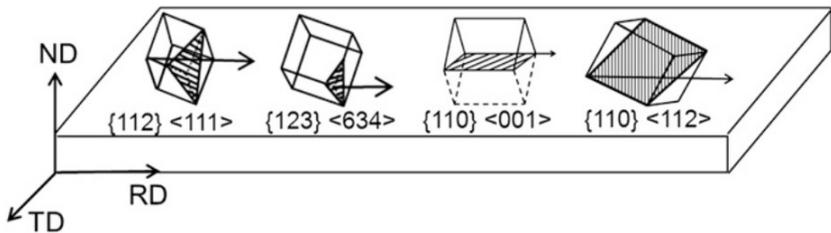


Figura 2.14: Ejemplos de componentes de textura de laminado [60].

### 2.6.1 Aplicaciones de la Textura

La importancia de estudiar la textura cristalográfica consiste en que varias propiedades de los poli-cristales son dependientes de estas orientaciones preferenciales [59]:

- La magnetización de la aleación Fe-3%Si empleada en transformadores es óptima cuando las direcciones cristalográficas  $\langle 100 \rangle$  son paralelas a la dirección de laminación. A esta orientación se le conoce como Textura Goss.
- El transporte de la densidad de corriente crítica, propiedad importante en los superconductores como  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ , es dependiente de los tipos de límites de dominio cristalino que producen ciertas texturas, como el caso en el que las direcciones  $\langle 100 \rangle$  coinciden con los 3 ejes del sistema de referencia [61]. A esta orientación se le conoce como Textura Cubo.
- El proceso de embutido en aceros se facilita cuando las direcciones  $\langle 111 \rangle$  son perpendiculares a la

superficie de embutido. A esta orientación se le conoce como Textura fibra  $\gamma$  [62].

La explicación a estos fenómenos se encuentra en la anisotropía de estas propiedades presente en el estado mono-cristalino de los materiales en cuestión [63]. A manera de ejemplo, el cual será de utilidad más adelante en este trabajo (Sección 2.6.2), se puede considerar el caso del Módulo Elástico  $E$  en el aluminio.

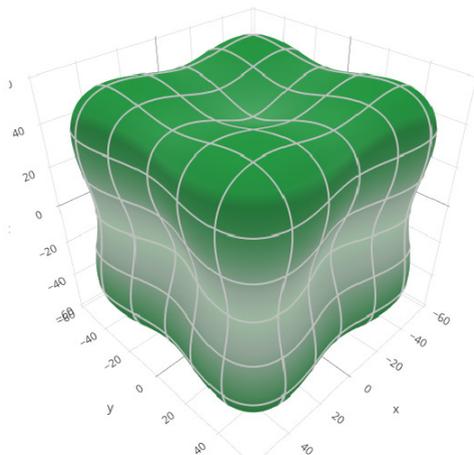


Figura 2.15: Anisotropía del módulo elástico en el aluminio [64].

Como se puede ver en la Figura 2.15 [64],  $E$  es dependiente de la dirección cristalográfica. Según estos datos \*, el cálculo realizado para el aluminio muestra un valor mínimo de  $E$  ( $43.785 \text{ GPa}$ ) en el vector definido

---

\*ELATE (2021).ELATE: Elastic tensor analysis. Tomado de: [progs.coudert.name/elate/mp?query=mp-134](https://progs.coudert.name/elate/mp?query=mp-134)

como  $(1,0,0)$ , el cual puede ser atribuido a las direcciones de Miller de  $\langle 100 \rangle$ , mientras que existe un máximo ( $85.106 \text{ GPa}$ ) al rededor del vector  $(0.5, 0.5, 0.5)$  o  $\langle 111 \rangle$  en términos de direcciones de Miller.

Por lo anterior se puede suponer que, si se tuviera un material en bulto de aluminio donde los dominios cristalinos estuvieran orientados con las direcciones  $\langle 111 \rangle$  paralelas a un eje dado (fibra  $\gamma$ ), la resistencia a la deformación elástica en dicho eje seria óptima. Empleando la notación  $\{hkl\} \langle uvw \rangle$  para describir la fibra  $\gamma$  se tiene que la familia de planos paralelos a la superficie seria la  $\{111\}$  mientras que las direcciones  $\langle uvw \rangle$  podrían ser cualquier dirección coplanar en  $\{111\}$  (Figura 2.16).

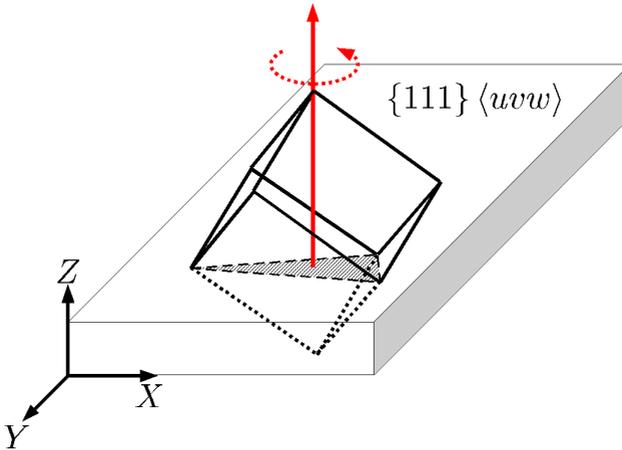


Figura 2.16: Esquema de la textura tipo fibra  $\gamma$ .

La generación de texturas particulares es de gran

interés actualmente, sin embargo, una de las grandes limitantes recae en la comprensión de los mecanismos que generan dichas texturas.

Debido a la naturaleza del proceso de MS, en este trabajo se plantea una hipótesis que sugiere que las cintas resultantes pueden llegar a presentar la textura tipo fibra  $\gamma$  descrita en esta sección.

### **2.6.2 Hipótesis de formación de textura en el proceso de Melt-Spinning**

Según la literatura, se ha determinado que, para el caso del aluminio, existe una tendencia de los dominios cristalinos a presentar planos  $\{111\}$  en la interfaz entre ellos, siendo el límite de dominio cristalino conocido como  $\Sigma 3(111)$ , una rotación de  $60^\circ$  entre planos  $\{111\}$ , el más común [65].

Este fenómeno ha sido estudiado con anterioridad y se ha concluido que, debido a que la energía libre superficial de cada plano cristalino es distinta, los límites de dominio cristalino optan por formarse entre los planos en los que se presente un mínimo de la misma energía [66].

Para calcular la energía libre superficial de cada plano cristalino se opta por recurrir a simulaciones a partir de primeros principios, principalmente basadas en la teoría de funcionales de densidad [67].

Actualmente, la base de datos Crystalium\* contiene un extenso registro de la energía libre superficial de los planos cristalinos para cada elemento.

En la Tabla 2.8 se muestran los valores de energía libre superficial para algunos planos cristalinos del aluminio, así como los valores obtenidos por otros métodos.

Planos Cristalinos	{111}	{100}	{110}
Crystalium, 2021 [67]	0.77	0.91	0.98
Fiolhais et al., 2003 [68]	0.86	0.92	1.55
Rose et al., 1981 [69]	1.07	1.16	1.70
Monnier et al., 1978 [70]	0.88	1.64	3.38

Tabla 2.8: Energía libre superficial de algunos planos de aluminio. Unidades en  $J/m^2$

Si bien los valores varían según el método de obtención, la constante a destacar es que los planos {111} son los que poseen una menor energía libre superficial, lo cual es consistente con la preferencia a formar límites de dominio cristalino entre estos planos [65].

Como ya se mencionó en la Sección 2.4, la energía libre de un sistema debe decaer para que se de la solidificación, es por esto que el material en la superficie de enfriamiento tiende a minimizar su energía libre superficial [71].

---

\*Materials Virtual Lab (2021, Agosto 2). Crystalium. An Exploration of the Grain Boundaries, Surfaces, and Wulff shapes of the Elements. Tomado de: <http://crystalium.materialsvirtuallab.org/>

El estudio de este fenómeno ha encontrado que tiene un fuerte impacto en la cristalización de ciertos planos preferenciales, siendo los de menor energía libre superficial los que cristalizan primero y con una mayor rapidez [72]

Sin embargo, debido al fenómeno conocido como “traslapado” (Figura 2.17), los planos cristalinos de menor energía libre superficial, eventualmente desaparecen al ser consumidos por los planos de mayor energía superficial [73].

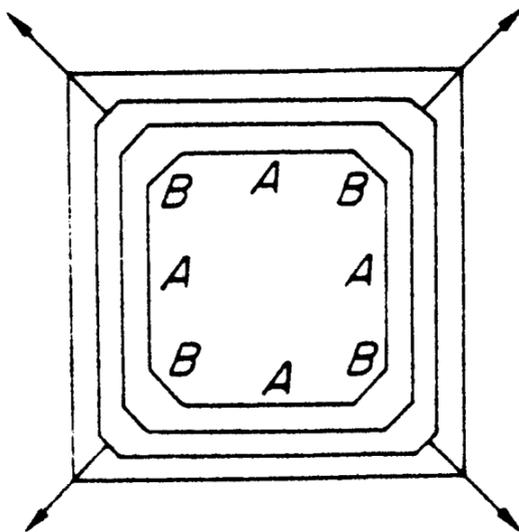


Figura 2.17: Fenómeno de “traslapado” durante la formación de planos cristalinos [73].

Considerando lo expuesto en esta sección, se puede pensar que al aumentar la rapidez de enfriamiento mediante un proceso de solidificación rápida (Sección 2.4), se puede conseguir solidificar completamente el material antes de producirse el fenómeno de traslapado anteriormente mencionado, consiguiendo así que los planos mayoritarios sobre la superficie de enfriamiento sean los de menor energía superficial.

Para el caso concreto de este trabajo, se especula que se puede encontrar una rapidez de proceso de MS óptima que encuentre un compromiso entre la rapidez de enfriamiento que solidifique el material excluyendo la cristalización de planos con mayor energía libre superficial, pero que logre mantener la estabilidad de la interfaz entre el material y la rueda (Sección 2.4.1).

El resultado de encontrar dicho compromiso sería obtener una abundancia preferencial de planos  $\{111\}$  sobre la superficie de la cinta, por lo que se podría hablar de la presencia de una textura tipo fibra  $\gamma$  en la zona de enfriamiento de la misma (Sección 2.4.1).

La aparición de texturas del tipo fibra ya ha sido observada en sistemas sometidos a MS como en aceros [74], otras aleaciones de hierro [75] y sistemas más complejos como  $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{25}\text{Cu}_{25}$  [76],  $\text{Ni}_{51}\text{Mn}_{28.5}\text{Ga}_{20.5}$  [77] y  $\text{Ni}_{45}\text{Ti}_{50}\text{Cu}_5$  [78].

En estos estudios los sistemas con un componente ampliamente mayoritario presentan su textura fibra

orientada en la dirección de su plano de mínima energía superficial. Inclusive ya se ha reportado la aparición de textura tipo fibra  $\gamma$  en sistemas de base aluminio [58].

Sin embargo, no se encontró registro en la literatura de una justificación para la generación de dichas texturas, por lo que la hipótesis descrita en esta sección puede ser plausible y se buscará confirmar.

Si bien el proceso de MS puede generar fenómenos micro-estructurales interesantes que mejoren las propiedades mecánicas del sistema de trabajo, no se debe de olvidar que se trata de un proceso que induce fuertes gradientes de enfriamiento, por lo que se deben analizar los efectos negativos que dicho proceso pueda tener sobre el material.

Fenómenos como la presencia de esfuerzos residuales son muy comunes en los procesos de solidificación en general.

## **2.7 Esfuerzos Residuales**

Al someter un material a una carga externa, ya sea mecánica, térmica u otra, éste sufre un cambio en sus dimensiones. Estos cambios se dan debido a la transmisión de la carga a través del material [79].

Si, al retirar la carga externa el material retoma su forma original, se dice que sufrió una deformación elástica, sin embargo, si el material en cuestión no

regresa a su geometría original se dice que sufrió una deformación inelástica permanente [20].

Si bien un material que no está sometido a ninguna fuerza externa se encuentra en un estado estático, al interior del mismo pueden existir cargas internas locales que se equilibren entre sí [80]. Dichas cargas internas reciben el nombre de esfuerzos residuales y son provocadas justamente por deformaciones inelásticas permanentes [20].

Casi cualquier proceso de manufactura induce esfuerzos residuales en un material, pero, si éste se encuentra sometido a un ciclo de carga y descarga, éstos también se pueden generar a lo largo de su vida útil.

Los mecanismos que generan dichos esfuerzos residuales pueden ser los siguientes [80]:

- Deformación plástica no uniforme.
- Modificación de la superficie del material.
- Sometimiento a fuertes gradientes térmicos.

Este último mecanismo es de particular interés en este trabajo ya que se empeará un proceso de enfriamiento rápido (Sección 2.4.1).

Como una consideración general, mientras los esfuerzos residuales presentes en un material no excedan el 10% del esfuerzo de cedencia  $\sigma_y$  (Sección 2.2) del mismo, se considera que éstos no impactan de forma

significativa en su comportamiento mecánico.

Los esfuerzos residuales se clasifican de distintas maneras. Una de las más usadas es en relación al rango de escala en el que se presentan [20]:

- **Macro-esfuerzos residuales o esfuerzos residuales del tipo I**

Estos se presentan a escalas ingenieriles ( $\sim mm$ ) y se refieren a esfuerzos presentes en secciones macroscópicas del material. En el caso de un poli-cristal se encuentran en secciones como la superficie de una pieza o en una sección sometida a una carga localizada.

- **Esfuerzos residuales del tipo II**

Estos hacen referencia a los esfuerzos presentes a nivel micro-estructural de una pieza ( $\sim \mu m$ ). Para un poli-cristal se puede hacer referencia a las interacciones entre conjuntos locales de dominios cristalinos.

- **Esfuerzos residuales del tipo III**

Estos son los que se dan a una escala sub-micrométrica ( $\sim nm$ ). Se puede pensar en interacciones al interior de un dominio cristalino, como distorsiones en la red cristalina producidas por dislocaciones, vacancias, maclas, etc.

Como ya se describió al inicio de la sección, los esfuerzos residuales se originan a partir de deformaciones inelásticas permanentes, por lo que para determinar el

valor de un esfuerzo a partir de una deformación es necesario recurrir a un modelo [20].

En el caso de los macro esfuerzos residuales se pueden emplear modelos como la ley de Hooke (Sección 2.2) que contemplan constantes mecánicas isotrópicas. Ésto es valido debido a la escala en la que se encuentran dichos esfuerzos [20], sin embargo, en el caso de los esfuerzos residuales del tipo II y III, al tener un rango de escala microscópico o inferior, no siempre es válido emplear las mismas constantes mecánicas que en el caso de los tipo I [81]. Por lo anterior, en este trabajo se denotarán los esfuerzos residuales del tipo I como macro-esfuerzos y los del tipo II y III como micro-deformaciones residuales.

Debido a que se espera aumentar la solubilidad del sistema de trabajo, la presencia de micro-deformaciones residuales provocadas por los campos de esfuerzos característicos de la solución sólida (Sección 2.3), es esperable.

Sin embargo, en lo referente a los macro-esfuerzos residuales, gracias a la geometría de las cinta (Sección 2.4.1), es probable que ésta ayude a liberar dichos esfuerzos.

Si bien la geometría de cinta que tiene el material procesado por MS tiene sus ventajas, ésta limita la variedad de pruebas que pueden realizarse, sobre todo en lo referente a las pruebas mecánicas. Por ésta razón, la opción de consolidar dichas cintas en un material en bulto que retenga las propiedades micro-estructurales de

las mismas es atractiva.

Muchos procesos de consolidado involucran rapidezces de calentamiento que terminan por modificar la micro-estructura del material precursor, sin embargo, actualmente existe el proceso de Sinterizado por Arco Eléctrico o Spark Plasma Sintering (SPS) el cual ha logrado consolidar partículas reteniendo las propiedades micro-estructurales originales [82].

## 2.8 Consolidado por SPS

El proceso de Sinterizado por Arco Eléctrico o Spark Plasma Sintering (SPS) se ha empleado para consolidar partículas de AA 7075 con distintos tamaños de dominio cristalino sin inducir un crecimiento del mismo ni otro tipo de cambios micro-estructurales [83].

Si bien se han reportado casos en los que el proceso reduce la presencia de micro-deformaciones en los materiales consolidados [84], el SPS está proyectado como una opción novedosa para desarrollar materiales en bulto a partir de partículas sin modificar la micro-estructura de las mismas [82].

Por lo anterior, el proceso de SPS es una propuesta interesante para generar materiales en bulto de las cintas producidas por MS conservando sus propiedades micro-estructurales.

El propósito de generar materiales en bulto a partir

de las cintas es, principalmente, extender el rango de pruebas aplicables a éstas, sobre todo las pruebas mecánicas.

El proceso de SPS (Figura 2.18) consiste en introducir las partículas a consolidar, en este caso cintas, en un dado de grafito. Las partículas son contenidas dentro del dado mediante punzones y barras de grafito que fungirán como electrodos.

Posteriormente, se emplea una prensa hidráulica para aplicar una carga compresiva sobre los electrodos para consolidar las partículas de la forma mas compacta posible.

Finalmente, se aplica una corriente directa (CD) pulsante que circula a través del material a sinterizar.

Todo el proceso se lleva a cabo en una cámara al vacío para evitar la oxidación [85].

La virtud de esta técnica recae en que la corriente aumenta la temperatura de la superficie de las partículas, o cintas, a una alta rapidez mediante el efecto Joule, pudiendo llegar hasta a  $600\text{ K/min}$  [85].

El resultado final es que el “sinterizado” entre las mismas se da rápidamente y de forma superficial por lo que se propicia que el interior de las partículas retengan su micro-estructura original [86].

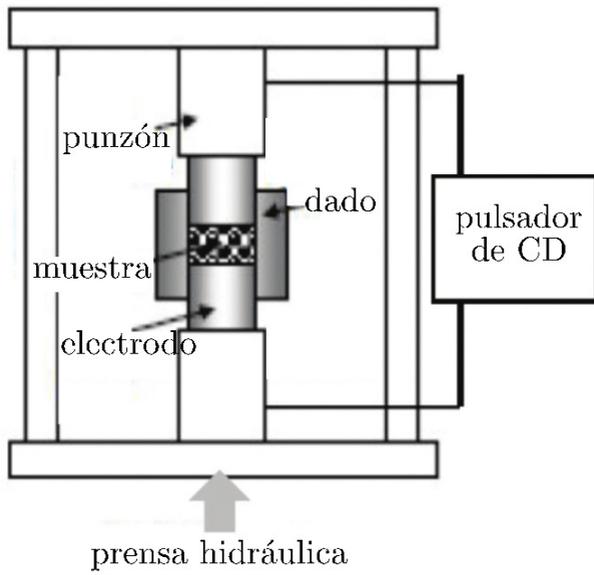


Figura 2.18: Diagrama del proceso SPS [82].

## 2.9 Difracción de Rayos X

Existen diversos métodos para la medición de los fenómenos micro-estructurales de interés descritos hasta este punto, sin embargo en este trabajo se optó por la difracción de rayos X.

La razón detrás de esta elección es la versatilidad que dicha técnica posee, pues todos los fenómenos descritos en este capítulo pueden ser medidos a partir de la misma.

Los rayos X son ondas electromagnéticas generadas por la emisión de fotones producto de una de-excitación de electrones. En un laboratorio convencional, dicho fenómeno se da al impactar un alto flujo de electrones contra un ánodo metálico, normalmente de cobre [87].

Los rayos X emitidos tienen distintas longitudes de onda relacionadas con los niveles de energía que los produjeron, para el caso de la difracción de rayos X se emplean principalmente las ondas  $K\alpha_1$  y  $K\alpha_2$  cuyas longitudes de onda son muy próximas.

Si bien ambas ondas suelen promediarse para generar una longitud de onda  $K\alpha$ , conocida como la constante  $\lambda$  en un ensayo de difracción [87], los efectos de  $K\alpha_1$  y  $K\alpha_2$  siempre deben de ser considerados, sobre todo a ángulos altos donde se aprecia como un doble pico de difracción.

Los ensayos de difracción de rayos X consisten en hacer incidir un haz de los mismos sobre el material, esto mediante un emisor. Los rayos X difractan sobre el material y se coloca un detector en una posición definida

para medir la intensidad de los rayos X difractados.

En el caso de la difracción en un material cristalino, se puede llegar a la situación en la que tanto el emisor como el detector se encuentren a una inclinación  $\theta$  recíproca con respecto a un plano cristalino (Figura 2.19).

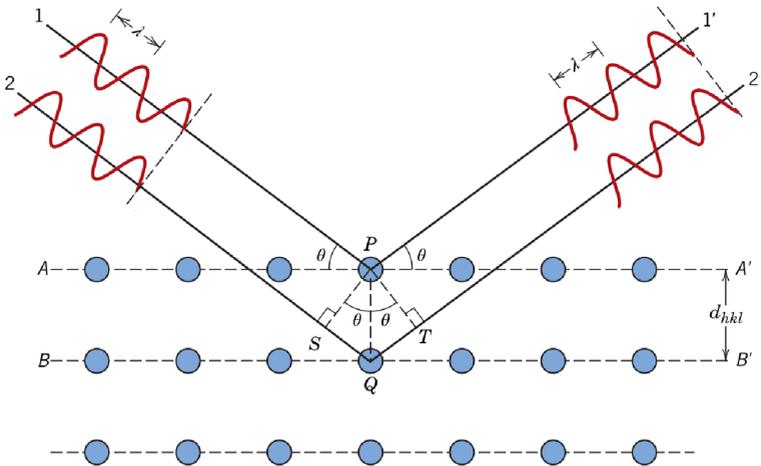


Figura 2.19: Difracción de rayos X en planos atómicos paralelos [4].

Debido a que los rayos X tienen cierta penetración dependiendo del material, puede darse el caso en el que la distancia entre planos cristalinos paralelos  $d_{hkl}$  sea tal que dos ondas de rayos X emitidas en fase difracten en planos paralelos conservando la misma fase, produciendo así un efecto de interferencia constructiva que genera la difracción de rayos X. Dicho fenómeno se observa como un incremento súbito en la intensidad registrada por el

detector cuando la difracción se da en planos que cumplan la ley de Bragg, dando origen a los picos de difracción [87].

Este fenómeno se debe a que la diferencia en la distancia recorrida por las dos ondas es un múltiplo entero de la longitud de onda de las mismas. En la Figura 2.19 se ilustra como:

$$n\lambda = \overline{SQ} + \overline{QT}$$

La ecuación anterior puede re-escribirse en términos del ángulo  $\theta$  y la distancia interplanar  $d_{hkl}$ , dando origen a la ley de Bragg (Ecuación 2.7) [4].

$$n \lambda = 2 d_{hkl} \sin(\theta) \tag{2.7}$$

Si el ángulo incidente y difractado es el mismo respecto a la horizontal (Figura 2.19), entonces se tiene la configuración  $\theta - 2\theta$  o Bragg-Brentano. Ésta es fundamental para poder construir un patrón de difracción y realizar diversos estudios como una identificación de fases.

### 2.9.1 Patrones de difracción e identificación de fases

La esencia de la identificación de fases por rayos X es la configuración Bragg-Brentano. Al variar el valor de  $\theta$  dentro de un cierto rango de valores discretos de  $2\theta$  se pueden encontrar las distintas familias de planos de un

material que cumplen con la ley de Bragg.

Al graficar la intensidad detectada en términos del rango de valores  $2\theta$  se obtiene un patrón de difracción (Figura 2.20).

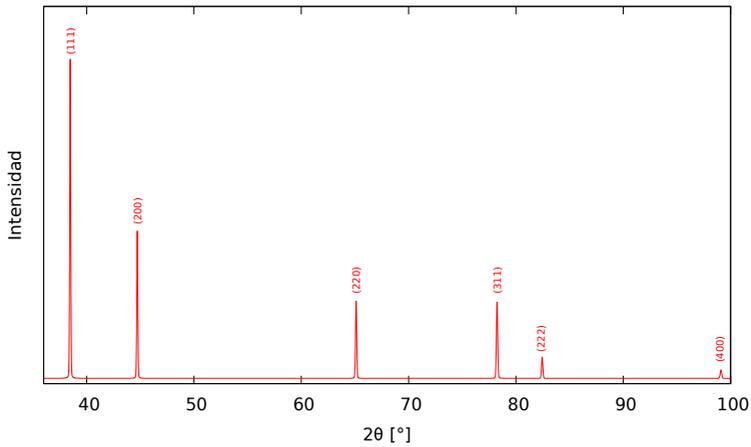


Figura 2.20: Patrón de difracción teórico del aluminio con picos indexados.

Si existieran átomos entre dos planos paralelos que cumplen con la ley de Bragg, estos átomos pueden provocar interferencia en las ondas difractadas llegando a reducir o desaparecer la intensidad del pico de difracción en cuestión [87].

Por lo anterior se puede concluir que la posición y presencia de los picos en el patrón de difracción de un material está en función de su estructura cristalina y de las posiciones atómicas en la misma, lo cual determina

que cada material cristalino puede tener un patrón de difracción característico.

Estos patrones, así como las posiciones atómicas y estructura cristalina, son almacenados en bases de datos. Cuando se obtiene un patrón de difracción experimental, se puede acudir a dichas bases de datos y realizar un ensayo comparativo entre dicho patrón y los registrados en la base de datos, determinando así las fases presentes en el patrón experimental. A este proceso se le conoce como identificación de fases.

Al interpretar la ley de Bragg, se puede observar que la distancia interplanar  $d_{hkl}$  es inversamente proporcional al ángulo de incidencia  $\theta$ , por lo que se puede concluir que los picos de difracción se desplazan a la izquierda del patrón de difracción al existir un aumento en el parámetro de red de una celda cristalina, mientras que el desplazamiento se dará a la derecha si el parámetro de red de dicha celda se contrae.

Esto es importante a considerar tanto en la identificación de fases como en el estudio de los mecanismos que modifican el parámetro de red  $d_{hkl}$  de un material.

Es importante mencionar que la penetración de los rayos X, así como el ruido generado por la interferencia destructiva, limitan la detección de fases con muy baja presencia en el material. En general se estima que el umbral de detección de fases es de alrededor del 3% en peso de la muestra.

Si bien la identificación de fases es un método muy utilizado en la ciencia de materiales, este es sólo uno de los muchos estudios que se pueden realizar.

Existen métodos, como el método de Rietveld, que permiten extraer información estructural de los materiales poli-cristalinos mediante el análisis de los patrones de difracción generados.

### 2.9.2 Método de Rietveld

El método de Rietveld, o refinamiento de Rietveld, es un proceso mediante el cual se puede “refinar” la estructura cristalina de un material poli-cristalino a partir de su patrón de difracción de rayos X (Sección 2.9.1) [88], es decir, determinar la variación de la estructura medida respecto a una estructura de referencia del material (iso-estructura).

En esencia, el refinamiento de Rietveld se basa en minimizar un residuo  $S_y$  entre el patrón medido y un patrón calculado (Ecuación 2.8).

$$S_y = \sum_i \frac{(y_i - y_{ci})^2}{y_i} \quad (2.8)$$

Donde  $y_i$  es la intensidad medida y  $y_{ci}$  la intensidad calculada para cada valor  $i$  en el rango discreto  $2\theta$  del patrón de difracción (Sección 2.9.1).

Si bien existen diversas técnicas para llevar a acabo la reducción de  $S_y$ , el objetivo es determinar la posición e intensidad de cada pico de difracción para calcular las variaciones en su celda cristalina y posiciones atómicas [88]. Este trabajo se limitará al estudio de las variaciones en el parámetro de red.

Si bien la posición de los picos de difracción permiten determinar el parámetro de red del material, mediante el refinamiento de Rietveld se analiza la geometría de los picos para calcular los factores que influyen en la variación del parámetro de red de la celda cristalina.

En un patrón de difracción de rayos X, el ensanchamiento de los picos de una fase se puede interpretar como el efecto de la contribución tanto de un decremento en el tamaño de dominio cristalino, así como de la presencia de micro-deformaciones residuales [89]. Esto se explicará mas a profundidad en la Sección 2.9.8.

El refinamiento de Rietveld puede emplear un modelo en el cual calcula tanto el tamaño de dominio cristalino como las micro-deformaciones residuales basándose en el ensanchamiento de los picos difractados.

El perfil de cada pico de difracción se calcula empleando la ecuación empírica de Thompson-Cox-Hastings (Ecuación 2.9) [89].

$$H^5 = H_g^5 + 2.69269 H_g^4 H_l + 2.42843 H_g^3 H_l^2 + 4.47163 H_g^2 H_l^3 + 0.07842 H_g H_l^4 + H_l^5 \quad (2.9)$$

Donde  $H_g$  y  $H_l$  son la contribución Gaussiana y Lorentziana al Ancho a media altura o Full Width at Half Maximum (FWHM) del pico estudiado. Estas contribuciones son calculadas por las Ecuaciones 2.10 y 2.11

$$H_g^2 = U \tan^2(\theta) + \frac{I_g}{\cos^2(\theta)} \quad (2.10)$$

$$H_l = X \tan(\theta) + \frac{Y}{\cos(\theta)} \quad (2.11)$$

Los coeficientes  $U$  y  $X$  son asociados con las micro-deformaciones ya que están a su vez asociadas a  $\tan(\theta)$ , factor que se relaciona con las micro-deformaciones según la ecuación de Stokes-Wilson (Ecuación 2.12). La situación análoga ocurre con los coeficientes  $I_g$  y  $Y$  y la relación entre  $\cos(\theta)$  y el tamaño de dominio cristalino según la ecuación de Scherrer (Ecuación 2.13).

$$\epsilon = \frac{\beta}{4 \tan(\theta)} \quad (2.12)$$

$$D = \frac{\lambda}{\beta \cos(\theta)} \quad (2.13)$$

Donde  $\lambda$  es la longitud de onda de los rayos X empleados y  $\beta$  es el ancho integral, el cual se puede obtener mediante la Ecuación 2.14 [90].

$$\beta = \frac{\pi}{180} \frac{\pi}{2} \frac{H}{\eta + (1 - \eta) \sqrt{\pi \ln(2)}} \quad (2.14)$$

Donde  $\eta$  es un factor de mezcla entre los parámetros Gaussianos y Lorentzianos que contribuyen al perfil del

pico.

En caso de que se tengan elementos para creer que el tamaño de dominio cristalino excede el límite máximo de tamaño que puede medir el difractómetro o que las micro-deformaciones residuales son muy bajas, como en el caso de un polvo, se puede optar por excluir uno de los dos parámetros, atribuyendo el ensanchamiento de los picos exclusivamente al parámetro restante [90].

Si se opta por excluir el tamaño de dominio cristalino se debe asumir que los coeficientes  $I_g$  y  $Y$  serán cero. Si se desea excluir las micro-deformaciones, entonces se debe de asignar el valor de cero a  $U$  y  $X$ .

Al observar la información que puede ser extraída de un patrón de difracción de rayos X, es evidente que la calibración del equipo de difracción es fundamental.

Una mala calibración puede resultar en un pobre refinamiento de celda cristalina o, inclusive, una mala identificación de fases presentes [91].

Para aumentar la certidumbre de la medición, se recomienda referenciar la misma a una fase que mantenga la posición de sus picos de difracción entre las distintas condiciones estudiadas, a esta fase se le conoce como estándar.

### 2.9.3 Estándar interno y externo

En difracción de rayos X existen dos tipos de estándares: internos y externos.

Los estándar externos son elementos ajenos a la muestra, como partículas de cuarzo o silicio, que tienen un patrón de difracción bien definido.

Este tipo de estándares pueden corregir errores del equipo de medición como una mala alineación o los efectos de  $K\alpha_1 - K\alpha_2$ . [91]

Los "estándares internos", o fases de referencia, son fases que se encuentran en el material y cuyos parámetros de red se pueden considerar como constantes y bien conocidos.

Éstos tienen las mismas ventajas de los estándares externos con la adición de contemplan errores intrínsecos de las muestras, como errores por preparación de muestra [91].

Si bien los "estándares internos" pueden ser mas atractivos, éstos deben de cumplir con una serie de características para ser considerados como tales [91]:

- Deben mantener una composición estequiométrica constante.
- Los picos correspondientes al estándar no deben de yuxtaponerse sobre los picos de otra fase presente en la muestra.

En este trabajo se propone emplear la fase de MgO presente en el sistema de trabajo como un "estándar interno" apoyándose en su estabilidad estequiométrica y térmica (Sección 2.1.2).

Si bien los patrones de difracción suelen ser las mediciones efectuadas de forma mas rutinaria con un difractómetro, son de lejos las únicas. Empleando un difractómetro, se puede realizar un análisis macroscópico de la textura cristalográfica de un material poli-cristalino.

#### **2.9.4 Métodos de Medicion de la Textura**

Se cuenta con diversos métodos para la medición de la orientación preferencial o textura de una muestra poli-cristalina. La principal variación entre ellos es la población de dominios cristalinos que pueden medir.

Existen métodos muy precisos pero locales como es la difracción de electrones retro dispersados (EBSD) o métodos mas globales en los que se miden poblaciones de  $10^8$  dominios cristalinos, ésto dependiendo el tamaño de los mismos [59].

En este trabajo nos enfocaremos en los métodos mas globales que pueden ser medidos por medio de difracción de rayos X.

### 2.9.5 Proyección estereográfica y figuras de polo

Como ya se definió al inicio de la Sección 2.6, la textura se fundamenta en la orientación de los planos cristalinos, por lo que el primer paso para su análisis es definir un medio para la representación de una orientación simple, para esto se emplea una proyección estereográfica [59].

La proyección estereográfica es un método para representar una rotación tridimensional en un espacio bidimensional. Consiste en definir una esfera de referencia en la que se define, a su vez, un sistema de referencia externo respecto al cual se definirá la orientación del plano de interés. Este sistema de referencia suele nombrarse como RD o [100] en la dirección  $x$ , TD o [010] en la dirección  $y$  y ND o [001] en la dirección  $z$ . Donde RD, TD y ND son términos acuñados del proceso de laminación siendo *Rolling Direction*, *Transversal Direction* y *Normal Direction* respectivamente. El sistema de referencia externo suele estar alineado con respecto a la muestra estudiada.

En el centro de la esfera de referencia se coloca un elemento geométrico representativo del sistema cristalino a estudiar. Posteriormente se escoge una familia de planos  $\{hkl\}$  y se traza una perpendicular desde la superficie de estos planos hasta que interceptan a la superficie de la esfera de referencia; a esta intercepción se le conoce como *polo* (Figura 2.21 (a)).

Una vez marcados los polos, estos son trasladados sobre una recta entre dichas intercepciones y el polo sur de la esfera hasta el plano ecuatorial de la misma

(Figura 2.21 (b)). Estos puntos son denotados con el nombre del plano correspondiente al polo que los generó.

Es justo a este plano ecuatorial de la esfera de referencia, ya con los puntos de intercepción trasladado, a lo que le conoce como proyección estereográfica (Figura 2.21 (c)).

Como se puede ver en la Figura 2.21 (c), se puede definir la posición de un polo en función de una díada de ángulos  $\alpha$  y  $\beta$ , donde  $\alpha$  es el ángulo polar, la inclinación del polo respecto al ecuador, y  $\beta$  es el ángulo azimutal, la inclinación del polo respecto a la dirección RD. Estos ángulos serán importantes al realizar la medición de textura (Sección 3.3.1).

Como ya se mencionó, el estudio de textura en un poli-cristal contempla el conjunto de orientaciones de todos los dominios cristalinos analizados.

Una figura de polo no es mas que la sobreposición de las proyecciones estereográficas de cada dominio cristalino analizado (Figura 2.22).

Una figura de polo se etiqueta con el nombre del plano principal de la familia planos que se está observando. Ya que en teoría la población de dominios cristalinos estudiados es alta, se opta por representar la densidad de puntos mediante una escala de colores [92].

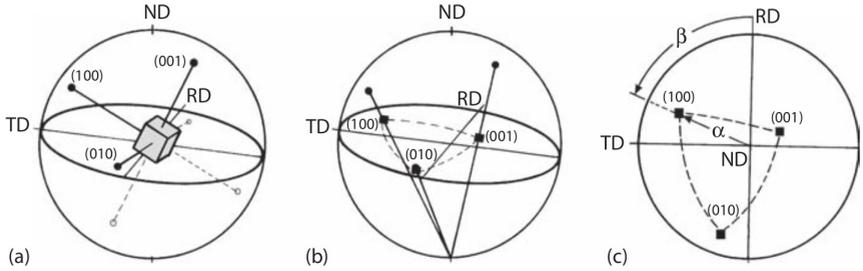


Figura 2.21: Diagrama de la Proyección Estereográfica [59].

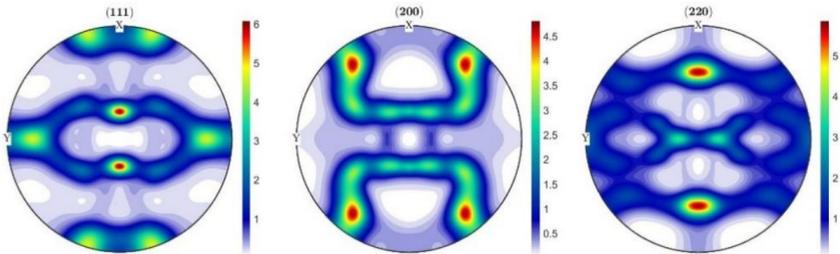


Figura 2.22: Figuras de polo correspondiente a una textura tipo Fibra  $\beta$  [92].

### 2.9.6 Figuras inversas de polo

Si bien las figuras de polo permiten visualizar la orientación de los dominios cristalinos de una muestra respecto a un sistema de referencia externo, en algunas aplicaciones suele ser mas conveniente visualizar la orientación de un sistema de referencia externo, como el de la muestra estudiada, en términos de sistema coordinado del un dominio cristalino [59], es decir, visualizar que orientación preferencial existe en una dirección particular de la muestra estudiada.

Esta visualización en la que se invierten los sistemas de referencia de una figura de polo recibe el nombre de figura inversa de polo (Figura 2.23) [59].

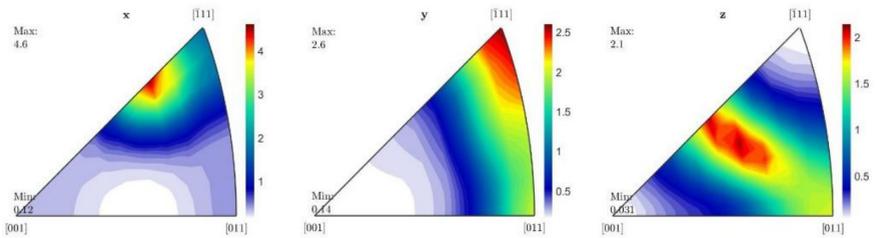


Figura 2.23: Figuras inversa de polo correspondiente a una textura tipo Fibra  $\beta$  [92].

Lo primero que hay que notar es que en el caso de un sistema cúbico no es necesario mostrar el plano ecuatorial completo, sino sólo una porción triangular de éste debido a su simetría. En el caso de estudiar un sistema con baja simetría, la porción del plano ecuatorial necesaria para representar la figura inversa de polo seria mas grande; un semi círculo en el caso monoclinico y el plano completo

en el caso triclínico.

La sección triangular empleada está delimitada por una de cada una de las direcciones  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 110 \rangle$  y  $\langle 111 \rangle$ . Cabe destacar que, de nueva cuenta, el usar dichas familias de direcciones, inclusive el hecho de que sean familias y no direcciones independientes, se debe a la simetría del sistema.

Cada figura de polo inversa se nombra de acuerdo al eje de referencia que esté representando,  $x$ ,  $y$  o  $z$  para este caso.

El análisis conjunto de las figuras de polo y las figuras inversas de polo permiten tener un panorama más completo de la textura de una muestra [92].

### **2.9.7 Ángulos de Euler y la funciones de distribución de orientación**

Si bien el análisis de las figuras de polo y figuras inversas de polo pueden brindar una noción de la textura presente en el material, no se debe olvidar que ambas son proyecciones bidimensionales de un fenómeno tridimensional. Existe una forma alternativa de presentar el fenómeno de orientación preferencial en un poli-cristal, para cuando se tienen múltiples componentes de textura (orientaciones a representar) [93].

El método se basa en usar las matrices de rotación para llevar a un grano de una orientación particular a otra coincidente con un sistema de referencia inicial. En

general se necesitan tres rotaciones sobre los ejes para llevar a cabo dicha operación, para ello se recurren a los ángulos de Euler [59].

Los ángulos de Euler son una triada de rotaciones las cuales se aplican sobre el sistema de referencia externo descrito en la Sección 2.9.5.

Existen varias notaciones para describir estos ángulos. En este trabajo se empleará la llamada convención de Bunge en la cual los ángulos de Euler reciben las etiquetas  $\varphi_1$ ,  $\Phi$  y  $\varphi_2$ . Estos ángulos se aplican sobre el sistema de referencia en el siguiente orden (Figura 2.24):

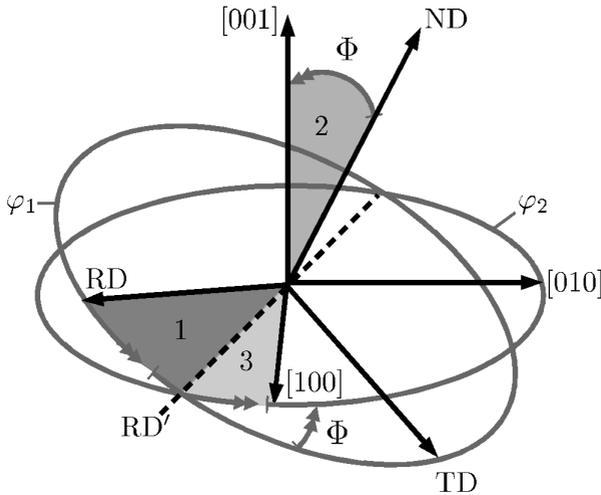


Figura 2.24: Rotaciones generadas por los ángulos de Euler.

1.  $\varphi_1$  corresponde a una rotación sobre el eje ND que traslada RD a RD' y TD a TD'.

2.  $\Phi$  corresponde a una rotación sobre RD' que traslada a ND a [001].
3.  $\varphi_2$  corresponde a una rotación sobre el eje [001] que traslada RD' a [100] y TD' a [010].

Una vez determinada las triadas de ángulos de Euler correspondientes a la orientación de cada dominio cristalino estudiado se procede a graficarlas en un espacio conocido como el espacio de Euler.

El espacio de Euler, también conocido como volumen de Euler, es un espacio cartesiano donde cada eje coordenado corresponde a uno de los tres ángulos de Euler [59]. Hay que destacar que éste es un espacio periódico, es decir que contiene varias posiciones equivalentes para algunos puntos, por lo que posee ciertas reglas que hacen que no sea directo graficar las triadas de ángulos de Euler como en un espacio cartesiano convencional [94].

Cada triada de ángulos de Euler se representa con un conjunto de puntos en el espacio de Euler.

Al graficar todas las triadas correspondientes a los dominios cristalinos estudiados se genera un cuerpo en dicho espacio. El cuerpo generado recibe el nombre de función de distribución de orientación o ODF por sus siglas en inglés (Figura 2.25) [93].

Mediante el análisis de la función ODF se puede representar de forma más conveniente la orientación preferencial de un material donde coexisten múltiples

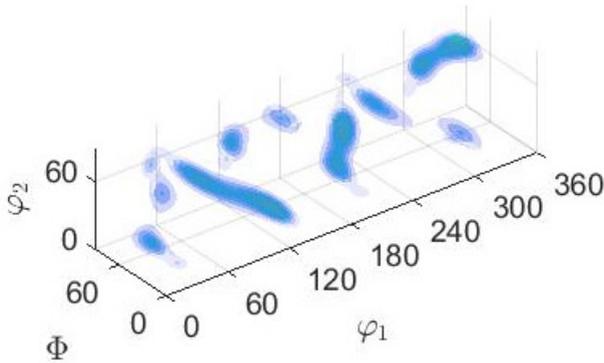


Figura 2.25: Función de distribución de orientación (ODF) de una textura tipo Fibra  $\beta$  en el espacio de Euler [92].

componentes de textura. Se pueden aplicar ciertos métodos de cálculo a esta función que permiten cuantificar la presencia de los componentes de textura existentes en una muestra estudiada (Sección 3.3.2).

Los rayos X no se limitan a la medición de efectos micro-estructurales y estructurales de un material, también pueden ser empleados para evaluar propiedades mecánicas como los esfuerzos residuales de un material.

### 2.9.8 Evaluación de esfuerzos residuales

Independientemente de cualquier predicción hecha a partir de la geometría de las cintas producidas por MS (Sección 2.4.1) o la estabilidad del sistema de trabajo (Sección 2.5), al trabajar con un proceso de enfriamiento rápido que produce fuertes gradientes térmicos, el estudio de ambas categorías de esfuerzos residuales es muy

importante (Sección 2.7).

Existen una gran variedad de métodos para evaluar los esfuerzos residuales en un material. Desde métodos como el desgaste de capa y medición de curvatura, la perforación localizada e inclusive métodos mucho mas locales empleando un haz de iones focalizados (FIB) [20], sin embargo uno de los métodos mas ampliamente usado es la medición por difracción de rayos X [79].

El principio físico de emplear la difracción de rayos X para la estimación de esfuerzos residuales consiste en considerar el efecto de los mismos sobre los picos de difracción de la fase estudiada [95].

Según la ley de Bragg (Sección 2.9) el parámetro de red  $d_{hkl}$  determina la posición  $2\theta$  de un pico de difracción (Figura 2.26 a).

Si este parámetro de red inicial  $d_0$  se ve deformado de forma homogénea, como en el caso de una deformación general en una sección del material (macro-esfuerzos residuales), la posición  $2\theta$  de este pico se desplazara (Figura 2.26 b) según lo establecido por la ley de Bragg (Ecuación 2.7).

Sin embargo, si la deformación de  $d_0$  se da de forma irregular para cada celda medida de la red cristalina, como en el caso de distorsiones locales o en una pequeña vecindad de dominios cristalinos (micro-deformaciones residuales), la contribución de cada celda cristalina al patrón de difracción serán picos ligeramente desplazados

entre sí al rededor de la posición  $2\theta$  correspondiente a  $d_0$ .

El patrón de difracción final trazara la envolvente de los picos previamente descritos, generando un aparente ensanchamiento del pico correspondiente a  $d_0$  (Figura 2.26 c).

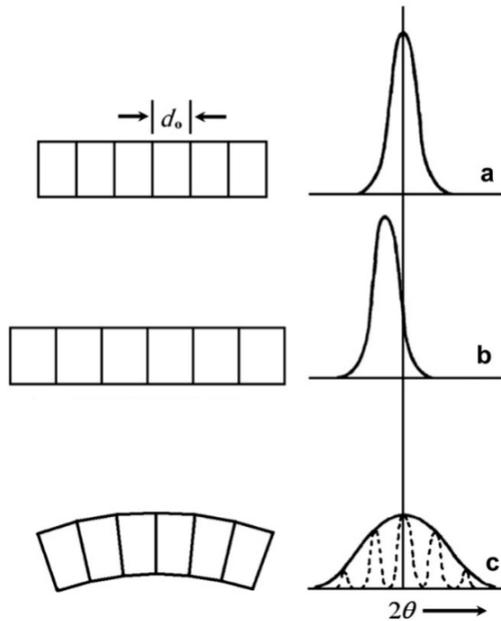


Figura 2.26: Efecto de la deformación inelástica permanente en los picos de difracción por rayos X [95].

Por lo anterior, se puede concluir que para evaluar los macro-esfuerzos residuales por medio de rayos X se debe de medir la variación en la posición de un pico difractado, mientras que para evaluar las micro-deformaciones residuales es necesario medir el

ensanchamiento de dicho pico (Sección 2.9.2).

Es importante decir que en esta subsección se abordaron los cambios en la posición y el ancho de los picos desde el punto de vista de esfuerzos residuales, sin embargo los esfuerzos residuales no son los únicos fenómenos que influyen dichos cambios. Por ejemplo, el ancho del pico también es dependiente de el tamaño de dominio cristalino y la posición del pico puede verse afectada por cambios en el parámetro como pueden ser efectos por solución sólida, deformación o macro esfuerzos residuales.

### **2.9.9 Evaluación de macro-esfuerzos residuales por rayos X**

Debido a que el método de evaluación de macro-esfuerzos residuales por difracción de rayos X busca observar los cambios de  $d_{hkl}$  a lo largo del material, no se puede limitar a medir la posición del pico correspondiente en una sola dirección.

Considerando que existe una distribución heterogénea en las orientaciones de los planos de los distintos dominios cristalinos observados, se puede pensar que al variar la orientación de la muestra con rotaciones tridimensionales existirán siempre dominios cristalinos en los que el plano correspondiente al pico de interés se encuentre en condición de Bragg [79].

Para definir estas direcciones  $\hat{n}$  sobre las cuales se medirá la posición del pico de difracción se emplea un

sistema de referencia fijo como el sistema  $(RD, TD, ND)$  de la muestra.

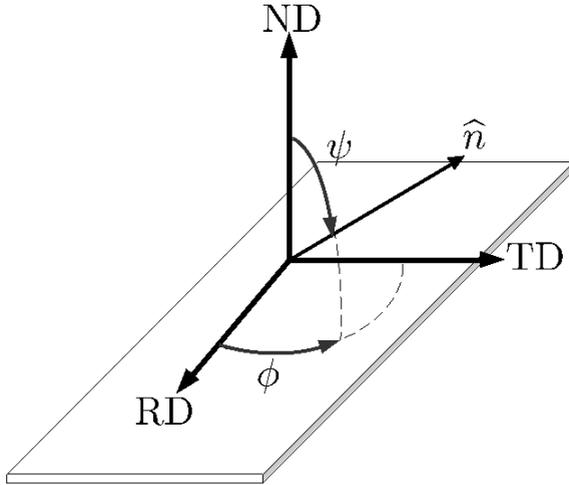


Figura 2.27: Definición de  $\hat{n}$  en términos de  $\phi$  y  $\psi$ .

Como se muestra en la Figura 2.27, cada dirección  $\hat{n}$  está definida en el sistema  $(RD, TD, ND)$  en términos de una diada de ángulos  $\psi$  y  $\phi$  (Ecuación 2.15).

$$\hat{n} = \left( \sin(\psi)\cos(\phi) , \sin(\phi)\sin(\psi) , \cos(\psi) \right) \quad (2.15)$$

Como ya se mencionó en la Sección 2.7, los esfuerzos residuales no se pueden medir directamente. El objetivo es medir las deformaciones en un material y posteriormente emplear un modelo que permita evaluar los esfuerzos presentes [20], es decir, para el caso

tridimensional el objetivo es medir el tensor de deformación (Ecuación 2.16).

$$\varepsilon_{ij} = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} & \varepsilon_{32} & \varepsilon_{33} \end{bmatrix} \quad (2.16)$$

Debido a que la variación en la deformación de  $d_{hkl}$  se da en función de la dirección  $\hat{n}$ , es necesario proyectar  $\varepsilon_{ij}$  sobre la misma para obtener la deformación en términos de  $\psi$  y  $\phi$  (Ecuación 2.17).

$$\varepsilon_{\phi\psi} = n_i n_j \varepsilon_{ij}$$

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\phi\psi} = & \sin^2(\psi)\cos^2(\phi) \varepsilon_{11} + \sin^2(\psi)\sin^2(\phi) \varepsilon_{22} + \cos^2(\psi)\varepsilon_{33} + \\ & + \sin^2(\psi)\sin(2\phi) \varepsilon_{12} + \sin(2\psi)\sin(\phi) \varepsilon_{23} + \sin(2\psi) \cdot \\ & \cdot \cos(\phi) \varepsilon_{13} \end{aligned} \quad (2.17)$$

Ya con la deformación  $\varepsilon$  determinada, es posible recurrir a un modelo, como la ley de Hooke tridimensional (Ecuación 2.18) [79], para evaluar los macro-esfuerzos residuales.

$$E \varepsilon_{ij} = (1 + \nu)\sigma_{ij} - \nu\delta_{ij}(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \quad (2.18)$$

Donde  $E$  es el módulo elástico y  $\nu$  el coeficiente de Poisson.

De esta forma se llega a la ecuación que se empleará para determinar los macro-esfuerzos residuales en función de  $\phi$  y  $\psi$  (Ecuación 2.19) [79].

$$\begin{aligned} \varepsilon(\phi, \psi) = & \frac{(1 + \nu)}{E} (\sigma_{11} \cos^2(\phi) + \sigma_{12} \sin(2\phi) + \sigma_{22} \sin^2(\phi) + \\ & -\sigma_{33}) \sin^2(\psi) + \frac{(1 + \nu)}{E} \sigma_{33} + \frac{-\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) + \\ & + \frac{(1 + \nu)}{E} (\sigma_{13} \cos(\phi) + \sigma_{23} \sin(\phi)) \sin(2\psi) \end{aligned} \quad (2.19)$$

Debido a que la penetración del material por rayos X es, usualmente, del orden de 0.025 *mm* se puede considerar que este método es meramente superficial, por lo que  $\sigma_{33} = 0$  [80]. Esta consideración, conocida como condición de esfuerzo plano, sera validada mas adelante (Sección 4.5.2).

Al considerar la condición de esfuerzo plano, la Ecuación 2.19 es reescrita como la Ecuación 2.20.

$$\begin{aligned} \varepsilon(\phi, \psi) = & \frac{(1 + \nu)}{E} (\sigma_{11} \cos^2(\phi) + \sigma_{12} \sin(2\phi) + \sigma_{22} \sin^2(\phi)) \cdot \\ & \cdot \sin^2(\psi) + \frac{-\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) + \frac{(1 + \nu)}{E} (\sigma_{13} \cos(\phi) + \\ & + \sigma_{23} \sin(\phi)) \sin(2\psi) \end{aligned} \quad (2.20)$$

Si bien la obtención del tensor de esfuerzos es posible realizando las mediciones en las posiciones  $\phi$  y  $\psi$  adecuadas (Sección 4.5.1), en ciertas ocasiones es más práctico realizar una única medición en una dirección  $\hat{n}$  de interés. Normalmente se define esta dirección fijando un valor para  $\phi$  [96].

La opción de realizar una medición unidireccional es atractiva ya que mediante ésta se pueden generar curvas  $\varepsilon$  vs  $\sin^2(\phi)$  (Figure 2.28). Donde  $\varepsilon$  es la deformación del parámetro de red  $d$ .

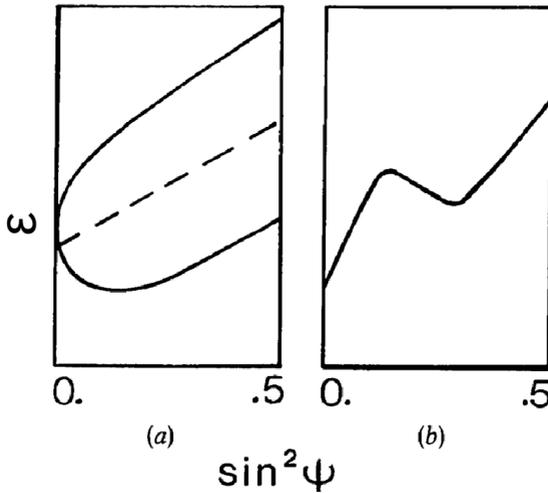


Figura 2.28: Curvas  $\varepsilon$  vs  $\sin^2(\phi)$ . (a) un comportamiento elíptico y (b) un comportamiento “snake” [96].

Una curva  $\varepsilon$  vs  $\sin^2(\phi)$ , también definible como  $d$  vs  $\sin^2(\psi)$ , puede indicar diversos comportamientos en función de la geometría de su curva [92]:

- Comportamiento Elíptico

Este indica la existencia de esfuerzos normales en función de la pendiente del eje mayor de la elipse, a tensión si es positiva o a compresión si es negativa. La apertura de la elipse indica la existencia de los esfuerzos cortantes  $\sigma_{13}$  y  $\sigma_{23}$  (Figura 2.28 (a)).

- Comportamiento Lineal

Un caso particular del comportamiento elíptico en el que los los esfuerzos cortantes  $\sigma_{13}$  y  $\sigma_{23}$  son ínfimos, por lo que la apertura de la elipse es casi 0. Este comportamiento puede ser usado como una validación de la consideración de esfuerzo plano ya que indica esfuerzos cortantes despreciables en la dirección perpendicular a la muestra.

- Comportamiento “Snake”

El comportamiento llamado “snake” hace referencia a una curva irregular que puede no guardar ninguna semejanza con una elipse (Figura 2.28 (b)). Este comportamiento es indicativo de un campo de deformación heterogéneo, la presencia marcada de una orientación preferencial o una combinación.

## 3 Desarrollo Experimental

### 3.1 Generación de Cintas

Para la generación de las cintas se empleó un equipo Melt Spinner Edmund Bühler (Figura 3.1).



Figura 3.1: Melt Spinner marca Edmund Bühler del Laboratorio del Tratamientos Térmicos del IPICYT.

La metodología de este proceso se describe a continuación:

Antes de comenzar, se optó por una atmósfera controlada de helio, pues, al ser el gas inerte más ligero, ayuda a evitar la oxidación y opone la menor resistencia al flujo del material.

Primero, el material fue fundido mediante levitación por inducción a una temperatura de alrededor de  $750\text{ }^{\circ}\text{C}$  en un crisol de cuarzo con un orificio de  $1120\text{ }\mu\text{m}$  de diámetro.

Posteriormente, el material fundido fue eyectado al aplicar una sobre-presión de  $0.2\text{ bar}$  aplicada en el lado contrario al orificio del crisol. La sobre-presión se generó empleando helio.

El material salió del crisol e impactó sobre la superficie de la rueda de cobre en movimiento.

La rapidez que puede alcanzar el equipo Edmund Bühler es de hasta  $50\text{ m/s}$ , sin embargo por seguridad del mismo, se emplearon las rapideces  $15\text{ m/s}$ ,  $25\text{ m/s}$ ,  $35\text{ m/s}$  y  $45\text{ m/s}$  para obtener distintas condiciones de solubilidad.

Las cintas generadas presentaron una geometría continua, un ancho de alrededor de  $2\text{ mm}$  y un espesor del orden de  $40\text{ }\mu\text{m}$ .

Un punto importante a destacar es que las cintas presentan un “corrugado” a lo largo (Figura 2.6). Dicho “corrugado” parece aumentar a la par de la rapidez de proceso.



Figura 3.2: Cinta producida a 45  $m/s$ .

Con la finalidad de generar una aleación de referencia para este estudio, se fundió por inducción un lingote de AA 7075-T6 a 750 °C y se dejó enfriar al ambiente dentro del mismo crisol de cuarzo y conservando la atmósfera de helio.

## 3.2 Obtención de los patrones de difracción

Todas las mediciones que involucraron la difracción de rayos X fueron realizadas con un difractómetro Rigaku UltimaIV (Figura 3.3).



Figura 3.3: Difractómetro Rigaku UlitmaIV del IIM.

El ancho instrumental del equipo Rigaku UltimaIV fue determinado previamente mediante la obtención de las contribuciones lorentzianas y gaussianas de la medición de un estándar de calibración de hexaboruro de lantano ( $\text{LaB}_6$ ) [97].

Dicha calibración mostró que el tamaño máximo de dominio cristalino interpretable es de  $\approx 150 \text{ nm}$ .

Para la obtención de los diversos patrones de difracción se determinó un rango en  $2\theta$  de  $35^\circ$  a  $140^\circ$  con un paso de 0.02 entre cada medición. Cada medición se realizó a una rapidez de  $0.15^\circ/\text{min}$ .

Con la intención de estudiar la reproducibilidad, se realizaron entre 2 y 3 mediciones para cada cinta tomando diferentes tramos de las mismas.

### 3.2.1 Análisis de los patrones de difracción

Al comparar los picos correspondientes al plano (220) de la fase  $\alpha\text{-Al}$  de las distintas muestras con un pico de  $\text{LaB}_6$  próximo, se puede apreciar una definición muy parecida del pico secundario  $K_{\alpha 2}$  entre ellos (Figura 3.4), esto puede llevar a pensar que el ancho de las muestras es muy próximo al ancho instrumental del equipo.

Para corroborar la sospecha anterior se midió, con la ayuda del software WinPLOTR, el FWHM de cada pico de cada patrón y se graficó, en función de la posición  $2\theta$ , junto con la misma curva para el patrón de  $\text{LaB}_6$  de calibración y para una condición de la misma aleación AA 7075-T6 sometida a 4 pasos del proceso de Deformación Plástica Severa (SPD) conocido como Corrugado y Planchado Repetitivo (RCS), condición en la que se pueden esperar micro-deformaciones residuales importantes, pero que sólo alcanzó un tamaño de dominio cristalino de  $56.1 \mu\text{m}$  [9] (Figura 3.5).

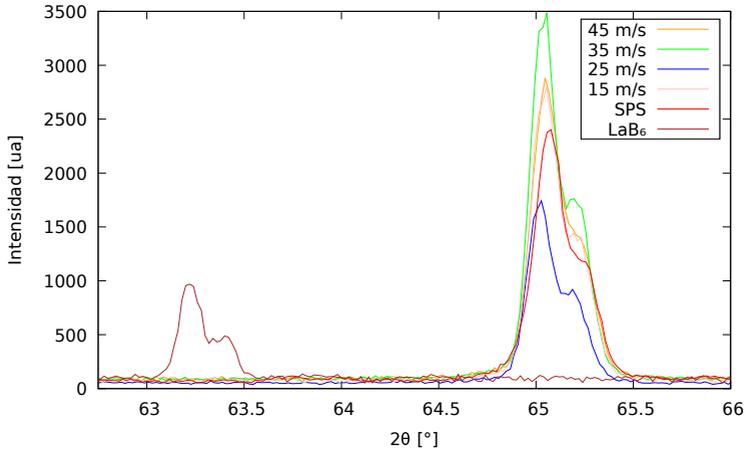


Figura 3.4: Comparación de la definición del pico secundario  $K_{\alpha 2}$  en el pico (222) con respecto al estándar LaB<sub>6</sub>.

Como se puede observar en la Figura 3.5, los ensanchamientos de los picos de las muestras estudiadas no superan a la condición sometida a SPD.

Debido a que se espera un tamaño de dominio cristalino superior al correspondiente al ancho instrumental del equipo (Sección 2.5) y se sabe que el proceso de MS puede inducir deformaciones residuales en el material debido a los gradientes térmicos que se generan (Sección 2.4, Sección 2.7), se optó por emplear un modelo que excluya el tamaño de dominio cristalino para el refinamiento de Rietveld (Sección 2.9.2).

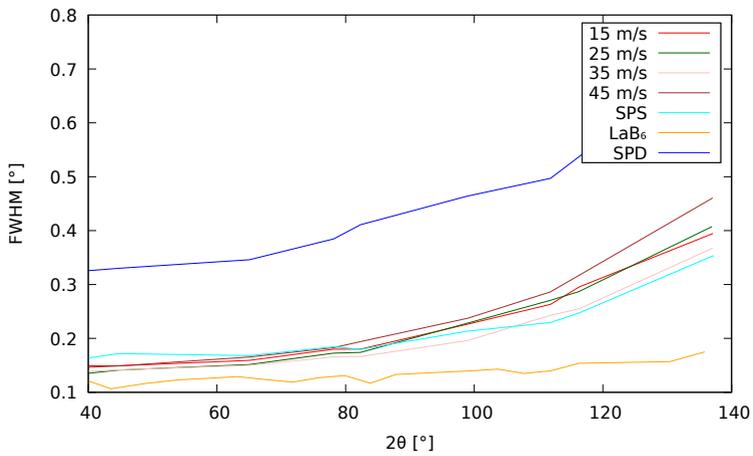


Figura 3.5: Comparación de FWHM de las cintas y el consolidado por SPS con respecto al estándar LaB<sub>6</sub> y a una muestra sometida a SPD.

### 3.3 Medición de textura cristalográfica

Como se describió en la Sección 2.6, en este trabajo se optó por medir la textura mediante difracción de rayos X.

Para el procesamiento de las mediciones obtenidas se recurrió al módulo `MTEX` \* del programa `MatLab` que permite generar la ODF de una muestra mediante las mediciones de figuras de polo.

A forma de parámetros de comparación, se generaron dos mediciones teóricas. Una medición correspondiente a una textura tipo fibra  $\gamma$  ideal y otra correspondiente a una textura aleatoria, éstas serán empleadas en particular al comparar los resultados obtenidos del análisis de las ODF (Sección 3.3.2).

#### 3.3.1 Obtención de figuras de polo

Las mediciones de figuras de polo por difracción de rayos X se llevaron a cabo con la siguiente metodología:

Primero, se seleccionó el polo que se quería medir. Para este trabajo se seleccionaron los polos (111), (200) y (220).

Posteriormente se emplearon los patrones de difracción obtenidos en la Sección 3.2 para determinar la posición  $2\theta$  del pico correspondiente al polo de interés.

---

\*MTEX (2021, Agosto 3). MTEX Toolbox. Tomado de: <https://mtex-toolbox.github.io/index.html>

Una vez obtenida la posición  $2\theta$  se configuró el emisor y detector del difractómetro para que mantuvieran la condición de Bragg con dicho valor de  $\theta$  durante toda la medición (Figura 3.6). Esto permitirá detectar sólo la posición del polo de interés.

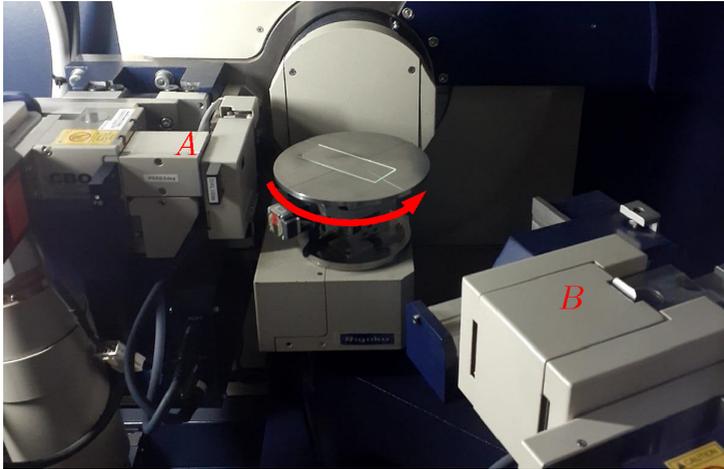


Figura 3.6: Configuración del difractómetro para medir figuras de polos. (A) el emisor, (B) el detector y la flecha roja ilustra la rotación de la muestra.

Ya configurado el emisor y el detector, se procedió a hacer girar la muestra de tal forma que el haz incidente barriera la misma en términos de los ángulos  $\alpha$  y  $\beta$  descritos en la Sección 2.9.5 (Figura 3.7).

El propósito de realizar este barrido es generar el plano ecuatorial en donde se proyecta la figura de polo. En esta proyección, la posición del polo de interés es generada por la intensidad de difracción registrada en

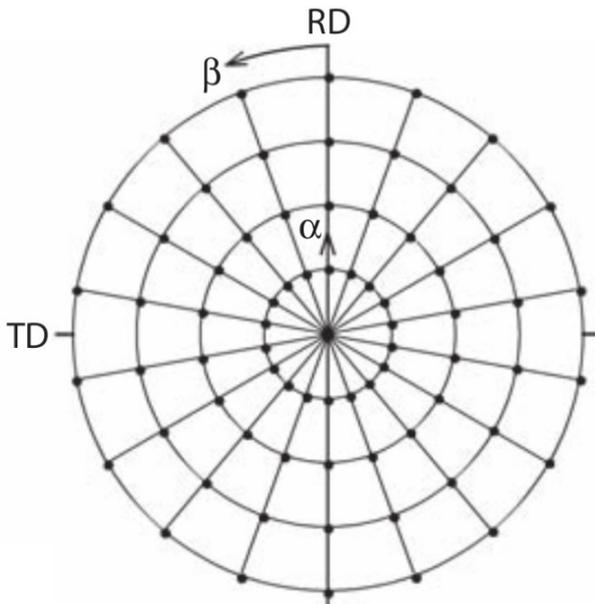


Figura 3.7: Barrido del plano ecuatorial en términos de  $\alpha$  y  $\beta$  [59].

cada punto  $(\alpha, \beta)$ , siendo máxima en el punto donde se ubica dicho polo.

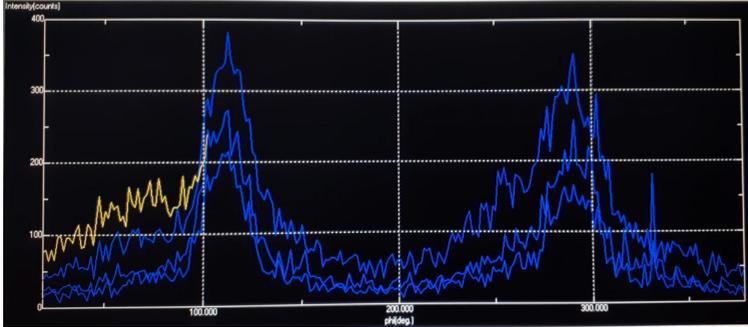


Figura 3.8: Mediciones de intensidad de difracción variante en  $\beta$  a valores de  $\alpha$  fijos.

En la Figura 3.8 se puede ver el proceso antes descrito. El difractómetro genera una curva para cada valor determinado de  $\alpha$  donde mide la intensidad en función de el giro completo de la muestra, es decir, en un rango de  $\beta$  de  $0^\circ$  a  $360^\circ$ .

El resultado final se gráfica en una plano ecuatorial como se muestra en la Figura 3.9. Debe notarse que la intensidad medida está expresada en términos de una escala de colores.

Las mediciones son almacenadas como triadas de valores  $\alpha$ ,  $\beta$  e *intensidad medida* en un archivo para cada figura de polo. Estos archivos son empleados por MTEX para el cálculo de la ODF.

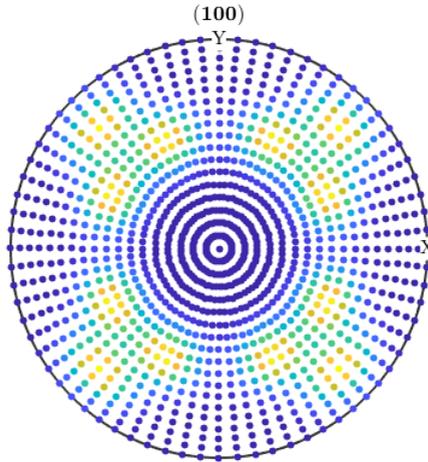


Figura 3.9: Ejemplo de figura de polo del polo (100).

### 3.3.2 Cálculo de ODF y fracción de volumen

El módulo MTEX requiere un conjunto de mediciones de figuras de polo para poder calcular la ODF. Para el caso de un sistema cúbico como el que se tiene, es suficiente con tres mediciones: (111), (200) y (220).

El programa compagina las tres mediciones para poder generar matemáticamente una función ODF que describa la textura de la muestra estudiada. Esta función es representada en el espacio de Euler en forma de una superficie como se mostrará en la Sección 4.4.3.

Una vez obtenida la ODF, el módulo MTEX permite realizar una variedad de cálculos de utilidad para el análisis de la textura. Uno de gran interés para este trabajo es el del cálculo de la fracción de volumen.

La fracción de volumen se puede obtener mediante el comando `volume*`. Éste permite generar una ODF teórica correspondiente a una textura de interés, en el caso de este trabajo la textura tipo fibra  $\gamma$ , y calcular la fracción de volumen de una ODF experimental que coincide con la misma. Para lo anterior se debe definir una tolerancia angular entre ambas ODFs, a ésta se le conoce como, ángulo de desorientación.

Este comando tiene limitaciones, como la incapacidad de incluir la intensidad medida en él, por lo que no debe considerarse como una representación física de la población de dominios cristalinos estudiada.

Sin embargo, esta herramienta es muy útil para el estudio de existencia de una textura dada en una muestra [94], como es el caso de este trabajo.

### 3.3.3 Cálculo de figuras de polo inversas

Para el cálculo de las figuras inversas de polo se empleó el comando `plotIPDF**`, el cual permite generar estas figuras a partir de la ODF calculada y referenciar las orientaciones contenidas en ésta en términos del sistema de referencia externo, el cuál fue definido por las mediciones de figuras de polo (Sección 3.3.1).

---

\*MTEX (2021, Agosto 3). `volume`. Tomado de: <https://mtex-toolbox.github.io/ODF.volume.html>

\*\*MTEX (2021, Agosto 3). `plotIPDF`. Tomado de: <https://mtex-toolbox.github.io/orientation.plotIPDF.html>

### 3.4 Evaluación de Macro-esfuerzos residuales

Como ya se mencionó en la Sección 2.9.8, la evaluación de macro-esfuerzos residuales por difracción de rayos X consiste en medir la variación en la posición de un pico de difracción determinado.

En primera instancia, se debe seleccionar el pico del cual se medirá su variación. Es recomendable optar por un pico con una posición alta en  $2\theta$ , pues, por ley de Bragg, su posición es más sensible a variaciones de  $d_{hkl}$  (Sección 2.9). Matemáticamente ésto se puede apreciar al despejar  $d_{hkl}$  de la ley de Bragg, en función de  $\theta$  como se muestra a continuación:

$$d_{hkl} = \frac{n \lambda}{2 \sin(\theta)}$$

Considerando que  $n$  y  $\lambda$  no varían, se puede observar que el cambio de  $d_{hkl}$  se da en función de  $\sin(\theta)$ , esto indica que conforme  $\theta \rightarrow 90^\circ$ , es decir  $2\theta \rightarrow 180^\circ$  un mismo cambio dado en  $d_{hkl}$  implicará un cambio cada vez mayor en  $2\theta$  como se muestra en la Figura 3.10.

Para este trabajo se seleccionó el pico (422) del aluminio el cual difracta aproximadamente en  $2\theta \approx 138^\circ$ .

Ya definiendo el pico a estudiar, se define un rango de barrido en  $2\theta$  al rededor de la posición del pico. El rango debe de ser lo suficientemente amplio para poder apreciar cualquier corrimiento. Un rango que contemple una

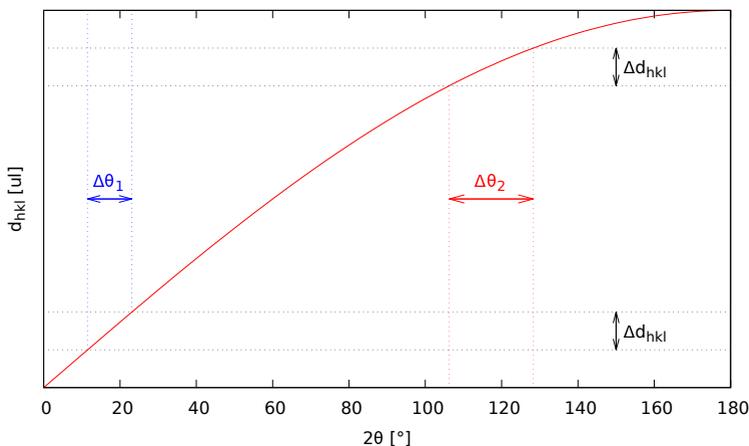


Figura 3.10: Variación de  $\Delta\theta$  en distintos puntos del rango de  $2\theta$  para un mismo  $\Delta d_{hkl}$ .

deformación de  $\varepsilon = \pm 0.001$  sobre  $d_0$  suele ser suficiente.

Como se mencionó en la Sección 2.9.9, la medición debe de ser multi-direccional, por lo que se define un conjunto de direcciones  $\hat{n}$  definidas por los ángulos  $\phi$  y  $\psi$ .

Debido a que se obtuvo el tensor de macro esfuerzos residuales, se realizaron medidas con tres valores fijos de  $\phi = 0^\circ, 45^\circ, 90^\circ$ . La selección de estos valores será explicada en la Sección 4.5.1.

Al fijar un valor en  $\phi$ , las direcciones de medición sólo se vuelven dependientes de  $\psi$ , por lo que se debe de configurar el difractómetro de tal forma que se mantenga la condición de Bragg, en el rango ya determinado en  $2\theta$ , mientras se efectúa el desplazamiento en  $\psi$ .

Como se muestra en la Figura 3.11, se debe definir un ángulo  $\alpha$  tal que permita inclinar la perpendicular al plano de difracción (S) a la posición  $\psi$  deseada, ésto sin modificar la condición de Bragg entre el haz emitido (E) y el haz difractado (D). Esto debe conservarse para cada valor  $2\theta$  del rango definido [98].

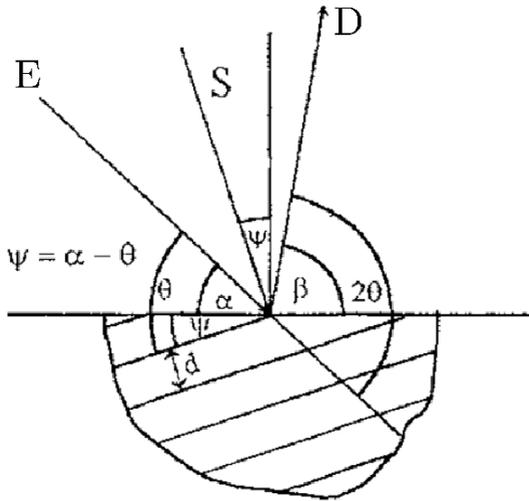


Figura 3.11: Configuración para medición de  $d_{hkl}$  con  $\psi$  variable [98].

Debe notarse que los valores para  $\alpha$  o  $\beta$  no pueden ser negativos, pues en dado caso el emisor o el detector, respectivamente, tendrían que posicionarse por debajo de la muestra por lo que se deben definir los valores permisibles de  $\psi$  para realizar la medición (Figura 3.12).

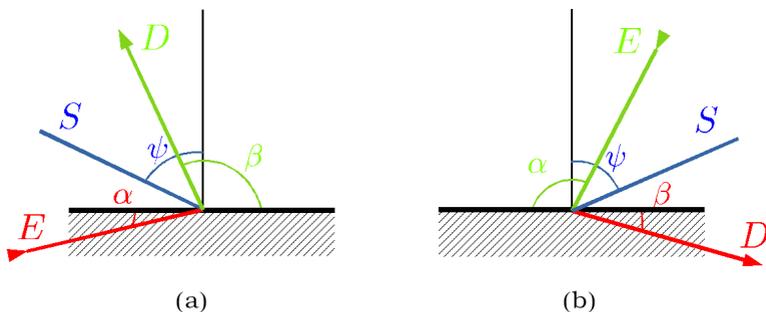


Figura 3.12: Configuraciones no permisibles de  $\psi$ . (a)  $\alpha$  negativa y (b)  $\beta$  negativa.

Tomando ésto en cuenta, para este trabajo se utilizaron los valores  $\psi = 0^\circ, -10^\circ, -20^\circ, -30^\circ, -40^\circ, -50^\circ, 5^\circ, 15^\circ, 25^\circ, 35^\circ, 45^\circ$  para cada valor de  $\phi$ .

Para cada valor de  $\phi$  se obtienen un conjunto de mediciones como se muestra en la Figura 3.13. Se obtiene la posición en  $2\theta$  para cada pico mostrado y, mediante ley de Bragg, se obtiene su valor de  $d_{hkl}$  correspondiente.

Una vez determinado el valor de cada  $d_{hkl}$ , se genera un archivo de dos columnas que relaciona dicho valor con su correspondiente valor de  $\psi$ .

Para cada muestra se generaron tres archivos correspondientes a los tres valores de  $\phi$ . Estos archivos son procesados por un programa que permita calcular las distintas representaciones de los macro-esfuerzos residuales descritas en la Sección 2.9.8.

Para el cálculo de macro-esfuerzos residuales existen

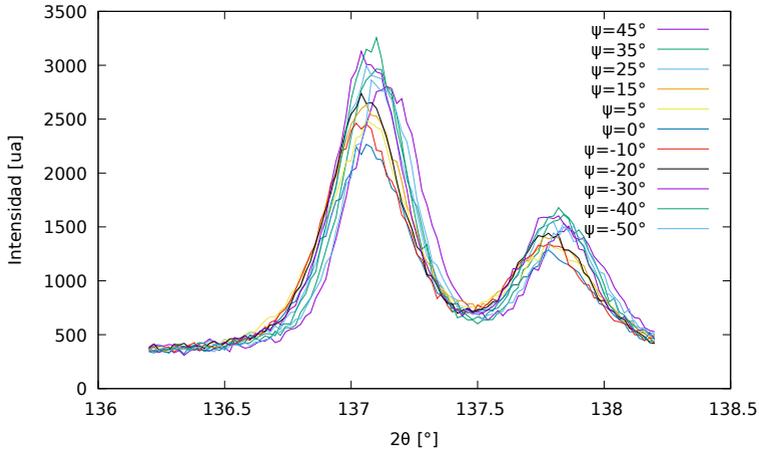


Figura 3.13: Picos de difracción obtenidos a  $\phi = 0^\circ$  para la cinta producida a  $35\text{ m/s}$ .

programas como **STRESS**, del proveedor Bruker, que permiten determinar tanto las curvas  $\sin^2(\psi)$  vs  $d$  así como el tensor de macro-esfuerzos residuales.

Sin embargo este programa, al ser de código cerrado, sólo puede procesar datos medidos con difractómetros de dicho proveedor.

Para poder realizar el cálculo a partir de los datos obtenidos por el difractómetro Rigaku UltimaIV, se desarrolló y empleó un programa propio que se denominará **LebaER**. El desarrollo y proceso de validación serán discutidos más adelante en el apartado de Resultados en la Sección 4.5.1.

Para la evaluación de los macro-esfuerzos residuales

en las cintas producidas a distintas condiciones, así como en el consolidado por SPS, se consideraron los valores isotrópicos  $E = 70,000 \text{ MPa}$  y  $\nu = 0.35$  del aluminio [4].

### 3.5 Consolidado por SPS

Los ensayos de SPS se realizaron en el Centro de Investigación e Innovación Tecnológica (CIITEC) del Instituto Politécnico Nacional. Se empleó el equipo de sinterizado por arco eléctrico Dr. Sinter (Figura 3.14).



Figura 3.14: Equipo para consolidado por arco eléctrico Dr. Sinter del CIITEC.

Para evaluar el impacto del SPS en la micro-estructura de las cintas se hicieron tres ensayos de consolidación empleando cintas producidas a  $25\text{ m/s}$ .

Cada ensayo se realizó a una temperatura distinta, manteniendo constantes los parámetros de proceso, tal como se muestra en la Tabla 3.1.

Parámetro de proceso	Valor constante
Temperatura de consolidado ( $T$ )	$150\text{ }^{\circ}\text{C}$ , $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ , $350\text{ }^{\circ}\text{C}$
Rapidez de calentamiento ( $v_T$ )	$50\text{ K/s}$
Carga de compresión ( $w$ )	$2\text{ kN}$
Vacío de la cámara ( $P_{vac}$ )	$10^{-2}\text{ bar}$

Tabla 3.1: Parámetros de proceso fijos durante el consolidado por SPS

De los ensayos resultantes se seleccionó el realizado a  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  pues éste presentó la mejor consolidación aparente (Figura 3.15)



Figura 3.15: Consolidado por SPS ( $T = 350\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

## 3.6 Refinamiento de Rietveld

Para realizar los refinamientos de Rietveld se empleó la paquetería FullProf Suite.

Debido a que se determinó que el tamaño de dominio cristalino de las distintas muestras excedía el rango de medición del equipo (Sección 3.2.1), se optó por excluir las componentes  $Y$  y  $I_g$  del modelo descrito en la Sección 2.9.2.

En caso de corroborarse la validez del MgO como "estándar interno", se realizará un primer refinamiento con alguna de las muestras para determinar el cero del goniómetro a partir del parámetro de red de dicho estándar. Posteriormente se empleará dicho parámetro para ajustar las mediciones restantes.

Los resultados obtenidos fueron corroborados por un modelo distinto que también sólo considera las micro-deformaciones (Anexo).

## 3.7 Ensayos de microdureza Vickers

Los ensayos de micro-dureza Vickers se efectuaron sobre las distintas cintas generadas y sobre las aleaciones AA 7075-T6 y AA 709.0 para tener una referencia con las cuales comparar los resultados de las cintas. Se empleó un microdurómetro Shimadzu HMV-G.

Para determinar una carga apropiada bajo los criterios expuestos en la Sección 2.2.2 se empleó la carga

mas baja permisible por el equipo: 98.01  $mN$  correspondientes a  $\sim 10 gf$ .

Se realizaron algunos ensayos de prueba en los que se midió el valor de la diagonal promedio  $D$  generada por la muestra. El valor promedio de  $D$  a partir de dichos ensayos fue 10.37  $\mu m$  lo cual corresponde a una profundidad de penetración promedio de  $\approx 1.48 \mu m$  correspondiente a una dureza de  $\approx 172.44 HV$  (Sección 2.2.2).

Debido a que el espesor de las cintas se determinó como aproximadamente 40  $\mu m$  (Sección 3.1) y los criterios de validez del ensayo de micro-dureza Vickers permiten una penetración de aproximadamente 4  $\mu m$  para este caso (Sección 2.2.1), se considera que la carga de 98.01  $\mu m$  es la conveniente para los ensayos para los ensayos.

## 4 Resultados y Discusión

### 4.1 Identificación de Fases

Previo a la identificación de fases se indexaron los picos de la fase  $\alpha$ -Al presentes en los patrones de difracción correspondientes a las distintas condiciones de estudio (Figura 4.1).

Como se puede observar en la Figura 4.2, en todas las condiciones en las que se estudió el material se encuentra la presencia de la fase  $\alpha$ -Al [99] así como el MgO [100].

A su vez, se puede apreciar en la muestra AA 7075-T6 la presencia de la fase  $\eta$  [101] y la Fase  $\theta$  [102], una fase característica de la aleación (Sección 2.1.2).

En el caso de la muestra generada por enfriamiento convencional, se puede observar la presencia de la fase  $\eta$  como única adición a las fases ya mencionadas. Por lo anterior, y de acuerdo a las características descritas en la Sección 2.1.3, ésta se estableció como la aleación de referencia para este estudio. Se le denominara AA 709.0.

Es importante destacar que como se puede ver en la Figura 4.3, para el caso de todas las cintas generadas a distintas rapidezces de proceso, no hay fases secundarias identificables; corroborando lo planteado en la Sección 2.5.

El proceso de MS logró una solubilización significativa de los elementos aleantes; aparentemente inhibiendo la formación significativa de las fases características del

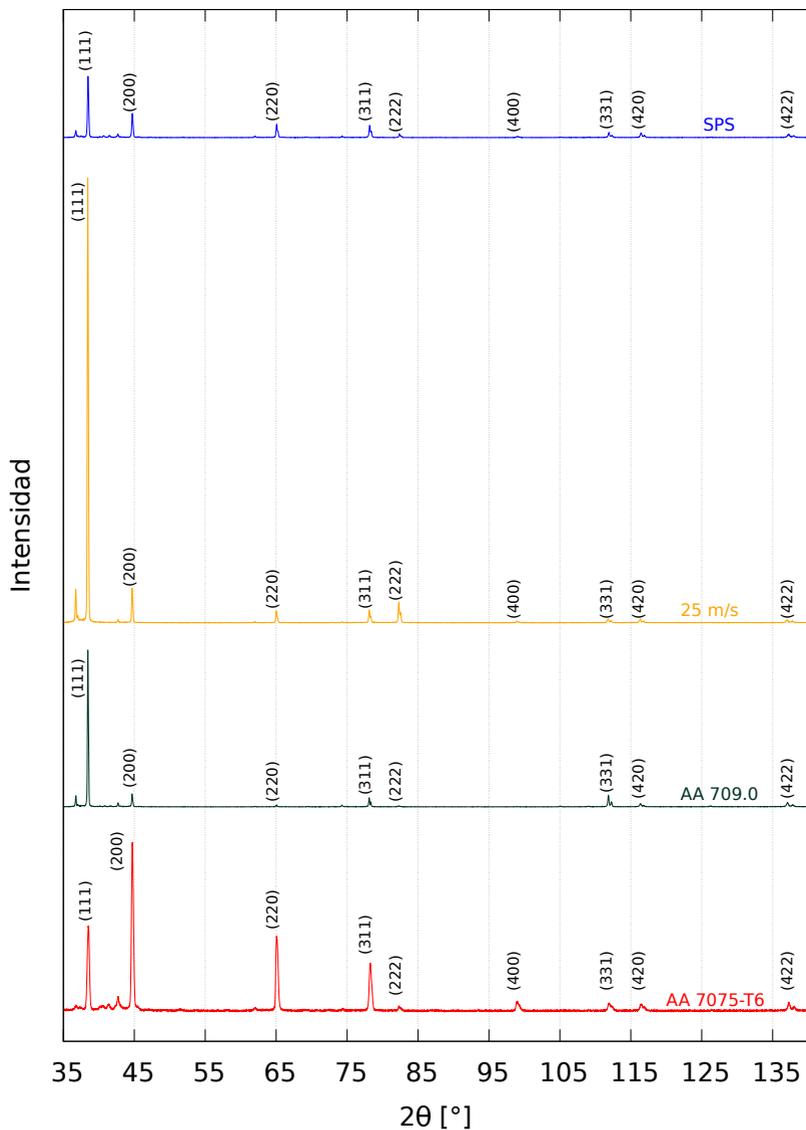


Figura 4.1: Picos de aluminio presentes en AA 7075-T6, AA 709.0, la cinta producida a  $25\text{ m/s}$  y en el consolidado por SPS.

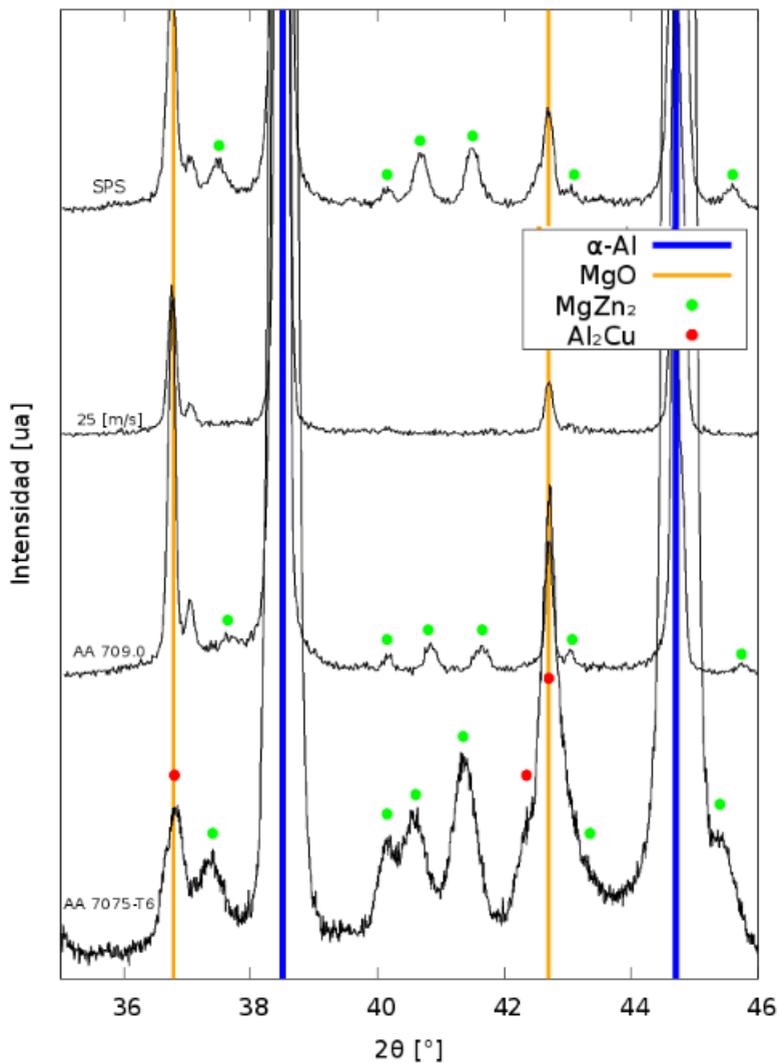


Figura 4.2: Fases identificadas en AA 7075-T6, AA 709.0, la cinta producida a 25 *m/s* y en el consolidado por SPS.

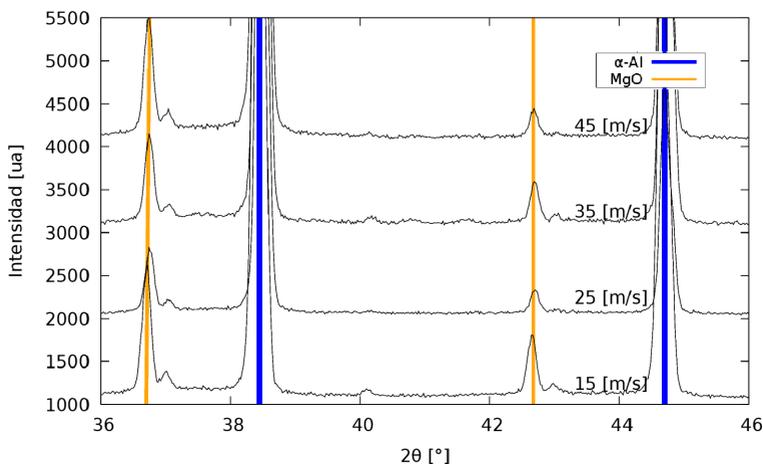


Figura 4.3: Fases identificadas en las cintas generadas a distintas rapidezces.

sistema.

Para el caso del SPS se puede observar la presencia de las mismas fases presentes en las cintas con la adición de una fase  $\eta$  pero con algunos picos desplazados a la izquierda. Esto puede atribuirse a una condición meta-estable que altera la distancia interplanar  $d_{hkl}$  de algunos planos cristalinos.

Debido a que se puede observar que ningún pico perteneciente a ninguna de las fases se yuxtapone en este patrón (Sección 2.9.3) y se sabe que el MgO posee una estabilidad térmica y estequiométrica (Sección 2.1.2), se corrobora la validez de emplear el mismo como una fase de referencia adecuada en las mediciones subsecuentes.

## 4.2 Análisis cualitativo de solubilidad

Al comparar los patrones de difracción correspondientes a las distintas condiciones tomando como referencia los picos correspondientes al "estándar interno" MgO, se puede apreciar un orden general en la aparición de los picos correspondientes a las fase  $\alpha$ -Al.

Como se muestra en la Figura 4.4, el pico mas desplazado a la derecha es el correspondiente a la cinta producida a 25 *m/s*, posteriormente se pueden apreciar que los picos correspondientes a las cintas generadas a las rapidezces de proceso restantes se encuentran en una posición similar entre ellas y, finalmente, el pico más desplazado a la derecha es el correspondiente a la condición de SPS.

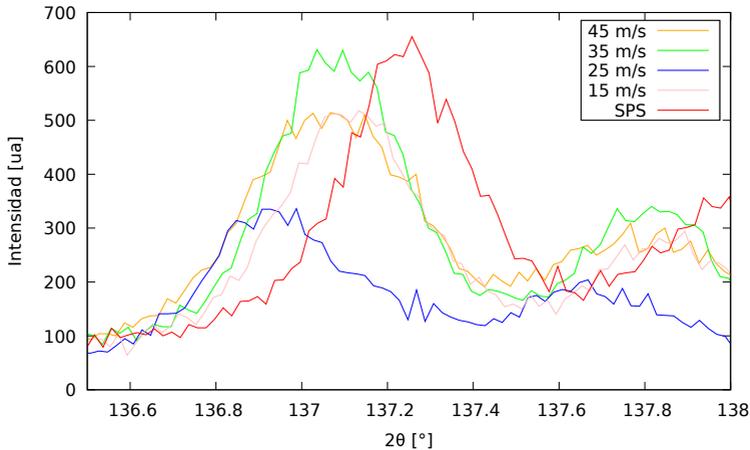


Figura 4.4: Posiciones del pico de difracción (422) de las distintas cintas y el consolidado por SPS.

Lo anterior parece indicar que la cinta producida a

25 *m/s* presenta el parámetro de red mas expandido y el consolidado por SPS el mas contraído. Para corroborar estas impresiones de manera cuantitativa, se recurre al refinamiento de Rietveld.

### 4.3 Refinamiento de Rietveld

Con el refinamiento de Rietveld que se describió en la Sección 3.6 se calcularon los valores de parámetro de red y micro-deformaciones presentes en las distintas muestras estudiadas (Tabla 4.1).

Muestra	Parámetro de Red [ <i>nm</i> ]	$\mu\varepsilon \times 10^{-4}$
15 <i>m/s</i>	0.40545	6.6
25 <i>m/s</i>	0.40569	6.2
35 <i>m/s</i>	0.40552	5.5
45 <i>m/s</i>	0.40552	7.6
<i>SPS</i>	0.40526	9.3

Tabla 4.1: Valores de parámetro de red y micro deformaciones calculados por el refinamiento de Rietveld

Ya que el refinamiento de Rietveld es un proceso de ajuste por mínimos cuadrados, se emplea un factor de ajuste  $\chi^2$  para determinar la bondad de ajuste. Un valor  $\chi^2 \approx 2$  es considerado como un buen ajuste.

En la Tabla 4.2 se muestran los factores  $\chi^2$  de ajuste así como los factores Bragg R y R-F.

Hay que mencionar que, debido a la validación del MgO como "estándar interno" (Sección 4.1), se consideró

el mismo en los cálculos mostrados.

Muestra	Bragg R	RF	$\chi^2$
15 <i>m/s</i>	1.715	1.481	<b>2.5762</b>
25 <i>m/s</i>	2.15	2.07	<b>1.9187</b>
35 <i>m/s</i>	1.763	1.123	<b>2.0607</b>
45 <i>m/s</i>	1.245	0.8166	<b>1.8642</b>
<i>SPS</i>	2.199	1.473	<b>2.7671</b>

Tabla 4.2: Valores de ajuste de los refinamientos de Rietveld.

Como se puede observar en la Tabla 4.1, la condición con el parámetro de red mas grande es la cinta producida a 25 *m/s*, seguida de las cintas producidas a 35 *m/s* y 45 *m/s* con un parámetro de red muy similar, posteriormente se encuentra la cinta producida a 15 *m/s* con un valor ligeramente inferior a las precedentes y, finalmente, el consolidado por SPS es el que exhibe el parámetro de red mas bajo.

Es importante remarcar que los valores de micro-deformaciones son muy bajos, pero parecen tener una ligera tendencia a aumentar.

Debe notarse que el valor mas alto de micro-deformaciones residuales está presente en el consolidado por SPS. Ésto será explicado mas adelante en la Sección 4.5.4.

Tanto por el análisis cualitativo de las posiciones de los picos de difracción (Sección 4.2), así como por el análisis cuantitativo de los cambios en los parámetros de red obtenidos por el refinamiento de Rietveld (Sección 4.3), se puede observar una priorización en el orden en el que los elementos entran de forma mayoritaria en solubilización en función de la rapidez de proceso. Esta priorización se explica a continuación.

La solubilidad aumenta en el sistema generando un crecimiento en el parámetro de red, el cual alcanza un máximo en la condición de 25  $m/s$ . Posteriormente se genera un decremento visible hasta 45  $m/s$ .

El primer aumento puede ser atribuido a la solubilización mayoritaria del magnesio, pues éste expande por sí solo el parámetro de red (Sección 2.3.2) y es el que mejor cumple los criterios de Hume-Rothery (Sección 2.3.1).

Al alcanzar una mayor rapidez de enfriamiento, a 35  $m/s$ , la solubilidad aumenta a tal grado que permite que el zinc y el cobre entren en solución sólida a pesar de su gran diferencia de radio atómico con respecto al aluminio (Sección 2.3.1), lo cual indica que éstos pueden ser los causantes de la contracción del parámetro de red (Sección 2.3.2).

Este fenómeno es consistente con algunos criterios de Hume-Rothery (Sección 2.3.1), como la diferencia de radio atómico, la valencia de los elementos y la electronegatividad de los mismos.

Este incremento en la solubilidad puede ser respaldado por el ligero incremento en los valores de micro-deformaciones residuales (Sección 4.3) atribuibles a la generación de campos de esfuerzos producto de la solución sólida (Sección 2.3).

Se observa un decremento en los parámetros de red del consolidado por SPS con éste respecto a los parámetros de la cinta generada a 25 *m/s*. Ya que existe una aparente formación meta-estable de fase  $\eta$  en el sistema (Sección 4.1), este decremento en el parámetro de red es atribuido a una posible desolubilización de magnesio y zinc almacenado en la fase  $\alpha$ -Al.

Como se discutió en la Sección 2.4, es esperable que los procesos de solidificación rápida generen una cristalización inestable que induzca defectos cristalinos en el material, lo cual puede generar la presencia de micro-deformaciones residuales (Sección 2.7).

Mediante el refinamiento de Rietveld (Sección 4.3), se encontró que las micro-deformaciones residuales presentes en las diversas condiciones analizadas son mínimas, por lo que se puede concluir que el sistema cristaliza de una forma cuasi estable ante la variación de rapidez de proceso.

Sin embargo, al presentarse un ligero incremento en los valores de micro-deformaciones residuales, se puede suponer que, a pesar de darse en relativa estabilidad y

que dichos incrementos pueden ser producto del aumento en la solubilidad del sistema, conforme se aumente la rapidez del proceso, la estabilidad del sistema irá disminuyendo.

## 4.4 Análisis de Textura

Los resultados obtenidos a partir del desarrollo expuesto en la Sección 3.3 mostraron que la cinta producida a 25  $m/s$  fue la única que presentó una orientación preferencial o textura tipo fibra  $\gamma$ .

### 4.4.1 Figuras de polo

Como se observa en la Figura 4.5, las figuras de polo correspondientes a la cinta producida a 25  $m/s$  presentan una textura tipo fibra  $\gamma$ .

Para el caso de las cintas producidas a 15  $m/s$ , 35  $m/s$  y 45  $m/s$  se observó una textura aleatoria.

### 4.4.2 Figuras de polo inversas

Mediante el análisis de las figuras de polo inversas se puede corroborar lo expuesto en la Sección 4.4.1 pero esta vez con referencia a la geometría de las cintas.

Como se puede observar en la Figura 4.6, la cinta producida a 25  $m/s$  presenta una intensidad máxima en la dirección  $[1\bar{1}\bar{1}]$  de la figura 001. Dicha configuración es

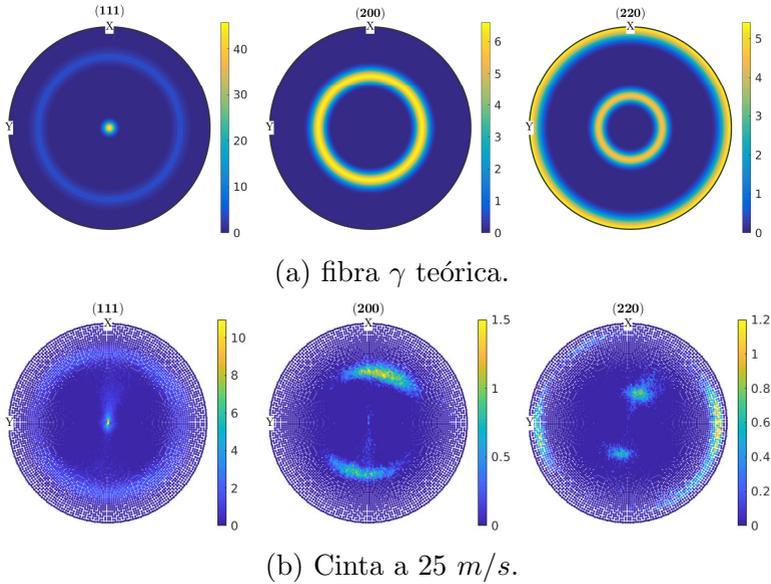


Figura 4.5: Figuras de polo con fibra  $\gamma$ .

característica de la fibra  $\gamma$  e indica que existe una población significativa de dominios cristalinos con un plano  $\{111\}$  paralelo a la superficie de la cinta (Figura 2.16).

Para el caso de las cintas restantes no se observó ninguna orientación preferencial en ningunos de los ejes de referencia definidos.

#### 4.4.3 ODF y fracciones de volumen

Los resultados obtenidos al graficar las ODF de las distintas cintas terminan de confirmar lo ya expuesto en

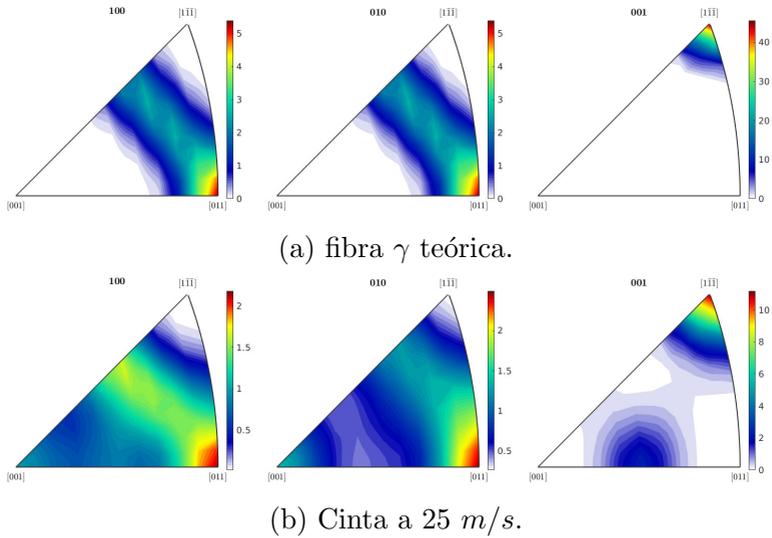


Figura 4.6: Figuras inversas de polo con fibra  $\gamma$ .

las Secciones 4.4.1 y 4.4.2.

Al comparar los volúmenes graficados de la fibra  $\gamma$  teórica y la cinta generada a 25  $m/s$  se puede apreciar una buena coincidencia cualitativa entre las mismas, considerando que una es correspondiente a un resultado experimental (Figura 4.7).

En cuanto a las cintas restantes, se puede ver que éstas no son cualitativamente coincidentes con una fibra  $\gamma$  (Figuras 4.8 y 4.9).

Al compararlas con el volumen generado de forma aleatoria (Figura 4.8a) se tiene una coincidencia apreciable.

Para obtener una comparación mas cuantitativa de las ODF se muestran los resultados de fracción de volumen obtenidos por la función `volume` del módulo MTEX descrito en la Sección 3.3.2.

En la Tabla 4.3 se muestran los valores de fracción de volumen para cada una de las cintas así como para la fibra  $\gamma$  teórica y para la medición aleatoria.

Se puede observar que los valores de fracción de volumen de las cintas producidas a 15 *m/s*, 35 *m/s* y 45 *m/s* son muy próximos al valor correspondiente a la muestra aleatoria.

Medición	Fracción volumen
fibra $\gamma$	100%
15 <i>m/s</i>	16.0%
25 <i>m/s</i>	54.3%
35 <i>m/s</i>	14.0%
45 <i>m/s</i>	16.6%
Aleatoria	12.4%

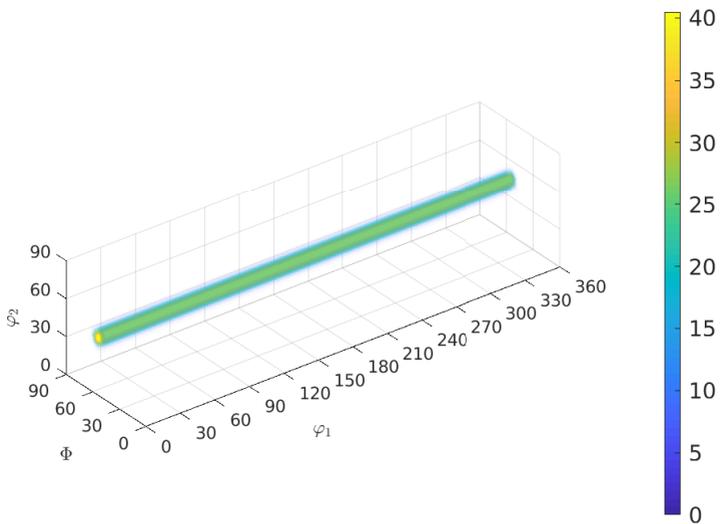
Tabla 4.3: Valores de fracción de volumen para las ODF obtenidas en términos de porcentajes

En cuanto al valor correspondiente a la cinta producida a 25 *m/s*, el cual es distante del valor de la medición aleatoria, se puede interpretar como la existencia de una cierta población de dominios cristalinos orientados de forma consecuente con la textura tipo fibra

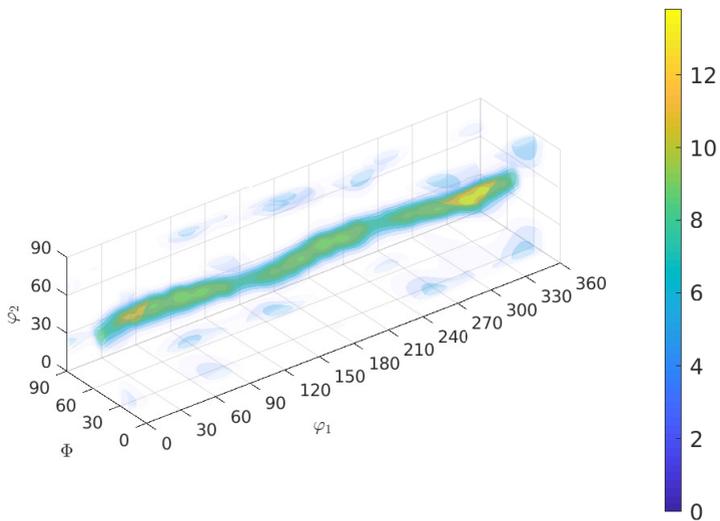
$\gamma$ .

En vista de los resultados expuestos en esta sección, se puede concluir que el proceso de MS generó una pequeña cantidad de textura tipo fibra  $\gamma$  en la cinta producida a 25 *m/s* (Sección 4.4).

Dicha rapidez de proceso se interpreta como el compromiso entre la inhibición de la cristalización de los planos de mayor energía superficial y la estabilidad de la interfaz entre el material fundido y la rueda, produciendo una cristalización preferencial de los planos  $\{111\}$  (Sección 2.6.2).

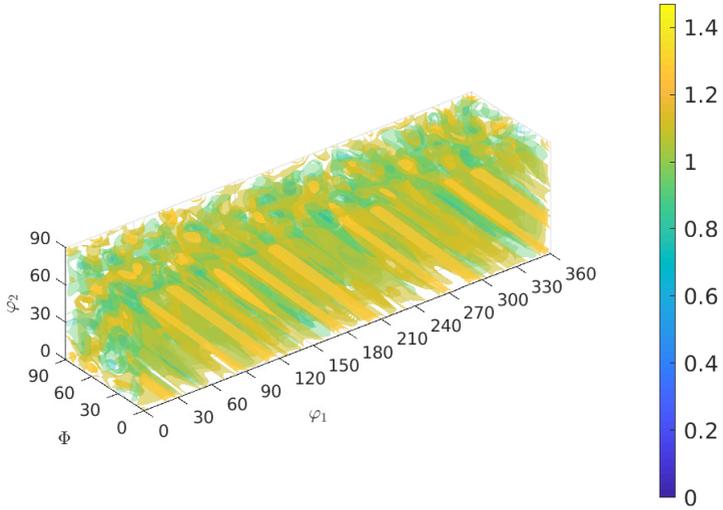


(a) fibra  $\gamma$  teórica.

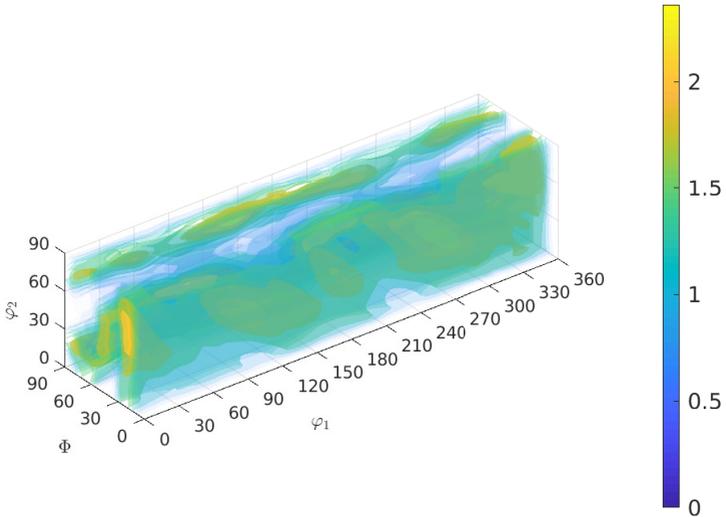


(b) a 25 *m/s*.

Figura 4.7: Funciones ODF con fibra  $\gamma$ .

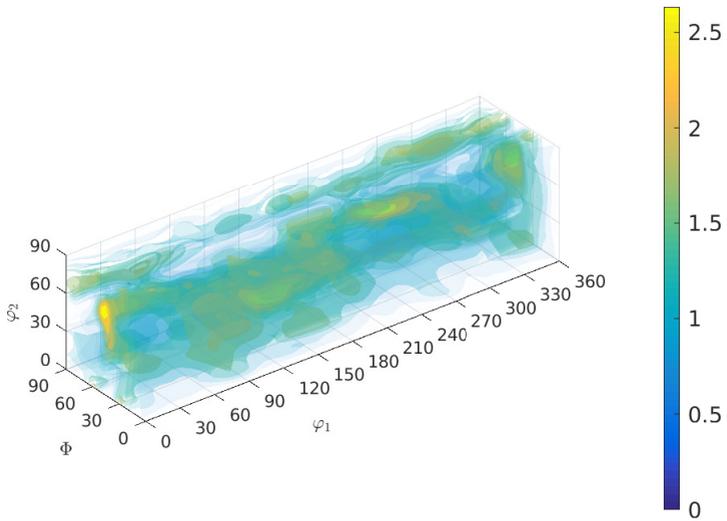


(a) ODF aleatoria.

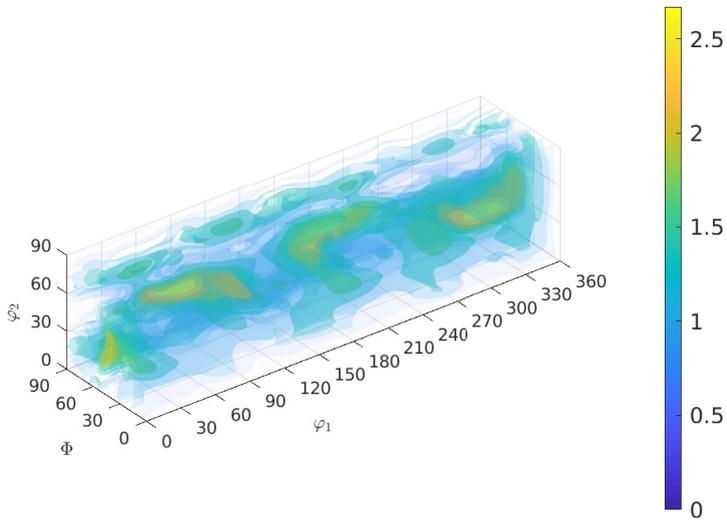


(b) a 15  $m/s$ .

Figura 4.8: Funciones ODF sin fibra  $\gamma$  (Aleatoria y 15  $m/s$ ).



(a) a  $35 \text{ m/s}$ .



(b) a  $45 \text{ m/s}$ .

Figura 4.9: Funciones ODF sin fibra  $\gamma$  ( $35 \text{ m/s}$  y  $45 \text{ m/s}$ ).

## 4.5 Análisis de propiedades mecánicas

### 4.5.1 Desarrollo y validación del programa LebaER

El programa LebaER fue desarrollado para este proyecto con el objetivo de poder calcular el tensor de macro-esfuerzos residuales así como las curvas  $\sin^2(\psi)$  vs  $d$ . Este programa fue desarrollado con el lenguaje de programación Python.

El programa se encarga, principalmente, de resolver la ecuación de deformación en términos del tensor de esfuerzos,  $\phi$  y  $\psi$  para el consideración de esfuerzo plano (Ecuación 2.20), empleando las mediciones de  $d_{hkl}$  obtenidas en la Sección 3.4.

Recordando la Ecuación 2.20:

$$\begin{aligned} \varepsilon(\phi, \psi) = & \frac{(1 + \nu)}{E} (\sigma_{11} \cos^2(\phi) + \sigma_{12} \sin(2\phi) + \sigma_{22} \sin^2(\phi)) \cdot \\ & \cdot \sin^2(\psi) + \frac{-\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) + \frac{(1 + \nu)}{E} (\sigma_{13} \cos(\phi) + \\ & + \sigma_{23} \sin(\phi)) \sin(2\psi) \end{aligned}$$

Se puede observar que se desconocen cinco términos:  $\sigma_{11}$ ,  $\sigma_{22}$ ,  $\sigma_{12}$ ,  $\sigma_{13}$  y  $\sigma_{23}$ . Estos términos corresponden a las componentes del tensor de macro esfuerzos residuales en condición de esfuerzo plano.

Para facilitar el análisis, se puede reducir el número de incógnitas al fijar el valor de  $\phi$ . Como se explicó en la Sección 2.9.9, el estudio se realiza en un espacio

tridimensional, por lo que siendo  $\phi$  el equivalente a un ángulo azimutal se pueden determinar los valores  $\phi = 0^\circ$ ,  $45^\circ$  y  $90^\circ$  como valores representativos de todo el rango de  $\phi$ .

Al evaluar el Ecuación 2.20 en los valores de  $\phi$  determinados se obtienen las Ecuaciones 4.1, 4.2 y 4.3, que son reescritas de tal forma que se aprecian como polinomios en términos de funciones de  $\psi$ .

$$\varepsilon(0^\circ, \psi) = \left( \frac{(1 + \nu)}{E} \sigma_{11} \right) \sin^2(\psi) + \left( \frac{(1 + \nu)}{E} \sigma_{13} \right) \sin(2\psi) + \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (4.1)$$

$$\begin{aligned} \varepsilon(45^\circ, \psi) = & - \left( \frac{(1 + \nu)}{E} (\sigma_{12} - \frac{\sigma_{11}}{2} - \frac{\sigma_{22}}{2}) \right) \sin^2(\psi) + \\ & + \left( \frac{(1 + \nu)}{E} (\frac{\sqrt{2}}{2} \sigma_{13} - \frac{\sqrt{2}}{2} \sigma_{23}) \right) \sin(2\psi) + \\ & - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \end{aligned} \quad (4.2)$$

$$\varepsilon(90^\circ, \psi) = \left( \frac{(1 + \nu)}{E} \sigma_{22} \right) \sin^2(\psi) - \left( \frac{(1 + \nu)}{E} \sigma_{23} \right) \sin(2\psi) + \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (4.3)$$

Debido a que las Ecuaciones 4.1, 4.2 y 4.3 están en términos de la deformación de  $d_{hkl}$  y las mediciones efectuadas son de valores de  $d_{hkl}$ , es preciso escribir dichas ecuaciones en términos de  $d_{hkl}$ .

Como se mencionó en la Sección 2.2, la deformación  $\varepsilon$  es un cambio en la longitud original del material, por lo que para el caso de  $d_{hkl}$  puede ser expresada como se muestra en la Ecuación 4.4

$$\varepsilon = \frac{d_{hkl} - d_0}{d_0} \quad (4.4)$$

A partir de la Ecuación 4.4, se pueden reescribir las Ecuaciones 4.1, 4.2 y 4.3 como las Ecuaciones 4.5, 4.6 y 4.7 respectivamente.

$$d_{hkl}(0^\circ, \psi) = d_{0\ 0^\circ} \left( \left( \left( \frac{(1 + \nu)}{E} \sigma_{11} \right) \sin^2(\psi) + \left( \frac{(1 + \nu)}{E} \sigma_{13} \right) \cdot \sin(2\psi) - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \right) + d_{0\ 0^\circ} \right) \quad (4.5)$$

$$\begin{aligned}
d_{hkl}(45^\circ, \psi) = d_{0\ 45^\circ} & \left( - \left( \frac{(1+\nu)}{E} (\sigma_{12} - \frac{\sigma_{11}}{2} - \frac{\sigma_{22}}{2}) \right) \sin^2(\psi) + \right. \\
& + \left( \frac{(1+\nu)}{E} \left( \frac{\sqrt{2}}{2} \sigma_{13} - \frac{\sqrt{2}}{2} \sigma_{23} \right) \sin(2\psi) + \right. \\
& \left. \left. - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \right) + d_{0\ 45^\circ} \right) \quad (4.6)
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
d_{hkl}(90^\circ, \psi) = d_{0\ 90^\circ} & \left( \left( \frac{(1+\nu)}{E} \sigma_{22} \right) \sin^2(\psi) - \left( \frac{(1+\nu)}{E} \sigma_{23} \right) \cdot \right. \\
& \left. \sin(2\psi) - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \right) + d_{0\ 90^\circ} \quad (4.7)
\end{aligned}$$

Donde  $d_{0\ 0^\circ}$ ,  $d_{0\ 45^\circ}$  y  $d_{0\ 90^\circ}$  son los parámetros de red no deformados para cada condición de  $\phi$ .

Estos parámetros  $d_{0\ \phi}$  deberán ser propuestos y su valor tendrá un impacto en el cálculo del tensor de macro-esfuerzos residuales. La determinación de estos parámetros será abordada mas adelante.

Al observar las Ecuaciones 4.5, 4.6 y 4.7 se tiene que todas ellas tienen la forma de la Ecuación 4.8.

$$d_\phi = d_{\phi\ 0} \left( a_\phi \sin^2(\psi) + b_\phi \sin(2\psi) + c_\phi \right) + d_{\phi\ 0} \quad (4.8)$$

El programa LebaER emplea el módulo NumPy\* de Python para realizar un ajuste no lineal mediante el algoritmo de Levenberg-Marquardt [103] y encontrar los coeficientes  $a_\phi$ ,  $b_\phi$  y  $c_\phi$  a partir de los datos obtenidos por difracción de rayos X (Sección 3.4).

El programa LebaER toma la función ajustada y la gráfica en términos de  $d_{hkl}(\sin^2(\psi))$  junto con los datos experimentales de cada medición para generar las curvas  $\sin^2(\psi)$  vs  $d$ , esto empleando el módulo matplotlib\*\*.

Una vez determinados los coeficientes  $a_\phi$ ,  $b_\phi$  y  $c_\phi$  para cada valor de  $\phi$ , se emplean las Ecuaciones 4.9, 4.13, 4.11, 4.12 y 4.13, para obtener las componentes del tensor de macro esfuerzos residuales. El valor de  $\sigma_{33}$  es 0 debido a la condición de esfuerzo plano (Sección 2.9.9).

$$\sigma_{11} = a_{0^\circ} \frac{E}{(1 + \nu)} \quad (4.9) \quad \sigma_{22} = a_{90^\circ} \frac{E}{(1 + \nu)} \quad (4.11)$$

$$\sigma_{13} = b_{0^\circ} \frac{E}{(1 + \nu)} \quad (4.10) \quad \sigma_{23} = b_{90^\circ} \cdot -\frac{E}{(1 + \nu)} \quad (4.12)$$

---

\*NumPy (2021, Agosto 5). NumPy. Tomado de: <https://numpy.org/>

\*\*matplotlib (2021, Agosto 5). Matplotlib: Visualization with Python. Tomado de: <https://matplotlib.org>

$$\sigma_{12} = a_{45^\circ} \frac{E}{(1 + \nu)} - \left( \frac{\sigma_{11} + \sigma_{22}}{2} \right) \quad (4.13)$$

Si bien las ecuaciones ya mencionadas permiten obtener los valores faltantes del tensor de macro-esfuerzos residuales, es importante mencionar la existencia de relaciones adicionales que se producen a partir del mismo ajuste no lineal (Ecuaciones 4.14, 4.15, 4.16, 4.17,).

$$(\sigma_{11} + \sigma_{22}) = c_{0^\circ} \left( -\frac{E}{\nu} \right) \quad (\sigma_{11} + \sigma_{22}) = c_{90^\circ} \left( -\frac{E}{\nu} \right) \quad (4.14) \quad (4.16)$$

$$(\sigma_{11} + \sigma_{22}) = c_{45^\circ} \left( -\frac{E}{\nu} \right) \quad (\sigma_{13} - \sigma_{23}) = \sqrt{2} b_{45^\circ} \left( -\frac{E}{(1 + \nu)} \right) \quad (4.15) \quad (4.17)$$

Como se puede observar, las relaciones adicionales obtenidas están en términos de los componentes del tensor de macro-esfuerzos residuales previamente calculados.

En un caso ideal, al sustituir los valores del tensor de macro-esfuerzos residuales en dichas relaciones, el resultado debe de ser el mismo, es decir, se pueden definir ecuaciones que calculen el error  $\epsilon$  entre los componentes del tensor de macro-esfuerzos residuales y las relaciones adicionales, dichas ecuaciones deberían ser igual a 0.

$$\epsilon_{0^\circ} = (\sigma_{11} + \sigma_{22}) - c_{0^\circ} \left( -\frac{E}{\nu} \right) \quad (4.18)$$

$$\epsilon_{45^\circ} = (\sigma_{11} + \sigma_{22}) - c_{45^\circ} \left( -\frac{E}{\nu} \right) \quad (4.19)$$

$$\epsilon_{90^\circ} = (\sigma_{11} + \sigma_{22}) - c_{90^\circ} \left( -\frac{E}{\nu} \right) \quad (4.20)$$

$$\epsilon_g = (\sigma_{13} - \sigma_{23}) - \sqrt{2} b_{45^\circ} \left( -\frac{E}{(1 + \nu)} \right) \quad (4.21)$$

El factor  $\epsilon_{0^\circ}$  (Ecuación 4.18) contempla el error entre la traza del tensor de macro-esfuerzos residuales calculados y un factor que incluye el parámetro  $c_{0^\circ}$ , el cual corresponde al ajuste de los datos obtenidos a  $\phi = 0^\circ$ , por lo que se determina que este factor es referente al error entre el tensor calculado y el ajuste en  $\phi = 0^\circ$ .

De manera semejante se determina la naturaleza del factor  $\epsilon_{45^\circ}$  (Ecuación 4.19) y  $\epsilon_{90^\circ}$  (Ecuación 4.20) como referentes al error entre el tensor de macro-esfuerzos residuales y las mediciones realizadas a  $\phi = 45^\circ$  y  $\phi = 90^\circ$  respectivamente.

Para el caso del factor  $\epsilon_g$  (Ecuación 4.21) se puede ver que relaciona la sustracción de los componentes  $\sigma_{13}$  y  $\sigma_{23}$ , obtenidos mediante los ajustes no lineales a  $\phi = 0^\circ$  y

$\phi = 90^\circ$  respectivamente, y un factor que incluye el parámetro  $b_{45^\circ}$  obtenido mediante el ajuste de los datos de la medición a  $\phi = 45^\circ$ . Debido a lo anterior, se puede considerar a este factor  $\epsilon_g$  como referente a la compatibilidad entre las tres mediciones efectuadas.

Como ya se mencionó, estos factores de error  $\epsilon$  deberían de ser 0, sin embargo, durante el desarrollo de este trabajo se encontró que, si no se escogía un valor adecuado de parámetro de red no deformado  $d_{0\phi}$ , podían crecer significativamente.

En este estudio, al considerar condición de esfuerzo plano, la variación del parámetro  $d_{0\phi}$  no impacta de sobremanera en los valores finales de las componentes del tensor de macro esfuerzos residuales, sin embargo el cálculo de dicho parámetro tiene gran interés científico no solo por ser de importancia en otros métodos de evaluación de macro esfuerzos residuales, como es el caso de difracción de neutrones donde no se tiene la condición de esfuerzo plano, sino también por representar el parámetro de red no deformado.

Por lo anterior es que se desarrolló un método iterativo de paso variable para determinar el valor óptimo de  $d_{0\phi}$ . Dicho método permite aumentar la gama de cálculos que ofrece el programa **LebaER** haciéndolo mas llamativo.

Se debe mencionar que las cifras significativas que calcula el programa tanto para los valores del tensor de macro-esfuerzos residuales como para  $d_{0\phi}$  pueden carecer

de sentido físico ya que no son significativas, por lo que sólo se deben de considerar dos cifras significativas para los valores de los tensores de macro-esfuerzos residuales y hasta cuatro cifras en el caso de los valores de  $d_0 \phi$ .

Para validar este programa se emplearon archivos generados a partir de las mediciones efectuadas con un equipo Bruker pertenecientes a un sistema Al-20%Sn [104].

Se consideró una  $\lambda = 1.54059 \text{ \AA}$  para la longitud de onda de los rayos X producidos por cobre y una posición de  $2\theta = 138.482^\circ$  para determinar un valor  $d_0 \phi$  inicial. Para las constantes mecánicas se consideró  $E = 70,000 \text{ MPa}$  y un  $\nu = 0.22$  [104].

El tensor obtenido por LebaER se muestra en la Figura 4.10 y el obtenido por STRESS en la Figura 4.11.

Para calcular el error entre los resultados obtenidos por los dos programas es conveniente no solo evaluar la diferencia entre los dos valores sino expresar dicha diferencia como un porcentaje del esfuerzo de cedencia de la aleación estudiada,  $120 \text{ MPa}$  [104], ésto con el propósito de considerar el impacto verdadero que podría tener el error de cálculo sobre las propiedades mecánicas del material; éste es considerado despreciable si dicho error es inferior al 10% del esfuerzo de cedencia. Para calcular este porcentaje de error  $\% \epsilon$  se empleó la Ecuación 4.22:

$$\% \epsilon = \frac{|\sigma_{ij \text{ LebaER}} - \sigma_{ij \text{ STRESS}}|}{\sigma_y} \times 100\% \quad (4.22)$$

En la Tabla 4.4 se muestra el porcentaje de error entre los dos programas. Si bien existen variaciones entre los valores de ambos tensores, particularmente en las componentes  $\sigma_{13}$  y  $\sigma_{23}$ , y estas se pueden atribuir a que se desconoce el método de ajuste no lineal que emplea **STRESS**, la magnitud del error no supera el 10% del esfuerzo de cedencia de esta aleación por lo que se pueden considerar despreciables validando así el resultado que genera **LebaER**.

	$\sigma_{11}$	$\sigma_{22}$	$\sigma_{12}$	$\sigma_{13}$	$\sigma_{23}$
<b>STRESS</b>	-10	9	-2	-14	15
<b>LebaER</b>	-9.93	10.12	-1.95	-17.93	19.05
% $\epsilon$	0.06	0.93	0.04	3.27	3.37

Tabla 4.4: Porcentajes de error entre el cálculo de **LebaER** y **STRESS**.

Por lo expuesto en esta sección, se puede decir que **LebaER** es un programa validado que permite calcular las gráficas  $\sin^2(\psi)$  vs  $d$  y el tensor de macro-esfuerzos residuales, así como también se logró calcular el valor  $d_{0\phi}$  de forma iterativa.

Como un valor agregado, éste programa permite emplear cualquier tipo de medición sin importar el equipo con el que se obtuvo, lo cual lo puede hacer mas atractivo que **STRESS**.

$$T = \begin{bmatrix} -9.93 \pm 3.03 & -1.95 \pm 0.12 & -17.93 \pm 0.32 \\ -1.95 \pm 0.12 & 10.12 \pm 3.06 & 19.05 \pm 0.38 \\ -17.93 \pm 0.32 & 19.05 \pm 0.38 & 0.0 \pm 0.0 \end{bmatrix} \text{ MPa}$$

Figura 4.10: Tensor de macro esfuerzos residuales del sistema Al-20%Sn obtenido con **LebaER**.

$$T = \begin{bmatrix} -10 & -2 & -14 \\ -2 & 9 & 15 \\ -14 & 15 & 0 \end{bmatrix} \text{ MPa}$$

Figura 4.11: Tensor de macro esfuerzos residuales del sistema Al-20%Sn obtenido con **STRESS**.

**LebaER**

**Input:**

$\phi=0^\circ$  File  Browse

$\phi=45^\circ$  File  Browse

$\phi=90^\circ$  File  Browse

**Mech Cts:**

Isotropic v  [L<sup>-1</sup>]

Isotropic E  [MPa]

**Diffraction Peak:**

X-Ray Wavelength ( $\lambda$ )  [Å]

Measured Peak ( $2\theta$ )  [°]

**Tensor:**

$T =$	$\begin{bmatrix} -10.417485596531472 & -2.045730447576668 & -18.82172367160566 \\ (\pm 3.1888508356623353) & (\pm 0.13613030682565075) & (\pm 0.40163321871465985) \\ -2.045730447576668 & 10.623642388624365 & 19.995287500839424 \\ (\pm 0.13613030682565075) & (\pm 3.224209050297137) & (\pm 0.40928623544662107) \\ -18.82172367160566 & 19.995287500839424 & 0 \\ (\pm 0.40163321871465985) & (\pm 0.40928623544662107) & 0 \end{bmatrix}$
-------	--

**Lattice:**

d. @  $\psi=0^\circ$   [Å]

d. @  $\psi=45^\circ$   [Å]

d. @  $\psi=90^\circ$   [Å]

**Variations:**

$\phi=0^\circ$  File

$\phi=45^\circ$  File

$\phi=90^\circ$  File

8 0.18917524094105  
Between Files

**PILOTS:**

Fitted  $\phi=0^\circ$  file

Fitted  $\phi=45^\circ$  file

Fitted  $\phi=90^\circ$  file

**Output:**

Figura 4.12: Interfaz gráfica del programa LebaER.

### 4.5.2 Curvas $\sin^2(\psi)$ vs $d$

Al procesar las mediciones descritas en la Sección 3.4 correspondientes a cada cinta generada, así como el consolidado por SPS (Sección 3.5), empleando el programa **LebaER** (Sección 4.5.1), se obtuvieron los siguientes resultados.

Las curvas  $\sin^2(\psi)$  vs  $d$  correspondientes a las cintas generadas mostraron un comportamiento lineal en la mayoría de los casos, lo cual puede emplearse como una primera validación para la consideración de esfuerzo plano (Sección 3.4).

A su vez, el hecho de no presentar comportamientos “snake”, sugiere una homogeneidad en el campo de deformación, así como una relativa ausencia de textura.

Para la cinta generada a 15  $m/s$  se puede apreciar que tanto la medición a  $\phi = 0^\circ$  (Figura 4.13) como para  $\phi = 45^\circ$  (Figura 4.14) la curva tiene un comportamiento completamente lineal, si bien la condición a  $\phi = 90^\circ$  (Figura 4.15) puede presentar una ligera apertura similar a un comportamiento elíptico, es demasiado pequeño para considerarse.

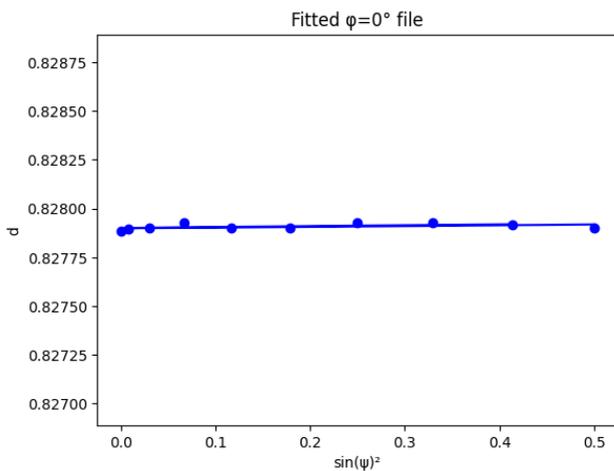


Figura 4.13: Ajuste de medición en  $\varphi = 0^\circ$  de la cinta producida a  $15\text{ m/s}$ .

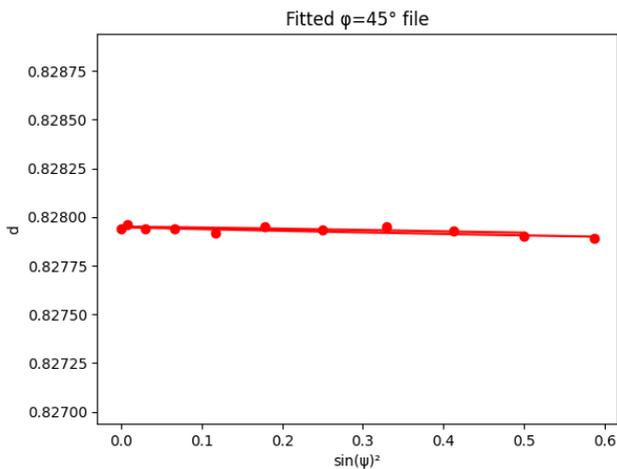


Figura 4.14: Ajuste de medición en  $\varphi = 45^\circ$  de la cinta producida a  $15\text{ m/s}$ .

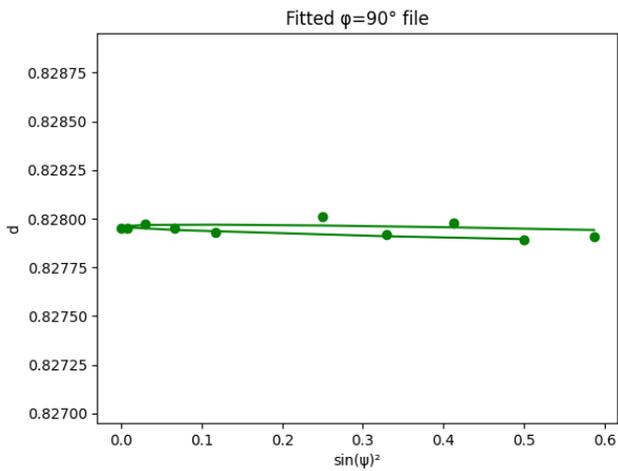


Figura 4.15: Ajuste de medición en  $\varphi = 90^\circ$  de la cinta producida a  $15\text{ m/s}$ .

La cinta generada a  $25 \text{ m/s}$  muestra un comportamiento muy similar a la cinta anterior. En ésta, la apertura ínfima se presenta en la medición a  $\phi = 0^\circ$  (Figura 4.16), pero las condiciones a  $\phi = 45^\circ$  (Figura 4.17) y  $\phi = 90^\circ$  (Figura 4.18) presentan un comportamiento lineal.

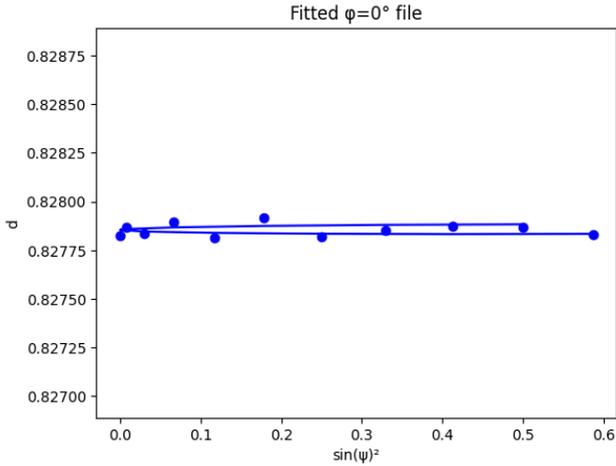


Figura 4.16: Ajuste de medición en  $\varphi = 0^\circ$  de la cinta producida a  $25 \text{ m/s}$ .

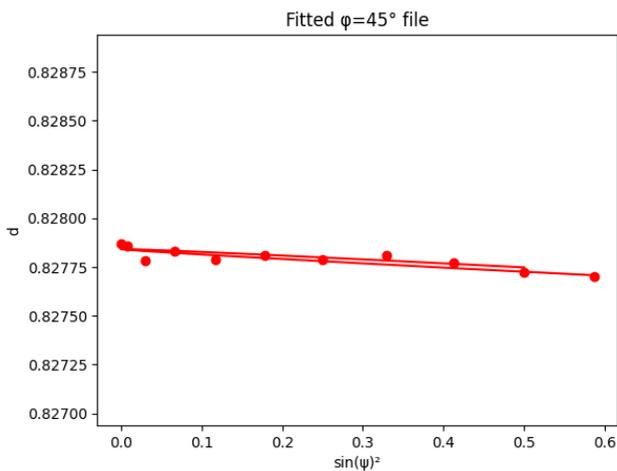


Figura 4.17: Ajuste de medición en  $\varphi = 45^\circ$  de la cinta producida a  $25\text{ m/s}$ .

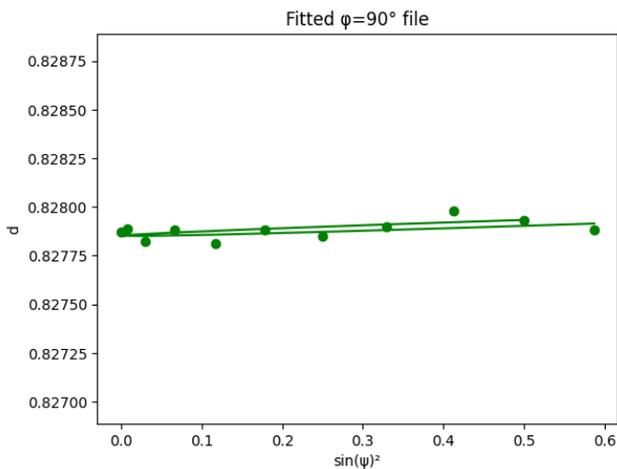


Figura 4.18: Ajuste de medición en  $\varphi = 90^\circ$  de la cinta producida a  $25\text{ m/s}$ .

Para la cinta generada a  $35 \text{ m/s}$  se puede apreciar una ligera apertura de la elipse en las condiciones  $\phi = 0^\circ$  (Figura 4.19) y  $\phi = 90^\circ$  (Figura 4.21), sin embargo sigue siendo demasiado pequeña como para hablar de un comportamiento elíptico, por lo que se considera como lineal. En cuanto a la condición a  $\phi = 45^\circ$  (Figura 4.20), es significativamente mas claro el comportamiento lineal.

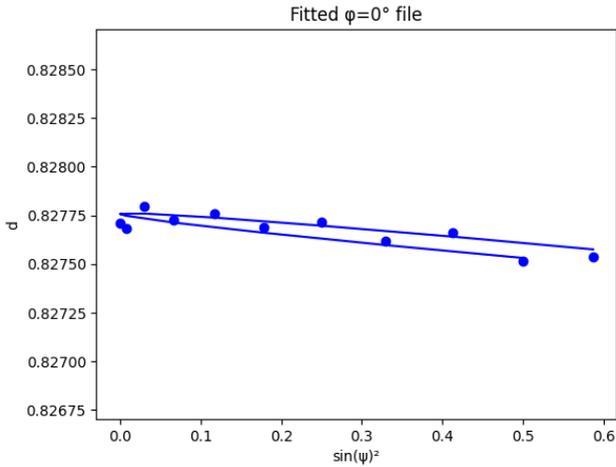


Figura 4.19: Ajuste de medición en  $\phi = 0^\circ$  de la cinta producida a  $35 \text{ m/s}$ .

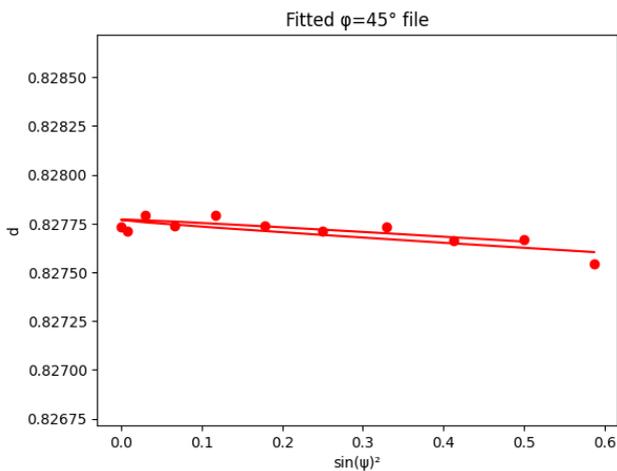


Figura 4.20: Ajuste de medición en  $\varphi = 45^\circ$  de la cinta producida a  $35\text{ m/s}$ .

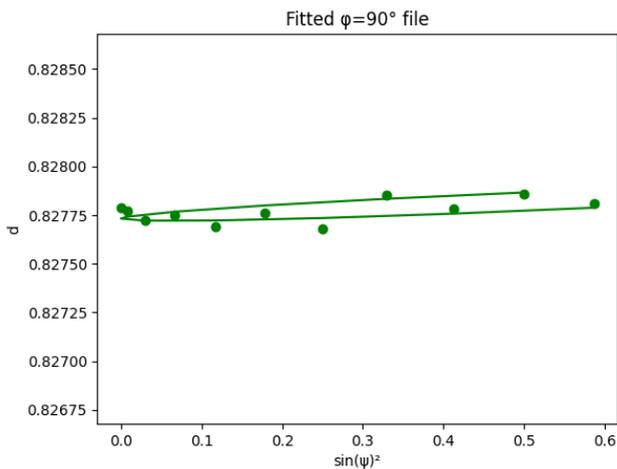


Figura 4.21: Ajuste de medición en  $\varphi = 90^\circ$  de la cinta producida a  $35\text{ m/s}$ .

En cuanto a la cinta generada a  $45\text{ m/s}$ , ésta es la que presenta la mayor apertura en la elipse en la condición a  $\phi = 0^\circ$  (Figura 4.22) pero debe remarcarse que sigue siendo muy pequeña y, considerando que las condiciones a  $\phi = 45^\circ$  (Figura 4.23) y a  $\phi = 90^\circ$  (Figura 4.24) presentan un comportamiento lineal, se puede despreciar por completo la apertura de la primera condición.

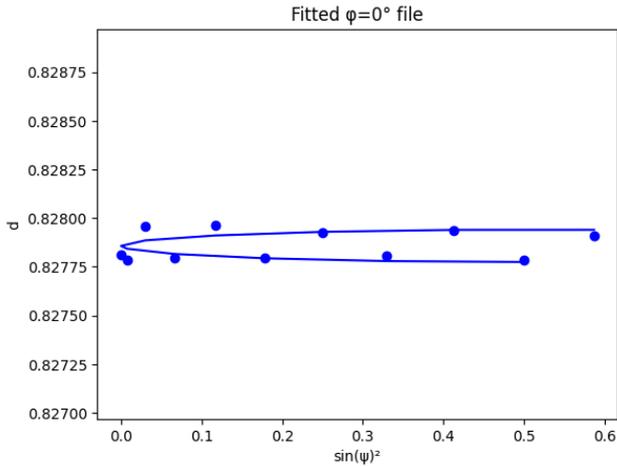


Figura 4.22: Ajuste de medición en  $\phi = 0^\circ$  de la cinta producida a  $45\text{ m/s}$ .

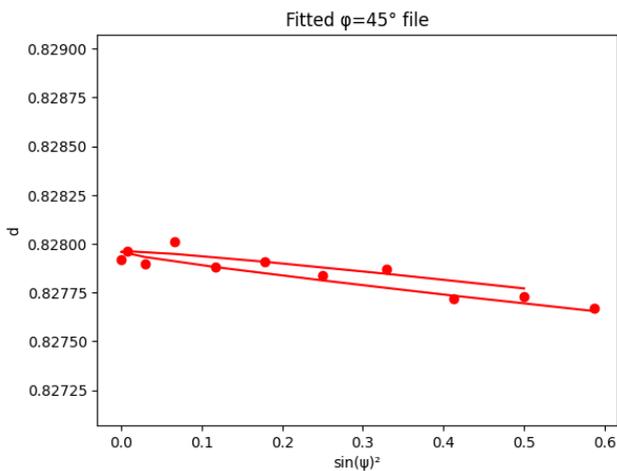


Figura 4.23: Ajuste de medición en  $\varphi = 45^\circ$  de la cinta producida a 45 m/s.

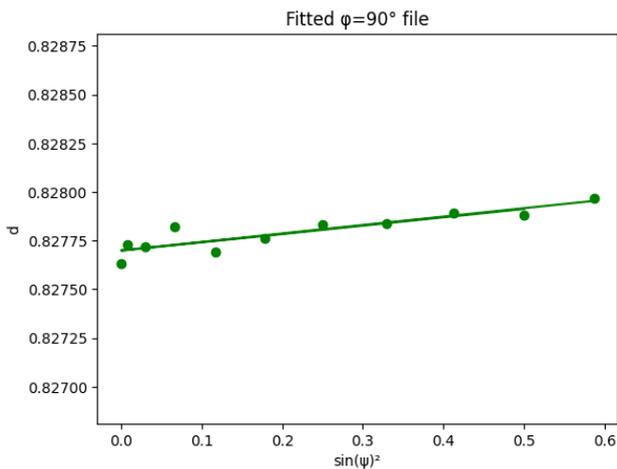


Figura 4.24: Ajuste de medición en  $\varphi = 90^\circ$  de la cinta producida a 45 m/s.

Finalmente, el consolidado por SPS presenta un ajuste característico de un comportamiento lineal en  $\phi = 0^\circ$  (Figura 4.25),  $\phi = 45^\circ$  (Figura 4.26) y a  $\phi = 90^\circ$  (Figura 4.27); si bien ésta última presenta una ligera apertura, sigue siendo despreciable.

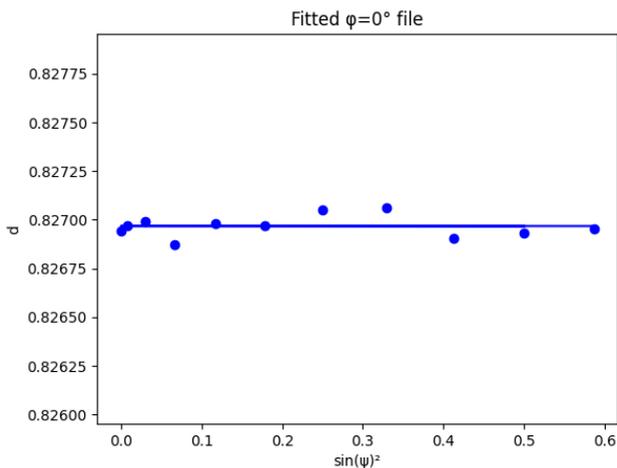


Figura 4.25: Ajuste de medición en  $\varphi = 0^\circ$  del consolidado por SPS.

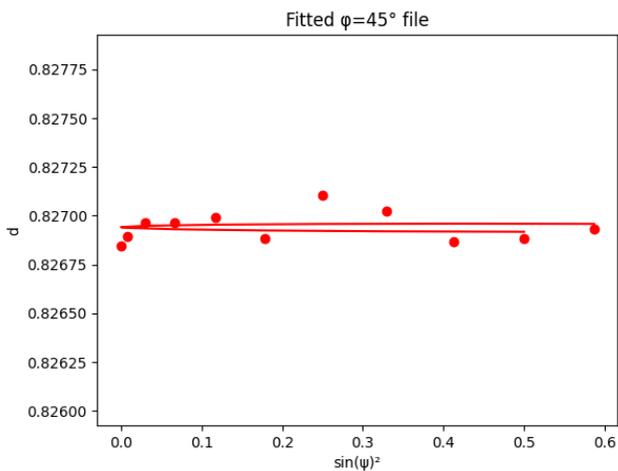


Figura 4.26: Ajuste de medición en  $\varphi = 45^\circ$  del consolidado por SPS.

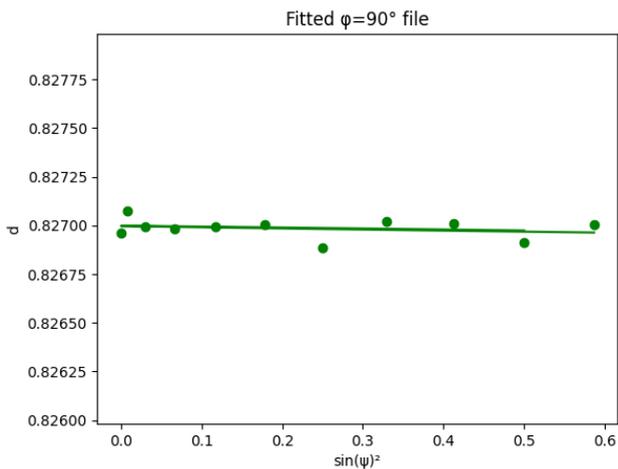


Figura 4.27: Ajuste de medición en  $\varphi = 90^\circ$  del consolidado por SPS.

### 4.5.3 Tensores de macro-esfuerzos residuales

Para el caso de los tensores se pueden apreciar valores bajos para los componentes  $\sigma_{13}$  y  $\sigma_{23}$ , lo cual es una evidencia más que valida la consideración de esfuerzo plano.

En general, se puede apreciar que ninguno de los componentes de ninguno de los tensores correspondientes a las distintas cintas o al consolidado por SPS sobrepasa el valor de  $32 \text{ MPa}$ , siendo la componente  $\sigma_{22}$  de la cinta producida a  $45 \text{ m/s}$  el valor mas alto (Figura 4.31). Este valor es relevante ya que ayudará a determinar si la contribución de los macro-esfuerzos residuales presentes en las muestras es de importancia.

Es importante remarcar que al comparar el tensor del consolidado por SPS (Figura 4.32) con respecto al correspondiente para la cinta producida a  $25 \text{ m/s}$  (Figura 4.29), la cual es su condición precedente, se muestra un decremento en los ya bajos valores de todos sus componentes. Lo anterior indica que el proceso de SPS consigue relajar los macro-esfuerzos residuales.

Ya determinados los efectos mecánicos inducidos en las diferentes cintas, se procede a estudiar el impacto de éstos a partir de las pruebas de micro-dureza.

$$T = \begin{bmatrix} 2.66 \pm 1.86 & 5.66 \pm 0.81 & -0.14 \pm 0.34 \\ 5.66 \pm 0.81 & -4.84 \pm 2.71 & 1.68 \pm 0.48 \\ -0.14 \pm 0.34 & 1.68 \pm 0.48 & 0.0 \pm 0.0 \end{bmatrix} \text{ MPa}$$

Figura 4.28: Tensor de macro-esfuerzos residuales de la cinta producida a 15  $m/s$ .

$$T = \begin{bmatrix} 0.45 \pm 2.83 & 24.64 \pm 0.53 & 1.56 \pm 0.52 \\ 24.64 \pm 0.53 & -23.49 \pm 3.76 & 2.42 \pm 0.70 \\ 1.56 \pm 0.52 & 2.42 \pm 0.70 & 0.0 \pm 0.0 \end{bmatrix} \text{ MPa}$$

Figura 4.29: Tensor de macro-esfuerzos residuales de la cinta producida a 25  $m/s$ .

$$T = \begin{bmatrix} -24.49 \pm 3.76 & 22.30 \pm 0.55 & -2.42 \pm 0.7 \\ 22.30 \pm 0.55 & 10.89 \pm 3.63 & -2.94 \pm 0.67 \\ -2.42 \pm 0.7 & -2.94 \pm 0.67 & 0.0 \pm 0.0 \end{bmatrix} \text{ MPa}$$

Figura 4.30: Tensor de macro-esfuerzos residuales de la cinta producida a 35  $m/s$ .

$$T = \begin{bmatrix} 0.07 \pm 4.31 & 14.76 \pm 1.19 & -5.20 \pm 0.81 \\ 14.76 \pm 1.19 & 27.01 \pm 4.83 & 0.12 \pm 0.89 \\ -5.20 \pm 0.81 & 0.12 \pm 0.89 & 0.0 \pm 0.0 \end{bmatrix} \text{ MPa}$$

Figura 4.31: Tensor de macro-esfuerzos residuales de la cinta producida a 45  $m/s$ .

$$T = \begin{bmatrix} -0.14 \pm 6.13 & 2.11 \pm 2.51 & -0.03 \pm 1.15 \\ 2.11 \pm 2.51 & -3.33 \pm 5.42 & -0.18 \pm 1.01 \\ -0.03 \pm 1.15 & -0.18 \pm 1.01 & 0.0 \pm 0.0 \end{bmatrix} \text{ MPa}$$

Figura 4.32: Tensor de macro-esfuerzos residuales del consolidado por SPS.

#### 4.5.4 Ensayos de micro-dureza

Para obtener valores representativos de micro-dureza Vickers para cada muestra estudiada, se realizaron diversos ensayos en cada una de ellas procurando abarcar la mayor parte de la superficie de la cinta. Los resultados obtenidos se exponen en la Tabla 4.5.

Muestra	Micro-dureza $HV$	Número de ensayos
AA 7075-T6	$186 \pm 5$	15
AA 709.0	$159 \pm 6$	15
15 $m/s$	$188 \pm 7$	10
25 $m/s$	$197 \pm 14$	22
35 $m/s$	$187 \pm 15$	15
45 $m/s$	$191 \pm 15$	18

Tabla 4.5: Valores de micro-dureza de las distintas muestras estudiadas.

Es preciso notar que los valores de micro-dureza de las distintas cintas son más cercanos a los de la muestra AA 7075-T6 que a los de la muestra AA 709.0.

Si bien los cambios en la micro-dureza entre las distintas cintas estudiadas es marginal, al graficar la tendencia presente en las mismas (Figura 4.33) se puede observar un ligero máximo en la micro-dureza de la cinta producida a 25  $m/s$ . Es importante mencionar que la línea azul de la Figura 4.33 sólo indica una tendencia y no un modelo de comportamiento teórico.

También es importante mencionar que se puede

observar un aparente incremento en la desviación estándar en función de la rapidez de proceso, por lo que se puede suponer que existe una distribución heterogénea de las partículas de MgO dentro de las cintas.

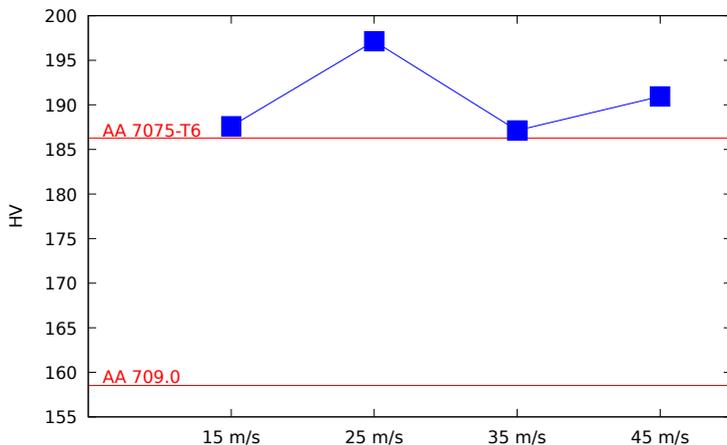


Figura 4.33: Tendencia de cambio en la micro-dureza del sistema de trabajo.

A partir de los resultados expuestos, se puede concluir lo siguiente:

Se observó un aumento en la dureza de las cintas respecto a la aleación de referencia AA 709.0 (Sección 4.5.4), posiblemente producto de un efecto conjunto de endurecimiento por solución sólida (Sección 2.3), producto del aumento en la solubilidad de aluminio, y endurecimiento por tamaño de grano (Sección 2.2.3), producido por el probable cambio en el tamaño del dominio cristalino dentro del rango de los

valores reportado en la literatura, ambos fenómenos provocados por el MS (Sección 2.4.1).

Se puede suponer que la aparente presencia de una capa superficial (zona de enfriamiento) con una textura tipo fibra  $\gamma$  en la superficie de la cinta producida a 25  $m/s$  (Sección 4.4) es la responsable de un marginal aumento en la dureza de dicha condición, esto debido a que la penetración de indentador llegó a ser aproximadamente de 1.5  $\mu m$ , por lo que aún se encuentra en el rango de la zona de enfriamiento (Sección 3.7).

Al considerar que las mediciones de micro-dureza mostraron que las distintas cintas producidas presentan valores mas próximos a la aleación AA 7075-T6 que a la AA 709.0 (Sección 4.5.4) y que las curvas  $\sin^2(\psi)$  vs  $d$  no sugieren la presencia de macro-esfuerzos residuales significativos que provoquen este comportamiento (Sección 4.5.2), se puede inferir que, apoyándose en la similitud entre la dureza de las cintas generadas y la aleación AA 7075-T6, el esfuerzo de cedencia de ambos materiales debe ser similar ( $\sigma_y = 462 \text{ MPa}$ ) (Sección 2.1.2).

Ya que ninguna de las componentes de ninguno de los tensores de macro-esfuerzos residuales presenta un valor que exceda el 10% del esfuerzo de cedencia considerado para el material, se puede concluir que las cintas producidas por MS (Sección 3.1) no almacenan macro-esfuerzos residuales significativos debido a su geometría. Por lo que éstos no influirán de forma

importante en las propiedades mecánicas de las mismas. (Sección 2.7).

Los efectos de macro-esfuerzos residuales inducidos por la fibra  $\gamma$  no son apreciables debido a que dicha textura está limitada a una pequeña capa de 2 a 3  $\mu m$  de la cinta (zona de enfriamiento) (Sección 2.5).

Para el caso del SPS se debe notar que, si bien los macro-esfuerzos residuales son muy bajos (Secciones 4.5.2 y 4.5.3), esta condición es la que presenta el valor mas alto de micro-deformaciones residuales (Sección 4.3).

Este fenómeno se explica debido a un equilibrio macroscópico generado por deformaciones locales [105], para el caso del consolidado por SPS se le puede atribuir el aumento presente a los esfuerzos de compresión que se generan en las cintas al ser introducidas al dado de consolidado y a la compresión propia del proceso (Sección 2.8), éstas pueden provocar macro-esfuerzos residuales, pero al elevar la temperatura durante el proceso de sinterizado, dichos macro-esfuerzos llegan a un equilibrio macroscópico, sin embargo se inducen micro-deformaciones residuales de manera local.

## 5 Conclusiones

- Se observó un aumento en la solubilidad del sistema en función de la rapidez del proceso, dicho fenómeno puede ser explicado por una priorización de los elementos aleantes compatible con algunos criterios de Hume-Rothery como la diferencia de radio atómico, valencia y electronegatividad.

Para el caso del proceso SPS se observó la precipitación de la fase  $\eta$  provocada por la desolubilización de zinc y magnesio.

- Se encontró la presencia de la textura tipo fibra  $\gamma$  en la cinta producida a 25 *m/s*. La textura posiblemente está limitada a la zona de enfriamiento de la cinta pudiendo interpretarse como producto de la cristalización preferencial de los planos  $\{111\}$  al alcanzar las condiciones adecuadas de enfriamiento entre la rueda y el material fundido.
- Se observó que la geometría de las cintas producidas por MS (un cociente superficie/volumen muy alto) inducen el relajamiento de macro-esfuerzos residuales a un nivel marginal.

En el caso del proceso de SPS se observó un decremento sobre los ya bajos macro-esfuerzos residuales presentes en la cinta precursora.

- Se determinó un ligero incremento de los valores de micro-deformaciones en función de la rapidez de proceso por lo que se puede concluir que la

cristalización del sistema es tal que limitó la deformación inter e intra granular.

Para el caso de SPS se puede atribuir el pequeño incremento de micro-deformaciones al efecto combinado de los esfuerzos compresivos y el calentamiento del proceso.

- Se presentó un incremento general en la dureza correspondiente a las cintas producidas a distintas rapideces de proceso, así mismo se pueden apreciar pequeñas variaciones atribuibles a los efectos de la textura tipo fibra  $\gamma$  y a la distribución de las partículas de MgO.

## 6 Contribuciones

Se amplió el conocimiento de los efectos del endurecimiento por solución sólida en un sistema con la composición química de la aleación AA 7075-T6, mediante el estudio de un mecanismo de priorización general en la solubilidad de los elementos aleantes de dicho sistema. Con esto se evalúa la factibilidad de aplicar mecanismos de endurecimiento diferentes a los característicos de este sistema como una alternativa para el mejoramiento de las propiedades mecánicas.

Se avanzó en el diseño de materiales con texturas cristalográficas específicas mediante la propuesta y primera confirmación de la hipótesis de cristalización preferencial de planos con mínima energía libre superficial.

Se desarrolló un programa para la evaluación de macro-esfuerzos residuales que permite una mayor precisión de cálculo por sobre las opciones comerciales y que, adicionalmente, no está limitado por la compatibilidad de formatos existente entre los equipos de difracción de distintos proveedores.

Se contribuyó al estudio de los límites de retención micro-estructural del proceso de SPS al reportar la precipitación de una posible fase  $\eta$ .

## 7 Prospectivas

Derivadas de este trabajo, se pueden plantear diversas vertientes sobre las cuales continuar la investigación de los fenómenos expuestos:

- Emplear microscopía electrónica para evaluar la variación en el tamaño de dominio cristalino con el fin de profundizar en el estudio de su efecto en las propiedades mecánicas de las cintas generadas.
- Mediante la técnica EDS, estudiar los efectos de la solubilidad de manera mas local buscando mas evidencia que sustente el mecanismo de priorización general de solubilidad.
- Obtener mapas de densidad electrónica mediante las mediciones de rayos X para profundizar en el estudio de la distribución de los átomos aleantes en la matriz de aluminio de las distintas condiciones de solución sólida.
- Evaluar la hipótesis de cristalización preferencial de planos de mínima energía libre superficial en otros sistemas con el afán de corroborar su validez como un mecanismo general para la producción de materiales con texturas cristalográficas deseadas.
- Optimizar los parámetros del proceso de SPS para mejorar la retención de propiedades micro-estructurales, incluyendo la textura cristalográfica, con el objetivo de emplear dicho proceso como una forma confiable de producir materiales en bulto de las cintas generadas.

# Glosario

**Puddle** Acumulación localizada de material fundido sobre la superficie de la rueda. 37–39

**Fase  $\eta$**  Precipitado común en la aleación AA 7075-T6 compuesto por MgZn<sub>2</sub>. 11, 13, 106, 109, 114, 151, 153

**Fibra  $\gamma$**  Textura representativa de la alineación de las direcciones  $\langle 111 \rangle$  perpendicularmente a la superficie de la muestra. ix, x, 5, 45, 46, 49, 50, 91, 95, 115–122, 149–152

**Hall-Heroult** Proceso electrolítico de extracción de Aluminio desde la Alúmina. 1

**Hume-Rothery** Criterios empíricos para la generación de Solución Sólida. xii, 27–29, 113, 151

**Rietveld** Técnica empleada para determinar aspectos de la estructura de un material a partir de la posición y morfología de los picos de difracción. xii, 3, 62, 63, 89, 111, 112, 114, 175

**Sistema de Trabajo** Sistema de interés en este estudio con la composición Al-Zn-Mg-Cu descrita en la sección 2.1. xi, xii, 2, 4, 5, 12, 21, 25, 26, 28–30, 33, 34, 42, 43, 50, 53, 67, 75, 148

**Thompson-Cox-Hastings** Modelo pseudo-Voight empleado por el programa FullProf que considerando el ensanchamiento como efecto

conjunto del tamaño de dominio cristalino y la presencia de micro-deformaciones.. iv, 63, 173, 175

**Zona de Enfriamiento** También conocida como Chill-Zone. Capa delgada de solidificación predentrítica entre la superficie de enfriamiento y el material resultante. 42, 49, 149–151

## 8 Referencias

- [1] A. International, *ASM Handbook. Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials.*, vol. 6. ASM International, 1990.
- [2] A. Ruys, *Alumina ceramics : Biomedical and clinical applications.* Woodhead Publishing, 2018.
- [3] L. F. Mondolfo, *Aluminum alloys: Structure and properties.* Butterworth-Heinemann, 1976.
- [4] D. G. R. William D. Callister, *Fundamentals of Materials Science and Engineering: An Integrated Approach.* Wiley, 2009.
- [5] R. G. Guan y D. Tie, “A review on grain refinement of aluminum alloys: Progresses, challenges and prospects,” *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, vol. 30, no. 5, pp. 409–432, 2017.
- [6] The Aluminum Association, “Designation and Chemical Composition limits for Al-alloys in the form of Castings and Ingots,” *Aluminum Association*, no. April 2002, p. 9, 2002.
- [7] I. J. Polmear, *Light Alloys.* Butterworth-Heinemann, 2005.
- [8] M. Abbas, S. Nisar, A. Shah, y F. Imtiaz Khan, “Effect of T6 heat treatment on mechanical properties of ceramic reinforced casted aluminum alloy,” *Iranian Journal of Materials Science and Engineering*, vol. 12, no. 2, pp. 17–24, 2015.

- [9] L. Romero Reséndiz, *Efectos de la deformación plástica severa sobre el comportamiento mecánico, microestructural y frente a corrosión de la AA 7075*. Tesis doctoral, Universidad Nacional Autónoma de México, 2021.
- [10] J. F. Chinella y Z. Guo, “Computational Thermodynamics Characterization of 7075 , 7039 , and 7020 Aluminum Alloys Using JMatPro,” *Army Reserach Laboratory*, no. September, p. 78, 2011.
- [11] Y. Oishi y W. D. Kingery, “Oxygen diffusion in periclase crystals,” *The Journal of Chemical Physics*, vol. 33, no. 3, pp. 905–906, 1960.
- [12] A. Strachan, T. Çağ, y W. Goddard, “Phase diagram of mgo from density-functional theory and molecular-dynamics simulations,” *Physical Review B - Condensed Matter and Materials Physics*, vol. 60, no. 22, pp. 15084–15093, 1999.
- [13] A. Aguado y P. A. Madden, “New insights into the melting behavior of MgO from molecular dynamics simulations: The importance of premelting effects,” *Physical Review Letters*, vol. 94, no. 6, 2005.
- [14] D.M. Stefanescu, *ASM Metals Handbook - Casting*, vol. 15. ASM International, 2001.
- [15] C. H. Fan, Z. H. Chen, W. Q. He, J. H. Chen, y D. Chen, “Effects of the casting temperature on microstructure and mechanical properties of the squeeze-cast Al-Zn-Mg-Cu alloy,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 504, no. 2, pp. 42–45, 2010.

- [16] X. Fan, D. Jiang, Q. Meng, y L. Zhong, “The microstructural evolution of an Al-Zn-Mg-Cu alloy during homogenization,” *Materials Letters*, vol. 60, no. 12, pp. 1475–1479, 2006.
- [17] W. Soboyejo, *Mechanical Properties of Engineered Materials*. Marcel Dekker, Inc., 10 ed., 2003.
- [18] G. E. Dieter, *Mechanical metallurgy*. McGrawHill, 2011.
- [19] F. P. Beer, E. R. Johnston, Jr., J. T. Dewolf, y D. F. Mazurek, *Mechanics Of Materials*. McGrawHill, 6 ed., 2012.
- [20] A. M. Korsunsky, *A Teaching Essay on Residual Stresses and Eigenstrains*. Butterworth-Heinemann, 2017.
- [21] R. L. Mott, E. M. Vavrek, y J. Wang, *Machine Elements in Mechanical Design 6th Edition*. Pearson, 2018.
- [22] H. Kuhn y D. Medlin, *ASM Handbook. Mechanical Testing and Evaluation.*, vol. 8. ASM International, 2000.
- [23] J. Chen y S. J. Bull, “Relation between the ratio of elastic work to the total work of indentation and the ratio of hardness to Young’s modulus for a perfect conical tip,” *Journal of Materials Research*, vol. 24, no. 3, pp. 590–598, 2009.
- [24] W. C. Oliver y G. M. Pharr, “An improved technique for determining hardness and elastic modulus

- using load and displacement sensing indentation experiments,” *J. Mater. Res.*, vol. 7, no. 6, pp. 1564–1583, 1992.
- [25] D. Ma, W. O. Chung, J. Liu, y J. He, “Determination of Young’s modulus by nanoindentation,” *Science in China, Series E: Technological Sciences*, vol. 47, no. 4, pp. 398–408, 2004.
- [26] H. J. Goldschmidt, *Interstitial Alloys*. Springer US, 1967.
- [27] M. Mezbahul-Islam, A. O. Mostafa, y M. Medraj, “Essential Magnesium Alloys Binary Phase Diagrams and Their Thermochemical Data,” *Journal of Materials*, vol. 2014, p. 33, 2014.
- [28] J. L. Murray, “The Al-Zn ( Aluminum-Zinc ) System,” *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, vol. 4, no. 1, pp. 55–73, 1983.
- [29] N. Ponweiser, C. L. Lengauer, y K. W. Richter, “Re-investigation of phase equilibria in the system Al-Cu and structural analysis of the high-temperature phase  $\eta$ 1-Al 1- $\delta$ Cu,” *Intermetallics*, vol. 19, no. 11, pp. 1737–1746, 2011.
- [30] F. Otto, Y. Yang, H. Bei, y E. P. George, “Relative effects of enthalpy and entropy on the phase stability of equiatomic high-entropy alloys,” *Acta Materialia*, vol. 61, no. 7, pp. 2628–2638, 2013.

- [31] U. Mizutani and Y. Yazawa, “Glass formation in Hume-Rothery-Type Cu-Ag-Ge alloys,” *Scripta Metallurgica*, vol. 14, no. c, pp. 637–640, 1980.
- [32] Z. Pei, J. Yin, J. A. Hawk, D. E. Alman, y M. C. Gao, “Machine-learning informed prediction of high-entropy solid solution formation: Beyond the Hume-Rothery rules,” *Computational Materials*, vol. 6, no. 1, 2020.
- [33] M. Draissia y M. Y. Debili, “Study of solid-solution hardening in binary aluminium-based alloys,” *Central European Journal of Physics*, vol. 3, no. 3, pp. 395–408, 2005.
- [34] W. B. Pearson, *A handbook of lattice spacings and structures of metals and alloys*. 1964.
- [35] T. Uesugi y K. Higashi, “First-principles studies on lattice constants and local lattice distortions in solid solution aluminum alloys,” *Computational Materials Science*, vol. 67, pp. 1–10, 2013.
- [36] M. Salehi y K. Dehghani, “Structure and properties of nanostructured aluminum A413.1 produced by melt spinning compared with ingot microstructure,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 457, no. 1-2, pp. 357–361, 2008.
- [37] M. E. Glicksman, *Principles of Solidification*. Springer US, 2011.
- [38] W. Kurz y D. J. Fisher, *Fundamentals of Solidification Third Edition*. Trans Tech, 1989.

- [39] T. C. S. Ananthara, “Rapidly Solidified Metals— A Technological Overview,” *Trans Tech Publications*, 1987.
- [40] C. Suryanarayana y A. Inoue, *Bulk metallic glasses: Second edition*. CRC Press, 2017.
- [41] P. K. Galenko y D. A. Danilov, “Linear morphological stability analysis of the solid-liquid interface in rapidsolidification of a binary system,” *Physical Review E - Statistical Physics, Plasmas, Fluids, and Related Interdisciplinary Topics*, vol. 69, no. 5, p. 14, 2004.
- [42] S. J. Hong, T. S. Kim, H. S. Kim, W. T. Kim, y B. S. Chun, “Microstructural behavior of rapidly solidified and extruded Al-14wt%Ni-14wt%Mm (Mm, misch metal) alloy powders,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 271, no. 1-2, pp. 469–476, 1999.
- [43] Howard H Liebermann, *Rapidly solidified alloys : processes, structures, properties, applications*. M. Dekker, 1993.
- [44] M. Bussmann, J. Mostaghimi, D. W. Kirk, y J. W. Graydon, “A numerical study of steady flow and temperature fields within a melt spinning puddle,” *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 45, no. 19, pp. 3997–4010, 2002.
- [45] Y. G. Su, F. Chen, C. Y. Wu, y M. H. Chang, “Simulation for the effect of wetting conditions of melt puddle on the Fe-Si-B ribbon alloy

- in the planar-flow melt-spinning process,” *ISIJ International*, vol. 57, no. 1, pp. 100–106, 2017.
- [46] H. H. Liebermann, “Ribbonsubstrate adhesion dynamics in chill block melt-spinning processes,” *Metallurgical Transactions B*, vol. 15, no. 1, pp. 155–161, 1984.
- [47] H. Meco y R. E. Napolitano, “Upper-Bound Velocity Limit for Free-Jet Melt Spinning,” *Materials Science Forum*, vol. 475-479, pp. 3371–3376, 2005.
- [48] V. I. Tkatch, A. I. Limanovskii, S. N. Denisenko, y S. G. Rassolov, “The effect of the melt-spinning processing parameters on the rate of cooling,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 323, no. 1-2, pp. 91–96, 2002.
- [49] Y. Lin, S. Mao, Z. Yan, Y. Zhang, y L. Wang, “The enhanced microhardness in a rapidly solidified Al alloy,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 692, no. January, pp. 182–191, 2017.
- [50] G. R. Stafford, “The Electrodeposition of an Aluminum-Manganese Metallic Glass from Molten Salts,” *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 136, no. 3, pp. 635–639, 1989.
- [51] G. A. Lara-Rodriguez, G. Gonzalez, H. Flores-Zúñiga, y J. Cortés-Pérez, “The effect of rapid solidification and grain size on the transformation temperatures of Cu-Al-Be melt spun alloys,” *Materials Characterization*, vol. 57, no. 3, pp. 154–159, 2006.

- [52] L. N. Kolotova, G. E. Norman, y V. V. Pisarev, “Glass transition of aluminum melt. Molecular dynamics study,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 429, pp. 98–103, 2015.
- [53] A. Takeuchi y A. Inoue, “Quantitative evaluation of critical cooling rate for metallic glasses,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 304-306, no. 1-2, pp. 446–451, 2001.
- [54] H. Jones, “Microstructure of rapidly solidified materials,” *Materials Science and Engineering*, vol. 65, no. 1, pp. 145–156, 1984.
- [55] M. L. Öveçoglu, N. Ünlü, N. Eruslu, y A. Genç, “Characterization investigations of a melt-spun ternary Al-8Si-5.1Cu (in wt.%) alloy,” *Materials Letters*, vol. 57, no. 21, pp. 3296–3301, 2003.
- [56] X. Meng, D. Zhang, Weiwen Zhang, Cheng Qiu, G. Liang, y J. Chen, “Microstructure and mechanical properties of a high-Zn aluminum alloy prepared by melt spinning and extrusion,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 819, p. 152990, 2020.
- [57] Y. Lin, S. Mao, Z. Yan, Y. Zhang, y L. Wang, “Melt spinning induces sub-micrometric/micrometric grained structure and dislocations in 7075 Al alloy,” *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 651, pp. 699–704, 2015.
- [58] R. Delhez, T. H. De Keijser, E. J. Mittemeijer, P. Van Mourik, N. M. Van Der Pers, L. Katgerman, y W. E. Zalm, “Structural inhomogeneities of AlSi

- alloys rapidly quenched from the melt,” *Journal of Materials Science*, vol. 17, no. 10, pp. 2887–2894, 1982.
- [59] O. Engler y V. Randle, *Introduction to texture analysis. Macrotexture, Microtexture, and Orientation Mapping*. CRC Press, 2009.
- [60] S. Suwas y R. K. Ray, *Crystallographic Texture of Materials*. Springer US, 2014.
- [61] B. Obst, R. Nast, G. Kotzyba, y W. Goldacker, “YBCO Coated Conductor Applications - A Texture Problem,” *Materials Science Forum*, vol. 495-497, pp. 1353–1358, 2005.
- [62] B. L. Rodríguez-Espinoza, F. A. García-Pastor, B. Martínez-Poveda, A. R. Quesada, y P. Lopez-Crespo, “High-strength low-modulus biocompatible Nb-1Zr alloy processed by accumulative roll bonding,” *Materials Science and Engineering A*, vol. 797, no. September, p. 140226, 2020.
- [63] H. R. Wenk y P. Van Houtte, “Texture and anisotropy,” *Reports on Progress in Physics*, vol. 67, no. 8, pp. 1367–1428, 2004.
- [64] M. De Jong, W. Chen, T. Angsten, A. Jain, R. Notestine, A. Gamst, M. Sluiter, C. K. Ande, S. Van Der Zwaag, J. J. Plata, C. Toher, S. Curtarolo, G. Ceder, K. A. Persson, y M. Asta, “Charting the complete elastic properties of inorganic crystalline compounds,” *Scientific Data*, vol. 2, pp. 1–13, 2015.

- [65] H. Zheng, X. G. Li, R. Tran, C. Chen, M. Horton, D. Winston, K. A. Persson, y S. P. Ong, “Grain boundary properties of elemental metals,” *Acta Materialia*, vol. 186, pp. 40–49, 2020.
- [66] N. H. Fletcher y K. W. Lodge, *Energy of Interfaces Between Crystals: an Ab Initio Approach*. Academic Press, Inc., 1975.
- [67] W. S. Richard Tran, Zihan Xu, Balachandran Radhakrishnan , Donald Winston y K. A. P. &. S. P. Ong, “Data Descriptor: Surface energies of elemental crystals,” *Nature Scientific Data*, vol. 23, no. 9, pp. 321–325, 2016.
- [68] C. Fiolhais, “Extraction of aluminium surface energies from slab calculations: perturbative and non-perturbative approaches,” *Progress in Surface Science*, vol. 74, no. 1-8, pp. 209–217, 2003.
- [69] J. H. Rose y J. F. Dobson, “Face dependent surface energies of simple metals,” *Solid State Communications*, vol. 37, no. 2, pp. 91–96, 1981.
- [70] R. M. Perdew, J. P., “Surface Energy of Simple Metals: Self-Consistent Inclusion of the Ion Potential,” *Physical Review Letters*, vol. 37, no. 19, pp. 1286–1289, 1976.
- [71] Q. Jiang, H. X. Shi, y M. Zhao, “Free energy of crystal-liquid interface,” *Acta Materialia*, vol. 47, no. 7, pp. 2109–2112, 1999.
- [72] J. Schmelzer, J. Möller, I. Gutzow, R. Pascova, R. Müller, y W. Pannhorst, “Surface energy and

- structure effects on surface crystallization,” *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 183, no. 3, pp. 215–233, 1995.
- [73] J. W. Mullin, *Crystallization*. Butterworth-Heinemann, 4 ed., 2001.
- [74] C. Herrera, N. B. de Lima, A. M. Kliauga, y A. F. Padilha, “Microstructure and texture of duplex stainless steel after melt-spinning processing,” *Materials Characterization*, vol. 59, no. 1, pp. 79–83, 2008.
- [75] Y. Sato, T. Sato, y Y. Okazaki, “Production and properties of melt-spun Fe-6.5wt.%Si ribbons,” *Materials Science and Engineering*, vol. 99, no. 1-2, pp. 73–76, 1988.
- [76] Z. L. Xie, G. P. Cheng, y Y. Liu, “Microstructure and texture development in Ti50Ni25Cu25 melt-spun ribbon,” *Acta Materialia*, vol. 55, no. 1, pp. 361–369, 2007.
- [77] J. Wang, C. Jiang, R. Techapiesancharoenkij, D. Bono, S. M. Allen, y R. C. O’Handley, “Microstructure and magnetic properties of melt spinning Ni-Mn-Ga,” *Intermetallics*, vol. 32, pp. 151–155, 2013.
- [78] R. Santamarta, E. Cesari, J. Pons, y T. Goryczka, “Shape Memory Properties of Ni-Ti Based Melt-Spun Ribbons,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 35, no. March, pp. 761–770, 2004.

- [79] V. Hauk, *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods*. Elsevier Ltd, 1997.
- [80] G. S. Schajer y C. O. Ruud, “Overview of Residual Stresses and Their Measurement,” *Practical Residual Stress Measurement Methods*, pp. 1–27, 2013.
- [81] J. Rodriguez-Carvajal, M. T. Fernandez-Diaz, y J. L. Martinez, “Neutron diffraction study on structural and magnetic properties of La  $2\text{NiO}_4$ ,” *Journal of Physics: Condensed Matter*, vol. 3, no. 19, pp. 3215–3234, 1991.
- [82] L. A. Dobrzanski, A. D. Dobrzanska-Danikiewicz, A. Ahtelik-Franczak, L. B. Dobrzanski, E. Hajduczek, y G. Matula, “Fabrication Technologies of the Sintered Materials Including Materials for Medical and Dental Application,” *Powder Metallurgy - Fundamentals and Case Studies*, 2017.
- [83] W. Tian, S. Li, J. Liu, M. Yu, y Y. Du, “Preparation of bimodal grain size 7075 aviation aluminum alloys and their corrosion properties,” *Chinese Journal of Aeronautics*, vol. 30, no. 5, pp. 1777–1788, 2017.
- [84] J. Ye, L. Ajdelsztajn, y J. M. Schoenung, “Bulk nanocrystalline aluminum 5083 alloy fabricated by a novel technique: Cryomilling and spark plasma sintering,” *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 37, no. 8, pp. 2569–2579, 2006.

- [85] M. Omori, "Sintering, consolidation, reaction and crystal growth by the spark plasma system (SPS)," *Materials Science and Engineering A*, vol. 287, no. 2, pp. 183–188, 2000.
- [86] W. Chen, U. Anselmi-Tamburini, J. E. Garay, J. R. Groza, y Z. A. Munir, "Fundamental investigations on the spark plasma sintering/synthesis process: I. Effect of dc pulsing on reactivity," *Materials Science and Engineering A*, vol. 394, no. 1-2, pp. 132–138, 2005.
- [87] M. DeGraef y M. E. McHenry, *Structure of Materials: An Introduction to Crystallography, Diffraction and Symmetry*. Cambridge University Press, 2007.
- [88] R. A. Young, *The Rietveld Method*. Oxford University Press, 1995.
- [89] G. Gonzalez, C. Braham, J. L. Lebrun, Y. Chastel, W. Seiler, y I. A. Figueroa, "Microstructure and Texture of Al<sub>2</sub>Si<sub>x</sub>Sn ( x = 0 , 4 , 8 mass % ) Alloys Processed by Equal Channel Angular Pressing," *Materials Transactions*, vol. 53, no. 7, pp. 1234–1239, 2012.
- [90] T. H. de Keijser, J. I. Langford, E. J. Mittemeijer, y A. B. P. Vogels, "Use of the Voigt function in a single-line method for the analysis of X-ray diffraction line broadening," *Journal of Applied Crystallography*, vol. 15, no. 3, pp. 308–314, 1982.
- [91] W. Wong-Ng y C. R. Hubbard, "Standard Reference Materials for X-Ray Diffraction Part II. Calibration

- Using d-Spacing Standards,” *Powder Diffraction*, vol. 2, no. 4, pp. 242–248, 1987.
- [92] C. DeLaTrinidad, “Estudio y modelado de la microestructura de la aleación A5083 procesada por corrugado-planchado repetitivo,” Tesis de maestría, Universidad Nacional Autónoma de México, 2021.
- [93] H. J. Bunge, *Texture Analysis In Materials Science*. Cuvillier Verlag, 1993.
- [94] J. H. Cho, A. D. Rollett, y K. H. Oh, “Determination of volume fractions of texture components with standard distributions in Euler space,” *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 35, no. 13, pp. 1075–1086, 2004.
- [95] A. Khorsand Zak, W. H. Abd. Majid, M. E. Abrishami, y R. Yousefi, “X-ray analysis of ZnO nanoparticles by Williamson-Hall and size-strain plot methods,” *Solid State Sciences*, vol. 13, no. 1, pp. 251–256, 2011.
- [96] H. Dölle, “The influence of multiaxial stress states, stress gradients and elastic anisotropy on the evaluation of (Residual) stresses by X-rays,” *Journal of Applied Crystallography*, vol. 12, no. 6, pp. 489–501, 1979.
- [97] C. T. Chantler, C. Q. Tran, y D. J. Cookson, “Precise measurement of the lattice spacing of LaB6 standard powder by the x-ray extended range technique using synchrotron radiation,” *Physical*

*Review A - Atomic, Molecular, and Optical Physics*,  
vol. 69, no. 4, pp. 1–11, 2004.

- [98] H. Steier, “Determinación de tensiones residuales superficiales y en capas por difracción de Rayos X,” *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, vol. 36, no. 1, pp. 47–51, 1997.
- [99] A. S. Cooper, “Precise lattice constants of germanium, aluminum, gallium arsenide, uranium, sulphur, quartz and sapphire,” *Acta Crystallographica*, vol. 15, no. 6, pp. 578–582, 1962.
- [100] H. G. Schimmel, J. Huot, L. C. Chapon, F. D. Tichelaar, y F. M. Mulder, “Hydrogen cycling of niobium and vanadium catalyzed nanostructured magnesium,” *Journal of the American Chemical Society*, vol. 127, no. 41, pp. 14348–14354, 2005.
- [101] Y. Komura y K. Tokunaga, “Structural studies of stacking variants in Mg-base Friauf–Laves phases,” *Acta Crystallographica Section B Structural Crystallography and Crystal Chemistry*, vol. 36, no. 7, pp. 1548–1554, 1980.
- [102] S. Van Smaalen, A. Meetsma, J. L. De Boer, y P. M. Bronsveld, “Refinement of the crystal structure of hexagonal Al<sub>2</sub>CuLi,” *Journal of Solid State Chemistry*, vol. 85, no. 2, pp. 293–298, 1990.
- [103] H. P. Gavin, “The Levenberg-Marquardt Algorithm For Nonlinear Least Squares Curve-Fitting Problems,” *Duke University*, pp. 1–19, 2019.

- [104] C. Hernández-Bethancourt, *Estudio microestructural y mecánico de una aleación Al-20Sn (% en masa) sometida a un proceso de extrusión angular en canal de sección constante (ECAP)*. Tesis doctoral, Universidad Nacional Autónoma de México, 2016.
- [105] B. Jenichen, O. Brandt, C. Pfüller, P. Dogan, M. Knelangen, y A. Trampert, “Macro-and micro-strain in GaN nanowires on Si(111),” *Nanotechnology*, vol. 22, no. 29, 2011.
- [106] J. Rodríguez-Carvajal y T. Roisnel, “Line Broadening Analysis Using Fullprof: Determination of Microstructural Properties,” *Materials Science Forum*, vol. 443-444, pp. 123–126, 2004.
- [107] P. W. Stephens, “Phenomenological model of anisotropic peak broadening in powder diffraction,” *Journal of Applied Crystallography*, vol. 32, no. 2, pp. 281–289, 1999.

## Anexo

### Modelo excluyendo el tamaño de dominio cristalino

Si se opta por un modelo que excluya la contribución del tamaño del dominio cristalino, es decir, que solo considere el ensanchamiento de los picos de difracción como producto de la presencia de micro-deformaciones residuales, el programa `FullProf` puede sustituir el modelo de Thompson-Cox-Hastings por el que se describe a continuación.

Inicialmente, se considera la forma cuadrática del inverso de la distancia interplanar [106] como se muestra en la Ecuación 8.1. A esta ecuación se le denota  $M_{hkl}$ .

$$M_{hkl} = \frac{1}{d_{hkl}^2} = \alpha_1 h^2 + \alpha_2 k^2 + \alpha_3 l^2 + \alpha_4 kl + \alpha_5 hl + \alpha_6 hk \quad (8.1)$$

Donde los términos  $hkl$  corresponden a los índices de Miller de un pico difractado determinado y  $\alpha_i$  a los parámetros métricos promedio del material estudiado.

Posteriormente se asume que el aumento en el ancho del pico estudiado esta generado por la variación de la distancia interplanar entre los planos que lo generan, por lo que se obtiene la covarianza  $\sigma^2(M_{hkl})$  [106] como se muestra en la Ecuación 8.2.

$$\sigma^2(M_{hkl}) = \sum_{i,j} C_{ij} \frac{\partial M_{hkl}}{\partial \alpha_i} \frac{\partial M_{hkl}}{\partial \alpha_j} \quad (8.2)$$

Donde  $C_{ij}$  es la matriz de covarianza (Ecuación 8.3) entre los parámetros métricos  $\alpha_i$  y  $\alpha_j$ :

$$C_{ij} = \begin{bmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{13} & C_{14} & C_{15} & C_{16} \\ C_{21} & C_{22} & C_{23} & C_{24} & C_{25} & C_{26} \\ C_{31} & C_{32} & C_{33} & C_{34} & C_{35} & C_{36} \\ C_{41} & C_{42} & C_{43} & C_{44} & C_{45} & C_{46} \\ C_{51} & C_{52} & C_{53} & C_{54} & C_{55} & C_{56} \\ C_{61} & C_{62} & C_{63} & C_{64} & C_{65} & C_{66} \end{bmatrix} \quad (8.3)$$

Debido a que  $M_{hkl}$  (Ecuación 8.1) es un polinomio en el cual cada termino contiene un factor  $\alpha_i$  multiplicando a un producto de índices  $hkl$ , las derivadas parciales expuestas en la Ecuación 8.2 son iguales a dicho producto de índices.

$$\frac{\partial M_{hkl}}{\partial \alpha_2} = k^2 \quad \frac{\partial M_{hkl}}{\partial \alpha_5} = hl$$

Esto permite expresar la Ecuación 8.2 en términos de factores  $S_{HKL}$  [107] como se muestra en la Ecuación 8.4.

$$\sigma^2(M_{hkl}) = \sum_{HKL} S_{HKL} h^H k^K l^L \quad (8.4)$$

Donde  $H + K + L = 4$  debido a las redundancias geométricas que existen en la Ecuación 8.3 [107].

El programa refinará estos factores  $S_{HKL}$ .

Una vez determinados los valores de  $M_{hkl}$  y  $\sigma^2(M_{hkl})$  se emplea la Ecuación 8.5 para determinar la contribución al FWHM de cada pico [106].

$$D^2(S_{HKL}) = 10^{-8} 8 \ln(2) \left(\frac{180}{\pi}\right)^2 \frac{\sigma^2(M_{hkl})}{M_{hkl}^2} \quad (8.5)$$

Una vez determinada esta contribución, es sumada al Ancho Instrumental y de esta forma se determina  $H$ , el FWHM, para ser introducido en la Ecuación 2.14 ya definida. A partir de este punto se retoma el procedimiento de la Sección 2.9.2.

Al realizar el refinamiento de Rietveld con este modelo alternativo, se encontró que los resultado concordaban los lo ya obtenidos mediante la ecuación Thompson-Cox-Hastings descrita en la Sección 2.9.2.