



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**

**FACULTAD DE QUÍMICA**

***Estudio de la Microestructura y Propiedades Mecánicas de la Aleación de Aluminio 7075 Procesada por RCS (corrugado planchado repetitivo)***

***T E S I S***

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE  
INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO**

**PRESENTA:**

**DAVID ISMAEL PINEDA RUIZ**



**CIUDAD DE MÉXICO**

**AÑO: 2021**



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.

## **JURADO ASIGNADO:**

**PRESIDENTE:**           **Profesor:** GERARDO ARÁMBURO PÉREZ  
**VOCAL:**                   **Profesor:** BALBINA OJEDA RAMÍREZ  
**SECRETARIO:**       **Profesor:** JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ REYES  
**1er. SUPLENTE:**      **Profesor:** IGNACIO ALEJANDRO FIGUEROA VARGAS  
**2° SUPLENTE:**       **Profesor:** OCTAVIO LOZADA FLORES

**SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:**

**INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES (UNAM)**

**ASESOR DEL TEMA: DR. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ REYES**

**SUSTENTANTE (S): DAVID ISMAEL PINEDA RUIZ**

**La vida es un pequeño suspiro  
sólo dura un instante dentro de la existencia  
¿quieres encontrarle un sentido?  
¡entonces invéntalo!**

A mi madre Silvia  
*In memoriam* de María Eugenia, mi querida  
hermana

## **Agradecimientos**

Antes que nada, agradezco a mi familia por su apoyo durante tantos años. A mi padre Edmundo, por apoyarme en mis decisiones; a mi hermano Josue Eduardo, por ser una persona noble, quien me ha brindado su ayuda en varias ocasiones; a mi hermana María Eugenia de Jesús, quien a pesar de que ya no se encuentra con nosotros, con sus críticas me ayudó a cuestionar y reflexionar sobre muchos aspectos de mí vida. Sin embargo, es a mi madre a quien más le debo: ella, con sus sacrificios, ha demostrado que su amor no tiene límites y que es la voluntad aquello que mueve al mundo.

A mis compañeros de la facultad de química: Mariela Rodríguez, Ismael Rodríguez, David Guardián, Rodrigo Camacho, Omar Rodríguez, Eduardo Moreno, Vanesa Ramírez, Jimena Brena, Kenia Ramírez, entre muchos otros más; pero especialmente a Karla Zepeda y Brenda Aldama, dos personas que han estado conmigo en los mejores y peores momentos de mi vida y quienes han aportado significado a mi concepto de *amistad*.

A Alejandra, por impulsarme día tras día para perseguir mis sueños. Ella me ha inspirado a tomar las herramientas y comenzar a escalar esta inmensa montaña que es la vida.

A la Universidad Nacional Autónoma de México, una gran institución, a la cual le debo mi formación académica. El conocimiento adquirido gracias a esta ha ayudado a madurar mi pensamiento crítico e indudablemente ha modificado mi percepción del mundo y su realidad. Las vivencias dentro de sus instalaciones y todas las personas a las que conocí dentro de estas, sin duda, han contribuido a mi crecimiento personal.

A la Facultad de Química y a todos los profesores que la conforman, quienes cargan con la responsabilidad de formar a muchos profesionistas de la química en el país. A la profesora Gabriela Flores, por brindarme su apoyo incondicional

Al Instituto de Investigaciones en Materiales por permitirme desarrollar este proyecto y acercarme un poco más a la noble labor científica.

A mis compañeros del Instituto de Investigaciones en Materiales: Marco Ezequiel, Sebastián Espinosa, Erick Alvarado, Emanuel López, Helios Ocaña y sobre todo a Liliana Romero, una gran persona que ama su trabajo y que siempre está dispuesta a ayudar.

A los técnicos laboratoristas: M. en C. Eliezer Hernández Mencinas, M. en C. Adriana Tejeda Cruz, Dr. Omar Novelo Peralta, Ing. Carlos Flores Morales, M. en C. Francisca García López, Fis. Josué Esau Romero Ibarra

Al doctor José Gonzalo González Reyes, quien durante mi estancia en el instituto de materiales me apoyó pacientemente y compartió parte de su saber, además de demostrar que es una persona con principios y de alta calidad humana.

Finalmente, agradezco al Programa de Apoyo a Proyectos de Investigación e Innovación Tecnológica (PAPIIT IN107917), ya que la realización del proyecto fue posible gracias a los recursos aportados por este. Además, también agradezco al Programa de Ayudante de Investigador SNI 3 del CONACYT, del cual fui beneficiario.

# Índice

Índice.....	III
Índice de figuras.....	VI
Índice de tablas.....	IX
Abreviaturas y símbolos.....	X
<b>1. Introducción.....</b>	<b>1</b>
1.1. Planteamiento del problema .....	2
1.2. Hipótesis.....	3
1.3. Objetivos .....	3
<b>2. Antecedentes .....</b>	<b>5</b>
2.1. Importancia del aluminio y sus aleaciones .....	5
2.2. Clasificación de las aleaciones de aluminio .....	6
2.3. Propiedades y características de la serie 7xxx .....	7
2.3.1. La Aleación Al7075.....	8
2.4. Mecanismos de endurecimiento .....	9
2.4.1. Endurecimiento por solución sólida .....	9
2.4.2. Endurecimiento por tamaño de grano .....	11
2.4.3. Endurecimiento por deformación.....	12
2.4.4. Endurecimiento por precipitados .....	13
2.5. Textura cristalográfica .....	14
2.6. Esfuerzos residuales.....	15
2.7. Deformación plástica severa.....	16
2.8. Corrugado planchado repetitivo.....	18
<b>3. Procedimiento experimental.....</b>	<b>20</b>
3.1. Descripción del procedimiento experimental.....	21
3.1.1. Caracterización de la condición de fábrica .....	21
3.1.2. Fabricación de láminas.....	21
3.1.3. Tratamiento térmico previo al proceso de RCS .....	23
3.1.4. Proceso de corrugado planchado repetitivo.....	25

3.2. Técnicas de caracterización .....	29
3.2.1. Caracterización química.....	29
3.2.1.1. Fluorescencia de rayos X.....	29
3.2.1.2. Microanálisis químico (EDS).....	30
3.2.2. Caracterización microestructural.....	32
3.2.2.1. Microscopía óptica.....	32
3.2.2.2. Microscopía electrónica de barrido .....	33
3.2.2.3. Microscopía electrónica de transmisión.....	34
3.2.2.4. Difracción de rayos x.....	35
3.2.2.5. Difracción de rayos X a alta temperatura .....	37
3.2.2.6. Macrotextura .....	38
3.2.2.7. Esfuerzos residuales.....	40
3.2.3. Caracterización mecánica .....	42
3.2.3.1. Dureza Vickers.....	42
3.2.3.2. Tracción uniaxial .....	44
<b>4. Resultados y discusión.....</b>	<b>46</b>
4.1. Caracterización química y microestructural de la condición de fábrica .....	46
4.1.1. Caracterización química.....	46
4.1.2. Dureza .....	47
4.1.3. Microscopía óptica.....	49
4.1.4. Microscopía electrónica de barrido .....	50
4.2. Proceso de laminación .....	52
4.2.1. Deformación por laminación .....	53
4.2.2. Macrotextura por laminación .....	54
4.2.3. Esfuerzos residuales debidos a la laminación.....	56
4.3. Selección de tratamiento previo al proceso de RCS .....	57
4.3.1. Dureza .....	57
4.3.2. Esfuerzos residuales.....	59
4.3.3. Figuras de polos .....	60
4.3.4. Difracción a diferentes temperaturas.....	62
4.4. Proceso de corrugado planchado repetitivo.....	66



4.4.1. Curva carga desplazamiento .....	66
4.4.2. Macrotextura por RCS.....	67
4.4.3. Esfuerzos residuales.....	69
4.4.4. Anchos de pico .....	70
4.4.5. Microscopía electrónica de transmisión.....	71
4.4.6. Propiedades mecánicas .....	76
4.4.6.1. Dureza .....	76
4.4.6.2. Ensayo de tracción uniaxial.....	77
<b>5. Conclusiones .....</b>	<b>82</b>
Perspectivas .....	82
<b>6. Bibliografía.....</b>	<b>83</b>
<b>7. Apéndice .....</b>	<b>85</b>
Anexo 1. Composición química de la condición de fábrica.....	85
Anexo 2. Determinación del tamaño de grano.....	86
Anexo 3. Indexación de los patrones de difracción obtenidos por TEM .....	88

## Índice de figuras

Fig. 1. Efecto de los átomos del soluto en la red cristalina del disolvente .....	10
Fig. 2. Fuente de Frank-Read. a) Dislocación anclada entre dos obstáculos. b) La dislocación comienza a curvarse al no poder moverse. c) Conforme avanza la deformación, la dislocación tiende a cerrarse. d) Generación de nueva dislocación. ....	12
Fig. 3. Diagrama de fases ternario para Al-Mg-Zn. Proyección solvus. ....	14
Fig. 4. Diferentes geometrías de dados para el proceso de RCS, imagen adaptada de: (Thangapandian, 2017). ....	19
Fig. 5. Diagrama de flujo de la metodología experimental. ....	20
Fig. 6. a) Placa inicial de la aleación Al7075. b) Placas de la aleación que fueron cortadas en el taller del IIM .....	22
Fig. 7. Diagrama del tratamiento térmico de recocido o sobreenviejado. ....	23
Fig. 8. Máquina de ensayos universales Instron 8802 .....	25
Fig. 9. Dado de Corrugado Planchado Repetitivo empleado en el proceso. La imagen inferior muestra las caras internas. ....	26
Fig. 10. Geometría del molde de RCS. a) corte de la sección transversal de la lámina sometida al proceso, b) función $f(x)$ , c) función $f(x)+0.85$ , d) fotografía de la sección representada gráficamente del perfil del molde. ....	27
Fig. 11. Esquema del proceso de corrugado planchado repetitivo donde se observan las diferentes etapas que lo conforman: 1) corrugado, 2) planchado y 3) giro de $90^\circ$ . ....	28
Fig. 12. Generación de fluorescencia por rayos X. ....	29
Fig. 13. Fotografía del espectrómetro utilizado para el análisis de XRF. ....	30
Fig. 14. Cámara de temperatura para el difractómetro Rigaku Ultima IV. ....	37
Fig. 15. Representación de una proyección estereográfica. RD=dirección de laminado, ND= normal a la dirección de laminado, TD=transversal al laminado (Engler, 2010). ....	38
Fig. 16. Colocación de una muestra par la determinación de microtextura. RD (dirección de laminación) apunta hacia el detector de rayos X. ....	39
Fig. 17. Componente de esfuerzo en la superficie de la muestra. ....	40
Fig. 18. Dureza Vickers. Esquemas del indentador y de la huella dejada por este, la cual se mide para determinar la dureza. ....	43
Fig. 19. Esquema de las probetas para el ensayo de tensión uniaxial. Todas las dimensiones están en mm. ....	44
Fig. 20. Sistema (troquel y prensa hidráulica) utilizado para la fabricación de probetas para tensión uniaxial. ....	45

Fig. 21. La primera imagen muestra la máquina de ensayos universales marca Instron, modelo 1125. La segunda imagen muestra una probeta de tensión colocada con las mordazas indicadas para dicho ensayo. ....	45
Fig. 22. Patrón de difracción de la condición de fábrica. ....	48
Fig. 23. Micrografías de la aleación Al7075. a) Corresponde a la cara laminada. b) corresponde a la sección transversal de laminación. ....	50
Fig. 24. Micrografía por SEM. Las elipses rojas indican la fase Mg <sub>2</sub> Si, mientras que las flechas amarillas señalan la fase Al <sub>7</sub> Cu <sub>2</sub> Fe. ....	51
Fig. 25. Láminas obtenidas durante el proceso de laminación. ....	53
Fig. 26. Figuras de polos de la aleación Al7075 laminada. ....	54
Fig. 27. Figuras de polos simuladas de la textura fibra β. Ezequiel, M. (2019). ....	55
Fig. 28. Comparación de las figuras de polos simulada y experimental (respectivamente) correspondientes al plano (111). ....	55
Fig. 29. Comportamiento de los esfuerzos residuales de la muestra laminada sin tratamiento térmico. ....	56
Fig. 30. Gráfico de dureza HV30 vs Temperatura. ....	58
Fig. 31. a) figura de polos y b) metalografía correspondiente al tratamiento a T=350 °C ....	59
Fig. 32. Esfuerzos residuales de ambos tratamientos térmicos. ....	60
Fig. 33. Figuras de polos de la aleación después del tratamiento térmico. ....	61
Fig. 34. Figuras de polo simuladas de la textura cubo. ....	61
Fig. 35. Esquema de la vista superior de la celda con textura cubo rotado. ....	62
Fig. 36. Termodifractograma de la muestra sin tratamiento térmico. Los picos corresponden al plano (422). ....	63
Fig. 37. Termodifractograma de la muestra con tratamiento térmico. Los picos corresponden al plano (422). ....	64
Fig. 38. Termodifractogramas de ambas muestras. ....	66
Fig. 39. Curva carga-desplazamiento de la etapa de corrugado del proceso de RCS. ....	67
Fig. 40. Figuras de polos inversas para 0, 1 y 3 pasos de RCS. ....	68
Fig. 41. Comportamiento de los esfuerzos residuales de 0 a 3 pasos de RCS. ....	70
Fig. 42. Micrografía por TEM (izquierda) y patrón de difracción (derecha) de la muestra con 0 pasos de RCS. ....	72
Fig. 43. Patrón de difracción de 0 pasos. Se observan los puntos seleccionados para la indexación, así como sus distancias con respecto al punto más intenso. ....	72
Fig. 44. Micrografía por TEM de la muestra con 0 pasos de RCS donde se observa el precipitado MgZn <sub>2</sub> . ....	73

Fig. 45. Patrón de difracción de 0 pasos. Las circunferencias remarcan los anillos observados para la fase MgZn <sub>2</sub> . .....	74
Fig. 46. Micrografías de muestra con 3 pasos de RCS. En ambas se observa la misma zona, pero con una inclinación de $\pm 3^\circ$ . .....	75
Fig. 47. Magnificación de la Fig. 47. En esta se observa la formación de una subestructura generada por el proceso de RCS .....	76
Fig. 48. Curvas esfuerzo-deformación del proceso de RCS. ....	78
Fig. 49. Efecto de los pasos de RCS sobre el esfuerzo de cedencia y esfuerzo máximo. ....	79
Fig. 50. Ampliación de las curvas de esfuerzo-deformación de 0p y 1p donde se observa la transición de la zona elástica a la zona plástica. Las líneas punteadas corresponden a la recta trazada para calcular el esfuerzo de cedencia convencional al 0.2%. ....	80
Fig. 51 Efecto del proceso de RCS sobre la elongación. ....	81
Fig. 52. Micrografías empleadas para la determinación del tamaño de grano del tratamiento térmico realizado a 350 °C. Las estrellas indican los granos completos, mientras que las circunferencias indican los granos incompletos. ....	86

## Índice de tablas

Tabla 1. Sistema de designación (ASM, 1990). .....	7
Tabla 2. Composición química de la aleación Al7075 (ASM, 1990). .....	8
Tabla 3. Composición química del reactivo para ataque químico.....	33
Tabla 4. Comparación de las composiciones químicas promedio obtenidas mediante EDS y XRF con la reportada en la norma. Los porcentajes se muestran peso (wt%) .....	46
Tabla 5. Comparación de las durezas en HV de la aleación Al7075 con diferentes tratamientos térmicos y la experimental. ....	47
Tabla 6. Identificación de picos en el difractograma de la condición de fábrica. ....	49
Tabla 7. Durezas obtenidas con los diferentes tratamientos térmicos. T=0 °C indica que no se realizó ningún tratamiento térmico. ....	57
Tabla 8. Cambios en el ancho de los picos (422) de las muestras con y sin tratamiento térmico a diferentes temperaturas. ....	64
Tabla 9. Anchos de pico a media altura de la fase Al para 0 y 3 pasos de RCS. ....	71
Tabla 10. Durezas de la aleación Al7075 antes y después del proceso de RCS. RCS 0P corresponde a la lámina con el tratamiento térmico, previo al proceso de RCS, seleccionado. ....	77
Tabla 11. Propiedades mecánicas determinadas por medio del ensayo de tensión uniaxial.....	79
Tabla 12. Composición química de la aleación Al7075 determinada mediante fluorescencia de rayos X .....	85
Tabla 13. Composición química de la aleación determinada mediante EDS .....	85
Tabla 14. Cocientes de distancias interplanares. ....	88

## Abreviaturas y símbolos

SPD	Severe Plastic Deformation (deformación plástica severa)
UFG	Ultrafine-Grained (de grano ultrafino)
RCS	Repetitive-Corrugation and Straightening (corrugado planchado repetitivo)
ECAP	Equal Channel Angular Pressing (extrusión en canal angular a sección constante)
DSR	Differential Speed Rolling (laminado a diferentes velocidades)
HPT	High-Pressure Torsion (torsión a alta presión)
FSP	Friction Stir Processing (procesado por fricción en batido)
FSW	Friction Stir Welding (soldadura por Fricción)
XRF	X Ray Fluorescence (Fluorescencia de rayos X)
EDS	Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy (espectroscopía por dispersión de energía)
wt%	Composición química en porcentaje peso
S	Desviación estándar muestra
$\bar{x}$	Media aritmética de una muestra
$C_v$	Coficiente de variación
HV	Hardness Vickers (dureza Vickers)
AES	Atomic emission spectroscopy (espectroscopía de emisión atómica)
$E_i$	Espesor inicial
$E_f$	Espesor final

FWHM	Full Width at Half Maximum (ancho de pico a altura media)
TEM	Transmission Electron Microscopy (microscopio electrónico de transmisión)
SEM	Scanning Electron Microscope (Microscopio electrónico de barrido)
BEI	Backscattered Electron Imaging (Imagen por electrones retrodispersados)
SEI	Secondary Electron Imaging (imagen por electrones secundarios)
EPMA	Electron microprobe análisis (análisis por microsonda electrónica)
UTS	Ultimate Tensile Strength (resistencia máxima a la tracción)
PLC	Portevin-Le Chatelier

## **1. Introducción**

Las aleaciones nanoestructuradas han recibido un gran interés científico por sus mejores propiedades mecánicas respecto a sus equivalentes con granos micrométricos. Existen diversos métodos reportados en la literatura para lograr el refinamiento de grano, entre ellos destacan ECAP (extrusión en canal angular a sección constante), HPT (torsión a alta presión) y más recientemente el RCS (corrugado planchado repetitivo). Este último método está perfectamente adaptado para realizarse sobre láminas de pocos milímetros de espesor, lo cual es de gran interés tecnológico e industrial.

El presente trabajo consiste en el estudio mecánico y microestructural de la aleación Al7075 procesada por RCS. El objetivo general es vincular los cambios en las propiedades mecánicas con la microestructura generada por el proceso.

Se realizó la caracterización de las muestras por medio de las técnicas: difracción de rayos X, fluorescencia de rayos X, microscopía electrónica de transmisión, microscopía electrónica de barrido, microanálisis químico por EDS (Espectroscopía de dispersión de energía)

Se encontró un tratamiento térmico óptimo para obtener la recristalización y se determinaron sus efectos sobre la textura del material. El proceso no ocasionó daño superficial sino hasta después de 3 pasos de RCS. La resistencia mecánica se incrementó con el proceso RCS, aunque se tuvo una caída importante en la ductilidad. Los esfuerzos residuales aumentaron fuertemente con el número de pasos de RCS.



Para su presentación, este trabajo está dividido en 4 secciones principales. En antecedentes se revisarán los principios básicos para comprender el efecto del corrugado planchado repetitivo en la microestructura y las propiedades mecánicas de la aleación. El procedimiento experimental muestra la metodología empleada durante el desarrollo del trabajo. En la sección de resultados se detallan los principales hallazgos de esta investigación, los cuales son resumidos en las conclusiones.

### **1.1. Planteamiento del problema**

Recientemente los métodos de deformación plástica severa han adquirido relevancia debido a su capacidad para obtener refinamiento de grano, consiguiendo incluso materiales policristalinos de grano submicrométrico y/o nanométrico. Esto trae consigo una mejora en algunas propiedades físicas y mecánicas como son una alta resistencia, manteniendo una ductilidad razonable, lo que favorece a la resistencia a la fatiga y tenacidad a la fractura; además, se puede llegar a presentar un comportamiento superplástico a bajas temperaturas y velocidades de deformación mayores a las usuales (Rodríguez Baracaldo, 2007).

Existen diversos métodos de deformación plástica severa, sin embargo, el corrugado planchado repetitivo (RCS por sus siglas en inglés) es especialmente atractivo por los resultados obtenidos en la refinación de grano y su alto potencial a nivel industrial.

La aleación procesada y estudiada es la Al7075. Esta aleación de aluminio posee un límite de cedencia muy alto, lo cual, aunado a su baja densidad, justifica su utilización en la fabricación de elementos estructurales en aeronaves y barcos; los procesos de deformación plástica severa podrían incrementar aún más su resistencia mecánica.

La aleación Al7075 ha sido procesada mediante diversos métodos de deformación plástica severa como son: la extrusión angular en sección constante (ECAP), el laminado a velocidad variable (DSR), la torsión a alta presión (HPT) y la soldadura por fricción (FSW); las siglas entre paréntesis corresponden a estas mismas técnicas en inglés. A pesar de la potencialidad mecánica de la aleación Al7075, no hay referencias que indiquen que dicha aleación haya sido procesada por corrugado planchado repetitivo (RCS).

En este trabajo se pretende procesar dicha aleación por el método de corrugado planchado repetitivo con la finalidad de evaluar su efecto en las propiedades mecánicas a través de ensayos de tracción y dureza. Además, se realiza la caracterización microestructural para explicar el cambio generado en las propiedades mecánicas.

## **1.2. Hipótesis**

La aleación Al7075 es un buen candidato para que un proceso de deformación plástica severa, como el RCS, pueda mejorar aún más su resistencia mecánica.

El diseño de nuestro dado de RCS es capaz de generar esfuerzos de corte considerables en el material, siendo justamente este tipo de esfuerzos los responsables del mejoramiento de la resistencia mecánica.

## **1.3. Objetivos**

1. Determinar el tratamiento térmico óptimo para la aleación Al7075 antes de su procesamiento por RCS, con el fin de obtener la textura de recristalización de tipo "cubo", con el mínimo de esfuerzos residuales y de tamaño de grano.

2. Determinar el cambio en la integridad física de las láminas como resultado del proceso RCS con el fin de determinar la máxima deformación posible admitida por la aleación Al7075-O.

3. Evaluar el efecto mecánico del proceso RCS a partir de curvas esfuerzo-deformación de ensayos de tracción y dureza con el fin de evaluar la pertinencia de este tipo de procesos en esta aleación.

4. Determinar los cambios microestructurales debidos al proceso RCS.

## **2. Antecedentes**

### **2.1. Importancia del aluminio y sus aleaciones**

El aluminio es un metal de color blanco plateado, cuya densidad es de  $2.7 \text{ g/cm}^3$ , aproximadamente 3 veces menor que la de los aceros, lo cual representa una ventaja frente a esta familia de materiales. El aluminio, cuando es de alta pureza, presenta una conductividad térmica relativamente alta y, de igual forma, presenta una alta conductividad eléctrica, 63.8% de la del cobre.

Debido a que el aluminio no cumple con las propiedades mecánicas suficientes para muchas aplicaciones, principalmente para aplicaciones estructurales, por su baja resistencia mecánica, es necesario alearlo con elementos que permitan aumentar su resistencia, lo que aumenta significativamente el rango de aplicación de dicho metal.

Hoy en día, el aluminio es el metal no ferroso más utilizado en todo el mundo debido a la gran cantidad de aplicaciones que tienen sus aleaciones. Esto fue posible gracias al diseño de un gran número de aleaciones de aluminio que permiten satisfacer necesidades específicas. Las aleaciones más importantes están normalizadas y se especifican sus composiciones y propiedades mecánicas, las cuales pueden ser consultadas en numerosos textos (Davis, 1993).

Las propiedades de las aleaciones de aluminio son determinadas en general por dos o más elementos donde el aluminio representa del 90 a 96% (Kaufman, 2000). Se pueden clasificar en dos grupos: aleaciones metalmecánicas y de fundición. Las primeras son aquellas aleaciones que se producen en forma de lingotes o tochos, los cuales serán sometidos posteriormente a procesos de conformado; las segundas se refieren a

aquellas que se usan para fabricar partes fundidas cuya forma final o casi final se realiza por medio de la fusión del material.

El aluminio y sus aleaciones tienen aplicaciones que van desde elementos estructurales para aviones, automóviles o bicicletas hasta embalajes de alimentos como latas o papel aluminio. También se fabrican bienes de uso doméstico como utensilios para cocina, conductores eléctricos, disipadores de calor, etc.

## **2.2. Clasificación de las aleaciones de aluminio**

Como se mencionó en el apartado anterior, las aleaciones de aluminio se pueden clasificar en dos grandes categorías: aleaciones para fundición y aleaciones para procesos metalmecánicos. Las cuales, a su vez, están divididas según su composición química.

Existen diversas nomenclaturas para las aleaciones de fundición y metalmecánicas. Entre estas, una de las más reconocidas es la de "*The Aluminium Association*". En esta nomenclatura, las aleaciones para procesos metalmecánicos consisten en cuatro dígitos. El primero se refiere al grupo de aleación, el segundo indica las modificaciones realizadas sobre dicha aleación y los dos últimos identifican la aleación de aluminio o indican la pureza de este. En el caso de las aleaciones para fundición, la primera cifra indica el grupo de la aleación y los dos segundos dígitos identifican la aleación de aluminio o indican la impureza del mismo, posteriormente se pone un punto decimal que indica que se trata de una aleación para fundición, seguido de un cero o uno, que indican si se trata de piezas fundidas o lingotes (Davis, 1993). La Tabla 1 muestra dicha clasificación.

Tabla 1. Sistema de designación (ASM, 1990).

<b>Procesos metalmecánicos</b>	<b>Fundición</b>
1xxx.....Al≥99.00	1xx.x.....Al≥99.00
2xxx.....Cu	2xx.x.....Cu
3xxx.....Mn	3xx.x...Si con Cu y/o Mg
4xxx.....Si	4xx.x.....Si
5xxx.....Mg	5xx.x.....Mg
6xxx.....Mg y Si	6xx.x.....Serie no usada
7xxx.....Zn	7xx.x.....Zn
8xxx.....Otros elementos	8xx.x.....Sn
9xxx.....Serie no usada	9xx.x...Otros elementos

### 2.3. Propiedades y características de la serie 7xxx

Esta serie se caracteriza por tener al Zn como mayor elemento aleante en proporciones de entre 1 a 8%, también puede contener pequeñas cantidades de Mg, lo que hace que la aleación sea tratable térmicamente otorgándole una resistencia mecánica de moderada a alta (ASM, 1990).

El Mg es agregado debido a que el Zn, por sí solo, aumenta ligeramente la resistencia. La suma de Zn y Mg se limita a máximo 6 o 7% debido a que las aleaciones AlZnMg presentan corrosión en las grietas producidas por las tensiones, por lo que se suele añadir Cu (Hufnagel, 1992).

La presencia de Zn y Mg también es responsable del endurecimiento por deformación en frío. La resistencia básicamente depende de la suma de Zn y Mg, sin embargo, el efecto del endurecimiento por deformación en frío es mayor cuando la proporción Zn:Mg es más alta (Hufnagel, 1992).

La adición de Cu, teniendo como resultado un sistema AlZnMgCu, tiene como efecto un aumento en la resistencia mecánica y la corrosión. Generalmente este elemento se encuentra entre el 0.5 y 2% y permite ampliar el campo aprovechable para el Zn+Mg hasta el 9%. Estas aleaciones son susceptibles de endurecerse por deformación en frío o por tratamiento térmico (Hufnagel, 1992).

Por sus altas propiedades mecánicas, esta serie se suele utilizar para estructuras de fuselajes, equipos móviles y piezas sujetas a altas cargas de trabajo (ASM, 1990).

### 2.3.1. La Aleación Al7075

Según la designación de ISO (International Organization for Standardization) para aleaciones base aluminio para procesos metalmecánicos, la aleación Al7075 está designada como Al-Zn6CuMgZr. La composición química nominal de esta aleación se muestra en la Tabla 2.

*Tabla 2. Composición química de la aleación Al7075 (ASM, 1990).*

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ti <sup>(b)</sup>	Zn	Al <sup>(a)</sup>
0.40	0.5	1.2-2.0	0.3	2.1-2.9	0.18-0.28	0.2	5.1-5.6	Resto

*<sup>(a)</sup> se puede usar un límite máximo de Zr+Ti de 0.25% para productos extruidos y forjados cuando el proveedor o productor y el comprador así lo hayan acordado.*

*<sup>(b)</sup>Este dato fue extraído de Source Book on Selection and Fabrication of Aluminum Alloys (ASM, 1978).*

Esta aleación fue introducida en 1943 y se deriva de la aleación 7076, la cual fue modificada para incrementar su resistencia a la fractura por corrosión bajo tensión, al demostrarse que la adición de Cr tenía dicho efecto.

Debido a sus altas propiedades mecánicas y a su baja densidad, esta aleación es empleada principalmente para la fabricación de elementos estructurales en aeronaves y barcos, por ejemplo, accesorios de aeronaves, engranajes y ejes, piezas de fusibles, piezas de misiles, piezas de válvulas reguladoras, llaves, aplicaciones aeroespaciales y de defensa (matweb.com, 2019).

## **2.4. Mecanismos de endurecimiento**

Existen diversos mecanismos mediante los cuales las aleaciones para conformado mecánico base aluminio pueden ser endurecidas. La viabilidad de dichos mecanismos depende básicamente de la composición química de la aleación.

El principal mecanismo de endurecimiento de la aleación Al7075 es el endurecimiento por precipitación. Sin embargo, otros mecanismos de endurecimiento pueden contribuir al aumento de la resistencia mecánica.

### **2.4.1. Endurecimiento por solución sólida**

Cuando se agregan pequeñas cantidades de un elemento (soluto) a otro (disolvente), sin sobrepasar su solubilidad máxima, se forma una disolución en estado sólido, donde los elementos que la constituyen están dispersos de forma homogénea. Estos elementos se incorporan en la estructura cristalina del disolvente de dos formas posibles: en los intersticios, es decir, en los espacios libres entre los átomos de la red cristalina o sustituyendo átomos del disolvente; la primera se llama solución sólida intersticial, la segunda, solución sólida sustitucional.

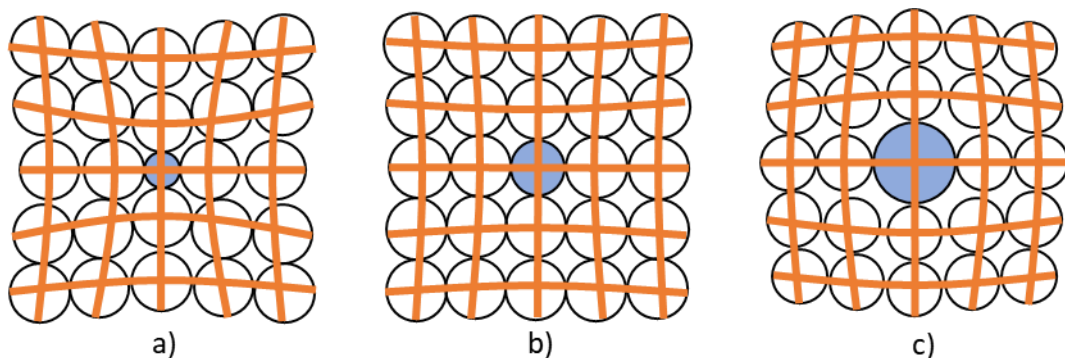
Los átomos del soluto distorsionan la red cristalina del disolvente, generando defectos puntuales, lo que da como resultado un cambio en las propiedades mecánicas. El aumento en la resistencia de las aleaciones se



debe a que dichos defectos puntuales dificultan el movimiento de las dislocaciones (Askeland, 2012).

El incremento de la dureza debido a la solución sólida depende básicamente de dos factores: la diferencia entre el tamaño atómico del elemento aleante y el elemento base, así como la cantidad del elemento adicionado.

La Fig. 1 muestra el efecto de un átomo del elemento aleante que sustituye a otro del elemento base en la red cristalina. En el inciso a) el átomo del soluto (en color azul) es un 40% más pequeño que los átomos del elemento base, en el inciso b) es un 10% más pequeño, en cambio, en el inciso c) es un 50% más grande. Se observa que entre mayor sea la diferencia del tamaño atómico entre el elemento base y el soluto, la distorsión de la red cristalina es cada vez más evidente, dando como resultado un mayor endurecimiento (Askeland, 2012).



*Fig. 1. Efecto de los átomos del soluto en la red cristalina del disolvente*

La aleación Al7075, debido a que sus elementos aleantes exceden el límite de solubilidad, presenta varias fases. Sin embargo, una pequeña cantidad de estos elementos se encuentran en solución sólida con el aluminio. De hecho, es posible realizar un tratamiento térmico de

solubilización (el cual es necesario para su endurecimiento por envejecimiento) en donde se presenta una solución sólida metaestable.

#### **2.4.2. Endurecimiento por tamaño de grano**

Para un mismo material policristalino, a medida que el tamaño de grano es menor, la resistencia aumenta. Esto se debe a que el deslizamiento de dislocaciones (el cual es uno de los mecanismos de deformación) ocurre dentro del grano hasta llegar a la frontera, la cual es, básicamente, una discontinuidad en los planos de deslizamiento entre un grano y otro. Para que una dislocación atraviese una frontera de grano, necesita cambiar su dirección, lo cual se dificulta a medida que aumenta la desorientación entre granos.

La ecuación de Hall-Petch (2-1) relaciona el esfuerzo de cedencia con el tamaño de grano. Esta ecuación muestra que el esfuerzo de cedencia es inversamente proporcional al cuadrado del diámetro promedio de los granos. Esta ecuación pierde validez con granos inusualmente grandes o materiales con grano ultrafino (UFG).

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

En donde:

$\sigma_y$  = esfuerzo de cedencia

$d$  = diámetro promedio del grano

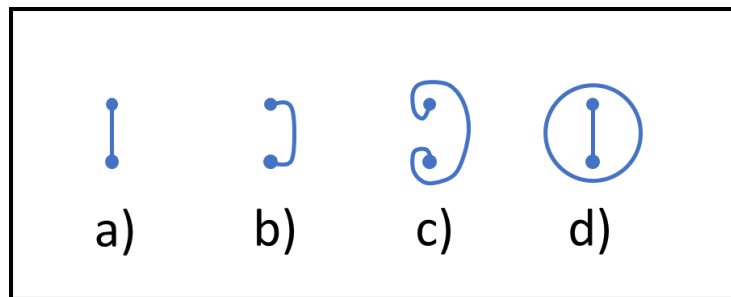
$\sigma_0$  y  $K$  = constantes del material

El tamaño de grano puede controlarse por medio de tratamientos térmicos. Sin embargo, otra forma de reducir el tamaño de grano es mediante la deformación plástica severa, como se verá más adelante.

### 2.4.3. Endurecimiento por deformación

Cuando un metal es deformado, su densidad de dislocaciones aumenta, lo que en la mayoría de los metales provoca un incremento en el esfuerzo de cedencia y dureza, por el contrario, su ductilidad se ve altamente penalizada. Este tipo de endurecimiento es ampliamente utilizado en aleaciones no tratables térmicamente (Totten, 2003).

Las dislocaciones se generan mediante un mecanismo denominado fuente de Frank-Read, el cual se esquematiza en la Fig. 2. Dicho mecanismo consiste en el deslizamiento de las dislocaciones sobre su plano de deslizamiento, las cuales en algún momento se encuentran con obstáculos que fijan la línea de dislocaciones. Al seguir aplicando un esfuerzo, la dislocación intentará moverse, generando una curvatura de la línea de dislocación para finalmente crear una dislocación nueva (Askeland, 2012).



*Fig. 2. Fuente de Frank-Read. a) Dislocación anclada entre dos obstáculos. b) La dislocación comienza a curvarse al no poder moverse. c) Conforme avanza la deformación, la dislocación tiende a cerrarse. d) Generación de nueva dislocación.*

Si bien es cierto que las dislocaciones son necesarias para la deformación plástica, al incrementarse interfieren con sus propios movimientos, generando lo antes mencionado: un aumento de su dureza y esfuerzo de cedencia y una disminución de su ductilidad.

#### **2.4.4. Endurecimiento por precipitados**

Este endurecimiento se da gracias a la presencia de partículas pequeñas de una fase (la cual recibe el nombre de fase dispersa) en una fase de mayor ductilidad (la cual recibe el nombre de matriz). Para lograr la existencia de una segunda fase dispersa, se debe de exceder el límite de solubilidad de un elemento o compuesto de aleación (Askeland, 2012).

La fase dispersa debe cumplir con ciertas características para que endurezca el material. Esta debe ser dura, resistente, abundante, dispersa y con un tamaño pequeño y morfología redonda. La matriz, en cambio, debe ser blanda y dúctil. Dichas características son importantes puesto que la fase dispersa interfiere con el deslizamiento, mientras que la matriz provee ductilidad.

Algunas aleaciones de aluminio son susceptibles a ser tratadas térmicamente con la finalidad de obtener una fase fina dispersa, a dicho tratamiento se le llama envejecimiento. La aleación base aluminio Al7075 puede ser envejecida, lo que incrementa significativamente su dureza.

La Fig. 3 muestra el diagrama ternario para Al-Mg-Zn. Como se vio en la sección 2.3.1, esta aleación tiene, según la norma, de 2.1 a 2.9 wt% de Mg y entre 5.1 y 5.6 wt% de Zn. En el diagrama, que muestra la solubilidad del Mg y Zn en el aluminio, se observa que a las composiciones pertenecientes a la aleación Al7075 se encuentran en la zona de fases  $Al_{SS}+MgZn_2+Mg_3Zn_3Al_2$ , a una temperatura de 475 K. Sin embargo, normalmente se encuentran solo la fase  $\eta$  ( $MgZn_2$ ); esto debido a que las condiciones a las que comúnmente se lleva a cabo el envejecimiento favorecen la aparición de dicha fase (Gjonnes, 1970), es decir, a una temperatura de 120 °C durante 24 horas (ASM, 1991).

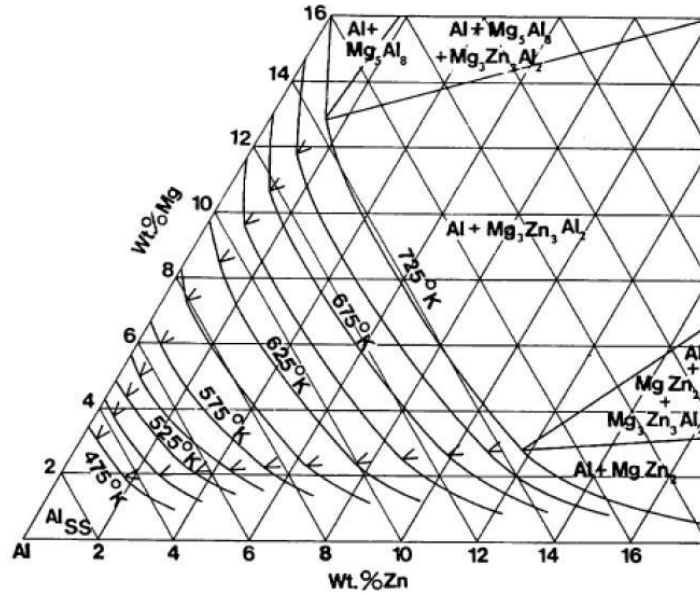


Fig. 3. Diagrama de fases ternario para Al-Mg-Zn. Proyección solvus.

## 2.5. Textura cristalográfica

Son pocos los casos en los que los granos de un material policristalino están distribuidos arbitrariamente, por el contrario, casi siempre existen orientaciones preferenciales; esto es importante, ya que algunas propiedades dependen de dichas orientaciones. La textura cristalográfica se refiere a la orientación preferencial de los cristales en un material policristalino. Esta se puede generar durante la solidificación o por medio de procesos termomecánicos.

Uno de los primeros fenómenos que fueron relacionados con textura fue la aparición de orejas en los procesos de embutido profundo (Cruz Gandarilla, 1998), lo que significa que existe una relación entre textura y propiedades mecánicas. Algunas de las propiedades que dependen de la orientación cristalográfica son: módulo de Young, resistencia mecánica, ductilidad, coeficiente de Poisson, dureza, permeabilidad magnética,

conductividad eléctrica y expansión térmica (para cristales no cúbicos) (Engler, 2010).

Uno de los efectos de los procesos SPD es el cambio en la textura, debido a que el material es deformado plásticamente y uno de los mecanismos de deformación involucra la rotación de granos.

Existen dos enfoques para la textura: la Macrotextura, que se refiere a la fracción del espécimen que tiene cierta orientación y la microtextura, que nos da información de la orientación de cada grano.

La figura de polos es una de las herramientas más empleadas para visualizar la textura, dicha técnica se describirá en la página 38. Sin embargo, existen otras representaciones como lo son la figura de polos inversa y la función de distribución de orientaciones (FDO).

Uno de los objetivos de este trabajo es determinar la textura generada por el proceso de RCS en la aleación Al7075. Además, dicha técnica también fue empleada para determinar el cambio en la textura debido al tratamiento térmico previo al proceso de RCS.

## **2.6. Esfuerzos residuales**

Los esfuerzos residuales se refieren a los esfuerzos que permanecen en el material después de retirar la fuerza que originó la deformación. Por ejemplo, durante un proceso de conformado, una parte de la energía de deformación es liberada por el material en forma de energía térmica, sin embargo, una pequeña parte de esa energía se queda en el material, aumentando su energía interna y, de esta forma, modificando su resistencia mecánica.

Los esfuerzos residuales se pueden clasificar en dos tipos: macroesfuerzos (tipo I) y microesfuerzos (tipo II y III). Los primeros se deben a las heterogeneidades asociadas con procesos químicos, térmicos o mecánicos en la estructura de la pieza; los segundos se deben a heterogeneidades microscópicas, como inclusiones con diferente coeficiente de dilatación térmica, expansión térmica anisotrópica de los granos, gradientes de deformación o microesfuerzos alrededor de las inclusiones. Los microesfuerzos de tipo II abarcan unos cuantos granos, mientras que los del tipo III están dentro de éste. (Whiters, 2001).

Existen diferentes métodos para la medición de esfuerzos residuales como son: hoyo incremental, ultrasonido, difracción de neutrones o difracción de rayos X (Whiters, 2001). En el presente estudio se utilizó el último método, es cual es descrito con detalle en la página 40.

## **2.7. Deformación plástica severa**

La deformación plástica severa (SPD por sus siglas en inglés) se refiere a un conjunto de técnicas en las que se busca imponer una gran cantidad de deformación al material con la finalidad de obtener un excepcional refinamiento de grano y mejoras en la resistencia mecánica. Una característica de dichas técnicas es que la deformación no genera cambios significativos en las dimensiones de la muestra, otra característica es que se evita el libre flujo del material, produciendo así una presión hidrostática significativa, lo cual es indispensable para lograr altas deformaciones y así introducir una alta densidad de defectos cristalinos necesarios para lograr la refinación de grano (Valiev, 2006).

La finalidad principal de los procesos de deformación plástica severa es producir materiales de grano ultrafino (UFG por sus siglas en inglés). Estos materiales se pueden clasificar en dos tipos, según su tamaño

promedio de grano: submicrométrico (de 100 a 1000 nm) y nanométrico (menor a 100 nm). La importancia en las técnicas SPD radica en que dicho refinamiento de grano no puede ser obtenido mediante procesos termomecánicos convencionales (Langdon, 2001).

La investigación científica de los procesos de deformación plástica severa comenzó con los experimentos realizados por el doctor P. W. Bridgman de la universidad de Harvard, quien en el año 1946 obtuvo un premio nobel por su trabajo en física de altas presiones.

El profesor Bridgman desarrolló una técnica en la que a una barra se le aplicaban esfuerzos de torsión y compresión de forma simultánea, lo que permitió lograr una mayor deformación sin que la muestra se fracture (Zhilyaev, 2008). Sin embargo, fue en la década de los 80's cuando en la antigua URSS se comenzó a estudiar con mayor detalle los efectos de someter materiales a muy altas deformaciones plásticas, desarrollando de esta forma los procesos de deformación plástica severa.

Se ha reportado que los materiales de grano ultrafino obtenidos mediante los procesos SPD poseen la ventaja de tener una alta resistencia sin penalizar la ductilidad, lo que, a su vez, provoca una mejora en su resistencia a la fatiga y tenacidad a la fractura. Además, en algunos casos, se puede obtener un comportamiento superplástico a temperaturas relativamente bajas y a altas velocidades de deformación (Rodríguez Baracaldo, 2007).

Desde los años 80's se han desarrollado varios métodos de deformación plástica severa. El profesor Bridgman sentó las bases para una de las técnicas más populares de SPD: torsión a alta presión (HPT). Sin embargo, hoy en día se conocen diversas técnicas de deformación plástica severa, las más notorias son: la torsión a alta presión (HPT), el



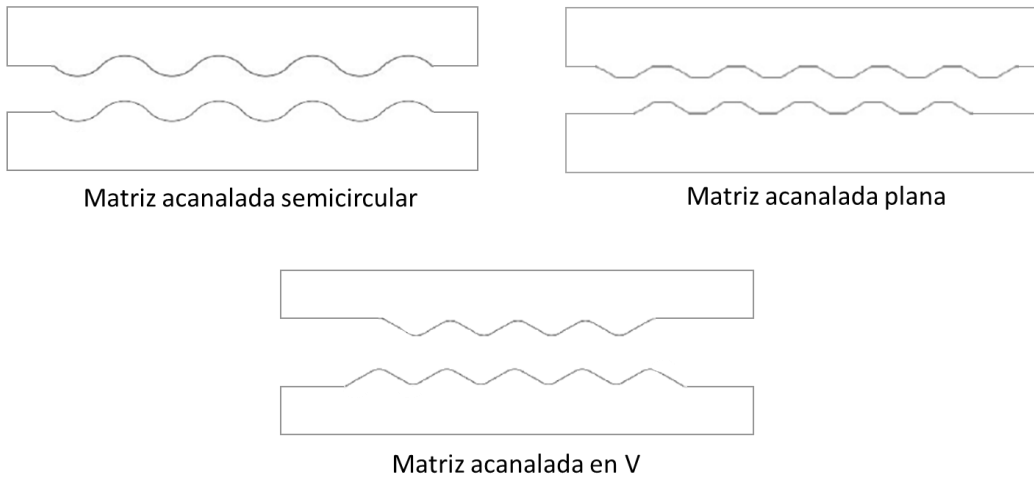
corrugado planchado repetitivo (RCS), el co-laminado acumulativo (ARB), la extrusión en canal angular constante (ECAP) y el procesado por fricción (FSP).

## **2.8. Corrugado planchado repetitivo**

El corrugado planchado repetitivo (RCS, por sus siglas en inglés) fue patentado en el 2001 por el doctor Yuntian T. Zhu y otros colaboradores. Consiste en el corrugado de una lámina con ayuda de un molde, para posteriormente ser enderezada por medio de un proceso de compresión con dos planchas planas o un tren de laminado; el proceso es repetido varias veces con la finalidad de acumular la deformación y así generar un refinamiento de grano. Este proceso es particularmente atractivo debido a su gran potencial para ser realizado a nivel industrial y a que ha demostrado ser eficaz para producir láminas con tamaño de grano fino.

Las principales variables en este proceso son: la velocidad de deformación, la temperatura de trabajo y el perfil o geometría del molde; además, el espesor de la lámina influye en la cantidad de deformación aplicada.

La geometría no sólo influye en la deformación aplicada por cada paso, también se debe de tomar en cuenta para evitar la formación de grietas y la heterogeneidad de la deformación. Además, influye en el tamaño de grano final y la cantidad de subgranos formados (Thangapandian, 2017). La Fig. 4 muestra algunas de las geometrías reportadas en la literatura.



*Fig. 4. Diferentes geometrías de dados para el proceso de RCS, imagen adaptada de: (Thangapandian, 2017).*

### 3. Procedimiento experimental

El procedimiento experimental consta de cuatro etapas, en las cuales algunas técnicas de caracterización se repiten. Con la finalidad de apreciar de mejor forma el orden en que se hicieron los procesos y sus caracterizaciones, se presenta el siguiente esquema (Fig. 5), en el cual se indican las técnicas que se emplearon en cada etapa. Para una mayor claridad, se describirá brevemente la metodología experimental y, posteriormente, se desarrollará cada técnica empleada.

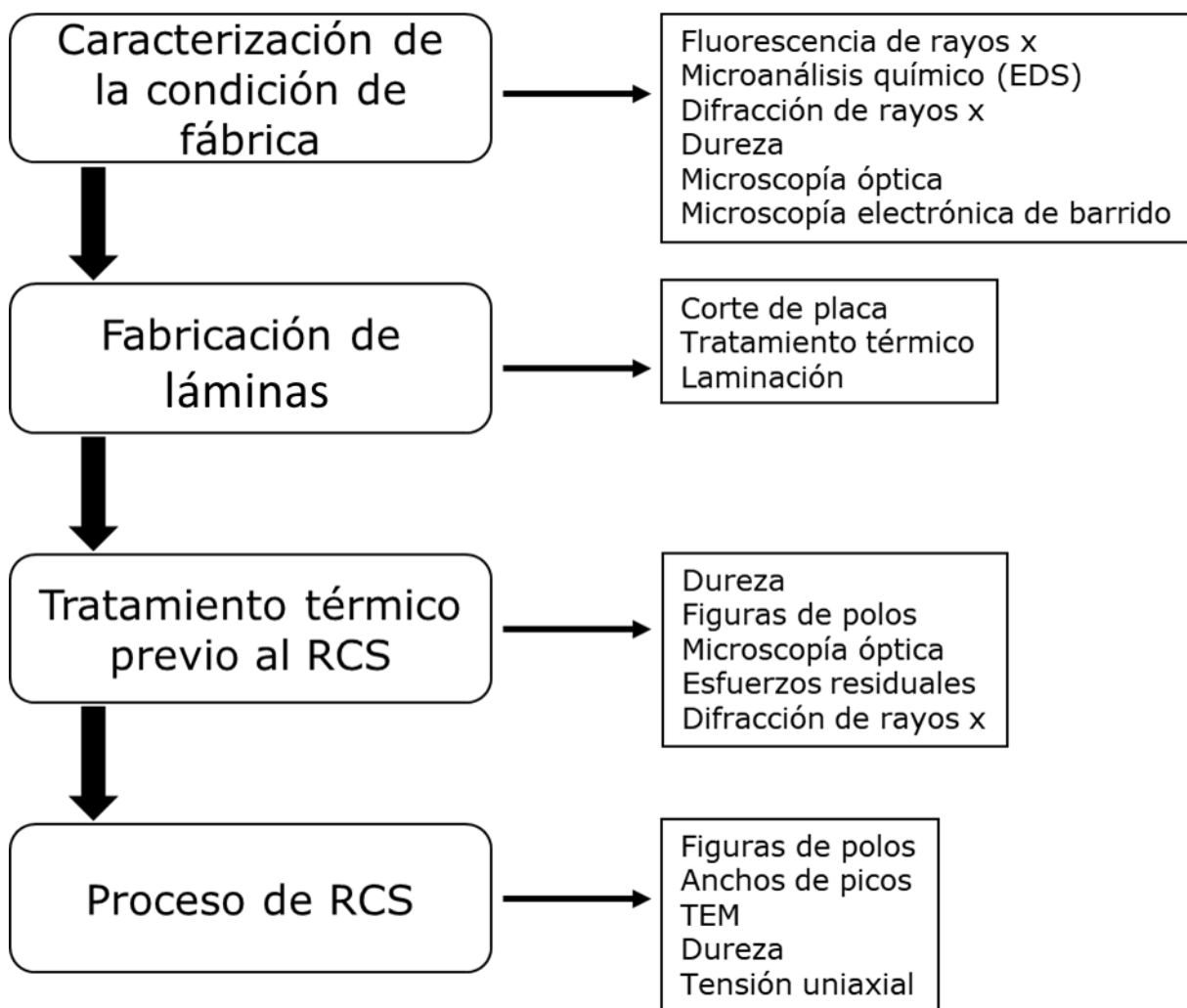


Fig. 5. Diagrama de flujo de la metodología experimental.

### **3.1. Descripción del procedimiento experimental**

#### **3.1.1. Caracterización de la condición de fábrica**

Para la caracterización química y microestructural de la condición de fábrica, se cortaron pequeñas muestras de un segmento sobrante de la placa del material de llegada. De este sobrante se tomaron varias muestras con la finalidad de realizar los ensayos descritos en la Fig. 5.

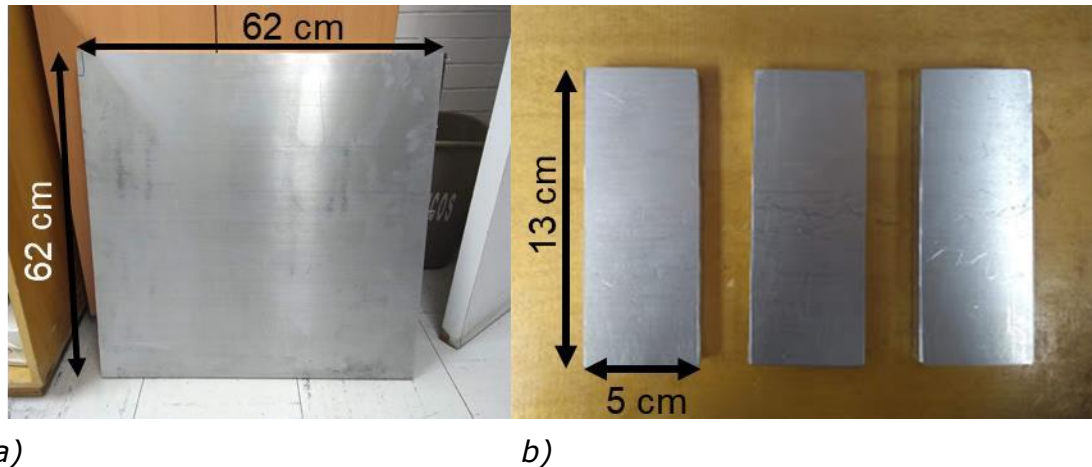
Para la caracterización química se realizaron dos ensayos: fluorescencia de rayos X y microanálisis químico (EDS) por microscopía electrónica de barrido.

Una vez identificada la composición química del material, se procedió a una caracterización microestructural de la pieza. Para ello, se realizaron estudios por microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos X.

Tanto la microscopía como la dureza dieron indicios de la historia termomecánica. En la primera, por medio de la morfología de los granos; en la segunda, comparando los valores obtenidos con los reportados en la literatura para diferentes estados de entrega o *tempers*. Con ayuda de la difracción de rayos X se identificaron algunas fases y con SEM se observaron inclusiones pertenecientes a la muestra.

#### **3.1.2. Fabricación de láminas**

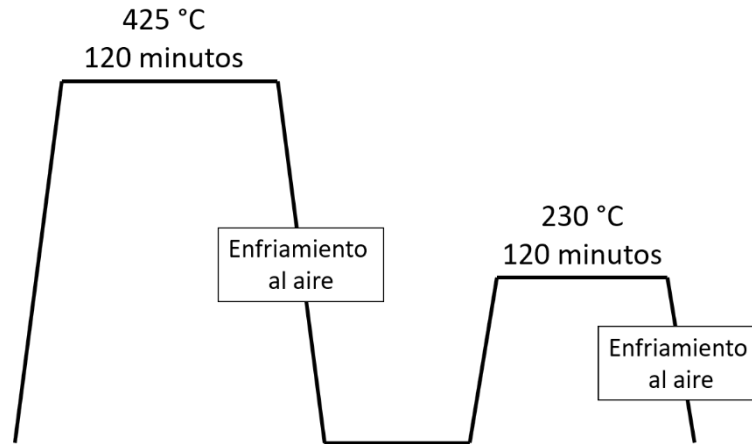
Se partió de placas de la aleación Al7075 con un tamaño de 62x62cm y un espesor de 13 mm, Fig. 6 a). De esta, se obtuvieron varias placas con una dimensión de aproximadamente 50x130 mm como las mostradas en la Fig. 6 b).



*Fig. 6. a) Placa inicial de la aleación Al7075. b) Placas de la aleación que fueron cortadas en el taller del IIM.*

Dichas placas fueron sometidas a un tratamiento térmico de recocido para facilitar el proceso de laminación y evitar fracturas, dicho tratamiento fue revisado en la literatura, volumen 4 del Metals Handbook (ASM, 1991). Este tratamiento térmico fue seleccionado debido a dos motivos: en primer lugar, porque es el tratamiento indicado como el que genera un menor esfuerzo de cedencia; en segundo lugar, porque en experiencias previas se ha visto que es el tratamiento que menos defectos genera durante la laminación, por ejemplo, las grietas en los bordes no penetran tanto el material y no existe rasgado de núcleo (también denominado cola de pez).

El tratamiento térmico de recocido consta de las siguientes etapas: calentamiento hasta 425 °C durante dos horas, enfriamiento al aire, calentamiento hasta 230 °C durante dos horas y, finalmente, enfriamiento al aire; tal como lo muestra la Fig. 7.



*Fig. 7. Diagrama del tratamiento térmico de recocido o sobrevenejado.*

Después se laminaron las placas que fueron sometidas al tratamiento térmico de recocido. Para ello, la distancia de los rodillos se redujo paulatinamente de 2.5 en 2.5 milímetros. Conforme la lámina se hace más delgada, el cambio en la distancia en los rodillos debe ser menor debido a que a la laminadora le cuesta más trabajo reducir el espesor.

El espesor final alcanzado durante la laminación fue de aproximadamente 0.85 mm. Este fue elegido para que el proceso de RCS se lleve adecuadamente.

Una vez obtenidas las láminas, se determinó la macrotextura y el estado de los esfuerzos residuales de laminación, con la finalidad de observar los cambios en estos aspectos con los posteriores tratamientos térmicos.

### **3.1.3. Tratamiento térmico previo al proceso de RCS**

Se planteó realizar un tratamiento térmico posterior a la laminación debido a dos razones: en primer lugar, porque el proceso de laminación endurece el material, lo que disminuiría el número de pasos posibles de RCS y, por tanto, la deformación total aplicada por este proceso; en segundo lugar, porque se pretende evaluar únicamente la deformación

aplicada por el proceso de RCS. Este último aspecto se debe a que la deformación aplicada por estos métodos de deformación (laminación y RCS) es diferente.

Para estos tratamientos térmicos, se cortaron muestras de 2.5 x 2.5 cm de la lámina fabricada, con ayuda de una guillotina. Posteriormente, se plantearon tratamientos, todos con una duración de una hora a las siguientes temperaturas: 100, 200, 300, 350, 400 y 430° C.

Los tratamientos térmicos se realizaron de la siguiente forma: primero se pone a calentar la mufla hasta llegar a la temperatura del tratamiento térmico, posteriormente, se introducen las muestras y se cierra el horno. La recuperación de la temperatura, de acuerdo a lo indicado por el termopar del horno, es de aproximadamente 90 segundos, según la temperatura del tratamiento. El tiempo de permanencia se comienza a contar a partir de que el termopar llega a la temperatura del tratamiento. El enfriamiento de estas muestras es al aire.

Una vez que las muestras alcanzan el equilibrio térmico con el aire, se toma dureza. Para ello, se utiliza un durómetro marca Jinan Hensgrand Instrument modelo THBRV-187.5V. Se toman tres mediciones por cada muestra, cuidando que estas estén distribuidas y separadas.

Se realizaron otros ensayos: macrotextura, esfuerzos residuales, difracción de rayos X a diferentes temperaturas y microscopía óptica; obteniendo de esta forma otros criterios para la elección del tratamiento.

### 3.1.4. Proceso de corrugado planchado repetitivo

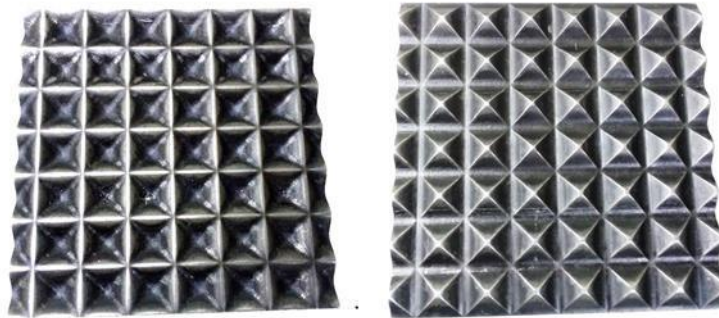
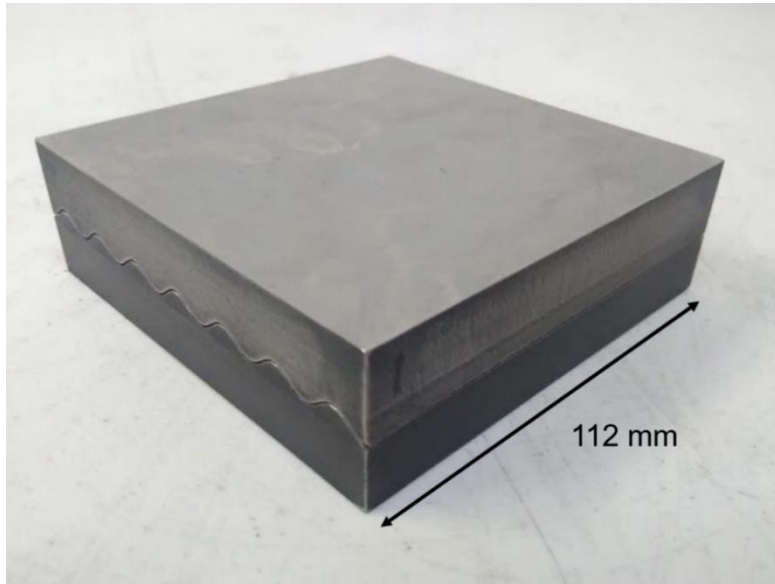
El proceso de RCS se realizó en una máquina de ensayos universales marca Instron modelo 8802 (Fig. 8), con ayuda de un dado fabricado en acero D2 diseñado por nuestro equipo de trabajo, el cual se puede observar en la Fig. 9.



*Fig. 8. máquina de ensayos universales Instron 8802*

El dado de corrugado está formado por montículos de sección sinusoidal, la ecuación que describe la geometría en 2D es  $f(x)=2\text{sen}(\frac{\pi}{8}x)$ . Los dados están diseñados para que al girar la lámina 90° los valles y crestas queden en las zonas menos deformadas en el paso anterior, lo que disminuye la heterogeneidad en la deformación experimentada por la lámina. Estos dados se observan en la Fig. 9.



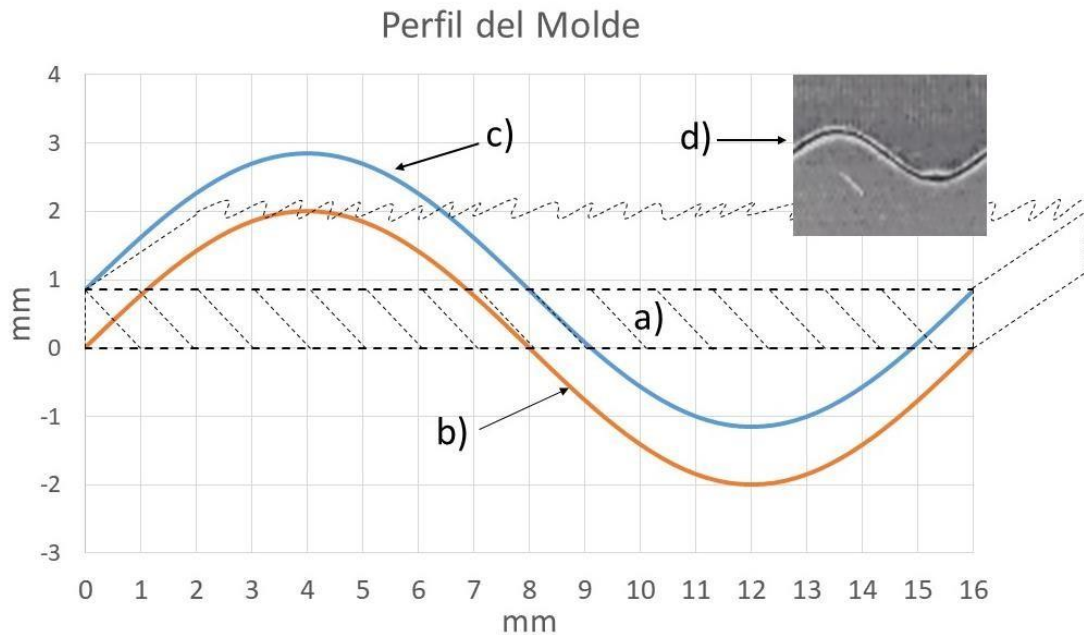


*Fig. 9. Dado de Corrugado Planchado Repetitivo empleado en el proceso. La imagen inferior muestra las caras internas.*

La segunda derivada de la función  $f(x)$  muestra que el mayor ángulo de la recta tangente es de  $38.15^\circ$  cuando  $x$  es un múltiplo de 8 mm. El dado fue diseñado pensando en que el ángulo de corte (recta tangente) no sea demasiado grande para evitar que la deformación sea muy severa y, de esta forma, evitar la formación prematura de grietas, logrando así una mayor deformación acumulada.

El inciso a) de la Fig. 10 nos muestra un corte transversal de la lámina con un espesor de 0.85 mm, que es aproximadamente el espesor de las láminas. El inciso b) es la función  $f(x)$  graficada; donde se observa que la longitud de la onda es de 16 mm, por lo que la geometría del corrugado

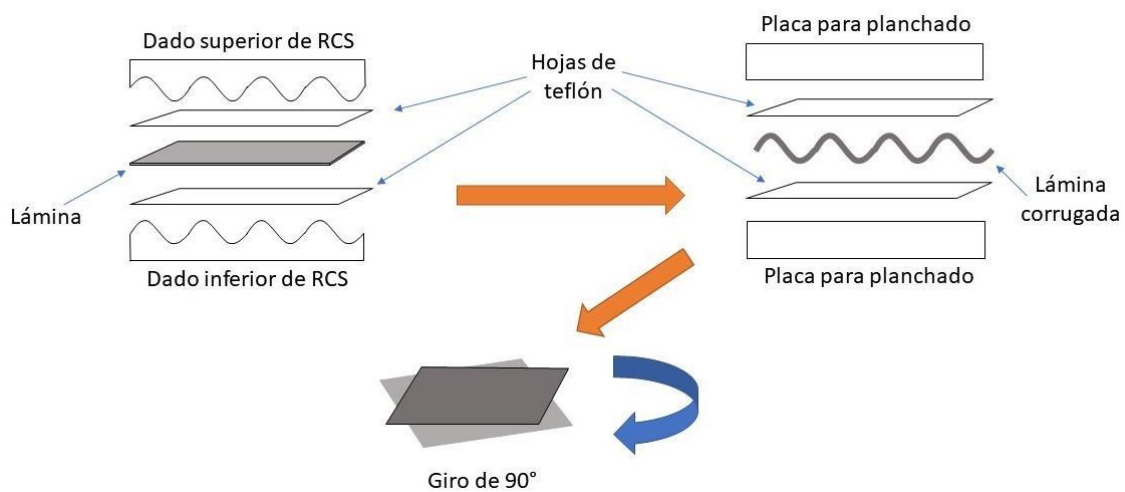
se repetirá cada vez esta distancia; además, la amplitud que se alcanza es de 2 mm. La curva c) es la función  $f(x)+0.85$ , donde 0.85 corresponde al espesor de la placa y permite apreciar su sección transversal al corrugarla. El inciso d) es una fotografía del molde de la sección representada en la gráfica.



*Fig. 10. Geometría del molde de RCS. a) corte de la sección transversal de la lámina sometida al proceso, b) función  $f(x)$ , c) función  $f(x)+0.85$ , d) fotografía de la sección representada gráficamente del perfil del molde.*

El proceso consiste en poner una de las láminas de la aleación entre dos hojas de teflón de 0.38 mm de espesor del mismo tamaño y posteriormente se colocan entre los moldes de RCS, los cuales previamente fueron lubricados con grasa de disulfuro de Molibdeno (MOS). Con ayuda de una escuadra de madera se acomoda la lámina para que quede recta y las posteriores etapas se realicen en la posición correcta.

Después, con la máquina de ensayos universales, se aplica paulatinamente la carga suficiente para que el molde cierre. Para ello, se fija una distancia y la máquina aplica la carga necesaria para llegar a dicha distancia, se mantiene durante 20 segundos. La distancia seleccionada se calcula considerando los moldes cerrados más el espesor de la placa. Después se retira la carga paulatinamente. Se repite este proceso, pero con dos placas planas, en vez de los moldes corrugados, para enderezar las láminas. Este proceso corresponde a un medio paso de RCS, es decir, un corrugado y un planchado. Por tanto, un paso de RCS consta de las siguientes etapas: 1) corrugado, 2) planchado, 3) giro en 90°, 4) corrugado y 5) planchado. La Fig. 11 muestra los pasos del proceso, es decir: corrugado, planchado y giro en 90°.



*Fig. 11. Esquema del proceso de corrugado planchado repetitivo donde se observan las diferentes etapas que lo conforman: 1) corrugado, 2) planchado y 3) giro de 90°.*

## 3.2. Técnicas de caracterización

### 3.2.1. Caracterización química

Para la caracterización química de la materia prima se procedió a utilizar dos técnicas. Esto porque cada una de las técnicas hace la medición a diferente escala. Las técnicas empleadas fueron: fluorescencia de rayos X (XRF) y la espectroscopia por dispersión de energía (EDS)

#### 3.2.1.1. Fluorescencia de rayos X

Esta técnica se basa en la interacción de los rayos X con los átomos de la muestra. El principio físico se basa en la remoción de electrones de capa interna por un haz de rayos X, lo que provoca un "efecto cascada" de electrones de capas superiores que migran hacia los sitios vacantes. En esta transición de electrones se produce la emisión de fotones característicos con longitudes de onda pertenecientes al espectro de los rayos X, los cuales reciben el nombre de rayos X secundarios o fluorescentes. La Fig. 12 esquematiza el proceso descrito anteriormente. Estos rayos X son característicos de cada elemento, lo que nos permite identificarlo.

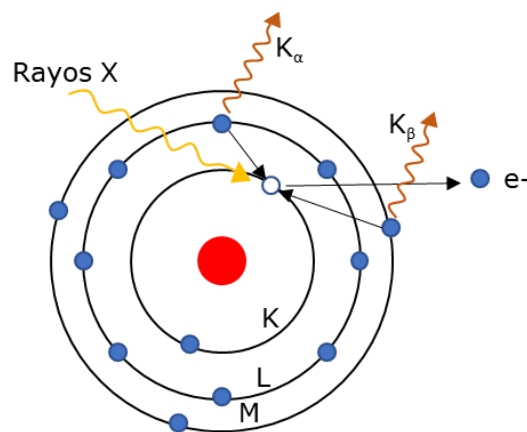


Fig. 12. Generación de fluorescencia por rayos X.

XRF tiene la ventaja de ser un análisis rápido y no destructivo (Beckhoff, 2006).

El equipo utilizado para realizar dicho ensayo fue el espectrómetro de fluorescencia de rayos X marca Bruker modelo S1 TITAN, el cual se observa en la Fig. 13. El tiempo de análisis fue de 45 segundos, en el que se realizan 3 mediciones. El espectrómetro compara los resultados obtenidos con composiciones químicas guardadas en su biblioteca de datos y muestra a cuál de ellas se asemeja más.



*Fig. 13. Fotografía del espectrómetro utilizado para el análisis de XRF.*

### **3.2.1.2. Microanálisis químico (EDS)**

Esta técnica, a comparación de la anterior, tiene la ventaja de que se puede escoger la zona que se quiera analizar, pues dichos detectores siempre están incorporados a un microscopio electrónico de barrido, lo cual permite determinar los elementos químicos que componen

determinadas fases en la microestructura, por ejemplo, inclusiones. Además, el análisis puede realizarse en un solo punto, a lo largo de una línea (ideal para apreciar microsegregación química) o en un área, denominado mapeo.

La espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS por sus siglas en inglés) se basa en la medición de la energía de los rayos X característicos, los cuales se deben a la interacción del haz primario de electrones con el espécimen. Cuando uno de los electrones de la capa interna de un átomo es desplazado por la colisión de un electrón primario, un electrón de una capa externa puede “caer” a la interna, para reestablecer el equilibrio de carga en sus orbitales y así el átomo ionizado regrese a su estado fundamental; este proceso genera rayos X, cuya energía depende de la especie atómica (Zhou, 2006). El principio físico es similar al descrito en la Fig. 12, pero en este, la interacción de la muestra no es con los rayos X, sino con el haz de electrones primarios proveniente del cañón del microscopio electrónico.

Esta técnica se realizó en un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-7600F.

## **3.2.2. Caracterización microestructural**

### **3.2.2.1. Microscopía óptica**

En metalurgia, la microscopía óptica sigue siendo una técnica muy empleada para un análisis básico de la microestructura, ya que, según el material, permite la identificación morfológica y descripción de los tipos de fases presentes. En el caso de las aleaciones de aluminio para conformado se pueden distinguir los granos y algunas fases dispersas, teniendo en cuenta que se puede llegar a un aumento máximo de aproximadamente 1500x.

Para la preparación metalográfica de las muestras se efectuó un desbaste mecánico con lijas de grados P180, P320, P400, P600, P800, P1200 Y P2000, según la norma de graduación FEPA (Federation of European Producers of Abrasives). Se pulió manualmente con alúmina de 0.5  $\mu\text{m}$  en un paño tipo Microcloth. La razón de que el pulido se llevara a cabo de forma manual, y no a máquina, es porque la muestra tiene inclusiones que se desprenden fácilmente, provocando que se raye.

El revelado de la microestructura se realiza empleando un reactivo cuya composición química fue obtenida del *Metals Handbook vol. 9 Metallography and Microstructures* (ASM, 2004). Debido a que la pureza de los reactivos reportados en el Handbook eran distintos a la de los reactivos con que se disponía, se realizaron los cálculos correspondientes de concentración para la preparación de la concentración, cuya composición química en porcentaje volumen, considerando purezas de 100%, se muestra en la Tabla 3. El método de ataque fue goteo durante aproximadamente 10 s.

Tabla 3. Composición química del reactivo para ataque químico.

Reactivo	% Vol.
H <sub>2</sub> O	97.4
HNO <sub>3</sub>	1.8
HCl	0.6
HF	0.2

### 3.2.2.2. Microscopía electrónica de barrido

El SEM, por sus siglas en inglés, es uno de los instrumentos más empleados para análisis microestructural y de caracterización química (Zhou, 2006). El microscopio electrónico de emisión de campo, como el empleado en esta investigación, tiene una resolución de 5 nm (Yacamán, 1995). Es por esto que dicha técnica es considerada para observar detalles o partículas sólidas muy pequeñas que no pueden ser observadas a través del microscopio óptico.

El funcionamiento de este microscopio se basa en la interacción de un haz de electrones con la muestra. La óptica del equipo está constituida por tres partes principales: cañón, lentes electromagnéticas y cámara del espécimen.

El cañón es la parte en donde se genera el haz primario de electrones. El campo eléctrico entre el ánodo y el cátodo provoca que los electrones se aceleren hacia el ánodo (Zhou, 2006). La diferencia de potencial existente entre ánodo y cátodo se denomina voltaje de aceleración.

Las lentes electromagnéticas son electroimanes usados para producir un campo magnético, por medio del cual se puede ajustar la trayectoria del haz primario de electrones regulando la corriente aplicada a los electroimanes (Zhou, 2006). Los dos tipos de lentes



electromagnéticas que existen en el SEM son las lentes condensadores y lentes objetivo.

La interacción del haz primario de electrones con la muestra genera una variedad de señales. Cada una de estas aportan cierta información de la muestra, por lo que pueden ser utilizadas para su caracterización (ASM, 2004). Los electrones secundarios, por ejemplo, dan información topográfica de la superficie; los electrones retrodispersados muestran un contraste según el número atómico, por lo que permite diferenciar fases; mientras que los rayos X característicos aportan información sobre la composición química.

El microscopio electrónico de barrido utilizado fue el JEOL JSM7600F. Este instrumento fue empleado con la finalidad de identificar inclusiones presentes en la aleación estudiada como parte de la caracterización inicial. Para ello, se utilizaron imágenes mediante electrones retrodispersados con el fin de observar las diferentes fases en la muestra, ya que algunas de estas están formadas por elementos de mayor número atómico, y se hicieron EDS puntuales con la finalidad de determinar los elementos presentes en las diferentes fases de la muestra.

### **3.2.2.3. Microscopía electrónica de transmisión**

El microscopio electrónico de transmisión (TEM, por sus siglas en inglés) es otro tipo de microscopio electrónico, el cual, a diferencia del SEM, funciona con los electrones transmitidos y difractados de la muestra.

En esta técnica, la muestra debe ser preparada cuidadosamente. Debido a que la señal identificada en este tipo de microscopía son los electrones transmitidos, la muestra debe ser electrotransparente, es decir, debe permitir el paso de los electrones a través de ella. Para esto, la muestra debe tener un espesor de menos de 200 nm.

Para obtener dicho espesor, primero se tomó una sección de lámina de aproximadamente 15 x 15 mm, esta se pegó con un pegamento de cianoacrilato a un soporte de baquelita. Posteriormente, con lija P120, se comenzó a desbastar hasta tener un espesor aproximado de 300 micras; después, con lija P600 hasta 80 micras y, posteriormente, con lija P800 hasta llegar a aproximadamente 20  $\mu\text{m}$ .

Una vez llegado al espesor de 20 micras, se despega la muestra metiendo la baquelita en acetona y poniendo la pieza en el agitador ultrasónico durante 20 minutos. El seguimiento del espesor de la muestra se lleva a cabo con un micrómetro, sin embargo, una vez que se cree que el espesor es de 20 micrones, se lleva a un microscopio electrónico de barrido de mesa para medir su espesor de forma más exacta.

Después, la muestra se lleva al *ion milling* (que consiste en el bombardeo a la muestra con iones de argón hasta generar pequeñas perforaciones). Una vez que se observa que la muestra ya ha sido perforada, se detiene el proceso y se lleva al TEM. El equipo utilizado fue el microscopio JEOL-ARM200F.

#### **3.2.2.4. Difracción de rayos x**

Las técnicas de difracción de rayos X son algunas de las más utilizadas para la caracterización de materiales cristalinos. Dichas técnicas pueden ser usadas para la identificación de fases, además de proporcionar información como tamaño de grano, textura o esfuerzos residuales.

El fenómeno de difracción es característico de las ondas y ocurre cuando estas pasan a través de una rendija y se genera un patrón de interferencia. La condición para que dicho fenómeno ocurra es que las rendijas sean de diámetro similar a la longitud de onda (Serway, 2002). Debido a la longitud de onda de los rayos X, éstos pueden ser difractados

por los átomos de un cristal. La importancia de este fenómeno es que a través de los patrones de difracción se puede obtener información de la estructura cristalina.

El patrón de difracción se debe a la superposición de las ondas difractadas. Dichas interferencias pueden ser constructivas (máxima amplitud) o destructivas (mínima amplitud). La ley de Bragg (ec. 3-1) es la relación que se debe de cumplir para que la interferencia de las ondas reflejadas sea constructiva.

$$n\lambda = 2d_{hkl}\text{sen}\theta \quad (3-1)$$

Donde:

$n$  = orden de reflexión (número natural)

$\lambda$  = longitud de onda de los rayos X

$d_{hkl}$  = distancia entre los planos de la red cristalina

$\theta$  = ángulo entre los rayos incidentes y los planos de dispersión

La distancia interplanar depende del sistema cristalino y los parámetros de red. En el caso del sistema cúbico, al cual pertenece el aluminio, todos los parámetros de red son iguales y la distancia interplanar se calcula mediante la ec. (3-2).

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (3-2)$$

Donde:

$d_{hkl}$  = distancia interplanar

$a$  = parámetro de red

$h, k, l$  = índices de Miller

El equipo utilizado para las técnicas de difracción de rayos X fue el difractómetro Rigaku Ultima IV. Los difractogramas se midieron en un intervalo  $2\theta$  de 20 a 100 grados con un paso de  $0.02^\circ$  y un tiempo de 10 segundos por cada paso.

El análisis de los difractogramas se realizó con el software Pdxl, el cual utiliza la base de datos JCPDF para la identificación de fases, dicha base de datos contiene alrededor de 400000 entradas.

### 3.2.2.5. Difracción de rayos X a alta temperatura

Este ensayo se llevó a cabo con la finalidad de comparar el ancho y la posición del pico correspondiente al plano (422) de las muestras con y sin tratamiento térmico. Esto permite analizar de forma cualitativa el efecto del tratamiento térmico seleccionado en los esfuerzos residuales globales y locales.

Esta técnica se realizó en el difractómetro Rigaku Ultima IV, pero se utilizó como aditamento una cámara de temperatura, la cual se observa en la Fig. 14. En esta figura se observa la cámara de temperatura abierta. Una vez colocada la muestra, se tapa con un material refractario y, posteriormente, se coloca la tapa de metal, tal como se observa en la segunda imagen.

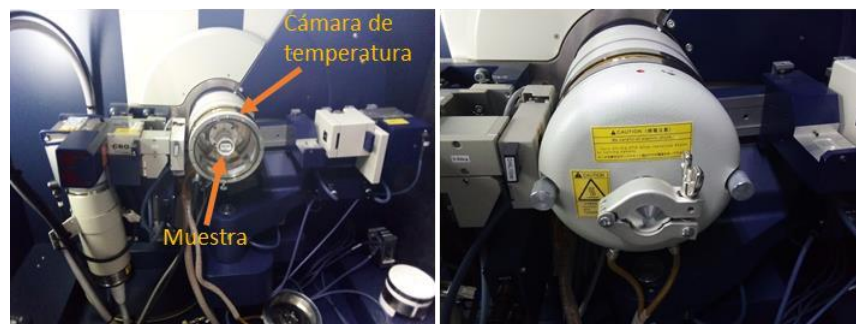


Fig. 14. Cámara de temperatura para el difractómetro Rigaku Ultima IV.

El experimento se llevó a cabo a las siguientes temperaturas: 25, 100, 270, 350 °C.

### 3.2.2.6. Macrotextura

La textura se refiere a la tendencia de ciertos materiales cristalinos a tener una orientación cristalográfica preferencial, es decir, la orientación de los granos, según su estructura cristalina, con respecto a una referencia fija. La determinación de la textura es importante porque influye en algunas de las propiedades de los materiales policristalinos tales como la resistencia a la fatiga.

Los vectores tridimensionales de dirección de un cristal pueden ser descritos por una esfera, sin embargo, es más práctico usar una representación en 2D, la cual recibe el nombre de proyección estereográfica. La descripción de la textura por medio de una proyección estereográfica se llama figura de polos. La Fig. 15 muestra una representación de cómo se pasa de una esfera unitaria a una proyección estereográfica: la imagen a) muestra los vectores normales a los planos (100), (001) y (010), la imagen b) muestra la intersección de dichos vectores con el plano en el centro de la esfera y la imagen c) muestra la proyección estereográfica.

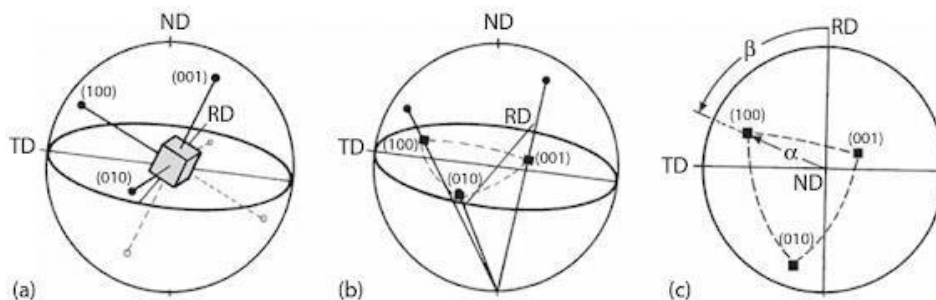
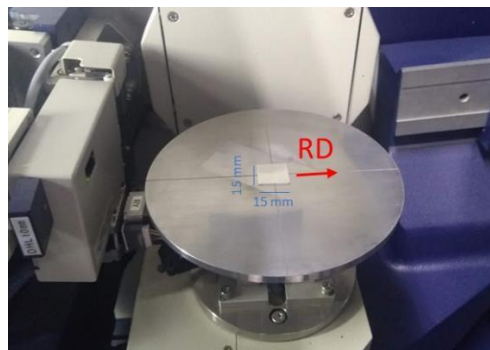


Fig. 15. Representación de una proyección estereográfica. RD=dirección de laminado, ND= normal a la dirección de laminado, TD=transversal al laminado (Engler, 2010).

Se incide radiación monocromática sobre la muestra a un ángulo  $2\theta$  adecuado para que los rayos X sean difractados por el plano  $(hkl)$ . Este ángulo es determinado con la ley de Bragg. La distancia interplanar de  $(hkl)$  se calcula con la ec. (3-2), para lo cual se debe de conocer el parámetro de red del material a analizar. Tal como lo indica la ley de Bragg, para que los rayos X sean difractados por el plano  $(hkl)$ , el vector normal a dicho plano se debe ser igual a la bisectriz del ángulo formado entre los rayos incidentes y difractados.

Para obtener los puntos de intensidad que forman la figura de polos, se hace un barrido entre los ángulos  $\alpha$  y  $\beta$ . Es decir, a un ángulo  $\alpha$  definido y constante, se rota la muestra con la finalidad de variar  $\beta$  hasta llegar al mismo punto (rotación de  $360^\circ$ ). Después, se desplaza un  $\Delta\alpha$  y se repite la rotación, y así sucesivamente desde  $\alpha \approx 0^\circ$  hasta  $\alpha \approx 90^\circ$ .

Para esta técnica se utilizan muestras de las láminas procesadas y no procesadas por RCS de un tamaño aproximado de 15 x 15 mm. En el caso de las muestras procesadas, la textura se determina en el área que queda entre las marcas debidas al proceso; esto se debe a que, de otra forma, el proceso de alineación se vuelve muy complicado. En la Fig. 16 se observa cómo se coloca la muestra en el difractómetro, donde RD es la dirección de laminación.



*Fig. 16. Colocación de una muestra par la determinación de macrotectura. RD (dirección de laminación) apunta hacia el detector de rayos X.*

### 3.2.2.7. Esfuerzos residuales

La determinación de los esfuerzos residuales es importante puesto que afecta el desempeño del material y pueden generar una falla por fatiga. Los esfuerzos residuales se deben a que una porción del esfuerzo aplicado a dicho sistema es almacenada, de forma que su energía interna aumenta.

La difracción de rayos X es una de las técnicas más comunes para determinar los esfuerzos residuales debido a que es una técnica muy versátil y no destructiva. Dicha técnica se basa en la variación de la distancia interplanar relativa entre los planos cristalinos según la orientación de los granos; esto se puede interpretar como la deformación elástica de la red cristalina, la cual depende del esfuerzo aplicado y de sus constantes elásticas. Tal como muestra la ley de Bragg (ec 3-1), a mayor distancia interplanar, menor será el valor de  $2\theta$ , es decir, los picos de difracción se desplazarán a la izquierda y viceversa.

Uno de los métodos más empleados para el cálculo de los esfuerzos residuales es el llamado  $\sin^2 \psi$ . Dicho método asume un estado biaxial de esfuerzos. Para esto, se determina la variación en la distancia interplanar en función del ángulo  $\psi$  a un ángulo  $\varphi$  constante. Tal como muestra la Fig. 17.

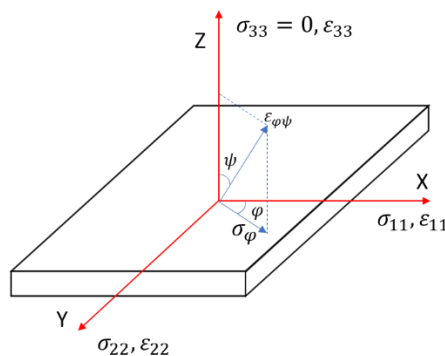


Fig. 17. Componente de esfuerzo en la superficie de la muestra.

Para la determinación de los esfuerzos residuales se hizo un ajuste elíptico, con los datos obtenidos, mediante la siguiente relación:

$$C_1 \sin(\psi)^2 + C_2 \sin(2\psi) + C_3 \quad (3-3)$$

Donde:

$C_1, C_2$  y  $C_3$  son constantes del ajuste elíptico

$\varepsilon_{\varphi\psi}$  = deformación relativa de la red en la dirección  $\varphi\psi$

La deformación relativa de la red se define mediante la ecuación (3-4):

$$\varepsilon_{\varphi\psi} = \left( \frac{d_{\psi} - d_{\psi=0}}{d_{\psi=0}} \right) \quad (3-4)$$

Donde:

$\varepsilon_{\varphi\psi}$  = deformación relativa de la red en la dirección  $\varphi\psi$

$d_{\psi}$  = distancia interplanar en  $\psi$

$d_{\psi=0}$  = distancia interplanar en  $\psi=0$

Dicha relación se compara con la siguiente ecuación:

$$S_2 \sigma \sin(\psi) - S_1(tr) + S_2 \tau \sin(2\psi) = \varepsilon_{\varphi\psi} \quad (3-5)$$

Donde:

$S_1$  y  $S_2$  son cocientes de constantes elásticas

$\varepsilon_{\varphi\psi}$  = deformación relativa de la red en la dirección  $\varphi\psi$ .

$\psi$  = ángulo  $\psi$

$\sigma$  = esfuerzo normal

$(tr)$  = traza de la matriz

$\tau$  = esfuerzo cortante



Los cocientes  $S_1$  y  $S_2$  se definen de la siguiente forma:

$$S_1 = -\left(\frac{\nu}{E}\right) \quad (3-6); \quad S_2 = 2\left(\frac{1-\nu}{E}\right) \quad (3-7)$$

Donde:

$E$ = Módulo de Young

$\nu$ = Coeficiente de Poisson

En teoría, estas constantes dependen del plano (hkl), sin embargo, debido a la alta isotropía del aluminio, se considera que no cambian con respecto al plano.

Del primer término se despeja  $\sigma$  para obtener su valor

Esta técnica se realizó tomando 11 puntos,  $\psi = -50, -40, -30, -20, -10, 0, 10, 20, 30, 40$  y  $50$  y  $\phi = 0$ , es decir, la dirección de laminación.

### **3.2.3. Caracterización mecánica**

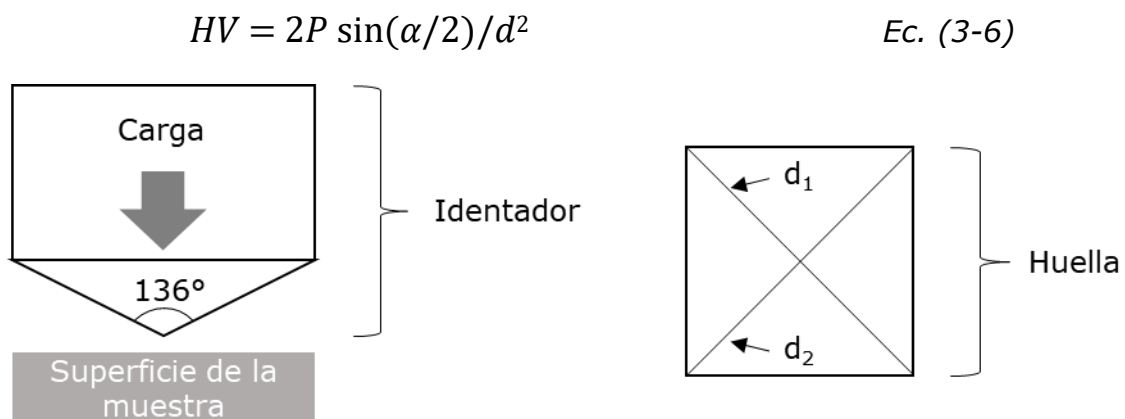
La importancia de la caracterización mecánica radica en que muchos de los materiales metálicos están diseñados para soportar ciertas cargas. La aleación Al7075 es usada principalmente en elementos estructurales debido a su alta resistencia, por lo cual, es importante un estudio de su comportamiento mecánico. Como parte de dicho estudio se realizaron los ensayos de dureza y tracción uniaxial, los cuales se describen a continuación.

#### **3.2.3.1. Dureza Vickers**

La dureza es una de las propiedades más consideradas para evaluar la resistencia de un material. Esta se define como la resistencia de un material a la deformación plástica localizada y consiste en la penetración del objeto a estudiar con un indentador. A lo largo de los años se han desarrollado diversos métodos para determinar la dureza. Hoy en día, los

más comunes son: Rockwell, Brinell, Vickers y Knoop. En esta investigación se empleó la dureza Vickers.

La dureza Vickers consiste en penetrar el material estudiado con un indentador de diamante con forma piramidal con un ángulo entre caras de 136°, tal como se muestra en la Fig. 18. Las cargas de prueba van de 1 Kgf a 120 Kgf y el tiempo de aplicación es de entre 10 y 15 segundos. Se calcula como indica la ec. (3-6) donde P = fuerza (Kgf),  $\alpha$  = ángulo entre caras (136°) y d = promedio de las diagonales de la huella (mm), tal como lo muestra la norma E 92-82 (ASTM International, 2003).



*Fig. 18. Dureza Vickers. Esquemas del indentador y de la huella dejada por este, la cual se mide para determinar la dureza.*

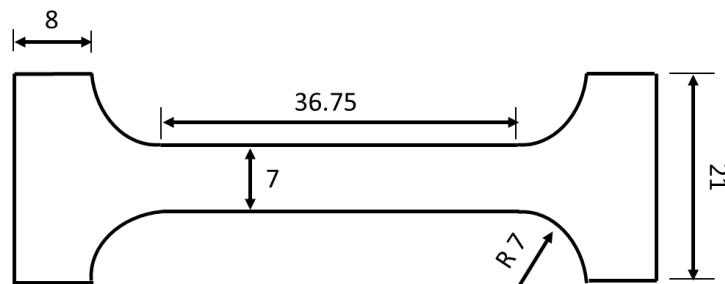
Para este estudio, se empleó la dureza Vickers debido al espesor de las muestras y a que la huella en este ensayo es poco profunda. La carga seleccionada fue de 30 kgf (la menor del durómetro empleado) y el tiempo fue de 15 s. El durómetro empleado fue el modelo THBRV-187.5V de la marca Jinan Hensgrand Instrument Co.

### 3.2.3.2. Tracción uniaxial

El ensayo de tracción, o tensión, es uno de los ensayos mecánicos más empleados puesto que permite determinar algunas de las propiedades mecánicas más importante que se consideran durante el diseño. Consiste básicamente en la deformación de una probeta hasta la rotura por medio de la aplicación de una fuerza de tracción uniaxial a lo largo del eje de la probeta.

Al generar la curva esfuerzo-deformación, se puede apreciar el comportamiento mecánico del material. Además, se pueden determinar propiedades importantes a tomar en cuenta para el diseño, como son: el esfuerzo de cedencia, resistencia a la tracción (o UTS), ductilidad y módulo de Young.

Para este ensayo, el cual está basado en la norma ASTM E-646, se utilizaron probetas planas, debido a que se trata de láminas, cuyo esquema se muestra en la Fig. 19. Para cortar las probetas se utilizó un troquel, el cual se colocaba en una prensa hidráulica manual; dicho sistema se observa en la Fig. 20. En las láminas procesadas se tuvo la precaución de que las "x" marcadas por los moldes quedaran a lo largo de la probeta con la finalidad de que todas las probetas fuesen equivalentes.



*Fig. 19. Esquema de las probetas para el ensayo de tensión uniaxial. Todas las dimensiones están en mm.*



*Fig. 20. Sistema (troquel y prensa hidráulica) utilizado para la fabricación de probetas para tensión uniaxial.*

Una vez cortadas las probetas, se procedió a desbastar las pequeñas irregularidades en el perfil debidas al corte. Después se coloca la muestra en las mordazas y se ajustaba la carga, de la misma manera se coloca el extensómetro. El ensayo fue realizado por lo menos cuatro veces por condición, fijando la velocidad de deformación a 0.5mm/min. La fig. 21 muestra una probeta colocada en la maquina de ensayos universales.



*Fig. 21. La primera imagen muestra la máquina de ensayos universales marca Instron, modelo 1125. La segunda imagen muestra una probeta de tensión colocada con las mordazas indicadas para dicho ensayo.*

## 4. Resultados y discusión

### 4.1. Caracterización química y microestructural de la condición de fábrica

#### 4.1.1. Caracterización química

Se realizó un análisis químico de la aleación comercial Al7075 mediante las técnicas EDS y XRF, se compararon dichos análisis con la composición química nominal de la aleación (ver Tabla 4). Se observó que la composición química determinada por EDS se aproxima más a la nominal. En ésta, el aluminio está en el límite superior dentro de la norma de *The aluminium association*. En el caso de fluorescencia de rayos X se observa que el cobre y el zinc superan el porcentaje indicado dentro de la norma, mientras que el cromo se mantiene en el límite superior de composición. Debe de tomarse en cuenta que en el análisis EDS se detectaron menos elementos que en XRF y que el análisis EDS se realiza en un área mucho menor. Con las salvedades ya referidas, estos análisis comprueban que la composición química de la muestra es muy cercana a la aleación Al7075.

*Tabla 4. Comparación de las composiciones químicas promedio obtenidas mediante EDS y XRF con la reportada en la norma. los porcentajes se muestran peso (wt%).*

	<b>Al</b>	<b>Mg</b>	<b>Cu</b>	<b>Zn</b>	<b>Fe</b>
<b>XRF</b>	86	2.4025	2.46	8.40	0.36
<b>EDS</b>	91.41	2.17	1.59	5.36	---
<b>Norma</b>	87.1 - 91.4	2.1 - 2.9	1.2 - 2	5.1 - 6.1	0 - 0.5

	<b>Cr</b>	<b>Ti</b>	<b>Ni</b>	<b>Si</b>	<b>Mn</b>
<b>XRF</b>	0.28	0.06	0.01	---	---
<b>EDS</b>	---	---	---	---	---
<b>Norma</b>	0.18 - 0.28	0 - 0.2		0 - 0.4	0 - 0.3

El desglose estadístico de los resultados se muestra en el anexo 1.

Conforme a la información proporcionada por el fabricante, la aleación fue sometida a un tratamiento T6, es decir, se templó con la finalidad de llegar a un estado metaestable de solución sólida y, posteriormente, fue envejecido de forma artificial para alcanzar su estado de mayor dureza. Es importante comprobar dicho estado de la condición de fábrica con la finalidad de tener una buena producción de láminas. Para ello, se tomó dureza de la condición de fábrica y se sometió a las pruebas de difracción de rayos X (XRD) y microscopía electrónica de barrido (SEM) con el fin de identificar las fases presentes.

#### 4.1.2. Dureza

Se determinó la dureza en escala HV30, es decir, se aplicaron 30 Kgf y el tiempo de carga fue de 15 segundos. En la Tabla 5 se observa que la dureza promedio del material de partida es HV30=177, con una desviación estándar  $S=4.4$ . En dicha comparación se observa que la dureza correspondiente al tratamiento térmico T6 es la más cercana a la de la condición de fábrica. Tomando en cuenta la desviación estándar, la dureza de T6 se encuentra dentro del intervalo de confianza de la dureza de la condición de fábrica, lo que permite suponer que la información proporcionada por el proveedor es correcta.

*Tabla 5. Comparación de las durezas en HV de la aleación Al7075 con diferentes tratamientos térmicos y la experimental.*

<b>Tratamiento térmico</b>	<b>HV</b>
<b>O<sup>(a)</sup></b>	68
<b>T6<sup>(a)</sup></b>	175
<b>T73<sup>(a)</sup></b>	155
<b>Exp</b>	177

*<sup>(a)</sup>Datos obtenidos de "matmeh.com".*

#### 4.1.2. Difracción de rayos X

Se sabe que la aleación Al7075 en estado T6 contiene la fase  $\eta'$  en su microestructura. Esta prueba se realizó con la finalidad de identificar las fases presentes en la aleación, en particular, la fase antes mencionada; la cual, al ser tan pequeña (algunos nanómetros), no se puede observar mediante microscopía óptica. La composición química de la fase  $\eta'$  es  $\text{MgZn}_2$ .

La Fig. 22 es una ampliación del patrón de difracción de la condición de fábrica en donde se observan los picos correspondientes a las fases Al y  $\text{MgZn}_2$ . La ampliación de la imagen se debe a que los picos del precipitado fino tienen una baja intensidad debido a su baja cantidad en comparación con el aluminio, cuyos picos son notablemente más grandes.

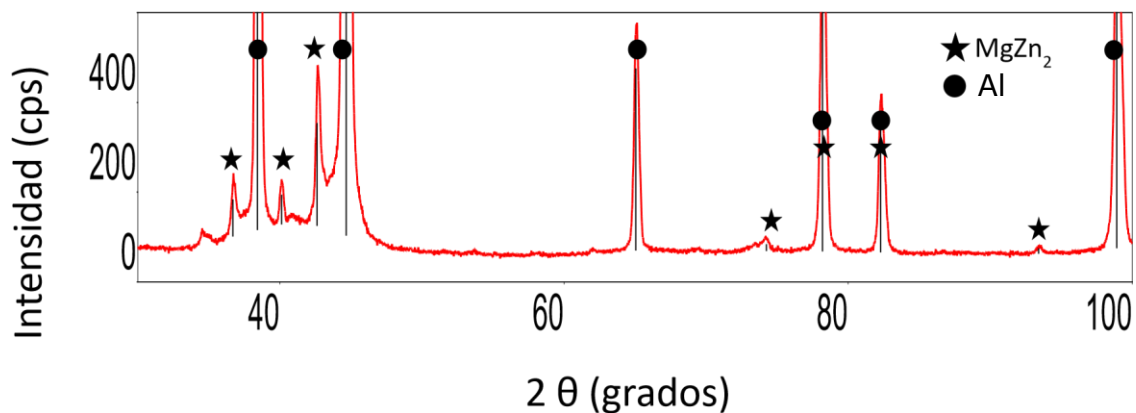


Fig. 22. Patrón de difracción de la condición de fábrica.

La Tabla 6 muestra los valores de  $2\theta$  de cada uno de los picos identificados, así como la fase y el plano cristalino a los que pertenecen. En los picos 8 y 9 se identificaron ambas fases, esto debido al traslape de dichos picos. Por ejemplo, en  $2\theta=78.2^\circ$ , que corresponde al pico 8, se encuentran los picos de las fases Al y  $\text{MgZn}_2$  correspondientes a los planos (2 2 0) y (3 1 1) respectivamente.

Tabla 6. Identificación de picos en el difractograma de la condición de fábrica.

No. De Pico	2 $\theta$ (deg)	(h k l)	Fase
1	36.705	(1 1 0)	MgZn <sub>2</sub>
2	38.4284	(1 1 1)	Al
3	40.12	(1 0 3)	MgZn <sub>2</sub>
4	42.624	(2 0 0)	MgZn <sub>2</sub>
5	44.6697	(2 0 0)	Al
6	65.056	(2 2 0)	Al
7	74.255	(2 0 5)	MgZn <sub>2</sub>
8	78.205	(3 1 1), (2 2 0)	MgZn <sub>2</sub> , Al
9	82.288	(2 2 2), (2 2 2)	MgZn <sub>2</sub> , Al
10	93.42	(4 0 0)	MgZn <sub>2</sub>
11	98.915	(4 0 0)	Al

La tabla anterior muestra que se detectaron 7 picos correspondientes a la fase MgZn<sub>2</sub>, lo cual es lógico al tratarse de la serie 7xxx, cuyos principales elementos aleantes son Zn y Mg.

El resultado obtenido mediante esta técnica, aunado a los valores obtenidos de dureza, permiten concluir que la muestra se encuentra en estado T6, es decir, fue templada y sometida a un envejecimiento artificial, por lo que la fase metaestable  $\eta'$  es un microconstituyente que se encuentra presente en la aleación.

#### 4.1.3. Microscopía óptica

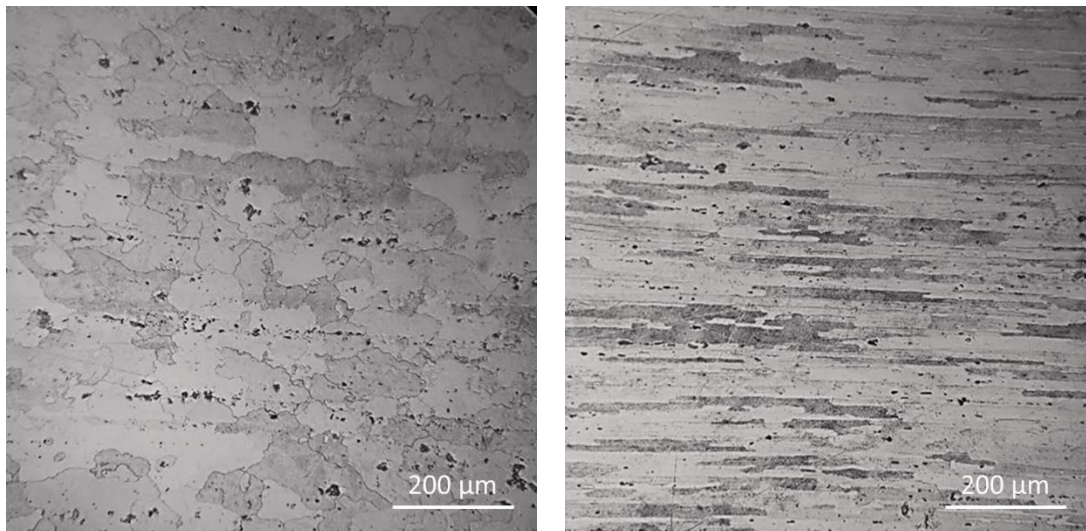
La microestructura puede mostrar parte de la historia termomecánica de la muestra, además, nos permite observar el tamaño de grano.

En la imagen b) de la Fig. 23, se observan granos alargados, lo que indica que la muestra fue laminada y no se le dio un posterior tratamiento térmico de recristalización. La imagen a) corresponde a una de las caras



laminadas de la muestra, por lo que no se observan granos alargados. También se aprecia una gran cantidad de inclusiones pertenecientes a la muestra (las cuales fueron caracterizadas tal como se mencionará en la siguiente sección) estas dificultaron el pulido de la muestra ya que, al separarse de esta, la rayaban, debido a su elevada dureza (Sudhanshu, 2015).

Debido a que la aleación Al7075 presenta dos tipos de inclusiones, aquellas que contienen Si y las que contienen Fe (Singh, 2014), se recurre a la microscopía electrónica de barrido con la finalidad de detectar los elementos que componen los precipitados observados.



a) b)  
*Fig. 23. Micrografías de la aleación Al 7075. a) Corresponde a la cara laminada. b) corresponde a la sección transversal de laminación.*

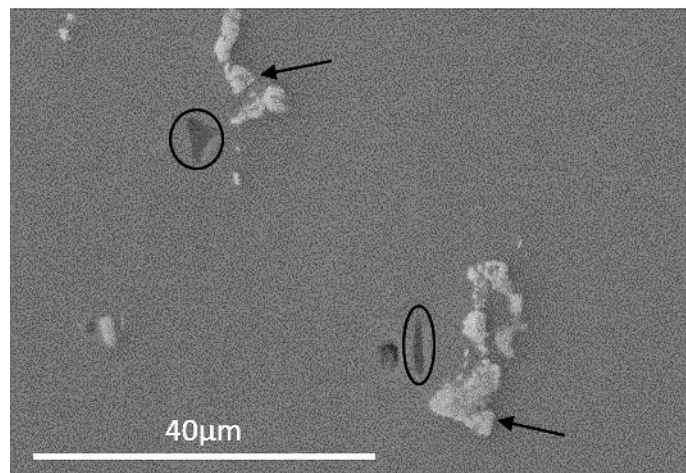
#### **4.1.4. Microscopía electrónica de barrido**

Con el objetivo de identificar las inclusiones que se aprecian en las micrografías, se recurrió a la microscopía electrónica de barrido.

En la aleación Al7075, las inclusiones que generalmente se encuentran presentes son de dos tipos: con hierro y con silicio. Algunas

de las inclusiones que han sido reportadas en esta aleación son:  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ ,  $\text{Al}_{23}\text{FeCu}$  y  $\text{Mg}_2\text{Si}$ . Estas fases se pueden diferenciar por medio de electrones retrodispersados; las primeras dos se muestran de color brillante, mientras que la tercera se observa oscura (Singh, y otros, 2014).

La Fig. 24 muestra una micrografía de la condición de fábrica. Dicha imagen fue tomada con electrones retrodispersados y con un voltaje de aceleración de 20kV. Las elipses indican el precipitado  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , mientras que las flechas señalan el precipitado  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ . La desigualdad en el brillo se debe a la diferencia entre el peso atómico que componen dichos precipitados.



*Fig. 24. Micrografía por SEM. Las elipses rojas indican la fase  $\text{Mg}_2\text{Si}$ , mientras que las flechas amarillas señalan la fase  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ .*

Para la determinación de estas fases se procedió a realizar microanálisis químico (EDS) en los precipitados, además de la comparación con otras micrografías de la misma aleación reportada en la literatura.

Para los precipitados más claros, el resultado de la composición química en % atómico, es el siguiente: 72.59% Al, 9.39% Fe y 18.02% Cu. La relación entre las especies atómicas es la siguiente: 1 Fe, 1.92 Cu y 7.73 Al, lo cual se puede aproximar a  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ . El exceso de Al se puede deber a que la señal penetra más allá de espesor del precipitado.

En el caso de los precipitados oscuros, la composición química es la siguiente: 26.7% Mg, 12.84% Si, 23.74% C, 12.24% O, 24.02% Al, 0.47% Ti. En este caso, se encuentran presentes más elementos, lo que hace suponer que los precipitados son más pequeños y el microanálisis alcanza a penetrar parte de la matriz. La estequiometría entre el magnesio y el silicio es la siguiente: 2.08 Mg y 1 Si. Esta es prácticamente la estequiometría de los precipitados con silicio reportados en la literatura, además, también se observan de color oscuro. Otro indicio de que se trata de este precipitado es que en ningún microanálisis hecho en los precipitados blancos o en la matriz se encuentra presente el silicio.

Es importante destacar que estas inclusiones pueden jugar un papel importante en las propiedades mecánicas de la aleación, aumentando su límite de cedencia y su límite máximo a la tracción (Sudhanshu, 2015).

#### **4.2. Proceso de laminación**

Para dicho proceso se realizó un tratamiento térmico de sobrevejecido, el cual se esquematiza en la Fig. 7, con la finalidad de disminuir la dureza y el material pudiera ser laminado sin experimentar fracturas o grietas.

La dureza disminuyó de un valor promedio de 177 HV30 a 63.4 HV30, el cual corresponde con la dureza de recocido (o sobrevejecido) que se puede apreciar en la Tabla 5.

#### 4.2.1. Deformación por laminación

La placa inicial contaba con un espesor de 13.05 mm con una desviación estándar de 0.003 mm; al ser laminada, alcanzó un espesor de 0.93 mm con una desviación estándar de 0.01 mm. Esta diferencia en S se debe a que la lámina queda ligeramente curvada, dificultando la medición de su espesor. La importancia de conocer el porcentaje de trabajo en frío radica en que es una variable de la temperatura de recristalización. La Fig. 25 muestra dos de las láminas obtenidas durante el proceso de laminación.



*Fig. 25. Láminas obtenidas durante el proceso de laminación*

Porcentaje de trabajo en frío:

$$\%W = \frac{E_f - E_i}{E_f} * 100 = 92.88\%$$

Deformación equivalente

$$e = \ln\left(\frac{E_i}{E_f}\right) = 2.73$$

#### 4.2.2. Macrotextura por laminación

Para conocer la textura generada por el proceso de laminación se obtuvieron las figuras de polos de dicha muestra, las cuales se observan en la Fig. 26, en estas se aprecia una textura tipo fibra  $\beta$ .

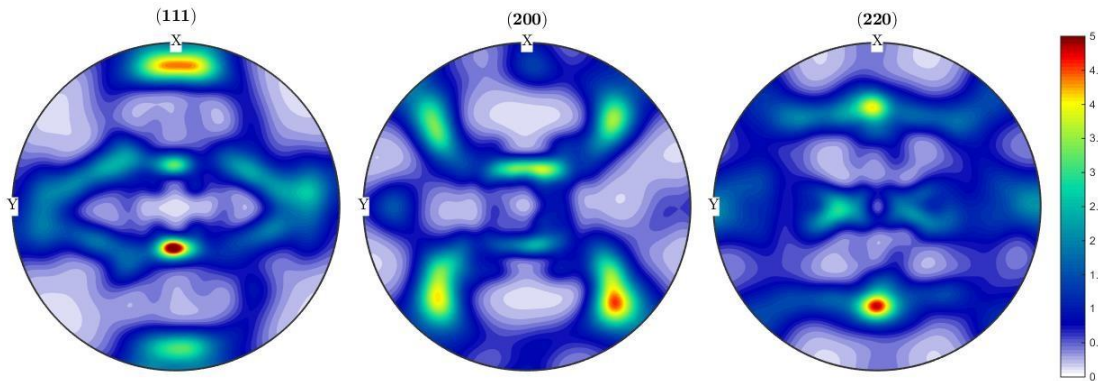


Fig. 26. Figuras de polos de la aleación Al7075 laminada.

Una forma de describir la orientación de un cristal dentro de un marco de referencia es mediante la componente de textura:  $(hkl)[uvw]$ . Esta nomenclatura indica que el vector ortogonal al plano  $(hkl)$  de una celda unitaria es paralelo a la dirección  $[uvw]$  de un marco de referencia, el cual generalmente es la dirección de laminación.

La textura fibra  $\beta$  pasa por tres componentes de textura de laminación muy conocidas; la textura cobre, cuya componente es  $(112)[11\bar{1}]$ , la textura S, con componente  $(312)[0\bar{2}1]$  y la textura Brass, con componente  $(110)[\bar{1}12]$ . La Fig. 27 muestra las figuras de los planos  $(111)$ ,  $(200)$  y  $(220)$ ; en cada una de estas se indican las posiciones de los picos de las diferentes componentes de textura que conforman la fibra  $\beta$ . El color rojo indica la componente Cu, el amarillo la S y el verde la Brass.

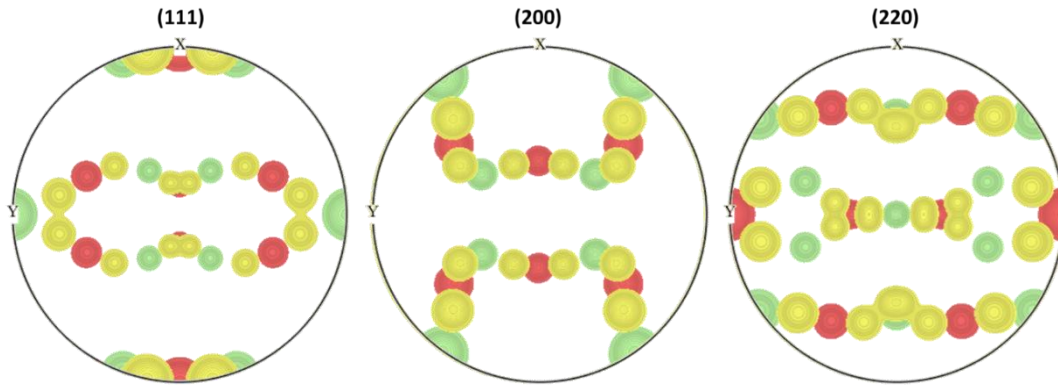


Fig. 27. Figuras de polos simuladas de la textura fibra  $\beta$ .  
Ezequiel, M. (2019).

Si se comparan ambas imágenes, se observa que la textura obtenida por laminación es similar a la fibra  $\beta$ , sin embargo, las intensidades no son las mismas, puesto que algunas texturas están mayormente favorecidas (texturas Cu y S). En la Fig. 28 se muestra una comparación entre las figuras de polos experimental y simulada correspondientes al plano (111), dicha comparación es aplicable para los demás planos. En esta imagen se aprecian ciertas zonas que son similares (encerradas en una elipse), las cuales corresponden a las texturas cobre y S, en cambio, se observa poca intensidad en la componente Brass.

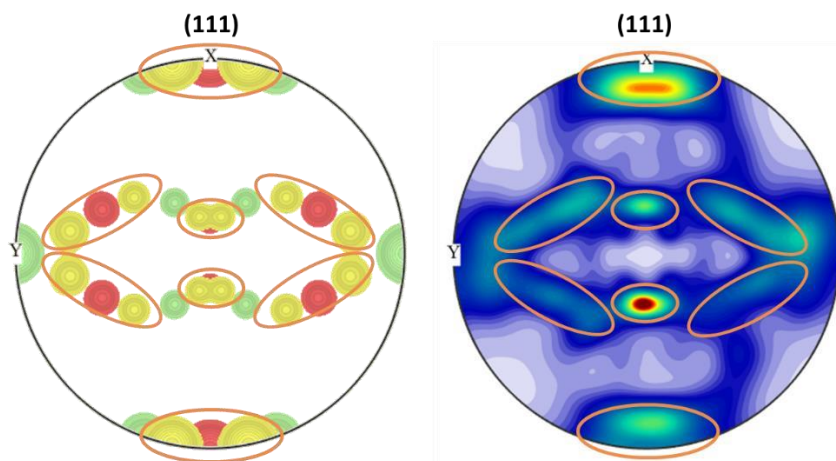


Fig. 28. Comparación de las figuras de polos simulada y experimental (respectivamente) correspondientes al plano (111).

### 4.2.3. Esfuerzos residuales debidos a la laminación

Se determinaron los esfuerzos residuales con la finalidad de observar la eficiencia de los tratamientos térmicos planteados en la siguiente sección. Como se indicó anteriormente, la deformación en esta muestra, generada por el proceso de laminación, fue de prácticamente del 92.8%, dicho resultado expresado en deformación equivalente es igual a 2.73; lo que significa que esta deformación por laminación generó esfuerzos residuales compresivos de -53 MPa, tal como se observa en la Fig. 29. Además, la elipse cerrada es característica de esfuerzos biaxiales.

El hecho de que el valor de los esfuerzos residuales no sea cercano a cero, indica que no existen microgrietas; ya que estas, de existir, hubieran provocado una relajación de los esfuerzos residuales. La ausencia de microgrietas durante la laminación nos permite continuar con el proceso para la evaluación de un tratamiento térmico previo al RCS.

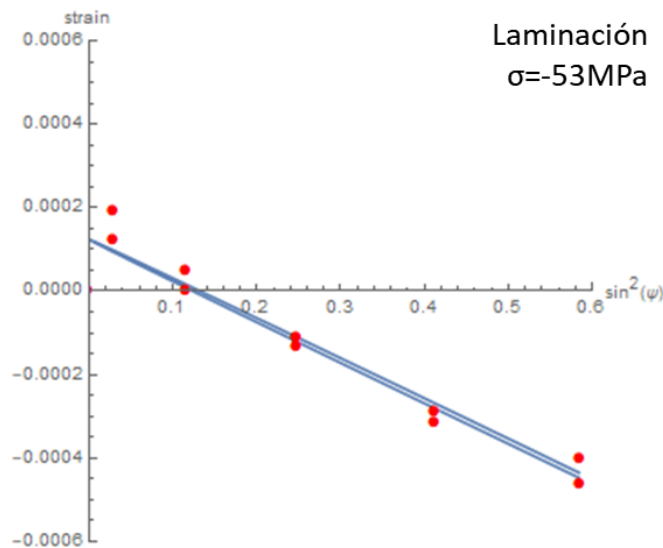


Fig. 29. Comportamiento de los esfuerzos residuales de la muestra laminada sin tratamiento térmico.

### 4.3. Selección de tratamiento previo al proceso de RCS

Con la finalidad de relajar los esfuerzos residuales y lograr la recristalización, para así evaluar sólo la deformación aplicada por el proceso de corrugado planchado repetitivo, algunas muestras de la lámina fueron sometidas a diferentes tratamientos térmicos para determinar el óptimo.

#### 4.3.1. Dureza

Para seleccionar los parámetros del tratamiento térmico se hicieron pruebas en donde se calentaron varias muestras durante una hora a diferentes temperaturas y, posteriormente, se evaluó la dureza. Los resultados obtenidos se observan en la Tabla 7. Al graficar la dureza en función de la temperatura se obtiene la Fig. 30. El punto en  $T=0^{\circ}\text{C}$  corresponde a la muestra laminada sin ser sometida a tratamiento térmico.

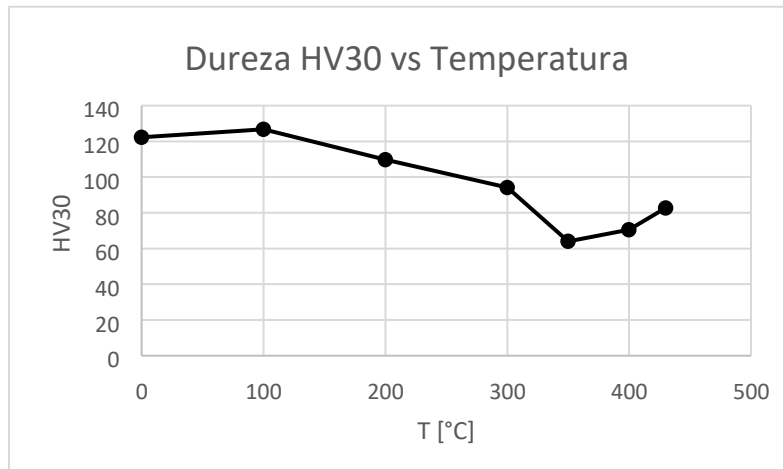
*Tabla 7. Durezas obtenidas con los diferentes tratamientos térmicos.  $T=0^{\circ}\text{C}$  indica que no se realizó ningún tratamiento térmico.*

T [°C]	HV30						$\bar{x}$	S
	Pieza 1			Pieza 2				
0	126	121.5	123	120	120	123	122.25	2.08
100	124.5	127.5	126	127.5	127.5	127.5	126.75	1.15
200	108	109.5	111	109.5	111	109.5	109.75	1.03
300	97.5	96	94.5	93	91.5	93	94.25	2.02
350	64.5	63	63	61.5	66	66	64	1.66
400	70.5	70.5	72	69	70.5	70.5	70.5	0.87
430	85.5	87	84	79.5	78	82.5	82.75	3.17

En esta gráfica (Fig. 30) se observa cómo entre los 50 y 100 grados Celsius se obtuvo un ligero aumento en la dureza, posiblemente debido a fenómenos de envejecimiento. Posteriormente, entre los 100 y 350 °C la dureza disminuye, lo cual se le atribuye a la relajación de esfuerzos residuales y recristalización. Entre los 350 y 430 °C se observa un incremento de la dureza; esto probablemente se debe a que la



temperatura se encuentra cerca a la temperatura de solubilización, por lo que es posible que parte de los elementos aleantes entren en solución sólida y al momento de enfriar al aire se dé un envejecimiento parcial.

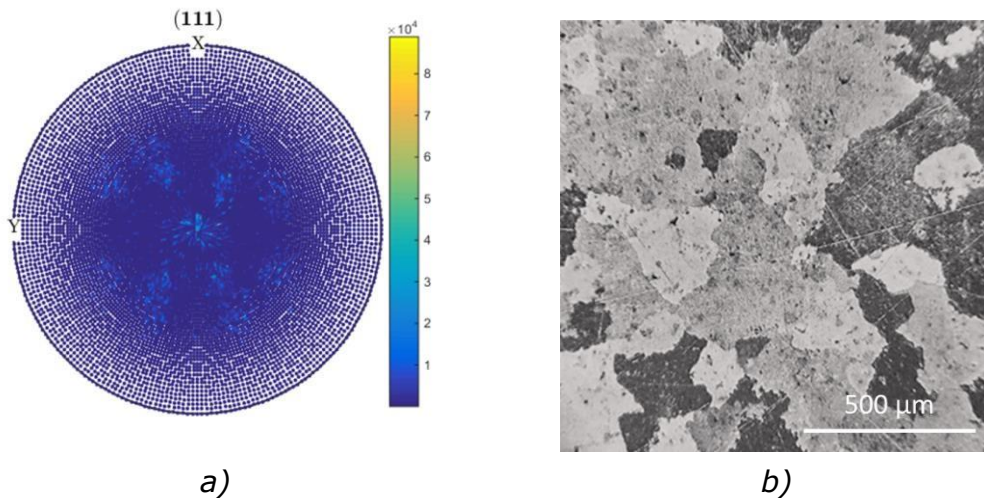


*Fig. 30. Gráfico de dureza HV30 vs Temperatura.*

En  $T=350$  °C se obtiene la menor dureza; sin embargo, al realizar la figura de polos para obtener la textura debida al tratamiento térmico, la imagen resultante prácticamente carecía de señal. La poca señal se puede interpretar como poca estadística, es decir, tamaño de grano muy grande, por lo que se procedió a realizar una metalografía de dicha pieza. En la Fig. 31 se muestran la figura de polos y la metalografía realizados a dicha muestra. Como se observa en la micrografía, el tamaño de grano aumentó bastante con respecto a la condición de fábrica, lo que trajo como consecuencia que la falta de estadística provocara la ausencia de señal en la figura de polos. El tamaño de grano estimado para esta muestra, basado en el método de planimetría, es de 18.2 granos/mm<sup>2</sup>.

Se estima que el volumen analizado durante el ensayo es de 5x5x0.02mm. Esto es sólo una aproximación, debido a que tanto la penetración como el área dependen del ángulo de incidencia.

Suponiendo granos equiaxiales debidos a la recristalización, serían analizados 455 granos, lo que explica la ausencia de señal, puesto que menos de 10000 granos se considera baja estadística. Estos cálculos pueden verse en el anexo 2.



a) b)  
*Fig. 31. a) figura de polos y b) metalografía correspondiente al tratamiento a  $T=350$  °C*

Debido a que lo que se pretende es la reducción del tamaño de grano, no se busca incrementarlo demasiado con el tratamiento térmico previo al proceso de RCS, por lo tanto, se descarta dicha temperatura y se selecciona 300 °C.

#### **4.3.2. Esfuerzos residuales**

Se procede a realizar la determinación de esfuerzos residuales. Para ello, se someten dos muestras a tratamiento térmico; ambas se tratan a 300°C, pero el de la muestra uno dura 45 minutos y el de la muestra 2 120 minutos. Se escogieron estos tiempos porque se pretendía observar la diferencia en la relajación de los esfuerzos a diferentes tiempos manteniendo la temperatura que se eligió tomando como criterio el ensayo de dureza. Los resultados de este ensayo se observan en la Fig. 32.

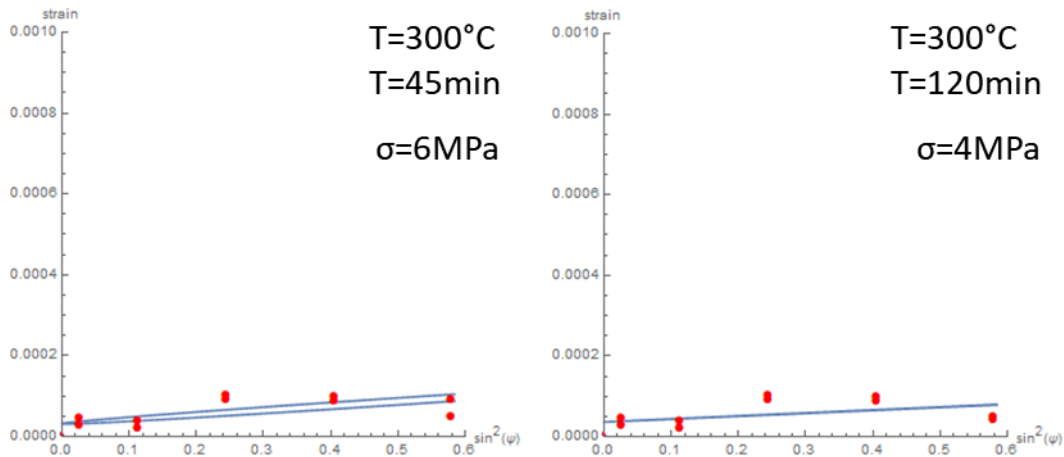


Fig. 32. Esfuerzos residuales de ambos tratamientos térmicos.

Los resultados muestran que, en cuanto a la relajación de esfuerzos, no hay una diferencia significativa entre ambos tratamientos, donde ambos son prácticamente cero, por lo que, con base en este resultado, el primer tratamiento parece ser más atractivo debido a su menor tiempo y, por tanto, menor costo; sin embargo, se busca la recristalización, por lo que se procede a determinar la figura de polos de la primera muestra.

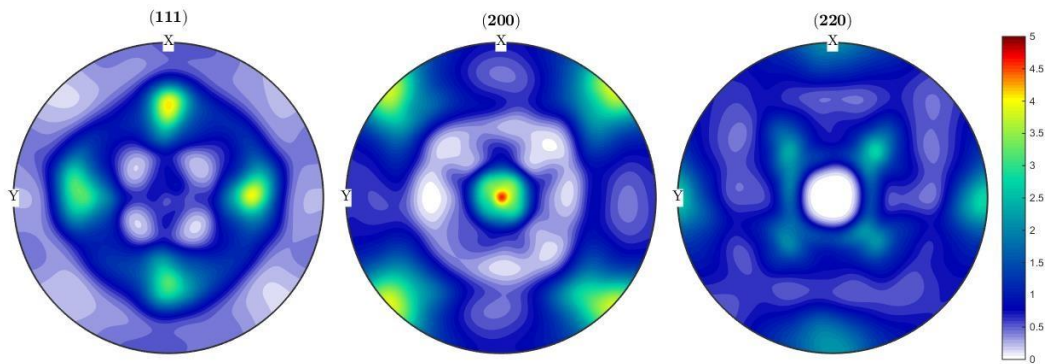
#### 4.3.3. Figuras de polos

Debido a que la preparación metalográfica de esta aleación resultó ser complicada, para poder apreciar la recristalización del material se procedió a realizar una figura de polos.

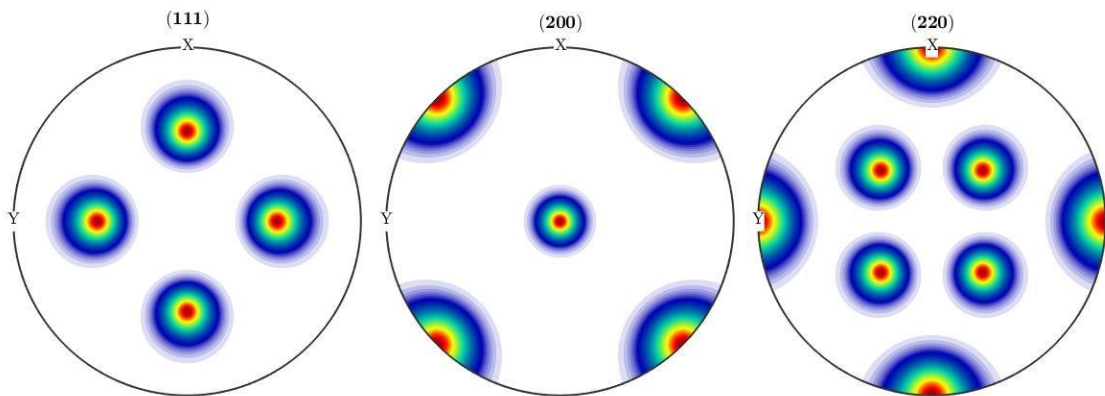
Las figuras de polos (Fig. 33) muestran la textura después del tratamiento térmico. La comparación de estas figuras de polos con las de la Fig. 26 (textura de laminación) demuestra que hubo un cambio de textura, es decir, hubo recristalización, siendo esto lo que se buscaba con el tratamiento térmico. Por otro lado, si comparamos con la Fig. 31 (figura de polos del tratamiento a T=350 °C), se observa una intensidad suficiente para determinar la textura; esto significa que hay suficiente

estadística, es decir, los granos son lo suficientemente pequeños para que una cantidad considerable de ellos difracte los rayos X.

La Fig. 34 muestra las posiciones teóricas de los puntos de mayor intensidad de una textura cubo rotada, estas fueron simuladas mediante MTEX-Matlab. Es notable la similitud entre las figuras de polos, por lo que asumimos que se tiene dicha textura. Este comportamiento empata con la teoría ya que la textura cubo es conocida por ser una textura de recristalización.

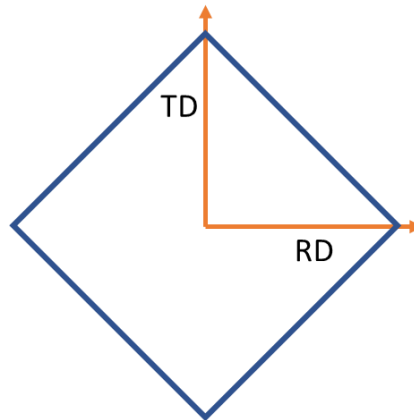


*Fig. 33. Figuras de polos de la aleación después del tratamiento térmico.*



*Fig. 34. Figuras de polo simuladas de la textura cubo.*

La Fig. 35 muestra una representación de la posición de la celda unitaria con respecto al marco de referencia indicado, RD es la dirección de laminación, mientras que TD es la dirección transversal a la de laminación.



*Fig. 35. Esquema de la vista superior de la celda con textura cúbica rotado.*

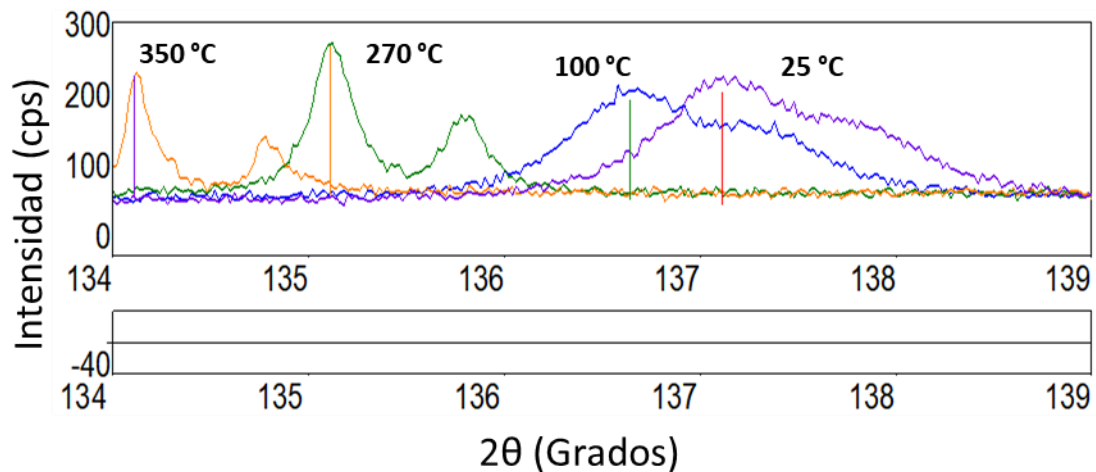
#### **4.3.4. Difracción a diferentes temperaturas**

Otro método que nos permite apreciar la eficiencia de los tratamientos térmicos es la medición del ancho de los picos de difracción, con base en el principio de que, a mayor ancho, mayores serán los microesfuerzos acumulados en el material y menor el tamaño de grano. Además, este ensayo a diferentes temperaturas nos permite apreciar de forma cualitativa la evolución de ambos tipos de esfuerzos con respecto a la temperatura.

Para esta prueba se seleccionó el pico del aluminio que se encuentra en aproximadamente  $137.07^\circ$  y que corresponde al plano (422), esto porque a mayores ángulos el cambio en el ancho de pico es más evidente.

El difractograma correspondiente a la muestra sin tratamiento térmico es el de la Fig. 36. El efecto de la deformación por laminación se

observa en el pico de  $T=25^{\circ}\text{C}$ , donde el ancho de pico es suficientemente grande como para que no se aprecie desdoblamiento de  $K\alpha_1$  y  $K\alpha_2$ . El de  $T=100^{\circ}\text{C}$  no muestra una diferencia considerable, lo que significa que el tiempo y la temperatura son insuficientes para la relajación de esfuerzos locales o para generar un crecimiento de grano. En  $270^{\circ}\text{C}$  ya es evidente el adelgazamiento del pico de difracción, de hecho, ya se observa un desdoblamiento de  $K\alpha_1$  y  $K\alpha_2$ . En  $350^{\circ}\text{C}$  ya no se observa un gran cambio con respecto a la temperatura anterior, lo que significa que practicante la muestra está libre de esfuerzos residuales.



*Fig. 36. Termodifractograma de la muestra sin tratamiento térmico. Los picos corresponden al plano (422).*

La Fig. 37 muestra el difractograma de la muestra tratada térmicamente a  $300^{\circ}\text{C}$  durante 45 minutos. Se observa que no hay cambios considerables entre los anchos de pico, como en el caso anterior, lo cual se debe a que la pieza ya fue liberada de esfuerzos residuales locales. A raíz de los resultados de la Fig. 33, consideramos que el efecto del crecimiento de grano es mínimo comparado al efecto de los esfuerzos residuales, i.e. sin esfuerzos residuales, el ancho durante la rampa de calentamiento permanece prácticamente constante.

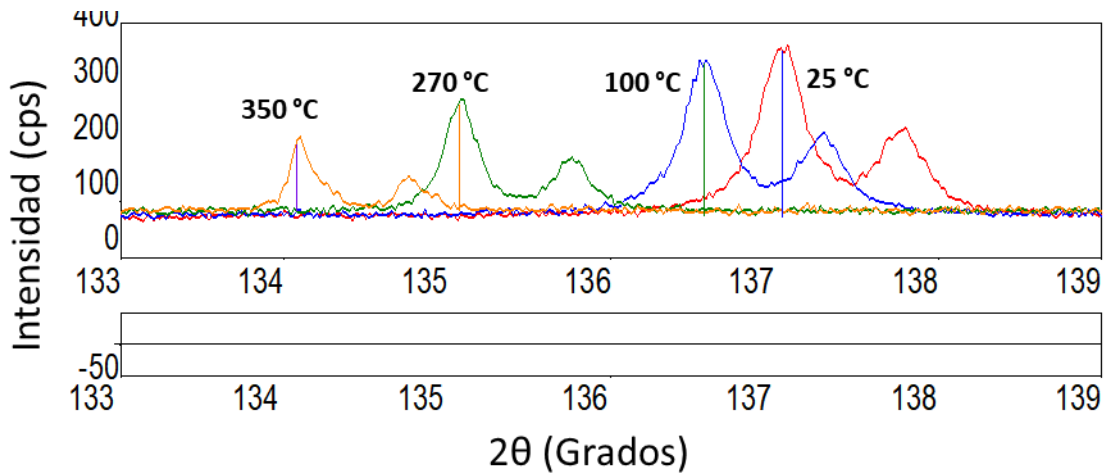


Fig. 37. Termodifractograma de la muestra con tratamiento térmico. Los picos corresponden al plano (422).

En la Tabla 8 se encuentran los anchos de pico a altura media (FWHM) de ambas muestras a las temperaturas en que se realizó el ensayo. Se observa que la muestra sin tratamiento térmico experimentó una reducción de FWHM de  $0.647^\circ$ , mientras que la tratada térmicamente experimentó solo una disminución de  $0.145^\circ$ , es decir, aproximadamente 4.4 veces menos.

Tabla 8. Cambios en el ancho de los picos (422) de las muestras con y sin tratamiento térmico a diferentes temperaturas.

	STT	TT
T (°C)	FWHM (deg)	FWHM (deg)
25	0.81	0.335
100	0.75	0.307
270	0.25	0.245
350	0.163	0.19

En cuanto a la posición de los picos, en ambos casos se observa un desplazamiento hacia la izquierda. Este desplazamiento está relacionado con los esfuerzos residuales de tipo I y con la dilatación térmica de la muestra.

A medida que la muestra aumenta de temperatura, la red cristalina se dilata, es decir, aumenta la distancia interplanar. En la ley de Bragg se observa que al despejar el ángulo theta, este disminuye al aumentar el valor de la distancia interplanar, lo que explica este comportamiento.

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{n\lambda}{2d} \right) \dots \dots \dots \text{Ley de Bragg} \qquad \text{Ec. (4-1)}$$

Donde:

$n$  = orden de reflexión (número entero)

$\lambda$  = longitud de onda de los rayos X (nm)

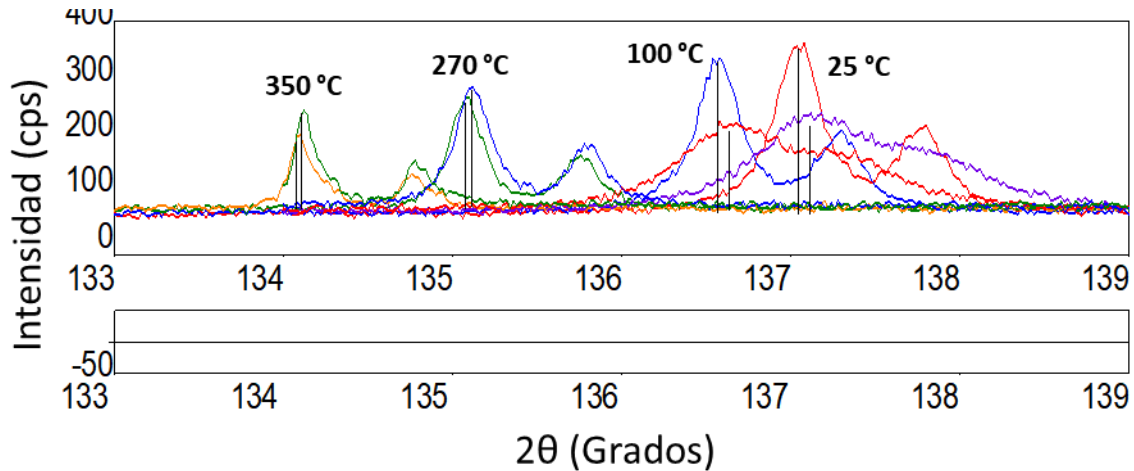
$d_{hkl}$  = distancia entre los planos de la red cristalina (nm)

$\theta$  = ángulo entre los rayos incidentes y los planos de dispersión

Sin embargo, este efecto también es causado por los esfuerzos residuales globales. Por lo que, en este caso, el desplazamiento de los picos se debe a la suma de los efectos de la dilatación térmica y la relajación de esfuerzos residuales globales.

La Fig. 38 muestra ambos difractogramas, en esta imagen se puede apreciar la diferencia en la posición de los picos de difracción de ambas muestras. Se observa que, a mayor temperatura, los picos de ambas muestras se acercan cada vez más, lo que significa que el efecto de los esfuerzos residuales en estos es cada vez menor, quedando en mayor proporción el efecto de la dilatación térmica.





*Fig. 38. Termodiffractogramas de ambas muestras.*

Para una misma temperatura, el pico de la muestra sin tratamiento térmico se encuentra a la derecha del de la muestra que ha sido tratada térmicamente. Esto significa que, para el mismo plano cristalino, la distancia interplanar es menor en la muestra a la que no se le aplicó el tratamiento térmico, es decir, se encuentra en un estado de esfuerzos compresivo, tal como se observa en la Fig. 29 (esfuerzos residuales debidos a la laminación).

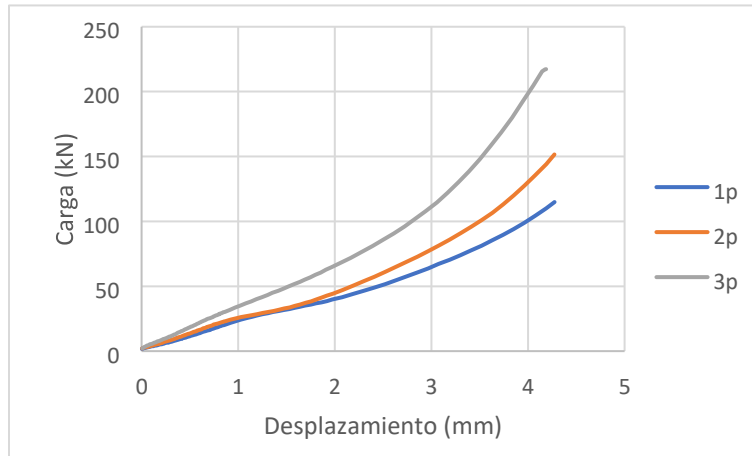
#### **4.4. Proceso de corrugado planchado repetitivo**

##### **4.4.1. Curva carga desplazamiento**

En la Fig. 39 se observan las curvas carga-desplazamiento obtenidas durante la etapa de corrugado para los pasos 1, 2 y 3. En estas se observa que la carga aumenta con respecto al número de pasos, en 1p se necesitaron 114 kN para cerrar el molde, mientras que en 3p se necesitaron 217 kN, es decir, un 90% más; lo que da indicios de que la resistencia del material está aumentando.

Se observa que, en todos los casos, al aumentar el desplazamiento, la pendiente es cada vez mayor. Esto se debe a que, debido a la geometría

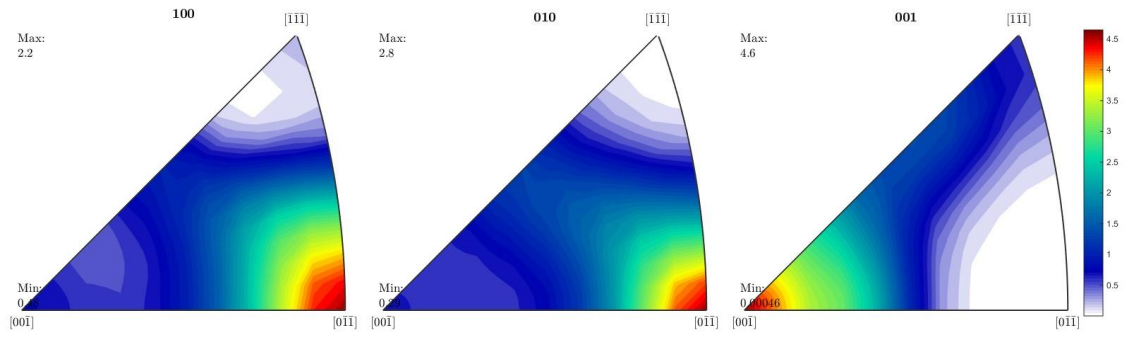
del molde, el área donde se aplica el esfuerzo varía, porque en un principio sólo los montículos del molde tocan la placa y conforme los dados se van cerrando, comienzan a tocar una mayor área superficial.



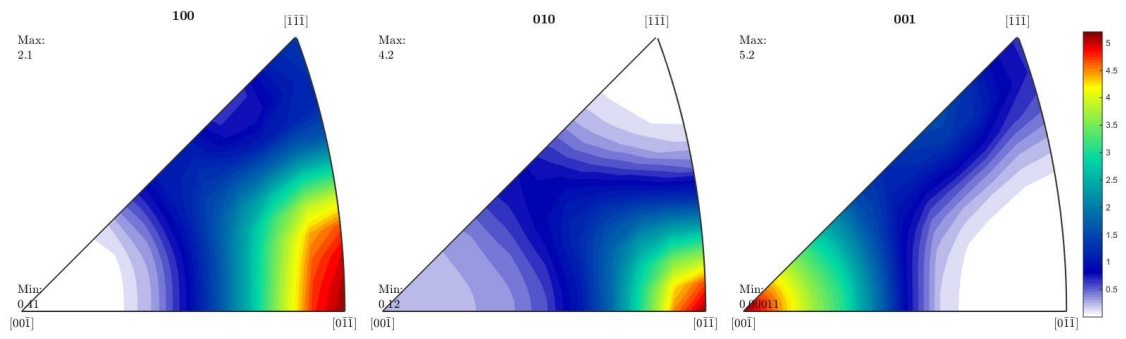
*Fig. 39. Curva carga-desplazamiento de la etapa de corrugado del proceso de RCS.*

#### **4.4.2. Macrotextura por RCS**

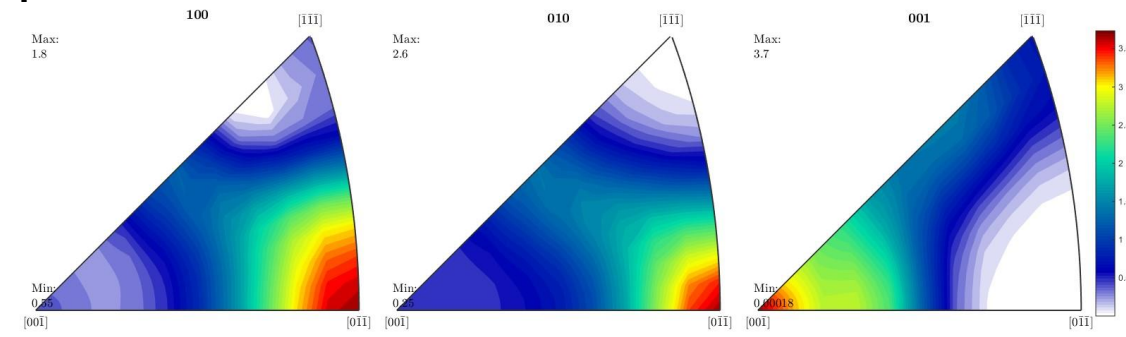
Con la finalidad de evaluar el efecto del proceso de RCS en la textura de la aleación, se determinó la macrotextura, tal como se indica en la sección 3.2.2.6. Sin embargo, se calculan las figuras de polos inversas debido a que, en este caso, su interpretación es más sencilla. La Fig. 40 muestra las figuras de polo inversas para 0, 1 y 3 pasos de RCS. En estas se observa que prácticamente no hay cambio de textura desde 0 hasta 3 pasos. Por tanto, la textura al final del proceso de RCS será la misma que la debida al tratamiento térmico previo. En este caso, se trata de una textura cubo rotada  $45^\circ$ , cuya representación se mostró en la Fig. 35. La componente de dicha textura es  $(100)[011]$ .



**Op**



**1p**



**3p**

*Fig. 40. Figuras de polos inversas para 0,1 y 3 pasos de RCS.*

### **4.4.3. Esfuerzos residuales**

En este tipo de procesos es importante la evaluación de los esfuerzos residuales, puesto que afectan el desempeño del material. Dicho análisis permite tomar medidas de prevención de la falla, como la aplicación de tratamientos térmicos orientados a la relajación de los esfuerzos residuales. También permite determinar si se han generado grietas microscópicas debido a la deformación aplicada.

En la Fig. 41 se aprecia el incremento de los esfuerzos residuales en función del número de pasos. Los pasos 0 y 1 no muestran gran diferencia y, tomando en cuenta el intervalo de confianza, se podría decir que en ambos casos las muestras están libres de esfuerzos residuales. En los pasos 2 y 3 ya es visible la presencia de esfuerzos residuales, sin embargo, es en este último en donde se da el mayor incremento llegando a un esfuerzo de 110 MPa.

El hecho de que en el último paso el valor de los esfuerzos residuales no haya disminuido da indicios de que el proceso no generó microgrietas en la muestra.

La apertura de la elipse está relacionada con los esfuerzos de corte, sin embargo, para que esta medición sea confiable es necesario que la muestra esté completamente plana. En este caso, debido a las irregularidades impuestas por el molde, no se puede hacer una correcta interpretación de esto, por lo cual, se ignora dicho aspecto.

Este ensayo permite la estimación de los esfuerzos residuales globales, sin embargo, el análisis de los anchos de pico permite apreciar de forma indirecta el efecto del proceso de RCS ya que estos son sensibles al tamaño de grano y las microdeformaciones.

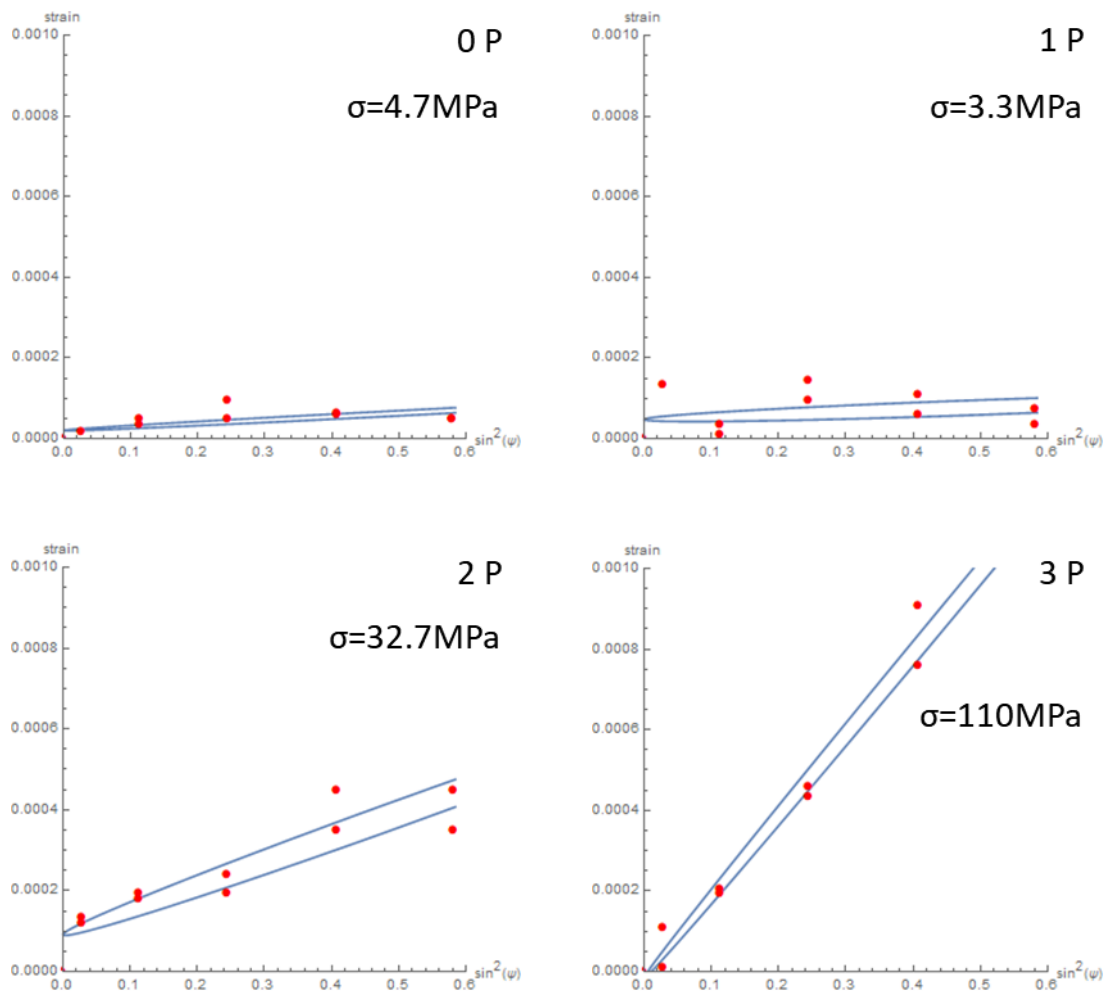


Fig. 41. Comportamiento de los esfuerzos residuales de 0 a 3 pasos de RCS.

#### 4.4.4. Anchos de pico

La Tabla 9 muestra los anchos de pico a media altura de varios de los planos difractados en el ensayo de difracción de rayos X donde  $\text{FWHM}_{\text{inicial}}$  se refiere a 0 pasos de RCS, mientras que  $\text{FWHM}_{\text{final}}$  se refiere a 3 pasos. En esta tabla se observa que, en todos los planos, el ancho es mayor al final del proceso.

Como se mencionó anteriormente, el ancho de pico se relaciona con el tamaño de grano y las microdeformaciones: a mayor ancho, menor será el tamaño de grano, mientras que las microdeformaciones serán más grandes.

También se observa que conforme se avanza en  $2\theta$  (o valores hkl), el incremento es mayor.

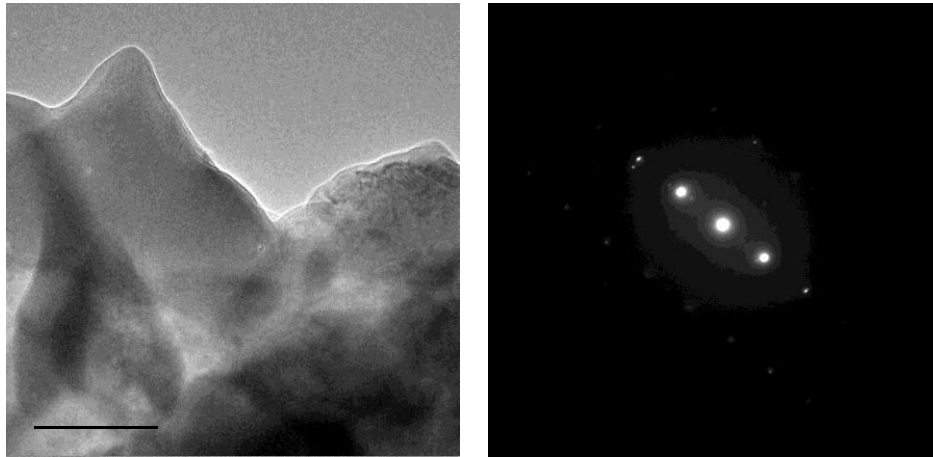
*Tabla 9. Anchos de pico a media altura de la fase Al para 0 y 3 pasos de RCS.*

Plano	(1 1 1)	(2 0 0)	(2 2 0)	(3 1 1)	(2 2 2)	(4 0 0)
FWHM <sub>inicial</sub> (deg)	0.291	0.285	0.303	0.303	0.306	-
FWHM <sub>final</sub> (deg)	0.318	0.33	0.344	0.403	0.409	0.493
Diferencia (deg)	0.027	0.045	0.041	0.1	0.103	-
Incremento (%)	9.28	15.79	13.53	33.00	33.66	-

#### **4.4.5. Microscopía electrónica de transmisión**

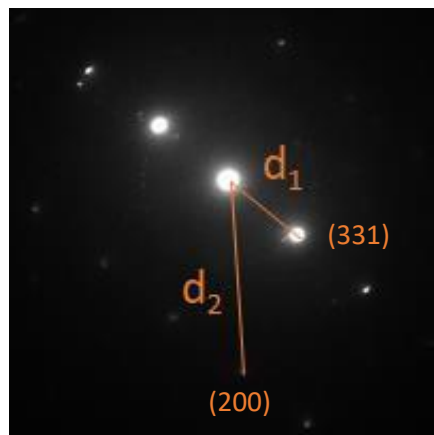
Este análisis se realizó con la finalidad de apreciar los cambios en la microestructura generados por el proceso de RCS, así como la observación de las fases identificadas por difracción de rayos X.

En la Fig. 42 se observa una micrografía de la muestra con 0 pasos de RCS junto con el patrón de difracción de esa zona. El patrón de difracción nos muestra que se trata de un solo cristal en el eje de zona  $[1\bar{3}0]$ , debido a que se observa un arreglo de bidimensional periódico de puntos.



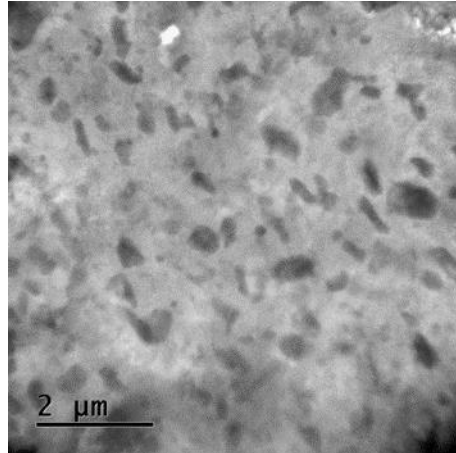
*Fig. 42. Micrografía por TEM (izquierda) y patrón de difracción (derecha) de la muestra con 0 pasos de RCS.*

Para indexar el patrón de difracción se toman como referencia los puntos que se indican en la Fig. 43 y se miden las distancias  $d_1$  y  $d_2$  con ayuda del software *ImageJ*. Se calculan los índices de Miller comparando el cociente de las distancias con una tabla de cocientes obteniendo como resultado (200) y (331). Posteriormente, se calcula el eje de zona usando la ecuación  $hu+kv+lw=0$  dando como resultado  $[1\bar{3}0]$  (vease tabla de cocientes y cálculos en anexo 3).



*Fig. 43. Patrón de difracción de 0 pasos. Se observan los puntos seleccionados para la indexación, así como sus distancias con respecto al punto más intenso.*

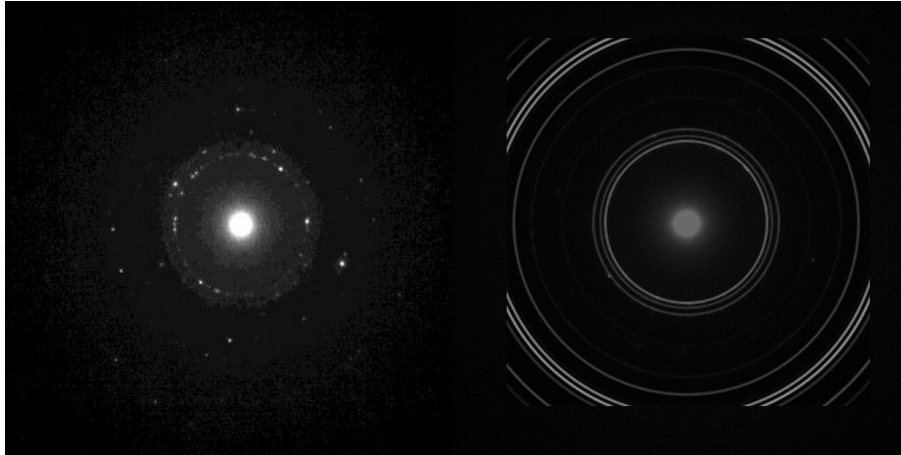
La Fig. 44 muestra otra micrografía, a menor magnificación, de la pieza con 0 pasos de RCS. En esta se observa una gran cantidad de precipitados.



*Fig. 44. Micrografía por TEM de la muestra con 0 pasos de RCS donde se observa el precipitado MgZn<sub>2</sub>.*

La Fig. 45 a) muestra el patrón de difracción de la imagen anterior, el cual está formado por anillos concéntricos. Para indexar este patrón se pueden medir los diámetros y proceder de manera similar al caso anterior, donde los cocientes de los diámetros son proporcionales a los cocientes de la distancia interplanar de la fase considerada o bien, recurrir a una simulación y superponer los anillos, que fue lo realizado en este caso. La existencia de los anillos se explica como un resultado de la difracción simultánea de un número muy grande de cristales orientados al azar. La Fig. 45 b) muestra la posición de los anillos de difracción de la fase MgZn<sub>2</sub> en superposición con la imagen de Fig. 45 a).

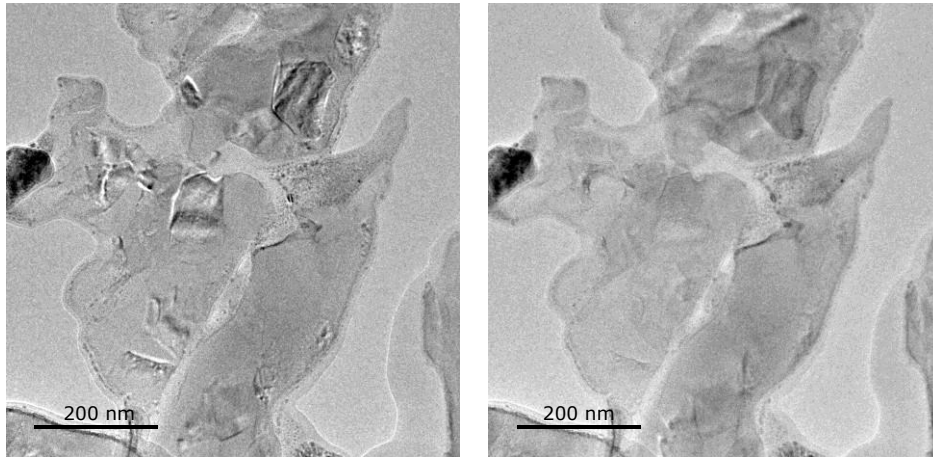




*Fig. 45. Patrón de difracción de 0 pasos. Las circunferencias remarcan los anillos observados para la fase MgZn<sub>2</sub>.*

Los anillos que se observan, en orden del interior al exterior, corresponden a los siguientes planos: (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112) y (201).

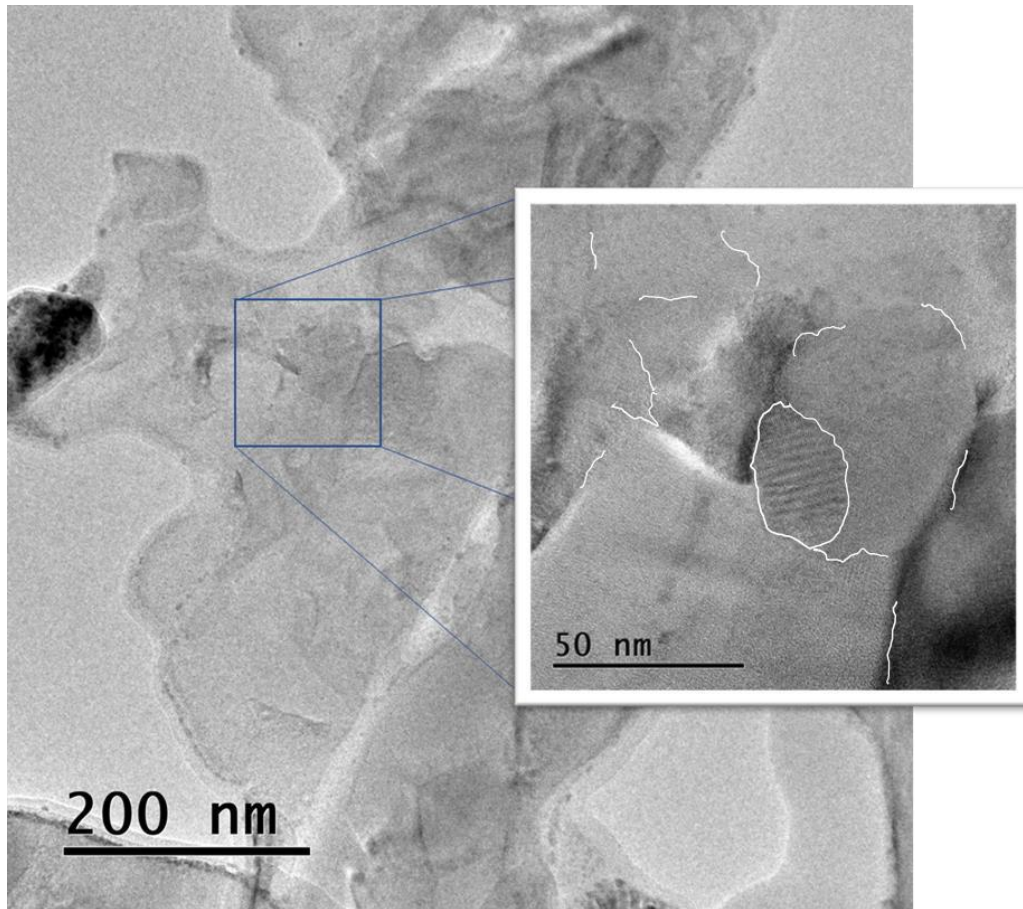
Para que el haz de electrones pueda ser difractado por un cristal, este debe de estar en posición de Bragg. En las micrografías por TEM, las áreas de color oscuro son aquellas que han difractado el haz electrónico. Una forma de determinar la presencia de granos o subgranos es dando una pequeña inclinación y observar si existen zonas que desaparecen. La Fig. 46 muestra dos micrografías correspondientes a la misma área observada, pero con una inclinación de  $\pm 3^\circ$ . Se observa como con esta pequeña inclinación hay zonas que no se observan en ambas micrografías. Esto se debe a la presencia de subgranos.



*Fig. 46. Micrografías de muestra con 3 pasos de RCS. En ambas se observa la misma zona, pero con una inclinación de  $\pm 3^\circ$ .*

La Fig. 47 muestra una magnificación de la Fig. 46. En esta se observa claramente la formación de una nanoestructura. También se observan algunos bordes, posiblemente de subgranos, los cuales están señalados con flechas y contornos blancos.

En la parte central de la imagen se observa un patrón de Moiré (indicado con un óvalo); esto se debe a la superposición de dos estructuras cristalinas con cierta desorientación, es decir, un grano sobre otro. Dicho patrón se encuentra dentro de lo que pareciera un subgrano, cuyas fronteras también están señaladas por flechas y contornos blancos.



*Fig. 47. Magnificación de la Fig. 46. En esta se observa la formación de una subestructura generada por el proceso de RCS*

#### **4.4.6. Propiedades mecánicas**

##### **4.4.6.1. Dureza**

Para este ensayo se cortaron dos muestras y se tomaron 3 mediciones en ambas, dando un total de seis mediciones por paso. Se observa (en la Tabla 10) un ligero incremento en la dureza conforme aumentan los pasos de RCS, sin embargo, el aumento desde 0 pasos hasta 3 es únicamente del 5.8%. esto indica que el proceso de RCS no tiene el efecto esperado en esta propiedad en específico.

También es evidente el incremento de la desviación estándar, lo que se atribuye a la heterogeneidad en la deformación de la aleación generada por el proceso de RCS.

*Tabla 10. Durezas de la aleación Al 7075 antes y después del proceso de RCS. RCS 0P corresponde a la lámina con el tratamiento térmico, previo al proceso de RCS, seleccionado.*

	<b>STT</b>	<b>RCS 0P</b>	<b>RCS 1P</b>	<b>RCS 2P</b>	<b>RCS 3P</b>
<b>Pieza 1</b>	129	94.5	93	94	93
	126	88.5	94.5	93	94.5
	127.5	88.5	91.5	96	103
<b>Pieza 2</b>	127.5	93	94.5	94.5	94.5
	129	90	88.5	87	96
	126	91	91.5	91.5	96
$\bar{x}$	127.5	90.92	92.25	92.70	96.16
<b>S<sup>2</sup></b>	1.34	2.43	2.27	3.15	3.53

#### **4.4.6.2. Ensayo de tracción uniaxial**

Debido a que esta aleación es principalmente usada para elementos estructurales, como se mencionó en el apartado 2.3.1 (la aleación Al7075), es importante conocer las principales propiedades mecánicas del material con la finalidad de evaluar su desempeño.

La Fig. 48 muestra las curvas de esfuerzo-deformación obtenidas a través del ensayo de tracción uniaxial. En estas curvas se aprecia un comportamiento inestable; dicho fenómeno es una inestabilidad plástica denominada efecto Portevin-Le Chatelier (PLC), el cual se debe a la acumulación y liberación de dislocaciones, por lo que un tratamiento térmico a mayor temperatura revertiría dicho comportamiento.

Otro efecto entre las muestras procesadas es el cambio de la zona plástica a la zona elástica. Mientras que en la muestra con 0P se observa un cambio muy marcado, en las muestras procesadas por RCS el cambio

es paulatino, notándose este comportamiento como un cambio de pendiente gradual en las curvas de esfuerzo-deformación.

Otra observación en las curvas de deformación es que no fracturan abruptamente, sino que en algún punto disminuye la carga considerablemente experimentando aun un poco de elongación hasta que finalmente fractura. Dicho comportamiento se observa tanto en las muestras procesadas por RCS, como en las no procesadas; por lo que no es un comportamiento derivado del proceso.

Todas las probetas fracturaron por las marcas dejadas por el molde, lo que supone una concentración de esfuerzos debido a que en esa zona el espesor el menor.

En cuanto a la ductilidad, se observa una pérdida considerable de aproximadamente el 50% de OP a 3P.

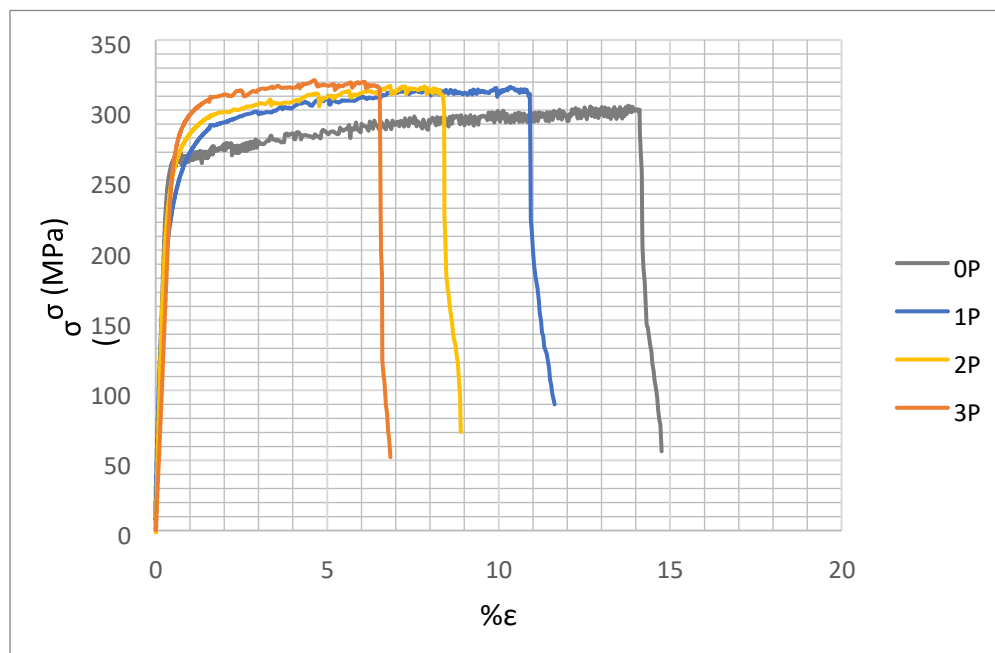


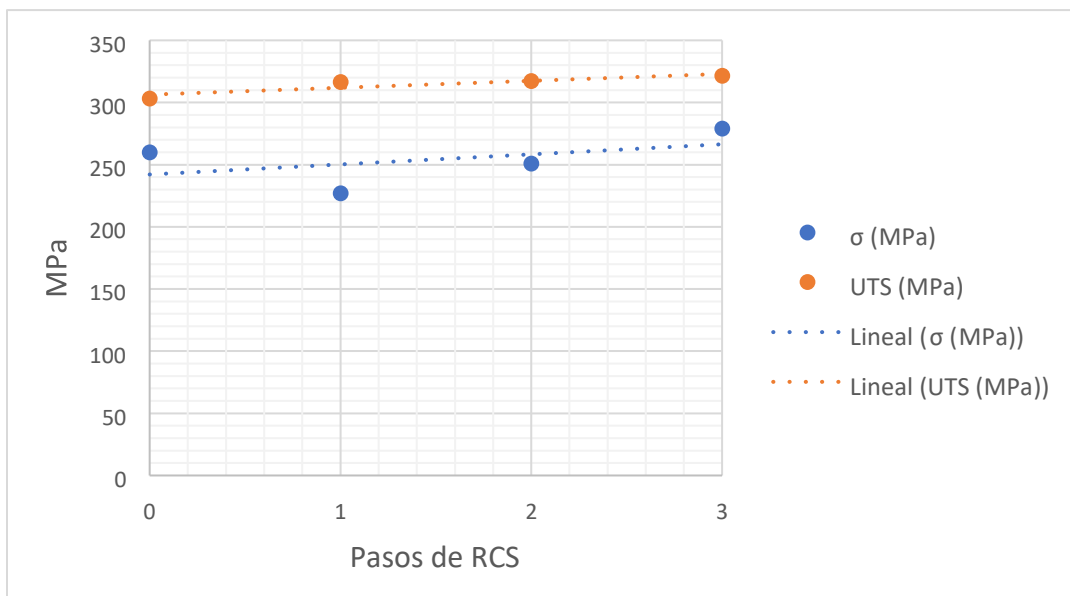
Fig. 48. Curvas esfuerzo-deformación del proceso de RCS.

La Tabla 11 muestra las propiedades mecánicas determinadas por este ensayo. El módulo de Young es en promedio de 68.8 GPa, con una desviación estándar igual a 9.7 GPa. El coeficiente de variación es igual a 14%, lo que indica que se trata de un conjunto de datos relativamente homogéneo, mayor a 20% se considera heterogéneo.

*Tabla 11. Propiedades mecánicas determinadas por medio del ensayo de tensión uniaxial.*

Pasos RCS	$\sigma$ (MPa)	E (GPa)	UTS (MPa)
0	260	80.4	303
1	227	64.59	317
2	251	72.3	317
3	279	58.03	321

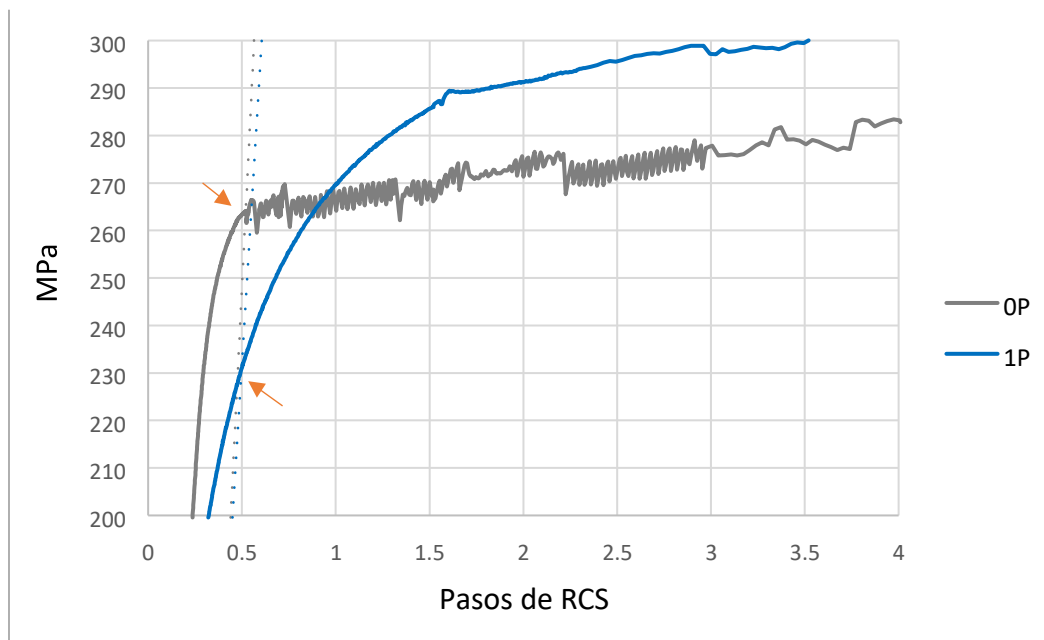
Al graficar el esfuerzo de cedencia y la resistencia máxima en función del número de pasos de RCS (Fig. 49), se puede visualizar de forma más clara la tendencia de dichas propiedades, debidas al proceso.



*Fig. 49. Efecto de los pasos de RCS sobre el esfuerzo de cedencia y esfuerzo máximo.*

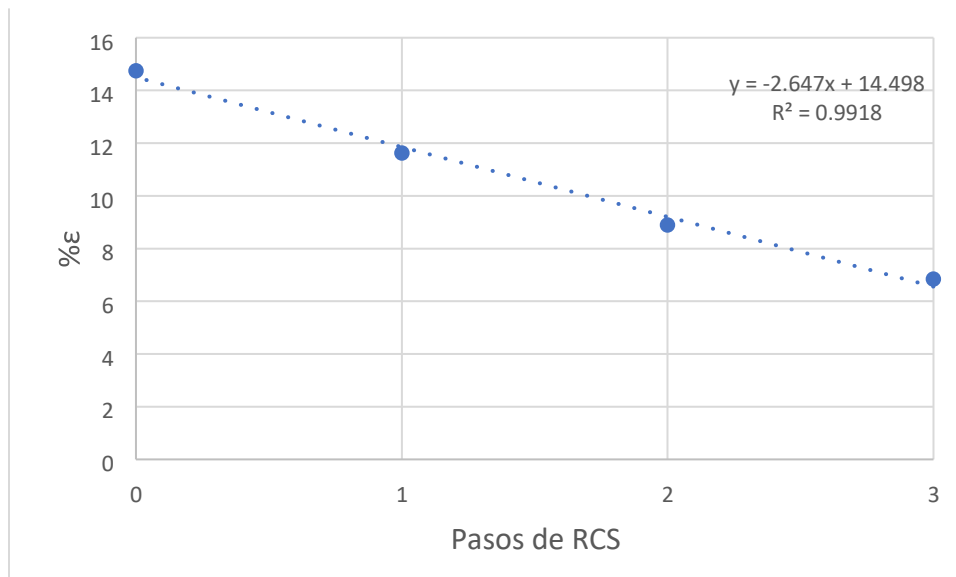
En el esfuerzo de cedencia se observa una disminución del paso 0 al paso 1, después de este paso la tendencia es incrementar. Esto se debe a, como se mencionó anteriormente, el cambio de la zona elástica a la plástica. Debido a que al trazar la recta para calcular el esfuerzo de cedencia convencional al 0.2%, esta recta corta antes a la curva esfuerzo-deformación (tal como lo muestra en la Fig. 50), sin embargo, la resistencia máxima sí aumenta, pero el incremento es mínimo.

Que el cambio de la deformación elástica a la plástica sea paulatino, se puede explicar por el gradiente de deformación presente en la lámina. Dicho gradiente provoca que la lámina no deforme uniformemente, puesto que las zonas con menor deformación tenderán a fluir antes que las zonas con mayor deformación.



*Fig. 50. Ampliación de las curvas de esfuerzo-deformación de 0p y 1p donde se observa la transición de la zona elástica a la zona plástica. Las líneas punteadas corresponden a la recta trazada para calcular el esfuerzo de cedencia convencional al 0.2%.*

La línea de tendencia de la resistencia máxima tiene una pendiente de 5.56 MPa/número de pasos (Fig. 49), lo cual es prácticamente depreciable puesto que representa un incremento en el UTS de 1.8% por cada paso de RCS. En cuanto a la ductilidad, se ve penalizada en un 18.25% por cada paso de RCS. Además, se aprecia un comportamiento prácticamente lineal puesto que su coeficiente de correlación es igual a 0.9918, tal como se muestra en la Fig. 51. Todo lo anterior que significa que por cada 1% que aumenta el UTS, la ductilidad decrece poco más de 10%.



*Fig. 51. Efecto del proceso de RCS sobre la elongación.*



## 5. Conclusiones

1. El tratamiento óptimo para obtener la recristalización de la aleación Al-7075 con crecimiento de grano limitado es a 300° C durante 45 minutos.

2. Como efecto del tratamiento térmico anterior, la textura cambia de fibra  $\beta$  a cubo rotada 45° y los esfuerzos residuales se redujeron hasta un valor 6 MPa.

3. Se pudieron realizar hasta 3 pasos del proceso RCS sin la presencia de grietas. A partir del cuarto paso se observaron grietas en las zonas de mayor deformación.

4. Los ensayos mecánicos muestran que el esfuerzo de cedencia aumentó aproximadamente un 7%, el UTS un 6% y la dureza un 6%. En cuanto a la ductilidad, esta fue penalizada en un 55%. La disminución de ductilidad podría estar relacionada con las zonas de concentración de esfuerzos en la cima de las crestas.

5. La textura no experimentó cambios significativos debidos al proceso RCS. Por otro lado, los esfuerzos residuales sufrieron modificaciones sensibles por efecto del proceso alcanzando valores hasta de 110 MPa para tres pasos. Por microscopía electrónica de transmisión se observó que dicha evolución va acompañada por la generación de subgranos y una gran cantidad de dislocaciones.

### Perspectivas

Se propone estudiar el proceso de RCS por el método de elementos finitos con el fin de mejorar el diseño del molde y evitar las zonas de máxima concentración de esfuerzos.

## 6. Bibliografía

1. Rodríguez Baracaldo, R., Benito Páramo, J. A., & Cabrera Marrero, J. M. (Abril de 2007). Procesos de severa deformación plástica para obtener materiales de grano nanométricos y ultrafinos. *Revista ingeniería e investigación*, 27(1), 101- 105.
2. Davis, J. R. (1993). *Aluminium and Aluminium Alloys* (1º-Ed ed.). Materias Park: ASM International.
3. Kaufman, J. G. (2000). *Aluminium Alloys and Tempers*. Materials Park, United States of America: ASM International.
4. ASM. (1990). *Metals Handbook Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special Purpose Materials* (Vol. 2). ASM International.
5. Hufnagel, w. (1992). *Manual del aluminio* (2º-Ed. ed.). Barcelona: Reverté.
6. ASM. (1978). *Source Book on Selection and Fabrication of Aluminum Alloys*. Metals Park, Ohio, United States of America: ASM.
7. *matweb.com*. (8 de Noviembre de 2019). Obtenido de <http://matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=6653b72914864cc0a0ff7adf5b720167&ckck=1>
8. Askeland, D. R., Fulay, P. P., & Wright, W. J. (2012). *Ciencia e Ingeniería de Materiales*. Cengage Learning Editores.
9. Totten, G. E., & MacKenzie, D. S. (2003). *Handbook of Aluminum*. New York: Marcel Dekker.
10. Gjonnes, J., & Simensen, C. J. (1970). An electron microscope investigation of the microstructure in an aluminium-zinc-magnesium alloy. *Acta metallurgica*, 18(8), 881-890.
11. ASM. (1991). *Metals Handbook Vol. 4 Heat Treating*. metals Park, ohio: ASM International.
12. Cruz Gandarilla, F., Caleyó Cereijo, F., Fuentes Cobas , L., & Palacios Gómez, J. (1998). Textura cristalográfica. *Revista mexicana de física*, 44(3), 222-223.
13. Engler, O., & Randle, V. (2010). *Introduction to texture analysis: macrotexture, microtexture, and orientation mapping*. United States of America: CRC Press Taylor & Francis Group.
14. Whitters, P. J., & Bhadeshia, H. K. (2001). Residual stress. Part 1 Measurement techniques. *Materials Science and Technology*, 17, 355-365.

15. Valiev, R. Z., Estrin, Y., Horita, Z., Langdon, T. G., & Zehetbauer, M. J. (2006). Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation. *JOM* 58, 33-39.
16. Langdon, T. G. (2001). Processing by Severe Plastic Deformation: Historical Developments and Current Impact. *Materials Science Forum*, 667-669, 9-14.
17. Zhilyaev, A., & Langdon, T. (2008). Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. *Progress in Materials Science*, 893-979.
18. Thangapandian, N., Balasivanandha Prabu, S., & Padmanabhan, K. (2017). On the role of experimental variables in the repetitive corrugation and straightening of an Al-Mg alloy. *Procedia Engineering*, 207, 1457-1462.
19. Beckhoff, B., Kanngießer, B., Langhoff, N., Wedell, R., & Wolff, H. (2006). *Handbook of practical X-ray fluorescence analysis*. Berlin: Springer.
20. Zhou, W., Apkarian, R. P., Lin Wang, Z., & Joy, D. (2006). *Scanning Microscopy for Nanotechnology: Techniques and Applications*. New York: Springer-Verlag New York Inc.
21. ASM. (2004). *Metallography and Microstructures* (Vol. 9). Materials Park: ASM International.
22. Yacamán, M. J., & Reyes Gasca, J. (1995). *Microscopía electrónica. Una visión del microcosmos*. D.F., México: Fondo de cultura económica.
23. Serway, R. A., & Beichner, R. J. (2002). *Física para ciencias e ingeniería*. México: McGraw-Hill.
24. ASTM International. (2003). *E 92-82 Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials*.
25. Sudhanshu, S., Enyu, G., Huxiao, X., & Nikhilesh, C. (2015). Mechanical properties of intermetallic inclusions in Al 7075 alloys by micropillar compression. *Intermetallics*(62), 6975.
26. Singh, S. S., Schwartztein, C., Williams, J. J., Xiang, X., De Carlo, F., & Chawla, N. (2014). 3D microstructural characterization and mechanical properties of constituent particles in Al 7075 alloys using synchrotron tomography and nanoindentation. *Journal of Alloys and Compounds*, 163-174.

## 7. Apéndice

### Anexo 1. Composición química de la condición de fábrica.

Las composiciones químicas obtenidas por medio de fluorescencia de rayos X son las mostradas en la Tabla 12. Para este método se tomaron 4 mediciones en diferentes muestras. En la tabla se presenta el promedio de dichas mediciones, así como su desviación estándar.

*Tabla 12. Composición química de la aleación Al7075 determinada mediante fluorescencia de rayos X*

No. de medición	Elemento								
	Al	Mg	Cu	Zn	Fe	Cr	Ti	Ni	Si
1	85.77	2.55	2.47	8.5	0.32	0.29	0.06	0.01	<LOD
2	85.35	2.67	2.5	8.61	0.49	0.29	0.06	0.01	<LOD
3	86.29	2.15	2.48	8.42	0.31	0.27	0.05	0.01	<LOD
4	86.59	2.24	2.38	8.09	0.32	0.28	0.06	0.01	<LOD
<b>Promedio</b>	86.00	2.40	2.46	8.41	0.36	0.28	0.06	0.01	---
<b>S</b>	0.48	0.21	0.05	0.19	0.08	0.01	0.00	0.00	---

En la Tabla 13 se muestra la composición química de la aleación determinada mediante EDS en el microscopio electrónico de barrido. Estos análisis se hicieron por mapeo y en la matriz de la aleación

*Tabla 13. Composición química de la aleación determinada mediante EDS*

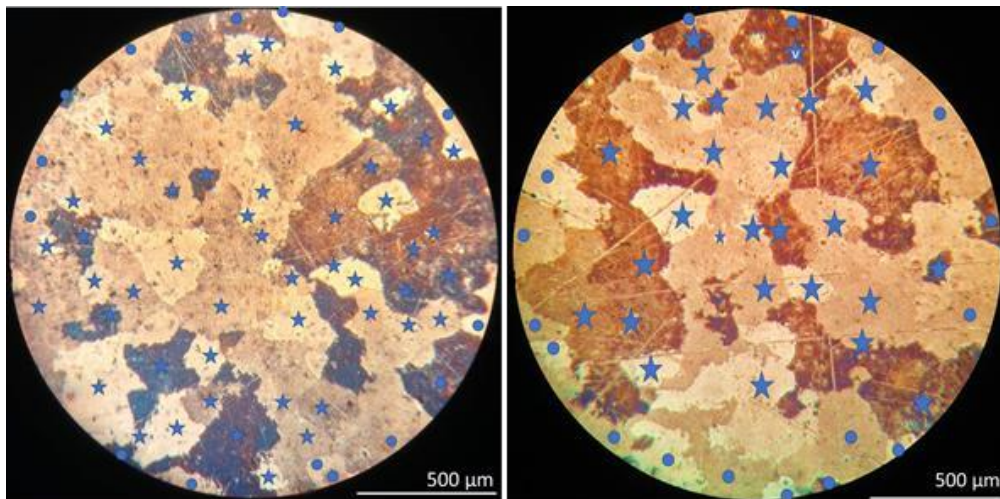
No. de medición	Elemento			
	Al	Mg	Cu	Zn
1	92.2	2.26	---	5.54
2	91.16	1.62	1.85	5.37
3	90.4	2.09	2.01	5.5
4	92.49	2.24	---	5.27
5	92.37	2.78	---	4.85
6	91.01	2.26	1.68	5.05
7	91.46	2.05	1.34	5.15
8	90.98	2.25	1.26	5.51
9	90.63	1.97	1.37	6.03
<b>Promedio</b>	91.41	2.17	1.59	5.36
<b>S</b>	0.77	0.31	0.31	0.34

## Anexo 2. Determinación del tamaño de grano

Con base en el método de planimetría, indicado en la norma E112 96, se determinó el tamaño de grano obtenido con el tratamiento térmico a 350°C durante una hora. Esto con la finalidad de justificar la ausencia de señal en la figura de polos correspondiente a dicho tratamiento térmico.

Para dicha determinación, se utilizaron dos micrografías (Fig. 52). en estas se contaron los granos completos y los medios granos que aparecen en ambas imágenes, posteriormente se resolvió la siguiente ecuación:

$$N_A = \frac{\text{granos enteros} + \frac{\text{Granos intersectados}}{2}}{\text{Área}}$$



*Fig. 52. Micrografías empleadas para la determinación del tamaño de grano del tratamiento térmico realizado a 350 °C. Las estrellas indican los granos completos, mientras que las circunferencias indican los granos incompletos.*

En la primera micrografía  $N_A=14.2$  granos/ $\text{mm}^2$ , mientras que en la segunda  $N_A=22.2$  granos/ $\text{mm}^2$ . Dando un promedio de  $18.2$  granos/ $\text{mm}^2$ .

Como se mencionó en la 4.3, el área analizada en difracción de rayos X es aproximadamente de  $25 \text{ mm}^2$ . Por tanto, multiplicando  $N_A$  promedio con el área analizada, se obtiene que el número de granos analizados es igual a 455.

No se determinó el volumen analizado, ya que, al ser la profundidad menor a  $20 \mu\text{m}$ , se garantiza que sólo difractaron los granos superficiales. Se concluyó esto, debido a que, calculando la raíz cuadrada de  $18.2$  granos/ $\text{mm}^2$ , se obtiene que se tienen  $4.27$  granos por milímetro, es decir, suponiendo granos equiaxiales, el diámetro de cada grano es aproximadamente  $234 \mu\text{m}$ , distancia superior a la de la profundidad del análisis de rayos X.

### Anexo 3. Indexación de los patrones de difracción obtenidos por TEM

Para indexar el patrón de difracción de la sección 4.4.5, se calcula el cociente de las distancias y se busca el resultado en la Tabla 14. En este caso, el resultado es 0.46; al buscarse dicho resultado en la tabla se observa que corresponde a los planos (200) y (311).

Tabla 14. Cocientes de distancias interplanares.

			1	2	2	3	2	4	3	4	4	3
			1	0	2	1	2	0	3	2	2	3
			1	0	0	1	2	0	1	0	2	3
1	1	1	1.00	0.87	0.61	0.52	0.50	0.43	0.40	0.39	0.35	0.33
2	0	0	1.15	1.00	0.71	0.60	0.58	0.50	0.46	0.45	0.41	0.38
2	2	0	1.63	1.41	1.00	0.85	0.82	0.71	0.65	0.63	0.58	0.54
3	1	1	1.91	1.66	1.17	1.00	0.96	0.83	0.76	0.74	0.68	0.64
2	2	2	2.00	1.73	1.22	1.04	1.00	0.87	0.79	0.77	0.71	0.67
4	0	0	2.31	2.00	1.41	1.21	1.15	1.00	0.92	0.89	0.82	0.77
3	3	1	2.52	2.18	1.54	1.31	1.26	1.09	1.00	0.97	0.89	0.84
4	2	0	2.58	2.24	1.58	1.35	1.29	1.12	1.03	1.00	0.91	0.86
4	2	2	2.83	2.45	1.73	1.48	1.41	1.22	1.12	1.10	1.00	0.94
3	3	3	3.00	2.60	1.84	1.57	1.50	1.30	1.19	1.16	1.06	1.00

Para rectificar el resultado, se calcula el ángulo entre planos por medio de la siguiente ecuación, obteniendo un ángulo de 33.89° mientras que la medición directa es de 33.8°, es decir, un error del 0.3%, por lo que se consideran los planos correctos.

$$\cos \theta = \frac{h_1 \cdot h_2 + k_1 \cdot k_2 + l_1 \cdot l_2}{\sqrt{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2) \cdot (h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)}}$$

Para obtener el eje de zona (el vector ortogonal a ambos planos) se plantea el siguiente sistema de ecuaciones, partiendo de que, para que se cumpla la ortogonalidad, el producto escalar de los vectores debe ser igual a cero.

$$0u + 0v + 2w = 0$$

$$3u + 1v + 3l = 0$$

Resolviendo el sistema de ecuaciones se obtiene que  $u = 1, v = -3$  y  $w = 0$ , por lo tanto, la dirección ortogonal a ambos planos es  $[1\bar{3}0]$ .