

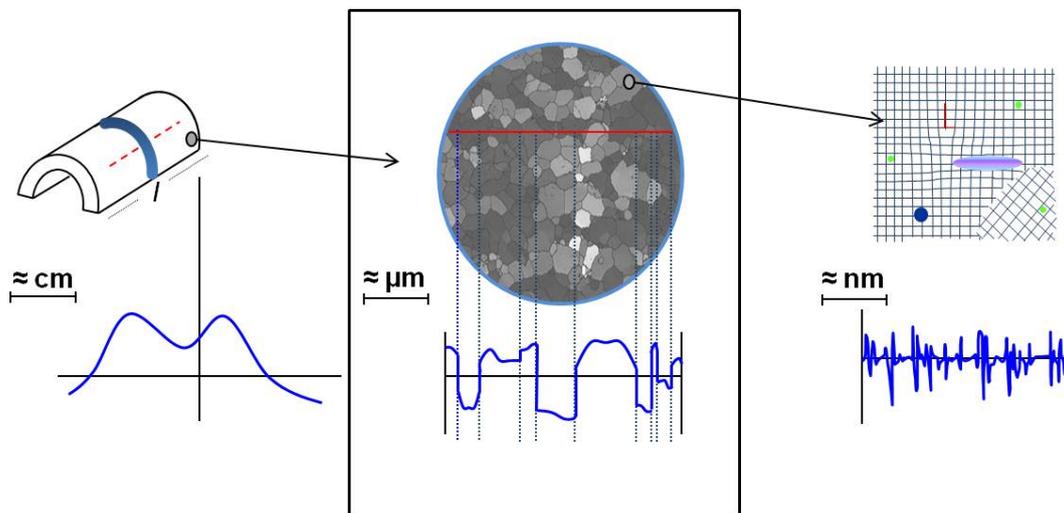


UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID  
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS  
DEPARTAMENTO DE FÍSICA DE MATERIALES

# ANÁLISIS MULTIESCALA DE TENSIONES RESIDUALES EN UNA ALEACIÓN DE ALUMINIO MONOFÁSICA POLICRISTALINA

Memoria para optar al grado de Doctor en Ciencias Físicas

SILVIA FERREIRA BARRAGÁNS



Madrid 2015



**UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID  
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS  
DEPARTAMENTO DE FÍSICA DE MATERIALES**



**ANÁLISIS MULTIESCALA DE TENSIONES RESIDUALES EN  
UNA ALEACIÓN DE ALUMINIO MONOFÁSICA POLICRISTALINA**

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR EN CIENCIAS FÍSICAS  
**SILVIA FERREIRA BARRAGÁNS**

DIRECTORES:

DR. GASPAR GONZÁLEZ DONCEL  
DR. RICARDO FERNÁNDEZ SERRANO



DEPARTAMENTO DE METALURGIA FÍSICA  
CENTRO NACIONAL DE INVESTIGACIONES METALÚRGICAS, CENIM  
CONSEJO SUPERIOR DE INVESTIGACIONES CIENTÍFICAS, C.S.I.C

Madrid, 2015



**A mis padres**



**A mis dos tesoros,**

**Carmen y Miguel**



## **AGRADECIMIENTOS**

Han pasado muchos años desde mi primera estancia en el CENIM, en el año 2006, hasta concluir el presente trabajo. No ha sido una trayectoria continua si no que ha estado llena de idas y venidas pero donde el CENIM y las personas que lo hacen posible siempre han estado presentes. Me gustaría agradecer a todas las personas que me han acompañado en todo este proceso...

En primer lugar me gustaría expresar mi más sincero agradecimiento a mis directores de tesis. Al Dr. Gaspar González-Doncel, por los conocimientos transmitidos que son muchos, la confianza depositada y su amistad a lo largo de todos estos años y que espero, continuara... Al Dr. Ricardo Fernández Serrano, por toda la ayuda prestada en este último año y por su forma tan peculiar de decirme las cosas para que se encendiera la bombilla en mi cabeza.

Parte de este trabajo se ha realizado en el Sincrotrón BESSY de Berlín bajo el contrato nº RII 3CT-2004-506008, por lo que me gustaría a gradecer toda la ayuda prestada, durante la realización de los experimentos en la línea EDDI, al Dr. Cristopher Genzel y a la Dra. Manuela Klaus.

A Pedro Fernández Castrillo porque sin sus trabajos previos y sin su ayuda en mis primeros experimentos de sincrotrón y neutrones estaría perdida.

A Fernando Carreño, siempre le estaré agradecida por la primera oportunidad que me abrió las puertas del CENIM, y por los ánimos que me ha dado durante este año.

A Carmen María Cepeda por su ayuda desde el primer día que llegué al CENIM hasta ahora, por ser una gran compañera y amiga, siempre ha estado ahí.

A Marta Multigner porque ha estado en todas las etapas de esta tesis, desde el inicio compartiendo despacho y hasta el final preguntando que tal va todo. Gracias por tu apoyo, optimismo, tu generosidad y vitalidad, no cambies nunca... y gracias también por presentarme y hacerme partícipe del grupo de magnéticos tan especial, con Don Guillermo Rivero y Jorge Spottorno...chicos tenemos que retomar nuestros momentos gastro-científicos.

Agradezco a todas las personas que forman parte del Departamento de Metalurgia Física del CENIM, el apoyo brindado en estos años y su cálida acogida ¡siempre!: Marcela Lieblich, Asunción García-Escorial, José Luis González, Joaquín Ibañez, Paloma Adeva, Gerardo Garcés, Pablo Pérez, María y David Morris, Oscar Ruano,

Jesús Chao, Manuel Carsí, José A. Jiménez, Alfonso García, David San Martín, Carlos Capdevila,...

A mis compañeros y amigos del CENIM con los que he compartido muy buenos momentos, en la primera época donde siempre había tiempo para tomarse unas cañas: Paloma, Javier, Elvira, Sergio, Juan, Emilio Frutos, Hassan, Ling Jang, Jorge, Marcos... y en esta última etapa, Edurne, Sandra Carolina, Marta, Ruth, Judit y Ana que me han alegrado los días con momentos agradables durante las comidas.

A mis compañeros del Área de Longitud del Centro Español de Metrología, CEM, porque durante mi estancia de 4 años con ellos he aprendido muchísimo y han dejado huella... ¡la incertidumbre asociada a las medidas y su propagación!

A mis gallegos madrileños, ¡¡¡pero que orgullosa estoy de mis amigos!!! Como dice la canción de los Enemigos, "*bienvenidos al club de los que vamos a triunfar...*" y ya lo hemos hecho... no por ser más ricos o más famosos sino por habernos convertido en unas personas maravillosas, que seguimos permaneciendo unidas, y con unas ganas enormes de seguir aprendiendo; ¡¡¡va por vosotros!!!: Iván, Sara, Martín, Manuela, (os echo tanto de menos...) Bea, Pablo, Gabi, Dani, María, Carlos Sierra, Carlos Ramos, Fer, Alex, Paula, Fran, Roi, Elena, Dani Poza, Genma, Miriam (estos tres últimos ya formáis parte del selectivo grupo).

A mis físicos gallegos: Olalla y Abella...un imán llamado amistad nos unió desde el primer día de facultad y hasta ahora. En lo bueno y en lo malo siempre estáis ahí: Gracias chicos. A Vicen, Lorena, Pili, Fran, Olalla y Quique repartidos por el mundo y que siempre hacemos lo posible por reencontrarnos.

A mis amigas de siempre: Rebeca y Sandra. A los amigos de Vigo, por los buenos ratos compartidos de cañas en el *Pasillo*... A los amigos de Puebla, vuestro afán de superación y lucha no dejan de inspirarme cada día... ¡¡¡sois increíbles!!!

A mi familia política, que la considero como mía, por todo su apoyo, ánimos y cariño durante estos años.

Por último quisiera agradecer a las personas que forman parte de mi núcleo duro:

A mis padres Paco y Cruz, gracias por vuestro amor y apoyo incondicional. Sois mi referente y ejemplo a seguir por ser las mejores personas que conozco.

A mi hermano Fran, a Ana, y a mi sobrina Candela por todo lo que me dais, ánimos, cariño, y mucha alegría...

A Miguel, mi compañero de viaje, *“tú me haces más grande que el mundo y contigo el abismo ya no me mareo...”* Gracias, por tus ánimos cada día, porque has sufrido la peor parte de este trabajo y ¡¡¡ sin ti no podría conseguirlo!!!...por ser como eres...querote.

A Carmen, mi princesa superhéroe, por sacarme una sonrisa y carcajadas cada día, por hacer que quiera ser mejor persona, por darle sentido a todo y a nada...



*Soy de las que piensan que la ciencia es enormemente bella. Un científico en su laboratorio no es sólo un técnico, también es un niño colocado ante fenómenos naturales, que le impresionan como un cuento de hadas. No deberíamos permitir que se creyera que todos los avances científicos pueden reducirse a un mecanismo...*

*Marie Curie*



ÍNDICE

LISTA DE SIGLAS

LISTA DE SÍMBOLOS

RESUMEN

SUMMARY

1. INTRODUCCIÓN.....	11
1.1 Antecedentes.....	11
1.2 Tensiones residuales.....	13
1.3 Origen tensiones residuales.....	14
1.4 Clasificación de tensiones residuales.....	15
1.4.1 Tensiones residuales macroscópicas: TRM.....	15
1.4.2 Tensiones residuales microscópicas: TRm.....	15
1.4.2.1 Tensiones residuales Intergranulares: TRI.....	17
1.4.2.2 Tensiones residuales Intragranulares.....	17
1.5 Determinación de tensiones residuales.....	18
1.5.1 Difracción de radiación sincrotrón.....	20
1.5.2 Determinación de TR mediante difracción de radiación sincrotrón.....	23
1.5.2.1 Determinación del valor de referencia $d_0(hkl)$ .....	26
1.5.3 Método de separación de tensiones residuales.....	28
1.6 Tensiones residuales: relación con el procesado termomecánico la microestructura.....	30
1.6.1 Proceso de extrusión y textura.....	30
1.6.2 Tratamiento térmico de solubilización, temple y recocido.....	32
1.7 Relajación de tensiones residuales.....	33
1.7.1 Relación entre el proceso de relajación de TR y el de Fluencia.....	33
1.8 Motivación y objetivos.....	35
1.8.1 Aportaciones.....	37
1.8.2 Contenido y Estructuración del Trabajo.....	38
2. MATERIAL Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	39
2.1 Aleación de aluminio monofásica policristalina.....	41
2.2 Procesado y tratamientos térmicos.....	43

2.2.1 Extrusión.....	43
2.2.2 Tratamientos térmicos.....	44
2.3 Caracterización microestructural.....	46
2.3.1 Microscopía Electrónica de Barrido, MEB .....	46
2.3.2 Microscopía Óptica, MO.....	47
2.3.3 Caracterización de la Textura.....	47
2.3.3.1 Difracción de Rayos X. Macrotextura.....	47
2.3.3.2 Difracción de Electrones Retrodispersados. Microtextura.....	49
2.4 Difracción de radiación sincrotrón.....	51
2.4.1 Difractómetro EDDI .....	52
2.4.2. Método del $\text{sen}^2 \Psi$ .....	54
2.4.3 Valor de referencia $d_0$ en muestras de polvo de 2014Al .....	59
2.5 Caracterización mecánica.....	60
2.5.1 Ensayos de dureza .....	60
2.5.2 Ensayos de tracción.....	61
3. RESULTADOS .....	62
3.1 Caracterización microestructural.....	63
3.1.1 Microscopía Electrónica de Barrido, MEB .....	63
3.1.2 Difracción de rayos X. Textura.....	64
3.1.3 Difracción de electrones retrodispersados. Microtextura .....	66
3.2 Caracterización mecánica.....	68
3.2.1 Ensayo de Dureza Vickers. Curva de Envejecimiento.....	68
3.2.2 Ensayos de Tracción.....	69
3.3 Deformaciones residuales.....	70
3.3.1 Determinación del parámetro $d_0$ (hkl) libre de tensiones: Método del polvo ..	70
3.3.2 Distribución de las deformaciones residuales.....	73
3.4 Tensiones residuales totales.....	75
3.4.1 Constantes Elásticas de Difracción .....	75
3.4.2 Distribución de las Tensiones Residuales Totales.....	77
4. DISCUSIÓN.....	90
4.1 Tensiones residuales en un material monofásico policristalino.....	91
4.2 Modelo del compuesto extendido.....	93
4.3 Tension residual macroscopica.....	94
4.3.1 Método de las Parábolas: condición de equilibrio axial.....	98

4.3.2 Método de las parábolas: Determinación del valor de referencia .....	101
4.3.3 Perfiles Parabólicos de la Tensión Residual Macroscópica .....	108
4.4 Tensiones residuales totales recalculadas .....	114
4.5 Tensiones residuales microscópicas, TRm .....	119
4.6 Tensiones residuales intergranulares, TRI .....	126
4.6.1 Determinación de las TRI a partir de las TRm.....	127
4.6.2 Modelización de TR microscópicas intergranulares.....	132
4.6.3 Modelo DMLE de bicristal .....	136
4.6.4 Modelo DMLE de policristal (6 primeros vecinos).....	145
4.7 Relajación tensiones residuales y fluencia .....	152
4.7.1 Relajación de Tensiones Residuales macroscópicas y microscópicas .....	152
4.7.2 Correlación entre la relajación de TR y los mecanismos de fluencia.....	156
5. CONCLUSIONES	
5.1 Tensiones residuales .....	167
5.2 Relajación de TR y correlación con los mecanismos de fluencia.....	168
5.3 Trabajo futuro.....	169
REFERENCIAS.....	170
Índice de Figuras.....	186
Índice de Tablas.....	192
ANEXO I: Producción Científica.....	195

**Lista de Siglas**

CENIM	Centro nacional de investigaciones metalúrgicas
CET	Coefficiente de expansión térmica
EBSA	<i>“Electron back-scatter diffraction”</i> , Difracción de electrones retrodispersados
EDDI	<i>“Energy dispersive diffraction”</i> , Difracción por dispersión de energía
fcc	<i>“Face cubic centered”</i> , Cúbico centrado en las caras
FDO	Función de distribución de orientaciones
FEG	<i>“Field Emission Gun”</i> , Filamento de emisión de campo
GP	Guinier-Preston
HSLA	<i>“High strength low alloy”</i> , Microaleados de alta resistencia
HV	<i>“Hardness Vickers”</i> , Dureza Vickers
MCMM	Material compuesto de matriz metálica
MEB	Microscopía electrónica de barrido
MO	Microscopía óptica
TT	Tratamiento térmico
TR	Tensiones residuales
TRI	Tensión residual intergranular
TRM	Tensión residual macroscópica
TRm	Tensión residual microscópica
TRT	Tensión residual total
TRTr	Tensión residual total recalculada
SSS	Solución sólida sobresaturada

## Lista de símbolos

Símbolos		Unidades
a	Parámetro de red	Å
$d_0$ (hkl)	Distancia interplanar de referencia	Å
d (hkl)	Distancia interplanar	Å
E	Módulo de Young	GPa
E (hkl)	Energía de cada pico de difracción	keV
$\varepsilon$	Deformación real	
$\dot{\varepsilon}_{ss}$	Velocidad de deformación en estado estacionario	s <sup>-1</sup>
$\Psi$	Ángulo entre el eje de extrusión y el vector de difracción	Grados
$\gamma$	Factor de proporcionalidad entre parámetros cinéticos	
hc	Constante de Plank por la velocidad de la luz	keV·Å
n	Exponente de la tensión en la ley de fluencia	
$\nu$	Coefficiente de Poisson	
$Q_R$	Energía de activación del proceso de relajación	kJ/mol
M	Factor de Schimd	
m	Factor de Taylor	
$\sigma$	Tensión real	MPa
$\sigma_Y$	Límite elástico	MPa
$\sigma_{ax,rad, tan}$	Tensiones principales	MPa
$\sigma^{micro}$ ( $\sigma_{II}$ )	Tensión residual microscópica	MPa
$\sigma^{Macro}$ ( $\sigma_I$ )	Tensión residual macroscópica	MPa
$\sigma^{Total}$	Tensión residual total	MPa
$\sigma^{DEV}$	Tensión desviadora	MPa

SÍMBOLOS

---

$\sigma^{\text{HIDRO}}$	Tensión hidrostática	MPa
$\sigma^{\text{INTER}}$	Tensión intergranular	MPa
$\varphi_1 \Phi \varphi_2$	Ángulos de Euler	Grados
$\theta$	Ángulo de difracción o de Bragg	Grados
$\tau_{\text{CCR}}$	Tensión de cizalla crítica resuelta	MPa
t	Tiempo	s
T	Temperatura	° C, °K

## RESUMEN

Las exigencias actuales a las que se someten a los materiales de altas prestaciones, como los utilizados en la industria aeroespacial, aeronáutica y del transporte, requieren un conocimiento exhaustivo de sus propiedades mecánicas. En particular, el conocimiento del estado de tensiones residuales es fundamental para mejorar el comportamiento mecánico del material y su tiempo de vida en servicio en las aplicaciones estructurales para las cuales están diseñados.

Las Tensiones Residuales, TR, se generan tanto en la superficie como en el interior del material solo por el hecho de someterlo a procesos termomecánicos no homogéneos. Son las tensiones que están presentes en ausencia de una carga externa aplicada. Se dividen en distintas categorías dependiendo de la escala en la que varían.

Así, se tienen TR macroscópicas (tipo I), que varían en la escala de las dimensiones de la muestra, y TR microscópicas, que varían en la escala del tamaño de grano (tipo II) o inferior (tipo III). Ambas están íntimamente relacionadas con la microestructura del material y el proceso termomecánico al que se ha sometido, pero su determinación y el efecto en el comportamiento mecánico de los metales es muy diferente. Habitualmente, cuando en el diseño estructural se tienen en cuenta estas tensiones, sólo se atiende a la influencia de las TR macroscópicas ya que hasta la fecha no existen estudios que cuantifiquen la magnitud de las tensiones microscópicas en aleaciones monofásicas. En este trabajo se pretende avanzar en el ámbito de las TR microscópicas, tipo II, presentes en una aleación monofásica policristalina. Para ello se ha establecido un protocolo de separación de tensiones, que permite cuantificarlas. Para el estudio se ha utilizado una aleación monofásica de aluminio, 2014Al, y se ha recurrido a modelos existentes y conceptos que ya se emplean en materiales polifásicos o compuestos (con dos o más fases bien diferenciadas que poseen distintas propiedades físico-químicas). Otro de los retos que aborda esta investigación es determinar, mediante el desarrollo de un modelo elastoplástico, una ecuación que permita describir el estado de TR intergranulares, TRI, que son aquellas que se manifiestan entre granos vecinos como consecuencia de soportar esfuerzos o tensiones diferentes (tipo II).

Los principales objetivos de este trabajo son: en primer lugar llevar a cabo un análisis multiescala de las TR y correlacionarlo con la microestructura del material. En segundo lugar, estudiar el proceso de relajación de dichas TR con el fin de obtener parámetros

cinéticos a través de la correlación entre los fenómenos de relajación de tensiones residuales y los fenómenos de fluencia convencionales. El estudio de TR se ha realizado a partir de medidas de la distancia interplanar obtenidas mediante difracción de radiación sincrotrón en una aleación de aluminio monofásica policristalina.

## SUMMARY

The present requirements of high-performance materials, in particular in the aeronautical, aerospace and transport sectors, obliges to a deep knowledge of their mechanical properties. In particular, knowledge of the residual stress state of materials is crucial if the improvement of the mechanical performance of materials and service life of components for structural applications is sought.

The residual stress, RS, is generated in both the surface as well as in the interior of materials as a result of non-homogeneous thermo-mechanical processes. These are stresses present in the absence of externally applied forces. They can be divided in different categories, depending upon the length scale.

The macroscopic residual stress (type I), varies in a scale similar to the sample dimension, whereas the microscopic one varies in the scales of the grain size (type II) or even at a lower scale (type III). Both are intimately related with the microstructure and the thermo-mechanical process underwent by the material. However, the way to determine these stresses and their effect on the mechanical behavior is quite different. Typically, only the macroscopic residual stress state is taken into consideration during the design of structural components. This is because the exact magnitude of the microscopic one is not yet known. The present study is aimed at investigating the type II microscopic residual stress taking advantage of x-ray diffraction data supplied by a synchrotron source. For this purpose, a protocol that separates the macroscopic and the microscopic residual stress is proposed. In this way the magnitude of the residual stress at both scales can be calculated. For this study, current models and concepts presently used in the study of residual stresses in composite materials are used and applied to a monolithic commercial aluminum alloy, 2014Al. Further challenge of the present investigation refers to the study of inter-granular stresses, or the stresses generated between neighbor grains undergoing different stresses.

In summary, the main objective of the present investigation is the multi-scale analysis of the RS state and its correlation with the materials microstructure. In addition, also the study of the stress relaxation process, in connection with conventional creep kinetics parameters, has been carried out. The RS study has been conducted on the basis of lattice spacing measurements obtained by synchrotron x-ray diffraction in a commercial aluminum alloy, as above stated.



## CAPÍTULO 1

---

### INTRODUCCIÓN

---



## 1. INTRODUCCIÓN

### 1. 1 ANTECEDENTES

Los avances tecnológicos en la industria, como la del transporte, han estado ligados tradicionalmente al desarrollo de nuevos materiales. Por ejemplo, en la historia de la aeronáutica ha existido una búsqueda continua de nuevos materiales de baja densidad donde la resistencia específica (relación resistencia/peso) fuera cada vez mayor. Esta motivación ha dado lugar a hitos en la historia de los materiales como fue pasar del avión de madera en 1903 hasta la construcción de la primera aeronave construida íntegramente en aluminio en 1920 [1], [2], [3]. Esta evolución en el desarrollo de nuevos materiales metálicos de altas prestaciones no se ha frenado. La necesidad de un menor consumo energético de combustibles fósiles unido a la demanda de nuevos componentes estructurales con mejor comportamiento a altas temperaturas y tolerancia al daño sigue siendo otro impulso para la investigación metalúrgica. Así en los últimos años, se han obtenido nuevas aleaciones ligeras de Al, Mg y Ti, aceros estructurales microaleados (HSLA), y superaleaciones resistentes a alta temperatura. Un ejemplo claro son las aleaciones de aluminio-litio en las que el cobre de la aleación original se sustituye parcialmente por litio con el fin de disminuir la densidad de la aleación de partida y aumentar su módulo elástico [4], [5], [6]. Sin embargo estas mejoras complican los procesos tradicionales de fabricación. Así, en el caso de las aleaciones Al-Li, la alta reactividad del litio en estado fundido, hace inviable la fabricación de productos por fundición a nivel industrial por lo que la mayoría son productos conformados por vía pulvimetalúrgica.

También se producen avances en las aleaciones de mayor densidad para mejorar sus prestaciones. Los aceros microaleados HSLA se utilizan en la industria ferroviaria y del automóvil ya que suponen una importante reducción de peso frente a los utilizados hasta el momento [7]. Otro ejemplo serían las superaleaciones para aplicaciones estructurales a alta temperatura como motores de aviación (aleaciones Ni/Co), álabes de turbinas (aleaciones NiAl y TiAl) y turbinas de gas (aleaciones FeAl) [8], [9], [10].

El desarrollo de estos nuevos materiales metálicos se basa en comprender la correlación entre las propiedades mecánicas y la microestructura a distintas escalas de observación: macroscópica y microscópica. Este estudio permitirá a su vez diseñar e implementar nuevos procesos de fabricación y transformación en este tipo de materiales.

Durante los procesos de fabricación de una pieza estructural se producen fallos, por muy diversas causas (crecimiento de grietas, fenómenos de corrosión bajo tensión, cambios microestructurales...). El análisis de estos fallos requiere un conocimiento profundo de los materiales utilizados. El conocimiento de fenómenos que tiene lugar en el material, sobre todo en la escala microscópica, no es sencillo y no siempre se conocen. Por ello, es común recurrir en el diseño ingenieril a márgenes de tolerancia que palien el desconocimiento de determinados factores en previsión del buen comportamiento de un componente durante su vida en servicio. Entre estos factores están las denominadas tensiones residuales, TR. Las TR son las tensiones presentes en el material en ausencia de cargas externas. Dichas tensiones se generan tanto en la superficie como en el interior del material por el hecho de someterlo a procesos termomecánicos no homogéneos [11] como son: extrusión, laminación, trefilado de alambres de acero, soldadura y procesos de modificación superficial [12], [13], [14], [15]. Por lo tanto, en mayor o menor medida estas tensiones están siempre presentes en los materiales y componentes.

La presencia de estas TR puede ser perjudicial o beneficiosa en el comportamiento de un material dependiendo del tipo de esfuerzos que vaya a soportar. Como una vez en servicio, la pieza estará sometida a tensiones externas, la tensión real que soporta la pieza será la suma de la tensión externa aplicada y de las TR existentes. Por ejemplo, en el caso de las soldaduras, donde el aporte de calor inducido por el proceso de unión disminuye el límite elástico del material, la presencia de TR a tracción en la zona soldada pueden hacer que la pieza se rompa durante su vida en servicio [16] si esta TR no se tuvo en consideración en la etapa de diseño. Por otra parte, una TR a compresión reduce la tensión total y dificulta la formación y/o propagación de grietas. Por ejemplo, una manera de provocar tensiones a compresión en la superficie de un material es someterlo a procesos como el granallado o el arenado mejorando así la resistencia a la corrosión bajo tensión y a fatiga [17].

En la mayoría de los casos, la magnitud que pueden alcanzar las TR en los materiales metálicos estructurales no es despreciable y pueden comprometer la integridad estructural. Por lo tanto, la determinación precisa y el conocimiento de su relación con los procesos termomecánicos de fabricación y conformado resulta crucial. Este objetivo se ha conseguido de manera razonable en el caso de las tensiones macroscópicas, asociadas a la escala dimensional de la muestra. Sin embargo, en el caso de las tensiones residuales microscópicas, las asociadas a la microestructura (escala del tamaño de grano o inferior), existen todavía numerosas lagunas de conocimiento, incluso relativas a su medida experimental, a pesar de que su influencia

en el comportamiento mecánico macroscópico también puede tener una gran importancia. Un hecho que da idea del estado tan incipiente en el que se encuentra el estudio de estas tensiones es que su presencia no se considera en el análisis global de TR en aleaciones metálicas monofásicas. Implícitamente, se consideran despreciables frente a las macroscópicas y no existen procedimientos establecidos para su cálculo. No obstante, las tensiones residuales microscópicas sí se han estudiado sistemáticamente [18], [19], [20], [21] en el caso de materiales compuestos metálicos con refuerzo cerámico. La presencia de estas tensiones residuales microscópicas se debe a las diferentes propiedades mecánicas y térmicas existentes entre el metal y el refuerzo cerámico que forman el compuesto. La distinta naturaleza de los componentes, fases, del material ha permitido establecer procedimientos de medida y análisis de dichas tensiones. En los trabajos citados anteriormente se emplean técnicas de medida capaces de discriminar las distintas fases del material y por tanto las tensiones que en ellas se generan. Estas técnicas se centran en la difracción de radiación muy penetrante, como los neutrones o la radiación sincrotrón.

Es en la escala de las tensiones residuales microscópicas, a nivel intergranular, donde este trabajo trata de realizar una aportación. Para ello, se ha desarrollado una metodología, basada en modelos elastoplásticos que tienen en cuenta la naturaleza anisótropa de los cristales y la interacción entre granos, a escala intergranular [22]. Los modelos empleados hacen uso, para los cálculos, de medidas obtenidas por difracción de radiación sincrotrón. De la misma forma que se cuantifican las TR microscópicas entre distintas fases de materiales compuestos [19], [23], [24], [25], [26], [27], también se podrán determinar dichas tensiones en aleaciones monofásicas con la metodología propuesta. Aunque no se encuentran trabajos en la bibliografía en esta dirección, sí se encuentran algunos sobre el análisis de tensiones intergranulares en aleaciones bifásicas como el caso de los aceros [28], [29]. Esto es debido, a la dificultad que entraña el proceso de cálculo de TR microscópicas mediante técnicas de difracción en aleaciones monofásicas.

## **1.2 TENSIONES RESIDUALES**

Las tensiones residuales se definen como las tensiones presentes en el interior del material en ausencia de cargas externas. En el análisis de estas tensiones han de tenerse en cuenta distintos factores: su origen, clasificación, y los procedimientos específicos de medida. Asimismo, puede ser importante también tener en

consideración los procesos de relajación de estas tensiones para una mejor comprensión de su naturaleza. En los siguientes apartados se describirán cada uno de dichos factores en mayor profundidad.

### **1.3 ORIGEN DE TENSIONES RESIDUALES**

Siempre que se produce un cambio dimensional no homogéneo (deformaciones o dilataciones/contracciones) en un cuerpo sólido, la generación de una tensión residual en su interior está garantizada. La importancia de las TR dependerá de la magnitud alcanzada y de su distribución en el interior del material. En general, los procesos fundamentales que pueden provocar TR son: gradientes de temperatura, transformaciones de fase con cambio de volumen y deformaciones plásticas inhomogéneas.

Un ejemplo donde se genera un gradiente térmico es en el proceso de enfriamiento rápido o temple. Se trata de un tratamiento térmico que consiste en someter al material a un enfriamiento muy acusado en un intervalo de tiempo muy pequeño. El choque térmico provoca que la superficie y el interior del material se encuentren a temperaturas diferentes y, por ello, se contraigan en momentos diferentes. Ello, unido a que el límite elástico también varía con la temperatura, provoca deformaciones plásticas inhomogéneas que se manifiestan en la presencia de una tensión residual. Las zonas de mayor temperatura no permiten que las regiones superficiales se contraigan, y al alcanzar la temperatura ambiente, el material tendrá un estado de compresión en la superficie y de tracción en el interior.

Las TR también se generan en procesos de conformado no homogéneos que originan tensiones diferentes entre la superficie y el interior del material. Esto ocurre, por ejemplo, durante la extrusión donde el flujo plástico en el interior y en zonas próximas a la superficie es muy diferente. En resumen, las TR se consideran la respuesta del material ante una distribución no homogénea de deformaciones cuyo origen pueden ser de distinta naturaleza.

## 1.4 CLASIFICACIÓN DE TENSIONES RESIDUALES

Existen tres tipos de tensiones residuales en materiales monofásicos. La clasificación de las TR atiende a la dimensión en la que varían, así se tienen tensiones residuales macroscópicas, TRM, y tensiones residuales microscópicas, TRm intergranulares e intra-granulares.

### 1.4.1 Tensiones residuales macroscópicas: TRM

Las tensiones residuales macroscópicas TRM, también denominadas tensiones de tipo I,  $\sigma_I$  o macrotensiones, se generan, como ya se ha comentado, durante procesos termomecánicos no homogéneos. Estos procesos dan lugar a un estado de tensión, que varía de manera significativa y continua a lo largo del componente. Por ejemplo, durante la fabricación de un barra metálica obtenida por extrusión, un enfriamiento rápido como un temple, un proceso de soldadura, etc. [30], [31]. La tensión generada en estos procesos se distribuye y equilibra a lo largo de las dimensiones del sólido. Debido a la magnitud de la escala, se asume que estas macrotensiones no dependen de la orientación cristalográfica de los granos. Varía de manera continua de un grano a otro, y también de una fase a otra dentro del material. De hecho son tensiones que no tienen en cuenta la naturaleza “discontinua” que introduce la microestructura de los materiales. Por ello, son tensiones que obedecen a las ecuaciones de la mecánica de los medios continuos. Las TRM pueden llegar a relajarse si se aplican los tratamientos termomecánicos adecuados.

### 1.4.2 Tensiones residuales microscópicas: TRm

Las tensiones residuales microscópicas, TRm, están asociadas a la naturaleza intrínsecamente discontinua de la microestructura de los materiales, y por tanto varían a una escala muy inferior a la de las macroscópicas. Se generan como consecuencia de la inevitable presencia de discontinuidades en la red cristalina (defectos de red, partículas de segunda fase...). Son las tensiones de interés y objeto de este trabajo de investigación. Como ya se indicó, las TRm pueden ser de dos tipos según que la escala considerada sea del orden del tamaño de grano, tipo II, o inferior, tipo III (Figura 1.1).

La deformación plástica que se produce por movimiento de dislocaciones en determinados planos y direcciones cristalográficos, da lugar a que granos vecinos con

distinta orientación sufran un reparto de la deformación elástica y plástica diferente durante un proceso de conformado. Este diferente reparto provoca que los granos estén tensionados unos respecto a otros, dando lugar a las TRm de tipo II. Por tanto, las TRm de tipo II varían de grano a grano en un policristal o entre las diferentes fases de un compuesto, y se deben equilibrar (su suma debe anularse) dentro de su volumen característico, que comprende algunos granos como se muestra esquemáticamente en la Figura 1.1 (b). Su magnitud en un grano determinado,  $\sigma_{ij}$ , es igual a la diferencia entre la tensión media correspondiente a dicho grano y la tensión residual macroscópica,  $\sigma_i$ , Figura 1.2.

Las TRm de tipo III sufren variaciones a escala atómica. Son debidas a defectos puntuales, dislocaciones y pequeños precipitados, y se equilibran a lo largo de un grano.

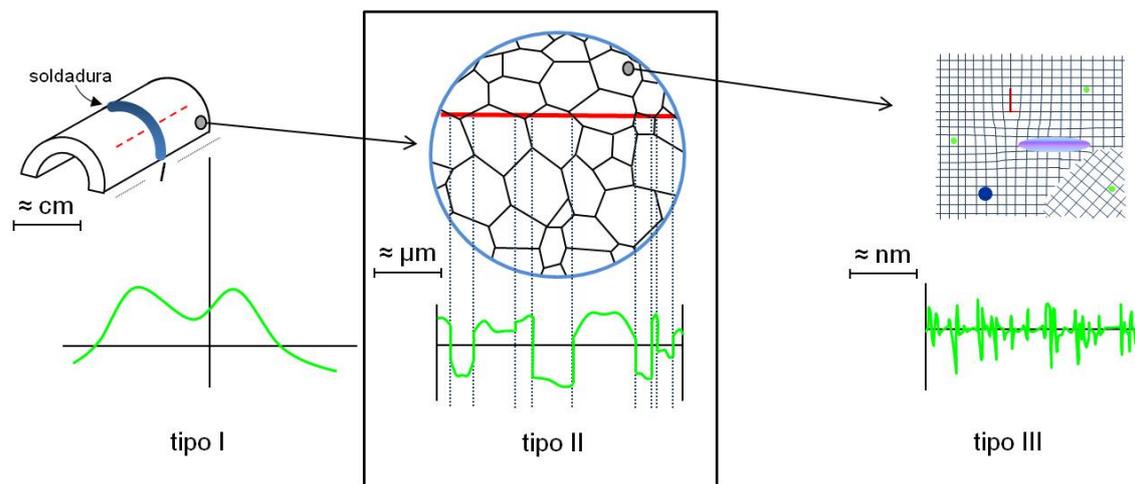


Figura 1.1. Esquema de los tres tipos de tensiones residuales dependiendo de la escala en la que se encuentren: (a) Tensiones macroscópicas tipo I o TRm. (b) Tensiones microscópicas tipo II, a partir de las cuales se determinan las tensiones residuales intergranulares TRI, y (c) Tensiones microscópicas de tipo III o intragranulares. Por sencillez, aunque tanto las tensiones de tipo II como de tipo III son catalogadas como microscópicas, en este trabajo referiremos con la abreviatura TRm sólo a las tensiones microscópicas de tipo II.

### 1.4.2.1 Tensiones residuales Intergranulares: TRI

Las tensiones residuales denominadas intergranulares, TRI, se localizan en la frontera entre granos vecinos, tal como se muestra por las flechas rojas en la Figura 1.2.

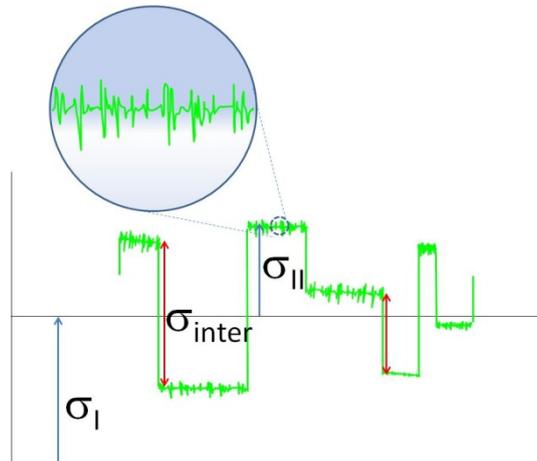


Figura 1.2 Esquema mostrando las tensiones intergranulares surgidas como diferencias de tensiones residuales microscópicas tipo II.

La magnitud de las TRI pueden condicionar el comportamiento macroscópico del material en determinadas circunstancias, por ejemplo, la presencia de tensiones intergranulares puede dificultar la propagación de grietas por fatiga [32], o acelerar el proceso de corrosión bajo tensión [33].

A nivel experimental, las TRI, se pueden determinar si se conocen las tensiones residuales microscópicas utilizando las técnicas de medición basadas en la difracción de radiación sincrotrón, neutrones o electrones. No es posible, en la actualidad, determinar las tensiones microscópicas ni las intergranulares a través de otras técnicas.

### 1.4.2.2 Tensiones residuales Intra-granulares

Las tensiones residuales intra-granulares o de tipo III, Figura 1.1(c) son tensiones que se generan a nivel muy local; están asociadas a las in-homogeneidades a escala atómica como defectos en la red cristalina (vacantes, maclas, dislocaciones, átomos de soluto/intersticiales) o pequeñas partículas de segunda fase como precipitados o dispersoides, etc. Se equilibran dentro del grano [34]. Al igual que las tensiones de tipo II, también tiene relevancia en el comportamiento macroscópico de un material

(condicionan, por ejemplo, la interacción de las dislocaciones con los precipitados en aleaciones endurecibles por precipitación). Este tipo de tensiones microscópicas, en la actualidad, se caracterizan mediante técnicas de difracción de electrones retrodispersados de alta resolución [35], [36], [37] y microscopía electrónica de transmisión de alta resolución y no serán tratadas en este trabajo.

## 1.5 DETERMINACIÓN DE TENSIONES RESIDUALES

Existen diversos métodos para determinar TR [38]. En la Tabla 1.1 se resumen los más utilizados. Se puede hacer una división de los métodos atendiendo a su naturaleza destructiva o no destructiva:

(1) Métodos basados en técnicas de difracción, donde dependiendo de la radiación utilizada, se tiene difracción de rayos-X de laboratorio, de baja penetración, difracción de radiación sincrotrón (rayos-X duros de alta intensidad y capacidad de penetración) o difracción de neutrones. En estas técnicas se aprovecha la red cristalina como una galga extensométrica a la escala atómica. De esta manera se puede calcular el estado triaxial de tensiones de un material una vez conocidas las deformaciones de la red y empleando las ecuaciones de la elasticidad lineal. Son métodos no destructivos y proporcionan información no sólo de la superficie del material sino también, en el caso de radiación sincrotrón o neutrones, del interior de la muestra.

(2) Técnicas no destructivas basadas en la correlación de las tensiones residuales con algunas propiedades de los materiales, como las magnéticas [39], [40] (ruido Barkhausen), o técnicas de interferometría y ultrasonidos. Una de sus ventajas es que permiten realizar medidas in situ en determinados casos.

(3) Métodos mecánicos, entre los que destacan la técnica de “hole drilling” o agujero ciego donde se elimina parte del material y se miden las tensiones con la ayuda de galgas extensométricas a partir de los cambios dimensionales que se producen en la muestra [41]. Los métodos mecánicos son los más sencillos de aplicar, pero son métodos destructivos. Ello supone una de sus principales desventajas con respecto a las demás técnicas.

Método	Penetración	Resolución espacial	Precisión	Tipo TR	Comentario
Difracción de rayos X	< 50µm (Al) < 5µm (Ti)	1mm lateral 20 µm en profundidad	±20 MPa, limitada a no linealidades en $\sin^2\psi$	Tipo I y II (cambios posición del pico) Tipo II y III (Cambios anchura de pico)	Técnica no destructiva. Sensible a la preparación de la muestras.
Radiación Sincrotrón	150-50 µm (Al)	20 µm lateral al rayo incidente. 1mm paralelo al rayo.	± 10 <sup>-5</sup> deformaciones, limitada por las estadísticas de los granos y el estado de referencia	Tipo I y II (cambios posición pico). Tipo II y III (cambios anchura pico).	Técnica no destructiva. Pequeños volúmenes de análisis.
Neutrones	200 µm (Al); 25 µm (Fe); 4 µm (Ti)	500 µm	± 10 <sup>-5</sup> deformaciones, limitada por las estadísticas de conteo y el estado de referencia	Tipo I y II (cambios posición pico). Tipo II y III (cambios anchura pico).	Dificultades de acceso. Baja velocidad de adquisición de datos.
Ultrasonidos	>10 cm	5 mm	10%	Tipos I, II, III	Sensible a la microestructura.
Magnéticos	10 mm	1 mm	10 %	Tipos I, II, III	Sólo materiales magnéticos. Sensible a la microestructura.
“Hole drilling”	~1.2 x diámetro del agujero	50 µm profundidad	±50 MPa, limitado por la profundidad.	Tipo I	Medidas en el plano. Destructivas.

Tabla 1.1 Técnicas de medida de Tensiones Residuales, TR y sus características [42].

En la actualidad las técnicas de difracción son las más versátiles, fiables y rigurosas. Sin embargo, es imprescindible realizar una calibración de la escala de medida; es decir de la red cristalina, para realizar los cálculos de deformaciones residuales que se asocian posteriormente a tensiones residuales. Esta calibración se realiza mediante la

determinación de un valor de referencia,  $d_0$ , que se encuentre libre de tensiones [43]. La determinación del parámetro de referencia no es trivial, especialmente en el caso de aleaciones envejecibles ya que este depende de los elementos aleantes en solución sólida. Esto supone una complejidad, tanto en el cálculo de las TR macroscópicas como de las TR microscópicas, como se detallará a lo largo del presente trabajo.

### **1.5.1 Difracción de radiación sincrotrón.**

En la actualidad la luz sincrotrón es protagonista en el proceso de investigación científica moderna ya que permite a los investigadores observar el mundo que nos rodea desde una perspectiva impensable hace sólo unos años. Su uso abarca desde la ciencia e ingeniería de materiales hasta la biología molecular [44], [45], [46]. La capacidad para desarrollar nuevos materiales está ineludiblemente unida a los avances en la comprensión de los fenómenos físicos y químicos fundamentales de los mismos. En este sentido, la radiación sincrotrón se presenta como una herramienta muy versátil porque ofrece un conjunto de técnicas muy amplio, idóneo en momentos del proceso de desarrollo de un material susceptible de tener aplicaciones tecnológicas.

La radiación sincrotrón, RS, es luz generada por partículas cargadas, habitualmente electrones, aceleradas hasta velocidades ultra-relativistas. Estos electrones, al ser forzadas a seguir una trayectoria circular emiten energía en forma de radiación [47]. El uso de dicha radiación ha evolucionado de una manera espectacular desde su primera observación en 1947 en un laboratorio de General Electric en Estados Unidos [48].

Los electrones se generan en un cañón de electrones formando paquetes y son preacelerados en un acelerador lineal (Linac) y posteriormente transmitidos a un acelerador circular (Booster) donde son nuevamente acelerados. Una vez alcanzadas las energías requeridas, que dependiendo de la instalación varía entre 2 y 8 GeV, estos electrones son inyectados en el anillo de almacenamiento, Figura 1.3.

El anillo de almacenamiento tiene secciones curvas y rectas, de manera que la trayectoria que siguen los electrones se cierra. Los electrones se mantienen en su órbita mediante los imanes de curvatura que los desvían respecto a su trayectoria rectilínea. Es en este cambio de dirección donde los electrones emiten radiación sincrotrón con un amplio espectro de energía.

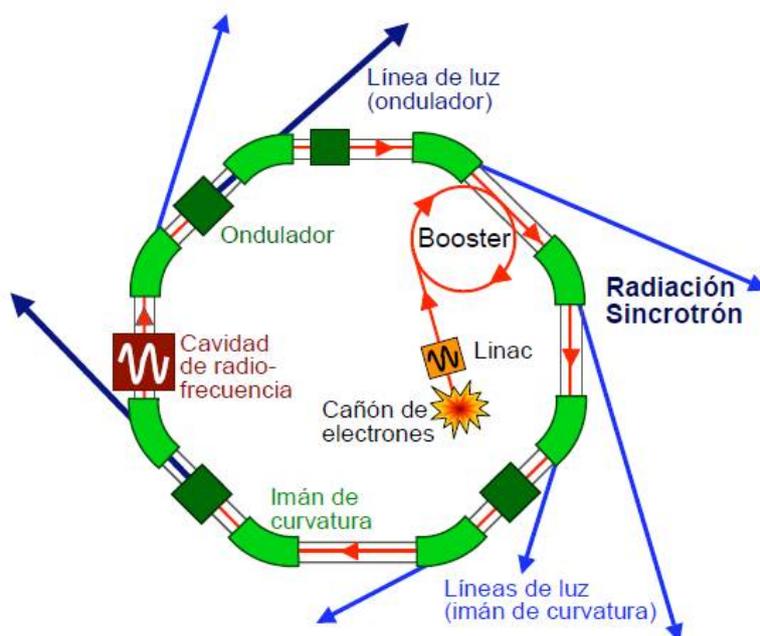


Figura 1.3. Esquema del anillo donde son acelerados los electrones en un sincrotrón.

La "luz" producida en un sincrotrón es radiación con un rango espectral de energías muy amplio, abarca desde el infrarrojo hasta los rayos X pasando por la luz visible y el ultravioleta. Posee unas propiedades que la convierten en una herramienta muy versátil ya que puede adaptarse a distintos experimentos dadas las características que posee, como se describe a continuación:

- Alta intensidad: hasta nueve órdenes de magnitud superior a las fuentes convencionales de rayos X. Esto permite llevar a cabo experimentos en tiempos muy cortos. De esta forma es posible observar procesos en tiempo real como transiciones de fase o cualquier tipo de transformación química o estructural.
- La energía de la radiación es sintonizable, es decir, permite seleccionar diferentes rangos energéticos dependiendo de las características del experimento y material a estudiar.
- Posee polarización lineal o circular. La polarización lineal es útil en sistemas con anisotropía axial, ya que se puede obtener información de las distintas propiedades del material según su orientación. La polarización circular permite realizar experimentos de difracción y dicroísmo magnético que proporciona información estructural y magnética simultáneamente [49].

- Radiación altamente colimada. Se consigue un haz muy fino, con baja dispersión angular, y que permite, por ejemplo, realizar experimentos con una precisión sin precedentes, ya que se obtiene valores de resolución de energía de  $E/\Delta E \approx 40000$ .
- Estructura temporal pulsada. El haz de electrones de un sincrotrón no es continuo. Está formado por “paquetes” de electrones separados una cierta distancia. De esta manera la luz que se obtiene en un sincrotrón no es continua sino que está compuesta de pulsos cortos. El período entre los pulsos es del orden de nanosegundos y el tiempo del pulso del orden de picosegundos. Este fenómeno permite realizar experimentos de excitación y relajación de fenómenos que tiene lugar en esos intervalos de tiempo [50].

La característica más importante de esta radiación, desde el punto de vista de la caracterización de TR, es su capacidad de penetración dentro del material, y la posibilidad de utilizar un haz de tamaño del orden de 50 -100  $\mu\text{m}$  (frente a 1-2 mm de un haz de neutrones o de rayos X de laboratorio) lo que permite la determinación del estado de TR en el interior del material con una resolución espacial muy elevada. Por último, si se dispone de un haz blanco de rayos X, que contiene distintas longitudes de onda, es posible llevar a cabo medidas de difracción sobre varias familias de planos cristalográficos simultáneamente. Como se verá más adelante, para este estudio se ha empleado radiación de sincrotrón con un amplio espectro de energías.

Existen numerosas instalaciones de radiación sincrotrón en el mundo (unas 50). Para la realización de este trabajo se recurrió a la línea EDDI (Energy dispersive X-Ray diffracción) del sincrotrón BESSY II [51] perteneciente en la actualidad al consorcio HZB (*Helmholtz Zentrum Berlin*). BESSY II es un sincrotrón de tercera generación y está situado en Adlershof, Berlín. La línea EDDI está especializada en medidas de tensiones residuales, textura y perfiles en profundidad de la microestructura de un material. El rango de energías de trabajo de la línea abarca desde los 5 keV hasta los 150 keV.

### 1.5.2 Determinación de tensiones residuales mediante difracción de radiación sincrotrón.

En un material policristalino, las tensiones residuales se ponen de manifiesto como resultado de los cambios en las distancias interplanares de la red cristalina. La técnica de difracción de radiación sincrotrón permite medir esa variación aportando información sobre la deformación interna del policristal y por consiguiente de la tensión.

La deformación elástica de un sólido cristalino modifica la distancia interplanar, que se manifiesta en un desplazamiento del pico de difracción correspondiente respecto un valor relajado, libre de tensiones. Realizando esta operación en diferentes posiciones de la muestra se determinan las tensiones macroscópicas. En el caso de tensiones microscópicas, aparte del desplazamiento del pico, se tiene en cuenta además su ensanchamiento, Figura 1.4. Ambos fenómenos, desplazamiento y ensanchamiento de los picos de difracción, van asociados a la presencia de tensiones microscópicas.

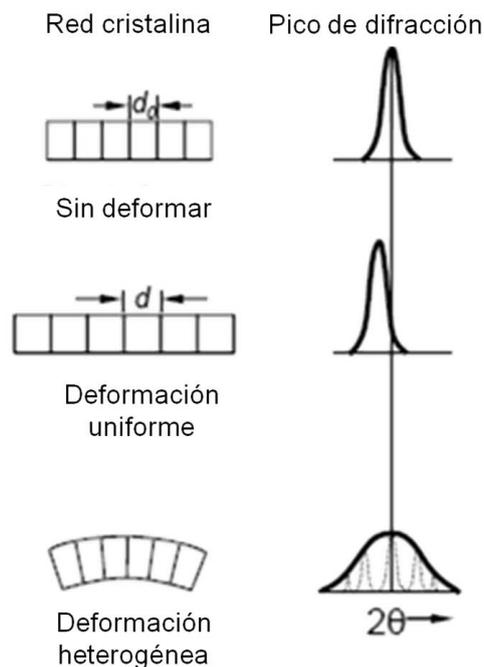


Figura 1.4. Efecto de las tensiones residuales en el pico de difracción: las tensiones tipo I producen un desplazamiento, las de tipo II producen, además, un ensanchamiento.

La distancia interplanar viene descrita a través de la Ley de Bragg, según la expresión:

$$n\lambda = 2d(hkl)\text{sen}\theta \quad (1.1)$$

Donde  $n$  es un número entero,  $\lambda$  es la longitud de onda de la radiación incidente,  $d$  ( $hkl$ ) es la distancia interplanar para una familia de planos determinada y  $\theta$  es el ángulo de difracción. En la Figura 1.5 se representa el esquema de difracción de rayos-X en un cristal.

Cuando en radiación sincrotrón se trabaja en modo dispersión de energía (luz policromática), la Ley de Bragg adquiere la forma,

$$d(hkl) = \frac{hc}{2E(hkl)\text{sen}\theta} \quad (1.2)$$

Donde  $h$  es la constante de Planck,  $c$  la velocidad de la luz,  $\theta$  es el ángulo de difracción o de Bragg y  $E(hkl)$  la energía correspondiente a cada pico de difracción.

El cálculo de la deformación elástica asociada a la variación de la distancia interplanar se calcula aplicando la ecuación,

$$\varepsilon = \frac{d(hkl) - d_0(hkl)}{d_0(hkl)} \quad (1.3)$$

Donde  $d(hkl)$  es el valor de la distancia interplanar medida y  $d_0(hkl)$  es el valor de referencia en una muestra libre de tensiones representativa del material que se está estudiando. En los experimentos de medida de tensiones residuales es necesario disponer de un valor relajado libre de tensiones del espaciado interplanar,  $d_0(hkl)$ , que sea un valor representativo del material que se quiere estudiar.

Finalmente el estado de tensiones residuales se relaciona con la deformación a través de la ley de Hooke generalizada [52], conocidas las constantes elásticas del material.

$$\sigma_i = \frac{E}{(1-2\nu)(1+\nu)} \cdot [(1-\nu)\varepsilon_i + \nu(\varepsilon_j + \varepsilon_k)] \quad (1.4)$$

Donde  $E$  y  $\nu$  son el módulo de Young y el coeficiente de Poisson, respectivamente, y  $\varepsilon_{i,j,k}$  son las deformaciones en las direcciones principales.

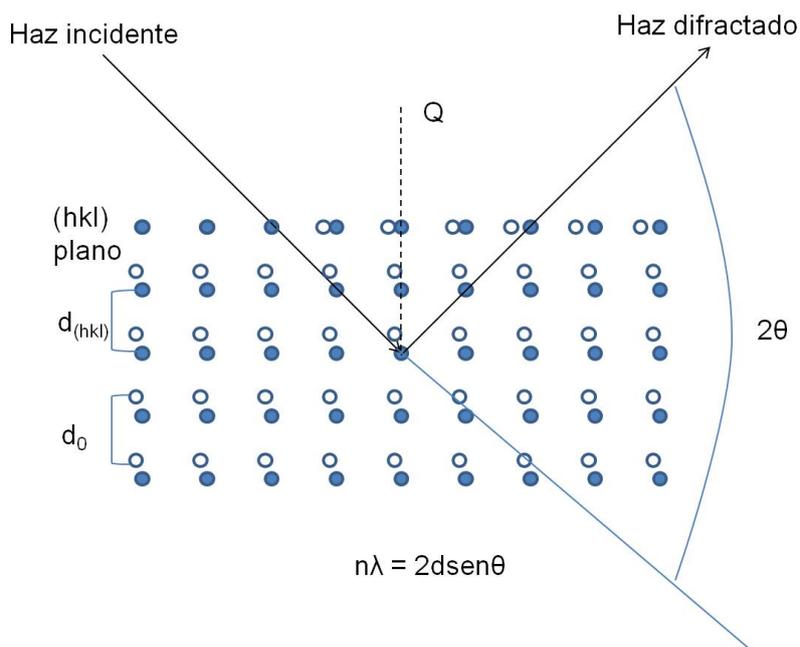


Figura 1.5. Esquema del fenómeno de difracción de rayos X por un cristal.

En el caso de la determinación de las tensiones macroscópicas, que siguen la mecánica del continuo que no tiene en cuenta la microestructura, la difracción se emplea de la misma manera que un extensómetro acoplado a una muestra de tracción en un ensayo mecánico para calcular su deformación. Sin embargo, en el caso de las tensiones microscópicas, la microestructura juega un papel fundamental, y la difracción ya no actúa como un extensómetro puesto que el volumen de medida es muy superior al tamaño de grano. El desplazamiento del pico de difracción no puede relacionarse con valores de deformaciones de granos específicos de la muestra, ya que por su propia naturaleza, la difracción da valores estadísticos medios. Puesto que granos adyacentes se encuentran con diferentes grados de deformación, el pico de difracción de un (hkl) determinado también experimenta un ensanchamiento. Esta circunstancia encierra una enorme dificultad en el cálculo y es en parte el hecho de que aún no se haya podido hacer mapas de TRM de los granos de un policristal. Sí se han realizado trabajos enfocados en medir los cambios o distorsiones que se producen en las líneas de Kikuchi [53] como consecuencia de la tensión que sufre el grano [54]. Sin embargo, estos cambios sólo dan una idea cualitativa de esta tensión: en ningún caso permiten obtener una descripción rigurosa de su tensor de tensiones en la escala microscópica. Las líneas o patrones de Kikuchi son patrones de difracción que se obtienen a través de las técnicas de EBSD (difracción de electrones retrodispersados)

empleados habitualmente para determinar orientaciones de granos individuales y desorientaciones entre granos vecinos.

En resumen, la técnica de difracción de radiación sincrotrón, permite medir distancias interplanares de sólidos cristalinos y relacionar las medidas con el estado de deformación/tensión del material. Esta técnica, junto con la difracción de neutrones, ha supuesto un gran avance en la determinación de tensiones residuales en componentes respecto otras técnicas más convencionales y destructivas.

#### **1.5.2.1 Determinación del valor de referencia $d_0$ (hkl).**

Uno de los principales problemas en el análisis de tensiones residuales mediante técnicas de difracción es disponer de un valor del parámetro de red libre de tensiones residuales. Este parámetro no puede contener componentes de tensión ni macroscópica ni microscópica. Idealmente, correspondería al de un material con la misma microestructura que el material en el que se pretende determinar el estado de tensiones, pero en el que las tensiones se han eliminado. Un dato que da idea de lo difícil que es disponer de un valor adecuado de  $d_0$  (hkl), es que para obtener valores de tensiones residuales fiables, la desviación entre el valor de la distancia interplanar relajada y tensionada ha de ser inferior  $\Delta d/d < 0,01\%$  [42], [55].

Los métodos convencionales para la obtención del  $d_0$  (hkl) se basan en la relajación de las tensiones del material de partida. Dependiendo del material estudiado y del problema específico, se pueden emplear diversos procedimientos para disponer de este valor  $d_0$  (hkl) [56]. Una de las técnicas habituales es la aplicación de tratamientos térmicos para relajar tensiones [57]. El problema se complica al trabajar con aleaciones envejecibles ya que los tratamientos térmicos además alteran significativamente el parámetro de red al modificarse la cantidad de elementos en solución sólida y, como consecuencia, se obtienen valores de tensión sobreestimados o subestimados con respecto del valor real [58]. Esto afectaría principalmente a la correcta determinación de las tensiones microscópicas.

Algunas técnicas de relajación de tensiones consisten en dividir el material en secciones lo suficientemente pequeñas como para relajar las tensiones [59]. De esta manera, es frecuente el uso de muestras de polvo o muestras donde se realizan diversos cortes. Estas dos variantes se describen a continuación:

Muestras de polvo. Este tipo de muestras garantiza que el valor de  $d_0$  (hkl) que se mide está exento de tensiones macroscópicas. En el caso de aleaciones envejecibles,

se realizan los mismos tratamientos térmicos a los polvos que los efectuados en las muestras objeto de estudio. De esta forma se obtienen buenos valores de referencia para caracterizar las tensiones macroscópicas pero no es válido para caracterizar las tensiones microscópicas, porque no asegura que esté exento de las mismas.

Muestras tipo peine. Este método de obtención de  $d_0$  (hkl) consiste en mecanizar una pieza en forma de peine de tal modo que los cortes practicados llevan aparejado una relajación de las tensiones, al menos en las direcciones perpendiculares a la dirección alargada de cada “púa” del peine. Con este procedimiento, se mantiene la información relativa a la posición espacial de las zonas donde se espera una variación de  $d_0$  como es el caso de las uniones soldadas [60], [61]. En las soldaduras el valor de referencia cambia a lo largo de las zonas del cordón de unión, es necesario disponer de un mapa que refleje la variación de  $d_0$  a través de las distintas zonas del material [58]. Este método tiene el inconveniente de que no se asegura la relajación completa de la tensión macroscópica, pues depende de la relación entre la magnitud de las tensiones y las dimensiones de las púas del peine. Este hecho puede invalidar el cálculo posterior de esta tensión [62]. Además, se necesita asegurar que se han fabricado dos componentes exactamente iguales, uno para medir las tensiones y otro donde practicar los cortes y usarlo como referencia.

Ante las dificultades experimentales que surgen de conseguir una muestra de referencia fiable en aleaciones envejecibles, se ha desarrollado un método que permite calcular el parámetro de red de referencia a partir de principios de equilibrio mecánico de tensiones, como por ejemplo el de la componente normal a una sección dada de la muestra [60].

Método del equilibrio de tensiones: Consiste en emplear las ecuaciones de equilibrio de la mecánica para deducir el valor de  $d_0$ . Es un método muy riguroso, pero tiene el inconveniente de que se necesita una gran cantidad de medidas (y con ello, de tiempo de experimento) para que el cálculo sea fiable [56].

Por otra parte, como el objetivo planteado es determinar las microtensiones, el método del equilibrio presenta una dificultad añadida debido a que la condición de equilibrio en la escala macro y micro es distinta. El volumen de medida es constante y se asume que la macro tensión es constante en todo el volumen de medida y se equilibra en las dimensiones de la muestra. Por otro lado, la microtensión, aunque varía en el volumen de medida, se equilibra a nivel local.

En este trabajo, el método planteado para determinar el valor de  $d_0$  (hkl) y el parámetro de red,  $a_0$ , se basa en la imposición del equilibrio en la escala macroscópica. El parámetro de red es un valor único e independiente de la orientación en materiales cristalinos. A partir del valor de  $a_0$  y utilizando las ecuaciones básicas de la cristalografía se obtiene un valor de referencia de la distancia interplanar para cada conjunto de granos con igual orientación y se determina un valor de su tensión en la escala microscópica.

### 1.5.3 Método de separación de tensiones residuales.

El método de separación de tensiones residuales está ampliamente aceptado y se ha empleado en numerosos trabajos [43], [63], [64], [65], [66] [67], [68]. Este método se emplea en materiales polifásicos donde existen fases cuyas propiedades mecánicas y térmicas son muy diferentes. Un ejemplo de material polifásico sería un material compuesto de matriz metálica, MCMM y refuerzo cerámico. Para estos materiales la suma de tensiones externas y residuales se distribuye en cada una de sus fases de manera proporcional a la fracción en volumen de cada fase constituyente. Esta condición viene expresada por la regla de las mezclas según la expresión:

$$(1 - f)\bar{\sigma}_M + f\bar{\sigma}_I = \sigma^{Total} = \sigma^A + \sigma^{RS} \quad (1.5)$$

Donde  $\bar{\sigma}_M$  y  $\bar{\sigma}_I$  son las tensiones promedio que soportan la matriz y el refuerzo respectivamente,  $f$  es la fracción en volumen de refuerzo,  $\sigma^A$  es la tensión externa aplicada y  $\sigma^{RS}$  es la macro tensión residual. Una parte de la carga será soportada por el refuerzo (de manera proporcional a su fracción de volumen) y el resto por la matriz.

De acuerdo con este método, la tensión total en cada una de las fases es la suma de la tensión residual macroscópica TRM (común a ambas fases) y la microscópica, TRm. Esta última se calcula entonces como la diferencia entre la tensión total y la TRM de cada una de las fases del MCMM:

$$\sigma_{fase1}^{micro} = \sigma_{fase1}^{Total} - \sigma^{Macro} \quad (1.6)$$

$$\sigma_{fase2}^{micro} = \sigma_{fase2}^{Total} - \sigma^{Macro} \quad (1.7)$$

A pesar de que existen evidencias de la existencia de tensiones residuales microscópicas, habitualmente no se consideran en el análisis de tensiones en el caso de aleaciones monofásicas. Esto es debido a que se supone que su valor es muy inferior al de las tensiones macroscópicas. Además, hay que añadir las dificultades experimentales para su determinación. Dado que son tensiones de granos pertenecientes a una misma "fase" no es posible discernir entre los picos de difracción que producen determinados grupos de granos respecto de otros. Esta circunstancia conlleva una complejidad hasta la fecha insuperable a la hora de cuantificar de forma fiable estados de tensiones de granos individuales. Esto no sucede en materiales polifásicos, donde es posible asociar los picos de difracción de las distintas fases y realizar los cálculos seleccionando éstos de manera fiable.

Por ello, y para solventar la dificultad mencionada anteriormente, y realizar un análisis de tensiones residuales multiescala en aleaciones monofásicas, incluyendo las tensiones microscópicas, ha sido necesario generalizar el método de separación de tensiones habitualmente empleado en materiales compuestos polifásicos. Así, en este trabajo, se propone que las diferentes familias de granos con una orientación específica (componentes de textura) forman una fase dentro del policristal monofásico. De esta manera se abordará el problema tal como se acomete en materiales compuestos: se determinará el estado de tensiones residuales "promedio" de cada una de estas familias de granos. Cada una de estas familias de granos será "identificable" por la orientación cristalina (textura) que manifiestan respecto un eje macroscópico de la muestra (eje de extrusión). Sin embargo, hay que ser consciente de que existen varias reflexiones distintas dependiendo de la componente analizada para un mismo grano. Como se verá, ha sido preciso recurrir a determinadas aproximaciones para solventar el problema y avanzar en el cálculo.

Esta nueva metodología permitirá describir la tensión residual macroscópica del material monofásico a partir de las tensiones totales medidas en los granos cristalinos que forman el policristal. Una vez descrito el estado de tensiones residuales macroscópicas, será posible calcular las tensiones residuales microscópicas utilizando ecuaciones similares a las (1.6) y (1.7).

## **1.6 TENSIONES RESIDUALES: RELACIÓN CON EL PROCESADO TERMOMECAÁNICO Y LA MICROESTRUCTURA**

El origen de las tensiones residuales se encuentra en los procesos termomecánicos de extrusión y temple. Un aspecto fundamental para describir el estado de tensiones es conocer la microestructura generada en estos procesos. La aleación estudiada ha experimentado un proceso de extrusión y un posterior tratamiento térmico de enfriamiento rápido o temple.

### **1.6.1 Proceso de extrusión y textura.**

La extrusión es uno de los procedimientos de conformado más utilizado en aleaciones de aluminio [69], [70]. El proceso consiste en hacer pasar el material, empujado por un vástago que se mueve a velocidad constante, a través del orificio de una matriz de geometría dada, donde tiene lugar una gran deformación plástica ocasionada por una elevada reducción de área. En la Figura 1.6 se muestra un esquema del proceso para una geometría de extrusión cilíndrica.

Durante el proceso de deformación plástica de la extrusión se favorece el alineamiento de los granos del policristal con respecto al eje de extrusión y se induce textura cristalográfica en el material. La textura se define como la orientación privilegiada que tienen los granos dentro de un policristal respecto a un sistema de referencia de la muestra. Esta textura queda determinada si se conocen sus componentes principales (orientaciones preferentes de los granos cristalinos) y su intensidad (fracción de volumen de cada componente).

Durante el proceso de extrusión del aluminio en forma de barra, se induce una textura de fibra en el material [71] donde las componentes principales son  $\langle 111 \rangle$  y  $\langle 100 \rangle$  y están orientadas paralelamente a la dirección de extrusión. Estos granos son mayoritarios en el material y por lo tanto, contribuyen de manera muy importante en el comportamiento mecánico del policristal. Este hecho afectará tanto a sus propiedades mecánicas como a la naturaleza y distribución de las tensiones residuales. Las propiedades mecánicas de las aleaciones procesadas termomecánicamente son anisótropas, por lo que el estudio de la textura resulta de gran importancia.

El conocimiento de la textura es importante para el desarrollo de propiedades óptimas en direcciones determinadas [72], [73], [74]. Por ejemplo en procesos de embutición de metales [75] o en dispositivos de microelectrónica [76].

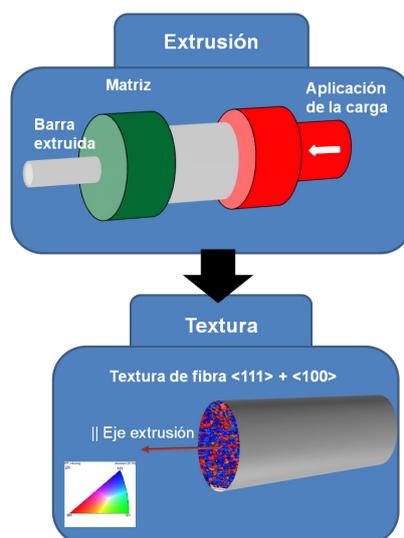


Figura 1.6 Esquema del proceso de extrusión y de la textura que alcanza un material extruido durante el mismo.

En la actualidad, la técnica utilizada para la caracterización de la textura es la difracción. Dependiendo del número de granos analizado, se puede hablar de macrotextura o microtextura. El estudio de la macrotextura permite extraer información de la intensidad máxima de las componentes de textura de los granos que conforman la aleación. También se puede determinar la fracción en volumen de cada orientación a partir de la función de distribución de orientaciones, FDO. Por otro lado, el estudio de la microtextura da información sobre las orientaciones individuales de un número significativo de granos cristalinos.

Las figuras de polos se han utilizado tradicionalmente para describir la textura. Son representaciones de determinadas familias de planos  $\{hkl\}$  en una proyección estereográfica referida a una dirección de la muestra. A partir de ellas se puede calcular la función de distribución de orientaciones FDO.

La FDO representa la densidad de probabilidad de encontrar granos del material orientados dentro de un intervalo infinitesimal de orientaciones alrededor de una dirección dada. No sólo permite distinguir todas las componentes de la textura, sino que además proporciona una descripción estadística y normalizada de la fracción en volumen de cada una de ellas [77]. Esta función se representa habitualmente en el espacio de orientaciones o de Euler:

$$f(g)=f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) \quad (1.8)$$

Donde ( $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$ ) son los ángulos de Euler (o giros que hay que realizar sobre el sistema de referencia de una red cristalina dada para hacerlo coincidir con el sistema de referencia de la muestra).

### **1.6.2 Tratamiento térmico de solubilización, temple y recocido.**

Las aleaciones de aluminio endurecibles por precipitación, principalmente las pertenecientes a los grupos Al-Cu-Mg-Si (2xxx) y Al-Zn-Mg (7xxx), son muy interesantes desde el punto de vista estructural ya que, tras la aplicación de tratamientos térmicos adecuados, llegan a alcanzar elevadas propiedades mecánicas. El notable incremento en las propiedades mecánicas está asociado con los fenómenos de interacción que aparecen entre las dislocaciones y los precipitados formados en el seno de la matriz [78].

El hecho de que la aleación estudiada, 2014Al, sea una aleación endurecible por precipitación, añade dificultad al análisis de tensiones residuales. Esto es debido a que el valor de referencia sin tensión no es constante, depende de la cantidad de elementos en solución, de modo que para definir un valor de referencia libre de tensiones adecuado, se debe tener en cuenta la evolución de la precipitación con el tiempo. A continuación se describe la influencia de la secuencia de tratamientos térmicos aplicados sobre la microestructura de la aleación.

1. Tratamiento de solubilización: Se mantiene el material a la máxima temperatura posible sin que se produzca la fusión del material durante un intervalo de tiempo dado (dos horas) para disolver los precipitados de la aleación [79]. El porcentaje de átomos aleantes en solución sólida modifica el valor del parámetro de red [58].

2. Tratamiento de temple o enfriamiento rápido. La aleación experimenta enfriamiento muy rápido. La onda de choque térmico que sufre el material durante este proceso induce deformaciones inhomogéneas en la red cristalina del material. Es durante el proceso de enfriamiento rápido cuando se obtiene una solución sobresaturada de átomos de soluto y de vacantes en la matriz.

3. Proceso de envejecimiento natural o artificial (temperatura constante). Durante este proceso, la solución sólida sobresaturada de átomos aleantes evoluciona dando lugar a una dispersión fina y homogénea de precipitados coherentes. La presencia de estos precipitados, su tamaño y distribución en la matriz afecta y modifica la distancia interplanar. Los precipitados también tienen capacidad de anclar las dislocaciones cuando interaccionan con ellas (partícula-dislocación), lo que provoca un aumento de

la resistencia del material [80], [81]. Por otro lado, un tiempo de envejecimiento excesivo (sobre envejecimiento) provoca una disminución en la resistencia del material. Esto es debido a que la distancia entre precipitados aumenta y estos pierden la coherencia con la matriz, con la consiguiente pérdida de capacidad de anclar dislocaciones.

## **1.7 RELAJACIÓN DE TENSIONES RESIDUALES**

La presencia de tensiones residuales modifica el estado real de tensiones durante la vida en servicio de un componente. En numerosas ocasiones, la presencia de tensiones residuales puede ser perjudicial para la resistencia mecánica de dichos componentes. Por este motivo, se han desarrollado distintos procedimientos encaminados a relajar estas tensiones. Entre los más comunes se encuentran los tratamientos térmicos y en los que se aplica vibración a la pieza. La idoneidad de realizar uno u otro dependerá de las características de la pieza, como por ejemplo sus dimensiones y peso, o la microestructura del material de fabricación.

Un aspecto a considerar cuando se estudia la relajación de tensiones residuales en aleaciones envejecibles por precipitación, como la aleación 2014Al, es que los tratamientos térmicos relajan las tensiones residuales y adicionalmente modifican el estado de precipitación del material. Esta modificación microestructural puede disminuir de manera drástica la resistencia mecánica de la estructura. Adicionalmente, debe tenerse en cuenta dicha evolución microestructural en el caso de aleaciones envejecibles a la hora de determinar una referencia adecuada para determinar las tensiones residuales y en el propio proceso de análisis de tensiones.

### **1.7.1 Relación entre el proceso de relajación de TR y el de fluencia**

El proceso de relajación de tensiones residuales en aleaciones metálicas mediante tratamientos térmicos se produce mediante el movimiento de dislocaciones de manera similar a lo que ocurre durante la fluencia. El proceso de relajación de tensiones mediante tratamientos térmicos se pueden describir a partir de las ecuaciones de la elasticidad y la ecuación de fluencia en estado estacionario, considerando un estado de tensiones triaxial [82]. La principal diferencia es que el estado de tensiones se mantiene constante en fluencia y la tensión se reduce progresivamente en el caso del tratamiento térmico de relajación de tensiones, Figura 1.7.

El proceso de fluencia de un material está descrito habitualmente por la ecuación potencial de la fluencia [83], [84] según la cual, la velocidad de deformación en estado estacionario,  $\dot{\epsilon}_{SS}$  viene dada por (1.9):

$$\dot{\epsilon}_{SS} = A \left( \frac{\sigma}{E} \right)^n \exp\left( \frac{-Q_R}{RT} \right) \quad (1.9)$$

Donde  $\sigma$  es la tensión aplicada al material,  $T$  la temperatura de ensayo,  $R$  la constante universal de los gases,  $E$  el módulo elástico,  $n$  el exponente de tensión,  $A$  es una constante con unidades de  $s^{-1}$  que depende de la microestructura y  $Q_R$  es la energía de activación del proceso de fluencia. Es bien conocido que en el caso de las aleaciones metálicas el proceso de fluencia está controlado por la autodifusión de los átomos de la matriz [85]. Por lo tanto, el valor de la energía de activación del proceso se asocia con la energía de autodifusión de los átomos en la matriz.

En el caso de la relajación de tensiones residuales el proceso se suele describir mediante una ecuación exponencial decreciente según la expresión (1.10) [86]:

$$\sigma = \sigma_{\infty} + \sigma_0 \exp\left( \frac{-t}{\tau} \right) \quad (1.10)$$

Donde  $\sigma_{\infty}$  es el valor asintótico de la tensión,  $\sigma_0$  es el rango total de variación y  $\tau$  es el tiempo de relajación característico del sistema. La principal limitación de la descripción de la relajación de TR a partir de un decaimiento exponencial como el descrito es que no es posible realizar ninguna correlación con la microestructura del material, ni con los mecanismos de deformación que actúan durante el proceso. Una manera de superar esta limitación pasa por correlacionar la evolución temporal de las tensiones residuales con los parámetros cinéticos propios de la fluencia. Este es uno de los objetivos que se ha planteado en este trabajo y que se describirá detalladamente en el capítulo de discusión tanto para las tensiones residuales macroscópicas como las microscópicas. En el capítulo 4 de la discusión se detallarán las ecuaciones deducidas para la descripción del proceso de fluencia, bajo la acción de un estado triaxial de tensiones, y el proceso de relajación de TR. El mecanismo de relajación de tensiones quedará determinado a partir de la energía de activación del proceso y el exponente de tensión. Estos parámetros serán determinados a partir de las medidas de distancia interplanar.

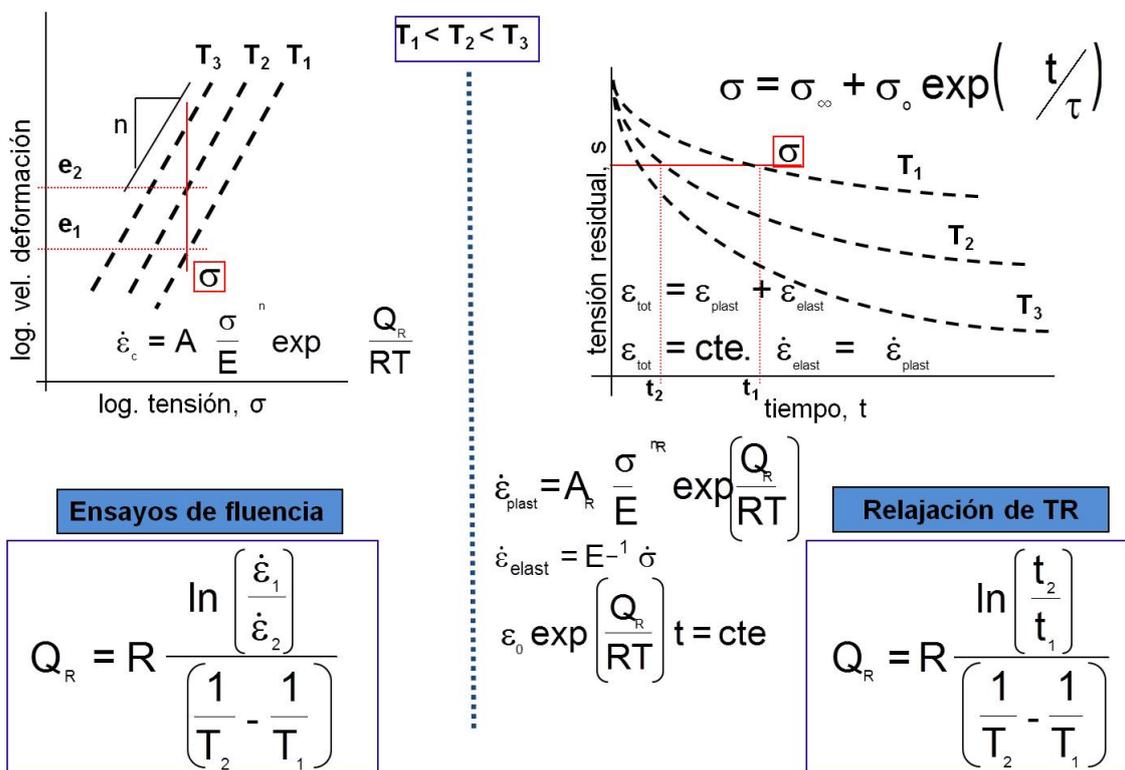


Figura 1.7 Curvas típicas del comportamiento en fluencia y de la relajación de tensiones residuales con el tiempo mediante la aplicación de un tratamiento térmico de recocido.

### 1.8 MOTIVACIÓN Y OBJETIVOS

Los nuevos retos tecnológicos que se presentan en la actualidad requieren del diseño y fabricación de nuevos materiales de altas prestaciones especialmente en la industria aeroespacial, aeronáutica y del transporte en general. En particular, el conocimiento del estado de tensiones residuales es fundamental para mejorar el comportamiento mecánico del material y su tiempo de vida en servicio en las aplicaciones estructurales para las cuales están diseñados. Existen numerosas contribuciones en la bibliografía que abordan el problema de la determinación del estado de tensiones residuales macroscópicas, TRM [87]. Sin embargo, no sucede lo mismo cuando nos adentramos en la escala microscópica y se quiere determinar las TRm. Hay precedentes en la bibliografía sobre el estudio de las TRm en materiales compuestos, donde existen fases bien diferenciadas, o en aleaciones bifásicas como los aceros. Sin embargo, no se han encontrado trabajos que aborden el análisis de las TRm en aleaciones monofásicas de aluminio. Es en esta línea donde se enmarca este trabajo de investigación: se pretende establecer un precedente que se concreta en un

procedimiento fiable para determinar las tensiones residuales microscópicas en aleaciones monofásicas. Además, se aborda el estudio del proceso de relajación de TR y se correlaciona con los fenómenos de fluencia convencionales. Se obtienen así parámetros cinéticos de relajación.

El presente trabajo persigue principalmente dos objetivos:

- Determinar el estado de tensiones residuales a distintas escalas en una muestra de una aleación de aluminio monofásica policristalina sometida a un proceso de solubilización y temple y correlacionarlo con la microestructura del material.
- Correlacionar los mecanismos de relajación de tensiones residuales con los fenómenos de fluencia convencionales, con el fin de obtener parámetros cinéticos.

También se ha acometido el reto de establecer un protocolo de separación de tensiones que permita cuantificar las TRm en una aleación monofásica de aluminio a partir de los modelos existentes en materiales polifásicos con dos o más fases bien diferenciadas y con distintas propiedades físico-químicas.

Otro de los objetivos propuestos en este trabajo, se ha centrado en establecer una ecuación que permita describir el estado de TRI entre dos granos vecinos del policristal. Para ello, se ha desarrollado un modelo elastoplástico desde una perspectiva micro-mecánica. Este modelo está basado en la diferencia entre las propiedades mecánicas que poseen dos cristales debido a la anisotropía plástica generada durante el proceso de deformación. El modelo permite describir la tensión residual intergranular entre dos cristales vecinos con distinta orientación dentro del policristal. En este trabajo de investigación también se ha llevado a cabo la extrapolación del caso descrito (bicristal), a otro de mayor entidad en el que se considera un grano rodeado de seis cristales vecinos.

Los datos obtenidos de las TRm y las TRI junto con los mapas de orientaciones cristalográficas, obtenidos mediante EBSD, permitirán desarrollar en un futuro una metodología para realizar mapas de tensiones residuales intergranulares y poder comparar sus predicciones con los resultados obtenidos mediante técnicas de difracción de radiación sincrotrón.

Asimismo, desde el punto de vista industrial, el diseño de tratamientos termomecánicos que modifiquen las tensiones residuales y maximicen las propiedades mecánicas es un objetivo de gran importancia.

### 1.8.1 Aportaciones

Las aportaciones e innovaciones destacadas en este trabajo de investigación se describen a continuación:

(A) MÉTODO DE LAS PARÁBOLAS. Se trata de un método analítico que asigna una función matemática al perfil de tensiones (una parábola en el caso en el que las muestras tienen simetría cilíndrica). Permite simplificar el análisis de tensiones residuales. Este método es aplicable a muestras extruidas sometidas a tratamientos termomecánicos donde se generan perfiles de tensiones residuales que se describen de manera rigurosa mediante funciones parabólicas. El método consiste en obtener perfiles, conocido el valor de la tensión en un punto de la muestra. Este método, junto con la condición de equilibrio mecánico de tensiones (método del equilibrio), permite calcular el valor de referencia,  $d_0$ , libre de tensiones, para cada una de los planos cristalinos y para cada uno de los estados de precipitación analizados.

(B) MODELO DEL COMPUESTO EXTENDIDO. El modelo del compuesto desarrollado, es una extensión del método de separación de tensiones utilizado en el caso de los MC, que permite tratar a una aleación monofásica como un material compuesto y calcular las tensiones residuales a distintas escalas. El modelo considera a la aleación como a un material compuesto donde las distintas fases se refieren a granos con distintas orientaciones cristalográficas y, por lo tanto, distinta respuesta mecánica. El modelo ha permitido calcular tensiones microscópicas en una aleación de aluminio, estableciendo así un precedente en el estudio de tensiones residuales microscópicas por métodos de difracción.

(C) MODELO DMLE DE BICRISTAL. Para ir un paso más, y poder determinar una expresión que permita conocer la tensión residual intergranular entre granos con distintas orientaciones, se ha desarrollado un modelo basado en la deformación de un bicristal atendiendo sólo a las diferentes propiedades mecánicas (módulo elástico y límite elástico) de cada uno de los cristales que conforman el bicristal. Este modelo permite predecir la tensión que se genera entre un grano y su vecino.

(D) MODELO DMLE DE POLICRISTAL. Uno de los grandes retos que se plantean para el futuro, y como línea abierta tras los avances conseguidos en este trabajo, es obtener mapas de tensiones residuales intergranulares. Así, en este estudio se han sentado los precedentes y las bases para llevarlo a cabo en trabajos futuros. Para ello se ha extrapolado el modelo del bicristal a un policristal considerando la secuencia de primeros vecinos a un cristal dado. Este modelo se ha desarrollado utilizando la técnica de elementos finitos.

### **1.8.2 Contenido y Estructuración del Trabajo.**

Este trabajo se divide en 5 capítulos. El primero de ellos ofrece una visión general sobre el origen, la clasificación, las técnicas de medida, el proceso de relajación y la relación con la microestructura de las TR.

El capítulo 2 recoge, por un lado, las características del material estudiado y los procesos termomecánicos a los que ha sido sometido. Por otro lado, se resumen las técnicas experimentales empleadas en la caracterización microestructural y mecánica de la aleación 2014Al. En este capítulo se hace especial hincapié en la técnica de difracción de radiación sincrotrón empleada para la caracterización de tensiones residuales.

El capítulo 3 recoge los resultados experimentales obtenidos tras la caracterización estructural, mecánica y de TR de la aleación 2014Al.

En el capítulo 4 se presenta la discusión de los resultados y se asientan las bases del Modelo del compuesto extendido para llevar a cabo la separación de tensiones en un material monofásico policristalino. También se presentan los modelos DMLE de bicristal y de policristal desarrollados así como los resultados que de ellos derivan.

En el capítulo 5 se resumen las conclusiones más relevantes de este estudio y las líneas de trabajo futuro que se abren a partir de esta investigación.

Las referencias bibliográficas así como el índice de tablas, figuras y anexos se presentan al final del trabajo.

## CAPÍTULO 2

---

### MATERIAL Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

---



En este capítulo se presenta el material estudiado, una aleación 2014Al. A continuación, se describen las técnicas experimentales empleadas para su caracterización microestructural y mecánica. La caracterización estándar de los materiales: difracción de rayos X, microscopía electrónica de barrido, difracción de electrones retrodispersados y los ensayos mecánicos se han llevado a cabo en el CENIM, Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas perteneciente al CSIC, Consejo Superior de Investigaciones Científicas.

Para la caracterización de tensiones residuales, TR, se ha utilizado la técnica difracción de radiación sincrotrón. Las medidas han sido realizadas en el sincrotrón de tercera generación BESSY II perteneciente al HZB, *Helmholtz Zentrum Berlin*, donde se pudieron realizar las medidas gracias a la concesión de propuestas enviadas y aprobadas por la comisión del centro.

## **2.1 ALEACIÓN DE ALUMINIO MONOFÁSICA POLICRISTALINA**

De todas las aleaciones de aluminio existentes, son sin duda las que se endurecen por precipitación (básicamente pertenecientes a los grupos Al-Cu-Mg-Si y Al-Zn-Mg) las más interesantes, desde el punto de vista de su utilización en aplicaciones estructurales, ya que mediante la aplicación de tratamientos termomecánicos adecuados se obtienen propiedades mecánicas muy atractivas. Estas aleaciones son ampliamente utilizadas en el campo de la aeronáutica en partes del fuselaje de la mayoría de las aeronaves existentes. Las aleaciones 2xxx se utilizan donde se requiere una alta tolerancia al daño, tales como piezas del ala inferior y las aleaciones 7xxx se utilizan donde se requiere mayor resistencia mecánica, tales como la superficie del ala superior [88].

Para el desarrollo de este trabajo se ha utilizado una aleación de la serie 2xxx, la aleación 2014Al. Se trata de una aleación comercial de alto interés tecnológico, cuyas aplicaciones más destacadas se encuentran en la industria del transporte aeronáutico. Tiene como principales elementos aleantes: Cu, Mn, Si y otros elementos en menor proporción: Mg, Fe, Zn, Cr, Ti. Presenta buena relación resistencia/peso y buenas propiedades mecánicas, después de aplicarle los tratamientos térmicos adecuados. Uno de los inconvenientes es su baja resistencia a la corrosión, pero esta desventaja se minimiza a través de procesos de galvanizado con Al de alta pureza para protegerlas de la corrosión y así evitar que se produzca corrosión intergranular [89]. La

aleación 2014Al es fácilmente maleable, de fácil conformado, y endurece por precipitación.

Guinier y Preston [90], [91], demostraron que en los procesos de precipitación a bajas temperaturas, la transformación de una fase en solución sólida sobresaturada a una fase en equilibrio no es directa, sino que existen fases intermedias. La secuencia de precipitación de la aleación 2014Al está formada por las siguientes etapas [92].

SSS  $\rightarrow$  zonas Guinier-Preston (GP)  $\rightarrow$  Fase  $\beta''$   $\rightarrow$  Fase  $\beta'$   $\rightarrow$  Fase  $\beta$  (estable ó  $\text{Al}_2\text{Cu}$ )

Donde:

SSS es la solución sólida sobresaturada.

Zonas de Guinier-Preston (GP): son aglomerados de átomos de Cu con la misma estructura cristalina que la matriz.

Fase  $\beta''$ : Es una fase intermedia que se forma a partir de las zonas GP, es coherente con la matriz, posee estructura tetragonal y la componen precipitados de  $\text{Al}_3\text{Cu}$ .

Fase  $\beta'$ : Fase intermedia semicoherente con la matriz, sus precipitados presentan estructura tetragonal y composición  $\text{Al}_2\text{Cu}$ .

Fase  $\beta$ : Es la fase de equilibrio. Los precipitados que la forman,  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , tienen estructura tetragonal centrada en el cuerpo y son incoherentes con la matriz.

La aleación 2014Al ha sido suministrada por QED Extrusion Developments Inc., San Diego, EE.UU., en forma de barras extruidas de 38mm de diámetro. En la Tabla 2.1 se muestra la composición de la aleación suministrada por el fabricante.

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Otros
0,5 -1,2	0,7	3,9 - 5	0,4 -1,2	0,2 - 0,8	0,1	0,25	0,15	0,15

Tabla 2.1. Composición química de los materiales estudiados (fracción en masa).

Se escogió la aleación 2014Al principalmente porque se tenían conocimientos previos del estudio de tensiones residuales en MCMC cuya matriz era la 2014Al. Sin embargo, por ser una aleación envejecible, el reto de calcular las tensiones residuales microscópicas en este tipo de aleaciones es mayor, debido principalmente a la dependencia del parámetro de referencia con el estado de precipitación en el que se encuentra la aleación. Como se verá en el transcurso de esta memoria se ha podido superar esta dificultad y se han alcanzado resultados coherentes con los métodos propuestos.

## 2.2 PROCESADO Y TRATAMIENTOS TÉRMICOS

### 2.2.1 Extrusión

En el CENIM se realizó la re-extrusión del material con el fin de obtener una microestructura más fina. La re-extrusión de las barras originales se llevó a cabo en la extrusora disponible en el Departamento de Metalurgia Física del CENIM. Se trata de una prensa horizontal capaz de alcanzar una presión máxima de 1600 MPa y velocidades de extrusión entre 0,3 y 12 mm s<sup>-1</sup> y una temperatura máxima de 500 °C, ver Figura 2.1.



Figura 2.1. Prensa de extrusión horizontal del CENIM.

	Temperatura (°C)	Velocidad (m/min)	Relación de Extrusión
QED	420-445	2,0 – 2,5	24,2:1
CENIM	280	2	8,5:1

Tabla 2.2 Condiciones del proceso de extrusión de las barras originales y de la re-extrusión llevada a cabo en el CENIM.

De las barras obtenidas mediante la re-extrusión, se mecanizaron probetas cilíndricas de 13 mm de diámetros y 25mm de longitud que son las dimensiones de las probetas utilizadas en los experimentos para la determinación de Tensiones Residuales, TR.

### 2.2.2 Tratamientos térmicos

Las probetas cilíndricas se sometieron a los tratamientos térmicos que se especifican en la Tabla 2.3 y se representan en la Figura 2.2. Se parte de un estado en solución sólida de la aleación dado por el tratamiento térmico T4. Este tratamiento térmico consiste en un proceso de solubilización a 530°C durante dos horas y un posterior temple en agua a temperatura ambiente. Después, se aplican tratamientos isoterms en baño de arena a 200°C durante distintos tiempos: 1h, 10h y 100h para estudiar cómo se produce la relajación de las TR.

<b>T4</b>	<b>Solubilización a 530°C durante 2 h</b>
	+
	<b>temple en agua fría</b>
<b>Tratamientos de recocido</b>	<b>T = 200°C</b>
	<b>Tiempos de recocido:</b>
	<b>0h (T4), 1h,10h, 100h</b>

Tabla 2.3 Tratamientos térmicos.

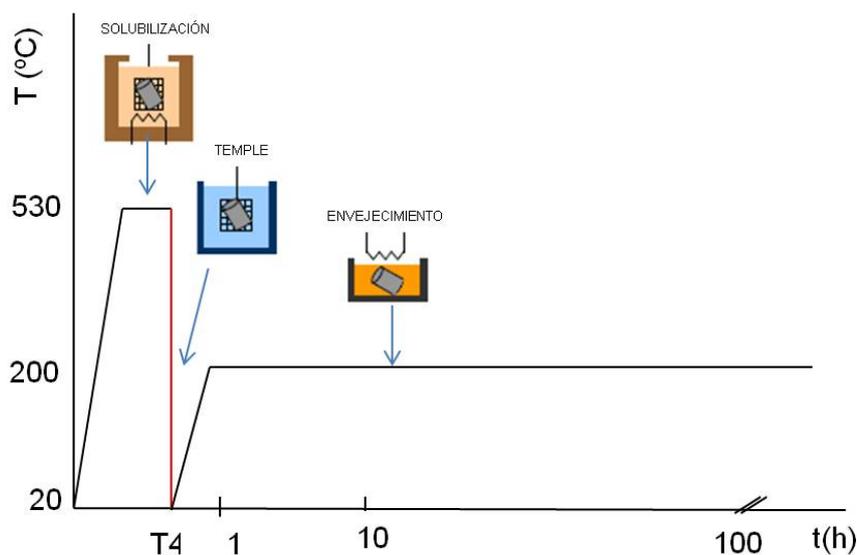


Figura 2.2 Esquema del ciclo térmico al que han sido sometidas las muestras.

Para asegurar la homogeneidad del tratamiento térmico, T4, en todas las muestras, el proceso de solubilización se llevó a cabo en un horno vertical y se introdujeron todas las probetas cilíndricas de una sola vez. Las muestras se mantuvieron en el horno con el eje de extrusión paralelo al eje vertical del horno. Durante el enfriamiento rápido o temple se mantuvieron de igual forma. Para conseguirlo, se introdujeron las muestras en una cesta cilíndrica de alambre, diseñada específicamente, de forma que no haya contacto entre ellas. Para ello se rodeó con alambre cada una de las muestras. La cesta se introdujo en el horno vertical y se sujetó con la ayuda de una varilla al exterior del horno.

Finalizado el proceso de solubilización se desprendió el agarre de la cesta al horno y todas las muestras entraron al mismo tiempo en el depósito del agua con la dirección de extrusión en la dirección vertical. De esta forma se consiguió que el frente de enfriamiento fuese lo más homogéneo posible en todas las muestras. Los tratamientos de recocido posteriores a 200°C se realizaron en hornos convencionales en baño de arena. La Figura 2.3, muestra tanto las barras de partida antes y después de re-extruir como las probetas cilíndricas para las medidas de difracción de radiación sincrotrón.



Figura 2.3. Materiales estudiados (a) Barras en estado de recepción de 38 mm de diámetro, (b) barra re-extruida en el CENIM de 14 mm de diámetro y (c) probetas cilíndricas mecanizadas de 13 mm de diámetro y 25 mm de longitud.

## 2.3 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

El estudio microestructural se realizó mediante las técnicas de microscopía electrónica de barrido (MEB), difracción de rayos-X y difracción de electrones retrodispersados (EBSD). Además, se utilizó microscopía óptica (MO) y el software SigmaScan Pro 4.0 para la determinación del tamaño de grano longitudinal y transversal.

### 2.3.1 Microscopía Electrónica de Barrido

El microscopio electrónico de barrido, MEB, Figura 2. 4 (a) es un JEOL JSM 6500f con filamento de emisión de campo (FEG, Field Emission Gun), tipo Schottkey con una resolución teórica de 1,5 nm a 15kV y equipado con detectores de electrones secundarios y retrodispersados.

Las muestras para MEB se obtuvieron a partir de las barras re-extruidas de una sección transversal y longitudinal, respecto a la dirección de extrusión. Dichas secciones se embutieron en baquelita. La preparación metalográfica consistió en un proceso de desbaste, con papel de carburo de silicio de distinta granulometría, y pulido mecánico utilizando una solución de partículas de diamante de 3 y 1  $\mu\text{m}$ . Finalmente, se procedió a la limpieza de las muestras con etanol y el secado de las mismas se realizó mediante un flujo de aire caliente.

Para resolver las fronteras de grano, se llevo a cabo un ataque químico con reactivo Keller diluido, (en la Tabla 2.4 se muestra la composición del reactivo) durante 10s y por último se llevo a cabo una limpieza en un baño de ultrasonidos.

Agua ( $\text{H}_2\text{O}$ ) (ml)	Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) (ml)	Ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ ) (ml)	Ácido fluorhídrico ( $\text{HF}$ ) (ml)
120	2,5	1,5	1

Tabla 2.4. Composición del reactivo Keller modificado.

### 2.3.2 Microscopía Óptica, MO

La microscopía óptica se utilizó principalmente para la caracterización de la distribución de tamaño de grano de las muestras. El microscopio utilizado es un *Olympus BH-2* equipado con una cámara digital, Figura 2.4 (b).

La preparación metalográfica para MO se realizó según la descripción del apartado 2.3.1 incorporando un paso final al pulido mecánico con una suspensión de sílice coloidal de 0,05  $\mu\text{m}$ . Fue necesario realizar un ataque químico sumergiendo las muestras unos segundos en una disolución de reactivo Keller modificado para revelar de forma óptima las fronteras de grano.

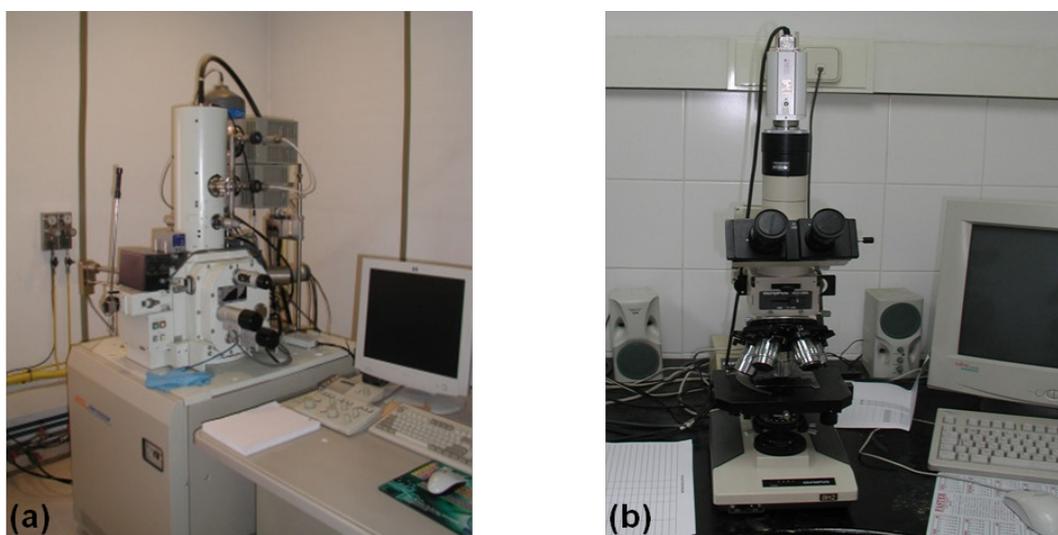


Figura 2.4 (a) Microscopio electrónico de barrido JEOL JSM FEG 6500 (b) MO Olympus BH-2. Ambos pertenecientes al laboratorio de Microscopía Electrónica del CENIM.

### 2.3.3 Caracterización de la Textura.

Para la caracterización de la textura se emplearon técnicas de difracción: difracción de rayos-X para analizar la macrotextura y difracción de electrones retrodispersados, EBSD, para el caso de la microtextura.

#### 2.3.3.1 Difracción de Rayos X. Macrotextura.

Las medidas de macrotextura mediante difracción de rayos-X se realizaron en un difractómetro SIEMENS D5000 disponible en el CENIM utilizando el método de

reflexión de Shultz [93]. Se utilizó la línea  $K\alpha$  del cobre con una longitud de onda de  $1.54 \text{ \AA}$  como radiación incidente. En la Figura 2.5 se muestra el equipo utilizado. La superficie de las muestras ha de estar lisa y espejada y la preparación de las mismas ha sido como la descrita en el apartado 2.3.1 sin proceder al ataque químico con reactivo Keller.

El procedimiento, utilizado para determinar la macrotextura, consiste en realizar medidas de la intensidad difractada por una familia de planos  $\{hkl\}$  en función de la orientación, respecto a los ejes principales de referencia de la muestra. Así se han determinado las figuras de polos para los planos  $\{111\}$ ,  $\{200\}$ ,  $\{220\}$  y  $\{311\}$ . La FDO ha sido calculada a partir de las figuras directas de polos con el software específico de análisis de texturas, TexTools [94].

Cuando se quiere conocer la dirección cristalina, paralela a una dirección dada en la muestra, por ejemplo respecto al eje de extrusión o laminación, se utilizan las figuras de polos inversas, en las que los ejes de referencia son los ejes cristalinos. Las figuras inversas de polos permiten profundizar en los procesos o cambios microestructurales que tienen lugar durante el procesado de un material. También permiten visualizar las posiciones angulares de mayor intensidad para un conjunto de planos cristalográficos.

Debido a que la intensidad difractada durante los experimentos de tensiones residuales puede variar mucho dependiendo de la orientación de los granos, es importante disponer de esta información antes de realizar experimentos de radiación sincrotrón y escoger los ángulos  $\Psi$  apropiados.

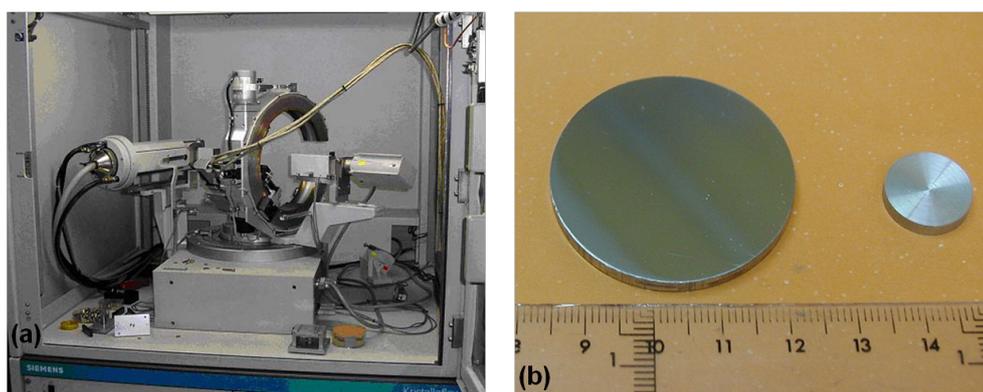


Figura 2.5 (a) Difractómetro Siemens D5000 donde se realizaron las medidas de macrotextura (b) probetas de las barras originales y de las barras re-extruidas para el análisis de rayos-X.

### 2.3.3.2 Difracción de Electrones Retrodispersados. Microtextura.

La técnica se basa en el análisis de patrones de difracción conocidos como líneas o bandas de Kikuchi. Dichas líneas contienen información relativa a la estructura cristalina del grano analizado. Se obtienen por la difracción de electrones retrodispersados que resultan de la interacción de un haz de electrones con la superficie de la muestra. Cada familia de planos produce un par de líneas de Kikuchi. El conjunto de pares de líneas formado por la difracción en diferentes planos se denomina diagrama de difracción de electrones retrodispersados, y contiene la información relativa a la estructura y orientación de la red cristalina. En la Figura 2.6 se muestra un esquema de la formación de las líneas de Kikuchi.

El dispositivo experimental para el análisis por EBSD consta de una cámara CCD acoplada al MEB y un software específico de identificación y análisis de los patrones de difracción. Cuando la imagen de los diagramas de Kikuchi, es capturada y digitalizada, el software es capaz de detectar las líneas de mayor intensidad y las asocia a los correspondientes planos cristalográficos, determinando así la orientación de la zona de análisis [95], ver Figura 2.7.

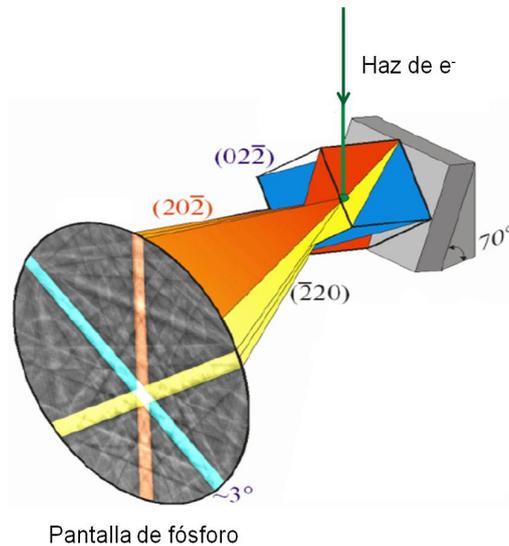


Figura 2.6. Formación de las líneas y bandas de Kikuchi

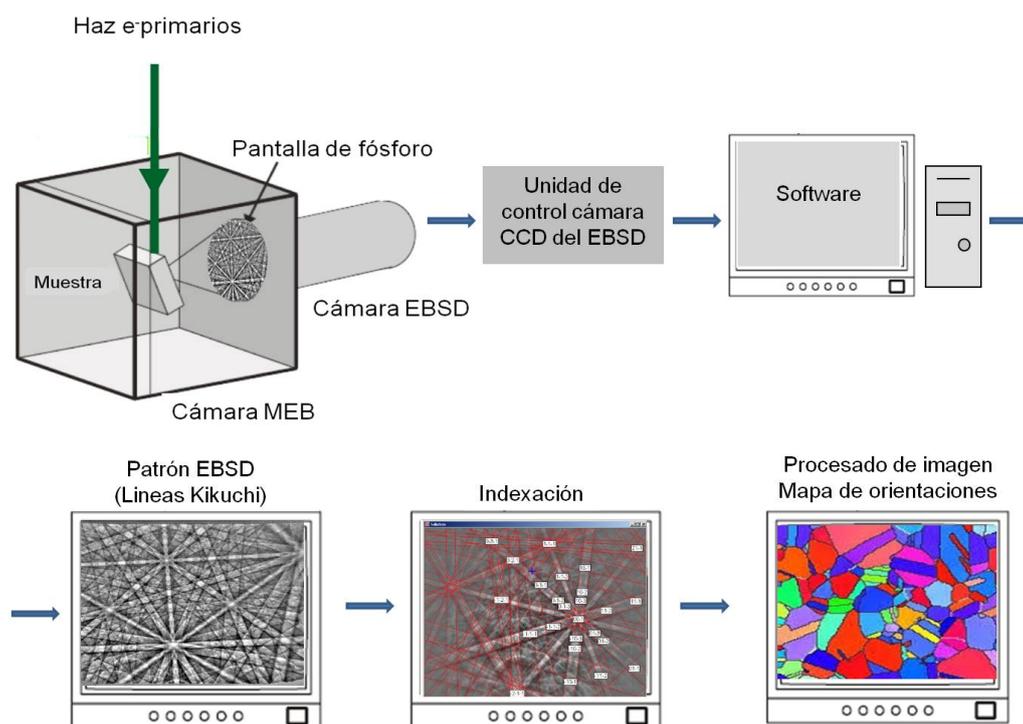


Figura 2.7. Proceso de obtención de un mapa de orientaciones utilizando EBSD.

Los mapas de EBSD se hicieron sobre la sección transversal a una muestra de la barra re-extruida. El microscopio de barrido empleado es el descrito en la sección anterior, operando a una tensión de aceleración de 20 kV y a una distancia de trabajo de 15 mm. La adquisición y tratamiento de datos se realizó con el software Channel 5 de Oxford. El paso utilizado en la elaboración de los mapas fue de 0,2 y 0,25  $\mu\text{m}$ .

La calidad de los diagramas de Kikuchi es muy sensible al estado superficial de la muestra, por lo tanto es esencial una buena preparación metalográfica de la misma. El objetivo de la preparación es eliminar la deformación y la contaminación superficiales (impurezas, capa de óxido, etc) y obtener una superficie lisa y libre de distorsiones. Dependiendo de los materiales estudiados se lleva a cabo un proceso de preparación determinado, sobre todo en los últimos pasos. El proceso de preparación de las muestras consistió en un proceso de desbaste con papel de carburo de silicio de distinta granulometría, desde 400 hasta 1600 y pulido mecánico con una solución de partículas de diamante de 9, 3, 1  $\mu\text{m}$  durante 10 minutos para cada tamaño de partícula. El acabado final de las muestras consistió en pulido electroquímico que se llevo a cabo en una pulidora Struers Tenupol 5. Las condiciones se recogen en la Tabla 2.5.

CONDICIONES ELECTROPULIDO
Electrolito: 400 ml metanol + 200 ml ácido nítrico + 25 ml butilglicol
Temperatura: -15 °C
Voltaje: 4 V
Tiempo de exposición: 30 s

Tabla 2. 5. Condiciones del pulido electroquímico.

## 2.4 DIFRACCIÓN DE RADIACIÓN SINCROTRÓN.

Los experimentos para la determinación de TR, mediante difracción de radiación sincrotrón se realizaron en el sincrotrón BESSY II (*Berliner Elektronenspeicherring-Gesellschaft für Synchrotron Strahlung*), ver Figura 2.8. El anillo del sincrotrón tiene una circunferencia de 240 m y una energía nominal de los electrones de 1.7 GeV. Ofrece 24 líneas de luz para la realización de experimentos de diferente naturaleza y la caracterización de múltiples materiales.

### 2.4.1 Difractómetro EDDI

Las medidas de TR se llevaron a cabo en la línea EDDI (Energy Dispersive Diffraction), dedicada a las medidas de dispersión de energía de difracción de alta resolución y de las pocas líneas existentes especializada en medidas de tensiones residuales, textura y perfiles en profundidad de la microestructura de un material. El rango de energías de trabajo de la línea abarca desde los 5 keV hasta los 150 keV.

La técnica de medición de dispersión de energía, DE, permite la adquisición de datos de forma muy rápida, por debajo de un segundo para realizar un espectro completo, de modo que pueden llevarse a cabo experimentos con resolución temporal. Esta línea posee un software específico de evaluación de datos, desarrollados y actualizados de forma continua por el personal de EDDI que permite a los usuarios obtener resultados "instantáneos" de sus medidas. También pueden llevarse a cabo estudios in situ en condiciones de alta temperatura o carga externa aplicada, estudios de análisis de fase (cualitativos y cuantitativos), mediciones de alta resolución espacial (es posible disponer de anchuras de rendija de hasta 10 micras) y mediciones simultáneas con dos detectores. En la Figura 2.9 se muestran fotografías del difractómetro EDDI.

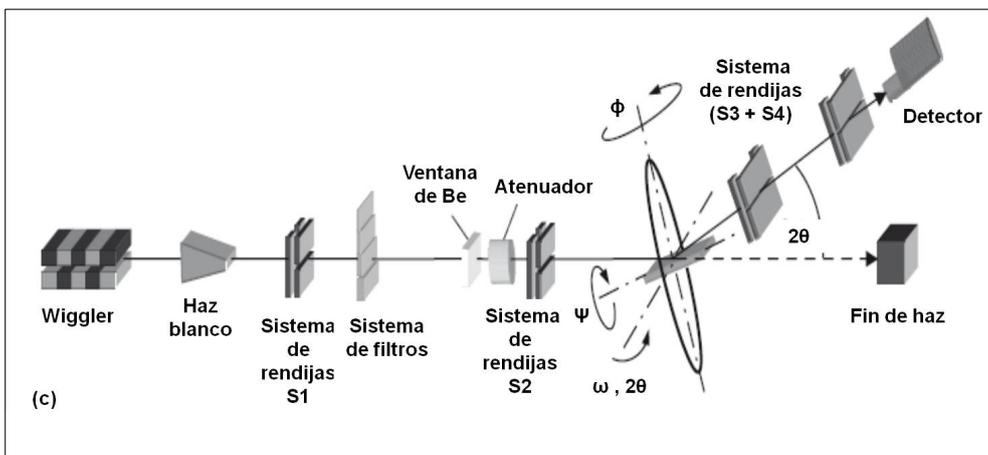
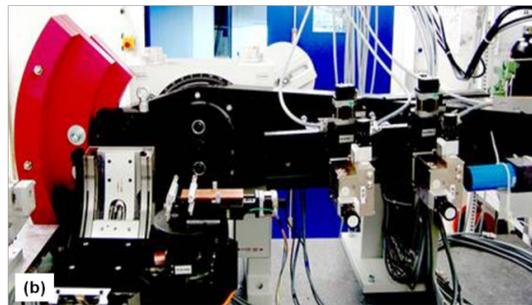
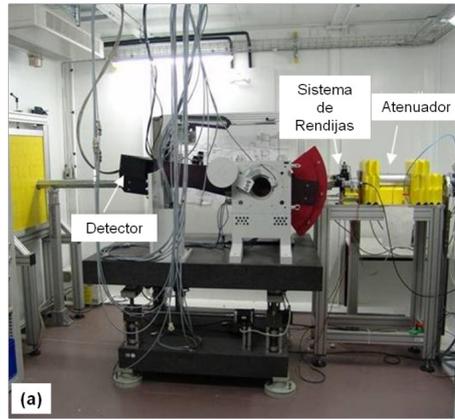
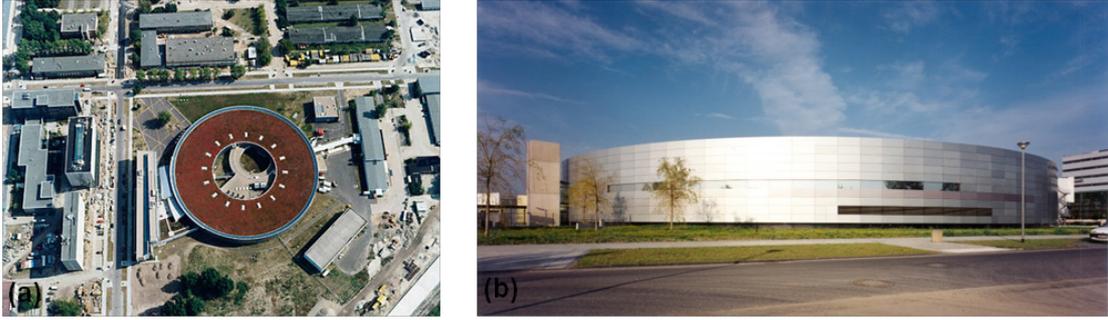


Figura 2.9 Difractor EDDI donde se han llevado a cabo las medidas. (a) Vista general de la cabina donde se encuentra ubicado (b) EDDI y (c) recorrido del haz [96].

El recorrido del haz incidente seleccionado pasa en primer lugar por un sistema de rendijas primario que define sus dimensiones. Este haz incide sobre la muestra y es difractado en múltiples direcciones diferentes en función de la familia de planos  $\{hkl\}$  responsable. El haz difractado pasa por un sistema de rendijas secundario, de anchura definida, situado a un ángulo  $2\theta$  determinado dependiendo de las reflexiones que se quieran medir. Finalmente el haz llega al detector.

El volumen que se genera entre la intersección entre el haz incidente y el difractado se conoce como volumen de medida y sus dimensiones quedan definidas por la anchura y altura de la rendija primaria, y por la anchura de la secundaria. Dicho volumen ha de ser constante durante la realización de todas las medidas, asegurándose que siempre se encuentre contenido en el interior de la muestra. Durante el experimento las dimensiones del volumen de medida utilizado fueron de  $1 \times 0.1 \times 0.08 \text{ mm}^3$ , Figura. 2.10 (b).

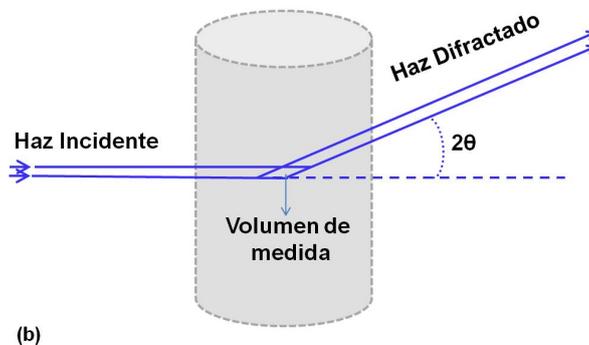
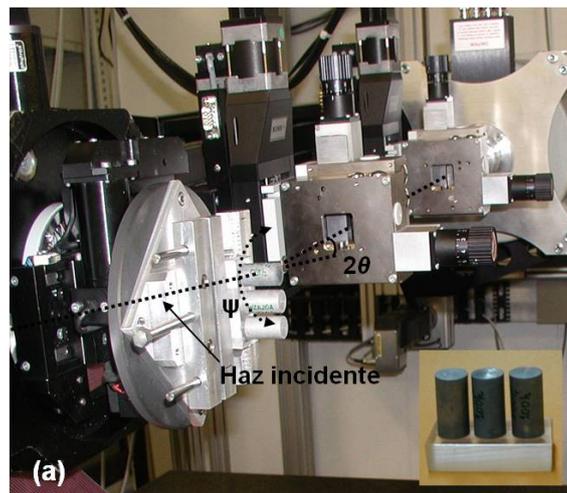


Figura 2.10. (a) Montaje experimental (b) Generación del volumen de medida en el interior de la probeta.

El modo de dispersión de energía permite detectar varios picos de difracción simultáneamente y obtener distintas reflexiones hkl para un ángulo de Bragg de  $2\theta = 6^\circ$ . Durante la realización de las medidas se han detectado varias reflexiones, pero sólo se han considerado para el análisis, las que se recogen en la Tabla 2.6. Las medidas se realizaron en modo transmisión.

(hkl)	d(hkl) (Å)	E (hkl)(keV)
111	2,3377	50,668
200	2,0245	58,506
220	1,4315	82,741
311	1,2208	97,022

Tabla 2.6. Valores de distancia interplanar y de energía para cada una de las reflexiones medidas en EDDI.

#### 2.4.2. Método del $\text{sen}^2 \Psi$

La determinación de deformaciones residuales mediante técnicas de difracción se basa en la medida del desplazamiento de los picos de difracción respecto a un valor de referencia, ver Figura 2.11.

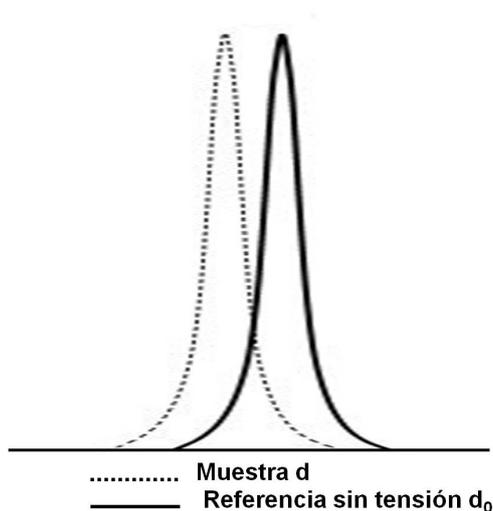


Figura 2.11 Variación de un pico de difracción perteneciente a un familia de planos {hkl} de una muestra tensionada respecto a una muestra de referencia libre de tensiones.

De esta forma es posible calcular las componentes de las deformaciones a partir de los valores de distancia interplanar  $d$  ( $hkl$ ) utilizando la expresión:

$$\varepsilon_i(hkl) = \frac{d(hkl) - d_0(hkl)}{d_0(hkl)} \quad (2.1)$$

Donde  $d$  ( $hkl$ ) es el valor de la distancia interplanar medida del material estudiado y  $d_0$  ( $hkl$ ) es el valor de referencia en una muestra libre de tensiones del mismo material.

Dado que la geometría de las muestras utilizadas es cilíndrica, se adopta un sistema de coordenadas cilíndrico en el que los ejes principales se corresponden con las direcciones principales de tensión (axial, radial y tangencial). Al hacer coincidir los ejes geométricos de la muestra con las direcciones de tensión principales se asume que no hay componentes de cizalla. Por lo tanto el tensor de deformaciones viene dado por la expresión:

$$\varepsilon_{ax,rad,tan} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{ax} & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon_{rad} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{tan} \end{pmatrix} \quad (2.2)$$

Donde  $\varepsilon_{ax}$ ,  $\varepsilon_{rad}$  y  $\varepsilon_{tan}$  son las componentes principales del tensor de deformaciones.

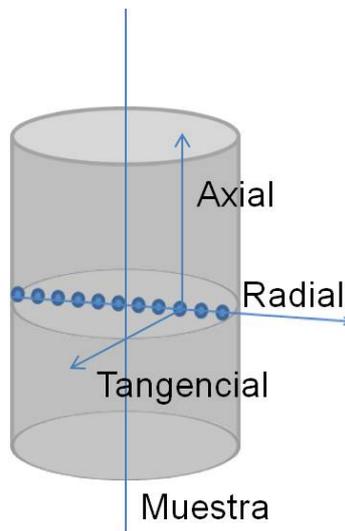


Figura 2.12 Sistema de coordenadas cilíndricas utilizado.

Las medidas de TR se realizaron a lo largo de dos ejes diametrales de las muestras a intervalos de 1,5 mm. Desde  $r=0$  hasta  $r=R$ , siendo  $R$  el radio de la muestra. Como ya se ha visto las muestras son cilíndricas de 13 mm de diámetro y 25 mm de longitud.

Para determinar las componentes de deformación principales del tensor (2.2) se utiliza el método del  $\sin^2 \Psi$  [43] [97]. Este método consiste en medir a diferentes posiciones alrededor del ángulo  $\Psi$ , formado por el eje de extrusión y el vector de difracción  $Q$ , Figura 2.13 (a). En primer lugar se miden las componentes axiales pasando por el centro y luego las radiales/tangenciales, ver Figura 2.13 (b) y 2.13 (c).

Para cada posición, se han medido 15 ángulos  $\psi$  entre  $\Psi = 0^\circ$  y  $\Psi = \pm 90^\circ$ , o lo que es lo mismo, entre  $\sin^2 \Psi = 0$  y  $\sin^2 \Psi = 1$ , girando la muestra. El tiempo de medida en cada punto fue de 50s.

Las deformaciones residuales medidas a partir de la distancia interplanar son deformaciones promedio de todos los granos, cuyos planos cristalográficos producen difracción, dentro del volumen de medida. Al trabajar con radiación sincrotrón el haz blanco permite medir simultáneamente las direcciones cristalinas de todos los granos cuyas familias de planos cristalográficos (hkl) son paralelos al vector de difracción. Por este motivo cada grano de una familia determinada de planos tiene un valor de deformación, y el valor de la deformación promedio vendrá dado por las deformaciones de todos los granos pertenecientes a una misma familia de planos cristalográficos contenidos en el volumen de medida, Figura 2.14.

La intensidad difractada para una orientación dada, se asocia a la cantidad de cristales con esa orientación. En las medidas de deformación sólo contribuyen granos con planos orientados en posición de Bragg dentro del volumen de medida, si se cambia la orientación de la muestra, difracta otra población de granos. Es decir la deformación medida se corresponde con el promedio espacial de la población de granos orientados favorablemente. Se analizaron así los planos con mayor intensidad difractada: (111), (200), (311), (220).

La deformación elástica medida puede traducirse en una expansión o en una contracción de los planos cristalinos de la red. La expansión de la red dará lugar a tensiones positivas o en tracción, y la contracción de la misma a tensiones negativas o de compresión.

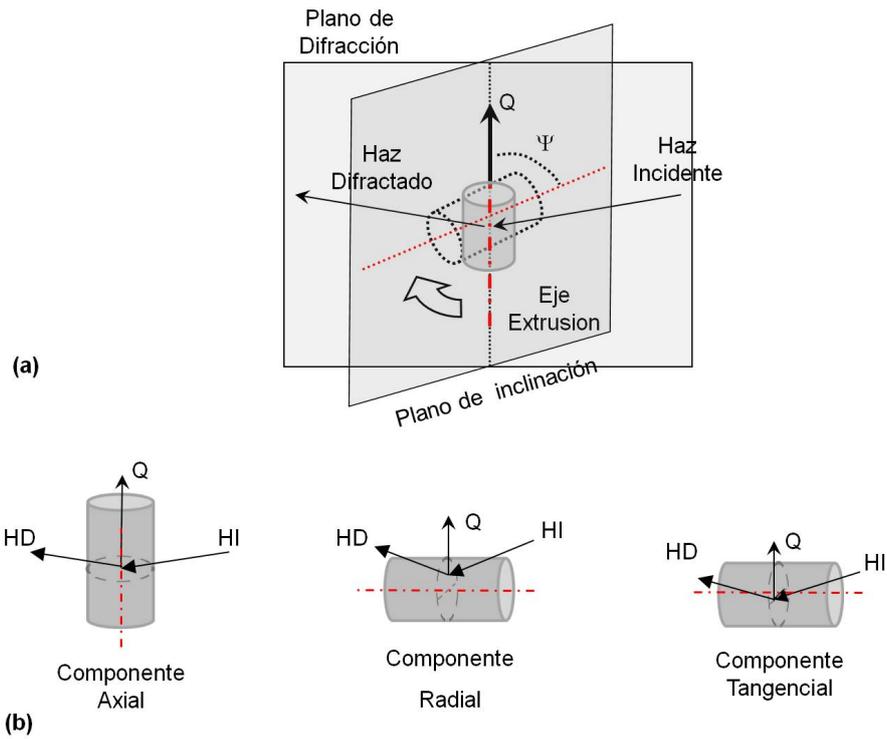


Figura 2.13. (a) Definición del ángulo  $\Psi$  formado entre el eje de extrusión y el vector de difracción,  $Q$ . (b) Posición de la muestra para determinar las componentes axiales y las componentes radiales/tangenciales.

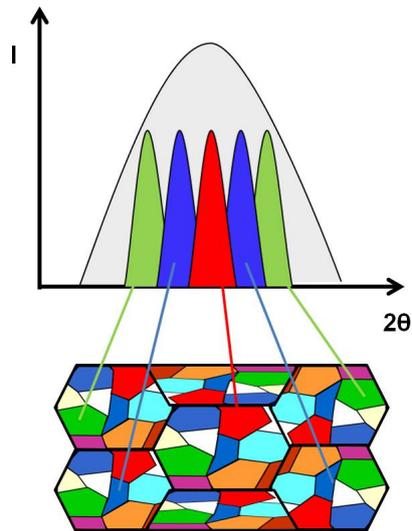


Figura 2.14 Esquema de como se genera un pico de difracción en un agregado policristalino.

Por otro lado, las medidas directas en un experimento de radiación sincrotrón son medidas de energía  $E(hkl)$ . A partir de estos valores de energía, utilizando la ley de Bragg, en modo energía dispersiva, se pueden determinar los valores de distancia interplanar, utilizando la expresión:

$$d(hkl) = \frac{hc}{2E(hkl)\text{sen}\theta} \quad (2.3)$$

Donde  $h$  es la constante de Planck,  $c$  la velocidad de la luz,  $\theta$  es el ángulo de difracción o de Bragg y  $E(hkl)$  la energía correspondiente a cada pico de difracción.

Si se representan los valores obtenidos de  $d(hkl)$  frente a  $\sin^2 \Psi$  para los distintos giros, Figura 2.15, los datos se deben ajustar a una línea recta. El comportamiento es lineal si el sistema de referencia elegido coincide con uno de los ejes principales, es decir, no hay componentes de cizalla. Suponiendo que la medida se realiza en el centro de la muestra, el valor de la distancia interatómica extrapolado en  $\text{sen}^2 \Psi = 0$  corresponde a la componente axial, mientras que en  $\text{sen}^2 \Psi = 1$ , corresponde con la componente radial y tangencial (Figuras 2.13 (b) y (c)).

En el centro de la muestra coinciden la componente radial y tangencial pero fuera del centro de las probetas, las componentes radial y tangencial no son iguales. Por esto, se realizaron dos barridos a lo largo de dos ejes diametrales perpendiculares para calcular el valor de dichas componentes fuera del centro. Al trabajar en simetría cilíndrica el valor de cada una de las componentes proviene de puntos equivalentes a lo largo de los ejes diametrales perpendiculares [25].

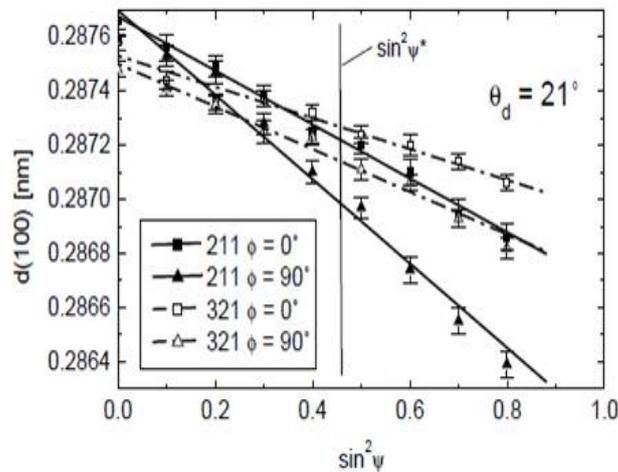


Figura 2.15 Distancia interplanar  $d(100)$  frente a  $\sin^2 \Psi$  [98].

Posteriormente, a partir de las deformaciones, es posible obtener el valor de las tensiones residuales totales TRT aplicando ecuación de Hooke generalizada según la ecuación

$$\sigma_i^{\text{TOTAL}} = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} [(1-\nu)\varepsilon_i + \nu(\varepsilon_j + \varepsilon_k)] \quad (2.4)$$

Que relaciona la tensión total residual, a lo largo de la dirección  $i$  con los tres términos de deformación,  $\varepsilon_i$ ,  $\varepsilon_j$  y  $\varepsilon_k$ , a través del módulo de Young  $E$  y el coeficiente de Poisson,  $\nu$ . Se definen las constantes  $A$  y  $B$  en función de las constantes elásticas del material como:

$$A = \frac{E(1-\nu)}{(1+\nu)(1-2\nu)} \quad (2.5)$$

$$B = \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} \quad (2.6)$$

Expresando la ecuación (2.4) en función de  $A$  y  $B$ , la ley de Hooke adquiere la forma

$$\sigma_{ax}^{\text{TOTAL}}(hkl) = A \varepsilon_{ax}(hkl) + B(\varepsilon_{rad}(hkl) + \varepsilon_{tan}(hkl)) \quad (2.7)$$

De esta forma se determinarán tanto las deformaciones como las tensiones totales. En ambos casos se utilizará como valor de referencia de partida,  $d_0(hkl)$  el obtenido a partir de polvos de la aleación 2014Al en estado de tratamiento T4 (similar al de las muestras cilíndricas de la aleación en el estado inicial).

### 2.4.3 Valor de referencia $d_0$ en muestras de polvo de 2014Al

La elección del material de referencia es uno de los puntos críticos en el estudio de TR mediante técnicas de difracción. No existe un material de referencia ideal, y aquellos que se aproximan a la idealidad son muy difíciles de obtener debido a las diferencias microestructurales, entre la referencia y el material objeto de estudio.

Para llevar a cabo los tratamientos térmicos en las muestras de polvo, estos se introdujeron en un tubo cilíndrico de aluminio, en el que mediante un sistema de vacío se extrajo el aire, para evitar la oxidación y se introdujo helio, debido a sus buenas

propiedades como conductor térmico. De esta forma se garantiza que el tratamiento térmico del polvo sea lo más efectivo y homogéneo posible. Posteriormente se selló el tubo, con el polvo en la atmósfera de helio en su interior, y se realizaron los tratamientos térmicos de solubilización y temple para alcanzar el estado de precipitación T4 descritos en la sección 2.2 de este capítulo.

Las muestras de polvo se introdujeron en viales de vidrio cilíndricos, para evitar posibles efectos geométricos, y se midió la distancia interplanar  $d_0$  (hkl) para las familias de planos {311}, {111}, {200} y {220} utilizando la técnica del  $\text{sen}^2\Psi$ . En este caso sólo se midieron 10 ángulos  $\Psi$  para una única posición en el interior de la muestra. En la Figura 2.16 se muestra el dispositivo de vacío y el horno vertical donde se realizaron los tratamientos térmicos del polvo de 2014Al. También se muestra el vial de vidrio donde se depositaron para llevar a cabo las medidas de distancia interplanar mediante difracción de radiación sincrotrón.

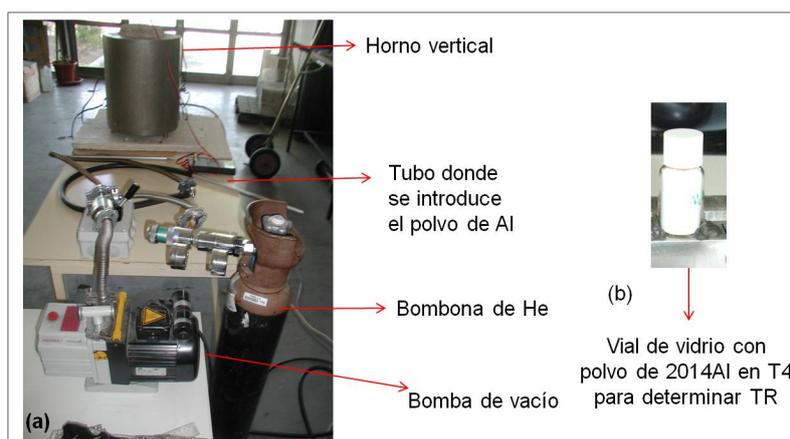


Figura 2.16 (a) Dispositivo de vacío para la preparación del polvo 2014Al y horno vertical para el tratamiento térmico de solubilización. (b) Vial de vidrio con polvo de 2014Al en T4 donde se hicieron las medidas para determinar el valor de referencia  $d_0$  (hkl) libre de tensiones.

## 2.5 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA

### 2.5.1 Ensayos de dureza

La evolución del endurecimiento por precipitación se caracterizó mediante medidas de macro dureza Vickers utilizando una carga de 20Kg (HV20) durante un tiempo de 15 s con un durómetro UAE/020 según la norma UNE-EN ISO 6507-1. Los ensayos se realizaron aplicando la carga en dirección longitudinal a la dirección de extrusión.

Se realizaron tras distintos tiempos de tratamiento isotérmico de envejecimiento en baño de arena a 200°C hasta completar 400 horas, después de un tratamiento de solución sólida a 530°C durante 2h y temple en agua a temperatura ambiente. Este procedimiento se llevó a cabo en muestras de la aleación 2014Al de partida, es decir en muestras extraídas de los cilindros extruidos de 38 mm de diámetro. La preparación de muestras consistió en desbaste y pulido convencionales hasta 1  $\mu\text{m}$ .

### 2.5.2 Ensayos de tracción

Los ensayos de tracción se realizaron en una máquina universal de ensayos Servosis ME-405 de 100kN empleando una velocidad de deformación inicial de  $10^{-4}\text{s}^{-1}$  y una celda de carga de 50 kN. Las probetas de tracción se mecanizaron a partir de las barras extruidas de 38 mm de diámetro. Las probetas eran cilíndricas, con cabeza roscada, de 10 mm de longitud y 3mm de diámetro en la zona calibrada. Se mecanizaron las probetas en dos direcciones respecto a la dirección de extrusión (de la barra original de 38 mm) longitudinal y transversal.

A partir de los ensayos se determinó el límite elástico de la aleación, calculado como el valor de tensión en la intersección entre la curva de tracción y la línea paralela a la parte lineal (elástica), para un valor de deformación de 0,2 %. Se muestra una imagen de la máquina de tracción y de las probetas de tracción mecanizadas en la Figura 2.17.



Figura 2.17 (a) Máquina de ensayos universal Servosis ME-405 (b) Imagen de las probetas de tracción mecanizadas con respecto a la dirección de extrusión de las barras AR en configuración longitudinal y transversal.



## CAPÍTULO 3

---

### RESULTADOS

---



### 3.1 CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL

En esta sección se presentan los resultados de la microestructura de los materiales re-extruidos: los que se han caracterizado mediante difracción de radiación sincrotrón para determinar el estado de tensiones residuales.

#### 3.1.1 Microscopía Electrónica de Barrido, MEB

En la Figura 3.1 se muestran las micrografías obtenidas mediante MEB del material re-extruido, correspondientes a una sección longitudinal y transversal de la muestra.

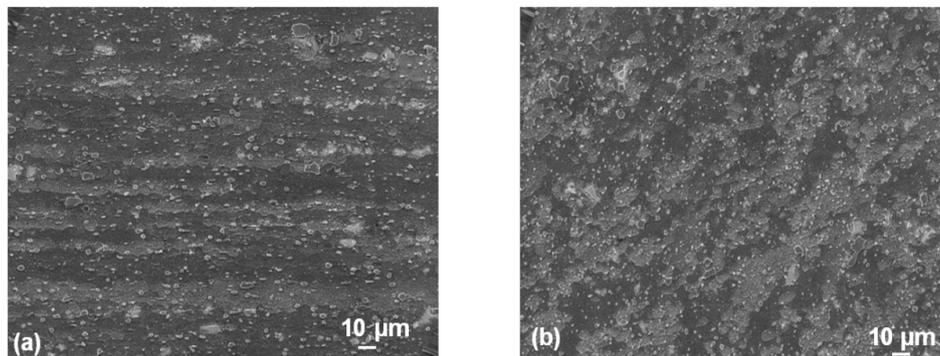


Figura 3.1 Microestructura de la aleación 2014Al (a) sección longitudinal (b) sección transversal.

Los granos se alargan en la dirección de extrusión como se observa en la Figura 3.1(a) y su forma puede considerarse equiaxial si se observan en la sección transversal a la dirección de extrusión, Figura 3.1 (b). Se evidencia la presencia de precipitados en la microestructura que se asientan mayoritariamente en las fronteras de grano. La mayoría de estos precipitados son intermetálicos  $\text{Al}_2\text{Cu}$ , de estructura tetragonal, con forma aproximadamente esférica y de pocas micras de diámetro [99].

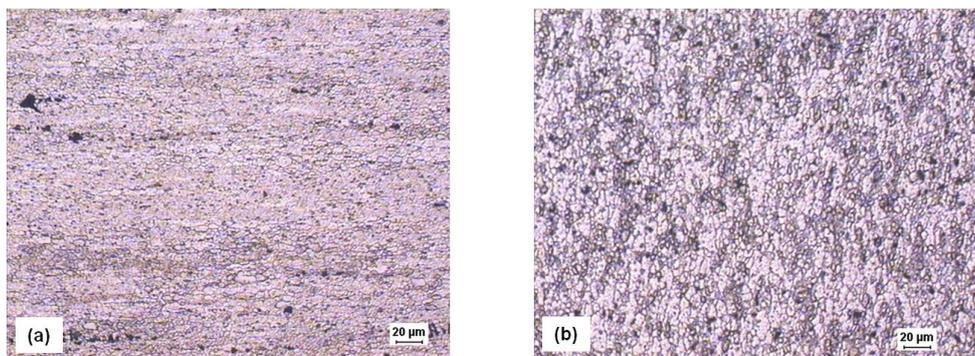


Figura 3.2 Micrografías ópticas de la aleación re-extruida 2014 Al (a) longitudinal (b) transversal.

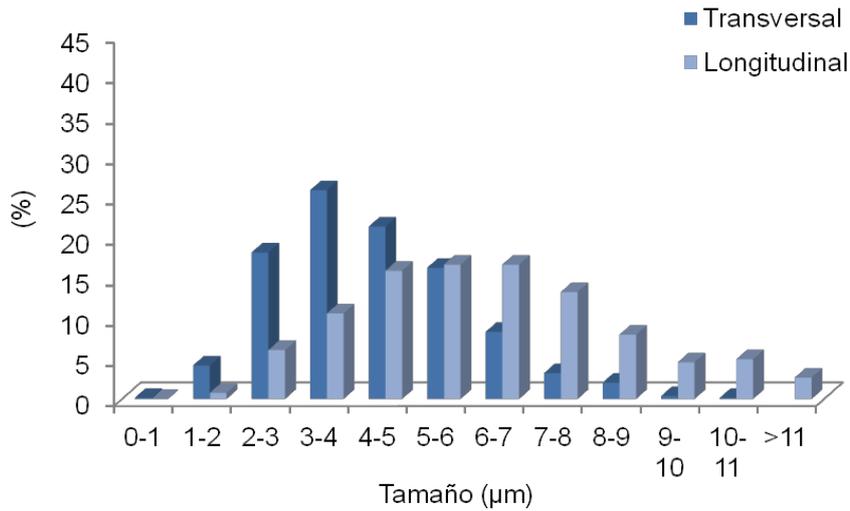


Figura 3.3 Histogramas de tamaño de grano para secciones longitudinal y transversal de la aleación 2014Al.

Los histogramas de tamaño de grano, al igual que las micrografías muestran que el tamaño de grano medio de la aleación es de 3,3 μm en la dirección transversal y 4,3 μm en la dirección longitudinal, con una relación de aspecto aproximada de 1,7.

### 3.1.2 Difracción de rayos X. Textura.

La figura inversa de polos de la muestra re-extruida de la aleación 2014Al se presenta en la Figura 3.4.

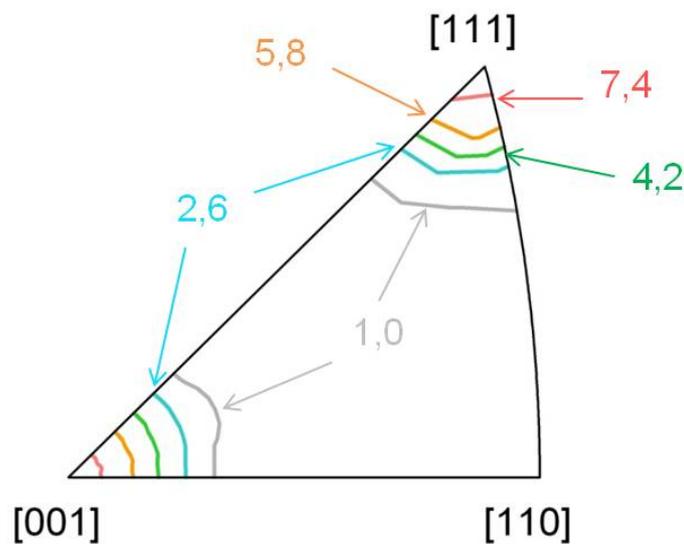


Figura 3.4. Figura de polos inversa mostrando la textura de la muestra re-extruida de la aleación 2014Al. El valor máximo de las componentes [111] y [100] es de 7,4.

Durante el proceso de extrusión, el material ha alcanzado una textura de fibra que se caracteriza porque los cristales se orientan con una dirección cristalográfica común al eje de extrusión, pero quedan rotados aleatoriamente alrededor del mismo [100]. Las componentes de textura con intensidad máxima son las componentes [111] y [100]. Ambas componentes se corresponden con la dirección paralela a la dirección de extrusión. La fracción en volumen de las componentes [111] y [100] son las mayoritarias en el promedio global de toda la muestra, Tabla 3.1

La información relativa a la textura de la matriz y a la fracción en volumen de cada componente de textura se obtiene a partir de la función de distribución de orientaciones, FDO. En el presente estudio la FDO se calculó a partir de las figuras de polos correspondientes a las familias de planos {111}, {200}, {311} y {220} ver Figura 3.5.

El número de figuras de polos óptimo para el cálculo de la FDO depende tanto de la simetría cristalina como de la intensidad de la textura del material. Para un sistema cúbico como el caso del aluminio por lo general la FDO se calcula a través de las figuras de polos [101].

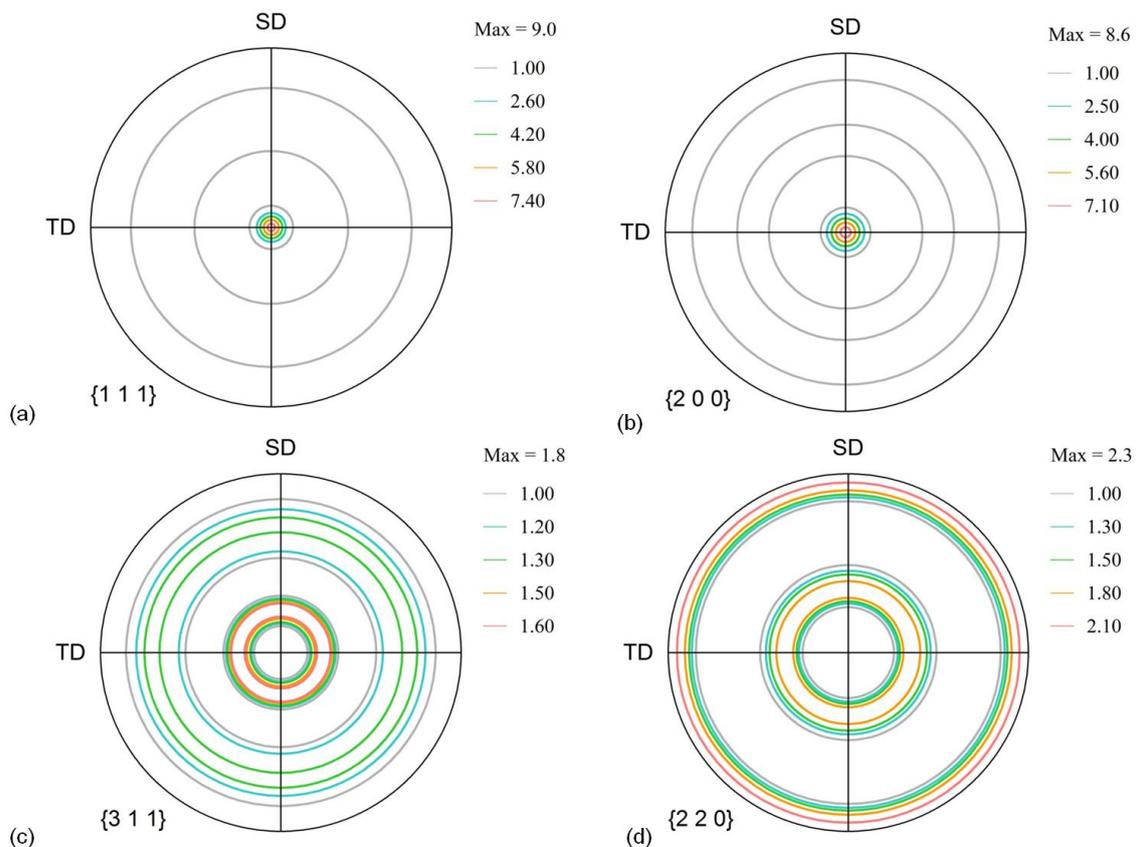


Figura 3.5. Figuras de polos para las cuatro familias de planos analizadas.

En la Tabla 3.1 se representan las fracciones en volumen de asociados a las orientaciones preferenciales. Se han estudiado cuatro componentes: [111], [200], [311] y [220]. Cada una de las componentes de textura analizada está formada por granos cuya posición e intensidad se refleja en la figura inversas de polos mientras que su la fracción en volumen,  $F_v$ , se obtiene integrando la FDO [102].

Fracción en volumen, $F_v$	
(311)	0,13
(111)	0,37
(200)	0,39
(220)	0,07
Al azar	0,04

Tabla 3.1 Fracciones en volumen para cada orientación analizada.

Se ha obtenido una fracción en volumen de granos orientados al azar de 0,04. Debido a que es un valor muy bajo, se le ha asignado su porcentaje a la componente de textura [200]. Atendiendo a la posición de las componentes en el triángulo estereográfico, la [200] es la componente más cercana.

### 3.1.3 Difracción de electrones retrodispersados. Microtextura

Los mapas de orientaciones en probetas extraídas del centro y a 5 mm del centro de la barra re-extruida se muestran en la Figura 3.6. De esta forma se puede estudiar el gradiente microestructural que resulta de los tratamientos termomecánicos a los que ha sido sometido el material.

Los mapas de orientaciones aportan información adicional de cómo se distribuyen los granos en el material. En la Figura 3.6 (a), se observa cómo los granos con la misma orientación cristalográfica se agrupan, siendo mayoritarios los granos con orientación [111] (azules) con respecto a los orientados según [200] (rojos). Las componentes de textura predominante en el centro de la muestra son la [111] y la [200], ambas se atenúan a medida que se alejan del mismo. Por el contrario, las componentes [311] y [220] prácticamente no se dan en el centro y sí cerca de la superficie de la barra. Este hecho, pone de manifiesto el gradiente microestructural que presenta la muestra.

Los resultados de la microtextura que resultan de los mapas de orientaciones son consistentes con los de la macrotextura descrita por la figura de polos inversa y las figuras de polos, Figuras 3.4 y 3.5.

Después del proceso de re-extrusión las componentes de la textura de fibra no cambian con respecto a la barra original, pero están mejor definidas. Los máximos de intensidad se hacen más pronunciados sobre todo en el centro de la muestra.

Las direcciones cristalográficas reconocidas (indexación) fueron, aproximadamente, de un 85% del área medida, quedándose sin indexar algunas zonas correspondientes con fronteras de grano. El software permite corregir los puntos no indexados reemplazándolos por orientaciones afines con las de sus granos vecinos, hasta una indexación del 100 %. Los mapas que se muestran en la Figura 3.6, se han tratado teniendo en cuenta que algunas de las fronteras no definidas se corresponderían a fronteras de muy bajo ángulo,  $2^\circ$ , que no se han considerado en el tratamiento de estos mapas de orientaciones.

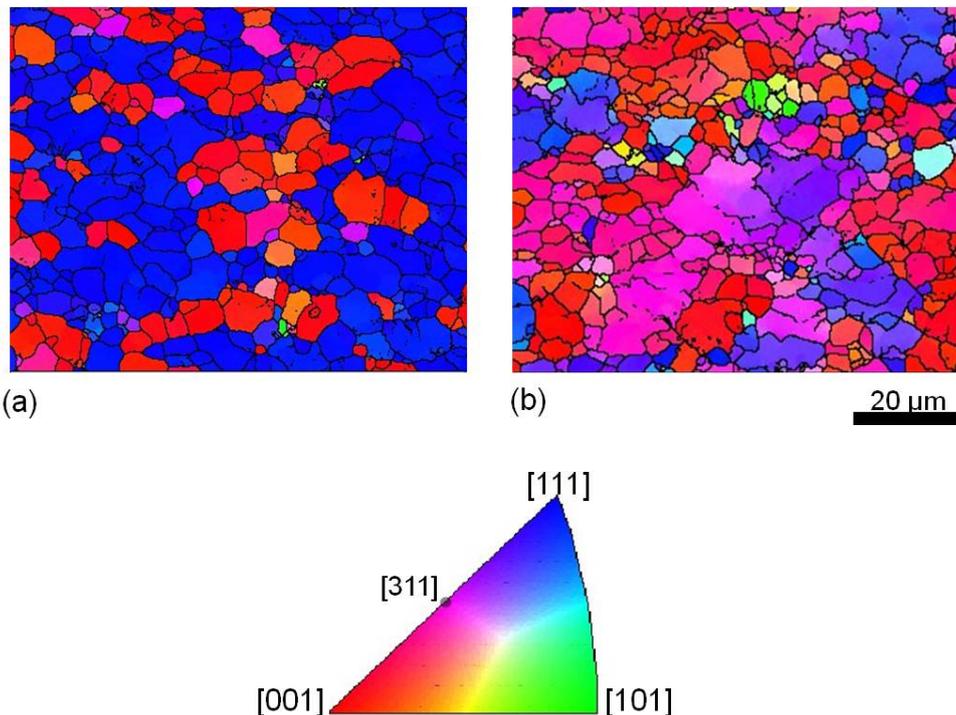


Figura 3.6. Mapa de orientaciones de la aleación 2014Al (a) en el centro de la barra (b) a una distancia de 5 mm del centro.

### 3.2 CARACTERIZACIÓN MECÁNICA

#### 3.2.1 Ensayo de Dureza Vickers. Curva de Envejecimiento.

En la Figura 3.7 se muestran la curva de envejecimiento para la aleación 2014Al donde se representa la evolución de la dureza del material con el tiempo de tratamiento térmico. Cada uno de los valores de dureza Vickers representado se corresponde con el valor promedio de cuatro indentaciones sobre la muestra. Las indentaciones se han hecho abarcando toda el área de la muestra en cada uno de los estados de tratamiento térmico a 200°C (T4, 1h, 1h 30 min, 2h, 3h,... hasta alcanzar las 400 h de tratamiento).

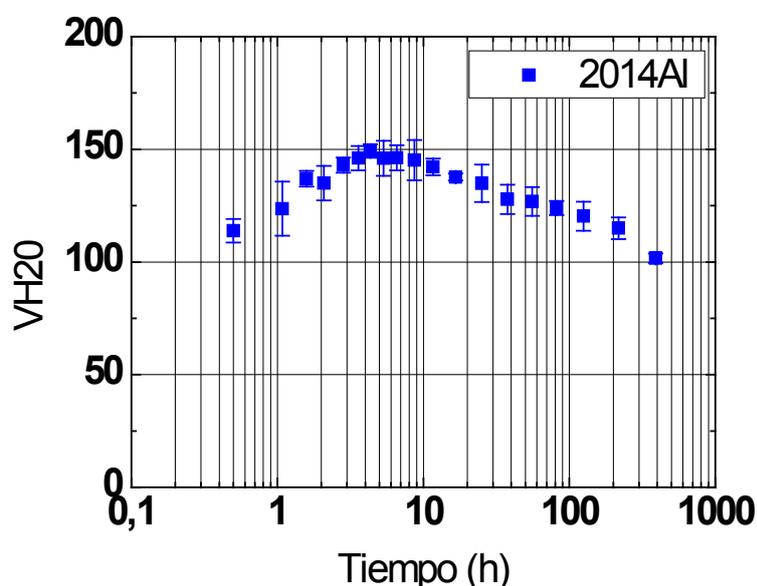


Figura 3.7 Evolución de la dureza con el tiempo de envejecimiento a 200°C después de un tratamiento de solubilización (530°) y temple (en agua a temperatura ambiente).

Se observa un aumento progresivo de la dureza hasta alcanzar las 4 horas de tratamiento y una disminución a partir de entonces, después de haber alcanzado el valor máximo de dureza (149 VH20). La dispersión media en los resultados es de  $\pm 3\text{VHN}$ . La baja dispersión en las medidas se atribuye a la homogeneidad de la microestructura de la muestra a nivel macroscópico. Los ensayos de dureza sólo se llevaron a cabo en muestras AR. El objetivo es estudiar la evolución de la dureza con el tiempo, y el comportamiento que describe la curva de envejecimiento es igual en el caso de las muestras AR y re-extruidas ya que el fenómeno de precipitación no se ve alterado por el hecho de re-extruir la barra original. Para el caso de las muestras re-

extruidas se obtendrían valores de dureza más altos según la relación de Hall-Petch [103] (el tamaño de grano disminuye  $1 \mu\text{m}$  según los resultados obtenidos en los grano, Figura 3.3), pero la cinética de precipitación y, por tanto, la variación con el tiempo de la dureza es similar para la barra extruida y re-extruida.

### 3.2.2 Ensayos de Tracción.

Los resultados de los ensayos de tracción uniaxial para la evaluación de las propiedades mecánicas se muestran en la Figura 3.8.

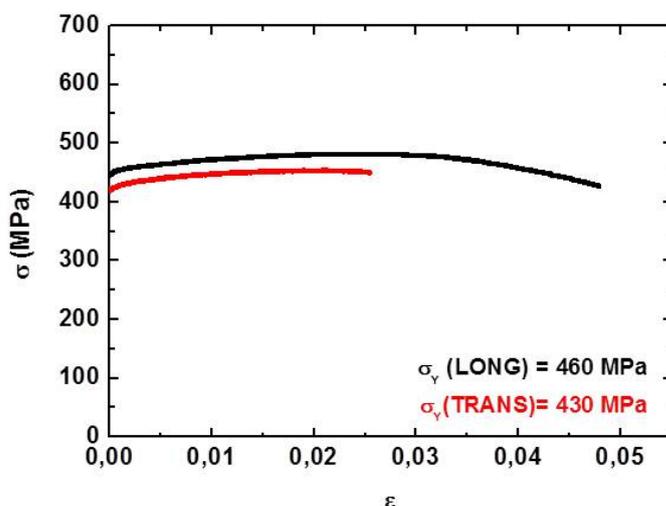


Figura 3.8 Curvas de tensión - deformación ingenieril para la aleación 2014Al en configuración longitudinal y transversal respecto al eje de extrusión de la barra original.

A partir de los ensayos de tracción es inmediato determinar el límite elástico de la aleación monofásica. El límite elástico es una de las propiedades más sensibles a la dirección de ensayo. El hecho de inducir una textura de fibra en el material mejora las propiedades mecánicas en esa dirección de ahí a que el valor longitudinal del límite elástico (paralelo a la dirección de extrusión) es mayor que el obtenido en la dirección transversal, Tabla 3.2. Sin embargo, es necesario obtener un valor del límite elástico de cada conjunto de granos con igual orientación (cristal) dentro del policristal.

LÍMITE ELÁSTICO	LONGITUDINAL	TRANSVERSAL
$\sigma_y$ (MPa)	460	430

Tabla 3.2 Valores del límite elástico,  $\sigma_y$ , en MPa

### 3.3 DEFORMACIONES RESIDUALES

Durante los procesos termomecánicos de extrusión y temple se genera una distribución no uniforme de deformaciones residuales en el interior del material. Estas deformaciones se traducen en una expansión o en a una contracción de los planos cristalinos de la red. La expansión de la red dará lugar a tensiones positivas o en tracción, y la contracción de la misma a tensiones negativas o en contracción.

Para calcular las deformaciones residuales es necesario disponer de un valor de referencia libre de tensiones a través de la expresión (2.1). Para la caracterización de la tensión residual macroscópica basta con un único valor de referencia que sea representativo del material. El hecho de que la deformación no se produce de igual forma para las distintas direcciones de la red cristalina indica que es necesario disponer de un valor de referencia para cada plano cristalográfico si se quieren determinar las deformaciones y tensiones residuales. Para la obtención del valor de referencia  $d_0$  (hkl) libre de tensiones macro y microscópicas se ha optado por comenzar con el valor suministrado por polvos de la aleación 2014Al en estado de precipitación T4. En el siguiente apartado se resume el método de medida así como los resultados obtenidos del  $d_0$  (hkl) para cada plano.

#### 3.3.1 Determinación del parámetro $d_0$ (hkl) libre de tensiones: Método del polvo

Este método permite disponer de un valor de referencia libre de tensiones macroscópicas y microscópicas en muestras de polvo de la misma aleación del que está fabricado el material a estudiar. Para ello se ha empleado la técnica del  $\text{sen}^2\psi$ . El polvo de 2014Al es una muestra policristalina sin una orientación preferente (sin textura) donde cada uno de sus cristales individuales y consecuentemente sus planos están distribuidos en todas las direcciones del espacio con igual probabilidad. Por este motivo, en el caso del polvo únicamente es necesario realizar las medidas de  $\text{sen}^2\psi$  en una única dirección. En el presente trabajo se ha considerado la dirección axial, rotando la muestra alrededor del eje de extrusión. Los barridos realizados constaron de 10 ángulos  $\psi$  para cada posición de la muestra con un incremento de 10 grados entre cada uno de ellos. Por lo tanto el valor de referencia  $d_0$  (hkl) será el promedio de las 10 medidas realizadas. La Figura 3.9 recoge los resultados de la distancia interplanar para los planos {311}, {111}, {200} y {220}.

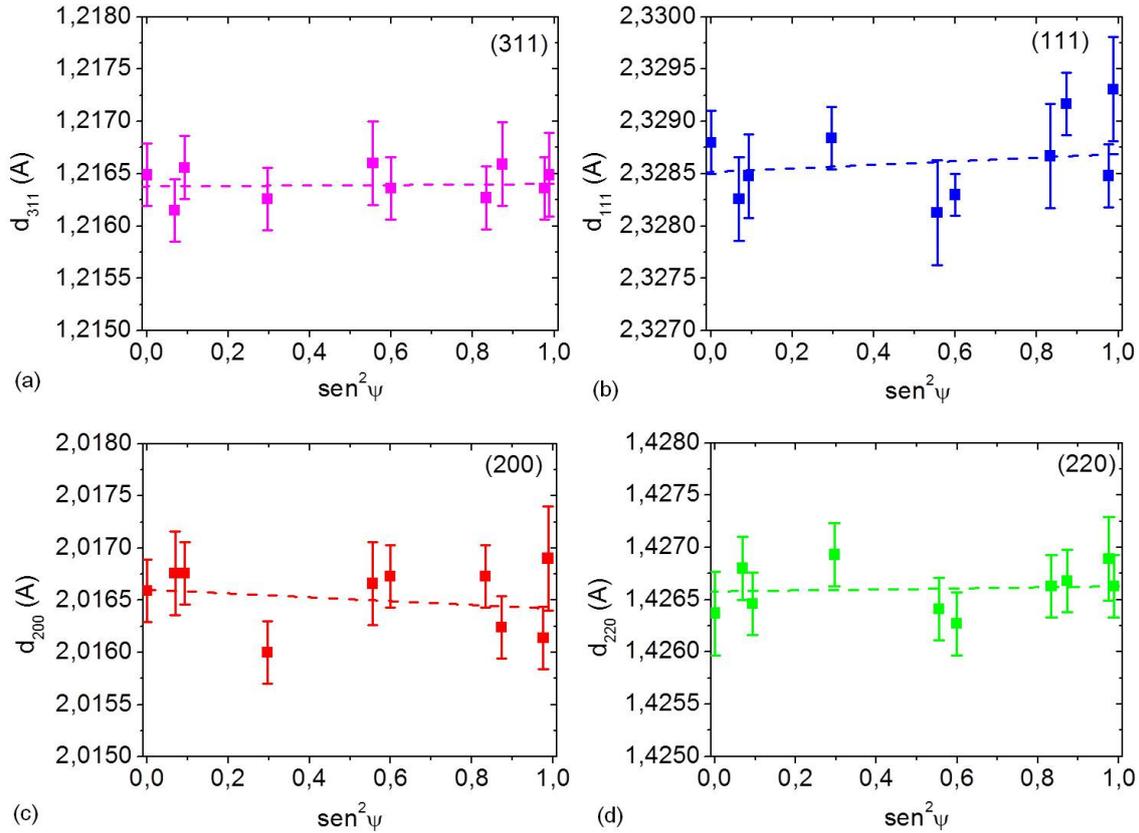


Figura 3.9 Respuesta lineal de  $d_0$  (hkl) frente al  $\text{sen}^2\psi$  para los planos {311}, {111}, {200} y {220}.

Los resultados muestran una respuesta lineal de la distancia interplanar frente al  $\text{sen}^2\psi$  que da cuenta de que el material de referencia no presenta componentes de tensión de cizalla. Adicionalmente, es necesario obtener un comportamiento horizontal de  $d_0$  (hkl) frente al  $\text{sen}^2\psi$  que se corresponde con un estado libre de tensiones en las direcciones principales. Se extrae de los resultados de la Figura 3.9 que la muestra de polvo estudiada puede considerarse como una referencia válida para el cálculo de deformaciones residuales. En el caso de los planos {200} y {311} el comportamiento es totalmente lineal; la ligera pendiente que se observa en el caso de los planos {111} y {220} es debida a la dispersión de los datos, lo que se manifiesta claramente en las barras de incertidumbre asociadas a cada punto medido.

En la Tabla 3.3 se resumen los valores promedio del parámetro  $d_0$  (hkl) para cada plano y el incremento, en valor absoluto, de  $d_0$  (hkl) entre  $\text{sen}^2\psi=1$  y  $\text{sen}^2\psi=0$ .

	(311)	(111)	(200)	(220)
$d_0$ (hkl) (Å)	$1,2164 \pm 3 \cdot 10^{-4}$	$2,3286 \pm 4 \cdot 10^{-4}$	$2,0166 \pm 3 \cdot 10^{-4}$	$1,4266 \pm 3 \cdot 10^{-4}$
$ \Delta d_0 $ (hkl) (Å)	$1,00 \cdot 10^{-4}$	$3,73 \cdot 10^{-4}$	$3,53 \cdot 10^{-4}$	$3,13 \cdot 10^{-4}$

Tabla 3.3 Valores del parámetro de referencia  $d_0$  (hkl) obtenidos a través del método del polvo para cada plano estudiado. Se muestran las deformaciones debidas al incremento dado por la diferencias de  $d_0$  en  $\text{sen}^2\psi = 1$  menos  $d_0$  en  $\text{sen}^2\psi = 0$  para cada plano.

La obtención de un valor de referencia libre de tensiones es crucial en el análisis de las deformaciones y tensiones residuales mediante técnicas de difracción. Distintos trabajos en la literatura determinan que un error de 0,01% en la medición de  $d_0$  da lugar a un aumento significativo (de hasta 1000  $\mu\epsilon$ ) en el cálculo de deformación [56], [62]. Se extrae de los resultados de la Tabla 3.3, que los valores de referencia obtenidos tienen una incertidumbre asociada un orden de magnitud más pequeño, por debajo del cual, el valor de referencia induce valores de 1000  $\mu\epsilon$  en las medidas de deformación. Si se calcula la deformación equivalente para cada plano dada por el valor de  $\Delta d_0$ , Tabla 3.4, se tiene que los valores de  $d_0$  (hkl) se corresponden con valores libres de deformaciones ya que son del orden de  $10^{-5}$ - $10^{-4}$ . Se considera que el valor de referencia es válido para calcular las deformaciones y tensiones residuales totales.

	(311)	(111)	(200)	(220)
$\epsilon$ (equivalente)	$8,22 \cdot 10^{-5}$	$1,59 \cdot 10^{-4}$	$1,74 \cdot 10^{-4}$	$2,17 \cdot 10^{-4}$

Tabla 3.4 Valores de la deformación equivalente, dadas por  $\Delta d_0$  para cada plano.

Sustituyendo los valores de  $d_0$  (hkl) para cada plano en la expresión que define la distancia interplanar dada, para una estructura cúbica, por la ecuación:

$$d_0(hkl) = \frac{a_0}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3.1)$$

Se obtiene que el valor del parámetro de red,  $a_0$  es, como era de esperar, constante independientemente del plano considerado, Tabla 3.5. Resultado que aporta consistencia a los valores de  $d_0$  (hkl) obtenidos mediante el método del polvo porque describen una estructura cúbica como es para el aluminio.

	(311)	(111)	(200)	(220)
$d_0$ (hkl) (Å)	$1,2164 \pm 3 \cdot 10^{-4}$	$2,3286 \pm 4 \cdot 10^{-4}$	$2,0166 \pm 3 \cdot 10^{-4}$	$1,4266 \pm 3 \cdot 10^{-4}$
$a_0$ (hkl) (Å)	$4,0344 \pm 3 \cdot 10^{-4}$	$4,0333 \pm 4 \cdot 10^{-4}$	$4,0331 \pm 3 \cdot 10^{-4}$	$4,0351 \pm 3 \cdot 10^{-4}$
$\langle a_0 \rangle \quad 4,0340 \pm 5 \cdot 10^{-5}$				

Tabla 3.5 Parámetro de red obtenido para los polvos de la aleación 2014Al.

El parámetro de red obtenido es de  $4,034 \pm 5 \cdot 10^{-5}$  Å. El valor tabulado en la literatura del parámetro de red para el Al puro es de  $4.045 \pm 2 \cdot 10^{-5}$  Å [104]. La diferencia entre estos valores radica en la presencia de átomos de cobre propia de la aleación 2014Al, Tabla 2.1, que provoca una disminución del parámetro de red del aluminio [58]. El parámetro de red se modifica en función del contenido de algunos elementos aleantes [105].

### 3.3.2 Distribución de las deformaciones residuales.

El proceso de extrusión impone una fuerte textura de fibra en la dirección axial de la muestra y un gradiente microestructural en las direcciones perpendiculares radial y tangencial. Ambas características establecen la distribución espacial de las deformaciones residuales. El posterior proceso de temple, al que se han sometidos las muestras cilíndricas, mantienen la misma distribución espacial de las deformaciones residuales. Por este motivo, teniendo en cuenta la simetría impuesta por el proceso de conformado y del tratamiento térmico, se midió la distancia interplanar en distintos puntos a lo largo del diámetro de la las muestras. En cada uno de esos puntos se

midieron las componentes axial, radial y tangencial del espaciado interplanar, correspondientes a las direcciones principales de las muestras. En la Figura 3.10 se muestran los perfiles de las deformaciones residuales totales en función de la distancia al centro de la muestra. Las gráficas muestran la variación de las componentes principales de deformación a lo largo del diámetro de la muestra. Se trata de perfiles parabólicos de deformación, típicos de muestras sometidas a tratamientos termomecánicos de extrusión y temple [65] [106].

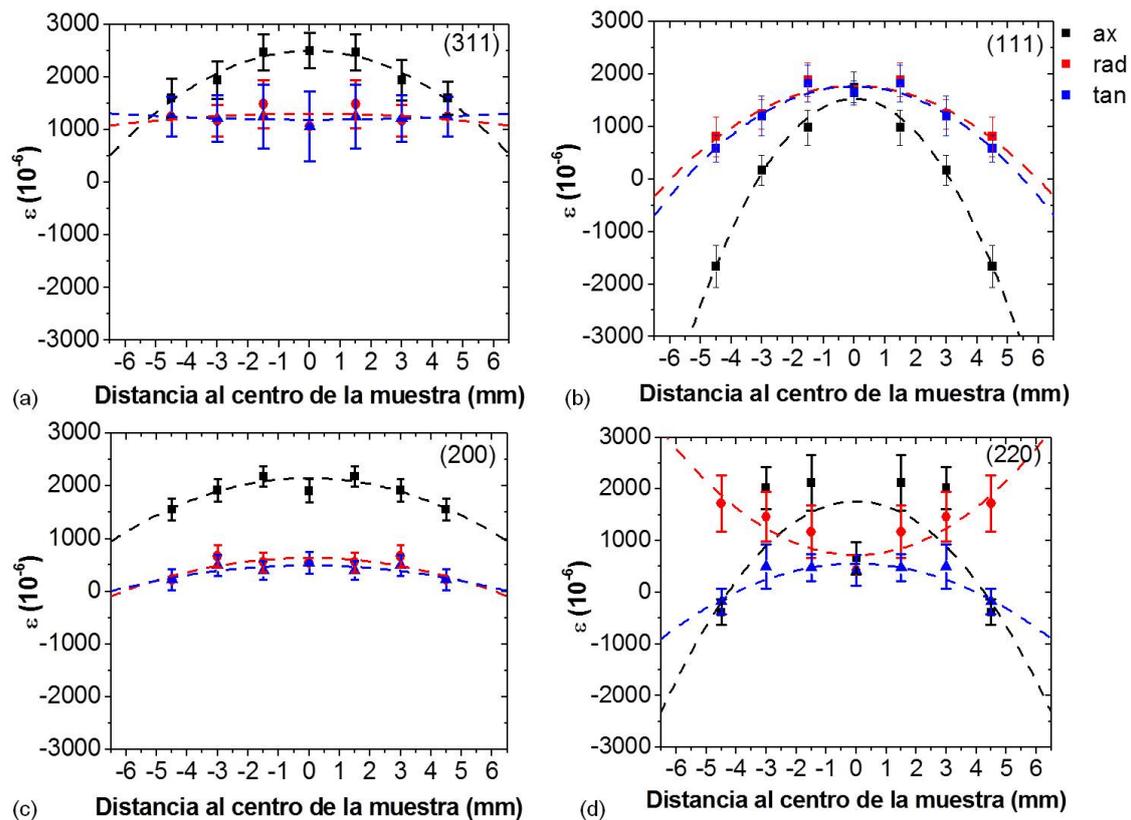


Figura 3.10 Perfiles de deformación totales para las tres componentes espaciales axial, radial y tangencial y para los planos estudiados en estado de tratamiento T4.

Se observa, para todo los planos, un gradiente de las deformaciones por el efecto del temple: en tracción en el centro y a compresión en la superficie. El tratamiento térmico de temple provoca una expansión de la red cristalina en el centro y una contracción de la misma cerca de la superficie para todos los planos analizados. En todos los casos el perfil parabólico más pronunciado es el de la componente axial, es el perfil que presenta una parábola con mayor curvatura. Este comportamiento pone de manifiesto un intenso carácter deviador sobre dicha componente. La extrusión, el temple y la

geometría cilíndrica de la muestra favorecen que la componente de deformación más pronunciada sea la axial. La componente axial es paralela al eje de extrusión y es la dirección en la que se alinean los granos según los resultados de macrotextura obtenidos.

Los perfiles de las componentes radial y tangencial también describen un comportamiento similar y el valor de la deformación en el centro coincide para los cuatro planos. La excepción a dicho comportamiento se da en los planos {220}.

El valor de la deformación en el centro coincide, pero el perfil parabólico de la componente radial es cóncavo y el de la componente tangencial convexo. Esta discrepancia se atribuye a los errores asociados a los valores que describen el perfil de la componente radial del plano {220}, ver Figura 3.10 (d).

Las diferencias en los perfiles de deformación parabólicas para cada uno de los planos estudiados son debidas a la diferencia entre sus propiedades mecánicas. El perfil de deformación parabólico del {311}, al igual que el del {200}, no es tan pronunciado como los de los planos {111} y {220}. Esta diferencia se atribuye a que las propiedades mecánicas varían para cada conjunto de granos con distinta orientación cristalográfica. Atendiendo al valor de las propiedades mecánicas según la orientación se dividen los granos en blandos y duros como se verá a lo largo del capítulo.

### **3.4 TENSIONES RESIDUALES TOTALES**

#### **3.4.1 Constantes Elásticas de Difracción**

Las medidas de difracción en materiales policristalinos se realizan sobre un volumen de medida que contiene un gran número de granos. Por este motivo las deformaciones internas medidas son valores promedio para cada plano cristalográfico. Para poder determinar la tensión residual a partir de estos valores de deformación promedio es necesario calcular el valor de las constantes elásticas específicas para cada orientación medida ya que dependen del plano (hkl).

Las constantes elásticas, CE, se calcularon utilizando el modelo de elasticidad lineal de Hill [63], [107], [108], que establece un valor promedio de las mismas entre un límite superior y un límite inferior. El límite superior lo impone el modelo de Voigt [109] que supone que la deformación es constante para cada orientación de los cristales y el

límite inferior viene dado por el modelo de Reuss [110] que asume un estado de tensión constante para los granos del policristal.

A nivel cristalográfico, la aleación 2014Al es un material monofásico policristalino con estructura cúbica fcc. Los valores de las constantes elásticas, módulo de Young y coeficiente de Poisson vienen dados por las expresiones que se detallan a continuación:

$$\frac{1}{E_{hkl}} = S_1 + (2S_{12} - 2S_{11} + S_{44}) \cdot \Gamma \quad (3.2)$$

Donde  $S_{ij}$  son los coeficientes del tensor de elasticidad y  $\Gamma$  es conocido como el factor de Dölle y viene dado por la expresión:

$$\Gamma_{hkl} = \frac{(h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2)}{(h^2 + k^2 + l^2)} \quad (3.3)$$

Los coeficientes de Poisson para cada orientación se calculan aplicando la ecuación;

$$\nu_{hkl} = \frac{1}{2} - \frac{E_{hkl}}{2(C_{11} + C_{12})} \quad (3.4)$$

Donde  $C_{ij}$  son los coeficientes del tensor de rigidez

Los valores de los coeficientes de elasticidad  $S_{ij}$  y de rigidez  $C_{ij}$ , están tabulados y para el caso del aluminio se han utilizado los que se presentan en la Tabla 3.6 [52].

	$C_{11}$ (GPa)	$C_{12}$ (GPa)	$C_{44}$ (GPa)	$S_{11}$ (TPa <sup>-1</sup> )	$S_{12}$ (TPa <sup>-1</sup> )	$S_{44}$ (TPa <sup>-1</sup> )
Al	107,3	60,9	28,3	15,82	-5,73	35,34

Tabla 3.6 Valores de los coeficientes del tensor de elasticidad y de rigidez utilizados en el cálculo de las constantes elásticas.

2014 Al		
(hkl)	E(hkl) (GPa)	v(hkl)
311	69,0	0,35
111	75,5	0,34
200	63,2	0,36
220	72,0	0,34

Tabla 3.7 Constantes elásticas para cada plano.

A partir de los resultados obtenidos para las constantes elásticas de difracción, Tabla 3.7, se establece la clasificación de los granos que conforman el policristal en blandos y duros, atendiendo al valor del módulo elástico  $E(hkl)$ . Los granos blandos son los que tienen el valor de módulo más bajo, aquellos cuyos planos cristalográficos son paralelos a los planos (311) y (200) y los granos duros son los que tienen un valor del módulo mayor, cuyos planos cristalográficos son paralelos a los planos (111) y (220).

### 3.4.2 Distribución de las Tensiones Residuales Totales

El cálculo de las tensiones residuales totales, TRT, se realiza a través de la ley de Hooke generalizada, sin más que sustituir los valores de las deformaciones residuales obtenidas y el valor de las constantes elásticas para cada plano.

En la Tabla 3.8 se recogen los valores de las TRT para cada plano y estado de tratamiento térmico utilizando como valor de referencia el  $d_0(hkl)$  a partir de polvos de 2014Al en estado T4.

En principio, se han agrupado las cuatro familias de planos seleccionadas en virtud de la textura cristalográfica que resulta del proceso de extrusión y re-extrusión del material de partida, esto es: {311}, {111}, {200} y {220}.

El cálculo triaxial de tensiones para cada conjunto de granos exigiría, de una manera rigurosa, calcular las tensiones de estos granos en posiciones perpendiculares a la componente axial, ya que un mismo grano puede difractar en distintas familias de planos dependiendo de la componente medida. Como el objetivo es determinar tensiones promedio para cada conjunto de granos, se ha considerado que las reflexiones medidas para las componentes radial y tangencial, difractan para las mismas familias de planos que la componente axial.

RESULTADOS

Plano (311)							
Tratamiento Térmico	Posición de medida	$\sigma_{ax}$ (Mpa)	$\delta\sigma_{ax}$ (Mpa)	$\sigma_{rad}$ (Mpa)	$\delta\sigma_{rad}$ (Mpa)	$\sigma_{tan}$ (Mpa)	$\delta\sigma_{tan}$ (Mpa)
T4	0	405	64	331	77	331	84
	-1,5	437	59	387	65	375	75
	-3	358	51	319	47	321	56
	-4,5	326	52	308	52	308	52
	1,5	437	59	387	65	375	75
	3	358	53	319	48	321	57
	4,5	326	47	308	51	308	51
1h	0	465	56	454	46	454	46
	-1,5	490	57	444	52	455	49
	-3	468	46	441	43	435	43
	-4,5	425	47	405	42	400	42
	1,5	490	54	444	51	455	48
	3	468	53	441	45	435	46
	4,5	425	47	405	42	400	42
10h	0	290	44	221	42	221	42
	-1,5	339	51	262	44	256	44
	-3	239	48	207	45	201	45
	-4,5	286	45	227	47	217	43
	1,5	339	49	262	44	256	44
	3	239	48	207	45	201	45
	4,5	286	57	227	51	217	47
100h	0	400	50	335	49	335	49
	-1,5	378	58	334	50	339	51
	-3	410	48	337	46	352	44
	-4,5	367	57	342	48	337	48
	1,5	378	58	334	50	339	51
	3	410	48	337	46	352	44
	4,5	367	57	342	48	337	48

Plano (111)							
Tratamiento Térmico	Posición de medida	$\sigma_{ax}$ (Mpa)	$\delta\sigma_{ax}$ (Mpa)	$\sigma_{rad}$ (Mpa)	$\delta\sigma_{rad}$ (Mpa)	$\sigma_{tan}$ (Mpa)	$\delta\sigma_{tan}$ (Mpa)
T4	0	396	36	390	31	390	31
	-1,5	334	45	385	44	381	46
	-3	164	41	224	41	222	48
	-4,5	-109	52	29	50	17	42
	1,5	334	45	385	44	381	46
	3	164	41	224	41	222	48
	4,5	-109	52	29	50	17	42
1h	0	404	30	358	30	358	30
	-1,5	407	29	362	29	358	29
	-3	405	30	370	30	363	30
	-4,5	248	26	256	26	277	28
	1,5	407	29	362	29	358	29
	3	405	30	370	30	363	30
	4,5	248	26	256	26	277	28
10h	0	458	27	433	27	433	27
	-1,5	460	28	437	28	439	28
	-3	448	27	428	26	428	27
	-4,5	434	28	427	27	422	27
	1,5	460	28	437	28	439	28
	3	448	27	428	26	428	27
	4,5	434	28	427	27	422	27
100h	0	228	32	168	32	168	32
	-1,5	235	31	181	30	176	32
	-3	204	31	174	31	161	32
	-4,5	215	31	172	34	159	30
	1,5	235	31	181	30	176	32
	3	204	31	174	31	161	32
	4,5	215	31	172	34	159	30

RESULTADOS

Plano (200)							
Tratamiento Térmico	Posición de medida	$\sigma_{ax}$ (Mpa)	$\delta\sigma_{ax}$ (Mpa)	$\sigma_{rad}$ (Mpa)	$\delta\sigma_{rad}$ (Mpa)	$\sigma_{tan}$ (Mpa)	$\delta\sigma_{tan}$ (Mpa)
T4	0	267	29	204	29	204	29
	-1,5	289	25	213	25	206	25
	-3	273	29	215	29	207	28
	-4,5	192	28	130	28	130	28
	1,5	289	25	213	25	206	25
	3	273	29	215	29	207	28
	4,5	192	28	130	28	130	28
1h	0	395	24	319	24	319	24
	-1,5	467	24	418	24	415	24
	-3	417	25	341	24	363	24
	-4,5	386	25	317	25	342	25
	1,5	467	24	418	24	415	24
	3	417	25	341	24	363	24
	4,5	386	25	317	25	342	25
10h	0	377	44	332	42	332	42
	-1,5	315	52	253	50	289	46
	-3	386	32	369	31	353	28
	-4,5	321	42	264	40	286	34
	1,5	315	52	253	50	289	46
	3	386	32	369	31	353	28
	4,5	321	42	264	40	286	34
100h	0	438	25	388	24	388	24
	-1,5	473	24	424	24	447	24
	-3	506	24	483	24	485	24
	-4,5	456	24	419	24	439	24
	1,5	473	24	424	24	447	24
	3	506	24	483	24	485	24
	4,5	456	24	419	24	439	24

Plano (220)							
Tratamiento Térmico	Posición de medida	$\sigma_{ax}$ (Mpa)	$\delta\sigma_{ax}$ (Mpa)	$\sigma_{rad}$ (Mpa)	$\delta\sigma_{rad}$ (Mpa)	$\sigma_{tan}$ (Mpa)	$\delta\sigma_{tan}$ (Mpa)
T4	0	122	43	109	42	109	42
	-1,5	329	68	278	66	241	51
	-3	336	58	306	63	255	60
	-4,5	45	44	158	63	57	43
	1,5	329	68	278	66	241	51
	3	336	58	306	63	255	60
	4,5	45	44	158	63	57	43
1h	0	454	36	455	36	455	36
	-1,5	405	35	432	36	429	36
	-3	387	37	384	37	394	34
	-4,5	360	37	404	36	392	39
	1,5	405	35	432	36	429	36
	3	387	37	384	37	394	34
	4,5	360	37	404	36	392	39
10h	0	219	42	190	41	190	41
	-1,5	226	39	197	38	185	37
	-3	200	37	188	36	171	38
	-4,5	217	37	189	38	142	43
	1,5	226	39	197	38	185	37
	3	200	37	188	36	171	38
	4,5	217	37	189	38	142	43
100h	0	381	36	369	35	369	35
	-1,5	418	40	387	38	390	43
	-3	439	35	393	37	382	35
	-4,5	388	35	381	35	354	34
	1,5	418	40	387	38	390	43
	3	439	35	393	37	382	35
	4,5	388	35	381	35	354	34

Tabla 3.8 Valores de Tensiones Residuales Totales, TRT, para todos los planos en las direcciones principales de la muestra axial, radial y tangencial y para los cuatro estados de tratamiento térmico analizados T4 y 1h, 10h,100h a 200°C.

De los datos de tensiones de la tabla anterior se extrae que, para los cuatro planos estudiados, los valores de las TRT de la componente axial para un mismo estado de tratamiento térmico son mayores que en sus componentes perpendiculares, radiales y tangenciales. Por otro lado, debido a la simetría cilíndrica de las muestras. Los valores de la TRT en el centro de la muestra, en  $R = 0$ , coinciden para las componentes radial y tangencial.

En las medidas de tensiones residuales se utilizan familias de planos cristalográficos de bajo índice y con picos de difracción intensos. En este trabajo se analizan las familias de planos cristalográficos:  $\{311\}$ ,  $\{111\}$ ,  $\{200\}$ , y  $\{220\}$ . Desde el punto de vista de las propiedades mecánicas, el plano más representativo del material es el  $\{311\}$  pues se considera que es plano más isótropo en el caso del aluminio  $[111]$ . Tanto las deformaciones como las tensiones medidas en el plano  $\{311\}$  dan idea del comportamiento mecánico del material a escala macroscópica.

Los perfiles de tensiones residuales en función de las dimensiones de la muestra se recogen en las Figuras 3.11 a 3.14. Los perfiles de tensión describen un comportamiento parabólico al igual que en el caso de las deformaciones. El gradiente de deformaciones en el interior del material, debido al proceso termomecánico de extrusión y temple, ha generado un estado de la tensión positivo o de tracción en el centro y un estado negativo o de compresión en la superficie. Este comportamiento se observa en todos los planos aunque existen diferencias entre ellos.

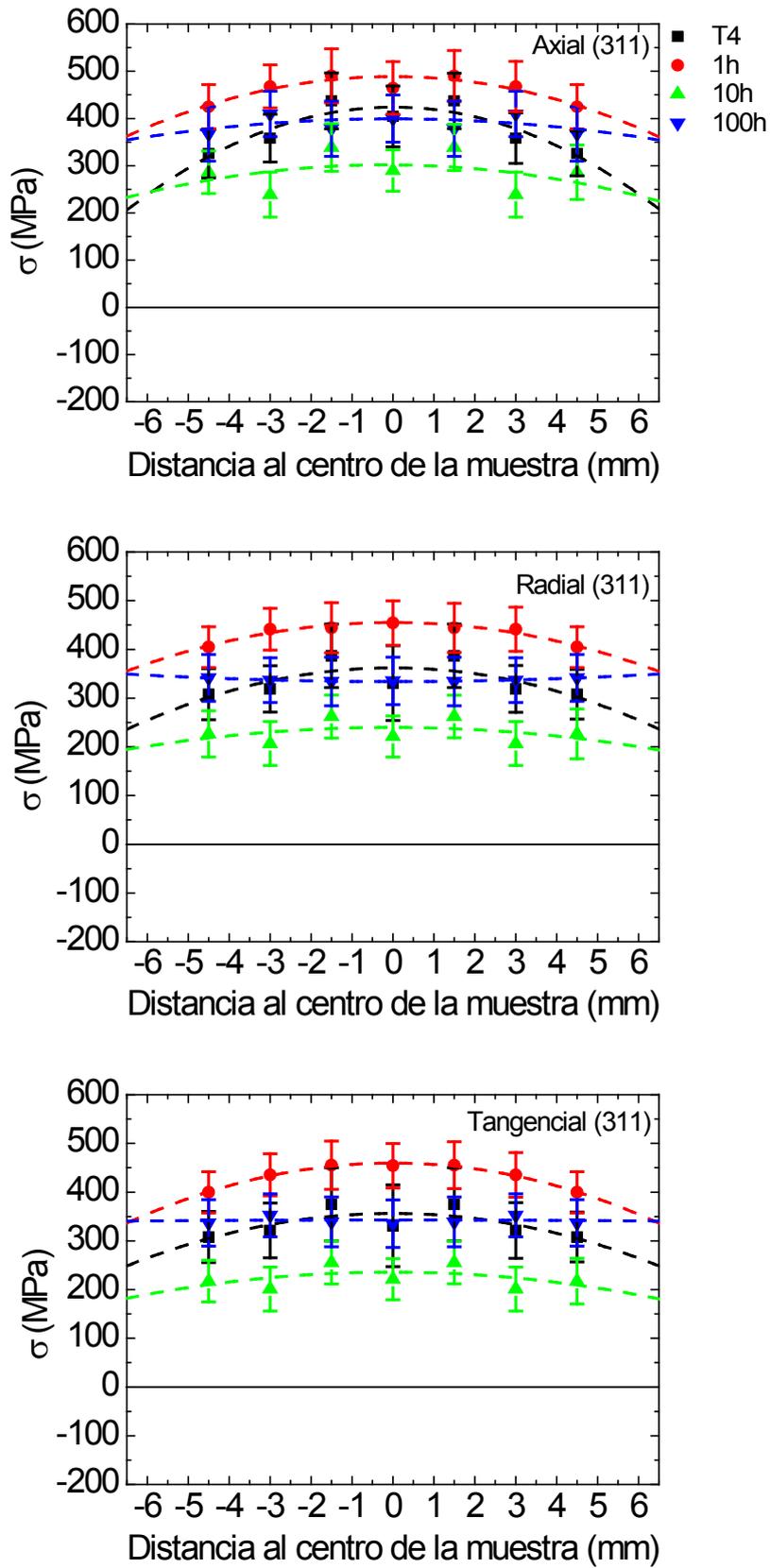


Figura 3.11 Perfiles de TRT para el plano {311}.

En el caso de familia de plano  $\{311\}$  se observa que la distribución de los perfiles de tensiones en las tres direcciones principales es muy parecida, lo que pone de manifiesto su carácter isótropo.

Llama la atención que los valores de tensión para los perfiles de 1h sobrepasan los valores del estado T4, y que los valores para 100h sean mayores que para 10 h. Este comportamiento se asocia con que no se dispone de un valor de referencia libre de tensiones para cada estado de precipitación de la muestra. El valor libre de tensiones utilizado en estos cálculos es el del polvo de 2014Al en estado T4.

En aleaciones envejecibles los precipitados que se forman en la aleación evolucionan con el tiempo y afectan a las dimensiones de la red cristalina. El valor de referencia en T4 es menor que el valor de referencia para un estado de precipitación de una hora de tratamiento térmico a 200°C y éste, a su vez, es menor que para un estado sobre-envejecido (100h). En el estado sobre-envejecido la distancia interplanar medida será mayor que en T4. Por tanto, al utilizar el valor de referencia  $d_0(hkl)$  en T4, común para todos los estados de precipitación, la tensión residual total calculada está sobreestimada. Por lo tanto, es necesario modificar este dato y disponer de un valor de referencia para todos los tratamientos térmicos que den cuenta del estado de precipitación de la aleación. El mismo comportamiento se da en el resto de planos.

Atendiendo a los valores de las constantes elásticas, los granos pertenecientes a la familia de planos  $\{311\}$ , son granos blandos con un valor del módulo elástico de 69 GPa. En la Figura 3.12 se muestran los resultados de los perfiles de tensiones totales para la familia de planos  $\{111\}$ . Los granos pertenecientes a la familia de planos  $\{111\}$  presentan el módulo elástico más alto (75,5 GPa), se consideran granos duros. Este plano muestra un perfil de tensión residual total muy pronunciado en el estado T4. La explicación se encuentra en la microestructura. Los granos cuyos planos cristalinos son  $\{111\}$  están orientados paralelamente a la dirección de extrusión. La textura de fibra favorece la orientación de estos granos en esa dirección y provoca que los perfiles de TRT para ese conjunto de granos sean más intensos en la dirección (111).

Los granos cuyos planos pertenecen a la familia  $\{200\}$  son granos blandos. Poseen el valor del módulo más bajo, 63,2 MPa. Los planos  $\{200\}$  están orientados paralelamente a la dirección de extrusión pero en este caso no se observan unos perfiles de tensiones tan pronunciados como los del plano  $\{111\}$ , Figura 3.13. La diferencia en el comportamiento de los perfiles de tensiones entre ambos planos se atribuye a su distinta respuesta mecánica.

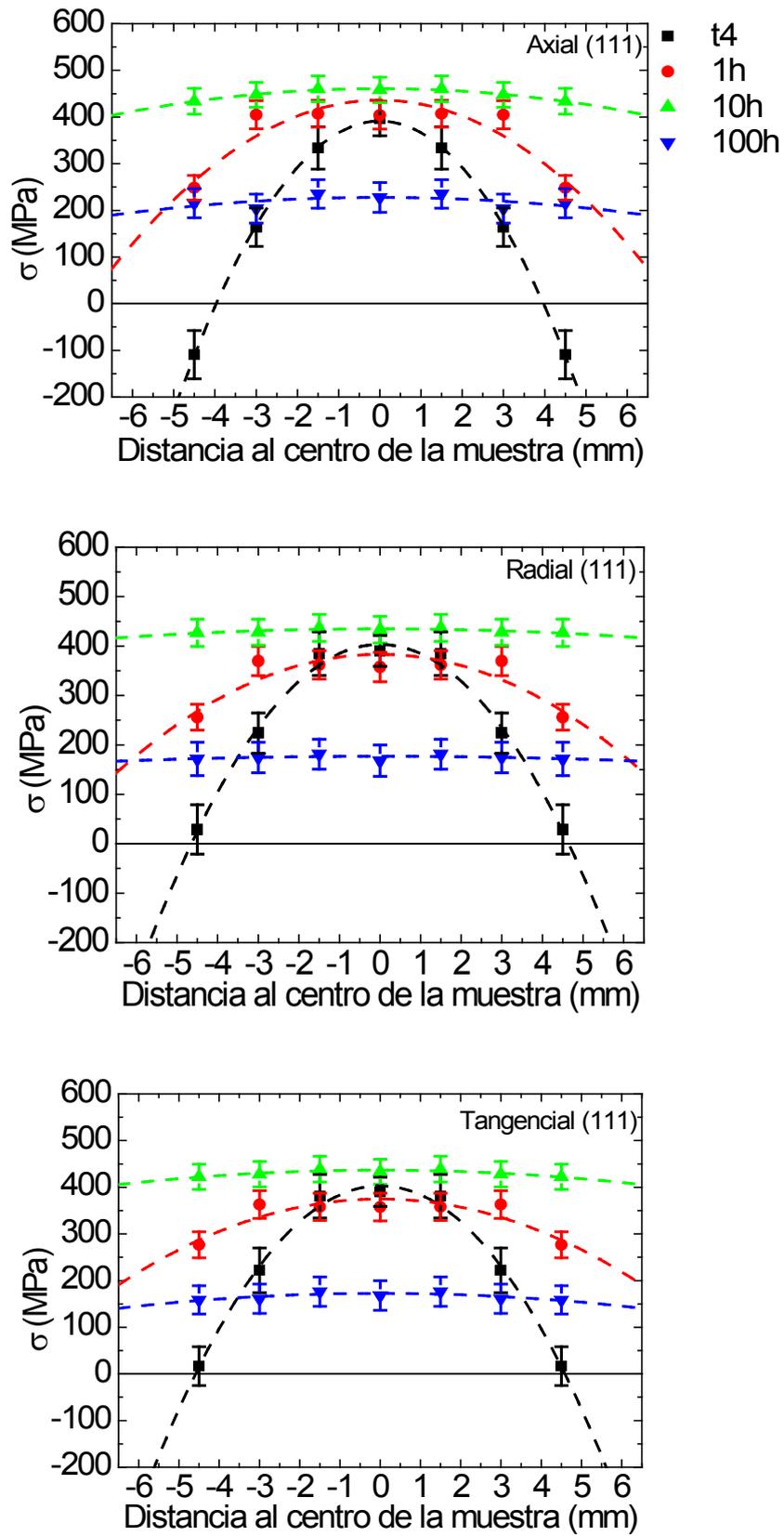


Figura 3.12 Perfiles de TRT para el plano {111}.

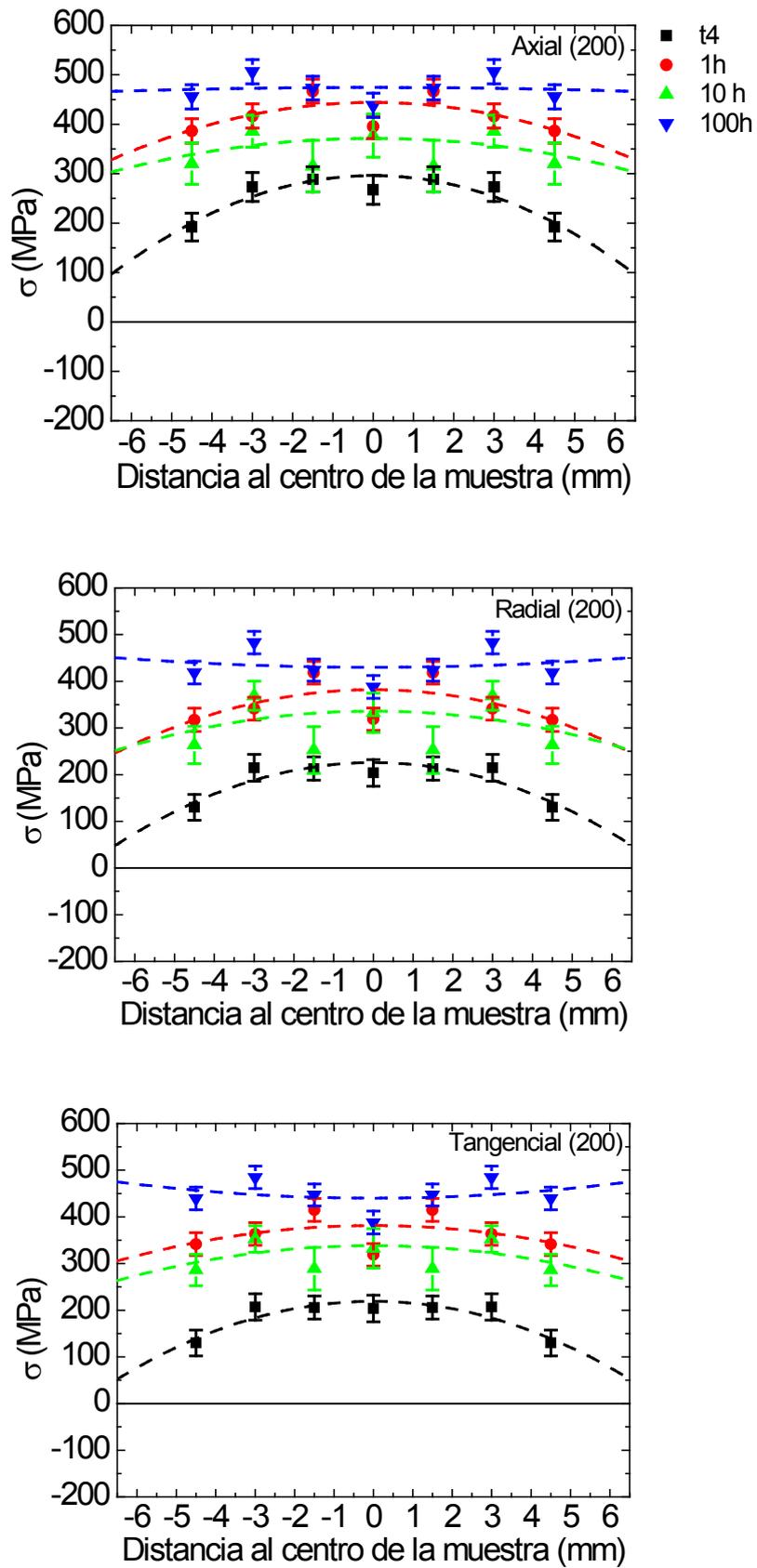


Figura 3.13 Perfiles de TRT para el plano {200}.

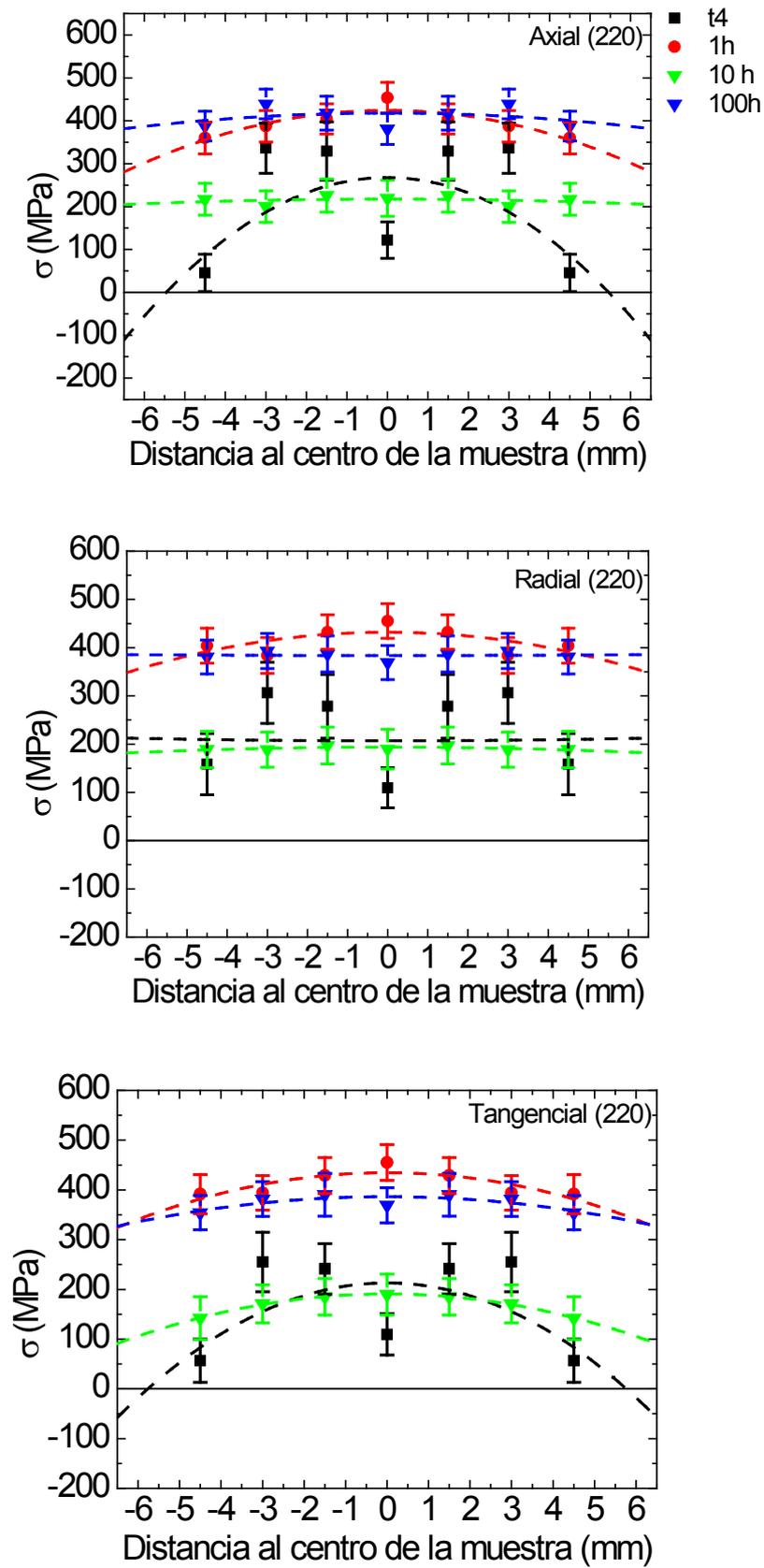


Figura 3.14 Perfiles de TRT para el plano {220}.

El plano {220} también es un plano cuyos granos son duros representados por un valor del módulo elástico de 72 GPa. También presenta perfiles de tensión parabólicos para todas sus componentes, Figura 3.14. Se observa que el comportamiento de la componente radial en estado T4 difiere del comportamiento esperado, su perfil no es tan acusado. Esta desviación puede estar condicionada por la presencia de errores experimentales en las medidas, que ya se manifestaron en los cálculos de las deformaciones residuales para ese plano. El perfil debiera ser igual al de la componente tangencial. Asumiendo esta desviación, los perfiles en T4 no son tan marcados como los del plano {111}.

Las diferencias entre las propiedades mecánicas de los granos duros y blandos, se manifiestan en la forma de los perfiles de tensiones residuales. En el caso de los granos duros, los perfiles parabólicos presentan una curvatura más intensa en el estado T4 que en los granos blandos. La clasificación adoptada entre granos duros y blandos atiende solamente al valor del módulo elástico. Se verá en el capítulo de la discusión, cómo esta clasificación se modifica y se introducen los granos intermedios atendiendo también al valor del límite elástico.

Para todos los planos estudiados, la curvatura de los perfiles se atenúa a medida que aumenta el tiempo de tratamiento térmico. Este fenómeno de aplanamiento en la curvatura de los perfiles parabólicos da cuenta de un proceso de relajación de las tensiones residuales. El proceso de relajación se analizará en detalle en el capítulo de la Discusión.

Del análisis de los resultados recogidos en las Figuras 3.11 a 3.14 se observa que para todos los planos analizados:

- La magnitud de la componente axial,  $\Psi=0^\circ$ , es mayor que la de la correspondiente componente radial/tangencial,  $\Psi=90^\circ$  en el centro de la muestra. Este estado de tensiones deviator a favor de la dirección axial es provocado por el proceso de extrusión y la geometría de las muestras cilíndricas. El estado de tensiones es parabólico con independencia del estado de precipitación en el que se encuentre la aleación.
- El comportamiento de la componente radial y tangencial es igual para todos los planos analizados. El valor de la tensión total para  $R=0$  en ambas componentes es el mismo, coinciden en el centro de la muestra.

- Se pone de manifiesto, que el hecho de no tener un valor de referencia para cada estado de tratamiento térmico provoca que la magnitud las tensiones residuales totales este sobreestimada en los estados de precipitación distintos al estado T4.
- Se observa el fenómeno de aplanamiento en la curvatura de los perfiles parabólicos, hecho que da cuenta del proceso de relajación de tensiones residuales.

Los resultados más relevantes obtenidos hasta el momento se resumen en:

- El proceso de extrusión ha inducido una textura de fibra en el material. El conjunto de granos pertenecientes a las familias de planos  $\{111\}$  y  $\{200\}$  están orientados paralelamente a la dirección de extrusión.
- A partir de los resultados obtenidos para las constantes elásticas se ha establecido que el policristal está formado por granos duros y blandos, atendiendo la clasificación al valor del módulo de Young en función de la orientación cristalográfica.
- Las deformaciones residuales en las tres direcciones principales, axial radial y tangencial se distribuyen de forma parabólica a lo largo de las dimensiones de la muestra.
- Las tensiones residuales totales también describen un comportamiento parabólico debido al gradiente de deformaciones residuales que se ha producido durante el proceso de extrusión y temple. Son de tracción en el centro y de compresión en la superficie.
- El comportamiento del plano  $\{311\}$  se considera el más isótropo desde el punto de vista de las propiedades mecánicas. Se diferencia con respecto a los planos  $\{111\}$  y  $\{220\}$  en que el perfil parabólico de la componente axial no es tan pronunciado. El comportamiento del plano  $\{200\}$  es similar al del  $\{311\}$  tratándose también éste como un plano que representa granos blandos.
- La magnitud de las TRT en los estados de tratamiento térmico distintos al estado T4 está sobrestimada debido a que no se dispone de un valor de referencia  $d_0(hkl)$  para cada estado de precipitación analizado. El valor de

referencia  $d_0$  (hkl) libre de tensiones cambia con el estado de precipitación en aleaciones envejecibles [58]. Para tener en cuenta el estado de la precipitación en el valor del  $d_0$  (hkl) se ha desarrollado una nueva metodología que permite obtener un valor de referencia para cada plano analizado y estado de tratamiento térmico como se verá en el capítulo 4 de la Discusión.

## CAPÍTULO 4

---

### DISCUSIÓN

---



#### 4.1 TENSIONES RESIDUALES EN UN MATERIAL MONOFÁSICO POLICRISTALINO.

A tenor de los resultados obtenidos, la aleación monofásica policristalina 2014Al presenta un estado de tensiones residuales totales con un marcado carácter anisótropo en la dirección de extrusión (dirección axial). Habitualmente, en estos estudios se realiza una descripción del estado de tensiones residuales macroscópica en el caso de aleaciones monofásicas; es decir, no se tiene en cuenta la posible presencia de tensiones microscópicas. En este trabajo se pretende superar esta limitación y llevar a cabo un análisis multiescala del estado de tensiones residuales de una aleación de aluminio monofásica policristalina.

La tensión residual total de una fase determinada en un “punto” o volumen de medida es la suma de la tensión residual macroscópica y la tensión residual microscópica de dicha fase, según la expresión,

$$\sigma^{TOTAL}(hkl) = \sigma^{MACRO} + \sigma^{micro}(hkl) \quad (4.1)$$

Como ya se ha comentado, las TRM, se producen durante el temple, donde el material sufre un cambio de temperatura rápido y muy acusado en el que las regiones externas de la muestra se enfrían antes que las internas. Se produce de esta forma un desacoplamiento entre unas regiones y otras del material en un mismo instante de tiempo. Hecho que genera deformaciones residuales y, como consecuencia tensiones residuales, que se distribuyen por toda la muestra. El estado de la tensión macroscópica depende principalmente de la geometría de la muestra, de la velocidad de temple, del CET, y del límite elástico del material.

En relación a las tensiones residuales microscópicas, sin embargo, su origen en una aleación monofásica no es el mismo que el caso de las tensiones microscópicas que habitualmente se estudian en materiales compuestos de matriz metálica y refuerzo cerámico, MCMM. En este caso, las dos fases existentes en estos materiales presentan valores diferentes de CET y los cambios de temperatura generados durante el temple (o incluso un enfriamiento lento) dan lugar a las TRm como consecuencia de una gran diferencia en la contracción térmica que se produce entre ambas fases durante el enfriamiento del material. Estas TRm, más conocidas, son habitualmente calculadas utilizando el modelo de Eshelby-Whiters [112], [113].

El aluminio tiene una estructura cúbica centrada en las caras. Por este motivo, las componentes principales del tensor de CET, coinciden, mientras que las componentes cruzadas son nulas [52]. Debido a dicha isotropía el origen de las tensiones residuales microscópicas no es atribuible a un efecto térmico. Las TRm, en el caso de aleaciones de aluminio, tienen un origen mecánico y se encuentra en el proceso de extrusión. Durante el proceso de extrusión se produce una deformación plástica severa no homogénea del material. Ello provoca la reorientación de unos granos con respecto a otros y un reparto de las deformaciones elástica y plástica que depende de la reorientación que ha experimentado cada cristal y, con ello, a distintas respuestas mecánicas [114],[115]. Además, el proceso posterior de calentamiento a alta temperatura y temple, el que genera la TRM, también puede modificar o alterar el estado de TRm generado en la extrusión.

Para realizar un análisis multiescala del estado de tensiones residuales macroscópicas y microscópicas en la aleación estudiada en este trabajo, se ha desarrollado un procedimiento para separar las tensiones residuales en las diferentes familias de granos del material, Figura 4.1. Para ello, y esto constituye una aportación relevante de esta investigación, ha sido necesario extender el modelo del compuesto para el caso de las tensiones microscópicas entre familias de granos y poder calcularlas. Adicionalmente se han desarrollado otros dos modelos, denominados de diferente módulo y límite elástico, DMLE, para calcular las tensiones residuales intergranulares.

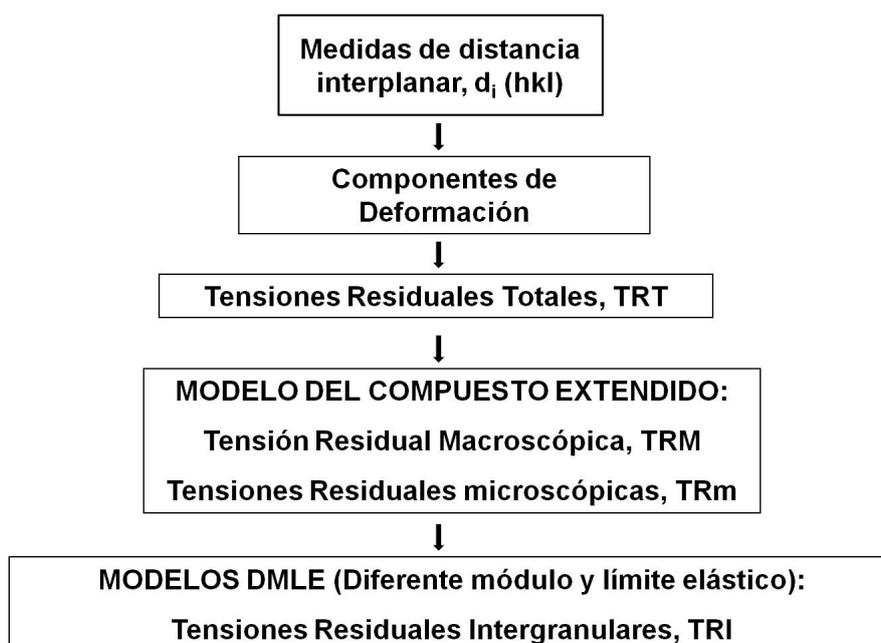


Figura 4.1 Diagrama de flujo que describe el proceso de análisis multiescala de tensiones residuales en una aleación monofásica de aluminio.

En resumen, con los modelos desarrollados en este trabajo se ha llevado a cabo un análisis multiescala del estado de tensiones residuales para una aleación de aluminio monofásica policristalina, para las que habitualmente sólo se lleva a cabo un análisis de la tensión macroscópica.

#### 4.2 MODELO DEL COMPUESTO EXTENDIDO

En materiales polifásicos, donde existen dos o más componentes con distintas propiedades mecánicas y térmicas, el reparto de las tensiones entre las diferentes fases viene dado por la regla de las mezclas (1.5). La regla de las mezclas tiene en cuenta la tensión total de cada una de las fases, así como su fracción en volumen. Esta metodología, que permite la separación de tensiones residuales, ha sido ampliamente utilizada en el caso de materiales compuestos [43], [63], [64]. Y es la que se emplea también para el presente caso. La modificación que se ha considerado en este trabajo consiste en extender el modelo del compuesto o regla de las mezclas para abordar dichos cálculos.

En el procedimiento habitual para determinar el estado de TRM en una aleación monofásica policristalina se tiene en cuenta dos supuestos:

(A) Existe una familia de planos cristalográficos para los cuales los cambios en la distancia interplanar (expansiones o contracciones) debido a un estado tensional (la TRM) dan cuenta del comportamiento macroscópico e isótropo de la aleación. En el caso de las aleaciones de aluminio esta familia de planos es la  $\{311\}$ ,  $[111]$ ,  $[116]$ . Por lo tanto, el resto de reflexiones  $(111)$ ,  $(200)$  y  $(220)$  no se consideran para el cálculo.

(B) Las tensiones residuales microscópicas, TRm, se consideran despreciables frente a la TRM. Por lo tanto la TRM se identifica, bajo este supuesto, con las TRT.

Si se pretende abordar el cálculo de las tensiones residuales microscópicas, TRm, e intergranulares, TRI, hay que modificar el planteamiento anterior. La hipótesis planteada en este trabajo asume que cada grano (o conjunto de granos) con una determinada orientación cristalográfica en el material monofásico puede equipararse mecánicamente a una fase en un material polifásico. De esta manera, cada una de estas “fases” se caracteriza, como en el caso de un material compuesto por poseer un valor dado de la TRm, que es en realidad un valor promedio de la tensión. Esta hipótesis se sustenta en el supuesto de que, desde el punto de vista mecánico, los

granos con distinta orientación poseen una respuesta mecánica dependiente de su orientación, y pueden, por ello, asimilarse a fases diferentes dentro de la aleación.

De los resultados obtenidos de las constantes elásticas de difracción, según el modelo de Hill, se concluye que la aleación monofásica está formada por granos duros, y blandos. Este planteamiento permite explicar el comportamiento mecánico del material, en particular el estado de tensiones residuales. Así, la extensión propuesta del modelo de compuesto permite obtener una expresión para la tensión residual macroscópica en el caso de una aleación monofásica policristalina. La obtención de la tensión macroscópica, a partir del modelo del compuesto, considera cada conjunto de granos con distinta orientación como si de una fase se tratase, así como la fracción en volumen que representa dentro de la aleación. Así, la aleación monofásica policristalina 2014Al se considera como un material compuesto donde cada conjunto de granos cuyas familias de planos (hkl) tienen distinta orientación cristalográfica se consideran fases diferentes.

A tenor de las propiedades mecánicas (módulo de Young) de los granos del material estudiado, la aleación 2014Al extruida, se pueden dividir en: granos duros, aquellos para los que la normal al plano (111) y (220) es paralela al eje de extrusión; y granos blandos, aquellos para los que la normal al plano (200) y (311) es paralela al eje de extrusión. Los granos más duros actúan mecánicamente de manera similar a como lo hace la fase de refuerzo de un material compuesto y los granos más blandos como la matriz del mismo. Comúnmente, se considera que la clasificación de granos en duros y blandos depende del módulo de Young. Como se verá a lo largo del capítulo, la introducción de granos intermedios atiende también al valor del límite elástico.

A continuación se detallará el desarrollo matemático necesario para calcular la tensión residual macroscópica en la aleación a partir del método del compuesto extendido.

### **4.3 TENSION RESIDUAL MACROSCOPICA**

El volumen de medida utilizado es fijo y su tamaño se encuentra en una escala intermedia entre la de la variación de las macrotensiones y las microtensiones. Por un lado, se considera que este volumen de medida es muy inferior al de la variación de la macrotensión. Con ello, se supone un valor constante de la TRM dentro de este volumen. Por otro lado, se admite también que el mismo volumen de medida es muy

superior al de la variación de la TRM, con lo que también se puede admitir que se alcanza un equilibrio de tensiones microscópicas dentro de este volumen.

De este modo, es posible calcular la tensión residual macroscópica, TRM, a partir de las tensiones residuales totales, TRT, mediante la expresión:

$$\sigma^{\text{MACRO}} = \sum_1^n f_{hkl} \sigma_{i,j,k}^{\text{TOTAL}}(hkl) \quad (4.2)$$

Donde  $f_{hkl}$  es la fracción en volumen de granos que tienen una dirección normal a los planos (hkl) paralela al eje de extrusión común y  $\sigma_{i,j,k}^{\text{TOTAL}}(hkl)$  son las TRT calculadas para las direcciones principales de la muestra y para cada una de las orientaciones o conjunto de granos analizados; los subíndices (i, j, k, hacen referencia a las direcciones principales axial, radial y tangencial).

En este trabajo se han estudiado los granos cuyos planos cristalinos pertenecen a cuatro familias de planos: {311}, {111}, {200}, {220} por lo tanto la ecuación (4.2) se convierte en:

$$\sigma^{\text{MACRO}} = (f_{311} \sigma_{ax,rad,tan}^{\text{TOTAL}}(311)) + (f_{111} \sigma_{ax,rad,tan}^{\text{TOTAL}}(111)) + (f_{200} \sigma_{ax,rad,tan}^{\text{TOTAL}}(200)) + (f_{220} \sigma_{ax,rad,tan}^{\text{TOTAL}}(220)) \quad (4.3)$$

Donde además debe cumplirse,

$$\sum_1^n f_{hkl} = 1 \quad (4.4)$$

Es decir, y por simplificar el modelo, se asume que no existen en la microestructura granos con otras orientaciones o con orientaciones al azar.

Las TRT para cada uno de los planos estudiados se encuentran resumidas en la tabla 3.8. El cálculo de la tensión residual macroscópica, TRM, se realiza mediante de la ecuación (4.3).

En la Tabla 4.1 se recogen sus valores para las tres componentes (axial, radial y tangencial) en distintas posiciones a lo largo del diámetro de las muestras y para los distintos tratamientos térmicos utilizados.

TT	Posición	$\sigma_{ax}^{MACRO}$		$\sigma_{rad}^{MACRO}$		$\sigma_{tan}^{MACRO}$	
T4	0	323	(37)	283	(37)	283	(38)
	-1,5	327	(40)	304	(40)	295	(41)
	-3	248	(38)	238	(38)	231	(41)
	-4,5	88	(41)	118	(42)	106	(37)
	1,5	327	(40)	304	(40)	295	(41)
	3	248	(39)	238	(38)	231	(42)
	4,5	88	(40)	118	(41)	106	(37)
1h	0	412	(31)	360	(30)	360	(30)
	-1,5	444	(31)	402	(30)	400	(30)
	-3	417	(30)	368	(30)	375	(29)
	-4,5	338	(29)	312	(28)	329	(29)
	1,5	444	(30)	402	(30)	400	(30)
	3	417	(31)	368	(30)	375	(30)
	4,5	338	(29)	312	(28)	329	(29)
10h	0	385	(37)	345	(36)	345	(36)
	-1,5	366	(42)	318	(40)	333	(38)
	-3	377	(32)	357	(32)	348	(31)
	-4,5	351	(37)	314	(36)	318	(33)
	1,5	366	(42)	318	(40)	333	(38)
	3	377	(32)	357	(32)	348	(31)
	4,5	351	(38)	314	(37)	318	(34)
100h	0	351	(31)	298	(31)	298	(31)
	-1,5	369	(32)	320	(31)	329	(31)
	-3	377	(31)	344	(30)	341	(30)
	-4,5	350	(32)	315	(32)	316	(30)
	1,5	369	(32)	320	(31)	329	(31)
	3	377	(31)	344	(30)	341	(30)
	4,5	350	(32)	315	(32)	316	(30)

Tabla 4.1. Tensiones residuales macroscópicas en las tres direcciones principales de las muestra para los distintos estados de tratamiento térmico utilizando como valor de referencia el del polvo en estado T4. Entre paréntesis se muestra el valor de la incertidumbre asociada a cada medida.

La Figura 4.2 recoge los perfiles de tensiones de la componente axial de la TRM descritos en la Tabla 4.1.

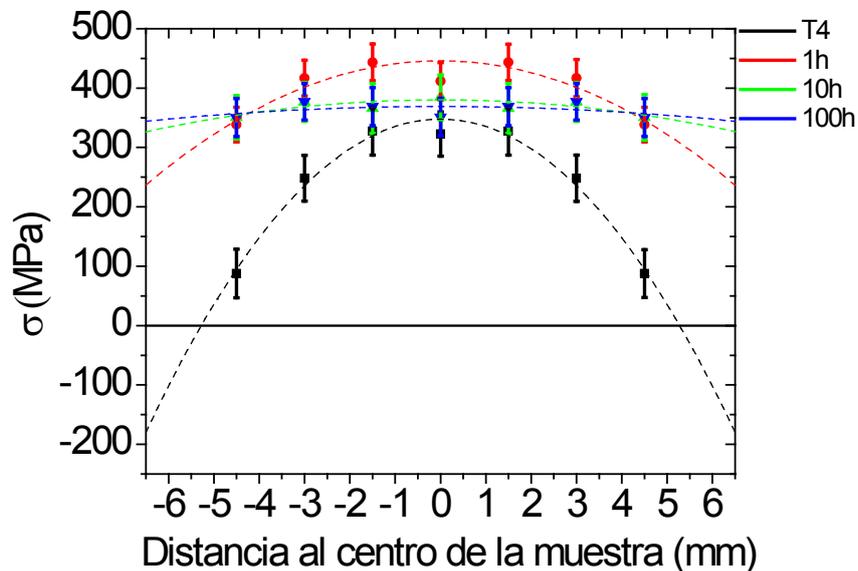


Figura 4.2 Perfiles parabólicos de la componente axial de la TRM utilizando como referencia el parámetro  $d_0$  (hkl) de polvo de la aleación 2014Al en el estado T4.

Todos los perfiles de la Figura 4.2, presentan, como era de esperar, un comportamiento parabólico. El valor de tensión es máximo en el centro y disminuye a medida que se acerca a la superficie. El estado T4 presenta la mayor variación de tensión a lo largo de la muestra. También se aprecia cómo la curvatura de los perfiles parabólicos disminuye a medida que aumenta el tiempo de tratamiento, dando cuenta del fenómeno de relajación de tensiones. Este comportamiento está en consonancia con resultados previos recogidos en la literatura, [19], [82], [117], [118]. Sin embargo, las tensiones no están en equilibrio; es decir, no hay una compensación entre la región del material en tracción y la región en compresión. Este desequilibrio sugiere que el valor de referencia  $d_0$  (hkl) del polvo de la aleación 2014Al empleado en el cálculo no es adecuado. Este hecho posiblemente sea debido a las diferencias que se producen al realizar los tratamientos térmicos en muestras masivas y en polvo. Por este motivo, se ha utilizado un método alternativo para determinar el parámetro de red de referencia. Se ha aplicado el equilibrio de tensiones en las muestras utilizando las ecuaciones clásicas de la mecánica de medios continuos. Esto es posible porque, dadas las medidas realizadas en el experimento y asumiendo la simetría axial del

problema, se supone conocido el estado de tensión residual en cualquier punto de la sección de la muestra.

Se impone la condición de equilibrio de la TRM en una sección de la muestra ya que es la tensión que varía a lo largo de las dimensiones de la misma.

En muestras cilíndricas y en las que el estado de tensiones obedece a una simetría axial, la manera más sencilla de imponer una condición de equilibrio es para esa componente que actúa sobre una sección perpendicular al eje de la muestras. Es para esta componente para la que se puede integrar, de forma sencilla, los valores de tensión en secciones finitas de la barra. También las medidas experimentales necesarias para el cálculo se simplifican significativamente empleando esta componente y únicamente es necesario realizar medidas a lo largo del eje diametral de las muestras.

#### 4.3.1 Método de las Parábolas: condición de equilibrio axial.

El método de las parábolas se ha desarrollado con el objetivo de simplificar el análisis de tensiones residuales. Su nombre proviene de los perfiles parabólicos de tensión residual axial que se encuentran en muestras metálicas cilíndricas y cuyo perfil debe estar equilibrado en una sección transversal a la muestra. Consiste en un método analítico, según el cual se asigna una función matemática (en este caso la de una parábola) al perfil de tensiones. De esta manera, a partir del ajuste de los valores discretos de la tensión a lo largo de un eje diametral de la muestra, se utiliza el ajuste matemático parabólico para describir el estado de tensiones en cualquier punto de este eje. En la literatura se encuentran numerosos trabajos donde los perfiles de tensiones residuales se pueden ajustar a una función parabólica [30], [119], [120],[121], [122], [123], [124]. En este trabajo también se han obtenido perfiles parabólicos para las TRT en muestras cilíndricas que sufren un proceso de extrusión y temple. Con estos antecedentes, si se conoce la tensión en un punto de la muestra (centro) se puede conocer todo el perfil de tensiones a cualquier distancia del eje central de la misma.

La condición de equilibrio de la componente axial (en ausencia de cargas externas aplicadas) para un plano de intersección perpendicular al eje del cilindro viene dada por la siguiente expresión [7]:

$$\int_0^R \int_0^{2\pi} \sigma_{ax} r dr d\varphi = 0 \quad (4.5)$$

Donde  $R$  es el radio de la muestra y  $\varphi$  es el ángulo alrededor del eje del cilindro.

Debido a la simetría axial de la muestra la integral (4.5) se reduce a:

$$\int_0^R \sigma_{ax} r dr = 0 \quad (4.6)$$

Si la tensión axial a lo largo de un eje diametral de la muestra obedece a la ecuación de una parábola se tiene que, la tensión residual viene dada por:

$$\sigma_{TR} = ar^2 + br + c \quad (4.7)$$

Donde  $\sigma_{TR}$  denota la tensión residual a una distancia  $r$  del centro de la muestra y  $a$ ,  $b$ , y  $c$  son los parámetros de ajuste parabólico que dependen de las propiedades físicas del material y del proceso de generación de estas tensiones. El parámetro  $a$  se refiere a la "curvatura" de la parábola, mientras que  $c$  es el valor del máximo de tensión de los perfiles de TR en el centro de la muestra si el coeficiente  $b$  se anula. En el caso de que el proceso de enfriamiento rápido o temple sea "ideal", el perfil parabólico de TR es simétrico con respecto al eje del cilindro, por lo que debido a la simetría axial del problema, se obtiene que  $b = 0$ .

Integrando en (4.6) la expresión (4.7), se obtiene:

$$\frac{1}{2}aR^2 + \frac{2}{3}bR + c = 0 \quad (4.8)$$

Teniendo en cuenta que el coeficiente  $b = 0$ , condición necesaria para que las parábolas sean simétricas, se llega a que la condición de equilibrio viene dada por

$$c = -\left(\frac{1}{2}\right)aR^2 \quad (4.9)$$

Por lo tanto, utilizando el método de las parábolas propuesto es posible predecir el valor de la componente axial de la tensión a cualquier distancia del centro de la muestra.

A partir de los perfiles de tensiones también es posible cuantificar el proceso de relajación de tensiones, a partir del aplanamiento de los perfiles parabólicos con el

tiempo de tratamiento, que se refleja en una disminución de los parámetros a y c de la parábola [82].

Adicionalmente, a partir de la ecuación de equilibrio de la tensión axial impuesta (4.9), se deduce que la distancia al centro de la muestra,  $r_1$ , para el cual el valor de la TR es nulo (para cualquier condición de tratamiento térmico) se expresa como:

$$r_1 = R / \sqrt{2} \quad (4.10)$$

El procedimiento seguido para equilibrar las parábolas comienza con el proceso de simetrización de los datos experimentales. El coeficiente correspondiente al término lineal de la ecuación, b, ha de ser nulo. Una vez que las parábolas han sido simetrizadas, es posible equilibrarlas. Esto se puede hacer de dos maneras:

(A) Asumiendo que la curvatura de las parábolas simetrizadas es correcta y por lo tanto es necesario determinar el nuevo valor del término independiente de la parábola que la equilibra.

(B) Asumiendo que el término independiente de la parábola es correcto y que, por lo tanto, es necesario calcular el nuevo valor de la curvatura de la parábola que la equilibra.

Se ha optado por la opción (A) pues se considera que las variaciones existentes en el parámetro de red de referencia, pueden afectar a la magnitud de las tensiones, por ejemplo al no considerar correctamente el efecto del estado de precipitación. Sin embargo, no parece probable que se modifique su distribución espacial, lo que supondría un cambio en la descripción parabólica de las mismas.

En la Figura 4.3 se muestra una idealización de cómo evolucionan los perfiles parabólicos de la tensión axial macroscópica en muestras cilíndricas sometidas a un proceso termomecánico de extrusión y temple tras un tratamiento de recocido a una temperatura constante durante diferentes tiempos (desde  $t_1$  a  $t_4$ ).

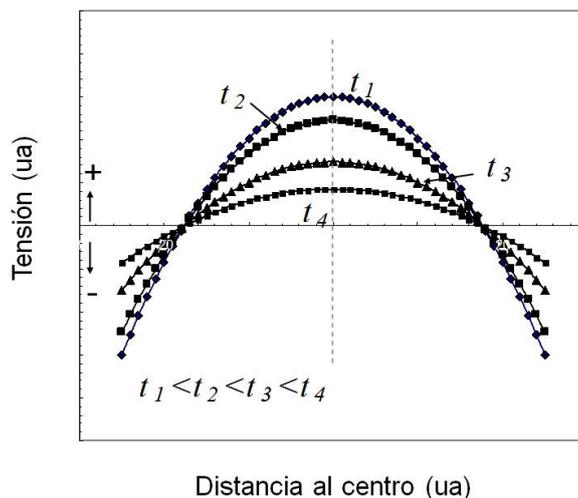


Figura 4.3 Esquema de perfiles simétricos de TR de la componente axial y proceso de “aplanamiento” de los mismos con tiempos crecientes de un tratamiento de recocido.

La tensión es positiva en el interior de la muestra y negativa cerca de la superficie, tal como se describe en la bibliografía [77]. Para el caso ideal donde el coeficiente del ajuste parabólico  $b = 0$ , el comportamiento de los coeficientes  $c$  (valor de la tensión en el centro de la muestra) y  $a$  (curvatura de la parábola) es similar: experimentan una disminución a medida que aumenta el tiempo de envejecimiento.

El método de las parábolas permite por un lado determinar los perfiles de tensiones en muestras cilíndricas sometidas a un temple. Los de la componente axial vienen descritos por parábolas sobre las que, por otro lado, se impone la condición de equilibrio. Esto permite determinar el valor de referencia, libre de tensiones, para cada plano y estado de tratamiento térmico,  $d_0^{hkl}(TT)$ , tal y como se verá a continuación.

#### 4.3.2 Método de las parábolas: Determinación del valor de referencia $d_0^{hkl}(TT)$ .

A través de las medidas realizadas a lo largo del diámetro de la muestra [65] y de la condición de equilibrio impuesta en la componente axial de la TRM (4.3) es posible calcular valores de  $d_0^{hkl}(TT)$  para cada plano y estado de tratamiento térmico.

Como la TRM presenta un perfil parabólico, al aplicar la condición de equilibrio de tensiones a la componente axial se obtiene que:

$$\sigma_{ax}^{MACRO} = \mathbf{c} = -\left(\frac{1}{2}\right)aR^2 \tag{4.11}$$

Donde  $\sigma_{ax}^{MACRO}$  es el valor de la tensión en  $r=0$ , siendo ésta una parábola equilibrada. A partir de la condición de equilibrio (4.11) se puede calcular el valor de referencia,  $d_0^{hkl}(TT)$  que equilibra los perfiles parabólicos para este valor de tensión  $\sigma_{ax}^{MACRO}$ . El método del equilibrio, asegura que los valores de  $d_0^{hkl}(TT)$  son válidos como referencia tanto para las macrotensiones como para las microtensiones. Para ello, sustituyendo en la condición de equilibrio (4.11) el valor de la tensión macro dada por (4.2) y expresando la tensión total en términos de la distancia interplanar y de las constantes elásticas, se tiene que

$$\sigma_{ax}^{MACRO} = C = \sum f_{hkl} \cdot \frac{A_{hkl} \cdot d_{ax}^{hkl} + B_{hkl} \cdot (d_{rad}^{hkl} + d_{tan}^{hkl})}{d_0^{hkl}} - f_{hkl} (A + 2 \cdot B)_{hkl} \quad (4.12)$$

Las constantes A y B dependen de las constantes elásticas del material y vienen dadas por las expresiones:

$$A = \frac{E \cdot (1 - \nu)}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} \quad (4.13)$$

$$B = \frac{E \cdot \nu}{(1 + \nu)(1 - 2\nu)} \quad (4.14)$$

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

La finalidad de este procedimiento matemático es obtener una expresión de la tensión  $\sigma_{ax}^{MACRO}$  equilibrada en función del parámetro de red. A partir de este valor se calcula la distancia interplanar de referencia para los diferentes tratamientos térmicos, y para las distintas familias de planos,  $d_0^{hkl}(TT)$ , según las expresiones de la Tabla 4.2.

---


$$d_0^{111} = \frac{a_0}{\sqrt{3}} \quad d_0^{200} = \frac{a_0}{\sqrt{4}} \quad d_0^{311} = \frac{a_0}{\sqrt{11}} \quad d_0^{220} = \frac{a_0}{\sqrt{8}}$$


---

Tabla 4.2 Valores de  $d_0^{hkl}$  en función del parámetro de red aplicando la ecuación de distancia interplanar.

Expresando el valor de  $d_0^{hkl}$  en función del parámetro de red y desarrollando la ecuación (4.6) se llega a,

$$a_0 = \frac{\left[ (\sqrt{3} \cdot f_{111}) \cdot (A_{111} \cdot d_{ax}^{111} + B_{111} \cdot (d_{rad}^{111} + d_{tan}^{111})) + (\sqrt{4} \cdot f_{200}) \cdot (A_{200} \cdot d_{ax}^{200} + B_{200} \cdot (d_{rad}^{200} + d_{tan}^{200})) + (\sqrt{11} \cdot f_{311}) \cdot (A_{311} \cdot d_{ax}^{311} + B_{311} \cdot (d_{rad}^{311} + d_{tan}^{311})) + (\sqrt{8} \cdot f_{220}) \cdot (A_{220} \cdot d_{ax}^{220} + B_{220} \cdot (d_{rad}^{220} + d_{tan}^{220})) \right]}{\left[ C + (f_{111} \cdot (A + 2B)_{111}) + (f_{200} \cdot (A + 2B)_{200}) + (f_{311} \cdot (A + 2B)_{311}) + (f_{220} \cdot (A + 2B)_{220}) \right]}$$

(4.15)

El valor de  $a_0$  obtenido para todos los planos y para cada estado de TT se resume en la Tabla 4.3

$a_0$ (hkl) (Å)	
T4	$4,0344 \pm 7 \cdot 10^{-4}$
1h	$4,0389 \pm 5 \cdot 10^{-4}$
10	$4,0397 \pm 6 \cdot 10^{-4}$
100h	$4,0393 \pm 5 \cdot 10^{-4}$
$\langle a_0 \rangle = 4,0381 \pm 7 \cdot 10^{-5}$	

Tabla 4.3. Parámetro de red  $a_0$  obtenido a partir del método del equilibrio.



Los valores de referencia para los diferentes tratamientos térmicos,  $d_0^{hkl}(TT)$ , Tabla 4.4, se obtienen sustituyendo el valor promedio del parámetro  $a_0$  en las expresiones de la Tabla 4.2.

Por tratarse de una aleación envejecible, el parámetro de red se modifica con el tiempo de tratamiento térmico. Así, los valores de la distancia interplanar también experimentan una evolución con el tiempo de tratamiento térmico [92], Tabla 4.4.

Plano	T4		1h		10h		100h	
	$d_0$ (Å)	$\delta d_0$ (Å)						
(111)	2,3293	$7 \cdot 10^{-4}$	2,3319	$7 \cdot 10^{-4}$	2,3323	$7 \cdot 10^{-4}$	2,3321	$7 \cdot 10^{-4}$
(200)	2,0172	$5 \cdot 10^{-4}$	2,0195	$5 \cdot 10^{-4}$	2,0199	$5 \cdot 10^{-4}$	2,0197	$5 \cdot 10^{-4}$
(311)	1,2164	$6 \cdot 10^{-4}$	1,2178	$6 \cdot 10^{-4}$	1,2180	$6 \cdot 10^{-4}$	1,2179	$6 \cdot 10^{-4}$
(220)	1,4264	$5 \cdot 10^{-4}$	1,4280	$5 \cdot 10^{-4}$	1,4283	$5 \cdot 10^{-4}$	1,4281	$5 \cdot 10^{-4}$

Tabla 4.4 Valores de referencia para cada plano y TT obtenidos a partir del método del equilibrio y la incertidumbre asociada a cada medida.

Si se representa la evolución del parámetro  $d_0^{hkl}(TT)$  con el tiempo de tratamiento, Figura 4.4, se observa que los valores de  $d_0^{hkl}(TT)$  siguen una evolución similar a la dureza, ver Figura 3.6. Por lo tanto, y de acuerdo con trabajos anteriores [125], se puede afirmar que el valor de  $d_0^{hkl}(TT)$  está condicionado por el estado de precipitación de manera similar a como lo está la dureza. Además, el valor de referencia  $d_0^{hkl}(TT)$  obtenido mediante el método de las parábolas permite calcular de manera fiable las tensiones residuales en muestras metálicas cilíndricas donde existe una influencia del estado de precipitación de la aleación 2014Al [58], [126], en el parámetro de red.

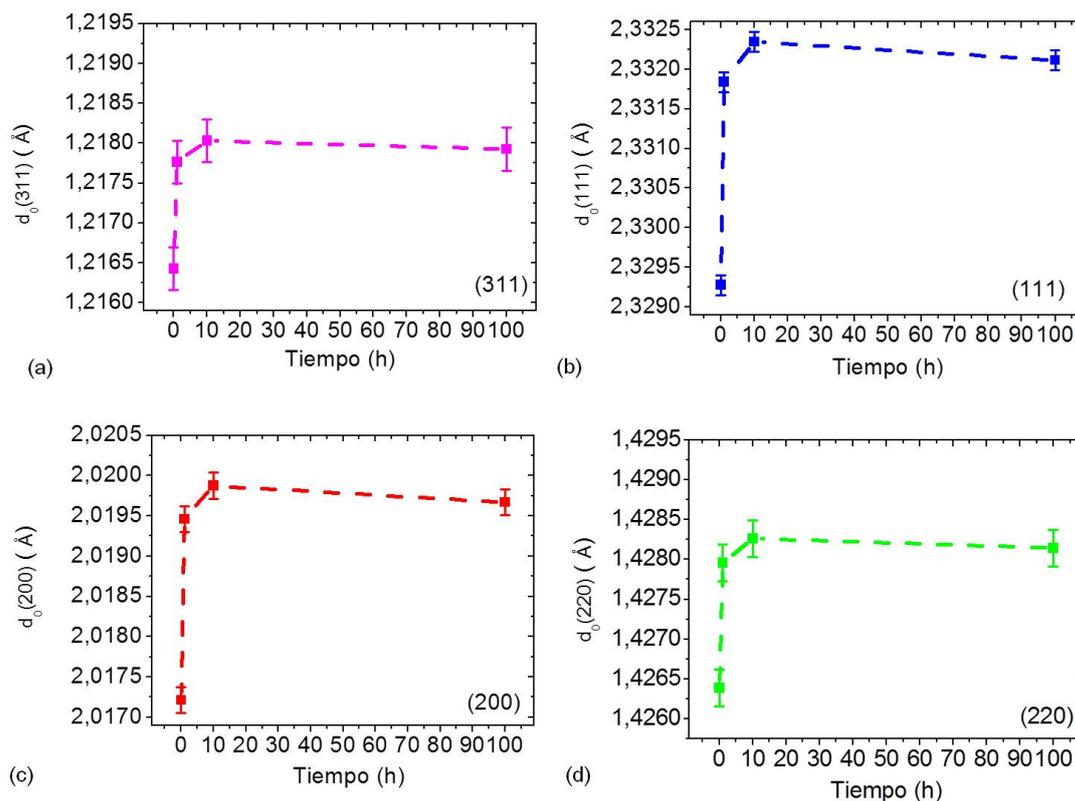


Figura 4.4 Evolución del valor de referencia, libre de tensiones,  $d_0^{hkl}(TT)$ , con el tiempo de tratamiento térmico a 200°C para cada uno de los planos estudiados.

Para todos los planos analizados, la evolución de  $d_0^{hkl}(TT)$  con el tiempo de tratamiento experimenta un máximo a las 10h. En la curva de envejecimiento del material, el máximo se alcanza a las 4h de tratamiento. El hecho de que el tiempo para el cual se alcanza el máximo estado de endurecimientos no coincida se puede asociar a que no se ha determinado el valor de  $d_0^{hkl}(TT)$  en el estado de 4h.

En la Tabla 4.5 se comparan los valores de  $d_0^{hkl}(TT)$  obtenidos mediante el método del polvo y el método de las parábolas en T4.

	Método del polvo	Método del equilibrio
$a_0$ (Å)	$4,0340 \pm 5 \cdot 10^{-5}$	$4,0381 \pm 7 \cdot 10^{-5}$

Tabla 4.5 Valores del parámetro de red,  $a_0$  obtenidos mediante el método del polvo y el método del equilibrio en estado de tratamiento térmico T4.

El parámetro de red obtenido en T4 a partir del método del polvo es menor que el obtenido a partir del método del equilibrio de tensiones de la aleación 2014Al en el mismo estado T4. El resultado esperado es que ambos valores coincidan para los dos estados por tratarse de una constante en una estructura fcc. La discrepancia se asocia a la influencia de elementos de aleación, en particular átomos de Cu, en las distancias interplanares de la red de aluminio. En el estado, T4, la proporción de Cu en solución sólida aumenta, lo que provoca una disminución del parámetro de red del Al. Por otro lado, en el método del equilibrio, se considera una muestra cilíndrica de la aleación 2014Al donde la proporción de Cu en solución sólida disminuye y el parámetro de red de Al aumenta [58] a medida que aumenta el tiempo de tratamiento. Por lo tanto la diferencia entre los valores del parámetro de red para la aleación 2014Al encuentra su explicación en la cantidad de átomos de cobre en solución sólida.

De los resultados obtenidos del análisis químico del polvo y de una muestra masiva de la aleación 2014Al, Tabla 4.6, se extrae que la composición química de las muestras de polvo difiere con respecto a la muestra masiva en la proporción de algunos elementos: La proporción de Cu en la muestra de polvo es de 4,4% en masa y en la muestra masiva de 2014Al es de 4,27%. Esto puede dar diferencias de hasta un 0,2% en cobre entre las muestras de polvo y las muestras masivas. En el resto de elementos aleantes también se encuentran diferencias importantes. Por ejemplo, la presencia del Fe en la muestra de polvo ( $0,083\% \pm 0,002$ ) es muy inferior al de muestra masiva ( $0,391\% \pm 0,009$ ). El contenido en Mn está por debajo de lo esperado, en las muestras de polvo es de ( $0,012$ ) con respecto a las muestras masivas donde su contenido es de ( $0,614\% \pm 0,006$ ). El resto de elementos: Cr, Zn y Ti también se encuentra en menor proporción que las de la aleación masiva. Como es de esperar estas diferencias también afectan a la diferencia de resultados entre los parámetro de red de ambas muestras.

Elemento (% en masa)	Muestra masiva 2014Al	Muestra polvo 2014Al
Si	0,911 ± 0,005	0,72 ± 0,01
Fe	0,391 ± 0,009	0,083 ± 0,002
Cu	4,27 ± 0,03	4,4 ± 0,1
Mn	0,614 ± 0,006	0,012
Mg	0,555 ± 0,007	0,52 ± 0,01
Cr	0,073 ± 0,001	< 0,002
Zn	0,115 ± 0,004	< 0,005
Ti	0,029 ± 0,001	< 0,05

Tabla 4.6 Composición química de la aleación masiva y de los polvos de 2014Al.

#### 4.3.3 Perfiles Parabólicos de la Tensión Residual Macroscópica.

Los perfiles equilibrados de la macrotensión, se construyen aplicando la condición de equilibrio a los coeficientes del ajuste de la TRM preliminar que no están equilibrados, Figura 4.2, porque se han calculado utilizando como referencia el  $d_0$  de polvo de la aleación 2014Al en estado de precipitación T4.

En la Tabla 4.7, se recogen los coeficientes  $a$ ,  $b$  y  $c$  de los ajustes parabólicos de la TRM preliminar y los valores de tensión equilibrados,  $c'$  para cada estado de tratamiento térmico. Estos valores de tensión  $c'$  se han calculado imponiendo la condición de equilibrio mecánico a la macrotensión calculada con la referencia del polvo.

De esta forma, los perfiles equilibrados para la TRM, vendrán dados por ecuaciones parabólicas, donde el valor de la tensión equilibrada en el centro de la muestra es  $c'$ , manteniéndose la curvatura; es decir, el parámetro  $a$ , es el mismo.

Tratamiento Térmico	Coeficientes de los ajustes parabólicos de las curvas de la TRM NO equilibrados		Condición Equilibrio $c' = -(a/2)R^2$	Perfiles de Tensión Macro Equilibrada
T4	c	339	266	$\sigma^M(R) = -12,58 R^2 + 266$
	b	0		
	a	-12,58		
1h	c	438	99	$\sigma^M(R) = -4,69 R^2 + 99$
	b	0		
	a	-4,68		
10h	c	368	25	$\sigma^M(R) = -1,19 R^2 + 25$
	b	0		
	a	-1,19		
100h	c	357	15	$\sigma^M(R) = -0,72 R^2 + 15$
	b	0		
	a	-0,72		

Tabla 4.7 Coeficientes de ajuste de las parábolas TRM no equilibradas, valores de tensión en el centro dados por la condición de equilibrio de la TRM y ecuaciones que describen los nuevos perfiles de tensión macro equilibrados.

De la Tabla 4.7, se tienen cuatro ecuaciones parabólicas, una para cada estado de tratamiento de la muestra, que describen el comportamiento parabólico de la macro tensión. El valor de la tensión en el centro viene dado por la condición de equilibrio y la curvatura no varía con respecto a los perfiles no equilibrados.

Se observa una diferencia entre los valores de tensión  $c$  y  $c'$ , en el centro de la muestra. Esta diferencia o desajuste ha de tenerse en cuenta para corregir las desviaciones existentes entre los valores de tensión calculados a partir de la referencia del polvo con respecto a los calculados a partir de la condición de equilibrio. De esta manera se obtienen los valores de TRM recalculadas.

Para ello se define el factor de corrección,  $\Delta c$ , como la diferencia entre los valores máximos de tensión, entre perfiles obtenidos mediante el método del polvo,  $c$ , y después de aplicar la condición de equilibrio,  $c'$  de la forma:

$$\Delta c (TT) = c - c' \tag{4.16}$$

El factor de corrección varía con el tiempo de tratamiento térmico, pero su valor, en cada uno de los estados de precipitación estudiados, es común para todos los planos. De forma que, por ejemplo, el valor de  $\Delta c$  (T4) es el mismo para los planos {311}, {111}, {200} y {220}; y así con el resto de  $\Delta c$  (TT). El factor de corrección será el parámetro que corrija la desviación entre calcular las tensiones con un solo valor de referencia, polvo en T4, con respecto a las tensiones calculadas a partir de la condición de equilibrio. En la Tabla 4.8 se muestra el valor del factor de corrección para cada uno de los estados de tratamiento térmico.

TT	c (tensión en el centro perfiles polvo TRM)	c' (tensión en el centro condición de equilibrio TRM)	Factor de corrección  $\Delta c = c - c'$
T4	339	266	<b>73</b>
1h	438	99	<b>339</b>
10h	368	25	<b>343</b>
100h	357	15	<b>342</b>

Tabla 4.8 Factor de corrección de la tensión que da cuenta de la desviación entre los valores de tensión en el centro de la muestra utilizando el polvo como referencia,  $c$ , y utilizando la condición de equilibrio,  $c'$ .

Los valores de tensión de la Tabla 4.8 reflejan el hecho de que en una aleación envejecible, si no se utiliza un valor de referencia que tenga en cuenta el estado de precipitación de la muestra, se puede modificar enormemente el valor de la tensión residual. El desajuste en tensión que introduce cada uno de ellos se manifiesta en el factor de corrección (del orden de 300MPa para los estados 1h, 10h y 100h). Estos valores parecen muy elevados, pero según [60], una variación en  $d_0$  de  $0,0002 \cdot 10^{-10} \text{Å}$  en aluminio da lugar a una variación en la tensión de 10 MPa. En este caso, la diferencia entre el valor de  $d_0$  obtenido de la condición de equilibrio y el valor de  $d_0$  del polvo en T4, para cada plano y estado de TT se muestra en la Tabla 4.9 así como la variación en la tensión que produce.

Plano	$d_0$ (equilibrio_100h) - $d_0$ (polvo_T4) (Å)	Variación en la TR (MPa)
(311)	0,0015	75
(111)	0,0035	175
(200)	0,0015	75
(220)	0,0031	155
Plano	$d_0$ (equilibrio_10h) - $d_0$ (polvo_T4) (Å)	Variación TR (MPa)
(311)	0,0015	75
(111)	0,0034	170
(200)	0,0015	75
(220)	0,0030	150
Plano	$d_0$ (equilibrio_1h) - $d_0$ (polvo_T4) (Å)	Variación en la TR (MPa)
(311)	0,0014	70
(111)	0,0032	160
(200)	0,0014	70
(220)	0,0028	140
Plano	$d_0$ (equilibrio_T4) - $d_0$ (polvo_T4) (Å)	Variación en la TR (MPa)
(311)	0,0000	-
(111)	0,0007	35
(200)	0,0002	10
(220)	0,0006	30

Tabla 4.9 Variación del parámetro de referencia,  $d_0$  entre los estados de TT en equilibrio y el T4 (polvo) para cada plano. Valor del desajuste en la tensión que provoca por la variación de  $d_0$ .

Como se observa de los valores obtenidos en la Tabla 4.9, las diferencias son significativas, y como para el cálculo de la TRM intervienen los cuatro planos analizados, el desajuste en tensión que introduce cada uno de ellos se manifiesta en el factor de corrección (del orden de 300MPa para los estados 1h, 10h y 100h). La variación máxima la experimentan los estados de 1h, 10h y 100h (equilibrio) con respecto al estado T4 del polvo. Debido a la evolución que experimentan las aleaciones envejecibles con el tiempo de tratamiento térmico resulta muy complejo obtener un valor de referencia. Aunque se utilizaran valores de referencia,  $d_0$  procedentes de muestras de polvo 2014 Al en los mismos estados de tratamiento térmico que las muestras masivas, se tendrían también diferencias aunque menos significativas (las diferencias existentes entre los dos en estado T4).

El procedimiento desarrollado en este trabajo, permite obtener valores del parámetro de red de referencia a partir de las ecuaciones de equilibrio de tensiones. Estos valores de referencia son muy fiables en contraposición a lo que sucede con las muestras de polvo que sobreestiman el valor de la tensión. Además, existen materiales de los cuales es muy difícil obtener muestras de polvo de referencia fiable, como en soldaduras [62].

Una vez obtenidas las ecuaciones que describen los perfiles de la TRM equilibrados, la manera de comprobar que el equilibrio impuesto es correcto, pasa por verificar que todos los perfiles se corten en el mismo punto del eje de abscisas según la ecuación (4.10). En la Figura 4.5 se muestran la componente axial de las TRM equilibradas.

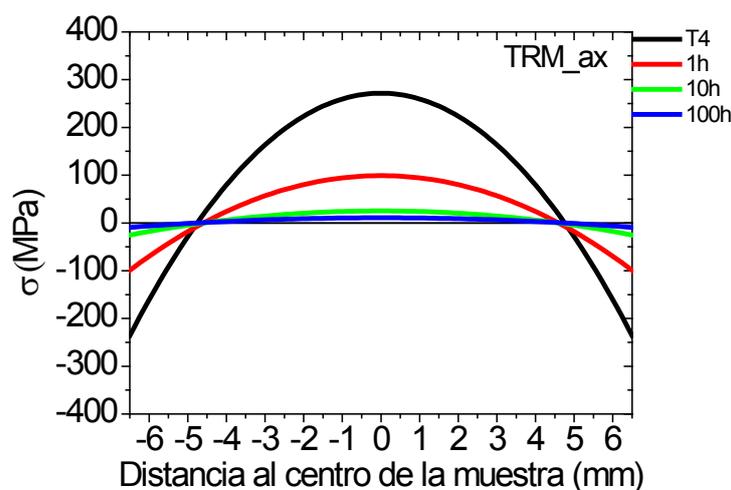


Figura 4.5 TRM obtenida para la componente axial. La incertidumbre asociada a los valores de tensión definidos por las ecuaciones parabólicas es de 5 MPa.

Los perfiles de la TRM están equilibrados al ser la condición impuesta a esa componente. El valor de la incertidumbre asociado a los valores de tensión definidos por las curvas de la Figura 4.5 se ha calculado a partir de la desviación estándar de los valores de incertidumbre de la TRM no equilibrada.

En el caso de las componentes radial y tangencial de la macrotensión, también se obtienen perfiles parabólicos a lo largo de la muestra, Figura 4.6. En este caso, aunque la componente axial está equilibrada, estas componentes no lo están. Aunque no se anulan en el mismo punto del eje de abscisas, las variaciones respecto al equilibrio son pequeñas. Este resultado, junto con el hecho de que no es posible definir una superficie de sección finita, transversal a las componentes radial y tangencial donde se cumpla la condición de equilibrio mecánico, dan por bueno el uso del parámetro de referencia obtenido mediante el método de las parábolas para el presente estudio. Se justifica también el hecho de emplear una misma reflexión, la correspondiente a la componente axial para cada familia de granos, para calcular el estado triaxial de la tensión microscópica de estas familias de granos. Ambas componentes son muy similares, como era de esperar, debido a la simetría cilíndrica y a la relación de aspecto de las muestras.

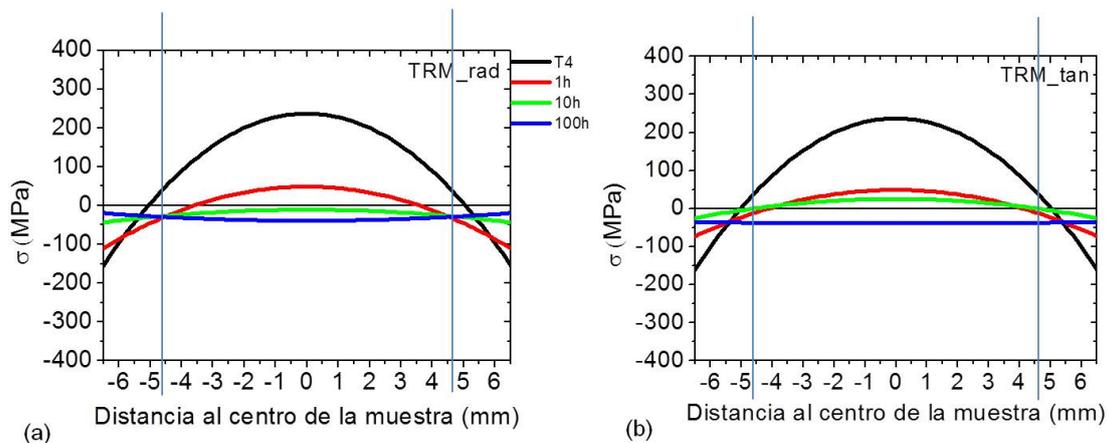


Figura 4.6 Componentes (a) radial y (b) tangencial de la TR-M. La incertidumbre asociada es de 4,5 MPa en el caso de la componente radial y de 4MPa en el caso de la tangencial.

#### 4.4 TENSIONES RESIDUALES TOTALES RECALCULADAS

Las tensiones residuales totales recalculadas, TRTr, son las que se obtienen considerando como valor de referencia del parámetro de red, el dado por la condición de equilibrio y no a partir del valor del polvo de 2014Al como en el caso de las TRT.

Los perfiles de las TRTr, se calculan utilizando el método de las parábolas de la misma manera que la tensión macroscópica. Los perfiles de TRTr, se describen mediante ecuaciones parabólicas construidas con los coeficientes de ajuste de las TRT. Para cada uno de los planos cristalográficos se tienen doce ecuaciones parabólicas, considerando los cuatro tratamientos térmicos y las tres componentes principales de tensión: axial, radial y tangencial. El procedimiento de ajuste de los perfiles parabólicos es análogo para todos los planos pero sólo se muestra la componente axial de la TRT del plano (311) a modo de ejemplo. Se pretende resaltar la metodología de cálculo que hay detrás de cada una de las ecuaciones parabólicas que definen los perfiles de tensión y no presentar una mera lista.

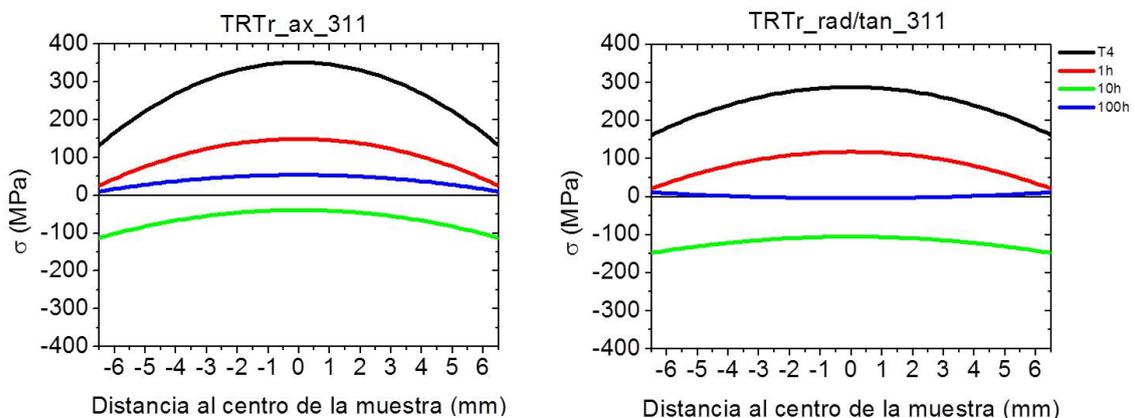
En la Tabla 4.10 se recogen los coeficientes del ajuste parabólico, a y c de la componente axial de la TRT para el plano (311) ( $b=0$ ). También se recogen los valores del factor de corrección,  $\Delta c$  (TT) y las nuevas ecuaciones parabólicas que describen los perfiles de TR recalculadas.

Durante la construcción de las parábolas que describen las TRTr es necesario señalar que, al igual que en el caso de la TRM, la curvatura de las parábolas no se ha variado, independientemente del valor de referencia con el que se han calculado. El motivo es el mismo que se describió en aquel caso. Para equilibrar las TRTr se ha modificado únicamente el valor de la tensión en el centro (término independiente de la ecuación parabólica). Para las curvas parabólicas de las TRTr, el término independiente viene dado por la diferencia entre el valor en el centro de las TRT (referencia polvo) y el factor de corrección  $\Delta c$ , Tabla 4.10.

TT	Coeficiente ajuste parabólico TRT (referencia polvo)		$\Delta c$	Ecuación parabólica perfil TRTr
	c	a		$\sigma^{TRTr}(R) = a R^2 + (c - \Delta c)$
T4	c	425	73	$\sigma^{TRTr}(R) = -5,19 R^2 + 352$
	a	-5,19		
1h	c	488	339	$\sigma^{TRTr}(R) = -2,92 R^2 + 149$
	a	-2,92		
10h	c	304	343	$\sigma^{TRTr}(R) = -1,74 R^2 - 39$
	a	-1,74		
100h	c	396	342	$\sigma^{TRTr}(R) = -1,04 R^2 + 54$
	a	-1,04		

Tabla 4.10 Ecuaciones parabólicas que describen los perfiles de tensión para el plano (311) y para la componente axial.

Las TRTr se construyen a partir de sus coeficientes de ajuste considerando que el nuevo término independiente de la ecuación, c, viene dado por la diferencia entre el valor de la tensión en R=0 de las curvas TRT ( $d_0(hkl)$ ) del polvo) menos el valor de  $\Delta c$  ( $d_0^{hkl}(TT)$  condición de equilibrio). El factor de corrección,  $\Delta c$ , es el término que hay que restar a los coeficientes independientes de cada una de las curvas parabólicas de las tensiones residuales totales previas para obtener las TRTr. Los perfiles de las TRTr se recogen en la Figura 4.7. Se presentan la componente axial y la radial/tangencial (el comportamiento de las componentes radial y tangencial es prácticamente igual por lo que se engloban dentro de una misma gráfica).



(a)

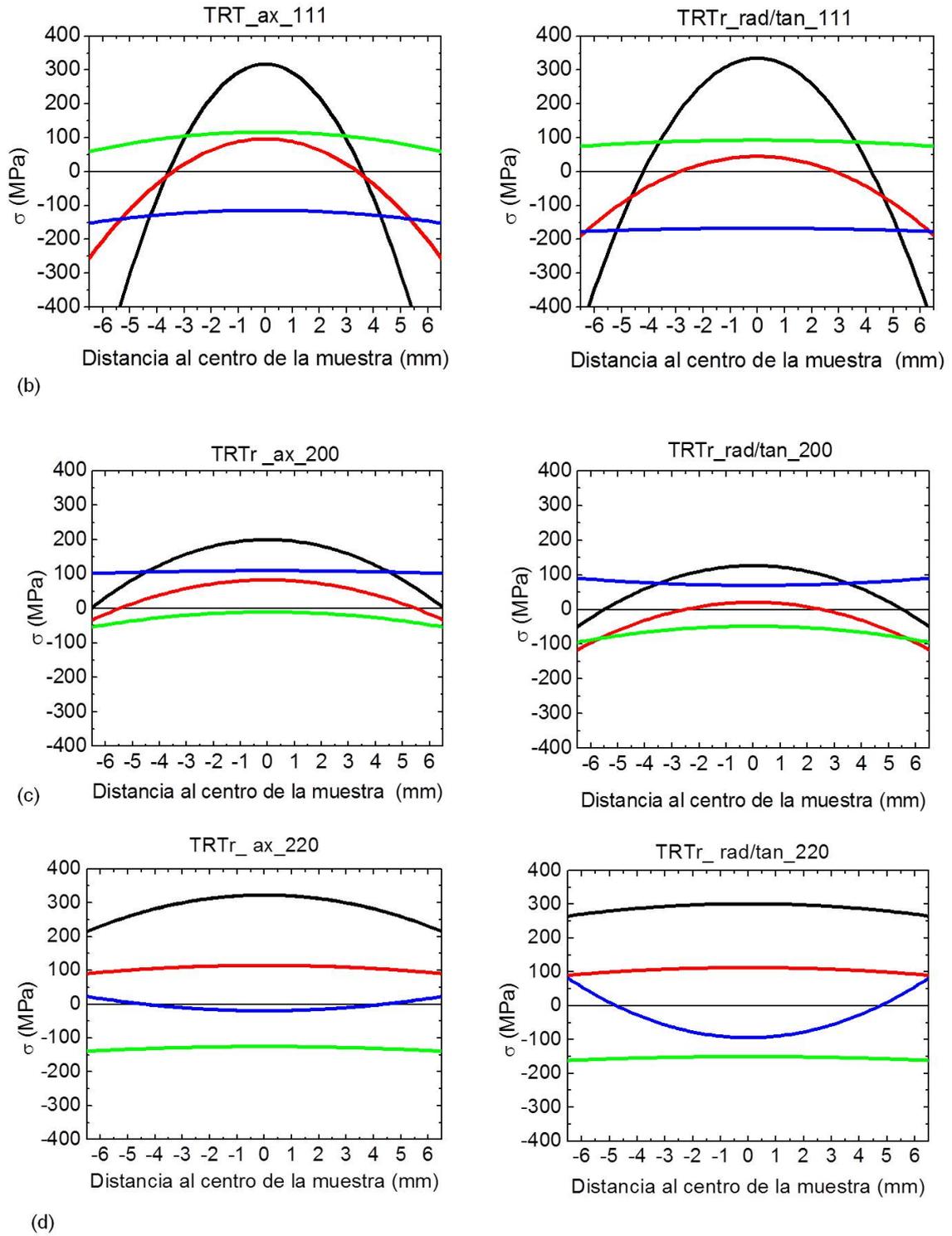


Figura 4.7 TRTr para las tres direcciones principales y para los cuatro planos analizados: (a)  $\{311\}$  (b)  $\{111\}$  (c)  $\{200\}$  y (d)  $\{220\}$ .

El comportamiento de las TRTr es similar para todos los planos. Los perfiles de tensiones presentan forma parabólica siendo el perfil más acusado el del estado T4 produciéndose un aplanamiento en las parábolas a medida que aumenta el tiempo de tratamiento térmico. Las TRTr no están equilibradas porque corresponden a “fases” específicas.

En la Figura 4.8 se muestran los perfiles TRT y TRTr para el plano (311) donde se evidencian las diferencias entre obtener perfiles de tensión mediante el polvo o mediante el equilibrio.

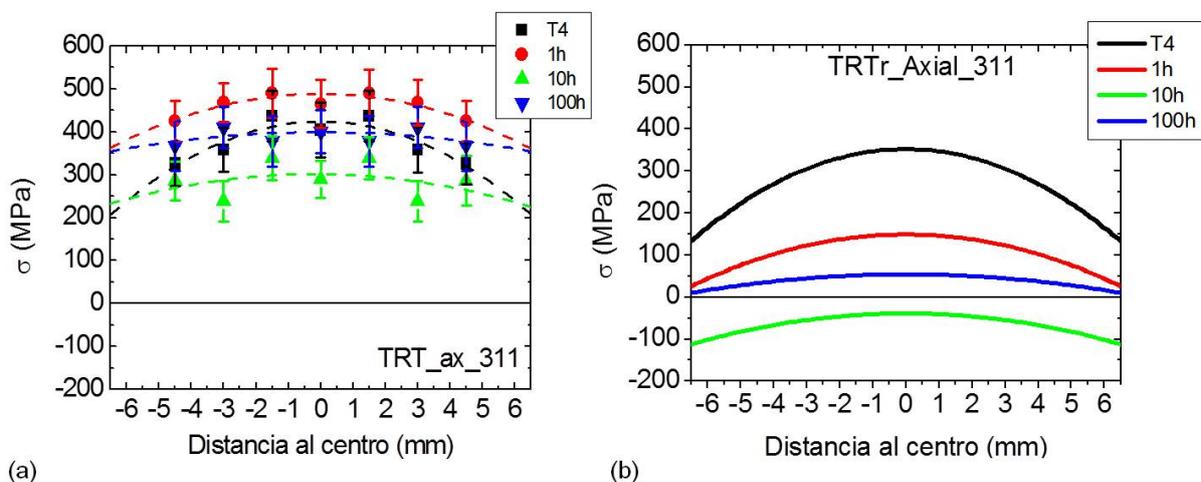


Figura 4.8 Comparación entre los perfiles de las TRTr y las TRT para el plano (311).

Si se comparan las gráficas anteriores, Figura 4.8, se observan las siguientes diferencias:

- (1) El hecho de utilizar un valor de referencia  $d_0$  (hkl) en un único estado de precipitación T4 genera un desajuste en el valor las tensiones entre las TRT y las TRTr (dado por  $\Delta c$ ).
- (2) El valor de la tensión en las curvas 4.8 (a) está sobrestimado. Se introduce una diferencia de 300 MPa al no utilizar la referencia adecuada.
- (3) El valor de tensión en T4, en el caso de las TRTr, es el máximo y disminuye con el tiempo de tratamiento en el centro de muestra. Este es el comportamiento esperado que no se manifiesta en el caso de las TRT.

Debido a la geometría cilíndrica de las muestras y la textura de fibra inducida en la dirección de extrusión se puede realizar el análisis de tensiones utilizando solamente

una única componente de tensión. Esta componente da cuenta de los efectos más significativos respecto a las demás. La tensión desviadora en la dirección axial es:

$$\sigma^{\text{DEV}} = \sigma_{\text{ax}} - \sigma^{\text{HIDRO}} \quad (4.17)$$

Donde  $\sigma_{\text{ax}}$  es la componente axial de la tensión y  $\sigma^{\text{HIDRO}}$  es la tensión residual hidrostática, o tensión residual promedio de las tres componentes principales. Su expresión es:

$$\sigma^{\text{HIDRO}} = \frac{\sigma_{\text{ax}} + \sigma_{\text{rad}} + \sigma_{\text{tan}}}{3} \quad (4.18)$$

Las componentes desviadoras de las TRTr, Figura 4.9, también se distribuyen de forma parabólica a lo largo del eje diametral de las muestras. Las variaciones que se encuentran en las TRTr para los planos analizados {311}, {111}, {200} y {220} hay que relacionarlas con el proceso de extrusión. Para el caso de las TRTr (y las TRT) tienen influencia tanto las tensiones residuales debidas al proceso de extrusión como las debidas al proceso de temple.

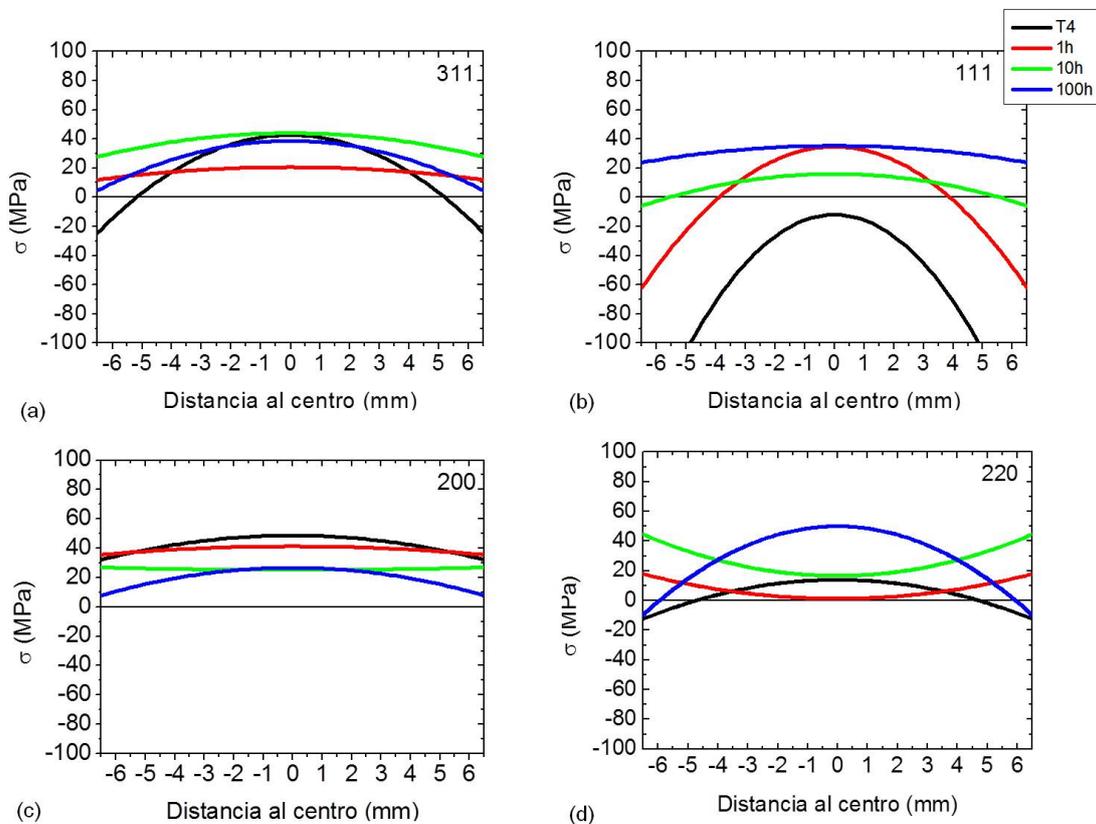


Figura 4.9 Componente desviadora axial de la TRTr para los cuatro planos analizados: {311}, {111}, {200} y {220}.

#### 4.5 TENSIONES RESIDUALES MICROSCÓPICAS

En una aleación monofásica, las TR son el resultado de las incompatibilidades plástica y térmica que se genera entre los cristales vecinos que conforman la aleación durante el proceso termomecánico. Como en las aleaciones de aluminio el CTE es constante independientemente de la orientación cristalina, las TRm son el resultado solamente de la incompatibilidad plástica. Dicha incompatibilidad es debida al carácter anisótropo de la deformación que experimentan los granos cristalinos con distinta orientación durante el proceso de extrusión.

Se puede cuantificar el valor de las TRm mediante el del modelo del compuesto extendido según la expresión (4.1)

$$\sigma_{hkl}^{micro} = \sigma_{hkl}^{TOTAL} - \sigma^{MACRO} \quad (4.19)$$

Los perfiles de la componente deviatora de las TRm se muestran en la Figura 4.10.

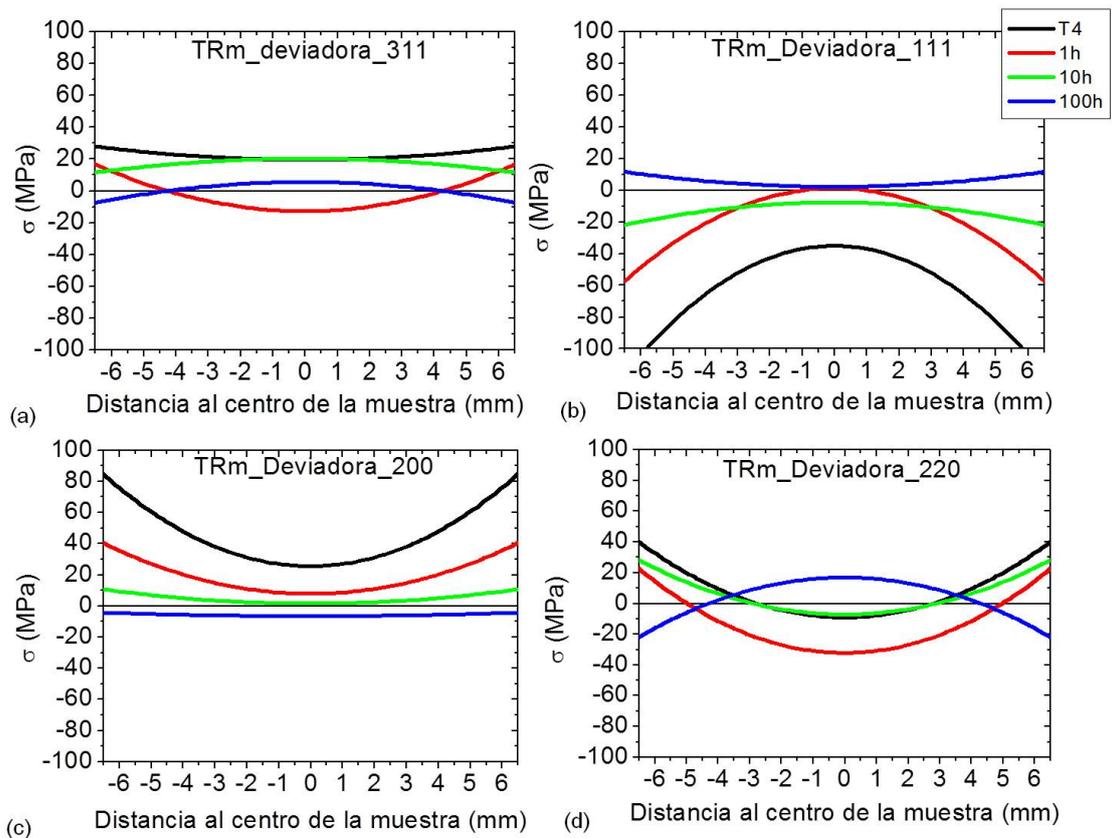


Figura 4.10 Componente deviatora axial de la TRm para los cuatro planos principales. La incertidumbre asociada a las tensiones micro es de 6MPa.

Los perfiles de las TRm también describen un comportamiento parabólico pero en este caso su origen no es térmico, por diferencia del CTE (isótropo), sino mecánico (anisotropía de  $E$  y  $\sigma_Y$ ). El proceso de extrusión también genera TRm. Granos adyacentes, con distinta orientación, tienen una TRm diferente. Esta redistribución de los granos con distinta orientación y respuesta mecánica es la causante de la incompatibilidad plástica entre ellos. La capacidad que tiene unos granos respecto a otros para deformar de modo diferente está condicionada por los sistemas de deslizamiento que se activan en cada uno de ellos y del entorno que los rodea, es decir sus granos vecinos. Los perfiles de las microtensiones están definidos por una curva oscilatoria, similar a una señal de rizado, que da cuenta del cambio que experimenta la tensión cuando vamos de un grano al vecino. La envolvente de ese perfil de rizado es la que describe, en nuestro caso, el comportamiento parabólico definido por la macrotenSIón. En la Figura 4.11 (a) se muestra un esquema de cómo los cristales se distribuyen a lo largo del eje de extrusión y (b) y cómo esa distribución genera una incompatibilidad plástica a través de la muestra, grano a grano, dando lugar a un perfil parabólico de tensión. No se ha encontrado en la bibliografía resultados sobre perfiles de TRm en aleaciones monofásicas de aluminio. Sí se encuentran, sin embargo, estudios de perfiles de TRm en materiales compuestos de matriz metálica.

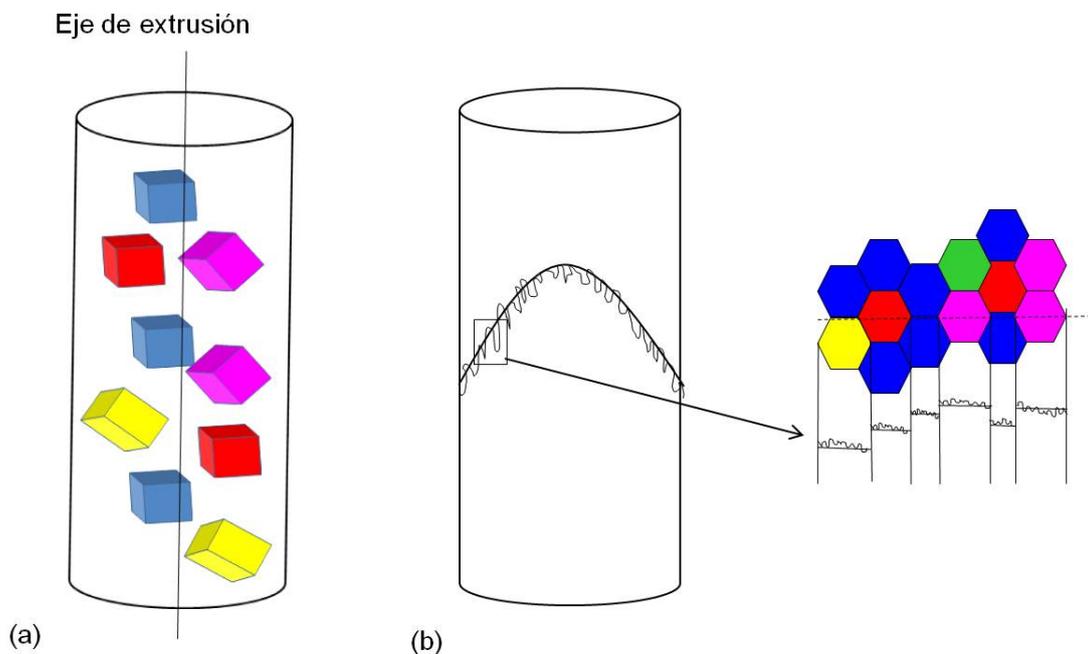


Figura 4.11 (a) Esquema de la distribución de cristales en la aleación con respecto al eje de extrusión. (b) Perfil parabólico de TRm debidas a la incompatibilidad plástica entre granos con distinta orientación.

Estos perfiles, en tanto que describen el valor promedio de la TRm en cada fase, son constantes a lo largo de las dimensiones de la muestra [19] (tanto para la fase metálica de aluminio como para la del refuerzo cerámico). En este caso las tensiones microscópicas son de origen térmico debido a la diferencia de CTEs entre matriz y refuerzo. Por lo tanto, es razonable pensar que su distribución no ha de guardar relación con las TRm de carácter anisótropo, debido a la incompatibilidad plástica entre granos vecinos de una aleación monofásica. También, se cuenta con que el proceso de temple pueda modificar el estado de tensiones microscópicas inicialmente generado en el proceso de extrusión. El análisis de las modificaciones introducidas por el proceso de extrusión por un lado y el de temple por otro está, sin embargo, fuera del alcance de esta investigación.

Las TRm se auto equilibran en las dimensiones del volumen de medida siempre que este recoja un número de granos estadísticamente representativo de la microestructura del material.

Se ha hecho una estimación del número de granos contenidos en el volumen de medida utilizado ( $1 \times 0,1 \times 0,08 \text{ mm}^3$ ) Figura 2.10. Considerando granos cúbicos de lado  $4 \mu\text{m}$  (valor medio entre la longitud transversal y longitudinal de los granos, Figura 3.3), el número de granos contenidos en el volumen de medida es de 125000 granos aproximadamente. Por lo que el número de granos se puede considerar representativo del material. En estas circunstancias, la condición de equilibrio que cumplen las TRm para los granos dentro del volumen de medida viene dado por la expresión:

$$\sum_1^n f_{hkl} \sigma_{hkl}^{\text{micro}} = 0 \quad (4.20)$$

Donde  $\sigma_{hkl}^{\text{micro}}$  es la tensión microscópica para cada plano analizado y  $f_{hkl}$  su fracción en volumen. Para todos los planos y estados de tratamiento térmico se cumple la condición de equilibrio local de las TRm. En la Tabla 4.11 se muestran los valores de tensiones microscópicas en el centro de la muestra,  $R=0$ , para cada uno de los planos y estados de tratamiento térmico.

TT	Posición	TRm (311)	TRm (111)	TRm (200)	TRm (220)
T4	0	20	-35	26	-9
	-1,5	20	-39	29	-6
	-3	21	-52	38	1
	-4,5	24	-74	54	14
	1,5	20	-39	29	-6
	3	21	-52	38	1
	4,5	24	-74	54	14
1h	0	-13	1	8	-32
	-1,5	-11	-2	10	-29
	-3	-6	-11	15	-20
	-4,5	1	-27	24	-6
	1,5	-11	-2	10	-29
	3	-6	-11	15	-20
	4,5	1	-27	24	-6
10h	0	20	-8	2	-7
	-1,5	20	-8	2	-5
	-3	18	-11	4	1
	-4,5	16	-15	6	10
	1,5	20	-8	2	-5
	3	18	-11	4	1
	4,5	16	-15	6	10
100h	0	6	2	-6	17
	-1,5	5	3	-6	15
	-3	3	4	-6	9
	-4,5	-1	7	-5	-2
	1,5	5	3	-6	15
	3	3	4	-6	9
	4,5	-1	7	-5	-2

Tabla 4.11 Componente desviadora de las TRm en MPa para cada tratamiento térmico y plano estudiado. La incertidumbre asociada a los valores de TRm es de 6MPa.

Si se aplica la ecuación (4.20) a los datos recogidos en la Tabla 4.11, considerando la fracción en volumen de cada uno de los n planos:

$$(f_{311}\sigma^{\text{micro}}(311)) + (f_{111}\sigma^{\text{micro}}(111)) + (f_{200}\sigma^{\text{micro}}(200)) + (f_{220}\sigma^{\text{micro}}(220)) = 0 \quad (4.21)$$

y también la condición dada por la ecuación (4.4), se llega a que se cumple la condición de equilibrio local a lo largo de un diámetro de la muestra, ver Figura 4.12.

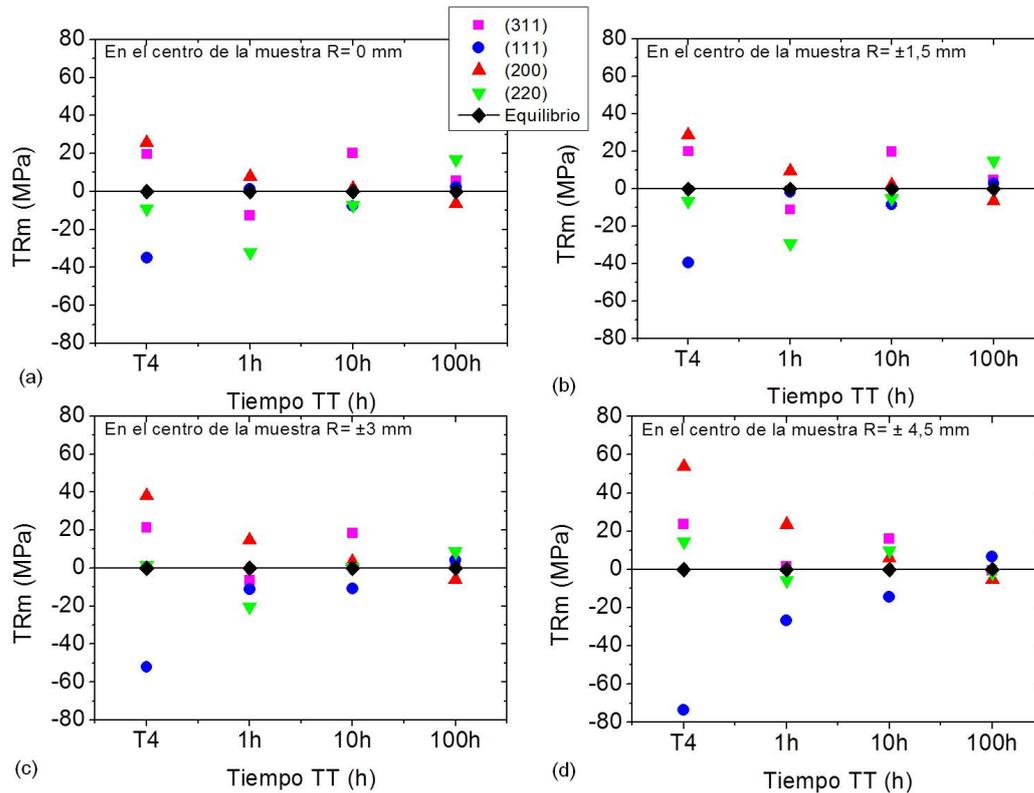


Figura 4.12 Equilibrio local de las TRm.

En la Figura 4.12 se recogen los valores de la TRm para cada plano, estado de TT y posición a través de la muestra. Se alcanza la condición de equilibrio local en cada posición de medida. El punto negro en cada una de las gráficas se ha calculado usando la ecuación (4.21).

Los valores de tensión mayores se dan en el estado T4. La diferencia entre los valores de tensión disminuye con el tiempo de TT. Este comportamiento se da en todas las posiciones de medida y es una evidencia de que existe un proceso de relajación en las TRm, como se detallará en el último apartado de este capítulo.

En la Figura 4.13 se comparan los perfiles de la componente axial de la TRM con los de las TRTr. Esto permite realizar un análisis comparativo de las TRM, TRTr y TRm, para cada una de las familias de granos o planos estudiados. La diferencia entre ambas radica en la presencia de las microtensiones en la aleación.

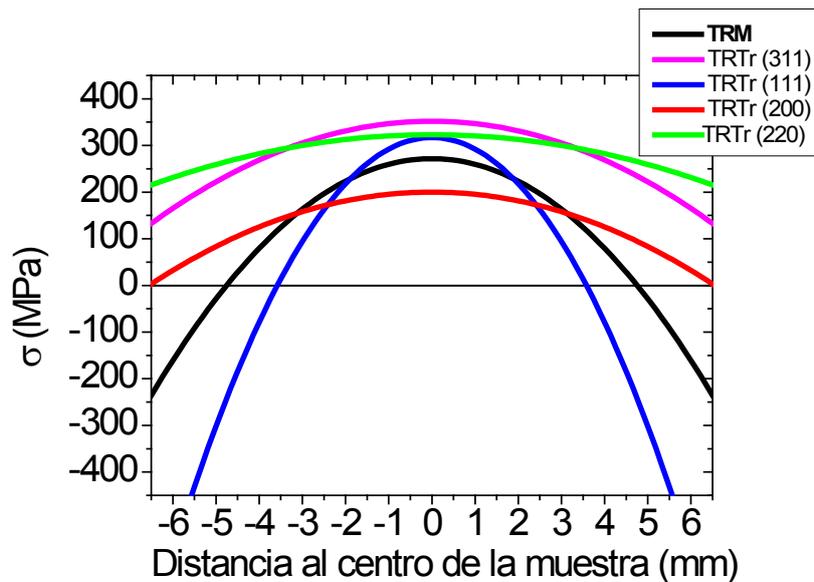


Figura 4.13 Comparación entre los perfiles de la componente axial en estado T4 de la TRM y las TRTr de los cuatro planos (311), (111), (200) y (220).

De la gráfica anterior, se deduce que en el centro de la muestra,  $r = 0$  los valores de las TRM para la componente axial y para cada plano es:

$$\text{TRm (311)} = 80 \text{ MPa}$$

$$\text{TRm (111)} = 45 \text{ MPa}$$

$$\text{TRm (200)} = -72 \text{ MPa}$$

$$\text{TRm (220)} = 51 \text{ MPa}$$

Por lo tanto, se deduce que la magnitud de la TRM en aleaciones monofásicas de aluminio no es en absoluto despreciable. Su distribución obedece, de la misma manera que la TRM, a un perfil parabólico debido al proceso de extrusión que las ha generado.

En la Figura 4.14 se recogen los perfiles de la TRM, la TRTr y la TRm para el plano (311), en el estado de T4 para verificar que el método de separación de tensiones en una aleación monofásica nos permite calcular el estado de las TRm y su distribución a lo largo de las dimensiones de la muestra.

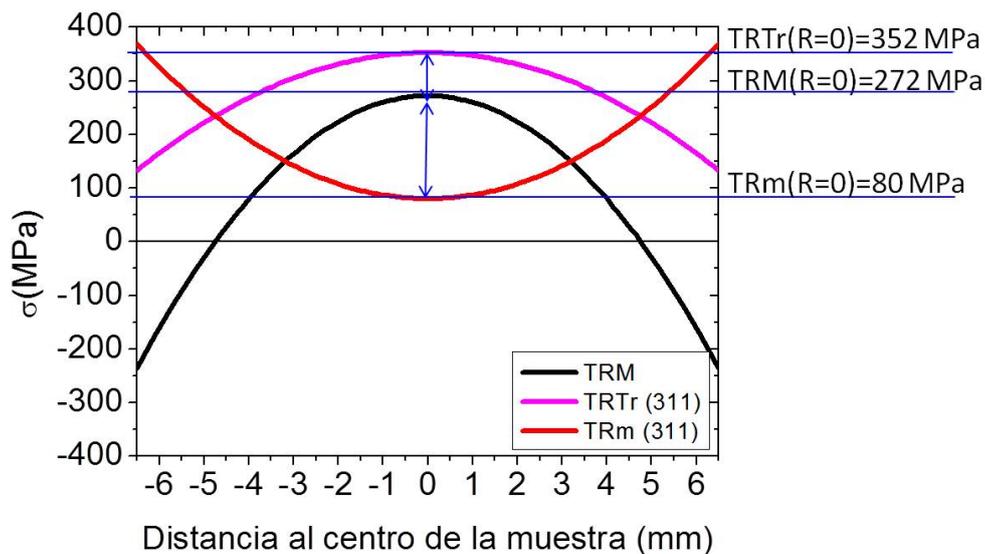


Figura 4.14 Perfil de la componente axial de tensión de la TRM en T4 junto con los perfiles de la TRTr y TRm del plano 311 en el mismo estado.

El estado de la TRm es debido a dos factores, uno el proceso de temple, en el que el avance del frente térmico a través de la muestra (de fuera hacia dentro) es progresivamente menos severo y por tanto con una capacidad de generar esta TRm menor. Este factor se compensa con el debido a la TRM que “induce” la TRm por la diferencia entre el módulo elástico,  $E$ , de granos vecinos. Por contra, el proceso anterior genera la TRm por diferencia en el límite elástico.

En resumen, la presencia de TRm juega un papel importante en el estado tensional de una aleación monofásica. Estos resultados ponen de manifiesto que si se describe el comportamiento de la tensión macro en una aleación monofásica mediante los cambios que se observan en las distancias interplanares de una única familia de planos, como se llevó a cabo en trabajos anteriores [82], no se obtiene toda la información del estado tensional completo de las TR del material. Dependiendo del plano que se analizara (y suponiendo éste como representativo del comportamiento macroscópico) se tendría un valor de la macrotensión residual sobrestimada o subestimada con respecto al valor de la tensión macroscópica que se tendría analizando la contribución de las familias de planos principales. Sería como describir el estado tensional de un material compuesto a través de una única fase.

#### 4.6 TENSIONES RESIDUALES INTERGRANULARES

Las tensiones residuales intergranulares se calculan a partir de las TRm entre granos vecinos. Su origen se encuentra en la diferente respuesta mecánica de granos que comparten frontera. Así las TRI se pueden definir como las tensiones en la intercara: las que resultan de la diferencia entre las componentes paralelas a ella entre un grano y el otro. Por ejemplo dos granos vecinos cuya frontera presenta un cierto grado de desorientación alcanzarán distinto grado de deformación total (elástica + plástica) ante una acción externa. Este hecho es debido a la dependencia de las constantes elásticas y del límite elástico con la orientación cristalográfica.

El proceso de extrusión introduce una distribución de deformaciones no homogénea en el material a dos niveles. En el primer nivel, macroscópico, existe un gradiente de deformación a lo largo del eje radial de la barra extruida. Este gradiente es producido por la fricción del material con la matriz de extrusión en la superficie de la barra. Esta fricción no se produce en el interior del material y, al ser una barra de sección cilíndrica el gradiente tiene simetría axial.

En el segundo nivel, el microscópico, se genera una deformación plástica distinta en cada familia de granos del policristal. Este hecho induce una tensión intergranular entre granos vecinos por la imposibilidad de que estos granos se puedan deformar libremente [127], [128], [129], [130], [131], [132], [133].

Tanto para llevar a cabo el análisis de las TRI en la aleación monofásica como para predecir el estado de tensión intergranular entre dos cristales individuales dentro de un policristal se ha contado con los modelos elastoplásticos habituales. Cada grano se comporta como una inclusión en el interior del policristal. Las propiedades mecánicas del policristal vendrán dadas por el valor promedio de la respuesta mecánica de cada grano individual [134], [135], [136].

En este trabajo, se asume que cada grano interacciona con varios granos vecinos. Las tensiones generadas a partir de estas interacciones se han descrito mediante el denominado modelo DMLE que consideran la diferencia de módulo y límite elástico de los granos adyacentes. Se han considerado dos variantes del modelo DMLE que permiten abordar los cálculos en dos partes. En primer lugar se ha considerado el caso microestructural más sencillo para calcular la tensión intergranular; es decir, un bicristal. En esta descripción, se ha considerado que el bicristal está formado por dos cristales con distinta orientación y, por tanto con distinta respuesta mecánica. Se considera una tensión uniaxial a lo largo de la dirección de los granos sobre la que se

aplica el esfuerzo y se calculan las tensiones resultantes cuando ambos granos deben permanecer unidos. Esta primera variante del modelo, a pesar de que es muy sencilla y no describe de manera realista la compleja microestructura del policristal, permite describir de manera analítica y rigurosa la tensión residual intergranular generada al someter dos granos a la misma deformación (isodeformación). Esto servirá para la segunda variante del modelo, más elaborado. La segunda variante del modelo DMLE es una extensión del anterior y considera un grano individual rodeado de varios granos, con los que comparte frontera para el cálculo de la TRI. Este modelo intenta extrapolar el modelo del bicristal a un modelo más realista que tenga en cuenta la microestructura del policristal. Los cálculos utilizando esta variante del modelo se analizan mediante elementos finitos, en particular el software COMSOL multiphysics [137].

#### 4.6.1 Determinación de las TRI a partir de las TRm

El valor promedio de las TRm es representativo de una zona de la muestra con una microtextura y textura cristalográfica determinadas. Sólo es posible obtener TRI si se puede determinar la deformación de un solo grano o una familia de granos con igual orientación. Esta información se encuentra en las TRm. Por lo tanto, el valor promedio de las TRI, para dos familias de planos con distinta orientación, se pueden calcular, como la diferencia entre tensiones residuales microscópicas entre ambas familias:

$$\sigma^{\text{inter}}((hkl) - (h'k'l')) = \sigma^{\text{micro}}(hkl) - \sigma^{\text{micro}}(h'k'l') \quad (4.22)$$

El valor que se obtenga de esta diferencia tiene un significado real para granos contiguos, que compartan frontera de grano. Las TRI que se obtienen de la ecuación (4.22) son recíprocas en magnitud y cambian el signo, es decir el comportamiento de la TRI del plano (111) con el plano (200) es de igual magnitud y sentido contrario que la TRI del plano (200) con el (111). Para los cuatro planos analizados, existen seis interacciones posibles (sin contar las interacciones recíprocas). Para cada una de las interacciones posibles, se han calculado las TRI a partir de los valores de tensiones microscópicas de la Tabla 4.11. Se muestran a continuación, los valores de las TRI en todos los estados de TT y para todas las posiciones de medida a lo largo del diámetro de las muestras.

DISCUSIÓN

TT	Posición	TRI (111)-(200)	TRI (111)-(311)	TRI (111)-(220)	TRI (200)-(311)	TRI (200)-(220)	TRI (311)-(220)
T4	0	-61	-55	-26	6	35	29
	-1,5	-68	-59	-33	9	35	26
	-3	-90	-74	-54	17	37	20
	-4,5	-128	-97	-88	30	39	9
	1,5	-68	-59	-33	9	35	26
	3	-90	-74	-54	17	37	20
	4,5	-128	-97	-88	30	39	9
1h	0	-7	14	33	21	40	19
	-1,5	-12	9	27	21	39	18
	-3	-26	-5	9	21	35	14
	-4,5	-50	-28	-21	22	29	7
	1,5	-12	9	27	21	39	18
	3	-26	-5	9	21	35	14
	4,5	-50	-28	-21	22	29	7
10h	0	-9	-28	-1	-19	9	27
	-1,5	-11	-28	-3	-18	7	25
	-3	-14	-29	-11	-15	3	18
	-4,5	-21	-31	-24	-10	-4	6
	1,5	-11	-28	-3	-18	7	25
	3	-14	-29	-11	-15	3	18
	4,5	-21	-31	-24	-10	-4	6
100h	0	9	-3	-15	-12	-23	-11
	-1,5	9	-2	-12	-11	-21	-10
	-3	10	1	-4	-9	-15	-6
	-4,5	12	7	8	-5	-4	1
	1,5	9	-2	-12	-11	-21	-10
	3	10	1	-4	-9	-15	-6
	4,5	12	7	8	-5	-4	1

Tabla 4.12 TRI calculadas a partir de las TRm para todas las interacciones posibles entre planos.

Las TRI que involucran granos duros (definidos por los planos (111) y (220)) son las que presentan mayor tensión en valor absoluto. La TRI entre granos blandos (definidos por los planos (200) y (311)) son las que presenta un valor de tensión intergranular mínimo. En el estado de máxima tensión T4, los valores de la TRI en el centro de la muestra son menores que los obtenidos cerca de la superficie. Este comportamiento también se observa en 1h y se atenúa en 10h y 100h.

En las gráficas de las Figuras 4.15 a 4.17 se observa cómo para todos los planos la TRI es máxima, en valor absoluto, en la superficie y mínima en el centro de la muestra. Los perfiles se corresponden con la componente desviadora de la TRI. Aunque hay 12 interacciones posibles para caracterizar las TRI entre granos vecinos, como son simétricas sólo se muestran 6.

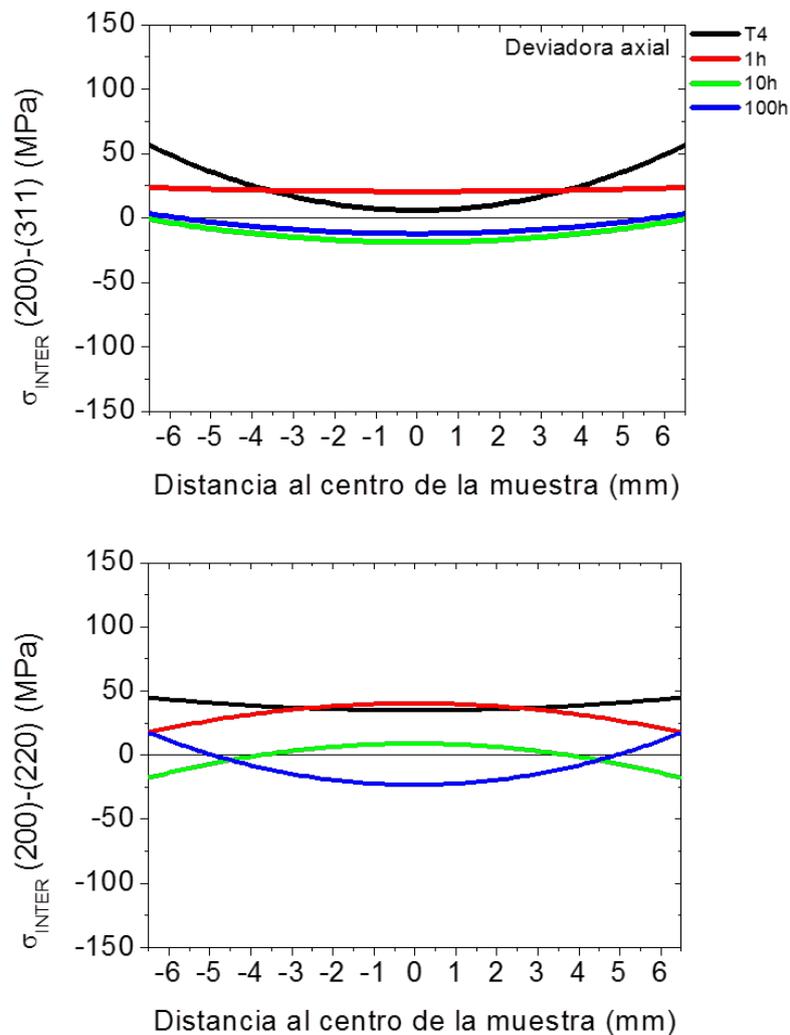


Figura 4.15 TRI entre los planos {200} - {311} y {200} - {220}.

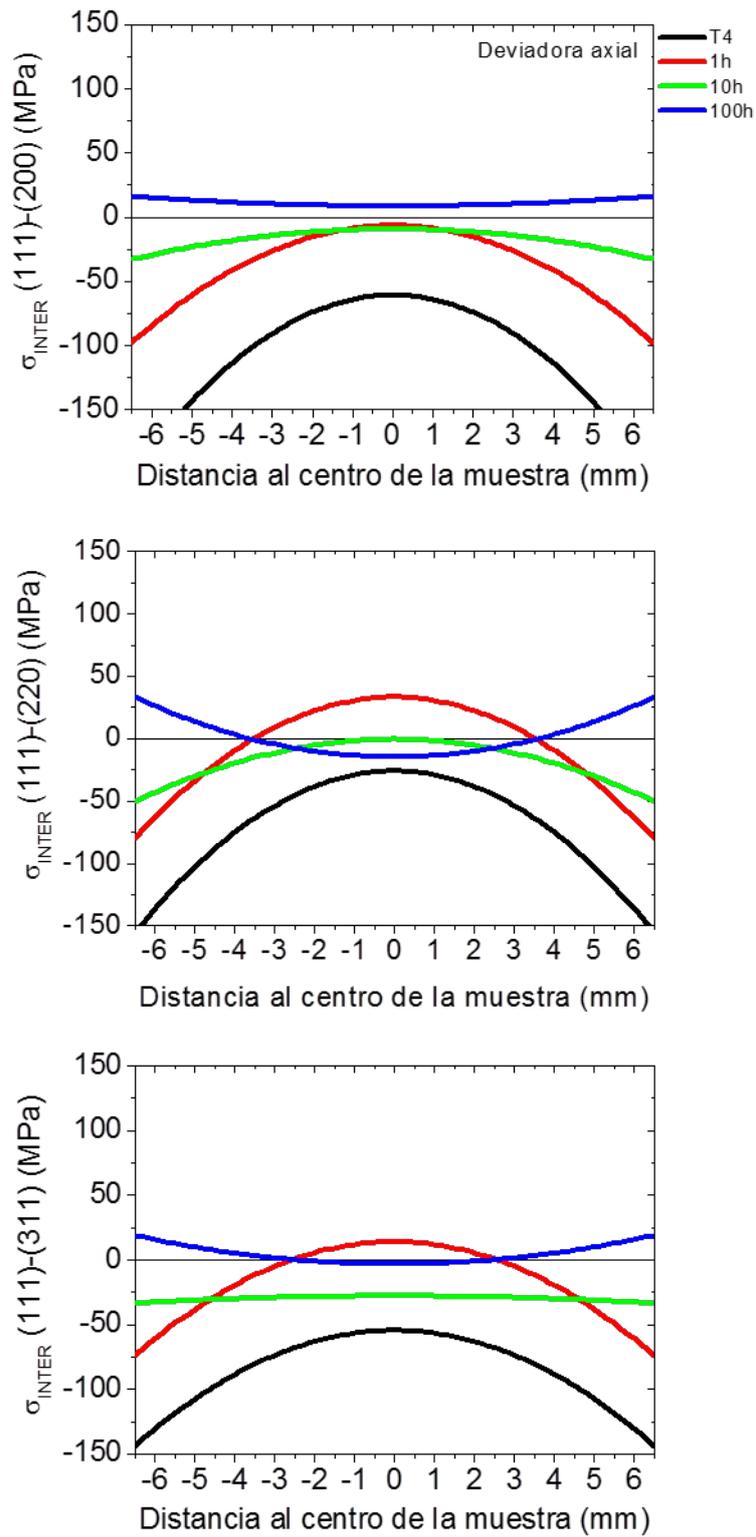


Figura 4.16 TRI entre las familias de planos  $\{111\}$  y el resto de  $\{hkl\}$ .

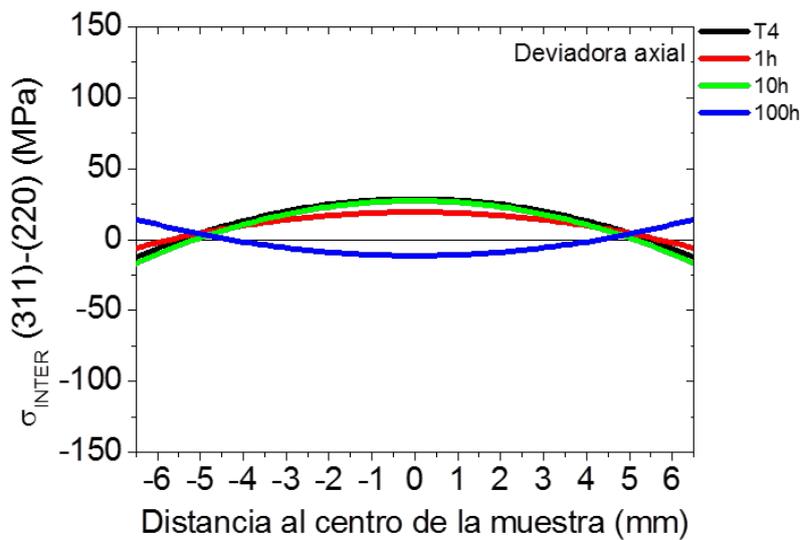


Figura 4.17 TRI entre el plano {311} y {220}.

Los perfiles de TRI pueden explicarse si se asume que los granos están experimentando fenómenos de tracción y compresión durante los tratamientos termomecánicos a los que ha sido sometido el material. Por un lado los granos durante la extrusión experimentan una deformación a lo largo de la dirección de extrusión como si estuvieran sometidas a un ensayo de tracción uniaxial (equivalente al que se produce en un ensayo de tracción uniaxial), y por otro lado, durante el temple, experimentan un proceso similar a un ensayo de compresión. Por lo tanto las TRI en la superficie se pueden considerar más intensas debido a que se combinan ambos efectos y se intensifica debido a la elevada fricción que experimenta la superficie de la barra durante el proceso de extrusión.

Las TRI calculadas representan un valor promedio correspondiente a un gran número de fronteras de granos en una zona de la muestra. En el siguiente apartado se demostrará que utilizando los modelos elastoplásticos bien establecidos en la literatura [138] [139] es posible determinar una expresión analítica de las TRI a partir de las interacciones entre dos granos vecinos. Además, es posible generalizar las interacciones a un número mayor de primeros granos vecinos como paso intermedio a la descripción de las TRI en un policristal.

#### 4.6.2 Modelización de TRm intergranulares.

Los modelos policristalinos auto-consistentes consideran a cada grano como una inclusión in-homogénea en el medio (policristal) que los rodea. La relación que describen estos modelos entre la tensión y la deformación puede ser lineal, modelos elastoplásticos o no lineal, modelos visco-elastoplásticos. Uno de los primeros modelos auto-consistentes capaz de dar una respuesta a cómo se produce la deformación de un cristal en el interior de un policristal fue propuesto por Kröner [140]. Este modelo asume que un cristal en el interior del policristal se puede considerar como una inclusión elipsoidal en un medio homogéneo infinito [112], y que la deformación que experimenta la inclusión en el medio es uniforme. Se trata de un modelo utilizado en el análisis de materiales multifásicos donde existen fases distintas que se encuentran dispersas en una matriz. También es válido para el caso de una aleación monofásica al asumir la hipótesis del modelo del compuesto extendido.

Este resultado se utiliza para calcular las propiedades elásticas de un grano en función su orientación respecto al resto de granos del policristal. Se admite de esta manera, que el comportamiento mecánico del policristal es un valor promedio del que posee cada uno de los cristales que lo conforman. Esta es la visión que ofrecen los modelos de Voight (isodeformación) y Reuss (isotensión). Pero como los modelos anteriores son modelos elásticos, es necesario hacer una extensión del problema al régimen elastoplástico. Para ello se ha utilizado el modelo de plasticidad cristalina de Taylor-Bishop-Hill [141], [142], que considera que la deformación plástica en un cristal se produce por el deslizamiento de unos granos con respecto a otros. El deslizamiento ocurre a lo largo de ciertos planos cristalográficos, los planos de deslizamiento, y dentro de ellos en ciertas direcciones cristalográficas, direcciones de deslizamiento a cada familia de granos.

El inicio de la deformación plástica por deslizamiento en un monocristal viene dado por la Ley de Schmid [52], que establece que el comienzo de la deformación se produce cuando se alcanza el valor de la tensión de cizalla crítica resuelta,  $\tau_{CCR}$ . Para el aluminio se considera el sistema de deslizamiento primario  $(11\bar{1})[101]$ , que es la que entra en juego durante el proceso de extrusión [143]. De modo que se tiene la siguiente relación [144]:

$$\tau_{CCR} = M \cdot \sigma_Y \quad (4.23)$$

Donde  $M$  es un factor geométrico dependiente de la orientación del cristal denominado factor de Schmid y  $\tau_{CCR}$  el valor de la tensión crítica de cizalla resuelta.

Para el cálculo de  $\sigma_Y$  se ha considerado el valor de la tensión crítica de cizalla resuelta de 32 MPa, que aparece en la literatura para un monocristal de Al-4%Cu-0,1%Fe en estado T4 [145]. Se ha considerado este valor de  $\tau_{CCR}$ , debido a que la composición de la aleación Al-4%Cu-0,1%Fe es similar a la de la aleación 2014Al.

De esta forma se ha podido determinar el factor de Schmid y posterior límite elástico para cada orientación. Es el factor de Schmid el que introduce el carácter anisótropo del comportamiento mecánico de un monocristal. En la Tabla 4.13 se dan, para cada orientación, los valores máximos del factor de Schmid y el valor del límite elástico asociado.

	(111)/	(200)/	(311)/	(220)/
$\cos\Phi$	0,82	0,58	0,52	0,82
$\cos\lambda$	0,33	0,71	0,85	0,50
$M$	0,27	0,41	0,45	0,41
$\sigma_Y$ (hkl) (MPa)	118	78	72	78

Tabla 4.13 Valores de límite elástico obtenidos para cada orientación a partir de los factores de Schmid calculados.

Los ángulos  $\Phi$  y  $\lambda$  de la Tabla 4.13 son los ángulos formados entre la dirección de la tensión aplicada y la normal al plano y a la dirección de deslizamiento respectivamente.

Es necesario establecer unos rangos de tensión que permitan acotar los valores de TRI y TRm tanto experimentales como teóricos. Por lo tanto, junto con la determinación del límite elástico para cada orientación, es interesante estimar el límite elástico de un policristal formado por cristales cuyas propiedades mecánicas son las de la Tabla 4.13 y comprobar que se encuentra dentro de los valores aportados por la literatura para una aleación de aluminio. De esta manera, se podrá comparar el límite elástico del policristal de aluminio con los resultados obtenidos mediante el modelo del policristal.

Se han propuesto diversos modelos para calcular el límite elástico de un policristal a partir de los valores de límite elástico de cada uno de sus cristales [142], [146].

Por un lado, el modelo de Sachs propone calcular el límite elástico de un policristal como el promedio del límite elástico de los cristales que lo forman [147]. Para los sistemas de deslizamiento del sistema fcc el valor medio del factor de Schmidt es 0.447 de forma que, de acuerdo con el modelo de Sachs, el límite elástico de un material policristalino sin textura es:

$$\sigma_Y = 2.237 \tau_c \quad (4.24)$$

Este modelo asume, por tanto, la existencia de un único sistema de deslizamiento activo en cada grano (isotensión). En el caso de un material con textura, como el estudiado en este trabajo, es necesario realizar un promedio del factor de Schmid,  $\langle M \rangle$  a todas las orientaciones en función de la densidad de probabilidad de las mismas.

En este caso  $\langle M \rangle = 0,385$  por lo tanto, según el modelo de Sachs, el valor del límite elástico para un policristal de la aleación 2014Al vendría dado por:  $\sigma_Y = 83$  MPa. Este valor proporciona el límite inferior de la resistencia que tendría un policristal bajo un estado de ensayo de tracción uniaxial.

Otro de los modelos que permite calcular el valor del límite elástico de un policristal es el propuesto por Taylor [148], [149]. En este modelo se asumen un estado de isodeformación para los granos en el interior del policristal. Según la bibliografía [150], [141], [151], el factor de Taylor, para aleaciones de aluminio fcc viene dado por  $m=3,1$ . Este factor proporciona el límite superior para el límite elástico de un policristal de aluminio. Varios autores encontraron que este valor para el factor de Taylor está en concordancia con los datos experimentales obtenidos para el aluminio y que este límite superior está cerca del valor real [152]. Por lo tanto, según el modelo de Taylor, el valor del límite elástico para un policristal de la aleación estudiada sería de  $\sigma_Y = 99$  MPa.

Resumidamente, se puede afirmar que la distribución no uniforme de la deformación en el policristal da lugar a tensiones residuales entre granos cristalinos. El hecho de suponer modelos de deformación elásticos perfectamente plásticos implica asumir un límite superior de tensión, dado en este caso por el valor del límite elástico del policristal. Por lo tanto, la magnitud de las tensiones residuales no puede exceder el valor del límite elástico del policristal considerado para cada una de las escalas de análisis. Es decir si analizamos la TRI en un policristal el valor máximo de tensión lo

impondrá la cota superior del límite elástico de cada cristal, 99 MPa según el modelo de Taylor.

Por un lado tenemos los granos duros pertenecientes a la familia de planos {111} que se caracterizan por presentar el mayor módulo y límite elástico. Estos granos se comportan como el refuerzo cerámico en un material compuesto. Por otro lado tenemos los granos blandos, pertenecientes a las familias de planos {200} y {311}. Se caracterizan por tener el valor del módulo más bajo, y en el caso del {311} también el valor más bajo del límite elástico. En comparación con un material compuesto serían la matriz metálica. La familia de planos {200} presenta una peculiaridad, los granos pertenecientes a dichas familias de planos son los más blandos, según el valor del módulo, pero presenta un valor del límite elástico intermedio. Lo mismo sucede con los granos pertenecientes a las familias de planos {220}. Estos se caracterizan por tener un valor del módulo elevado y un valor del límite elástico intermedio por lo que se consideraran granos intermedios. Se resumen en la Tabla 4.14 los valores de las propiedades mecánicas para cada plano.

<b>(hkl)</b>	<b>E(hkl) (GPa)</b>	<b>V(hkl)</b>	<b><math>\sigma_Y</math> (hkl) MPa</b>	<b>M (factor de Schmid)</b>
311	69,0	0,35	72	0,45
111	75,5	0,34	118	0,27
200	63,2	0,36	78	0,41
220	72,0	0,34	78	0,41

Tabla 4.14 Propiedades mecánicas según la orientación cristalográfica.

La deformación plástica se producirá antes en los granos “blandos” pertenecientes a las familias de planos {311} que en los granos rígidos, los orientados según la dirección [111]. Según el factor de Schmid, los granos pertenecientes a las familias {200} y {220}, deformarán plásticamente cuando alcancen la misma deformación elástica, tratándose de granos intermedios desde el punto de vista de la plasticidad [128]. El valor del límite elástico es mayor en los granos pertenecientes a la familia de planos {111}, los denominados granos duros, puesto que necesitan mayor tensión para alcanzar la zona plástica que el resto de las familias de planos {200}, {220} y {311} que representan granos “blandos”.

Dependiendo del valor del límite elástico, podemos clasificar otra vez a los granos en duros y blandos. Ahora el conjunto de granos blandos pertenecen a las familias de planos {200}, {220} y {311} y los granos duros son los descritos mediante la familia de planos {111}.

Es importante resaltar la necesidad de calcular los valores del límite elástico para cada orientación, y es el principio en el que se asienta este trabajo para explicar el origen de las tensiones microscópicas intergranulares y el desarrollo del Modelo de Bicristal de Diferente Módulo y Límite Elástico, DMLE, como se verá en el siguiente apartado.

#### **4. 6.3 Modelo DMLE de bicristal**

El modelo DMLE de bicristal proporciona un valor de la tensión intergranular entre dos granos con distinta orientación. Una vez cuantificada la TRI, los valores de tensión intergranular, junto con el análisis de la microestructura, mapas de orientaciones cristalográficas, es posible estimar un valor de la tensión intergranular en la zona barrida por dicho mapa de orientaciones.

Aunque el estado de tensión entre un grano y sus vecinos es de carácter triaxial, donde el sistema *granos - vecinos* está referido al sistema de referencia de la muestra, el modelo desarrollado es bidimensional. En el modelo MDLE de bicristal planteado para determinar las TRI se han establecido las siguientes hipótesis de partida:

##### **1. Material no-isótropo, homogéneo, policristalino**

Partiendo del ejemplo de un monocristal sometido a una deformación uniforme, que no induce un estado de tensiones residuales, se llega al caso de un bicristal formado por granos cristalinos con distinta orientación donde una deformación a compresión genera una tensión residual intergranular, TRI. El objetivo del modelo propuesto es obtener la expresión de esa tensión residual intergranular, TRI.

Se parte del caso más sencillo, donde se aplica una carga a compresión a dos cristales con distinta orientación. Se supone que el módulo elástico es distinto entre los dos cristales. La generalización al caso del bicristal, en principio, considera que el módulo elástico es igual para ambas orientaciones, no así el límite elástico, pero durante el desarrollo del modelo sí se asumirá que cada orientación analizada posee un módulo elástico y un límite elástico distinto.

En la Figura 4.18 se muestra esquemáticamente la respuesta de dos cristales individuales, uno de ellos (111) y el otro (200) y de un bicristal ante la aplicación de una carga uniforme en compresión. La respuesta es distinta: en el caso de los cristales individuales no se desarrollan tensiones residuales y en el caso del bicristal sí. Se consideran cristales con orientación (111), azul, y con orientación (200), rojo. En cada uno de los cristales individuales representados se produce una deformación uniforme pero con un reparto de la deformación elasto-plástica distinta entre cada uno de ellos

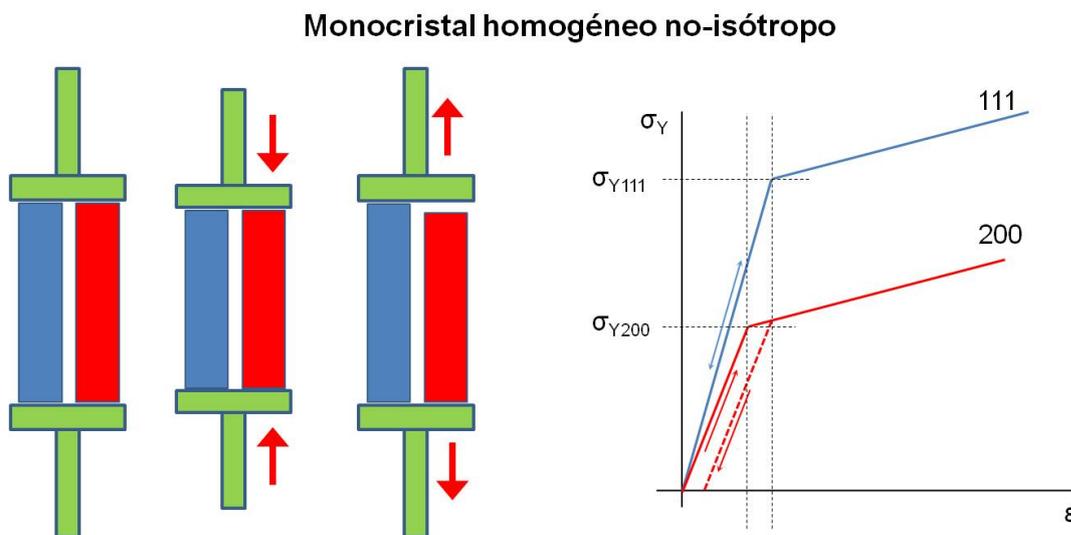


Figura 4.18 Comportamiento de monocristales homogéneos, no isótropos.

En la Figura 4.19 se esquematiza el caso para un bicristal homogéneo no isótropo formado por dos cristales con distinta orientación y respuesta mecánica. Después de la deformación a compresión se genera en el bicristal un desequilibrio debido a la diferencia existente entre el límite elástico del cristal (111) y el cristal (200). El límite elástico es mayor en el cristal (111) que en el cristal (200). El cristal (200) deforma plásticamente pero el (111) no. Como resultado, el cristal (111) se queda en compresión y el cristal (200) en tracción al eliminar la carga externa y alcanzar el equilibrio mecánico. Considerando también el equilibrio de momentos de flexión, el cristal (111) (compresión) tiende a estirarse, mientras que el cristal (200) (en tensión) a comprimirse. Las flechas amarillas indican el estado de tensión residual inducida en cada cristal después de la eliminación de la carga a compresión.

**Bicristal homogéneo no-isótropo**

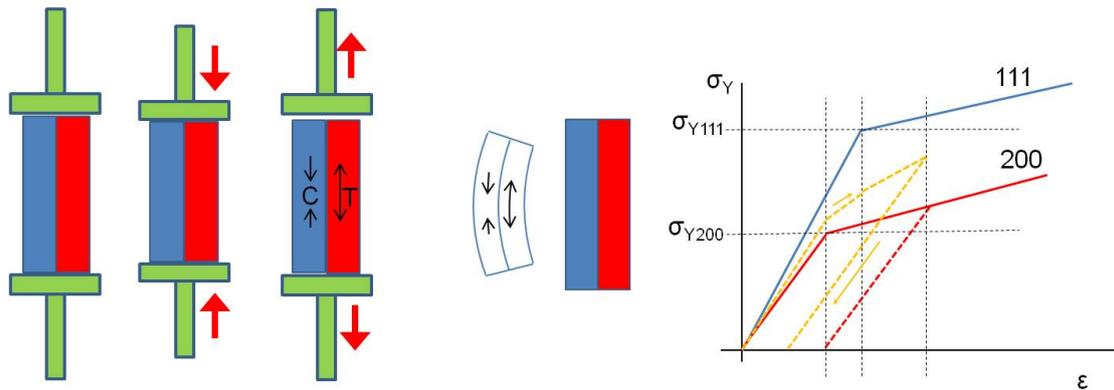
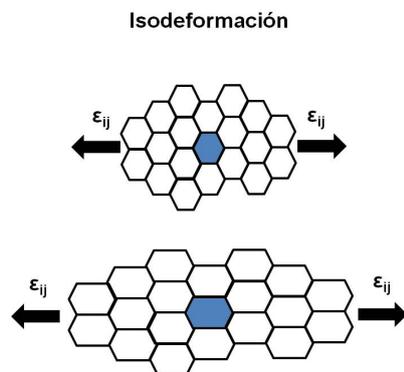


Figura 4.19 Comportamiento de un bicristal homogéneo, no isotrópico.

**2. La deformación es constante para los granos del policristal: isodeformación.**

Se supone que la bajo el estado de tensión aplicada externa, la deformación de cada grano individual es la misma de la misma manera que en el modelo de Taylor-Bishop-Hill. La hipótesis de isodeformación considera que la deformación  $\epsilon_{ij}$  es uniforme para todos los granos y proporciona un límite superior para la tensión de plastificación del agregado policristalino. Esta tensión de plastificación viene dada por el límite elástico calculado para cada orientación. En la figura 4.20 se describe el efecto de isodeformación en un policristal bajo el efecto de una carga. La asunción de isodeformación proporciona resultados de tensiones muy próximos al comportamiento real de los materiales policristalinos [153].



La deformación  $\epsilon_{ij}$  es uniforme para todos los granos

Figura 4.20 Esquema de isodeformación. La deformación que experimenta cada grano es la misma.

### 3. Las TRI se generan en el proceso termomecánico.

Las TRI se deben al hecho de que las TRm (tipo II) no son nulas y estas se originan, durante el proceso termomecánico de extrusión y temple debido a la anisotropía que provocan dichos procesos en las constantes elásticas de material,  $E$  y  $\sigma_Y$ . De esta forma durante el temple, un frente de enfriamiento rápido, ver Figura 4.21, se propaga por el interior de la muestra provocando un gradiente térmico desde una temperatura superior de  $530^{\circ}\text{C}$  hasta una temperatura de  $20^{\circ}\text{C}$ . Este gradiente térmico provoca una contracción en la red cristalina similar a la que se produciría en un ensayo de compresión. Las zonas externas de la probeta cilíndrica, regiones donde la temperatura es menor, obligan a las zonas internas, que se encuentran a una temperatura más elevada con la red cristalina más dilatadas por el alto coeficiente de dilatación de los metales, a que estas se contraigan.

De esta forma, aplicando el modelo de bicristal a una probeta cilíndrica sometida a un proceso de temple, Figura 4.21, se infiere que las zonas calientes entran antes en régimen plástico en función de la orientación de los granos de dichas zonas. Por lo tanto, considerando el equilibrio de tensiones, otra vez tenemos que los granos con orientación  $\{111\}$ , mayor módulo y límite elástico, están en compresión mientras que los granos  $\{200\}$  se encuentran en tracción.

Frente de enfriamiento rápido

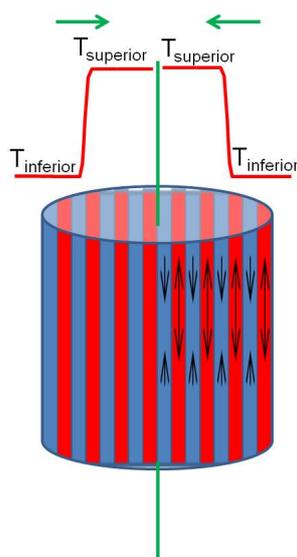


Figura 4.21 Frente de enfriamiento rápido producido durante el temple en la muestra cilíndrica considerando que dicha muestra es un bicristal formado únicamente por dos familias de granos cristalinos  $\{111\}$  (azules) y  $\{200\}$  (rojos).

El objetivo del modelo de bicristal es obtener una expresión genérica de la tensión residual intergranular que se induce por el proceso de extrusión y temple entre granos con distintos valores de módulo y límite elástico función de la orientación de cada uno de ellos. Para ello se asume que el módulo elástico y el límite elástico dependen de cada orientación  $hkl$  es decir  $E(hkl) \neq E(h'k'l')$  y  $\sigma_Y(hkl) \neq \sigma_Y(h'k'l')$ .

Para generalizar el modelo a cualquier orientación ( $hkl$ ) se supone un material homogéneo, bi-cristalino no isótropo formado por dos cristales A y B. El cristal A con orientación ( $hkl$ ) y el cristal B con orientación ( $h'k'l'$ ).

Dependiendo de la respuesta mecánica del bicristal a una deformación a compresión se tienen tres posibles casos a analizar la tensión intergranular generada una vez retirada la carga que induce a la deformación a compresión.

(a)  $E_A > E_B$  y  $\frac{\sigma_{YA}}{E_A} \geq \frac{\sigma_{YB}}{E_B}$       (b)  $E_A > E_B$  y  $\frac{\sigma_{YA}}{E_A} \leq \frac{\sigma_{YB}}{E_B}$       (c)  $E_A < E_B$  y  $\frac{\sigma_{YA}}{E_A} \geq \frac{\sigma_{YB}}{E_B}$

En la Figura 4.22 se representan de forma gráfica los tres casos descritos a través de diagramas de tensión deformación esquemáticos.

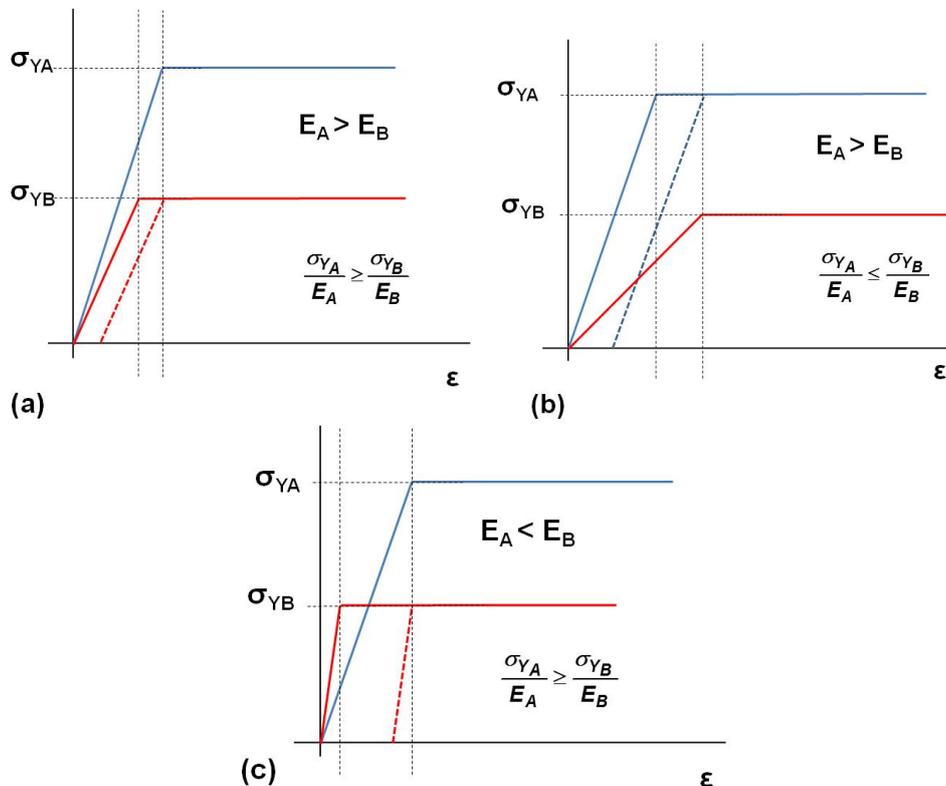
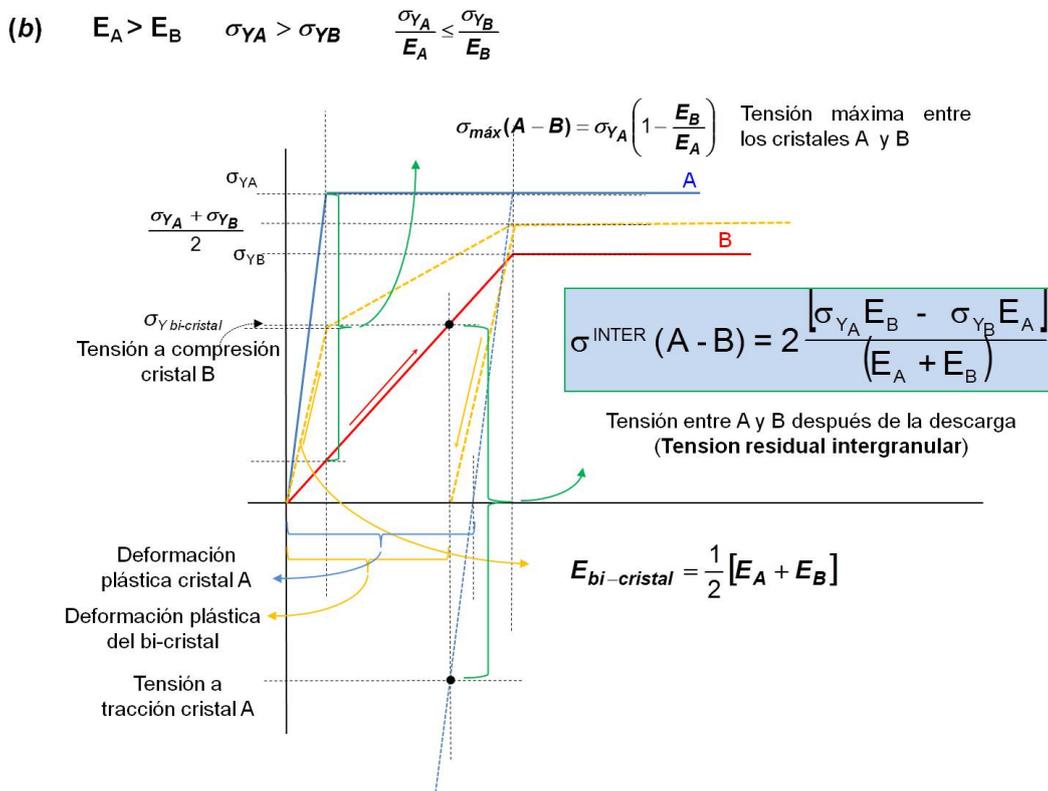
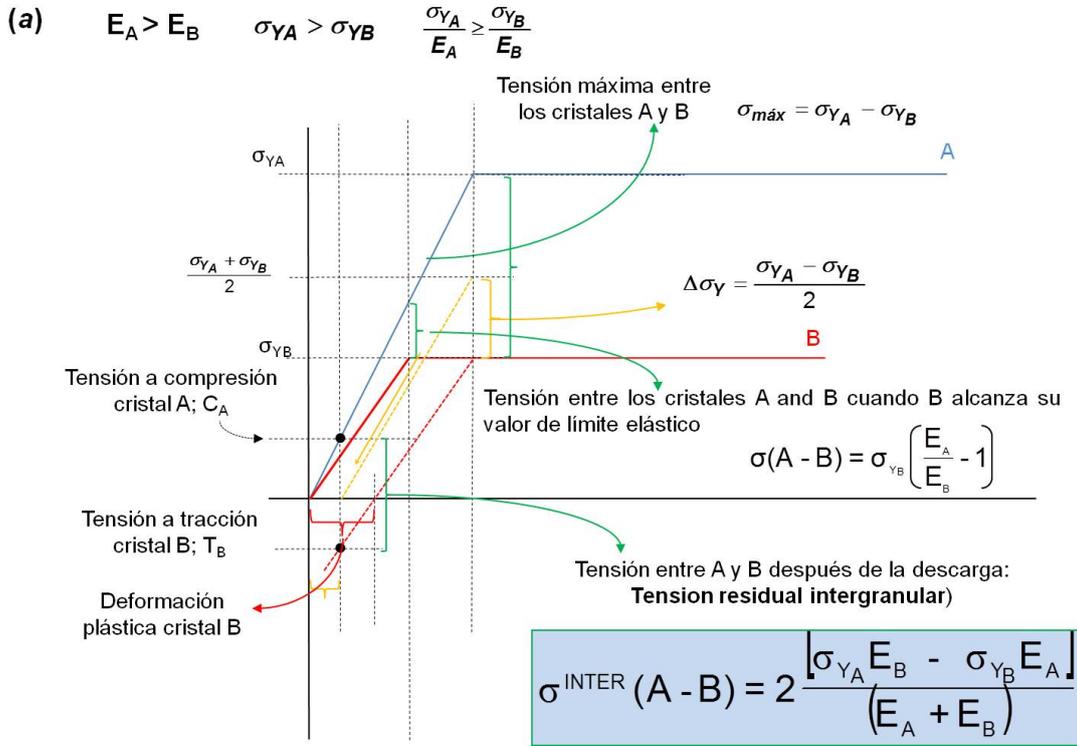


Figura 4.22 Respuesta mecánica del material bajo los tres supuestos planteados en el desarrollo del modelo de bicristal

Haciendo un análisis detallado para cada uno de los supuestos planteados, se llega a una expresión para la tensión intergranular en la que interviene el módulo de Young y el límite elástico de cada orientación, Figura 4.23.



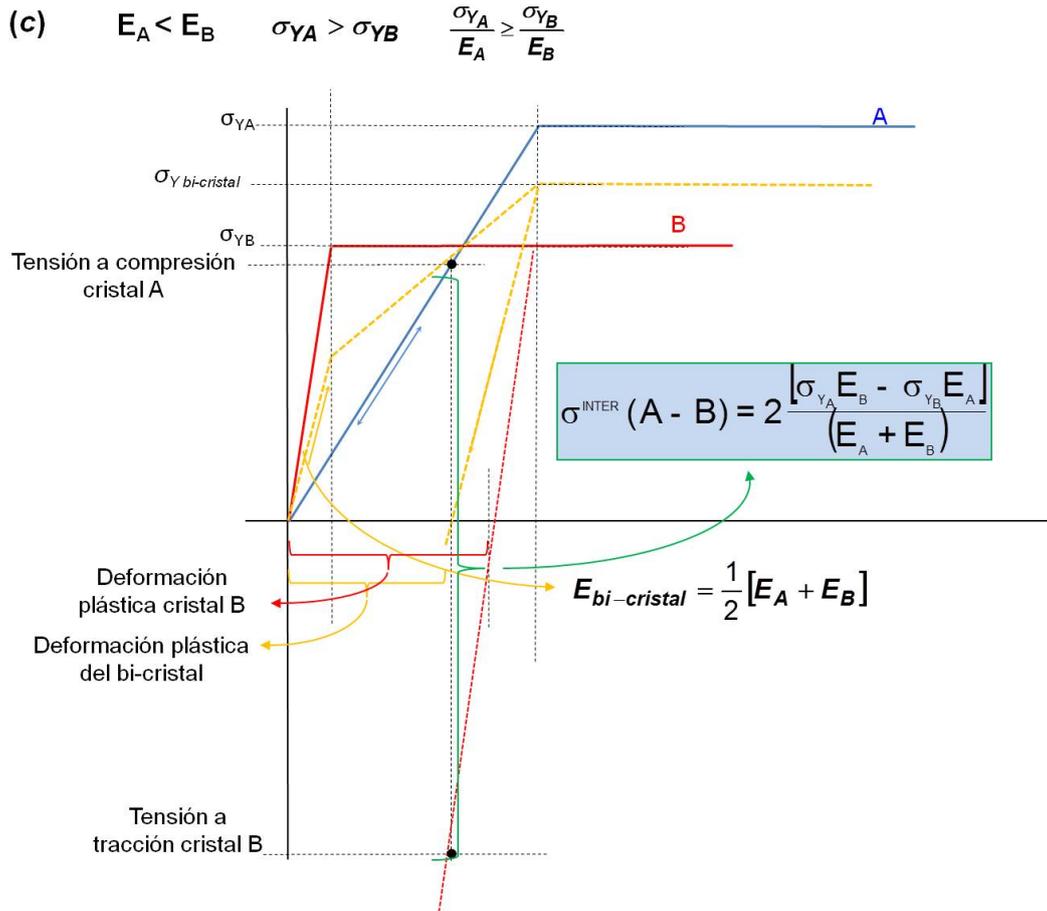


Figura 4.23 Expresión analítica y representación gráfica de las TRI obtenidas para los tres casos posibles en el modelo del Bicristal.

Para las tres posibilidades que se presentan, en función de la respuesta mecánica de cada cristal, Figura 4.22, se obtiene la misma expresión para la tensión intergranular:

$$\sigma^{\text{INTER}} [(hkl) - (h'k'l')] = 2 \frac{|\sigma_Y(hkl)E(h'k'l') - \sigma_Y(h'k'l')E(hkl)|}{(E(hkl) + E(h'k'l'))} \quad (4.25)$$

La TRI depende tanto del límite como del módulo elástico de cada uno de los cristales que intervienen en la interacción. Expresando el valor del límite elástico en función de la tensión crítica de cizalla resuelta,  $\tau_{CCR}$ , la expresión (4.25) adopta la forma:

$$\sigma^{\text{INTER}} [(hkl) - (h'k'l')] = 2\tau_{CCR} \frac{\left| \frac{E(h'k'l')}{M(hkl)} - \frac{E(hkl)}{M(h'k'l')} \right|}{(E(hkl) + E(h'k'l'))} \quad (4.26)$$

Donde  $M(hkl)$  y  $M(h'k'l')$  son los valores del factor de Schmid para cada cristal.

En la Tabla 4.15 se resumen los valores de TRI obtenidos entre todas las posibles combinaciones entre dos granos con distinta orientación del material de interés en este trabajo. Los valores se han calculado a partir de la ecuación (4.25). Se refleja el carácter recíproco de estas tensiones y que la magnitud máxima alcanzada no llega a superar el límite elástico para cada orientación. Como el modelo desarrollado es para un bicristal, se analizarán las interacciones dos a dos. Se obtiene de esta forma 12 interacciones posibles, contando las recíprocas. Los resultados de la TRI para cada tipo de interacción se muestran en la Tabla 4.14 y el tipo del modelo al cual pertenecen se recoge en la Figura 4.24. Para las interacciones analizadas no se tienen ningún caso (b).

$\sigma^{INTER} (hkl) - (h'k'l') \text{ (MPa)}$	
(111) ↔ (200)	<b>23</b>
(111) ↔ (311)	<b>37</b>
(111) ↔ (220)	<b>35</b>
(200) ↔ (311)	<b>13</b>
(200) ↔ (220)	<b>10</b>
(311) ↔ (220)	<b>-3</b>

Tabla 4.15 Valores de la TRI obtenidos a partir del modelo DMLE de bicristal.

<b>Caso (a)</b>	<b>Caso (c)</b>
$E_A > E_B$	$E_A < E_B$
$\frac{\sigma_{YA}}{E_A} \geq \frac{\sigma_{YB}}{E_B}$	$\frac{\sigma_{YA}}{E_A} \geq \frac{\sigma_{YB}}{E_B}$
<b>111-200</b>	<b>200 - 311</b>
<b>111-311</b>	<b>200 - 220</b>
<b>111-220</b>	<b>311-220</b>

Figura 4.24 Clasificación de las interacciones intergranulares según el modelos DMLE de bicristal.

Los valores de TRI obtenidos a partir del modelo DMLE de bicristal son menores que los obtenidos experimentalmente a través de las TRm. Esto es así excepto para la TRI entre los granos más blandos. El modelo da 13 MPa y experimentalmente se obtiene un valor de las TRI entre (200) y (311) de 6 MPa. Esta diferencia es asumible ya que la incertidumbre asociada a las TRI experimentales, dada por la desviación estándar, es de 4 MPa.

El modelo proporciona valores más bajos de tensión porque sólo tiene en cuenta la interacción entre dos granos vecinos. Sin embargo el valor calculado de las TRI engloba un número de granos mayor, ya que proporciona una tensión promedio de un gran número de granos para cada una de las interacciones estudiadas. En la Tabla 4.16 se resumen las TRI obtenidas a partir del modelo de bicristal y las obtenidas a partir de la TRm. Los valores mostrados son en valor absoluto.

Las TRI experimentales muestran un valor de tensión mayor si intervienen granos duros, con mayor módulo y límite elástico, en la interacción. El modelo DMLE tiene en consideración tanto el módulo como el límite elástico para cada grano. Los valores de tensión mayores vuelven a estar relacionadas con los granos duros pertenecientes a la familia de planos {111}, y los valores más bajos se dan cuando están involucrados granos blandos, aquellos cuya familia de planos es {311}.

	<b>TRI (Experimentales) (MPa)</b>	<b>TRI Modelo DMLE de bicristal (MPa)</b>
(111) ↔ (200)	61	23
(111) ↔ (311)	55	37
(111) ↔ (220)	26	35
(200) ↔ (311)	6	13
(200) ↔ (220)	35	10
(311) ↔ (220)	29	3

Tabla 4.16 Valores de las TRI calculadas (a partir de las TRm) y teóricas obtenidas según el modelo DMLE de bicristal. La incertidumbre asociada a los datos experimentales es de 4 MPa.

De los resultados obtenidos por ambas vías se infiere que, en ninguno de los casos el valor de la TRI puede superar el valor del límite elástico de cada orientación, independientemente de cuál sea el del agregado policristalino. Así tenemos que tanto para las TRI experimentales, que consideran un agregado policristalino formado por  $n$  cristales y las TRI del bicristal, que considera solamente dos cristales, no se supera el límite elástico establecido por la ley de Schmid para cada orientación.

En resumen, ante un mismo valor de carga externa aplicada, los granos blandos e intermedios alcanzan la deformación plástica quedándose en un estado de tracción mientras que los granos duros no deforman plásticamente (o deforman menos que los granos blandos), quedándose en un estado de compresión. El comportamiento es similar al de un material compuesto, donde la matriz (granos blando e intermedios) se deforma plásticamente y se encuentra en un estado de tracción con respecto a las partículas de refuerzo cerámico: los granos duros actúan como estas partículas; no alcanzan la deformación plástica y se quedan en un estado de compresión en el interior de la matriz.

#### **4.6.4 Modelo DMLE de Policristal (6 primeros vecinos)**

A partir de la expresión de la tensión intergranular para el bicristal se ha extendido el análisis para un policristal donde se considera la interacción entre un grano con sus primeros vecinos, con los que comparte frontera. Para ello, a partir de los mapas de orientaciones se idealizan seis posibles secuencias de primeros vecinos, a un grano dado existentes en el material en estudio. Para considerar todas las posibles secuencias de primeros vecinos se ha tenido en cuenta el gradiente microestructural que presenta la aleación entre el centro y la superficie de la muestra, Figura 4.25.

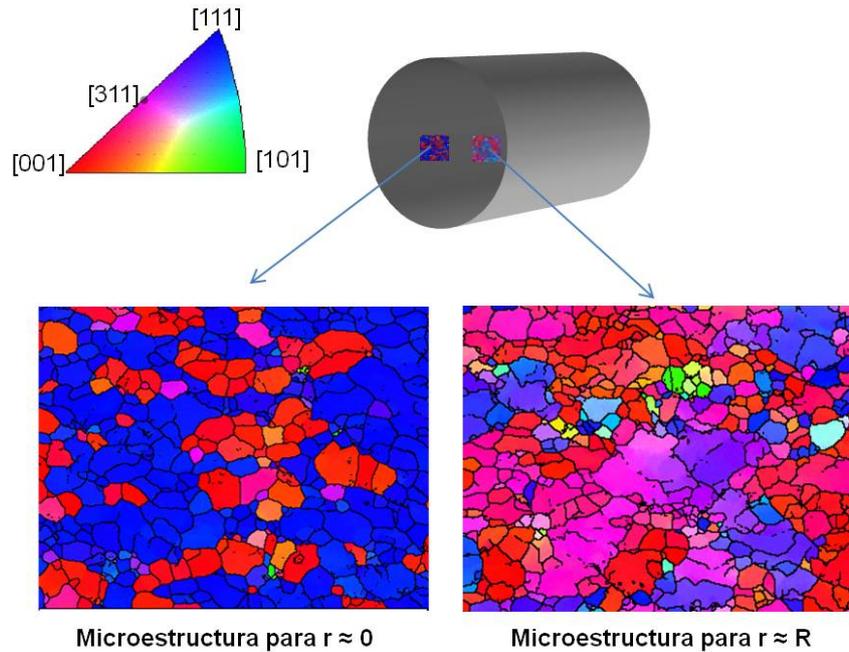
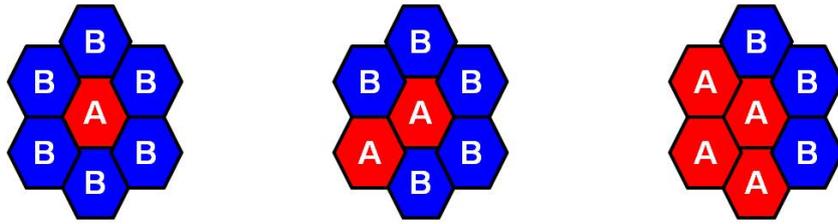
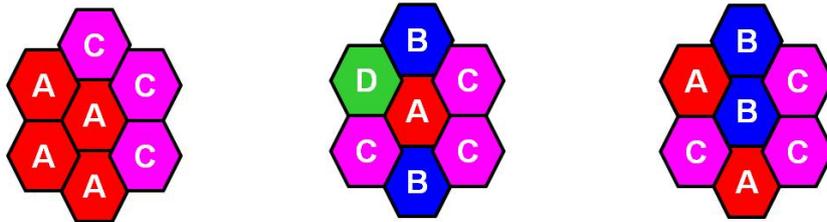


Figura 4.25 Gradiente de texturas en el centro de la muestra y cerca de la superficie de la misma.

En el centro de la muestra se parte de una textura de fibra, típica de las aleaciones extruidas donde las componentes de mayor intensidad son la [111] y [100], paralelas a la dirección de extrusión. Cerca de la superficie, a 5 mm del centro, aunque la muestra sigue teniendo textura de fibra, se observa la aparición de la componente [311] y [220] aunque esta última presenta una fracción en volumen mucho menor que las demás.

Las secuencias de primeros vecinos se consideran representativas del material a nivel local ya que la secuencia de primeros vecinos de un grano dado no es constante, varía de grano a grano. Por este motivo no se ha llegado a asociar un valor de tensión intergranular promedio a un área barrida por un mapa de orientaciones. Para ello sería necesario realizar mapas de orientaciones en cada punto de medida y abarcar el volumen de medida para el que se determinan las tensiones residuales. Es importante destacar que sólo se ha realizado una aproximación a nivel local, a cada una de las secuencias de primeros vecinos establecidas, Figura 4.26, se le asigna un valor de tensión dada por los valores de la TRI del modelo DLME de bicristal.

Secuencias primeros vecinos en  $r \approx 0$ .Secuencias primeros vecinos en  $r \approx R$ .Figura 4.26 Secuencia primeros vecinos en  $r \approx 0$  y en  $r \approx R$ .

Por tanto en la idealización del policristal, según las secuencias de primeros vecinos, se han considerado los granos pertenecientes a todas familias de planos principales  $\{111\}$ ,  $\{200\}$ ,  $\{311\}$  y  $\{220\}$  a pesar de que este último presenta una fracción en volumen muy pequeña. Los granos rojos, A y los verdes D son granos intermedios, los granos azules B son granos duros y los morados C son blandos. Por lo tanto se tienen seis secuencias de primeros vecinos donde intervienen granos duros, blandos e intermedios, atendiendo esta clasificación a sus propiedades mecánicas.

En el modelo DMLE de Policristal se han considerado dos casos:

- (A) No se considera endurecimiento por deformación.
- (B) Sí se considera endurecimiento por deformación (elementos finitos).

(A) Modelo DMLE del policristal sin endurecimiento.

Para cada uno de los policristales, dados por las secuencias de primeros vecinos de la Figura 4.26 se estima un valor promedio de la TRI.

Secuencias primeros vecinos en el centro de la muestra  $r \approx 0$

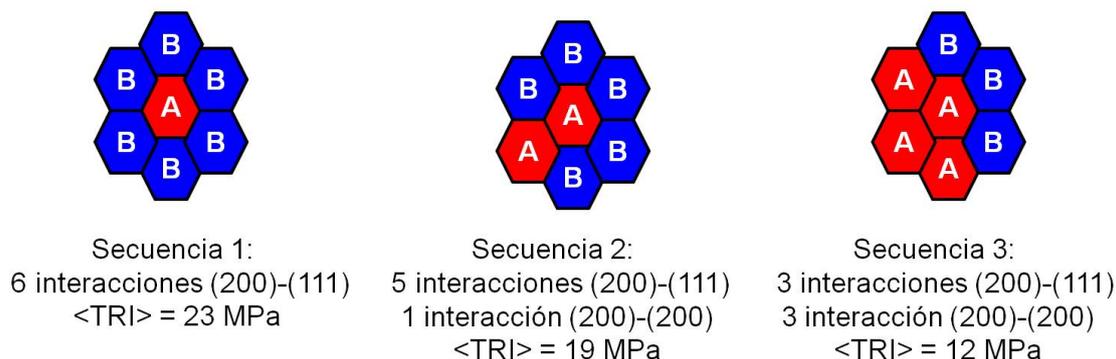


Figura 4.27 Valor promedio de la TRI en las secuencias de primeros vecinos en  $r \approx 0$ .

Secuencias primeros vecinos cerca de la superficie  $r \approx R$ .

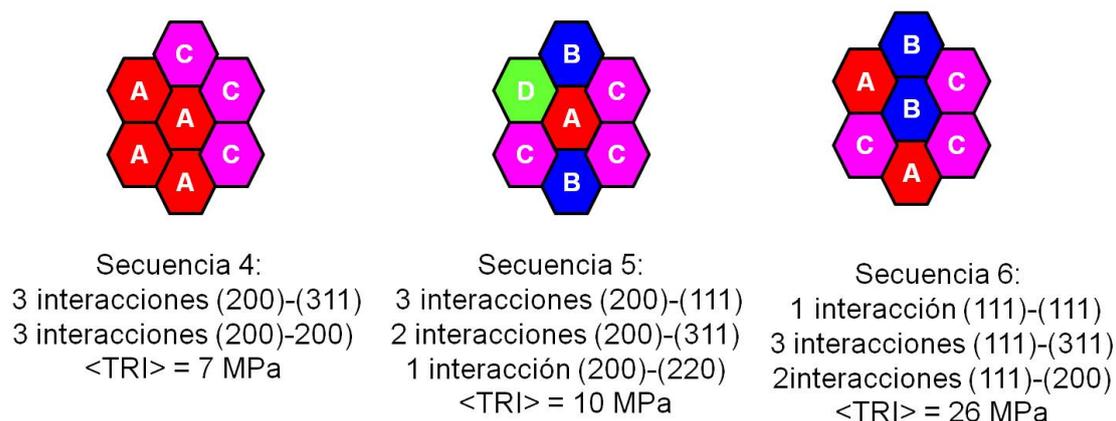


Figura 4.28 Valor promedio de la TRI en las secuencias de primeros vecinos en la superficie de la muestra,  $r \approx R$ .

En las tres secuencias de la Figura 4.27 el valor promedio de la TRI no supera el valor máximo de la tensión intergranular de 23 MPa para las tres secuencias en el centro de la muestra. El policristal se comporta como si se produjese un reparto de tensiones entre los grano que comparten frontera, y por tratarse de tensiones recíprocas se compensan sin superar el valor de la TRI dada por el modelo de bicristal para esa interacción. En el caso de las secuencias de primeros vecinos, cerca de la superficie, se tiene que el valor promedio de la TRI tampoco supera el valor de máxima tensión dada por el modelo de DMLE para las interacciones estudiadas en cada secuencia.

En resumen, se produce un reparto de carga entre los granos del policristal que comparten frontera. Las TRI se compensan, de tal forma no se superan el valor de la interacción que produce mayor tensión.

Los valores de la tensión intergranular dada por el modelo DMLE de bicristal se comportan como el límite superior que no puede sobrepasar la TRI promedio para las secuencias de primeros vecinos posibles.

Este modelo presenta deficiencias, ya que al no considerar la deformación plástica no se establece cuál es el límite real de tensión intergranular de la TRI ya que los granos no alcanzan la deformación plástica.

Se sabe que los materiales policristalinos presentan mayor resistencia a deformarse que los cristales que lo conforman [154], [155]. Las limitaciones geométricas impuestas sobre los granos del policristal durante la deformación provocan que un grano que esté favorablemente orientado para iniciar el deslizamiento con la tensión aplicada no pueda deformarse antes que el grano adyacente, orientado menos favorablemente. De esta forma, para que se produzca la deformación en el policristal, la tensión aplicada ha de ser mayor y ésta se reparte entre los granos favorables o no a la deformación sin superar el límite elástico dependiente de la orientación de cada conjunto de granos.

(B) Modelo DMLE de Policristal con endurecimiento.

Para intentar dar una aproximación más realista del policristal se ha introducido una función de endurecimiento en el comportamiento plástico de los granos en el modelo de elementos finitos. De nuevo se ha considerado, para la modelización, las secuencias de primeros vecinos representativos del centro de la muestra (secuencia 1) y de la superficie (secuencia 5). La geometría utilizada en ambos casos ha sido la de un grano central con forma hexagonal rodeado de seis primeros vecinos.

El modelo supone un sólido lineal e isótropo (mecánica del medio continuo). Hay que resaltar que la realidad del material es otra, las secuencias de primeros vecinos es una simplificación en sí misma ya que estos a su vez están rodeados de un mayor número de granos que afectan al valor de la tensión. Las condiciones de contorno impuestas tienen en cuenta la geometría axial del problema: sólo se producen desplazamientos en la dirección de extrusión.

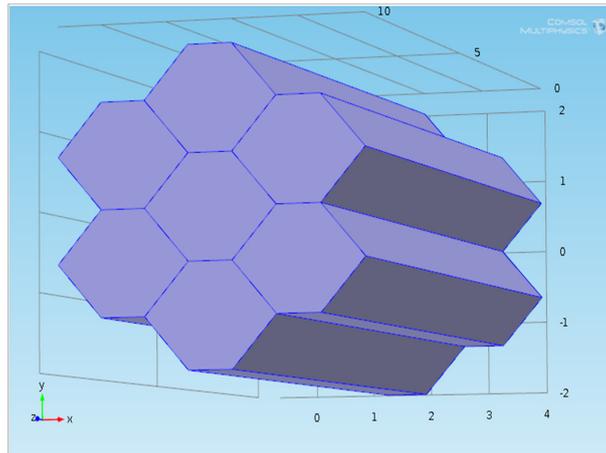


Figura 4.29 Geometría utilizada en el modelo de elementos finitos en COMSOL.

Al igual que en el caso (A) se consideran granos equiaxiales con forma hexagonal y los desplazamientos sólo tienen lugar en el eje z, paralelo a la dirección de extrusión. Pero en este caso se produce deformación plástica de los granos. En las Figuras 4.30 y 4.31 se presentan los resultados de la simulación para la secuencia 1 y para la secuencia 5 considerando una función de endurecimiento.

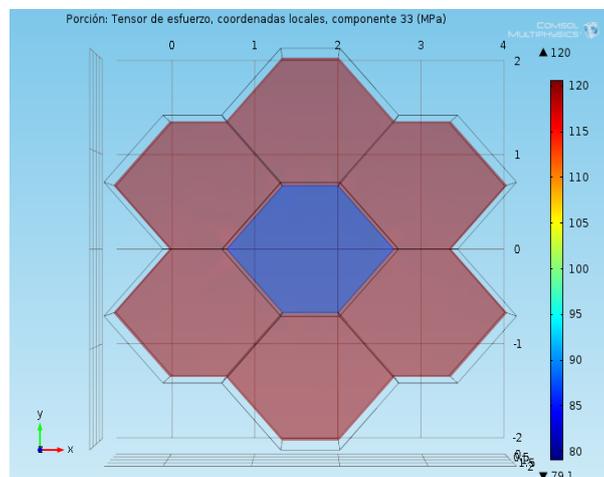


Figura 4.30 Modelización en COMSOL del policristal definido por la secuencia 1 de primeros vecinos.

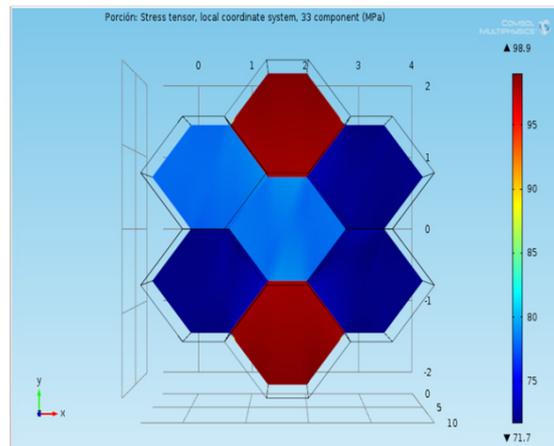


Figura 4.31 Modelización en COMSOL del policristal definido por la secuencia 5.

El policristal de la secuencia 1 está formado por un grano blando rodeado de seis granos vecinos duros. El rango en el que varía la TRI promedio para el policristal de la secuencia 1 varía entre 80 MPa – 120 MPa. El valor de la TRI supera en 2 MPa el valor del límite elástico de los granos duros de 118 MPa. El problema radica en que la TRI promedio del policristal supera el valor de tensión máxima impuesto por Taylor (99 MPa) que se ha considerado como el límite superior. Esta discrepancia puede estar asociada a la textura del material que, según algunos autores [147], puede incrementar el valor del límite elástico en una dirección con respecto al límite elástico del policristal.

Sin embargo en el caso del policristal descrito por la Secuencia 5, los resultados obtenidos están en consonancia con los resultados esperados: la TRI promedio del policristal no supera el valor dado por Taylor de (99 MPa). La TRI en el policristal dado por la secuencia 5 varía entre 70 MPa - 98 MPa.

En resumen, los modelos DMLE planteados proporcionan una estimación del valor máximo que puede alcanzar la TRI para las distintas condiciones de policristal analizado: bicristal sometido a compresión, policristal sin deformación y con deformación por endurecimiento.

## 4.7 RELAJACIÓN TENSIONES RESIDUALES Y FLUENCIA

### 4.7.1 Relajación de tensiones residuales macroscópicas y microscópicas.

En este trabajo, el proceso de relajación de tensiones residuales se estudia a través del proceso de aplanamiento de los perfiles parabólicos con el tiempo de tratamiento térmico. El proceso de relajación se observa tanto en las TRM como en las TRm.

Por ejemplo en el análisis de la TRM, para la componente axial, se parte de un valor máximo de tensión en T4 de 270 MPa y se alcanza un valor de 10 MPa en 100h, en el centro de la muestra. Por lo tanto la tensión macroscópica desaparece con 100h de recocido a 200°C. En el caso de las componentes radial/tangencial los valores de tensión en  $r = 0$  coinciden y partiendo de un valor de tensión máxima en T4 de 237 MPa se llega a un valor de 39 MPa en 100h.

Para el caso de las microtensiones, el proceso de relajación se manifiesta de forma evidente en las gráficas de la Figura 4.12 donde se representan los valores de la TRm para cada plano, estado de TT y posición a lo largo del eje diametral de la muestra. Los valores de tensión mayores se dan en T4 y disminuyen a medida que aumenta el tiempo de TT. El proceso de relajación de las microtensiones se produce en todas las posiciones de medida de la muestra. En el caso de las TRI, también se intuye un proceso de relajación, inducido por las propias microtensiones.

Los perfiles de TRTr también dan cuenta del proceso de relajación para todos los planos analizados. Por ejemplo en el caso de la TRTr axial del plano 311 se parte de una tensión en T4 de 350 MPa y se alcanza un valor de 54 MPa en 100h. El resto de planos y componentes describen el mismo comportamiento aunque con otros valores de tensión.

En el proceso de relajación de estas tensiones se reproducen características comunes que se resumen en:

(1) Se parte de un estado de precipitación, T4, donde la tensión residual es máxima y los perfiles de tensiones describen una parábola, con la curvatura más acusada en un eje diametral de la muestra.

(2) La curvatura disminuye con el tiempo de tratamiento térmico hasta alcanzar el valor mínimo en 100h. Es decir, se produce un aplanamiento en los perfiles parabólicos de tensión residual. El valor de la tensión en el centro de la muestra también experimenta una disminución con el tiempo de tratamiento.

Se ha establecido que el factor cinético, que describe el proceso de relajación de tensiones residuales viene dado por:

$$\text{Factor cinético} = a R^2 \text{ (MPa)} \quad (4.27)$$

Donde **a** es el parámetro que da cuenta de la curvatura de la parábola en unidades de MPa/mm<sup>2</sup> y R es el radio de la muestra en unidades de mm.

En las Tablas 4.17 a 4.19 se recogen los valores del factor cinético **aR<sup>2</sup>** (MPa) para la TRM, las TRTr y las TRm. Como el comportamiento de las componentes radial y tangencial coincide en  $r = 0$ , se considera sólo una de ellas para describir su comportamiento durante el proceso de relajación de tensiones residuales. De los resultados que se muestran en dichas tablas, se deduce que el factor cinético es mayor para la componente axial que para la componente rad/tan. En ambos casos se aprecia una disminución de su valor a medida que aumenta el tiempo de tratamiento térmico; es decir, se produce una relajación que permiten obtener parámetros cinéticos propios de los mecanismos de fluencia.

El factor de proporcionalidad  $\gamma$  viene dado por el cociente entre los factores cinéticos radial y axial, y permite obtener una relación entre la componente de la tensión axial y radial para resolver las ecuaciones diferenciales y obtener los parámetros cinéticos que describen el proceso de fluencia.

TRM				
Factor cinético (MPa)	T4	1h	10h	100h
<b>Axial</b>	-507	-198	-50	-20
<b>Rad/Tan</b>	-391	-160	-50	-20

$\gamma$  (TRM) = 0,3

Tabla 4.17 Valores del factor cinético **aR<sup>2</sup>** (MPa) de la tensión residual macroscópica para las componentes axial y rad/tan.

<b>TRTr (311)</b>				
<b>Factor cinético (MPa)</b>	<b>T4</b>	<b>1h</b>	<b>10h</b>	<b>100h</b>
<b>Axial</b>	-219	-23	-74	-44
<b>Rad/Tan</b>	-125	-104	-49	-9
$\gamma = 0,6$				
<b>TRTr (111)</b>				
<b>Factor cinético (MPa)</b>	<b>T4</b>	<b>1h</b>	<b>10h</b>	<b>100h</b>
<b>Axial</b>	-1046	-352	-9	-38
<b>Rad/Tan</b>	-823	-207	-25	-20
$\gamma = 1,2$				
<b>TRTr (200)</b>				
<b>Factor cinético (MPa)</b>	<b>T4</b>	<b>1h</b>	<b>10h</b>	<b>100h</b>
<b>Axial</b>	-197	-116	-44	-8
<b>Rad/Tan</b>	-172	-107	-35	-6
$\gamma = 0,8$				
<b>TRTr (220)</b>				
<b>Factor cinético (MPa)</b>	<b>T4</b>	<b>1h</b>	<b>10h</b>	<b>100h</b>
<b>Axial</b>	-108	-25	-14	-42
<b>Rad/Tan</b>	-68	-49	-11	-132
$\gamma = 1,6$				

Tabla 4.18 Valores del factor cinético  $aR^2$  (MPa) para la tensión residual total recalculada, TRTr, para las componentes axial y rad/tan y para cada uno de los planos analizados.

<b>TRm(311)</b>				
<b>Factor cinético (MPa)</b>	<b>T4</b>	<b>1h</b>	<b>10h</b>	<b>100h</b>
<b>Axial</b>	288	-123	-74	-44
<b>Rad/Tan</b>	264	62	-10	-4
$\gamma = 0,16$				
<b>TRm (111)</b>				
<b>Factor cinético (MPa)</b>	<b>T4</b>	<b>1h</b>	<b>10h</b>	<b>100h</b>
<b>Axial</b>	-538	-154	-7	-17
<b>Rad/Tan</b>	-409	-166	-74	-29
$\gamma = 3,6$				
<b>TRm (200)</b>				
<b>Factor cinético (MPa)</b>	<b>T4</b>	<b>1h</b>	<b>10h</b>	<b>100h</b>
<b>Axial</b>	311	82	7	12
<b>Rad/Tan</b>	214	22	13	1
$\gamma = 0,74$				
<b>TRm (220)</b>				
<b>Factor cinético (MPa)</b>	<b>T4</b>	<b>1h</b>	<b>10h</b>	<b>100h</b>
<b>Axial</b>	400	173	36	62
<b>Rad/Tan</b>	354	137	22	156
$\gamma = 1,2$				

Tabla 4.19 Valores del factor cinético  $aR^2$  (MPa) para la tensión residual microscópica: para las componentes axial y rad/tan y para cada uno de los planos analizados.

#### 4.7.2 Correlación entre la relajación de TR y los mecanismos de fluencia

Los parámetros cinéticos que describen un ensayo de fluencia se pueden deducir a partir del proceso de relajación de tensiones residuales.

De acuerdo con la literatura [156], [157], [158] y considerando la condición de fluencia en estado estacionario se asume que la velocidad de deformación efectiva,  $\dot{\epsilon}_e$  es función de la tensión y de la temperatura según la expresión:

$$\dot{\epsilon}_e = f(\bar{\sigma})h(T) \quad (4.28)$$

Donde  $(\bar{\sigma}) = \sqrt{(1/2)(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2}$  es la tensión de von Mises y f y h son funciones específicas de la tensión  $\bar{\sigma}$  y de la temperatura T respectivamente que vienen dadas por:

$$f(\bar{\sigma}) = K' \bar{\sigma}^n \quad (4.29)$$

Donde K' es una constante y n es el exponente de tensión. La función h describe un comportamiento tipo Arrhenius según la expresión:

$$h(T) = K'' \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right) \quad (4.30)$$

Donde K'' es una constante,  $Q_R$  es la energía de activación del proceso de fluencia y R es la constante universal de los gases.

De acuerdo con Yao [157], se puede deducir que las ecuaciones constitutivas de la velocidad de deformación de las componentes principales,  $\dot{\epsilon}_i$  (con  $i = 1, 2, 3$ ) para un estado triaxial de tensiones viene dado por:

$$\dot{\epsilon}_i = \frac{3 f(\bar{\sigma})}{2 \bar{\sigma}} (\sigma_i - \sigma_m) K \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right) \quad (4.31)$$

Donde  $\sigma_m$  es la tensión hidrostática:  $\sigma_m = (1/3) (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)$  y K es una constante dependiente de la microestructura y relacionada con las constantes K' y K''.

Como ya se ha comentado, se asume que el proceso de relajación de tensiones residuales está controlado por el mismo mecanismo que gobierna el proceso de

deformación por fluencia. De acuerdo con esto, los parámetros obtenidos en fluencia y los obtenidos mediante un proceso de relajación de TR han de ser similares. Estos procesos difieren entre sí en que en un ensayo de fluencia la tensión aplicada es constante y se registran valores de deformación en función del tiempo (a una tensión constante dada) mientras que en el proceso de relajación de tensiones residuales la tensión total (TR) varía en el tiempo en tanto que el proceso ocurre para una deformación total que es constante. Se tiene entonces que  $\epsilon_{tot} = \epsilon_{elast} + \epsilon_{plast} = cte$  por lo tanto  $\dot{\epsilon}_{elast} = -\dot{\epsilon}_{plast}$

Según la ley de Hooke generalizada,

$$\sigma_1 = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} [(1-\nu)\epsilon_1 + \nu(\epsilon_2 + \epsilon_3)] \quad (4.32)$$

Derivando la ley de Hooke se llega a

$$\dot{\epsilon}_1 = \frac{1}{E} [\dot{\sigma}_1 - 2\nu\dot{\sigma}_2] \quad (4.33)$$

$$\dot{\epsilon}_2 = \frac{1}{E} [(1-\nu)\dot{\sigma}_2 - \nu\dot{\sigma}_1] \quad (4.34)$$

Y aplicando la relación  $\dot{\epsilon}_{elast} = -\dot{\epsilon}_{plast}$  se llega a:

$$\dot{\epsilon}_1 = (\sigma_1 - \sigma_2)^n K \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right) = -\frac{1}{E} [\dot{\sigma}_1 - 2\nu\dot{\sigma}_2] \quad (4.35)$$

$$\dot{\epsilon}_2 = -\frac{1}{2} (\sigma_1 - \sigma_2)^n K \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right) = -\frac{1}{E} [(1-\nu)\dot{\sigma}_2 - \nu\dot{\sigma}_1] \quad (4.36)$$

Siendo

$$\dot{\sigma}_2 = \left(\frac{2\nu-1}{2}\right) \dot{\sigma}_1 \quad ; \quad \sigma_2 = \left(\frac{2\nu-1}{2}\right) \sigma_1 + C \quad (4.37)$$

Obteniendo finalmente:

$$\dot{\sigma}_1 = -\frac{1}{(1+\nu)(1-2\nu)} (\sigma_1 - \sigma_2)^n K E \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right) \quad (4.38)$$

$$\dot{\sigma}_2 = -\frac{(2\nu-1)}{2(1+\nu)(1-2\nu)} (\sigma_1 - \sigma_2)^n K E \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right) \quad (4.39)$$

Se necesita obtener una relación entre  $\sigma_1$  y  $\sigma_2$  para resolver el sistema de ecuaciones diferenciales (4.38) y (4.39). En este caso la relación entre ambas componentes viene dado por el factor de proporcionalidad que no es más que el cociente entre el factor cinético  $aR^2$  de la componente axial y radial, Tablas 4.15, 4.16 y 4.17. Se tiene entonces que;

$$\sigma_1 = \frac{\sigma_2}{\gamma} \quad (4.40)$$

El factor de proporcionalidad se considera el valor promedio del obtenido para cada uno de los estados de tratamiento térmico. Este factor de proporcionalidad varía según el plano estudiado.

Las constantes elásticas que aparecen en las ecuaciones (4.38) y (4.39) también varían en función del plano estudiado. Así, para el estudio de la relajación de la TRM se emplean los valores de las constantes elásticas del material dadas por  $\nu = 0.33$  y  $E = 70$  GPa y en el caso de las TRTr y las TRM se utilizan las constantes elásticas de difracción dependientes de la orientación. De esta forma se tienen en cuenta factores microestructurales y la anisotropía del policristal en el proceso de relajación de tensiones.

Es importante señalar que como en el centro de la muestra las componentes radial y tangencial coinciden, solo hay que resolver un sistema de dos ecuaciones diferenciales. Las soluciones de las ecuaciones diferenciales en variables separadas vienen dadas por;

$$\frac{1}{\sigma_1^{n-1}} = \frac{1}{(1+u)(1-2u)} (1-\gamma)^n (n-1) t K E \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right) \quad (4.41)$$

$$\frac{1}{\sigma_2^{n-1}} = \frac{(2u-1)}{2(1+u)(1-2u)} \left(\frac{1}{\gamma}-1\right)^n (n-1) t K E \exp\left(-\frac{Q_R}{RT}\right) \quad (4.42)$$

Las ecuaciones (4.41) y (4.42) son las ecuaciones de ajuste para las curvas de evolución del factor cinético  $aR^2$  frente al tiempo de tratamiento térmico a 200°C.

Para poder obtener soluciones a las ecuaciones (4.41) y (4.42) hay que fijar un valor máximo de la energía de activación  $Q_R$  y de las constantes que dependen de la microestructura. Se ha utilizado como valor de referencia para la energía de

activación, la energía asociada a la autodifusión del aluminio en la red de 134 kJ/mol a una temperatura de 473 K (200°C) [159].

A partir de las ecuaciones (4.41) y (4.42) se obtiene los valores del exponente de tensión y de la energía de activación para el proceso de relajación de todas las TR estudiadas, ver Figuras 4.32, 4.33 y 4.34.

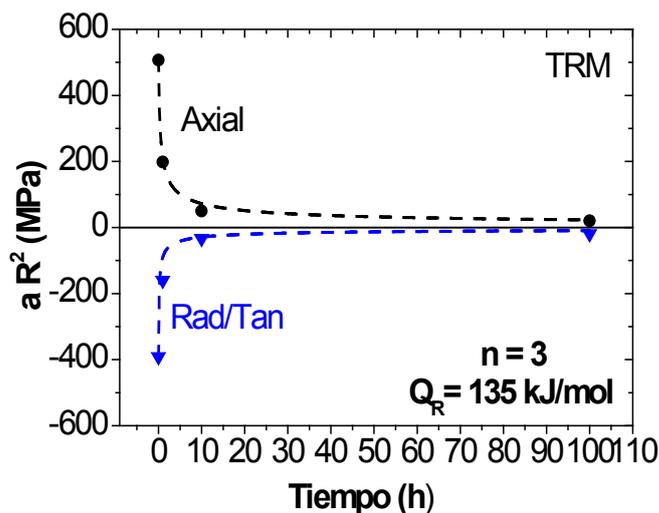


Figura 4.32 Evolución del factor cinético  $aR^2$  de las componentes de la tensión macroscópica con el tiempo de tratamiento a 200°C.

El comportamiento del factor cinético  $aR^2$  con el tiempo de tratamiento se ajusta bien a las funciones potenciales (4.41) y (4.42), para la componente axial y radial/tangencial de la tensión macroscópica. Por un lado, la componente axial parte de un estado de tracción que disminuye hasta alcanzar un estado de relajación total. Por otro lado, las componentes radial/tangencial parten de un estado de tensión a compresión que evoluciona hasta alcanzar la relajación total. Desde el punto de vista macroscópico, esto es debido a que el proceso de temple ha generado un estado de tracción en el centro de la muestra y este estado de tensión se relaja con el tiempo de tratamiento. El carácter deviador en favor de la componente axial también se ve reflejado en el proceso de relajación.

Las curvas de relajación de las TRTr, Figura 4.33, y de las TRm, Figura 4.34, pueden describirse atendiendo a la clasificación de granos duros y blandos (debido a que en las ecuaciones potenciales interviene el valor del módulo de Young para cada familia de planos). Por un lado, la relajación de los planos  $\{111\}$  y  $\{220\}$ , que describen el

comportamiento de granos duros, se caracteriza por que la componente axial describe un comportamiento decreciente (en valor absoluto). La componente axial parte de un estado de compresión y se relaja hasta alcanzar un valor de esfuerzo prácticamente nulo. Sin embargo, el comportamiento de la componente axial de los granos blandos, descritos por las familias de planos {311} y {200} describe el mismo comportamiento que la TRM. Los granos representados por planos duros se comportan como si del refuerzo de un MC se tratará y los granos blandos como la matriz [86].

El proceso de relajación es rápido, prácticamente la tensión residual está relajada en el estado de tratamiento de 10h, para todas las TR analizadas: Macroscópicas, microscópicas y totales.

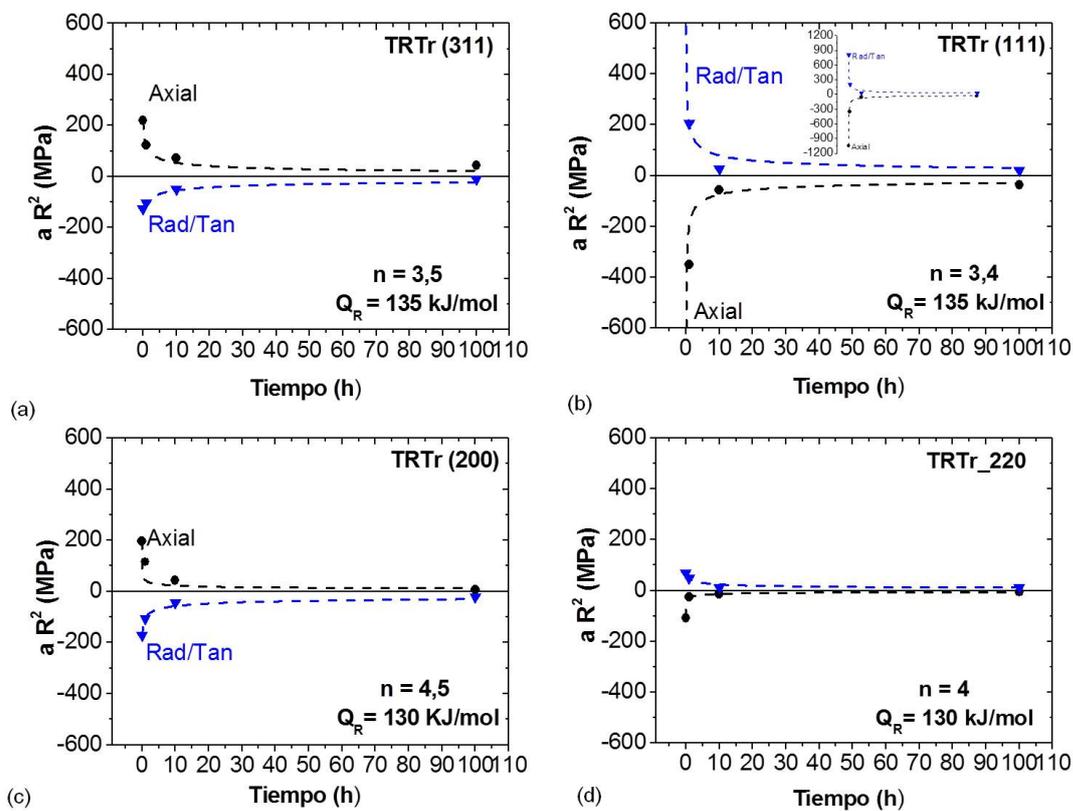


Figura 4.33 Curvas de relajación de las TRTr para los cuatro planos estudiados.

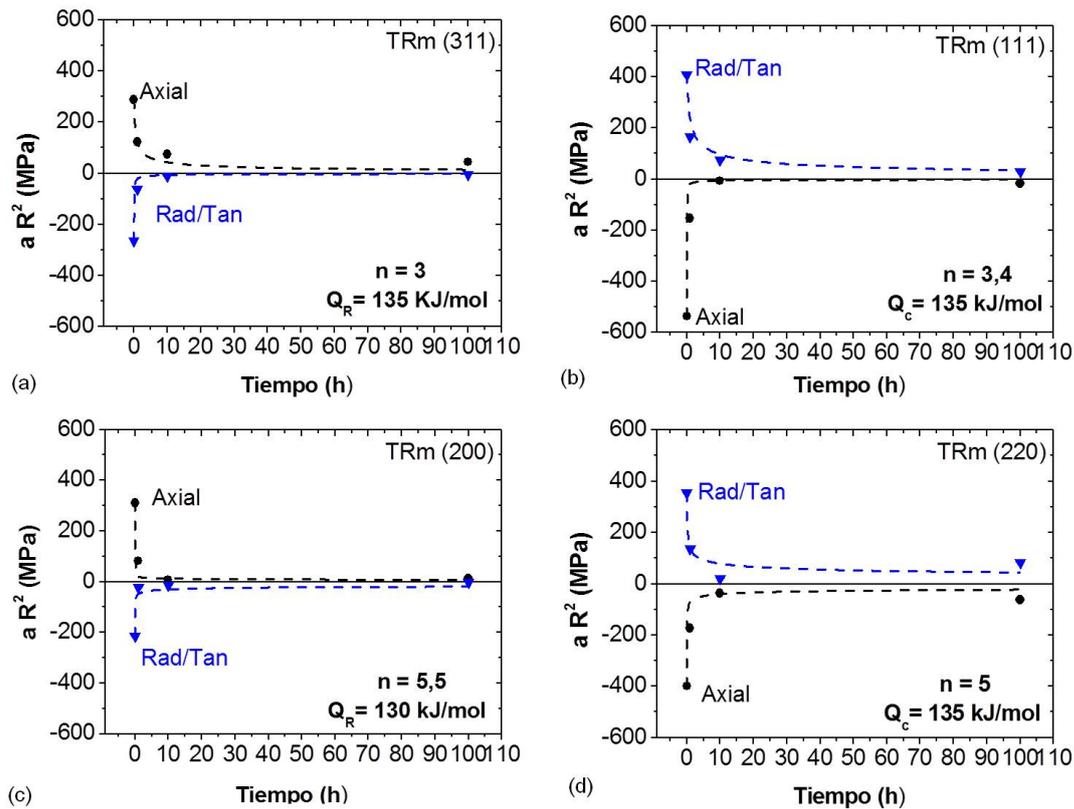


Figura 4.34 Curvas de relajación de las TRm de los planos analizados.

A partir de los parámetros cinéticos obtenidos, exponente de tensión y energía de activación, Tabla 4.20, se pueden extraer conclusiones sobre los mecanismos de deformación plástica que están teniendo lugar en la muestra durante el proceso de relajación de tensiones residuales.

Los valores obtenidos están en consonancia con los valores esperados que se encuentran en la bibliografía para este tipo de materiales [160]. El mecanismo de deformación que gobierna el proceso de relajación de TR es el de movimiento de dislocaciones. Es el mecanismo típico bajo un exponente de tensión,  $n = 3$  y de  $n=5$  y el más común en materiales policristalinos [161], [162].

Los mecanismos de deformación en fluencia por movimiento de dislocaciones incluyen dos procesos que, de acuerdo con los parámetros cinéticos obtenidos, están en concordancia con los procesos de relajación de tensiones de este estudio. Estos procesos son: fluencia controlada por movimiento de dislocaciones en el plano de deslizamiento ( $n=3$ ) y fluencia por deslizamiento y trepado de dislocaciones ( $n=5$ ).

TENSIÓN	$Q_R$ (kJ/mol)	n
TRM	135	3
TRTr_311	135	3,4
TRTr_111	135	3,5
TRTr_200	130	4,5
TRTr_220	130	4
TRm_311	135	3
TRm_111	135	3,4
TRm_200	135	5,5
TRm_220	135	5

Tabla 4.20 Parámetros cinéticos de fluencia obtenidos a partir del proceso de relajación de tensiones residuales.

Por lo tanto se puede establecer que el mecanismo que gobierna el proceso de relajación de tensiones residuales es un mecanismo similar al de la fluencia convencional por movimiento de dislocaciones. Es lógico pensar que ambos procesos están gobernados por mecanismos de deformación comunes, ya que tanto en la relajación de TR como en fluencia, intervienen el tiempo, un esfuerzo aplicado y la temperatura.

Se observan discrepancias, en los valores del exponente de tensión obtenidos para las TRm de los planos {200} y {220}, Tabla 4. 20. Se esperaría obtener un único valor del exponente de tensión, sin embargo, se obtiene para estos planos  $n=5$  (trepado). Es posible que coexistan ambos, deslizamiento y trepado, ya que el movimiento de dislocaciones implica a ambos de forma secuencial: el deslizamiento a lo largo de los planos y el trepado para superar los obstáculos presentes en la red. Ambos procesos son independientes y cuando se dan ambos mecanismos en un material, el proceso de deformación por fluencia, lo controlará el proceso más lento. En este caso, la obtención de distintos exponentes de tensión no se asocia con la presencia de dos mecanismos de deformación en la aleación. Esto sólo sería posible bajo ciertas condiciones distintas a las analizadas en este trabajo [163]. Por ejemplo el material

tendría que experimentar cambios en su velocidad de deformación o en la temperatura o una transformación superplástica [164].

Para cada plano analizado, las ecuaciones (4.41) y (4.42) tienen en cuenta las diferencias entre las constantes elásticas de cada plano: módulo de Young y coeficiente de Poisson. Por lo tanto, el análisis de cada plano se realiza de forma independiente con respecto a los demás y se parte de valores de tensión distintos para cada uno de ellos (Tablas 4.18 y 4.19). Así, para cada familia de granos se tiene un estado de tensión distinto, y estas diferencias en la tensión son las que contribuyen a las diferencias en el exponente de tensión,  $n$ .

La energía de activación obtenida para todos los casos es muy parecida, 130 - 135 kJ/mol, concuerda con los valores aportados en la literatura y es muy próximo al valor de la energía de autodifusión de los átomos de aluminio en su propia red, de 134 kJ/mol [159]. Un hecho llamativo es que la energía de activación sea prácticamente la misma en todos los casos ya que un aumento o disminución de  $Q_R$  lleva asociados cambios microestructurales debidos al proceso de deformación. Puede que el hecho de trabajar a una temperatura constante de 200°C no favorezca un cambio en la energía de activación pero sí se dan cambios estructurales como se refleja en los mapas de orientaciones y en el centro y en la superficie del material, Figura 4.25.

Por otro lado, se ha encontrado que el factor de proporcionalidad,  $\gamma$ , presenta un carácter fenomenológico que describe la forma en que se produce la relajación en las componentes principales de tensión. Se puede establecer que cuando el factor de proporcionalidad  $\gamma$  es mayor que la unidad, la componente radial/tangencial se encuentra en tracción y se relaja de forma exponencial decreciente mientras que si es menor que la unidad es la componente axial la que describe tal comportamiento.

Por lo tanto, se ha determinado que el mecanismo que gobierna el proceso de relajación de tensiones residuales es el movimiento de dislocaciones y se han obtenidos los parámetros cinéticos característicos de este comportamiento en fluencia  $n = 3$  y  $Q_R = 135$  kJ/mol (valores de la macro). Se considera que el desarrollo de las ecuaciones potenciales, para ajustar los datos experimentales de relajación de TR, es correcto y que se han extraído resultados coherentes.

Para finalizar, si se compara el proceso de relajación de la matriz de un MCM [19] con la aleación de aluminio monofásica estudiada en este trabajo se concluye que la presencia del refuerzo en los MC aporta estabilidad estructural al material [165]. De esta forma no se obtienen perfiles de TRm tan pronunciados, ni se observa el proceso

de relajación aunque sí que está presente, inducido por el proceso de relajación de la TRM, pero inhibido por la presencia del refuerzo cerámico.

Como en el caso de la aleación monofásica las diferencias entre las propiedades mecánicas no son tan acusadas como en el caso de los MCMM, no se inhibe el comportamiento *natural* de las TRm y tanto su distribución en forma parabólica como su proceso de relajación se manifiestan de una forma más intensa.

## CAPÍTULO 5

---

### CONCLUSIONES

---



## 5. CONCLUSIONES

Se ha realizado un estudio multiescala de las tensiones residuales macroscópicas y microscópicas en muestras de una aleación monofásica de aluminio sometidas a procesos termomecánicos de extrusión, solubilización y temple. El estudio se ha llevado a cabo mediante difracción de radiación sincrotrón. Los resultados obtenidos se complementan entre sí. Algunos de ellos concuerdan con resultados presentes en la bibliografía, como es el caso de las macrotensiones. Otros, los más novedosos, como en el caso de las tensiones residuales intergranulares, abren un nuevo campo que precisa de nuevos resultados experimentales para poder establecer una radiografía completa del estado tensional a esta escala. Las conclusiones más relevantes del trabajo realizado en esta tesis doctoral son las que a continuación se describen.

### 5.1 TENSIONES RESIDUALES

- El proceso de enfriamiento rápido o temple tras un tratamiento a temperatura elevada genera un perfil parabólico de tensiones en muestras con simetría cilíndrica. El estado de tensiones que se genera tiene carácter desviador en favor de la componente axial, y las tensiones son de tracción en el centro de la muestras y de compresión en la superficie de la mismas.
- Se ha desarrollado una nueva metodología de cálculo de TR: “Método de las parábolas”. Este método permite calcular los perfiles de TR conocida la tensión en un solo punto de la muestra, bajo las condiciones de simetría cilíndrica y de muestras sometidas a un proceso de enfriamiento rápido o temple.
- Por otro lado, el método de las parábolas junto la imposición de la condición del equilibrio mecánico, permite obtener un valor de referencia libre de tensiones,  $d_0^{hkl}(TT)$  para cada uno de los estados de tratamiento térmico estudiados: T4, 1h, 10h y 100h y para cada una de las familias de planos  $\{hkl\}$  analizados:  $\{111\}$ ,  $\{200\}$ ,  $\{311\}$  y  $\{220\}$ .
- La evolución del parámetro de referencia para los distintos planos y tratamientos térmicos  $d_0^{hkl}(TT)$ , está controlado por el estado de precipitación de los materiales. La evolución en el tiempo de  $d_0^{hkl}(TT)$  presenta un comportamiento similar al de las curvas de envejecimiento del material.

- Se alcanza el equilibrio, macroscópico y microscópico, para todos los casos. Esto es relevante teniendo en cuenta que el valor de  $d_0^{hkl}(TT)$  empleado es siempre el mismo (para las macrotensiones y para las microtensiones) aunque varía con el TT.
- Se ha desarrollado un modelo: “Modelo del Compuesto extendido” que permite aplicar el método de separación de tensiones, establecido en materiales compuestos, en materiales monofásicos policristalinos. Para ello, se equipara una fase con un conjunto de granos con igual orientación cristalográfica. Cada conjunto de granos con igual orientación cristalina presenta una respuesta mecánica distinta a la de granos vecinos con otra orientación. Esta diferencia entre las propiedades mecánicas de granos con distinta orientación, pone de manifiesto la presencia de tensiones residuales microscópicas intergranulares, TRI, cuya presencia no se tiene en cuenta en los cálculos para el caso de las aleaciones monofásicas.
- Se han propuesto dos modelos denominados DMLE basados en las diferencias entre el módulo y límite elástico de agregados cristalinos con distinta orientación, con el fin de entender la naturaleza de las tensiones residuales intergranulares en materiales monofásicos. Estos modelos son: “Modelo DMLE de Bicristal” y “Modelo DMLE de Policristal”. A partir del modelo DMLE de Bicristal”, se deduce la tensión que existe entre dos granos vecinos con distinta orientación, únicamente por las diferencias entre sus constantes elásticas y disposición de la dirección de esfuerzo. Por otro lado, el Modelo DMLE de Policristal, permite extrapolar el comportamiento del bicristal a un número de granos superior, es decir aporta información de la tensión que se genera entre un grano con sus primeros vecinos, con aquellos que comparte frontera.

## **5.2 RELAJACIÓN DE TENSIONES RESIDUALES Y CORRELACIÓN CON LOS MECANISMOS DE FLUENCIA.**

- Se observa un proceso de relajación de tensiones residuales a partir del aplanamiento de los perfiles parabólicos de tensiones residuales a medida que aumenta el tiempo de tratamiento térmico a 200°C.

- Se ha establecido un nuevo factor cinético,  $aR^2$ , asociado a la curvatura de los perfiles parabólicos de TR que da cuenta del proceso de relajación de tensiones residuales.
- La evolución del factor de proporcionalidad,  $\gamma$ , definido como el cociente entre el factor cinético de la componente axial y el de la radial/tangencial tiene carácter fenomenológico en el proceso de relajación de TR. Cuando el factor de proporcionalidad,  $\gamma$ , es mayor que la unidad la componente axial se relaja describiendo el comportamiento de una exponencial decreciente (en valor absoluto), se pasa de un estado de compresión en T4 a un estado relajado tras 100h de tratamiento. Cuando es menor que la unidad, la componente axial describe también una exponencial decreciente, pero ahora se pasa de un estado de tracción en T4 hasta un estado relajado después de 100h.
- Los mecanismos que gobiernan el proceso de relajación de tensiones residuales son los mismos que los de un proceso de fluencia convencional. Se han obtenido parámetros cinéticos como los que describen el proceso de fluencia: el exponente de tensión,  $n$ , y la energía de activación,  $Q_R$ . Se deduce que es el movimiento de dislocaciones el que gobierna el mecanismo de relajación de TR.

### 5.3 TRABAJO FUTURO

Para profundizar en el estado de tensiones residuales en un material monofásico teniendo en cuenta la presencia de tensiones residuales microscópicas intergranulares se necesita realizar más medidas experimentales de difracción de radiación sincrotrón o neutrones y realizar mapas de orientaciones mediante EBSD barriendo todo el diámetro de la muestras. La correlación entre estos datos experimentales nos daría mapas de tensiones intergranulares en el interior de las muestras. Este procedimiento se llevaría a cabo realizando:

- Medidas de la distancia interplanar en muestras de polvo de aluminio en los mismos estados de precipitación que las muestras masivas para obtener un valor de referencia más optimizado con respecto al que se ha utilizado en este trabajo (polvo de aluminio en estado T4). Después, se realizaría una comparación entre los resultados obtenidos con los nuevos valores de

referencia y con los que se presentan en este trabajo (utilizando el método del equilibrio y el método de las parábolas).

- Llevar a cabo el estudio, mediante EBSD en 2D y 3D de la microestructura de la muestra en el mayor número de posiciones posible a lo largo de toda la sección diametral.
- Mejorar el Modelo DMLE del policristal que permita obtener una expresión de la tensión intergranular promedio para cada una de las secuencias de primeros vecinos analizadas. Esto se haría con una mayor precisión debido a la obtención de los nuevos mapas de EBSD en 2D y 3D que muestren todo el gradiente microestructural alcanzado por la muestras.
- Validar los resultados de la tensión intergranular en cada una de las zonas analizadas con los resultados de las tensiones totales y la tensión macroscópica.
- Realizar el estudio de tensiones residuales a distintas escalas para distintos procesados, como la laminación y la unión por fricción batida de distintas aleaciones de aluminio monofásicas. Dependiendo de si son o no aleaciones envejecibles, determinar el valor de referencia libre de tensiones que mejor describa el estado del sistema a través del método del polvo o desarrollando nuevas metodologías basadas en las ecuaciones de equilibrio según el caso.
- Completar una base de datos de valores de referencia  $d_0$  para distintas aleaciones y estados de precipitación medidos a través del método del polvo y del método del equilibrio de tensiones. Esta base de datos, aunque conlleva un trabajo exhaustivo, permitiría disponer de valores tabulados de  $d_0$  para distintos materiales con distintos procesados y bajo distintas condiciones e tratamientos térmicos.
- En cuanto al proceso de relajación de tensiones residuales se realizaría un estudio de las mismas a distintas temperaturas, 220°, 240° y 300° C para constatar cómo y cuánto el incremento de la misma acelera el proceso de relajación.

---

## REFERENCIAS

---



## REFERENCIAS

- [1] E.A. Starke Jr, and J.T. Staley; "*Application of modern aluminum alloys to Aircraft*". Progress in Aerospace Science 32 (1996) 131-172.
- [2] J.C Williams and E.A. Starke Jr; "*Progress in structural materials for aerospace systems*". Acta Materialia 51 (2003) 5775-5799.
- [3] T. Dursun and C. Soutis; "*Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys*". Materials and Design 56 (2014) 862–871.
- [4] E. Lavernia and N. Grant; "*Review Aluminium-lithium alloys*". Journal of materials science 22 (1987) 1521-1529.
- [5] Li Jin-Feng et al; "*Microstructure and mechanical properties of Mg, Ag and Zn multi-microalloyed Al-(3.2–3.8)Cu-(1.0–1.4)Li alloys*". Transactions of Nonferrous Metals Society of China 25 (2015) 2103 - 2112.
- [6] M. A. Muñoz-Morris and D. G. Morris; "*Microstructure control during severe plastic deformation of Al-Cu-Li and the influence on strength and ductility*". Materials Science and Engineering A 528 (2011) 3445 - 3454.
- [7] B. Hutchinson et al; "*Heat affected zone microstructures and their influence on toughness in two microalloyed HSLA steels*" Acta Materialia 97 (2015) 380 - 391.
- [8] Z. Huda and P. Edi; "*Materials selection in design of structures and engines of supersonic aircrafts: A review*". Materials and Design 46 (2013) 552 - 560.
- [9] H.M. Tawancy, Luai M. Al-Hadhrami "*Comparative performance of turbine blades used in power generation: Damage vs. microstructure and superalloy composition selected for the application*". Engineering Failure Analysis 46 (2014) 76 - 91.
- [10] I. Baker, P.R. Munroe; "*Mechanical properties of FeAl*". International Materials Reviews 42 (1997) 181-205.
- [11] P. J. Withers and H. K. D. H. Bhadeshia; "*Overview Residual stress Part 2: Nature and origins*". Materials Science and Technology 17 (2001) 366-375.

- [12] M.L. Martinez-Perez et al; "*Measurement and modelling of residual stresses in straightened commercial eutectoid steel rods*". Acta Materialia 53 (2005) 4415 - 4425.
- [13] J. Ruiz-Hervías et al; "*Optimization of post-drawing treatments by means of neutron diffraction*". Materials Science and Engineering A 480 (2008) 439 - 448.
- [14] H. Jamshidi; "*Microstructure and residual stress distributions in friction stir welding of dissimilar aluminium alloys*". Materials and Design 87 (2015) 405–413.
- [15] M. Benedetti et al; "*Fatigue Behavior of Shot Peened Notched Specimens: Effect of the Residual Stress Field Ahead of the Notch Root*". Procedia Engineering 109 (2015) 80 - 88.
- [16] C.D.M. Liljedahl, M.E. Fitzpatrick, L. Edwards et al. "*Evolution of residual stresses with fatigue loading and subsequent crack growth in a welded aluminium alloy middle tension specimen*". Engineering Fracture Mechanics 75 (2008) 3881 - 3894.
- [17] M. Benedetti et al; "*High- and very high-cycle plain fatigue resistance of shot peened high-strength aluminum alloys: The role of surface morphology*". International Journal of Fatigue 70 (2015) 451 - 462.
- [18] R. Fernández, G. Bruno, G. González-Doncel; "*Residual stress evolution with compressive plastic deformation in 6061Al–15vol.% SiC<sub>w</sub> composites as studied by neutron diffraction*". Materials Science and Engineering A 403 (2005) 260 - 268.
- [19] P. Fernandez, G. Bruno, G. Gonzalez-Doncel; "*Macro and micro-residual stress distribution in 6061 Al-15vol% SiC<sub>w</sub> under different heat treatment conditions*". Composites Science and Technology 66 (2006) 1738 - 1748.
- [20] D.H. Bacon, L. Edwards, M.E. Fitzpatrick; "*Synchrotron X-ray diffraction measurements of internal stresses during loading of steel-based metal matrix composites reinforced with TiB<sub>2</sub> particles*". Acta Materialia 59 (2011) 3373 – 3383.
- [21] Ricardo Fernández Serrano, "*Influencia del mecanismo de transferencia de carga en el comportamiento mecánico de materiales compuestos de matriz metálica al6061+15vol%SiC<sub>w</sub>*". Tesis Doctoral. Universidad Complutense de Madrid, 2003.

- [22] P. A. Turner and C. N. Tomé; “*A study of residual stresses in zircaloy-2 with rod texture*”. *Acta Metallurgica et Materialia* 42 (1994) 4143 - 4153.
- [23] V. Sansalone, P. Trovalusci, F. Cleri; “*Multiscale modeling of materials by a multifield approach: Microscopic stress and strain distribution in fiber–matrix composites*”. *Acta Materialia* 54 (2006) 3485 – 3492.
- [24] R. Fernandez, et al. “*Determination of residual stress by neutron diffraction in 6061Al-15 vol.%SiCw composites with different whisker orientation/distribution*”. *Applied Physics A: Materials Science and Processing* 74 (2002) 1146 - 1148.
- [25] P. Fernández-Castrillo, G. Bruno, G. González-Doncel; “*Neutron and synchrotron radiation diffraction study of the matrix residual stress evolution with plastic deformation in aluminum alloys and composites*”. *Materials Science and Engineering A* 487 (2008) 26 – 32.
- [26] P. Fernández et al; “*Correlation between matrix residual stress and composite yield strength in PM 6061Al-15 vol% SiCw*”. *Scripta Materialia* 52 (2005) 793 -797.
- [27] G. Requena, G. Garcés, R. Fernández; “*Determination of Internal Stresses in Lightweight Metal Matrix Composites*”. *Neutron Diffraction*, Prof. Irisali Khidirov (Ed.) (2012) 257-286.
- [28] Yan-Dong et al, “*The development of grain-orientation- dependent residual stresses in a cyclically deformed alloy*” *Nature Materials* 2 (2003) 101-106.
- [29] E.C. Oliver, M. Daymond and P. Whithers; “*Interphase and intergranular stress generation in carbon steels*”.*Acta Materialia* 52 (2004) 1937 – 1951.
- [30] J. Robinson, D. Tanner, C. Truman; “*The Origin and Management of Residual Stress in Heat-treatable Aluminium Alloys*”. *Strain* 50 (2014) 185 - 207.
- [31] S. Pratihari, V. Stelmukh, M.E. Fitzpatrick et al; “*Measurement of the residual stress field in MIG-welded Al-2024 and Al-7150 aluminium alloy compact tension specimens*”. *Materials Science and Engineering A* 437 (2006) 46 - 53.

- [32] A. M. Korsunsky, K. E. James, M. R. Daymond; *“Intergranular stresses in polycrystalline fatigue: diffraction measurement and self-consistent modeling”* Engineering Fracture Mechanics 71 (2004) 805 - 812.
- [33] A. King et al; *“Observations of Intergranular Stress Corrosion Cracking in a Grain-Mapped Polycrystal”*. Science 321 (2008) 382 - 384.
- [34] M. T Hutchings, Aaron D. Krawitz, *“Measurement of Residual and Applied Stress Using Neutron Diffraction”*, Series E, Applied Sciences no 216, Springer 1992.
- [35] Jun Jiang, T. B. Britton, A. J. Wilkinson; *“Evolution of intragranular stresses and dislocation densities during cyclic deformation of polycrystalline copper”*.Acta Materialia 94 (2015) 193-204.
- [36] Jun Jiang, T. B Britton, A J. Wilkinson; *“Mapping type III intragranular residual stress distributions in deformed copper polycrystals”*. Acta Materialia 61 (2013) 5895 - 5904.
- [37] S. Berbenni, M. Berveiller and T. Richeton; *“Intra-granular plastic slip heterogeneities: Discrete vs. Mean Field approaches International”*. Journal of Solids and Structures 45 (2008) 4147 – 4172.
- [38] N.S. Rossini et al; *“Methods of measuring residual stresses in components”*. Materials and Desing 35 (2012) 572 – 588.
- [39] H. Yelbay et al; *“Non-destructive determination of residual stress state in steel weldments by Magnetic Barkhausen Noise technique”* NDT&E International 43 (2010) 29-33.
- [40] U. Cikalova et al; *“Auto-calibration principles for two-dimensional residual stress measurements by Barkhausen noise technique”*. AIP Conference Proceedings 1581 (2014) 1243 – 1247.
- [41] G.S. Schajer; *“Measurement of Non-Uniform Residual Stresses Using the Hole-Drilling Method. Part II: Practical Application of the Integral Method”*. Journal Engineering Materials Technology 110 (1988) 344-349.

- [42] P.J. Whithers, H.K.D.H. Bhadeshia; "*Residual stress. Part 2: Nature and origins*". Materials Science and Technology 176 (2001) 355-364.
- [43] I.C Noyan, J.B. Cohen, "Residual Stress: Measurement by Diffraction and Interpretation", Springer-Verlag, Berlín, Germany, 1987.
- [44] [www.ligthsource.org](http://www.ligthsource.org)
- [45] W.A. Hendrickson; "*Determination of macromolecular structures from anomalous diffraction of synchrotron radiation*". Science 254 (1991) 51-58.
- [46] H. Wiedemann, "Synchrotron Radiation", Springer Verlag, 2002.
- [47] K.J Kim; "*Characteristics of synchrotron radiation*". AIP Conference Proceedings 184 (1989) 565 - 632.
- [48] Arthur L. Robinson, "History of Synchrotron Radiation", X-Ray Data Booklet, Section 2-2 Lawrence Berkeley National Laboratory, 2001.
- [49] J.B. Kortright et al; "*Research frontiers in magnetic materials at soft X-ray synchrotron radiation facilities*". Journal of Magnetism and Magnetic Materials 207 (1999) 7- 44.
- [50] Schoenlein RW et al; "*Generation of femtosecond pulses of synchrotron radiation*". Science 287 (2000) 2237 - 2240.
- [51] [www.helmholtz-berlin.de](http://www.helmholtz-berlin.de)
- [52] W. F. Hosford, "The mechanics of Crystals and Textured Polycrystals", Oxford University Press, Oxford UK, 1993.
- [53] A.J Schwartz et al; "*Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*". Springer 2000.

- [54] M.R. Stoudt et al; "*The fundamental relationships between grain orientation, deformation-induced surface roughness and strain localization in an aluminum alloy*". Materials Science and Engineering A 530 (2011) 107–116.
- [55] Ruiz-Hervías et col; "*Effect of thermo-mechanical treatments on residual stresses measured by neutron diffraction in cold-drawn steel rods*". Materials Science and Engineering 435 - 436 (2006) 725-735.
- [56] M. Rogante; "*Stress-free reference sample: The problem of the determination of the interplanar distance  $d_0$* ". Physica B: Condensed Matter vol 276-278 (2000) 202 - 203.
- [57] G. Bruno, R. Fernández, G. González-Doncel; "*Relaxation of the residual stress in 6061Al-15 vol.% SiCw composites by isothermal annealing*". Materials Science and Engineering A 382 (2004) 188 -197.
- [58] A. Steuwer et al; "*The variation of the unstrained lattice parameter in an AA7010 friction stir weld*". Acta Materialia 55 (2007) 4111- 4120.
- [59] A.D. Krawitz and R.A. Winholtz; "*Use of position-dependent stress-free standards for diffraction stress measurements*". Materials Science and Engineering A (1994) 123.- 130.
- [60] F. Cioffi et al; "*Analysis of the unstressed lattice spacing,  $d_0$ , for the determination of the residual stress in a friction stir welded plate of an age-hardenable aluminum alloy Use of equilibrium conditions and a genetic algorithm*". Acta Materialia 74 (2014) 189 - 199.
- [61] S. Ganguly, M.E. Fitzpatrick and L. Edwards; "*Use of neutron and synchrotron X-ray diffraction for evaluation of residual stresses in a 2024-T351 aluminum alloy variable-polarity plasma-arc weld*". Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science 37 (2006) 411 – 420.
- [62] S. Ganguly, L. Edwards, M.E. Fitzpatrick; "*Problems in using a comb sample as a stress-free reference for the determination of welding residual stress by diffraction*". Materials Science and Engineering A 528 (2011) 1226 -1232.

- [63] V. Hauk; "Structural and residual stress analysis by nondestructive methods: Evaluation-Application-Assessment". Elsevier 1997.
- [64] M. Fitzpatrick, M. Hutchings, P. Withers, "Separation of macroscopic, elastic mismatch and thermal expansion misfit stresses in metal matrix composite quenched plates from neutron diffraction measurements", Acta Materialia 45 (1997) 4867 - 4876.
- [65] M.E. Fitzpatrick et al; "Changes in the misfit stresses in an Al/SiCp composite under plastic strain". Acta Materialia 50 (2002) 1031 – 1040.
- [66] M. Dutta et al.; "Neutron diffraction measurement of the internal stresses following heat treatment of a plastically deformed Al/SiC particulate metal-matrix composite". Acta Materialia 52 (2004) 3881 – 3888.
- [67] RA Winholtz, MT Hutchings, AD Krawitz, "Measurement of residual and applied stress using neutron diffraction". London: Kluwer Academic 1992.
- [68] IC Noyan, JB Cohen; "An X-ray Diffraction Study of the Residual Stress-Strain Distributions in Shotpeened Two-phase Brass". Materials Science and Engineering 75 (1985) 179 -193.
- [69] K.O. Pedersen et al; "Influence of texture and grain structure on strain localization and formability for AlMgSi alloys". Journal of Materials Processing Technology 200 (2008) 77 - 93.
- [70] T. Furu, K. Pedersen; "The influence of grain structure and texture on formability and toughness of extruded aluminium alloys". Materials Science Forum 519 - 521 (2006) 1421 - 1428.
- [71] A Borrego, J. Ibañez, G González-Doncel; "Determination of fiber length in axially symmetrical metal matrix composites". Composites Science and Technology 68 (2008) 625–630.
- [72] V. Randle; "Microtexture: "Determination and its Applications". The Institute of Metals, London, UK (1992)

- [73] R.W. Cahn, P. Haasen and E.J. Kramer; "*Measurement and control of texture*" Materials Science and Technology 15 (1993) 429 – 480.
- [74] H.J. Bunge; "*Texture: The key to physics in polycrystalline matter*". Materials Science Forum 273 (1998) 3-14.
- [75] H.J. Kopinek "Proceedings of the 10<sup>th</sup> International. Conference. On Textures of Materials". Materials Science Forum 157-162, (1994) 1953 -1979.
- [76] D.K. Mu; "*Critical properties of Cu<sub>6</sub>Sn<sub>5</sub> in electronic devices: Recent progress and a review*" Current Opinion in Solid State and Materials Science, Article in press, 2015.
- [77] D. Ruer y R. Baro; "*Vectorial method of texture analysis of cubic lattice polycrystalline material*". Journal Applied Crystallography 10 (1967) 458 - 464.
- [78] J.M. García-Infanta et al; "*Enhanced grain refinement due to deformation-induced precipitation during ambient-temperature severe plastic deformation of an Al–7%Si alloy*". Journal of Alloys and Compounds 478 (2009) 139 -143.
- [79] J.R. Davis, ASM Specialty Handbook. "*Aluminum and aluminum alloys*", ASM International Materials Park, Ohio, (1994).
- [80] J.L. González, "*Metalurgia mecánica*". Editorial Limusa, México DF, 2003.
- [81] G. Fribourg; "*Microstructure-based modelling of isotropic and kinematic strain hardening in a precipitation-hardened aluminium alloy*". Acta Materialia 59 (2011) 3621-3635.
- [82] S. Ferreira-Barragáns et al; "*Kinetics of tri-axial and spatial residual stress relaxation: Study by synchrotron radiation diffraction in a 2014Al alloy*". Journal of Alloys and Compounds 523 (2012) 94 -101.
- [83] OD Sherby, JL Lytton and JE. Dorn; "*Activation energy for creep of high purity aluminium*". Acta Metallurgica 5 (1957) 219 - 227.

- [84] M.E. Kassner and M.T. Pérez-Prado; "*Five-power-law creep in single phase metals and alloys*". Progress in Materials Science 45 (2000) 1 - 102.
- [85] OD. Sherby and PM. Burke PM; "*Mechanical behavior of crystalline solids at elevated temperature*". Progress in Materials Science 13 (1968) 323 - 390.
- [86] G. Bruno, R Fernández and G. González-Doncel, "*Relaxation of the residual stress in 6061Al-15 vol.% SiCw composites by isothermal annealing*". Materials Science and Engineering. A 382 (2004) 188-197.
- [87] M.E. Fitzpatrick and A. Lodini; "*Analysis of residual stress by diffraction using neutron and synchrotron radiation*". Taylor and Francis 2003.
- [88] T. Dursun, C. Soutis; "*Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys*" Materials and Design 56 (2014) 862-871.
- [89] Xiao Yan Liu et al; "*Effects of aging treatment on the intergranular corrosion behavior of Al-Cu-Mg-Ag alloy*". Journal of Alloys and Compounds 639 (2015) 263-267.
- [90] A. Guinier; "*Structure of Age-Hardened Aluminium-Copper Alloys*" Nature 142 (1938) 569 - 570.
- [91] Preston GG. "*The diffraction of X-rays by age hardening alloy of aluminium and copper. The structure of an intermediate phase*" Philos Magacine 26 (1938) 855.
- [92] L.F Mondolfo; "*Aluminium Alloys: Structure and Properties*", Butterworth and Co, Boston, MA, 1976.
- [93] B.D. Cullity; "*Elements of X-ray Diffraction*". Addison Wesley Publishing Company (1978)].
- [94] TexTools ResMat Corporation.
- [95] V. Randle, O. Engler; "*Introduction to Texture Analysis. Macrotecture, Microtexture and Orientation Mapping*". Gordon and Breach Science Publisher, Amsterdam, 2000.

- [96] Ch. Genzel et al; "*The materials science synchrotron beamline EDDI for energy-dispersive diffraction analysis*". Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 578 (2007) 23-33.
- [97] M. Meixner, M. Klaus and Ch. Genzel; "*Sin $2\psi$ -based residual stress gradient analysis by energy-dispersive synchrotron diffraction constrained by small gauge volumes. Experimental implementation*". Journal of Applied Crystallography 46 (2013) 619 – 627.
- [98] Ch. Genzel , C. Stock, W. Reimers; "*Application of energy-dispersive diffraction to the analysis of multiaxial residual stress fields in the intermediate zone between surface and volume*". Materials Science and Engineering A 372 (2004) 28-43.
- [99] Gaspar González Doncel, "Influencia de la microestructura sobre los procesos de deformación en monocristales de aleaciones de aluminio" .Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid 1986.
- [100] J. Gil Sevillano, P. van Houtte y E. Aernoudt; "*Large strain work hardening and texture*". Progress in Materials Science 25 (1980) 69 – 134.
- [101] H.J. Bunge, "Texture analysis in materials science", Butterworths, London (1982).
- [102] Teresa Pérez Prado; "*Estudio de la deformación de aleaciones superplásticas de aluminio mediante análisis de texturas*". Tesis Doctoral, Universidad Complutense de Madrid, 1998.
- [103] N. Hansen; "*Hall–Petch relation and boundary strengthening*". Scripta Materialia 51 (2004) 801 - 806.
- [104] C.S Barret; "*Structure of metals*". McGraw-Hill Book Company 1952.
- [105] V.A. Lubarda; "*On the effective lattice parameter of binary alloys*". Mechanics of Materials 35 (2003) 53 – 68.
- [106] M.E. Fitzpatrick and col; "*Separation of measured fatigue crack stress fields in a metal matrix composite material*". Acta Materialia 47 (1999) 585 - 593.

- [107] K. Martinschitz et al; "*Elastic constants of fibre-textured thin films determined by X-ray diffraction*". Journal Applied Crystallography 42 (2009) 416–428
- [108] G. Simons, H. Wang; "*Single Crystal Elastic Constants and Calculated Aggregate Properties: A Handbook*", MIT Press, Cambridge, MA (1971).
- [109] W. Voigt; "*Lehrbuch der Kristallphysik*". Springer 1966
- [110] A. Reuss. "*Berechnung der fließgrenze von mischkristallen aufgrund plastizitätsbedingung für einkristalle*". Z. Angew Math Mech, 9 (1929) 49-58.
- [111] VAMAS TWA 20 standard, ISO/TTA 3:2001(E) "*Polycrystalline materials: Determination of residual stresses by neutron diffraction*". Technology Trends Assessment, Geneva 20, Switzerland, 2001.
- [112] J.D Eshelby; "*The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems*". Proceedings of the Royal. Society of London A241 (1957) 376-396
- [113] G. Bruno, R, Fernández; "*The dependence of the Eshelby model predictions on the microstructure of metal matrix composites*". Acta Materialia 55 (2007) 1267-1274.
- [114] R. E. Smallman and R. J. Bishop; "*Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering*". Elsevier Science Ltd, 1999.
- [115] Q. Liu, D. Juul Jensen and N. Hansen; "*Effect of grain orientation on deformation structure in cold-rolled polycrystalline aluminium*". Acta Materialia 46 (1998) 5819-5838.
- [116] M.E. Fitzpatrick et al; "*Determination of Residual Stresses by X-ray Diffraction*". Measurement Good Practice Guide No. 52, National Physical Laboratory, NPL.
- [117] G, Bruno et al; "*Relaxation of residual stress in MMC after combined plastic deformation and heat treatment*". Scripta Materialia 51 (2004) 999-1004.

- [118] S. Hossain et al; "*A study of the generation and creep relaxation of triaxial residual stresses in stainless steel*". International Journal of Solids and Structures 44 (2007) 3004 - 3020.
- [119] S. Sen, B. Aksakal and A. Ozel; "*Transient and residual stresses in quenched cylindrical bodies*". International Journal of Mechanical Sciences 42 (2000) 2013-2029.
- [120] Chobaut et al; "*Quench induced residual stress prediction in heat treatable 7xxx aluminium alloy thick plates using Gleeble interrupted quench tests*". Journal of Materials Processing Technology 222 (2015) 373–380.
- [121] J. Robinson and W. Redinton; "*The influence of alloy composition on residual stresses in heat treated aluminium alloys*". Materials Characterization 105 (2015) 47 – 55.
- [122] J. S. Robinson et al; "*The influence of quench sensitivity on residual stresses in the aluminium alloys 7010 and 7075*". Materials Characterization 65 (2012) 73 - 85.
- [123] D. A. Tanner and J. S. Robinson; "*Residual stress magnitudes and related properties in quenched aluminium alloys*". Materials Science and Technology 22 (2006) 77-85.
- [124] M. E. Fitzpatrick, M. T Hutchings, P. J Withers; "*The determination of the profile of macrostress and thermal mismatch stress through an Al/SiCp composite plate from the average residual strains measured in each phase*". Physica B: Physics of Condensed Matter (1995) 790-792.
- [125] G. Bruno, R. Fernández and G. González-Doncel; "*Relaxation of the residual stress in 6061Al-15 vol.% SiC<sub>w</sub> composites by isothermal annealing*". Materials Science and Engineering, 382A (2004) 188-197.
- [126] J.R. Santiesteban; "*Mapping of unstressed lattice parameters using pulsed neutron transmission diffraction*". Journal of Applied Crystallography 35 (2002) 497-504.

- [127] L. Delannay, R.E. Loge, Y. Chastel, P. Van Houtte. "*Prediction of intergranular strains in cubic metals using a multisite elastic-plastic model*". Acta Materialia 50 (2002) 5127 – 5138.
- [128] JW Pang, TM Holden and TE Mason; "*In situ generation of intergranular strains in an Al7050 alloy*". Acta Materialia 46 (1998) 1503.
- [129] M.R. Daymond, C. Tomé and M. Bourke; "*Measured and predicted intergranular strains in textured austenitic steel*". Acta Materialia 48 (2000) 553 – 564.
- [130] D. Raabe et al; "*Grain-scale micromechanics of polycrystal surfaces during plastic straining*". Acta Materialia 51 (2003) 1539 - 1560.
- [131] D. Raabe et al; "*Micromechanical and macromechanical effects in grain scale polycrystal plasticity experimentation and simulation*". Acta Materialia 49 (2001) 3433-3441
- [132] J.W. Signorelli, P.A. Turner and R.A. Lebenshon; "*Diferentes Modelos Policristalinos aplicados al cálculo de tensiones intergranulares*". Anales AFA vol 7 (1996) 90 - 92.
- [133] J. Wagner et al; "*Microstructure and temperature dependence of intergranular strains on diffractometric macroscopic residual stress analysis*". Materials Science and Engineering: A 618 (2014) 271 – 279.
- [134] D. Dye, H.J. Stone, R.C. Reed. "*Intergranular and interphase microstresses*". Current Opinion in Solid State and Materials Science 5 (2001) 31–37.
- [135] JW Hutchinson; "*Elastic-plastic behaviour of polycrystalline metals and composites*". Proceedings of the Royal Society of London A 319 (1970) 247– 272.
- [136] CN Tome; "*Self-consistent polycrystal models: A directional compliance criterion to describe grain interactions*". Modell Simulation Materials Science Engineering 7 (1999) 723 - 738.
- [137] COMSOL Multiphysics

- [138] R. Hill . "*Continuum micro-mechanics of elastoplastic polycrystals*". Journal Mechanical Physics Solids 101(1965) 89 - 101.
- [139] J.W Hutchinson; "*Elastic-plastic behaviour of polycrystalline metals and composites*". Proceedings of the Royal Society of London A 319 (1970) 247- 272.
- [140] S. Fréour and J. Fajoui; "*Eshelby-Kröner self-consistent elastic model: the geometric mean versus the arithmetic mean: A numerical investigation*". ZAMM - Journal of Applied Mathematics and Mechanics 92 (2012) 329 - 338.
- [141] J.F.W. Bishop y R.Hill, "*A theory of the plastic distortion of a polycrystalline aggregate under combined stresses*". Philosophical Magazine 42 (1951) 414-427.
- [142] P. Van Houtte; "*A Comprehensive Mathematical Formulation of an Extended Taylor-Bishop-Hill Model Featuring Relaxed Constraints the Renouard-Wintenberger Theory and a Strain Rate Sensitivity Model*". Textures and Microstructures 8-9 (1988) 313 - 350.
- [143] A. Borrego et al; "*Influence of extrusion temperature on the microstructure and the texture of 6061Al-15 vol.% SiCw PM composites*". Composites Science and Technology 62 (2002) 731-742.
- [144] Thomas H. Courtney; "*Mechanical Behavior of Materials*". McGraw-Hill, 2000.
- [145] G. González-Doncel, M. Torralba and O.A. Ruano; "*Mechanical behavior and lattice reorientation during tensile deformation of Al-4%Cu-0.1%Fe single crystals*". Acta Metallurgica et Materialia 39 (1991) 2393-2403.
- [146] G. Sachs: "*On the derivation of a yield condition*". Zeitschrift des Vereins Deutscher Ingenieure 72 (1928) 734 - 736.
- [147] U.F. Kocks, "The relation between polycrystal deformation and single-crystal deformation", Metallurgical Transactions 1 (1970) 1121-1143.
- [148] G.I. Taylor; "*Deformation and Flow of Solids*". Springer, Berlin, 1956.

- [149] G.I. Taylor; "*Plastic Strain in Metals*". Journal of the Institute of Metals 62 (1938) 307–324.
- [150] R.E. Stoller, S.J. Zinkle; "On the relationship between uniaxial yield strength and resolved shear stress in polycrystalline materials". Journal of Nuclear Materials 283-287 (2000) 349-352.
- [151] M.R. Stoudt et al; "*The fundamental relationships between grain orientation, deformation-induced surface roughness and strain localization in an aluminum alloy*", Materials Science and Engineering A 530 (2011) 107–116.
- [152] U.F. Kocks and G.R. Canova; "*How many slip systems and which?*". In: *Deformation of polycrystals*", Eds. N. Hansen et al (Risø National Laboratory, Denmark) (1981).
- [153] J. Gil Sevillano, P. Van Houtte, P. and E. Aernoudt, "Large strain work hardening and texture". Progress in Materials Science 25 (1980) 69 - 412.
- [154] F. Roters et al; "*Overview of constitutive laws, kinematics, homogenization and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling: Theory, experiments, applications*". Acta Materialia 58 (2010) 1152 - 1211.
- [155] R. Becker and S. Panchanadeswaran; "*Effects of grain interactions on deformation and local texture in polycrystals*". Acta Metallurgica et Materialia 43 (1995) 2701- 2719.
- [156] M.O. Faruque, M. Zaman and M.I. Hossain; "Creep constitutive modeling of an aluminum alloy under multiaxial and cyclic loading". International Journal of Plasticity 12 (1996) 761–780
- [157] H.T. Yao et al; "*A review of creep analysis and design under multi-axial stress states*". Nuclear Engineering and Design 237 (2007) 1969 - 1986.
- [158] Y. C. Lin et al; "*Modeling the creep behavior of 2024-T3 Al alloy*". Computational Materials Science 67 (2013) 243-248.

- [159] O.D Sherby and O.M Burke; "*Mechanical behavior of crystalline solids at elevated temperature*". Progress in Materials Science 13 (1968) 323-390.
- [160] R Fernández, G. González-Doncel "*Creep behavior of ingot and powder metallurgy 6061Al*". Journal of Alloys and Compounds 440 (2007) 158-167.
- [161] M.E. Kassner and M.-T. Pérez-Prado "*Five-power-law creep in single phase metals and alloys*". Progress in Materials Science 45 (2000) 1-102.
- [162] OA. Ruano and OD. Sherby; "*Low Stress Creep of Fine-grained Materials at Intermediate Temperatures: Diffusional Creep or Grain Boundary Sliding?*". Materials Science and Engineering, 56 (1982) 167 – 175.
- [163] R Fernández, G. González-Doncel "*A unified description of solid solution creep strengthening in Al–Mg alloys*". Materials Science and Engineering A 550 (2012) 320-324.
- [164] Furong Cao; "*Incorporating dislocation variables into Mohamed's and Kawasaki–Langdon's deformation mechanism maps containing superplasticity mechanism regimes*". Materials Science and Engineering A643 (2015) 169 -174.
- [165] A. Borrego and G. González-Doncel; "*On the stability with temperature of the dislocation structure in 6061Al-15vol%SiC composites as studied by hardness and differential scanning calorimetry*". Journal of Materials Science 38 (2003) 2761-2765.

---

## ÍNDICE DE FIGURAS Y TABLAS

---



## ÍNDICE DE FIGURAS

### Capítulo 1: Introducción

Figura 1.1. Esquema de los tres tipos de tensiones residuales dependiendo de la escala en la que se encuentren: (a) Tipo I o TRM. (b) Tipo II o TRm, a las cuales pertenecen las tensiones residuales intergranulares TRI, y (c) tipo III o intragranulares..... (pág.16)

Figura 1.2 Esquema mostrando las tensiones intergranulares surgidas como diferencias de tensiones residuales microscópicas.....(pág.17)

Figura 1.3 Esquema del anillo donde son acelerados los electrones en un sincrotrón.....(pág. 21)

Figura 1.4 Efecto de las tensiones residuales en el pico de difracción: las tensiones tipo I producen un desplazamiento, las de tipo II producen, además, un ensanchamiento..... (pág. 23)

Figura 1.5 Esquema del fenómeno de difracción de rayos X por un cristal..... (pág. 24)

Figura 1.6 Esquema del proceso de extrusión y de la textura que alcanza un material extruido durante el mismo.....(pág. 31)

Figura 1.7 Curvas típicas del comportamiento en fluencia y de la relajación de tensiones residuales con el tiempo mediante la aplicación de un tratamiento térmico de recocido. .... (pág. 35)

### Capítulo 2: Material y procedimiento experimental

Figura 2.1 Prensa de extrusión horizontal del CENIM.....(pág. 42)

Figura 2.2 Esquema del ciclo térmico al que han sido sometidas las muestras.....(pág. 43)

Figura 2.3 Materiales estudiados (a) Barras en estado de recepción de 38 mm de diámetro (b) barra re-extruida en el CENIM de 14 mm de diámetro y (c) probetas cilíndricas mecanizadas de 13 mm de diámetro y 25 mm de longitud. .... (pág. 44)

Figura 2.4 (a) Microscopio electrónico de barrido JEOL JSM FEG 6500 (b) MO Olympus BH-2. Ambos pertenecientes al laboratorio de Microscopía Electrónica del CENIM..... (pág. 46)

Figura 2.5 (a) Difractómetro Siemens D5000 donde se realizaron las medidas de macrotextura (b) probetas de las barras originales y de las barras re-extruidas para el análisis de Rayos X. ....(pág. 47)

Figura 2.6. Formación de las líneas y bandas de Kikuchi.....(pág. 48)

Figura 2.7. Proceso de obtención de un mapa de orientaciones utilizando EBSD.....(pág. 49)

Figura 2.8. Imágenes del sincrotrón BESSY II. (a) Vista aérea (b) Vista de perfil.....(pág. 51)

Figura 2.9 Difractómetro EDDI donde se han llevado a cabo las medidas. (a) Vista general de la cabina donde se encuentra ubicado (b) EDDI y (c) recorrido del haz.....(pág. 51)

Figura 2.10. (a) Montaje experimental (b) Generación del volumen de medida en el interior de la probeta.....(pág. 52)

Figura 2.11 Variación de un pico de difracción perteneciente a un familia de planos {hkl} de una muestra tensionada respecto a una muestra de referencia libre de tensiones.....(pág. 53)

Figura 2.12 Sistema de coordenadas cilíndricas utilizado.....(pág. 54)

Figura 2.13. (a) Definición del ángulo  $\Psi$  formado entre el eje de extrusión y el vector de difracción, Q. (b) Posición de la muestra para determinar las componentes axiales y (c) las componentes radiales/tangenciales.....(pág. 56)

Figura 2.14 Esquema de como se genera un pico de difracción en un agregado policristalino. ....(pág. 56)

Figura 2.15 Distancia interplanar d (100) frente a  $\sin^2 \Psi$ .....(pág.57)

Figura 2.16 (a) Dispositivo de vacío para la preparación del polvo 2014Al y horno vertical para el tratamiento térmico de solubilización. (b) Vial de vidrio con polvo de 2014Al en T4 donde se hicieron las medidas para determinar el valor de referencia  $d_0$  (hkl) libre de tensiones.....(pág. 59)

Figura 2.17 (b) Máquina de ensayos universal Servosis ME-405 (c) Imagen de las probetas de tracción mecanizadas con respecto a la dirección de extrusión de las barras AR en configuración longitudinal y transversal.....(pág. 60)

### Capítulo 3: Resultados

Figura 3.1. Microestructura de la aleación 2014Al (a) sección longitudinal (b) sección transversal..... (pág. 62)

Figura 3.2 Micrografías ópticas de la aleación re-extruida 2014 Al (a) longitudinal (b) transversal..... (pág. 62)

Figura 3.3 Histogramas de tamaño de grano para secciones longitudinal y transversal de la aleación 2014Al.....(pág. 63)

Figura 3.4. Figura de polos inversa mostrando la textura de la muestra re-extruida de la aleación 2014Al. El valor máximo de las componentes [111] y [100] es de 7,4.....(pág. 63)

Figura 3.5. Figuras de polos para las cuatro familias de planos analizadas... (pág. 64)

Figura 3.6 Mapa de orientaciones de la aleación 2014Al (a) en el centro de la barra (b) a una distancia de 5 mm del centro.....(pág. 66)

Figura 3.7 Evolución de la dureza con el tiempo de envejecimiento a 200°C después de un tratamiento de solubilización (530°) y temple (en agua a temperatura ambiente).....(pág. 67)

Figura 3.8 Curvas de tensión - deformación ingenieril para la aleación 2014Al en configuración longitudinal y transversal respecto al eje de extrusión de la barra original.....(pág. 68)

Figura 3.9 Respuesta lineal de  $d_0(hkl)$  frente al  $\text{sen}^2\psi$  para los planos (311), (111), (200) y (220).....(pág. 70)

Figura 3.10 Perfiles de deformación totales para las tres componentes espaciales axial, radial y tangencial y para los planos estudiados en estado de tratamiento T4.....(pág. 73)

Figura 3.11 Perfiles de TRT para el plano {311}.....(pág.80)

Figura 3.12 Perfiles de TRT para el plano {111}.....(pág.82)

Figura 3.13 Perfiles de TRT para el plano {200}..... (pág.83)

Figura 3.14 Perfiles de TRT para el plano {220}.....(pág.84)

#### Capítulo 4: Discusión

Figura 4.1. Diagrama de flujo que describe el proceso de análisis multiescala de tensiones residuales en una aleación monofásica de aluminio.....(pág.90)

Figura 4.2 Perfiles parabólicos de la componente axial de la TRM utilizando como referencia el parámetro  $d_0(hkl)$  del polvo de 2014Al en T4.....(pág. 95)

Figura 4.3 Esquema de perfiles simétricos de TR de la componente axial y proceso de “aplanamiento” de los mismos con tiempos crecientes de un tratamiento de recocido.....(pág. 99)

Figura 4.4 Evolución del valor de referencia, libre de tensiones,  $d_0^{hkl}(TT)$  con el tiempo de tratamiento térmico a 200°C para cada uno de los planos estudiados..... (pág. 103)

Figura 4.5 TRM obtenida para la componente axial. La incertidumbre asociada a los valores de tensión definidos por las ecuaciones parabólicas es de 5 MPa..... (pág. 109)

Figura 4.6 Componentes (a) radial y (b) tangencial de la TR-M. La incertidumbre asociada es de 4,5 MPa en el caso de la componente radial y de 4MPa en el caso de la tangencial..... (pág. 110)

Figura 4.7 TRTr para en las tres direcciones principales y para los cuatro planos analizados: (a) (311) (b) (111) (c) (200) y (d) (220)..... (pág. 113)

Figura 4.8 Comparación entre los perfiles de las TRTr y las TRT para el plano (311).....(pág. 114)

Figura 4.9 Componente desviadora axial de la TRTr para los cuatro planos analizados: (311), (111), (200) y (220)..... (pág. 115)

Figura 4.10 Componente desviadora axial de la TRm para los cuatro planos principales. La incertidumbre asociada a las tensiones micro es de 6MPa..... (pág. 116)

Figura 4.11 (a) Esquema de la distribución de cristales en la aleación con respecto al eje de extrusión. (b) Perfil parabólico de TRm debidas a la incompatibilidad plástica entre granos con distinta orientación.....(pág. 117)

Figura 4.12 Equilibrio local de las TRm..... (pág. 120)

Figura 4.13 Comparación entre los perfiles de la componente axial en estado T4 de la TRM y las TRTr de los cuatro planos {311}, {111}, {200} y {220}..... (pág. 121)

Figura 4.14 Perfil de la componente axial de tensión de la TRM en T4 junto con los perfiles de la TRTr y TRm del plano 311 en el mismo estado.....(pág.122)

Figura 4.15 TRI entre las familias de planos {200} – {311} y {200}-{220}..... (pág. 126)

Figura 4.16 TRI entre las familias de planos {111} y el resto de {hkl}..... (pág. 127)

Figura 4.17 TRI entre el plano {311} y {220}.....(pág. 128)

Figura 4.18 Comportamiento de monocristales homogéneos, no isotrópicos..... (pág. 134)

Figura 4.19 Comportamiento de un bicristal homogéneo, no isotrópico..... (pág. 135)

Figura 4.20 Esquema de isodeformación. La deformación que experimenta cada grano es la misma.....(pág. 135)

Figura 4.21 Frente de enfriamiento rápido producido durante el temple en la muestra cilíndrica considerando que dicha muestra es un bicristal formado únicamente por dos familias de granos cristalinos {111} (azules) y {200} (rojos).....(pág. 136)

Figura 4.22 Respuesta mecánica del material bajo los tres supuestos planteados en el desarrollo del modelo de bicristal.....(pág. 137)

Figura 4.23 Expresión analítica y gráfica de las TRI obtenidas para los tres casos obtenidos en el modelo del Bicristal.....(pág. 138 - 139)

Figura 4.24 Clasificación de las interacciones intergranulares según el modelos DMLE de bicristal.....(pág. 140)

Figura 4.25 Gradiente de texturas en el centro de la muestra y cerca de la superficie de la misma.....(pág. 143)

Figura 4.26 Secuencia primeros vecino en el centro y en el borde la muestra.....(pág. 144)

Figura 4.27 Valor promedio de la TRI en las secuencias de primeros vecinos en  $r=0$ ..... (pág 145).

Figura 4.28 Valor promedio de la TRI en las secuencias de los primeros vecinos en la superficie de la muestra,  $r \approx R$ .....(pág. 145)

Figura 4.29 Geometría utilizada en el modelo de elementos finitos en COMSOL.....(pág. 147)

Figura 4.30. Modelización en COMSOL del Policristal definido por la secuencia 1 de primeros vecinos.....(pág.147)

Figura 4.31. Modelización en COMSOL de la Secuencia 5..... (pág. 148)

Figura 4.32. Evolución del factor cinético  $aR^2$  de la tensión macroscópica con el tiempo de tratamiento a 200°C..... (pág. 156)

Figura 4.33 Curvas de relajación de las TRTr para los cuatro planos estudiados.....(pág. 157)

Figura 4.34 Relajación del factor cinético  $aR^2$  con el tiempo de tratamiento de las tensiones microscópicas de todos los planos analizados.....(pág. 158)

## ÍNDICE DE TABLAS

### Capítulo 1: Introducción

Tabla 1.1. Técnicas de medida de Tensiones Residuales, TR y sus características.....(pág. 19)

### Capítulo 2: Material y Procedimiento Experimental

Tabla 2.1. Composición química de los materiales estudiados (fracción en peso)..... (pág. 41)

Tabla 2.2. Condiciones del proceso de extrusión de las barras originales y de la re-extrusión llevada a cabo en el CENIM.....(pág. 42)

Tabla 2.3. Tratamientos térmicos..... (pág. 43)

Tabla 2.4. Composición del reactivo Keller modificado.....(pág. 45)

Tabla 2. 5. Condiciones del pulido electroquímico.....(pág. 50)

Tabla 2.6. Valores de distancia interplanar y de energía para cada una de las reflexiones medidas en EDDI.....(pág.53)

### Capítulo 3: Resultados

Tabla 3.1 Fracciones en volumen para cada orientación analizada..... (pág. 65)

Tabla 3.2 Valores del límite elástico,  $\sigma_y$  en MPa.....(pág. 68)

Tabla 3.3 Valores del parámetro de referencia  $d_0(hkl)$  obtenidos a través del método del polvo para cada plano estudiado. Se muestran las deformaciones debidas al incremento dado por la diferencias de  $d_0$  en  $\text{sen}^2\psi = 1$  menos  $d_0$  en  $\text{sen}^2\psi = 0$  para cada plano.....(pág. 71)

Tabla 3.4 Valores de la deformación equivalente, dadas por el valor de  $\Delta d_0$  para cada plano.....(pág. 71)

Tabla 3.5 Parámetro de red obtenido para los polvos de la aleación 2014Al.....(pág. 72)

Tabla 3.6 Valores de los coeficientes del tensor de elasticidad y de rigidez utilizados en el cálculo de las constantes elásticas.....(pág. 75)

Tabla 3.7 Constantes elásticas para cada plano.....(pág. 76)

Tabla 3.8 Valores de Tensiones Residuales Totales para todos los planos en las direcciones principales de la muestra axial, radial y tangencial y para los cuatro estados de tratamiento térmico analizados T4 y 1h, 10h,100h a 200°C.....(pág. 77 -78)

**Capítulo 4: Discusión**

Tabla 4.1. Tensiones residuales macroscópicas en las tres direcciones principales de las muestra para los distintos estados de tratamiento térmico utilizando como valor de referencia el del polvo en estado T4. Entre paréntesis se muestra el valor de la incertidumbre asociada a cada medida.....(pág. 94)

Tabla 4.2 Valores de  $d_0^{hkl}$  en función del parámetro de red aplicando la ecuación de distancia interplanar.....(pág. 100)

Tabla 4.3. Parámetro de red  $a_0$  obtenido a partir del método del equilibrio.....(pág. 101)

Tabla 4.4 Valores de referencia para cada plano y TT obtenidos a partir del método del equilibrio y la incertidumbre asociada a cada medida.....(pág. 102)

Tabla 4.5 Valores del parámetro de red,  $a_0$  obtenidos mediante el método del polvo y el método del equilibrio en estado de tratamiento térmico T4.....(pág. 103)

Tabla 4.6 Composición química de la aleación masiva y de los polvos de 2014Al..... (pág. 105)

Tabla 4.7. Coeficientes de ajuste parabólico de las parábolas TRM no equilibradas. Valores de tensión en el centro dados por la condición de equilibrio de la TRM y ecuaciones que describen los nuevos perfiles de tensión macro equilibrados.....(pág. 106)

Tabla 4.8 Factor de corrección de la tensión que da cuenta de la desviación entre los valores de tensión en el centro de la muestra utilizando el polvo como referencia,  $c$ , y utilizando la condición de equilibrio,  $c'$  ..... (pág. 107)

Tabla 4.9 Variación del parámetro de referencia,  $d_0$  entre los estados de TT en equilibrio y el T4 (polvo) para cada plano. Valor del desajuste en la tensión que provoca por la variación de  $d_0$ ..... (pág. 108)

Tabla 4.10 Ecuaciones parabólicos que describen los perfiles de tensión para el plano (311) y para la componente axial.....(pág. 112)

Tabla 4.11 Componente desviadora de las TRm en MPa para cada estado de tratamiento térmico y plano estudiado. La incertidumbre asociada a los valores de TRm es de 6MPa.....(pág. 119)

Tabla 4.12 TRI calculadas a partir de las TRm para todas las interacciones posibles entre planos.....(pág. 125)

Tabla 4.13 Valores de límite elástico obtenidos para cada orientación a partir de los factores de Schmid calculados.....(pág. 130)

Tabla 4.14 Propiedades mecánicas según la orientación cristalográfica.....(pág. 132)

Tabla 4.15 Valores de la TRI obtenidos a partir del modelo DMLE de bicristal.....(pág. 140)

Tabla 4.16 Valores de las TRI experimentales (a partir de las TRm) y teóricas obtenidas según el modelo DMLE de bicristal. La incertidumbre asociada a los datos experimentales es de 4 MPa.....(pág. 141)

Tabla 4.17 Valores del factor cinético  $\alpha R^2$  (MPa) de la tensión residual macroscópica para las componentes axial y rad/tan..... (pág. 150)

Tabla 4.18 Valores del factor cinético  $\alpha R^2$  (MPa) para las tensiones residual totales recalculadas para las componentes axial y rad/tan y para cada uno de los planos analizados.....(pág. 151)

Tabla 4.19 Valores del factor cinético  $aR^2$  (MPa) para las tensiones residual microscópicas para las componentes axial y rad/tan y para cada uno de los planos analizados.....(pág. 152)

Tabla 4.20 Parámetros cinéticos de fluencia obtenidos a partir del proceso de relajación de tensiones residuales.....(pág. 159)

---

ANEXO I

---



**PRODUCCIÓN CIENTÍFICA RELACIONADA CON LA TESIS DOCTORAL**Conferencias y seminarios:

**“Tensiones residuales macroscópicas e intergranulares: Caracterización mediante difracción de radiación sincrotrón de aleaciones 2014Al”**. Conferencia impartida dentro del seminario “Current Challenges on Metals Science at CENIM”. Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas. Madrid, Abril 2015.

Publicaciones:

**“Kinetics of tri-axial and spatial residual stress relaxation: study by synchrotron radiation diffraction in a 2014Al alloy”** S. Ferreira-Barragáns, R. Fernández, P. Fernández-Castrillo, G. González-Doncel. Journal of Alloys and Compounds 523 (2012) 94 -10.

**“Superficial severe plastic deformation of 316 LVM stainless steel through grit blasting: Effects on its microstructure and subsurface mechanical properties”** M. Multigner, S. Ferreira-Barragáns, E. Frutos, M. Jaafar, J. Ibáñez, P. Marín, M.T. Pérez-Prado, G. González-Doncel, A.Asenjo, J. L. González-Carrasco. Surface & Coatings Technology 205 (2010) 1830 -1837.

**“Efecto del arenado en las propiedades mecánicas sub-superficiales de la aleación Ti6Al4V”** M. Multigner, P. Fernández-Castrillo, S. Ferreira-Barragáns, G. González-Doncel, J. L. González-Carrasco. Revista de Metalurgia; Vol 45, No 1 (2009); 52-57.

**“Residual stress and microstructural characterization of friction stir welded metal matrix composites”** S. Ferreira-Barragáns, R. Fernández, D. Gesto, P. Rey, G. González-Doncel. Proceedings of V International Conference on Science and Technology of Composite Materials, Donostia-San Sebastian, Spain 2009, pp. 361-364.

**“Residual Stress Profiles in Friction Stir Welds of 2024Al Alloy and 2124Al-25vol%SiC Composite”**. Ferreira-Barragáns S, Gesto D, Rey P, Fernández R, González-Doncel G. Annual Report BESSY 2008. Helmholtz-Zentrum Berlin für Materialien und Energie GmbH. pp 177-179.

**“Estudio de la relajación de tensiones residuales y de la textura en un material compuesto de matriz metálica”** S. Ferreira-Barragáns, P. Fernández-Castrillo, G. González-Doncel. Proceedings del X Congreso Nacional de Materiales, Donostia-San Sebastián 2008, vol. 2, pp. 697-700.

**“Estudio de la microestructura y del comportamiento mecánico de un material compuesto 2014Al-20vol%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>”** S. Ferreira-Barragáns, P. Fernández-Castrillo, J. Chao, J.M. Amo, G. González-Doncel. Proceedings del VII Congreso Nacional de Materiales Compuestos, Valladolid 2007, pp. 361-364.

**“Residual stress profiles in metal matrix composites”** S. Ferreira-Barragáns, P. Fernández-Castrillo, G. González-Doncel. Annual Report BESSY 2007. Berliner Elektronenspeicherring-Gesellschaft für Synchrotronstrahlung m.b.H. pp 188-190.

**“Determination of the residual stress in metal matrix composites after different thermal mechanical treatments”** S. Ferreira-Barragáns, P. Fernández-Castrillo, G. González-Doncel. Berlin Neutron Scattering Center, BENSCH Experimental Reports 2007. ISSN 0936 -0891. pp 194.

Congresos:

**VII AUSE-Congress- II ALBA** User Meeting, Barcelona, June 2015: “On the determination of the microscopic residual stress in aluminum alloys”. Contribución Póster.

**8th International Symposium on FSW.** Timmendorf Strand, Alemania. Mayo 2010: “A comparative study on friction stir welds of 2024 alloy and 2124-25%vol. SiCp Al composite”. Contribución Oral.

**V International Conference on Science and Technology of Composite Materials.** San Sebastián 2009: “Residual stress and microstructural characterization of friction stir welded metal matrix composites”. Contribución Oral.

**Ninth annual Micro Materials European User Meeting.** Praga. Noviembre 2009: “Assessment of subsurface residual stresses in grit blasted austenitic stainless steel by means of ultramicroindenter techniques”. Contribución Póster.

**27<sup>th</sup> BESSY Users' Meeting.** Berlín, Alemania. Diciembre 2008: "Residual Stress Profiles in Friction Stir Welds of Metal Matrix Composite". Contribución Póster.

**IV Reunión Sociedad Española de Técnicas Neutrónicas.** Gerona. Septiembre 2008: "Tensiones residuales en materiales compuestos de matriz metálica con diferentes tratamientos termomecánicos". Contribución Póster.

**X Congreso Nacional de Materiales.** San Sebastián. Junio 2008: "Estudio de las tensiones residuales y de la textura en materiales compuestos de matriz metálica". Contribución Oral.

**5<sup>a</sup> Jornadas Internacionales de Materialografía.** San Sebastián. Mayo 2008: "Caracterización Microestructural de Materiales Compuestos". Contribución Póster.

**26<sup>th</sup> BESSY Users' Meeting.** Berlín, Alemania. Diciembre 2007: "Residual Stress Profiles in Metal Matrix Composites". Contribución Póster.

**XXX Congreso Sociedad Ibérica de Biomecánica y Biomateriales.** Madrid. Noviembre 2007: "Efecto del arenado en las propiedades mecánicas sub-superficiales de la aleación Ti6Al4V". Contribución Oral

**7<sup>o</sup> Congreso Nacional de Materiales Compuestos.** *Valladolid. Septiembre 2007: "Estudio de la microestructura y del comportamiento mecánico de un material compuesto"* Contribución Oral

