

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE GENERAL SAN MARTÍN
COMISIÓN NACIONAL DE ENERGÍA ATÓMICA
INSTITUTO DE TECNOLOGÍA
“Prof. Jorge A. Sabato”**

**Determinación del perfil de tensiones residuales
superficiales en tubos de Zircaloy-4
sometidos al proceso de granallado mediante difracción
de rayos X (*)**

Por Juan Andrés Kortsarz

Director del Trabajo

Ing. Gabriel Alejandro Juárez

Tutor: Dra. Liliana Roberti

(*) Trabajo de Seminario para optar al título de Ingeniero en Materiales

**República Argentina
2021**

Resumen

El presente trabajo tiene como objetivo principal utilizar la metodología de medición de tensiones residuales por difracción de rayos-X (método $\sin^2\psi$) mediante el uso de un dispositivo de flexión pura usando diferentes configuraciones de la óptica del equipo. Una vez determinada la configuración experimental optima, se realizaron las mediciones de tensiones residuales superficiales en tubos de Zircaloy-4 sometidos a granallado. Para realizar el perfil de las tensiones en el espesor es necesario eliminar capas superficiales sucesivas de material por decapado, lo que hace necesario caracterizar este proceso adecuadamente.

Por otro lado, se realizó un estudio cualitativo del perfil de deformación producido por el granallado mediante el uso de microdureza Vickers y el ancho de los picos de difracción obtenidos durante los ensayos de difracción.

Palabras clave: método $\sin^2\psi$, Zircaloy-4, decapado, granallado, perfil de tensiones residuales.

Abstract

The main objective of the present work is to use the methodology for measuring residual stresses by X-ray diffraction ($\sin^2\psi$ method) with a pure bending device using different configurations of the equipment's optics. Once the optimal experimental configuration was determined, the measurements of superficial residual stresses were carried out in Zircaloy-4 tubes subjected to shot peening. To make the profile of the stresses in the thickness it is necessary to eliminate successive surface layers of material by polishing, which makes it necessary to characterize this process adequately.

On the other hand, a qualitative study of the deformation profile produced by shot blasting was carried out using Vickers microhardness tests and the width of the diffraction peaks obtained during the diffraction tests.

Key words: $\sin^2\psi$ method, Zircaloy-4, polishing, shot peening, profile of residual stresses.

Contenido

1. Introducción	1
1.1 Marco teórico	1
1.1.1 Ley de Bragg	1
1.1.2 Tensiones residuales	2
1.1.3 Medición de tensiones residuales	3
1.1.4 Método del $\sin^2 \psi$	4
1.1.5 Análisis de datos y consideraciones	9
1.2 Tratamiento de los datos	10
1.2.1 Intensidad de los picos	10
1.2.2 Determinación de la posición de los picos de difracción	11
1.3 Granallado	12
1.4 Difractómetro	13
1.4.1 Tubo generador de rayos X	13
1.4.2 Óptica del haz incidente - Lente policapilar	14
1.4.3 Detector	15
1.4.4 Dispositivo utilizado	15
2. Desarrollo experimental	17
2.1 Aleaciones analizadas	17
2.1.1 Aluminio 7075-O	17
2.1.2 Zircaloy-4	18
2.2. Corroboración del método mediante flexión simple	19
2.2.1. Dispositivo utilizado para generar flexión simple	19
2.2.2 Determinación de los desplazamientos teóricos de una chapa sometida a flexión simple	22
2.2.3 Determinación de tensiones aplicadas en función de la flecha	26
2.3 Determinación de pérdida de espesor por diferencia de peso	26
2.4 Preparación de las probetas de Zircaloy-4	28
2.4.1 Curvas de calibración	29
2.3 Ensayos realizados con el difractómetro	31
2.5 Ensayo de dureza	34
2.6 Microscopía electrónica de barrido	35

2.7 Microscopia óptica	35
3. Resultados y Discusión	36
3.1 Tensiones teóricas y experimentales del Aluminio 7075-O	36
3.2 Perfil de tensiones residuales en las vainas de Zircaloy-4	37
3.3 Resultados del análisis de deformación	38
3.3.1 Resultados del ancho de los picos de difracción ajustados	38
3.3.2 Resultados del ensayo de dureza.....	40
3.3 Microscopía electrónica de barrido y microscopía óptica	40
3.3.1 Resultados SEM de la superficie granallada	40
3.3.2 SEM y microscopía óptica de la sección transversal de una probeta de Zircaloy-4 sin decapar.....	42
4. Conclusiones	46
5. Referencias	48

1. Introducción

Las tensiones residuales tienen una influencia importante en el comportamiento mecánico de los materiales y en la vida útil de muchos componentes estructurales. Por ejemplo, la resistencia a la fatiga depende en gran medida de las tensiones residuales superficiales, la rugosidad y la dureza. Debido a que la mayoría de las fallas por fatiga por flexión se inician en la superficie o cerca de ella, uno de los métodos más prometedores para mejorar la resistencia a la fatiga es mediante el uso de diferentes tratamientos para modificar las propiedades superficiales de los materiales. La capa superficial sometida a tensión de compresión aumenta la resistencia a la iniciación de fisuras. Por lo tanto, la introducción de altos niveles de tensión residual de compresión en la capa superficial es un método alternativo posible para suprimir la iniciación de fisuras por fatiga. Es así que el método de shot-peening (o granallado) es uno de los muchos usados para introducir tensión de compresión en la región cercana a la superficie.

Por otro lado, la difracción de rayos-X (XRD) es un método efectivo para la determinación de tensiones residuales en materiales policristalinos. Las mediciones de tensión residual deben realizarse con alta precisión y eficiencia tanto en laboratorio como en situaciones de aplicación práctica. Se han desarrollado varias metodologías de XRD para satisfacer las necesidades mencionadas anteriormente. Sin embargo, el método $\sin^2\psi$ es uno de los más simples y comunes de mediciones de tensión residual y ya se han sugerido enfoques estandarizados para este método.

En este trabajo se realizaron mediciones en dos materiales Zircaloy-4 y Aluminio 7075-O. Por un lado se midieron las tensiones en una placa de aluminio 7075-O que se encontraba en estado de flexión simple utilizando el método $\sin^2\psi$. Por otro lado, se realizaron estudios de los efectos del granallado en vainas de Zircaloy-4 utilizando el método $\sin^2\psi$ para obtener el perfil de tensiones residuales que genera el granallado en el componente. Por otro lado se realizó un estudio de los efectos microestructurales y superficiales generados por el granallado a través de microscopía electrónica de barrido (SEM) y microscopía óptica. Además, se realizó un estudio cualitativo de las deformaciones plásticas generadas por el granallado mediante el uso de microdureza Vickers y el ancho de los picos generados durante los ensayos de difracción.

1.1 Marco teórico

1.1.1 Ley de Bragg

Esta ley nos permite estudiar las direcciones en las que el haz de rayos X que impacta sobre un metal genera interferencia constructiva, dado que permite predecir los ángulos en los que los rayos X son difractados por un material con estructura atómica periódica.

-Demostración:

Considerando la figura 1 a continuación:

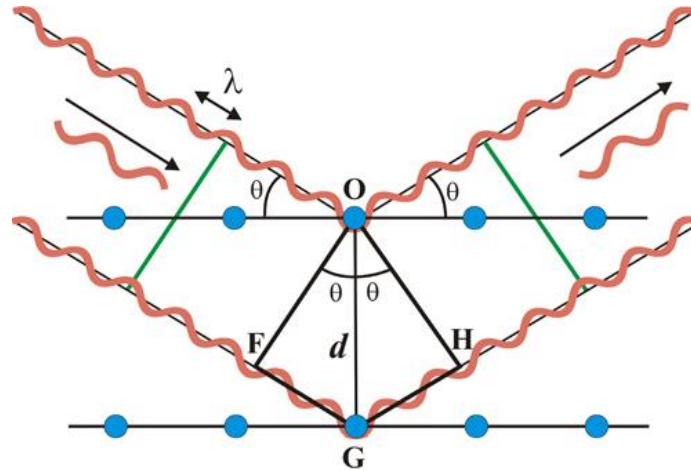


Figura 1: Esquema de difracción de rayos X en un cristal.

Para que exista interferencia constructiva entre los rayos reflejados por el plano superior e inferior es necesario que tras la reflexión ambos haces sigan estando en fase, situación que sólo ocurrirá si la diferencia de caminos recorridos por los frentes de onda OF y OH son múltiplos de un numero entero de longitudes de onda de la onda incidente.

Por lo tanto:

$$FG + GH = n \lambda$$

Donde (n) es un numero entero y (λ) es la longitud de onda

Además:

$$FG = GH \text{ y } \sin(\theta) = \frac{HG}{d}$$

Llegamos a la siguiente ecuación que representa la ley de Bragg:

$$2 d \sin(\theta) = n \lambda \quad (1)$$

1.1.2 Tensiones residuales

Se consideran tensiones residuales a aquellas tensiones presentes en un material que existen en ausencia de fuerzas externas. Estas tensiones pueden dividirse en dos grandes grupos, macro y micro tensiones, pudiendo hallarse ambas presentes al mismo tiempo.

Tensiones residuales macroscópicas o macro tensiones o tensiones de tipo I son tensiones esencialmente constantes a lo largo de una longitud relativamente grande (bastante mayor a la del tamaño de grano). Estas son las tensiones residuales que queremos medir en este trabajo. Estas tensiones tienen su origen en procesos termomecánicos aplicados en el material como por ejemplo en procesos de mecanizado, soldadura, aplicación de tratamientos térmicos, etc.

Tensiones residuales microscópicas o micro tensiones o tensiones de tipo II y III son tensiones que se encuentran a una escala mucho más pequeña, escala de tamaño de los granos. Estas tensiones tienen su origen en la textura de los granos y en la anisotropía elástica y plástica. Las tensiones residuales tipo II varían en la escala de un grano mientras que las de tipo III corresponden a las tensiones que surgen dentro de un grano como consecuencia de la presencia de dislocaciones u otros defectos cristalinos. Estas micro tensiones a menudo tienen su origen en la presencia de diferentes fases o constituyentes en un material [1].

Para determinar las tensiones tipo I consideraremos un método basado en difracción por rayos X (método $\sin^2\psi$), este es un método no destructivo que permite estudiar las tensiones residuales superficiales. Los rayos X penetran alguna distancia dentro del material, por lo tanto, el valor de deformación medido es un promedio de los valores obtenidos a través de una profundidad de unos micrones [2]. Si se desea medir tensiones en un punto más profundo de la superficie será necesario retirar material hasta que los rayos X tengan acceso a la zona que se desea analizar, por lo tanto esto transforma este método en destructivo.

1.1.3 Medición de tensiones residuales

Cuando un metal es deformado dentro del rango elástico de manera uniforme, la distancia interplanar de los átomos dentro de los granos que conforman el metal cambian respecto de los valores que tendrían en su estado sin deformar. El nuevo valor de la distancia interplanar que se obtiene está relacionado a la tensión aplicada.

Los efectos de la deformación en la dirección de la reflexión de los rayos X se muestran a continuación (figura 2):

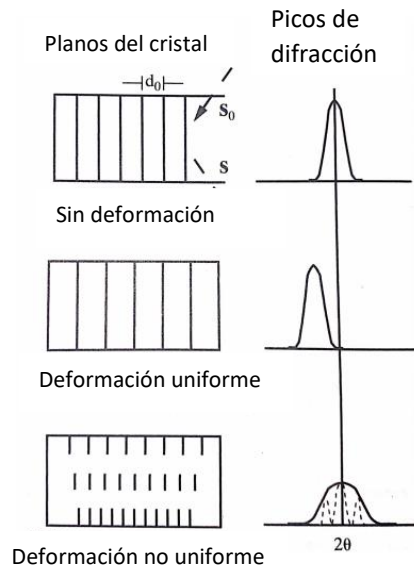


Figura 2: Esquema que representa los efectos de la deformación en los picos de difracción [3].

Donde, de arriba hacia abajo, se puede observar:

- El pico de difracción de una muestra sin deformación (caso a).
- El pico de difracción de una muestra que es deformada uniformemente (caso b).
- El pico de difracción de una muestra que es deformada no uniformemente (caso c).

En el “caso a” se muestra los planos dentro de un grano que están separados por una distancia interplanar (d_0) y el pico de difracción asociado.

Cuando a la muestra del “caso a” se le aplica una deformación uniforme en la dirección perpendicular a los planos del grano analizado se pasa al “caso b”. Como consecuencia de la deformación aplicada se observa un cambio de la distancia interplanar y a su vez, se puede ver un desplazamiento del pico de difracción.

Si en lugar de aplicar al grano una deformación uniforme se le aplica una deformación no uniforme se llega al “caso c”. En este caso la distancia interplanar pasa a ser variable, lo que se traduce en una serie de picos de difracción muy próximos que dan como resultado final un pico más ancho pero en la misma posición que en el caso “a”.

1.1.4 Método del $\sin^2 \psi$

Considere el siguiente esquema que se muestra a que se muestra en la figura 3:

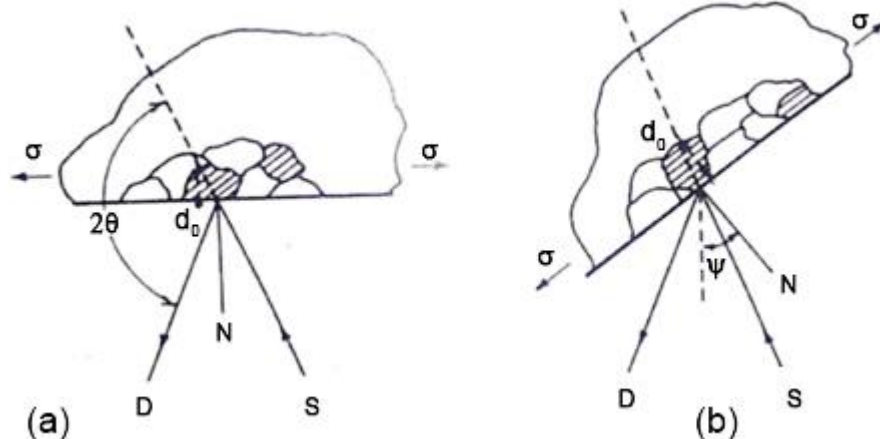


Figura 3: Principios de medición de tensiones con rayos X (método $\sin^2\psi$). (a) $\psi=0$. (b) $\psi=\psi$ (muestra rotada un ángulo ψ conocido) [3].

Donde:

2θ : Es el ángulo de difracción (este ángulo está definido por la ley de Bragg)

ψ : Es el ángulo entre la normal a la superficie de la muestra y la bisección entre el haz incidente y el refractado.

N : Es la normal a la superficie

D : Detector de rayos X

S : Fuente de rayos X.

El ángulo θ es el mismo para el haz incidente que para el haz difractado y, para un determinado ángulo θ , solo participan en la difracción los planos perpendiculares a la bisectriz entre el haz incidente y el difractado.

La deformación asociada a los planos medidos por difracción está dada por la siguiente ecuación:

$$\varepsilon_{hkl} = \frac{d_{hkl} - d_0}{d_0} \quad (2)$$

Donde:

d_{hkl} : es la distancia interplanar del grano medido con una tensión aplicada.

d_0 : es la distancia interplanar sin tensiones aplicadas.

Por otro lado, Según la teoría clásica de la elasticidad en un material perfectamente elástico la relación tensión-deformación queda expresada por la ley de Hooke:

$$\sigma = \varepsilon E \quad (3)$$

Donde:

σ : La tensión normal

E: El módulo de Young (Las constantes elásticas utilizadas en la ecuación (3) dependen de las direcciones cristalográficas de los cristales analizados, pero es posible utilizar las constantes elásticas macroscópicas del material .Existe un error asociado a esta elección pero es aceptable).

ε : La deformación que es $\frac{\Delta l}{l}$ del material en la dirección de σ .

Si el material es isotrópico, la relación entre las deformaciones en la dirección de la aplicación de la tensión (ε_y) y las deformaciones perpendiculares a la dirección de la tensión aplicada (ε_x y ε_z) es la siguiente:

$$-\varepsilon_x = -\varepsilon_z = \nu \varepsilon_y \quad (4)$$

Donde:

ν : El coeficiente de Poisson.

Reemplazando (1) y (2) en (3) se obtiene

$$\sigma_y = -\frac{E}{\nu} \left(\frac{d_{hkl} - d_0}{d_0} \right) \quad (5)$$

Pero al encontrarnos en un sistema de tensiones tanto triaxiales como biaxiales se utilizara la ley de Hooke generalizada:

$$\varepsilon_{11} = \frac{1}{E} [\sigma_{11} - \nu(\sigma_{22} + \sigma_{33})] \quad (6.1)$$

$$\varepsilon_{22} = \frac{1}{E} [\sigma_{22} - \nu(\sigma_{11} + \sigma_{33})] \quad (6.2)$$

$$\varepsilon_{33} = \frac{1}{E} [\sigma_{33} - \nu(\sigma_{11} + \sigma_{22})] \quad (6.3)$$

$$\varepsilon_{23} = \frac{1}{2\mu} \sigma_{23} \quad (6.4)$$

$$\varepsilon_{31} = \frac{1}{2\mu} \sigma_{31} \quad (6.5)$$

$$\varepsilon_{12} = \frac{1}{2\mu} \sigma_{12} \quad (6.6)$$

Donde:

μ : es el módulo de corte que es igual a $\frac{E}{2[1+\nu]}$.

También es necesario relacionar las deformaciones que se encuentran en el sistema de coordenadas de la muestra (sistema de coordenadas **S**) con el sistema de coordenadas del laboratorio (sistema de coordenadas **L**). En la figura 4 se observa un esquema de ambos sistemas de coordenadas.

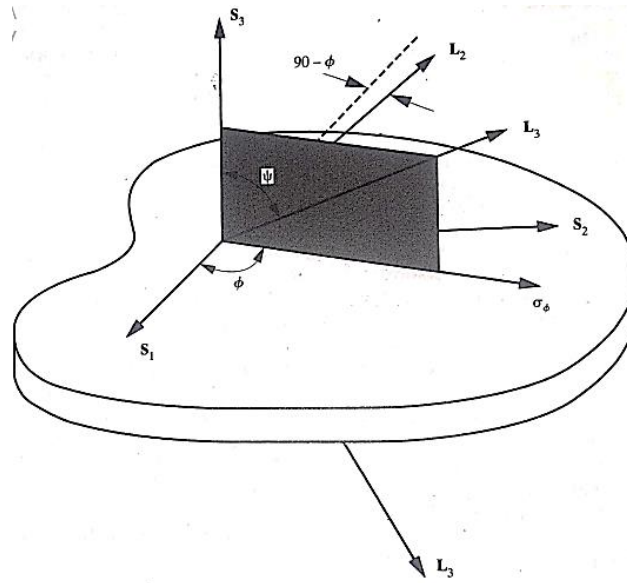


Figura 4: Esquema del sistema de referencia de laboratorio y de la muestra [3].

Para lograr esto se utilizarán los cosenos directores mediante la siguiente ecuación.

$$\varepsilon_{ij}^L = a_{ik} a_{jl} \varepsilon_{kl}^S \quad (7)$$

Donde:

$$a_{31} = \cos\phi \sin\psi$$

$$a_{32} = \sin\phi \sin\psi$$

$$a_{33} = \cos\psi$$

Por lo tanto

$$\begin{aligned}\varepsilon_{33}^L = & \alpha_{31} \alpha_{31} \varepsilon_{11}^S + \alpha_{32} \alpha_{32} \varepsilon_{22}^S + \alpha_{33} \alpha_{33} \varepsilon_{33}^S + \alpha_{31} \alpha_{32} \varepsilon_{12}^S + \alpha_{31} \alpha_{33} \varepsilon_{13}^S \\ & + \alpha_{32} \alpha_{33} \varepsilon_{23}^S + \alpha_{32} \alpha_{31} \varepsilon_{21}^S + \alpha_{33} \alpha_{31} \varepsilon_{31}^S + \alpha_{33} \alpha_{32} \varepsilon_{32}^S \quad (8.a)\end{aligned}$$

Considerando el material isótropo ($\sigma_{12} = \sigma_{21}$, $\sigma_{23} = \sigma_{32}$ y $\sigma_{13} = \sigma_{31}$) llegamos al ecuación (8.b).

$$\begin{aligned}\varepsilon_{33}^L = & \cos^2\phi \sin^2\psi \varepsilon_{11}^S + \sin^2\phi \sin^2\psi \varepsilon_{22}^S + \cos^2\psi \varepsilon_{33}^S + 2 \sin\phi \cos\phi \sin^2\psi \varepsilon_{12}^S \\ & + 2 \sin\psi \cos\psi \cos\phi \varepsilon_{13}^S + 2 \sin\psi \cos\psi \cos\phi \varepsilon_{23}^S \\ \varepsilon_{33}^L = & \cos^2\phi \sin^2\psi \varepsilon_{11}^S + \sin^2\phi \sin^2\psi \varepsilon_{22}^S + \cos^2\psi \varepsilon_{33}^S + \sin 2\phi \sin^2\psi \varepsilon_{12}^S \\ & + \cos\phi \sin 2\psi \varepsilon_{13}^S + \sin\phi \sin 2\psi \varepsilon_{23}^S \quad (8.b)\end{aligned}$$

Reemplazando (6) en (8.b) se obtiene.

$$\begin{aligned}\varepsilon_{33}^L = & \frac{(1+\nu)}{E} [\sigma_{11} \cos^2\phi + \sigma_{12} \sin 2\phi + \sigma_{22} \sin^2\phi - \sigma_{33}] \sin^2\psi + \frac{(1+\nu)}{E} \sigma_{33} \\ & - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) + \frac{(1+\nu)}{E} [\sigma_{13} \cos\phi + \sigma_{23} \sin\phi] \sin 2\psi \quad (9)\end{aligned}$$

Si tenemos en cuenta que ε_{33}^L es la deformación en la dirección determinada por los ángulos ψ y ϕ podemos decir que.

$$\varepsilon_{33}^L = \frac{d_{hkl} - d_0}{d_0} \quad (10)$$

Donde:

d_{hkl} : Es la distancia interplanar de los granos analizados de la muestra tensionada con planos cuya normal se encuentra en la dirección de los ángulos ψ y ϕ .

d_0 : Es la distancia interplanar sin tensiones aplicadas.

Si se considera que $\psi=90^\circ$, la tensión superficial (σ_ϕ) puede expresarse como:

$$\sigma_\phi = \sigma_{11} \cdot \cos^2\phi + \sigma_{12} \cdot \sin 2\phi + \sigma_{22} \cdot \sin^2\phi \quad (11)$$

Reemplazando (11) en (9) y considerando que no hay tensiones de corte, es decir, σ_{13} , σ_{23} y σ_{31} son iguales a 0

$$\varepsilon_{33}^L = \frac{(1+\nu)}{E} \sigma_\phi \sin^2\psi + \frac{(1+\nu)}{E} \sigma_{33} - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \quad (12)$$

Teniendo en cuenta que la penetración de los rayos X es despreciable, podemos decir que $\sigma_{33} = 0$ ([2]) y la ecuación (12) se reescribe como:

$$\varepsilon_{33}^L = \frac{(1 + \nu)}{E} \sigma_\phi \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (13)$$

Igualando (13) y (10) obtenemos

$$\frac{d_{hkl} - d_0}{d_0} = \frac{(1 + \nu)}{E} \sigma_\phi \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22})$$

$$d_{hkl} = \frac{(1 + \nu)}{E} \sigma_\phi \sin^2 \psi d_0 - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) d_0 + d_0 \quad (14)$$

La ecuación (14) describe la relación entre el espaciado interplanar y las tensiones biaxiales en la superficie de la muestra.

1.1.5 Análisis de datos y consideraciones

Considerando la ecuación (14) en el caso que $\psi = 0$, obtenemos:

$$d_{hkl}(\psi = 0) = d_0 \left[1 - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \right]$$

Como $E \gg \sigma_{11} + \sigma_{22}$ podemos decir que $d_{hkl}(\psi = 0) \cong d_0$. La diferencia entre el valor de $d_{hkl}(\psi = 0)$ y d_0 es menor a 1% por lo que podemos modificar la ecuación (14) y obtener

$$d_{hkl} = \frac{(1 + \nu)}{E} \sigma_\phi \sin^2 \psi d_{hkl}(\psi = 0) - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11} + \sigma_{22}) d_{hkl}(\psi = 0) + d_{hkl}(\psi = 0) \quad (15)$$

Al derivar la ecuación (15) con respecto a $\sin^2 \psi$ obtenemos

$$\frac{\partial d_{hkl}}{\partial \sin^2 \psi} = \frac{(1 + \nu)}{E} \sigma_\phi \sin^2 \psi d_{hkl}(\psi = 0)$$

$$\sigma_\phi = \frac{E}{(1 + \nu)} \frac{1}{d_{hkl}(\psi = 0)} \frac{\partial d_{hkl}}{\partial \sin^2 \psi} \quad (16)$$

A partir de la ecuación (16) es posible decir que, si se conocen las constantes elásticas (en este estudio se tomo como hipótesis que todos los materiales analizados son isotropos, en el caso de materiales texturados se realiza una corrección que no es tenida en cuenta en este trabajo [4]) asociadas al material y la pendiente de la ecuación lineal (16), es posible determinar las tensiones residuales presentes en el material.

Para determinar la pendiente de la ecuación (16) se realizan una serie de ensayos con un ángulo θ fijo y una serie de ángulos ψ . Con estos puntos obtenidos se realiza una regresión lineal como se observa en la figura 5. Los datos fueron analizados utilizando el programa x'pert-stress de la empresa Panalitical.

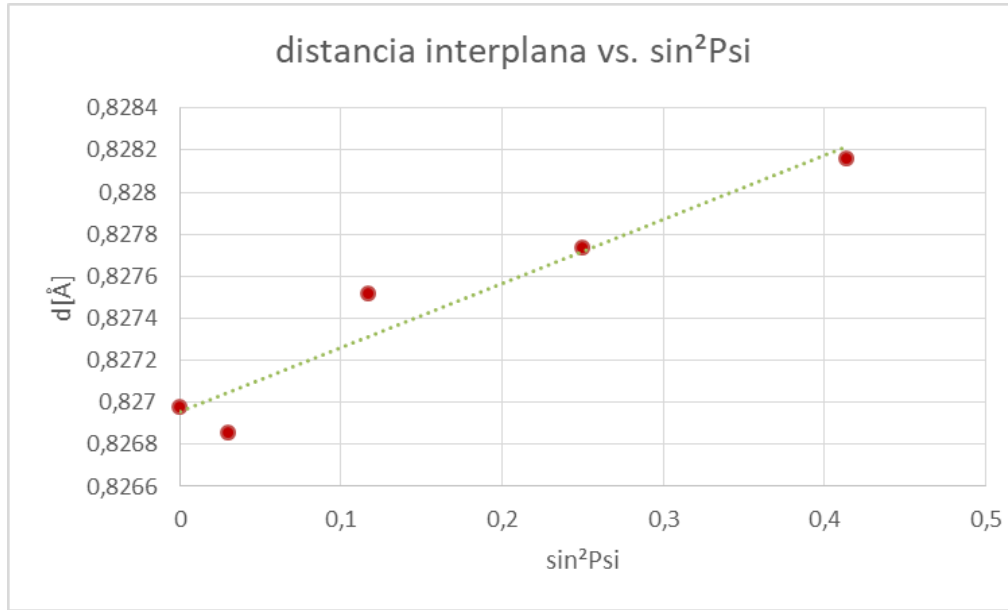


Figura 5: Esquema del resultados obtenidos mediante el método $\sin^2 \psi$

Con la pendiente asociada la regresión lineal se determinan las tensiones residuales con la ecuación (16).

A la hora de elegir el pico de difracción con que se desea realizar el análisis se deben elegir los picos que se encuentren en el mayor 2θ posible. Esto se observa al derivar la ecuación (1) con respecto a la distancia interplanar.

$$\frac{\partial \sin \theta}{\partial d} = \frac{\partial}{\partial d} \left(\frac{n \lambda l}{2 d} \right) = -\frac{n \lambda l}{2 d^2}$$

$$\Delta \sin \theta = -\frac{n \lambda l}{2 d^2} \Delta d \quad (17)$$

Se puede ver, en la ecuación (17), que $\Delta \sin \theta$ es mayor cuanto menor es d , es decir que la diferencia Δd se mide con mayor precisión.

1.2 Tratamiento de los datos

1.2.1 Intensidad de los picos

Una de las partes más importantes en la medición de tensiones mediante el uso de rayos X es la determinación de la posición de los picos de difracción, ya que la diferencia en la posición de los picos para las mediciones a distintos ψ es fundamental para una medición precisa.

Antes que la posición del pico pueda ser determinada, la intensidad debe ser corregida por los efectos de la polarización de Lorentz y la absorción. La corrección por absorción es necesaria porque el haz de rayos X tendrá diferentes penetraciones medias a distintos ángulos entre la probeta y el haz incidente. En los casos analizados en este trabajo el coeficiente de polarización de Lorentz (LP) se determina con la ecuación (18) que se presenta a continuación

$$LP = \frac{1 + POL \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos^2 \theta} \quad (18)$$

Donde POL es el factor asociado al monocromador y está determinado por $\cos^2 2\theta_{mon}$, siendo $2\theta_{mon}$ el ángulo de difracción del monocromador. Como la radiación es producida por Cu el valor POL es 0.8 [5].

Es recomendado que el pico de difracción sea corregido por asimetría que proviene de la presencia de radiación K- α_1 y K- α_2 . Los picos medidos consisten en dos picos superpuestos por dos energías de emisión del tubo generador de rayos X. La eliminación de K- α_2 , cuando no hay separación, debe asumirse que los dos componentes tienen la misma forma, la relación de intensidad entre ambos picos es conocida (la intensidad del pico K- α_2 es considerado la mitad del pico K- α_1) [6].

1.2.2 Determinación de la posición de los picos de difracción

El pico de difracción puede ser representado mediante una función matemática, las más comunes son Gauss, Lorentz y Pearson VII. Todas representan una forma semejante de campana asociada a los picos de difracción, pero se observó que la función que mejor puede adaptarse a los picos de difracción es la Pearson VII [7].

La función de Pearson VII viene dada por la ecuación (19) que se presenta a continuación.

$$y = y_0 \left(1 + \frac{\frac{1}{2^m} - 1}{w^2} x^2 \right)^{-m} \quad (19)$$

Donde:

w: Es el ancho del pico a mitad de altura (FWHM).

y_0 : Es la amplitud máxima del pico.

x: Es la posición 2θ .

m: Es el parámetro de forma de Pearson VII ($0.5 < m < 10$).

En este trabajo se seleccionó $m=1$ (distribución de Lorentz).

A la hora de determinar la calidad de la aproximación de la función con respecto al pico analizado se utilizó la ecuación (20) que se presenta a continuación.

$$R = 100 \frac{\sum_i w_i [y_i(\text{medido}) - y_i(\text{calculado})]^2}{\sum_i w_i [y_i(\text{medido})]^2} \quad (20)$$

Donde:

$y_i(\text{medido})$: Es la intensidad medida en el punto i.

$y_i(\text{calculado})$: Es la intensidad calculada en el punto i.

w_i : Es el peso del punto i.

En todos los picos se aseguró que R tenga un valor menor a 1, según la recomendación del programa de análisis de picos de difracción.

1.3 Granallado

El granallado es un tratamiento superficial que consiste en el bombardeo de la superficie de un material con proyectiles esféricos proyectados a alta velocidad. Los proyectiles producen una zona de deformación plástica en la superficie del material, que al encontrarse rodeada por material que no fue deformado plásticamente, produce tensiones residuales de compresión, como se observa en la figura 6.



Figura 6: Esquema del efecto del impacto de proyectil sobre la superficie tratada [8].

Si la superficie es bombardeada en su totalidad se genera un perfil de tensiones de compresión que mejoran la resistencia del material a la fatiga. Las tensiones de compresión generadas se ven compensadas por tensiones de tracción que se encuentran a una mayor distancia de la superficie bombardeada.

El perfil de tensiones generado presenta una forma similar a la de la figura 7

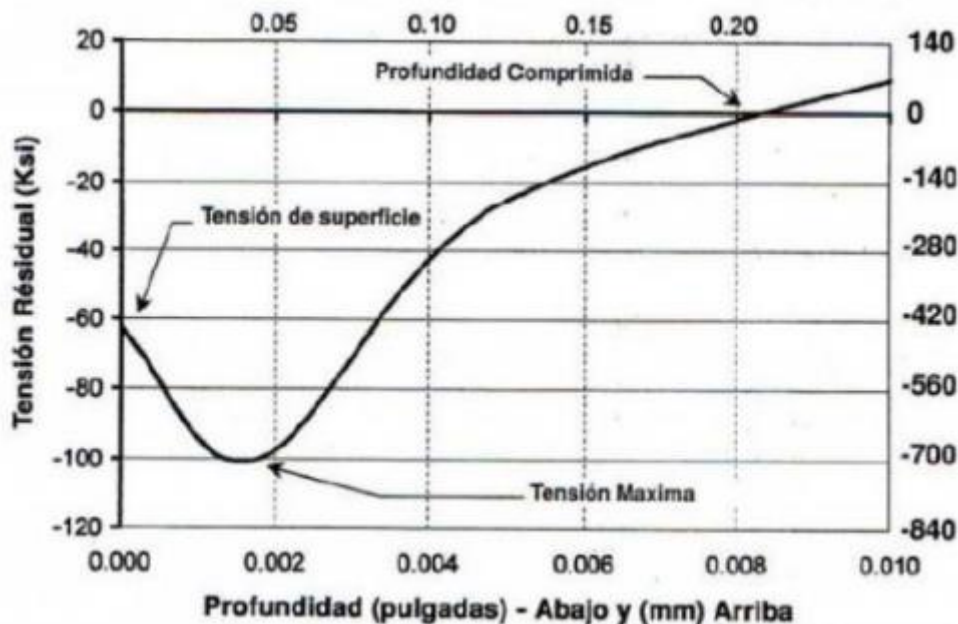


Figura 7: Representación de perfil de tensiones residuales luego de un proceso de granallado [8].

La figura 7 muestra los tres parámetros característicos del perfil de tensiones residuales los cuales son:

- a) Tensión superficial: Es la tensión residual generada en la superficie de la probeta.
- b) Tensión de compresión máxima: la máxima tensión residual de compresión generada por el proceso de granallado
- c) Profundidad de la capa comprimida: Es la profundidad que alcanzan las tensiones de compresión, es decir, el punto donde las tensiones de compresión pasan a ser nulas y ,a mayores profundidades, se encuentran tensiones de tracción [8].

1.4 Difractómetro

Un difractómetro convencional consta de una serie de elementos entre los que se cuentan el tubo de rayos X, un detector, un portamuestras y un goniómetro, dispositivo mecánico encargado de controlar el desplazamiento de las piezas del equipo.

1.4.1 Tubo generador de rayos X

Todos los tubos generadores de rayos X funcionan con el mismo principio. Un haz de electrones es acelerado mediante el uso de una gran diferencia de potencial y este colisiona con un metal blanco o un ánodo con considerable energía. Los rayos X son generados como resultado de este proceso.

El espectro generado consta de radiación característica y radiación blanca, esta última es llamada así por estar compuesta por varias longitudes de onda, como la luz blanca, y es causada por la desaceleración de los electrones dentro del ánodo del tubo generador de rayos X. Superpuesta a la radiación blanca existen una serie de intensas líneas llamadas líneas características. La longitud de onda de estas líneas características depende del material del ánodo. En la figura 8 se muestra un diagrama de lo descrito previamente [2].

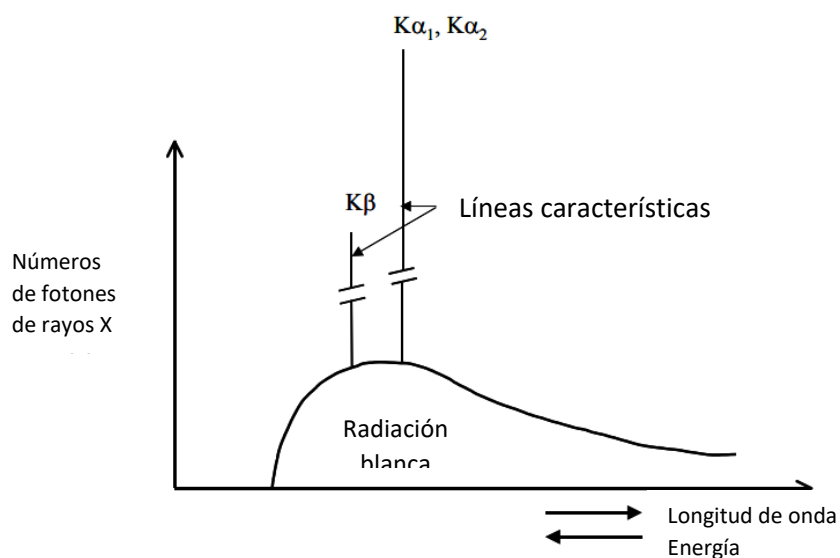


Figura 8: Diagrama esquemático del espectro de rayos X de un tubo generador de rayos X [2].

1.4.2 Óptica del haz incidente - Lente policapilar

Para realizar experimentos de difracción de rayos X (determinación de textura cristalina, tensiones residuales, etc) se usan diferentes configuraciones de la óptica tanto del haz incidente como la del difractado. En este caso se utilizó una lente policapilar que consiste en millones de capilares de vidrio (con un diámetro de aproximadamente $5\ \mu\text{m}$) que forman juntos una sección transversal redonda y se doblan en una forma parabólica. Los rayos X son transportados a través de estos estrechos capilares usando el efecto de la reflexión total dentro del capilar. El principio se muestra en la figura 9.

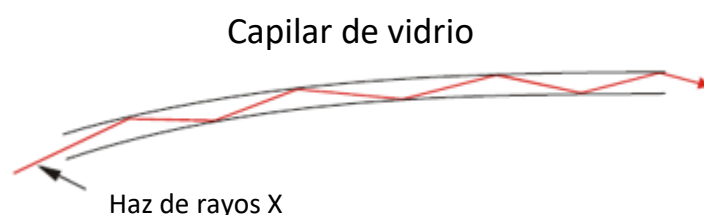


Figura 9: Esquema de la transmisión de los rayos X a través de los capilares de vidrio [9].

Los capilares se usan como una guía para las ondas de rayos X, y esto en conjunto con la curvatura de los capilares resulta en rayos X divergentes que se convierten en un haz de rayos X cuasiparalelos. Estos capilares deben formar una sección transversal circular para ser utilizados con el punto focal del tubo de rayos X. Un esquema del lente se muestra en la figura 10 [9].

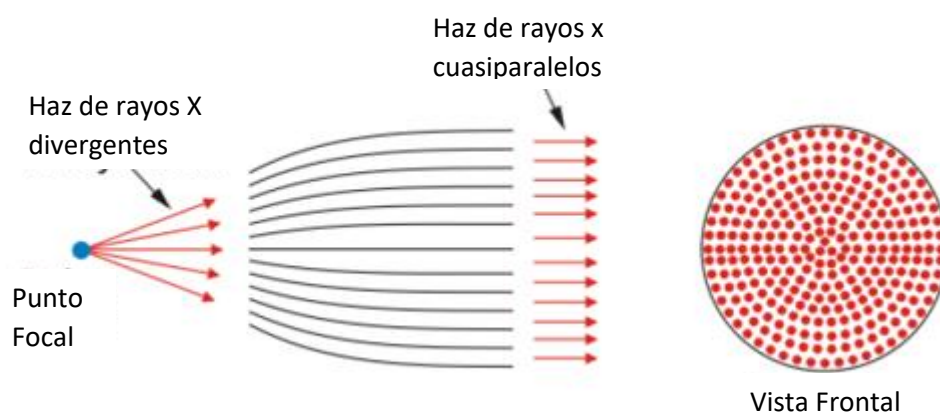


Figura 10: Esquema de la vista del lente [9].

El lente de rayos X colima un haz divergente en un haz cuasiparalelo en dos dimensiones (axial y ecuatorial).

Fotones, con una energía de más de 10 keV (longitudes de onda más cortas que $1.2\ \text{\AA}$) se mueven a través de los capilares de forma menos efectiva. Debido a esto, el lente de

rayos X no solo colima el haz de rayos X sino que también actúa como filtro para el haz (La radiación blanca será eliminada en gran medida gracias al lente). El lente de rayos X fue optimizado para el uso de radiación $\text{Cu } \alpha$ [9].

1.4.3 Detector

El detector por centelleo consiste en un material centellador, un material que emite luz visible cuando se expone a rayos X. La radiación fluorescente causa que un fotocátodo emita fotoelectrones que a su vez son amplificados. Estos son posteriormente analizados mediante el uso de equipamiento electrónico para cuantificar la amplitud de las señales [10].

1.4.4 Dispositivo utilizado

Se trabajó con un difractómetro marca Pananalytical modelo Empyrean que muestra en la figura 11 a continuación.



Figura 11: Difractómetro modelo Empyrean

Una vez preparada la probeta, tanto la de aluminio con el dispositivo de flexión simple o la probeta de Zircaloy-4 con su soporte, se colocó en un portamuestras y se puso en foco la muestra utilizando un comparador (este comparador tiene una posición fija en difractómetro). La posición en foco está a 1 mm por encima de la posición del comparador como se ve en la figura 12.

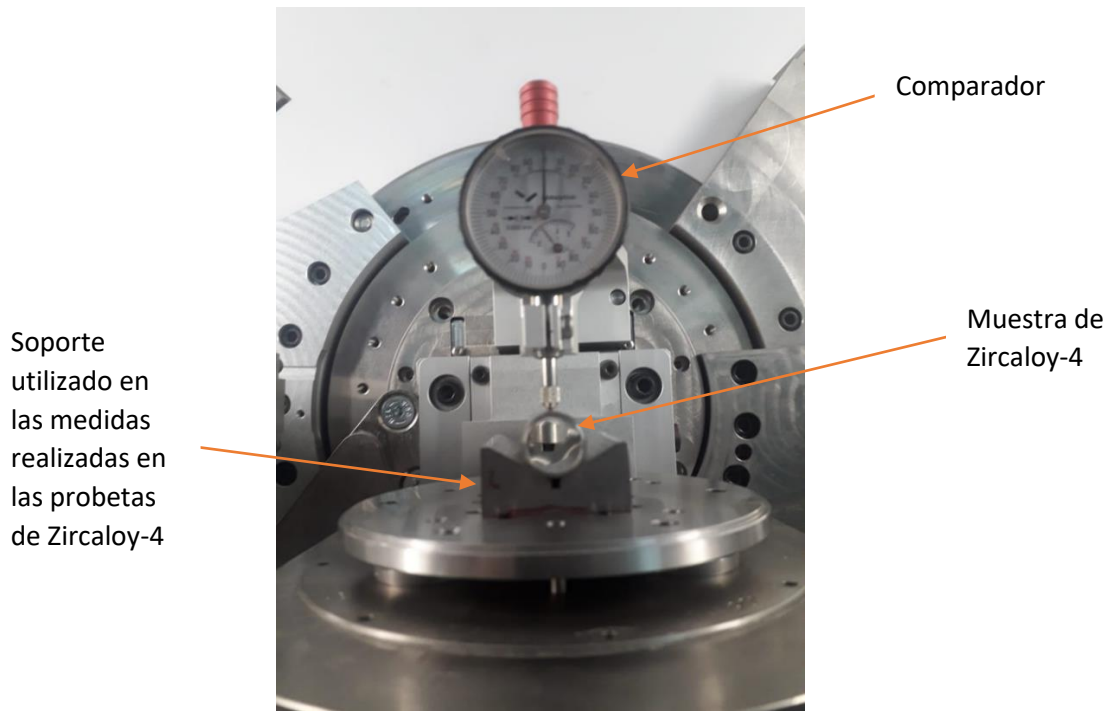


Figura 12: Muestra de Zircaloy-4 en foco

En el caso de la probeta de aluminio que se le aplica flexión simple, una vez que se coloca en foco la pieza, se le aplica flexión a la chapa y se mide la flecha alcanzada utilizando un comparador como se puede ver en la figura 13.

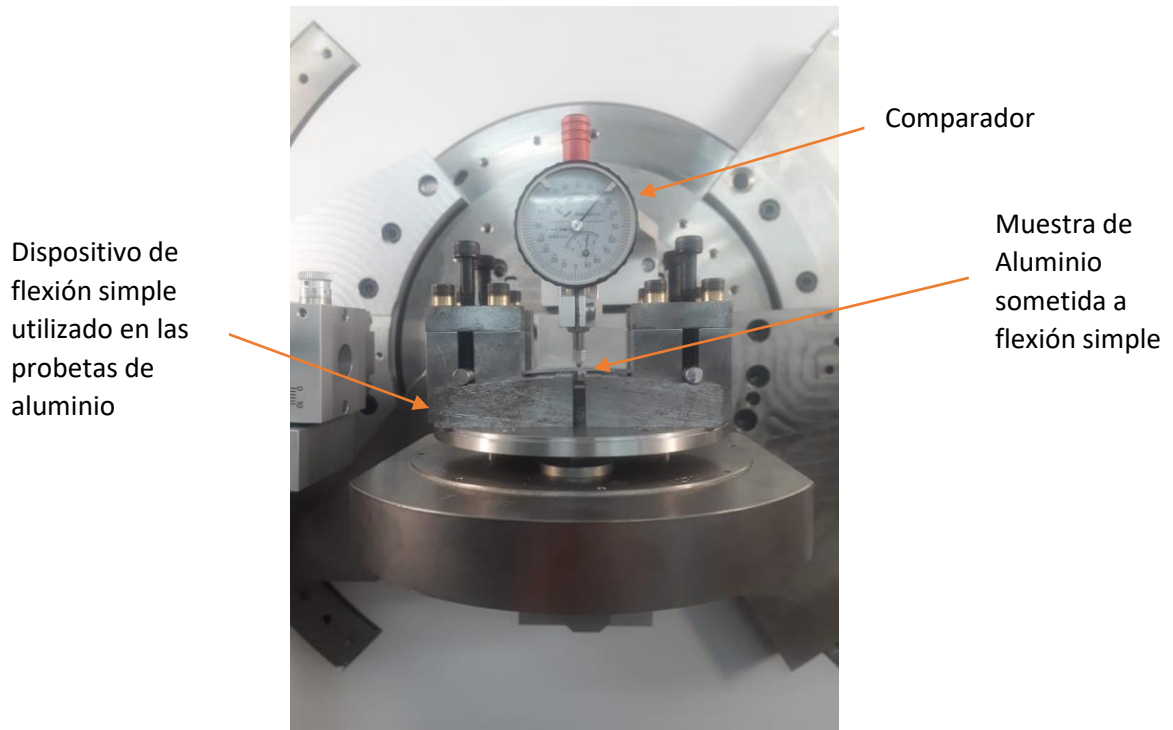


Figura 13: Medición de la flecha en la probeta de aluminio.

Las aperturas del lente se configuraron de tal manera de generar un haz de 1 mm por 6 mm que ilumina la zona intermedia de la probeta, que en el caso del aluminio es la zona

donde se encuentra la flecha, como se ve en la figura 14. El tamaño de haz con el que se realizaron los ensayos, tanto en el caso del Zircaloy como en el del aluminio, es el mismo.

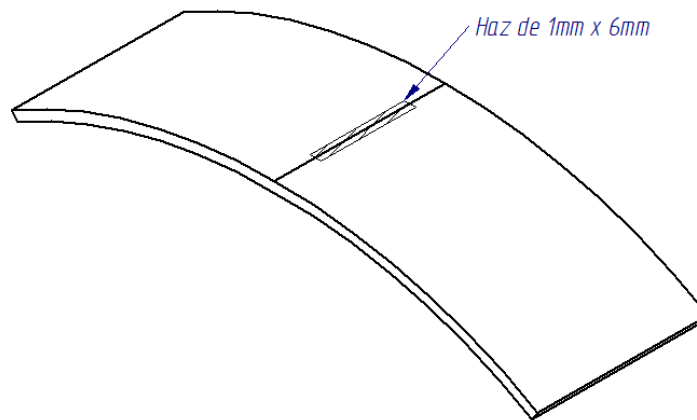


Figura 14: Esquema del haz de rayos X sobre probeta de aluminio flexionada.

2. Desarrollo experimental

2.1 Aleaciones analizadas

2.1.1 Aluminio 7075-O

El aluminio 7075-O es la aleación más común conocida de la serie 7xxx. Esta aleación posee propiedades mecánicas que permiten que sea implementada en sectores como el aeronáutico, el deportivo, el marítimo, el estructural y el tecnológico. Por pertenecer al grupo de las aleaciones tratables térmicamente, la aleación de aluminio 7075 se puede encontrar con un tratamiento de recocido (7075-O) o envejecimiento artificial, para lograr mejorar sus propiedades mecánicas y físicas [11].

A continuación, en la Tabla 1, se muestra la composición de aleantes del aluminio 7075-O.

Tabla 1: Tabla de composiciones del aluminio 7075-O [12].

Elemento	% en Peso
Aluminio	86,9-91,4
Zinc	5,1-6,1
Magnesio	2,1-2,9
Cobre	1,2-2
Hierro	0-0,5
Cromo	0,18-0,28
Silicio	0-0,4
Manganeso	0-0,3
Zirconio	0-0,25
Titanio	0-0,2
residuales	0-0,15

En la tabla 2 se observan las propiedades mecánicas del Aluminio 7075-O.

Tabla 2: Tabla de propiedades mecánicas del aluminio 7075-O [12].

Propiedad mecánica	Valor
Módulo de Young	70 GPa
Coeficiente de Poisson	0,32
Tensión máxima de tracción	240 MPa
Tensión de fluencia	120 MPa
Resistencia de cizallamiento	150 MPa

2.1.2 Zircaloy-4

Zircaloy-4 es una aleación a base de circonio que tiene la composición que se muestra en la tabla 3.

Tabla 3: tabla de composición del Zircaloy-4 [13].

Elemento	% en Peso
Circonio	97.56-98.27
Estaño	1.20-1.70
Cromo	0,07- 0,13
Hierro + Cromo	0.28-0.37
Hierro	0.18-0.24
Oxígeno	1400 ppm max

En la tabla 4 se observan las propiedades mecánicas y físicas del Zircaloy-4

Tabla 4: Tabla de propiedades mecánicas del Zircaloy-4 [14].

Propiedad Mecanica	Valor
Tensión máxima de tracción	514 MPa
Tensión de fluencia	381 MPa
Módulo de Young	99.3 GPa
Coeficiente de Poisson	0.37

2.2. Corroboración del método mediante flexión simple

Con el objetivo de determinar cuáles son los parámetros ideales para medir tensiones presentes en un material mediante el método de difracción por rayos X, se midieron las tensiones en una placa de aluminio 7075-O que se encontraba en estado de flexión simple.

2.2.1. Dispositivo utilizado para generar flexión simple

Para lograr generar el estado de flexión simple en la probeta de aluminio se utilizó el dispositivo que se muestra a continuación (figura 15 y 16).

Ref.	Designación	Detalles	Cant.
1	BASE	PL-PPFAE-DI-006-2_R0	1
2	TAPA SUPERIOR	PL-PPFAE-DI-006-3_R0	4
3	APOYO FIJO	BIT HSS 18% Co - $\varnothing 5$ mm x L = 41	2
4	APOYO MÓVIL	BIT HSS 18% Co - $\varnothing 5$ mm x L = 50	2
5	PROBETA	Anch 20 mm, L = 80 mm, e=variab.	1
6	TOR. AP. MOV.	TOR. CIL. ALLEN M5x25 (DIN 912)	4
7	TOR. TAPAS	TOR. BOTÓN ALLEN M4x25 (DIN 7380)	8
8	TOPE	PL-PPFAE-DI-006-4_R0	4

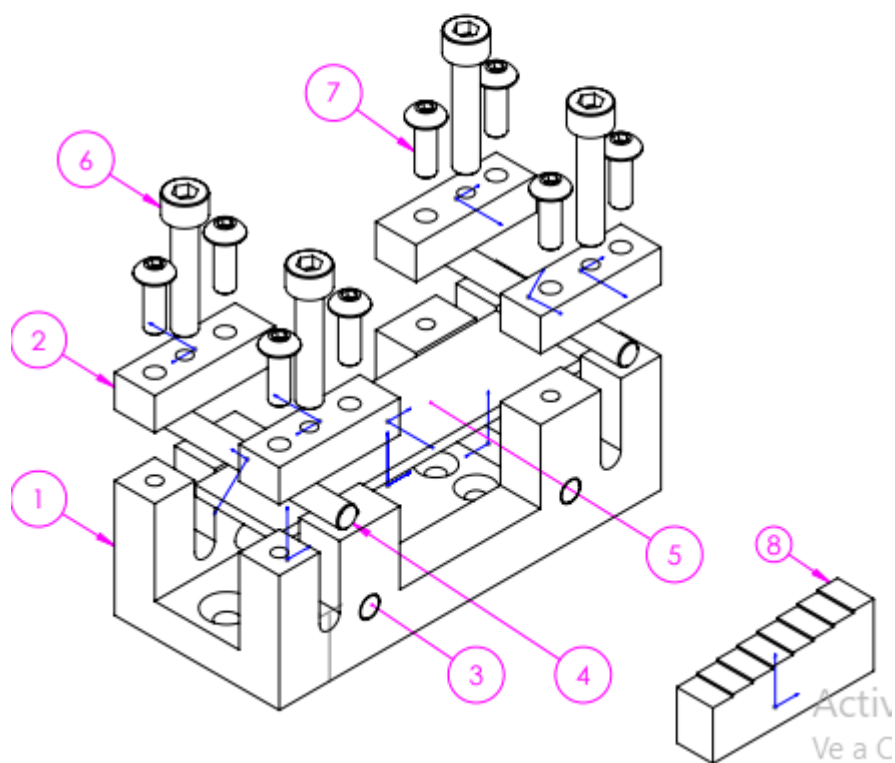


Figura 15: Plano de conjunto del dispositivo de flexión simple con pieza escalonada (tope).

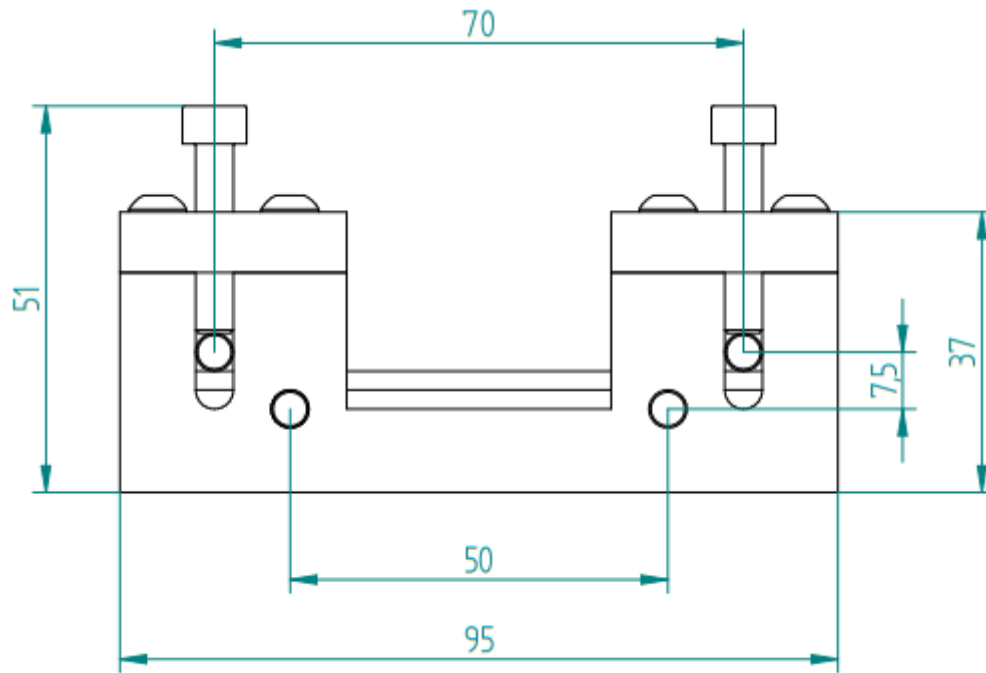


Figura 16: Vista lateral del dispositivo de flexión simple.

El dispositivo genera la flexión simple de la siguiente manera:

- Se coloca la probeta de aluminio entre los apoyos fijos y los apoyos móviles
- Debajo de los apoyos móviles se colocan cuatro topes.
- Se ajustan los cuatro tornillos móviles hasta que los apoyos móviles alcanzan los topes.

Los topes tienen la función de evitar que los tornillos descendan a distintas distancias y, por lo tanto, se evita que se generen tensiones de corte en la probeta.

A continuación se muestra una plano con las dimensiones de los topes (figura 17 y 18).

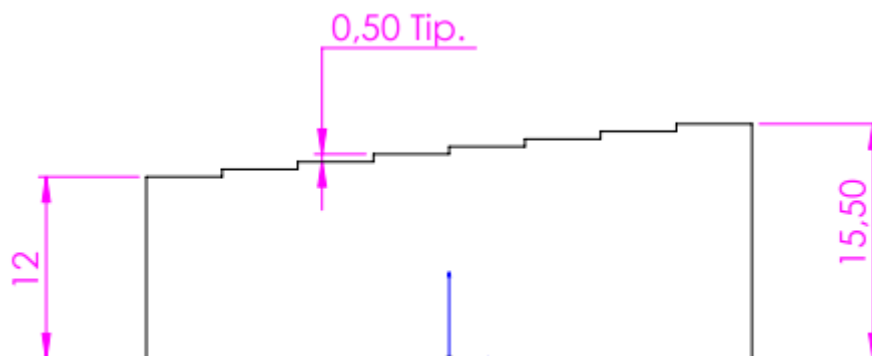


Figura 17: Vista lateral de tope.

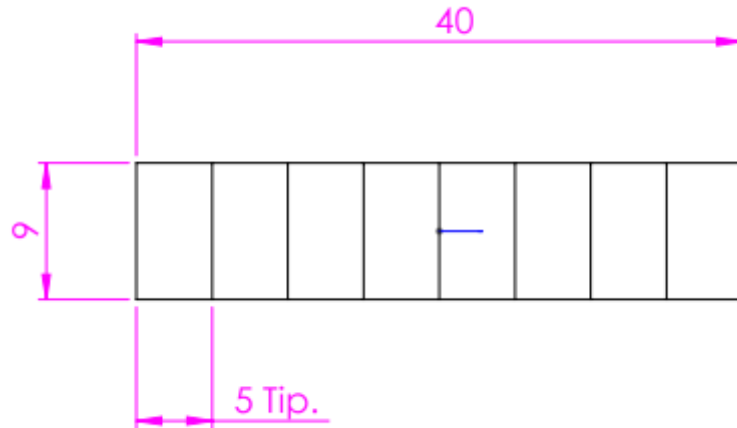


Figura 18: Vista superior de tope.

2.2.2 Determinación de los desplazamientos teóricos de una chapa sometida a flexión simple

2.2.2.1 Consideraciones estáticas

Considere el sistema estático que se observa en la figura 19 (el sistema está basado en el dispositivo de flexión simple).

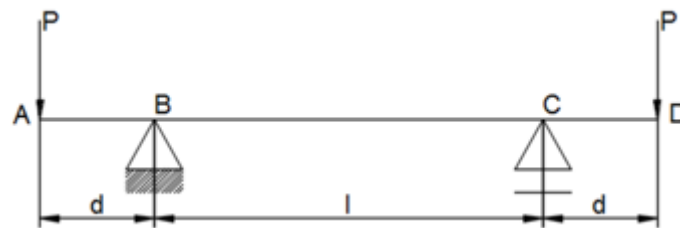


Figura 19: Representación del sistema estático.

El sistema consta en una chapa con dos fuerzas iguales aplicadas en sus extremos que tiene el movimiento restringido totalmente, tanto su desplazamiento como su rotación.

Al considerar que el sistema se encuentra en un estado estático se puede decir que la sumatoria de todas las fuerzas externas aplicadas y las fuerzas de reacción es nula.

$$\Sigma F = 0$$

$$R_B = R_A = R$$

$$2 P + 2 R = 0$$

$$P = R \quad (21)$$

Donde:

R_A : La reacción asociada al vínculo A.

R_B : La reacción asociada al vínculo B.

P: La fuerza externa aplicada.

Por lo que fue demostrado en la ecuación (21) el sistema puede reducirse al esquema que se muestra en la figura 20.

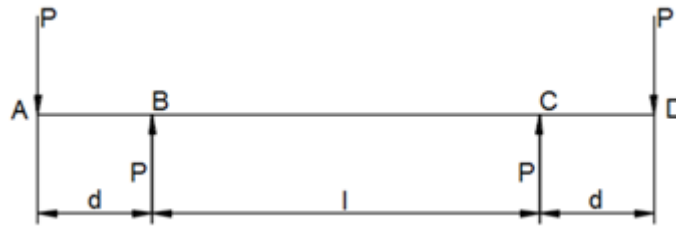


Figura 20: Sistema de flexión simple reducido

Se puede ver que el momento aplicado entre el punto B y C es constante y esta dado por

$$M = P d \quad (22)$$

Por lo tanto al reducir el sistema a un diagrama como el de la figura 21, donde se observa el nuevo sistema y la sección transversal de la chapa.

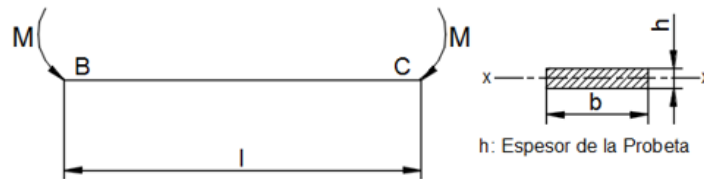


Figura 21: sistema de flexión simple entre los puntos B y C y sección transversal de la chapa flexionada.

Una vez que se determinan los esfuerzos externos y la geometría de la chapa es posible conocer cual es la tensión aplicada en cada punto de la chapa, esta relación viene dada por [15]:

$$\sigma = M \frac{y}{I} \quad (23)$$

Donde:

M: Es el momento aplicado sobre la chapa.

y: Es la distancia al eje neutro.

I: Es el momento de Inercia geométrico de la sección $\left(I = \frac{b \cdot h^3}{12}\right)$.

La tensión máxima aplicada se encuentra en la fibra más alejada del eje neutro, es decir $y = \pm \frac{h}{2}$, y por lo tanto, la ecuación (23) nos da la tensión máxima:

$$\sigma_{max} = M \frac{\frac{h}{2}}{\frac{b \cdot h^3}{12}}$$

$$\sigma_{max} = \frac{6 \cdot M}{b \cdot h^2} \quad (24)$$

2.2.2.2 Determinación de la flecha en el sistema de flexión simple

A partir de la ecuación de Euler-Bernoulli es posible obtener una serie de ecuaciones que describan los desplazamientos por deformación que presentará una chapa en flexión simple [16].

$$E I \frac{d^2 y}{dx^2} = M \quad (25)$$

Se resuelve esta ecuación diferencial considerando como condiciones de borde que los vínculos no presentarán desplazamientos por deformación.

$$y(x = d) = y(x = l + d) = 0 \quad (26)$$

a) Resolución del tramo B-C

$$d \leq x \leq l + d$$

$$M = -P \cdot d$$

$$\frac{d^2 y}{dx^2} = \frac{M}{E I} \rightarrow \frac{dy}{dx} = \int -\frac{P \cdot d}{E \cdot I} \cdot dx = -\frac{P \cdot d}{E \cdot I} \cdot x + C_3$$

$$y = \int \left(-\frac{P \cdot d}{E \cdot I} \cdot x + C_3 \right) dx \rightarrow y = -\frac{P d}{2 E I} x^2 + C_3 x + C_4 \quad (27)$$

$$\text{Si } x = d \rightarrow y = 0$$

$$y = -\frac{P d}{2 E I} d^2 + C_3 d + C_4 = 0 \quad (28)$$

$$C_4 = \frac{P d^3}{2 E I} - C_3 d \quad (29)$$

$$\text{Si } x = l + d \rightarrow y = 0$$

$$y = -\frac{P d}{2 E I} (l + d)^2 + C_3 (l + d) + C_4 = 0 \quad (30)$$

Y reemplazando la ecuación (29) en la ecuación (30) se determina C_3

$$C_3 = \frac{P d}{2 E I l} (l + d)^2 - \frac{P d^3}{2 E I l} \quad (31)$$

Reemplazando la ecuación (31) en la ecuación (29) obtenemos:

$$C_4 = \frac{P d^3}{2 E I} - \frac{P d^2}{2 E I l} (l + d)^2 + \frac{P d^4}{2 E I l} \quad (32)$$

Entonces la ecuación (27) resulta:

$$y_{B-C} = \frac{P d}{2 E I l} [-x^2 l + (l^2 + 2 d l) x - d^2 l - d l^2] \quad (33)$$

b) Resolución del tramo A-B

$$0 \leq x \leq d \quad M = -P x$$

$$\frac{d^2 y}{dx^2} = \frac{M}{E I} \rightarrow \frac{dy}{dx} = \int \frac{M}{E I} dx = \int -\frac{P x}{E I} dx \rightarrow \frac{dy}{dx} = -\frac{P}{2 E I} x^2 + C_1$$

$$y = \int \left(-\frac{P x^2}{2 E I} + C_1 \right) dx \rightarrow y = -\frac{P}{6 E I} x^3 + C_1 x + C_2 \quad (34)$$

$$\text{Si } x = d \rightarrow y = 0$$

$$-\frac{P}{6 E I} d^3 + C_1 d + C_2 = 0$$

$$C_2 = \frac{P d^3}{6 E I} - C_1 d \quad (35)$$

Si consideramos que la pendiente de la solución para el tramo A-B en el punto $x=d$ es igual a la pendiente de la solución para el tramo B-C en el mismo punto podemos decir que:

$$\begin{aligned} \frac{\partial y_{B-C}}{\partial x} &= \frac{\partial y_{A-B}}{\partial x} \\ -\frac{P}{2 E I} d^2 + C_1 &= -\frac{P d^2}{E I} + \frac{P d}{2 E I l} (l + d)^2 - \frac{P d^3}{2 E I l} \\ C_1 &= \frac{P d l}{2 E I} + \frac{P d^2}{2 E I} \quad (36) \end{aligned}$$

Si reemplazamos al ecuación (36) en la ecuación (35) llegamos a:

$$C_2 = -\frac{P \cdot d^2 \cdot l}{2 \cdot E \cdot I} - \frac{P \cdot d^3}{3 \cdot E \cdot I} \quad (37)$$

Reemplazando la ecuación (37) y (36) en la ecuación (34) llegamos a la solución para el tramo A-B

$$y_{A-B} = \frac{P \cdot d}{2 \cdot E \cdot I \cdot l} \cdot \left[-\frac{l}{3 \cdot d} \cdot x^3 + (l + d) \cdot l \cdot x - d \cdot l^2 - \frac{2}{3} \cdot d^2 \cdot l \right] \quad (38)$$

c) Resolución del tramo C-D

La solución para el tramo C-D es igual que para el tramo A-B por la simetría del sistema.

$$y_{A-B} = y_{C-D} \quad (39)$$

2.2.3 Determinación de tensiones aplicadas en función de la flecha

Al conocer la máxima distancia entre la fibra neutra del estado en reposo y solicitado (flecha) se puede determinar las tensiones aplicadas al sistema.

Se sabe que la flecha en el sistema analizado se encuentra en $x = d + \frac{l}{2}$ y si se reemplaza en la ecuación (33) obtenemos:

$$f = \frac{P \cdot d}{2 \cdot E \cdot I \cdot l} \cdot [-x^2 \cdot l + (l^2 + 2 \cdot d \cdot l) \cdot x - d^2 \cdot l - d \cdot l^2]$$

$$M = P d = \frac{f \cdot 2 \cdot E \cdot I \cdot l}{[-x^2 \cdot l + (l^2 + 2 \cdot d \cdot l) \cdot x - d^2 \cdot l - d \cdot l^2]} \quad (40)$$

Al reemplazar la ecuación (40) en la ecuación (24) se llega a:

$$\sigma_{max} = \frac{12 \cdot f \cdot E \cdot I \cdot l}{b \cdot h^2 [-x^2 \cdot l + (l^2 + 2 \cdot d \cdot l) \cdot x - d^2 \cdot l - d \cdot l^2]} \quad (41)$$

A partir de la ecuación (41) es posible determinar la tensión máxima aplicada conociendo la flecha, las dimensiones del sistema y sus constantes elásticas.

2.3 Determinación de pérdida de espesor por diferencia de peso

Considere un tubo de dimensiones conocidas al que se le retira una capa de espesor determinado como se muestra en la figura 22.

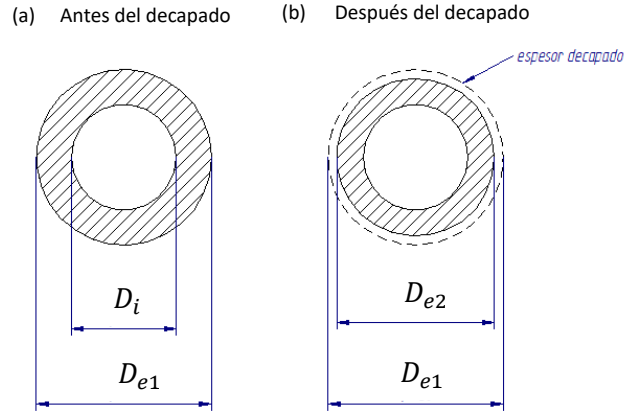


Figura 22: Esquema del método para determinar el espesor decapado por diferencia de peso.

Se puede ver en la figura 22 que la diferencia de área entre la situación (a) y la (b) es el área de la sección transversal que fue decapada.

$$A_1 - A_2 = A_d$$

$$\frac{\pi}{4} (D_{e1}^2 - D_{e2}^2) = A_d \quad (42)$$

Donde:

A_1 : Es el área de la sección transversal de la probeta antes de decapar.

A_2 : Es el área de la sección transversal de la probeta después de decapar.

A_d : Es el área pérdida de la sección transversal de la probeta después de decapar.

Al conocer:

- La densidad del material decapado (δ).
- La longitud del tubo (l).
- Diámetro exterior antes y después de decapar.
- La diferencia de peso de la probeta antes y después de decapar (Δm).

Y la ecuación (42) se puede determinar el espesor decapado. Por otro lado:

$$\delta = \frac{\Delta m}{V} = \frac{\Delta m}{l A_d} \rightarrow A_d = \frac{\Delta m}{l \delta} \quad (43)$$

Igualando la ecuación (42) y (43) obtenemos:

$$\frac{\Delta m}{l \delta} = \frac{\pi}{4} (D_{e1}^2 - D_{e2}^2)$$

$$D_{e2} = \sqrt{D_{e1}^2 - \frac{4 \Delta m}{l \delta \pi}} \quad (44)$$

La ecuación (44) es la que se utilizó para determinar las profundidades de decapado que se alcanzaron.

Esta técnica de medición asume que el proceso de decapado es homogéneo en toda la superficie atacada. Es necesario que la corrosión sea generalizada, ya que si ocurre algún tipo de corrosión localizada podría generar problemas de medición de variación de peso. Este inconveniente es disminuido realizando tratamientos más cortos y agitando la probeta de Zircaloy-4 durante el decapado [17].

Por otro lado existe el inconveniente del decapado o picado de los bordes de las muestras que son atacados preferentemente. Este efecto es minimizado con la agitación de la muestra durante el tratamiento [17].

2.4 Preparación de las probetas de Zircaloy-4

A partir de un tubo de Zircaloy-4 que fue granallado, con proyectiles de óxido de silicio tipo GB4 (Diámetro de los proyectiles entre 250 μm y 400 μm) a una presión de aire de 1 kg/cm^2 , se cortaron 10 muestras utilizando un torno. A estas probetas se les realizó un proceso de decapado químico a sus caras exteriores (cara que recibió el tratamiento de granallado) a distintos tiempos con el objetivo de que se pudieran realizar mediciones de tensiones residuales a distintas profundidades.

El proceso de decapado consistió en la inmersión de las probetas de Zircaloy-4 en una solución corrosiva, cuya composición en volumen fue 50% agua, 45% ácido nítrico y 5% ácido fluorhídrico [18], a distintos tiempos mientras la probeta recibía agitación mecánica. Con el objetivo de evitar que la solución corrosiva ingrese dentro de los tubos y decape la cara interior de las probetas, se colocaron tapones de nylon en sus extremos. A su vez, se ataron hilos plásticos en los tapones para realizar la agitación sobre las probetas durante el proceso de decapado. A continuación, en la figura 23, se muestra un esquema de lo descrito anteriormente.

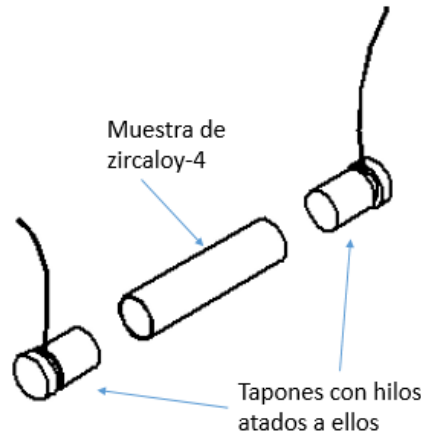


Figura 23: muestra de zircaloy-4 y dos tapones de nylon con hilos plásticos atados a sus extremos.

Para poder predecir a que tiempos se obtendrían las profundidades de decapado deseadas se realizaron curvas de calibración.

Una vez la probeta se encuentra lista para hacer los análisis pertinentes en el difractoómetro, se coloca la probeta en una base que evita que ruede o se mueva durante el análisis de rayos X. En la figura 24 se ve un esquema de una probeta sobre el soporte.

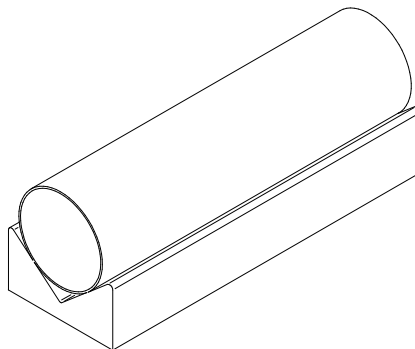


Figura 24: Esquema de una probeta de Zircaloy-4 en su soporte.

2.4.1 Curvas de calibración

Para determinar las curvas de calibración se realizaron tratamientos de decapado en una muestra Zircaloy-4 (como fue descrito en la sección 2.2) y se determinaron varias profundidades obtenidas a distintos tiempos. Con estos puntos obtenidos se realizó una regresión lineal y con la pendiente de la ecuación asociada a la regresión se obtuvo la velocidad de decapado. A continuación, en la figura 25, se observa una de estas curvas.

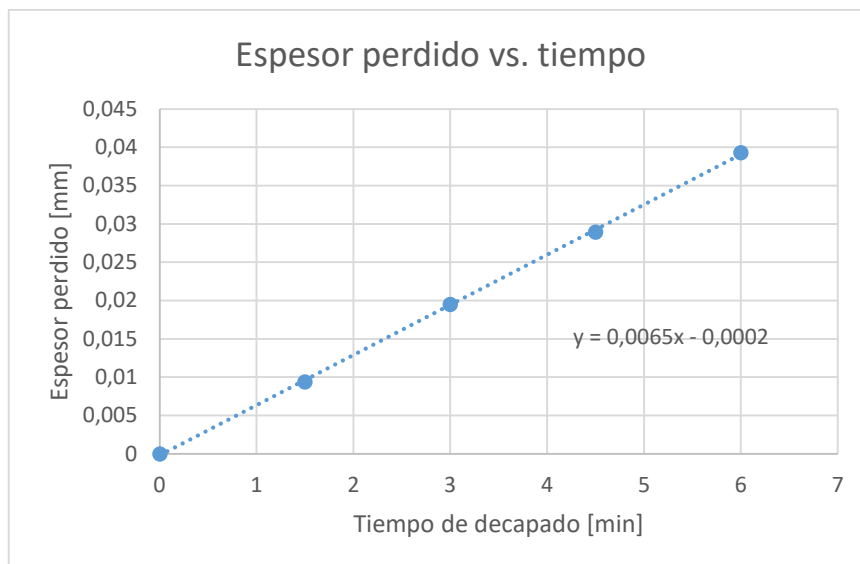


Figura 25: Curva de calibración del 28/04/2021

Las curvas de calibración se realizaron todos los días, antes de efectuar el decapado en las muestras de Zircaloy-4, ya que se observó que la solución envejecía con el uso como se puede ver en la Figura 26.

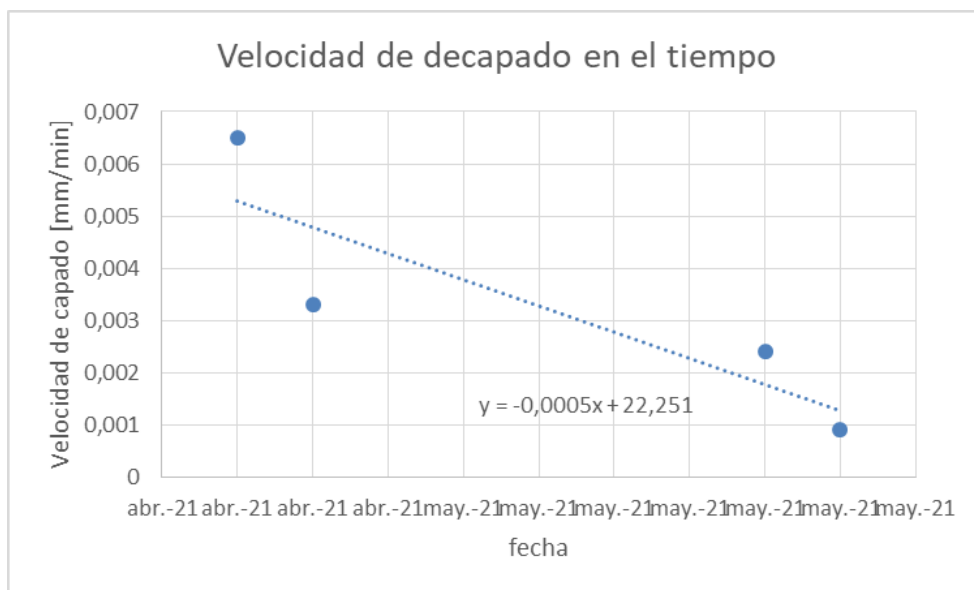


Figura 26: Velocidad de decapado medida durante el proceso.

Los datos de las probetas preparadas con este método se presentan en la tabla 5.

Tabla 5: Datos de las probetas decapadas.

Probeta	Longitud [mm]	Diámetro exterior [mm]	Δ masa [g]	profundidad decapada [mm]
1	50,3	13,52	0,000	0,000
2	50,2	13,52	0,051	0,004
3	49,55	13,52	0,139	0,010
4	49,86	13,52	0,209	0,015
5	49,96	13,52	0,279	0,020
6	49,45	13,52	0,397	0,029
7	49,72	13,52	0,565	0,041
8	60,17	13,52	0,664	0,048
9	49,52	13,52	1,142	0,083
10	49,01	13,52	1,425	0,105
11	50,2	13,52	1,781	0,129
12	49,86	13,52	2,221	0,162

2.3 Ensayos realizados con el difractómetro

En todos los ensayos se utilizó un tubo generador de rayos X con ánodo de Cu K- α con una intensidad de corriente de 45 mA y una tensión de 40kV. La longitud de onda generada es de 1.54 Å.

Para el aluminio 7075-0 se realizaron los siguientes ensayos:

Se realizaron ensayos de tensión en la probeta de aluminio en flexión simple con una flecha aplicada de 0 mm, 0.504 mm, 1.572 mm y 2.074 mm. Los ensayos se realizaron con los siguientes parámetros:

- 2θ desde 136° a 139° con un paso de 0.01° y un tiempo de permanencia de 7 segundos
- ψ con valores de 0°, 10°, 20°, 30° y 40°

A partir de los datos obtenidos de este ensayo se graficaron las distancias interplanares para cada ángulo ψ en función del $\sin^2\psi$ y se realizó una regresión lineal con estos puntos, como se puede ver en la figura 27(para el caso de una flecha de 0 mm y una de 2.074 mm).

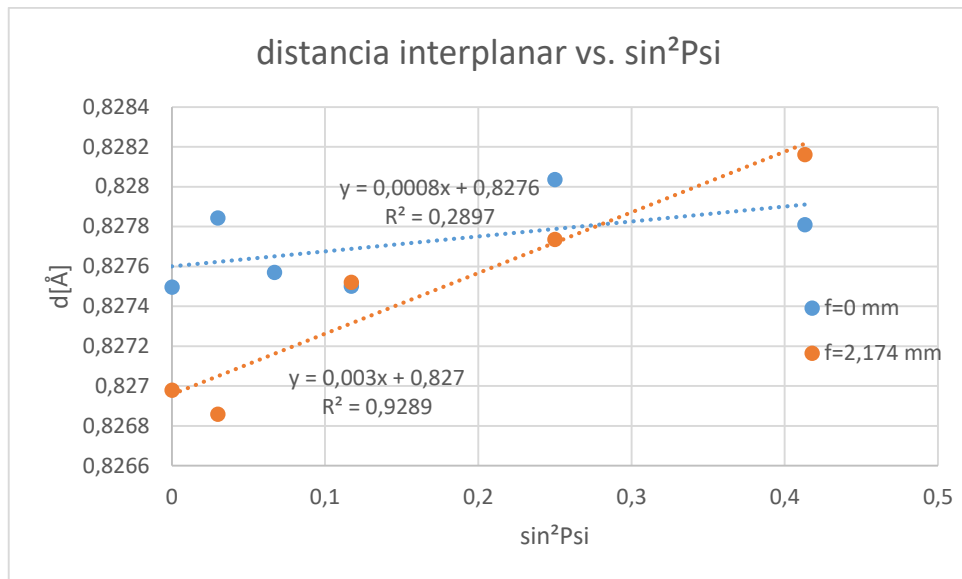


Figura 27: Gráficos de los ensayos de tensión para un ensayo de flexión una flecha 2.174 mm y sin flecha.

Con la pendiente asociada a la regresión lineal de los datos del ensayo para cada probeta y utilizando la ecuación (16) se determinaron las tensiones residuales para cada probeta.

Para las probetas de Zircaloy-4 se realizaron los siguientes ensayos:

a) Difractograma

Se realizó un difractograma de las probetas 1 y 11 (figura 28) desde $2\theta=30^\circ$ hasta $2\theta=150^\circ$ con el objetivo de determinar el pico de difracción con el cual se realizaron los ensayos para obtener las tensiones residuales en las probetas de la 1 a la 12.

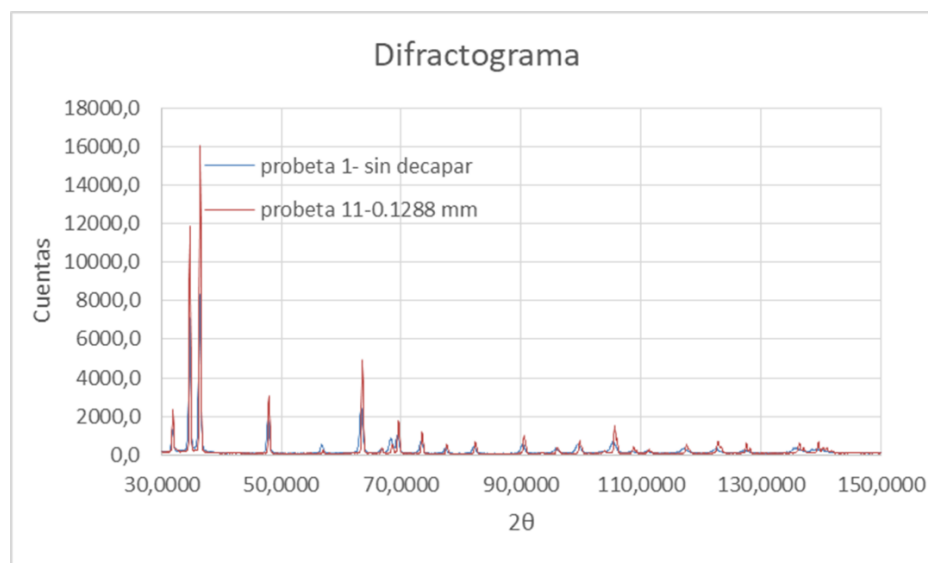


Figura 28: Difractograma de las probetas 1 y 11.

A partir de este ensayo se seleccionó el pico que se encuentra en $2\theta=99,5^\circ$ (familia de planos [11-24]). Este pico fue seleccionado por que se encuentra a un alto 2θ y presenta una cantidad de cuentas aceptable. En la figura 29 se observa en detalle este pico.

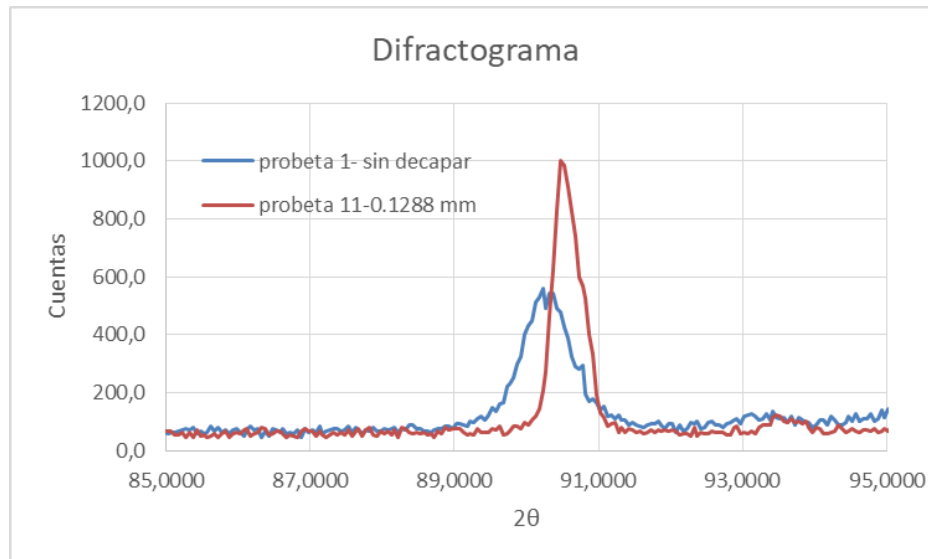


Figura 29: Pico de difracción que se utilizó para el ensayo de tensiones.

Se Puede ver en el gráfico como el pico se ve desplazado y cambia de forma en la probeta 1 (sin decapar) y la probeta 11(decapada con una profundidad de 0.1288 mm) por efecto de las tensiones residuales y la deformación plástica.

- b) Un ensayo de tensiones con los siguientes parámetros para cada una de las 12 probetas:

- 2θ desde 97.5° a 101.5°
- ψ con valores de 0° , 10° , 15° , 20° , 30° y 40°

A partir de los datos obtenidos de este ensayo se graficaron las distancias interplanares para cada ángulo ψ en función del $\sin^2\psi$ y se realizó una regresión lineal con estos puntos, como se puede ver en la figura 30(para el caso de la probeta 2 y 11).

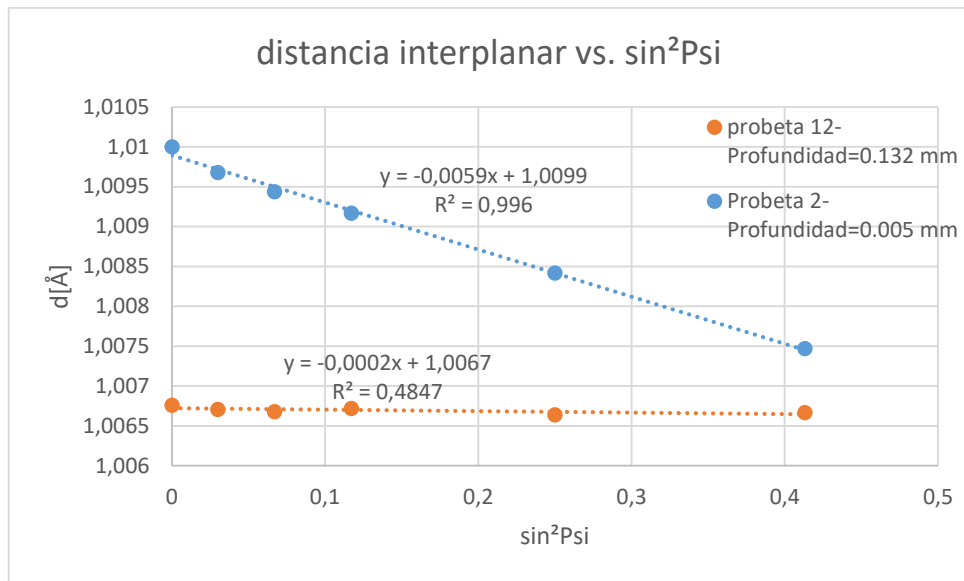


Figura 30: Gráficos de los ensayos de tensión para la probeta 2 y 12.

Con la pendiente asociada a la regresión lineal de los datos del ensayo para cada probeta y utilizando la ecuación (16) se determinaron las tensiones residuales para cada probeta.

2.5 Ensayo de dureza

Los ensayos de dureza se realizaron mediante ensayos de microdureza Vickers utilizando un microdurómetro Shimadzu (figura 31) aplicando una carga de 200 grf durante 20 segundos.



Figura 31: Fotografía del microdurómetro Vickers marca Shimadzu.

Las mediciones se realizaron sobre las superficies granalladas de las probetas de Zircaloy-4 con el objetivo de observar el cambio de la dureza a distintas profundidades de decapado.

El ensayo se realizó en las probetas de Zircaloy-4 utilizando el mismo soporte que se usó en los ensayos en el difractómetro para evitar que la muestra se mueva durante el ensayo.

2.6 Microscopía electrónica de barrido

Un microscopio electrónico de barrido (SEM) marca FEI modelo INSPECT S 50 (figura 32) fue utilizado para realizar los ensayos de microscopía electrónica.



Figura 32: Fotografía del SEM marca FEI modelo INSPECT S50

Se realizaron dos tipos de ensayos con esta técnica:

- Se analizó la sección transversal de una probeta de Zircaloy-4 granallada sin decapar. Esta muestra se preparó cortando un cilindro de unos pocos milímetros de largo para incluirlo en baquelita, luego se pulió con papeles abrasivos de SiC de distinta granulometría (180-2400 grid).
- Se analizó la superficie granallada de las probetas 1, 3, 5 y 12

2.7 Microscopia óptica

Para la caracterización de la sección transversal de la probeta de Zircaloy-4 usada en el ensayo de la sección 2.5 se usaron diversos aumentos en el microscopio óptico marca Olympus modelo GX 71 que van desde 50× hasta 1000× (figura 33).



Figura 33: Fotografía del microscopio óptico usado para el análisis de la microestructura

La probeta debió ser anodizada con una solución diluida de H_2SO_4 y aplicando una diferencia de potencial de alrededor de 30 V para obtener el mejor contraste en la microestructura, dado que la anisotropía del circonio (α -Zr, la fase de baja temperatura es hexagonal), permite poner en relieve granos con distinta orientación contrastándolos mediante el uso de luz polarizada.

3. Resultados y Discusión

3.1 Tensiones teóricas y experimentales del Aluminio 7075-O

A partir de los ensayos realizados en la probeta de aluminio 7075-O que se le aplicó flexión simple con distintos esfuerzos y los resultados teóricos obtenidos obtenemos la figura 34.

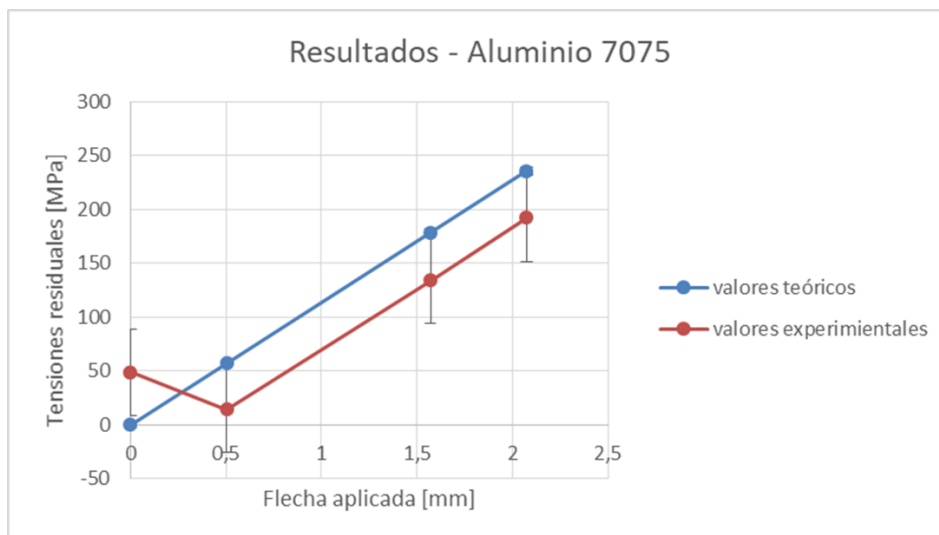


Figura 34: Resultados experimentales y teóricos obtenidos de los distintos casos de flexión simple en el aluminio.

Se puede ver que los resultados experimentales son coherentes con los resultados teóricos. Por lo tanto, podemos decir que el método aplicado es apropiado para medir tensiones aplicadas. Por otro lado podemos ver que en el caso que no se le aplica ningún esfuerzo se llega a observar una tensión de compresión, esto puede estar asociado a tensiones residuales presentes en el material.

Otra fuente error puede estar asociada a la medición de la flecha producida en las probetas de aluminio y a los errores durante la aplicación de la flexión simple. Esto puede explicar la diferencia de valores observada en los ensayos respecto de los valores teóricos.

3.2 Perfil de tensiones residuales en las vainas de Zircaloy-4

El perfil de tensiones obtenido es el que se muestra en Figura 35.

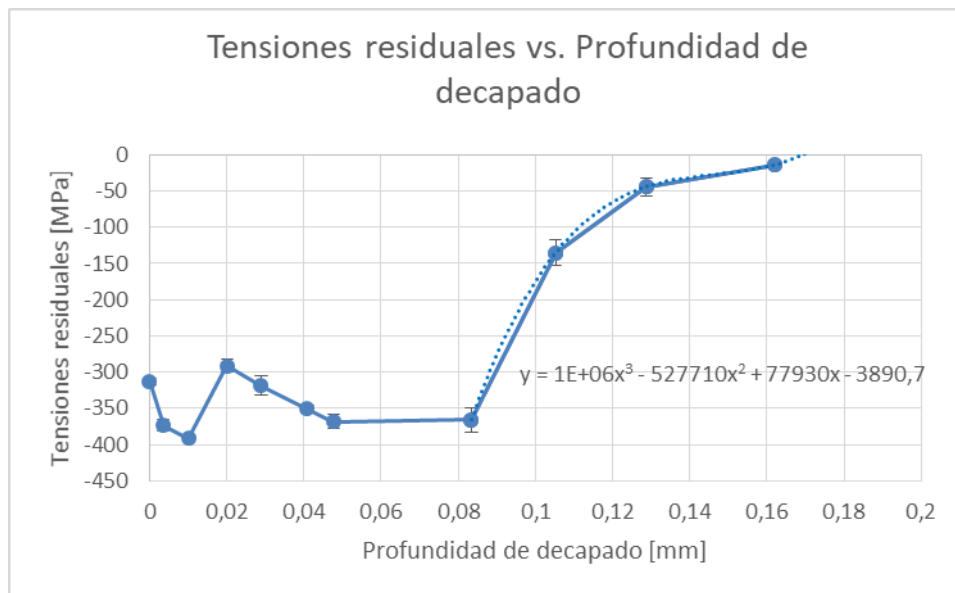


Figura 35: Perfil de tensiones residuales obtenido.

Se observan que los puntos característicos son:

- Tensión superficial: -312,9 MPa.
- Tensión máxima: -391,4 Mpa a una profundidad de 0,01 mm.
- Profundidad de la capa comprimida: Este valor no fue determinado experimentalmente pero mediante un ajuste (se utilizaron los 4 puntos que se encuentran a mayor profundidad para realizar el ajuste) se observa que se encuentra a los 0,16 mm de profundidad.

Se observa un máximo local alrededor de una profundidad 0,02 mm, este pico no era parte de los resultados esperados.

Un perfil de tensiones residuales medido por difracción de rayos X fue obtenido en placas de circonio comercialmente puro (composición de 0,13 O, 0,05 N, 0,08 C, 0,012

H, 0.25 Fe en %wt) que fue recocido y posteriormente granallado. Los perfiles obtenidos por estos ensayos se muestran a continuación en la figura 36.

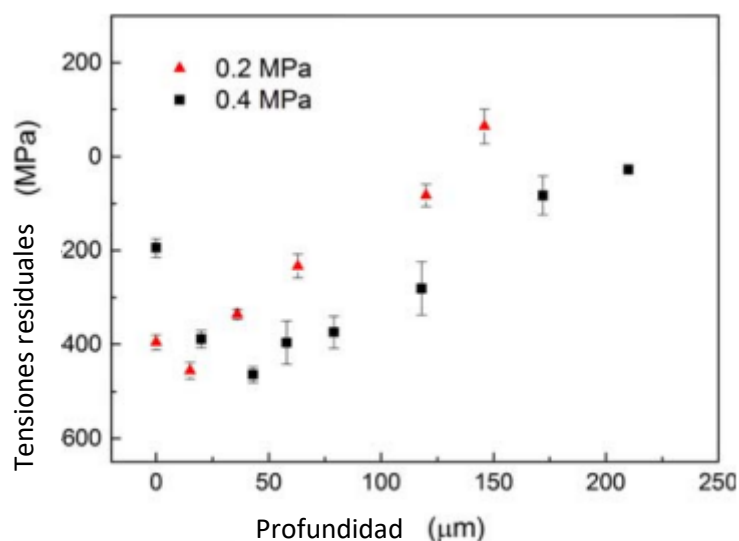


Figura 36:

Perfil de tensiones residuales obtenidos con una presión de aire de 0.2 MPa (triángulos rojos).

Perfil de tensiones residuales obtenidos con una presión de aire de 0.4 MPa (cuadrados azules) [19].

Se observan en estos perfiles que:

- Tensión superficial: -400 MPa a -200 Mpa.
- Tensión máxima: -460 MPa a una profundidad menor a 0.05 mm.
- Profundidad de la capa comprimida: ~0.175 mm a ~0.225 mm.

Se puede ver que el perfil obtenido en este trabajo es similar al obtenido en el perfil que se obtuvo en las probetas de circonio comercial (excepto por el máximo local que se observó a una profundidad de 0.02 mm).

Por otro lado, el punto de máxima tensión donde se observa la mayor compresión en los ensayos de circonio comercial se superpone con el máximo local inesperado que se observó en los ensayos realizados en las vainas de Zircaloy-4. Por lo tanto, quizás la máxima compresión sea mayor que la medida en este trabajo.

3.3 Resultados del análisis de deformación

3.3.1 Resultados del ancho de los picos de difracción ajustados

Otro parámetro obtenido del ajuste de los picos difractados es el ancho a mitad de altura (FWHM). El ancho de estos picos fue promediado para los resultados de cada probeta analizada y lo obtenido se muestra en la figura 37.

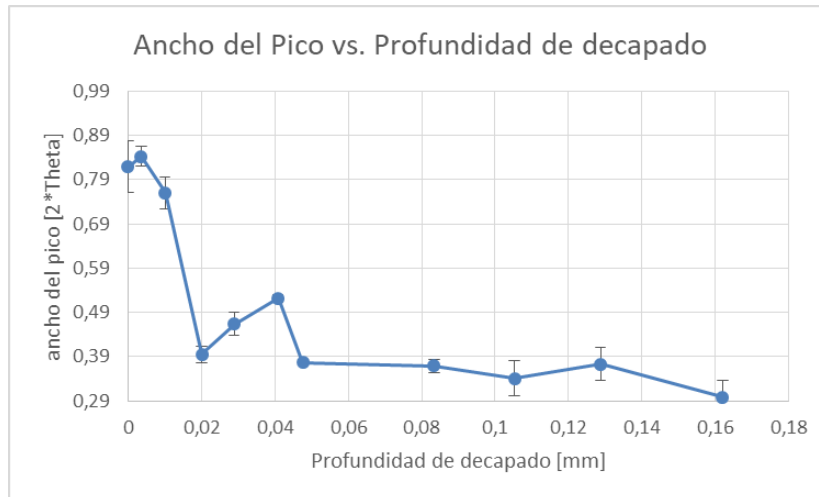


Figura 37: Ancho promedio de los picos analizados en todas las probetas

Se sabe que existe una relación entre el ancho de los picos medidos y la deformación plástica, a mayores deformaciones plásticas mayor ancho de los picos de difracción. Por lo tanto, mediante la medida del ancho de los picos podemos determinar cualitativamente la deformación plástica que el proceso de granallado imprime sobre los tubos de Zircaloy-4.

Se puede ver que los efectos de la deformación plástica llegan hasta alrededor de 0.02 mm seguidos de un pico de deformación plástica entre 0.02 mm y 0.048 mm.

En el mismo trabajo mencionado en la sección anterior se realizó un tratamiento llamado SMAT (surface mechanical attrition treatment) (proceso que es similar al granallado pero con una energía cinética en los proyectiles superior al que se alcanza con un shot peennig convencional) sobre placas de circonio comercialmente puro [19].

De este tratamiento se obtuvo el siguiente perfil de anchos de picos de difracción (figura 38).

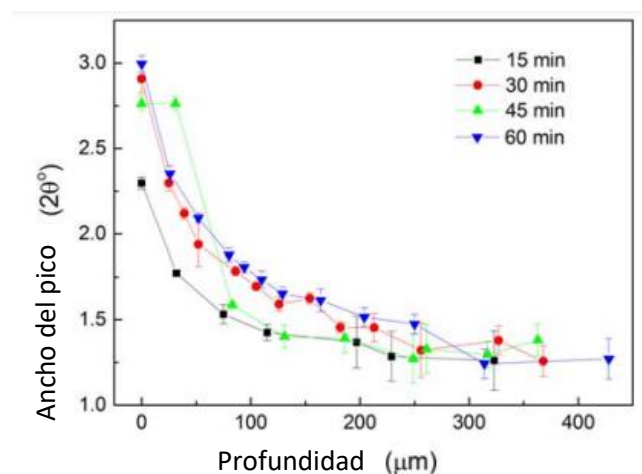


Figura 38: Variación de los picos de difracción con respecto a la profundidad desde la superficie.

Se puede ver como el ancho de los picos decrece rápidamente con la profundidad y se estabiliza alrededor de los 0.25 mm. La forma del decrecimiento del ancho de los picos es similar al visto en las probetas analizadas en este trabajo (figura 41) excepto por un máximo local que se encuentra a una profundidad entre 0.02 mm y 0.048 mm,

3.3.2 Resultados del ensayo de dureza

Los resultados de los ensayos de dureza se presentan en la figura 39.

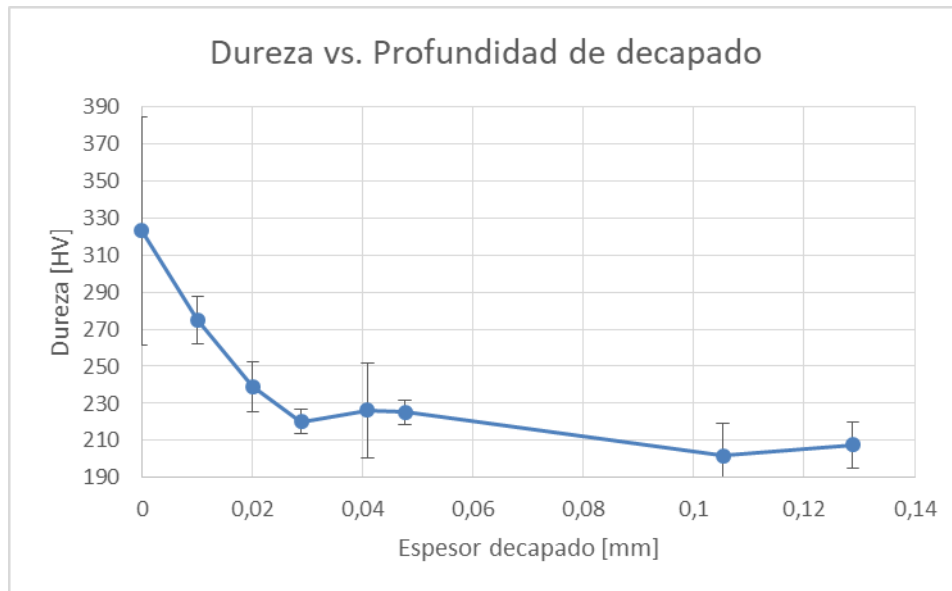


Figura 39: Resultaos de los ensayos de dureza

Se puede ver que los efectos de la deformación plástica llegan hasta alrededor de 0.03 mm seguidos de un pico de deformación plástica entre 0.03 mm y 0.08 mm.

El primer intento de medición de microdureza se realizó sobre la sección transversal de la pieza que fue incluida en baquelita. No se logró realizar un perfil de dureza con este método, esto se debió a que las improntas producidas por el durómetro eran demasiado grandes, y solo con una impronta se cubría toda la zona endurecida por el proceso de granallado.

El segundo intento de medir el perfil de dureza se realizó sobre las superficies granalladas de las probetas decapadas (dirección radial del tubo) y una no decapada. Este método nos permitió obtener el cambio de dureza en la superficie a medida que se eliminaban capas cada vez más profundas por decapado.

A pesar de que los ensayos de dureza deben realizarse en superficies planas, al ser las improntas tan pequeñas ($\sim \mu\text{m}$), consideramos que sobre estas superficies es posible realizar los ensayos.

3.3 Microscopía electrónica de barrido y microscopía óptica

3.3.1 Resultados SEM de la superficie granallada

Los resultados de los ensayos SEM se muestran a continuación (De la figura 40 a la 43).

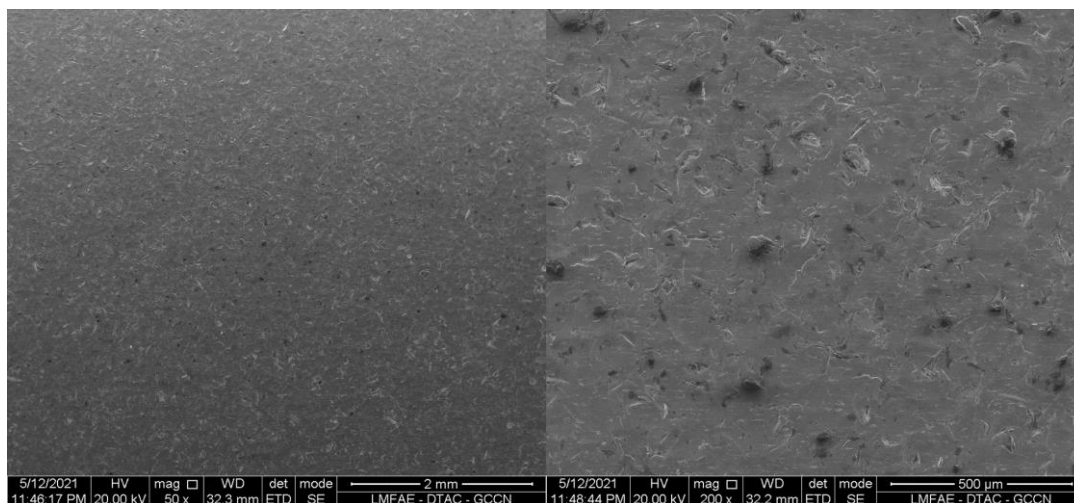


Figura 40: SEM de la superficie granallada de la probeta 1. A la izquierda magnificación x50 y a la derecha magnificación x200.

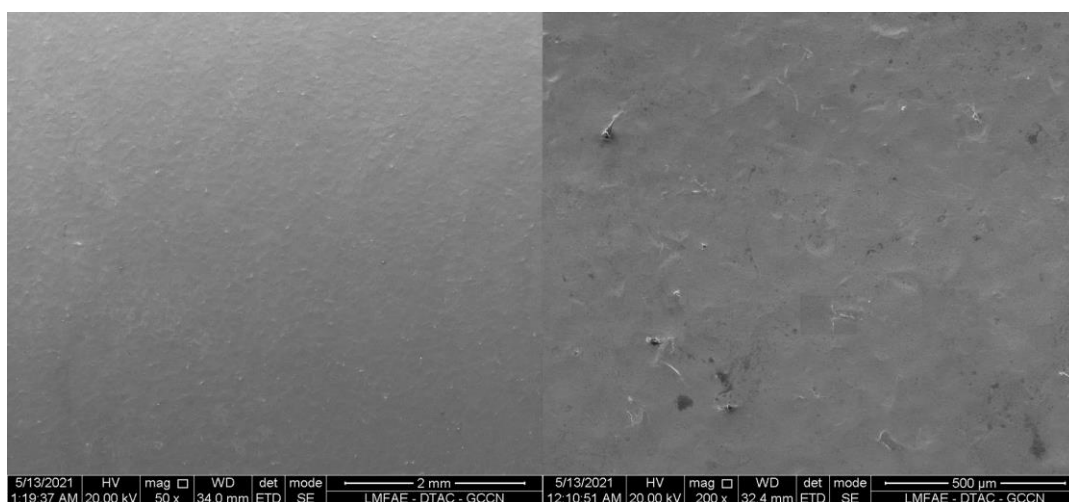


Figura 41: SEM de la superficie granallada de la probeta 3. A la izquierda magnificación x50 y a la derecha magnificación x200.

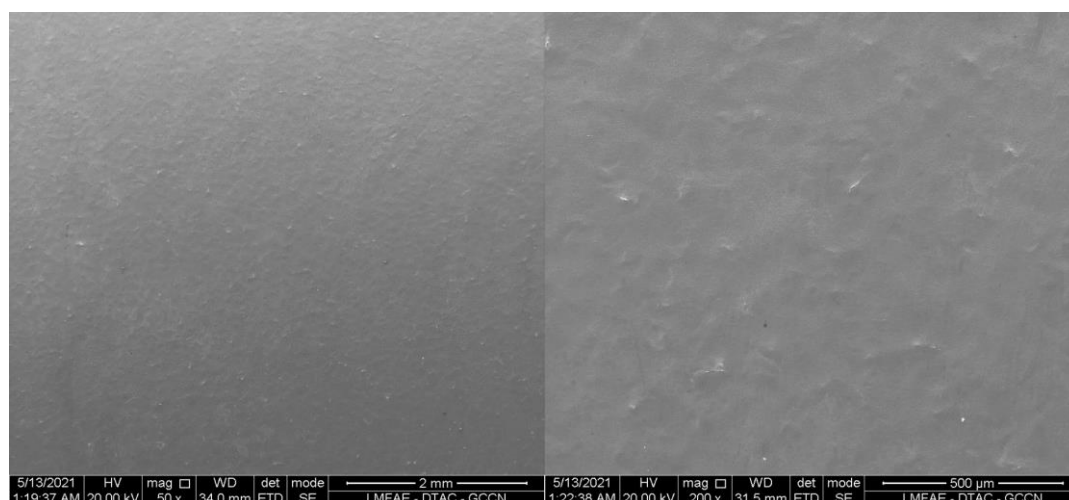


Figura 42: SEM de la superficie granallada de la probeta 5. A la izquierda magnificación x50 y a la derecha magnificación x200.

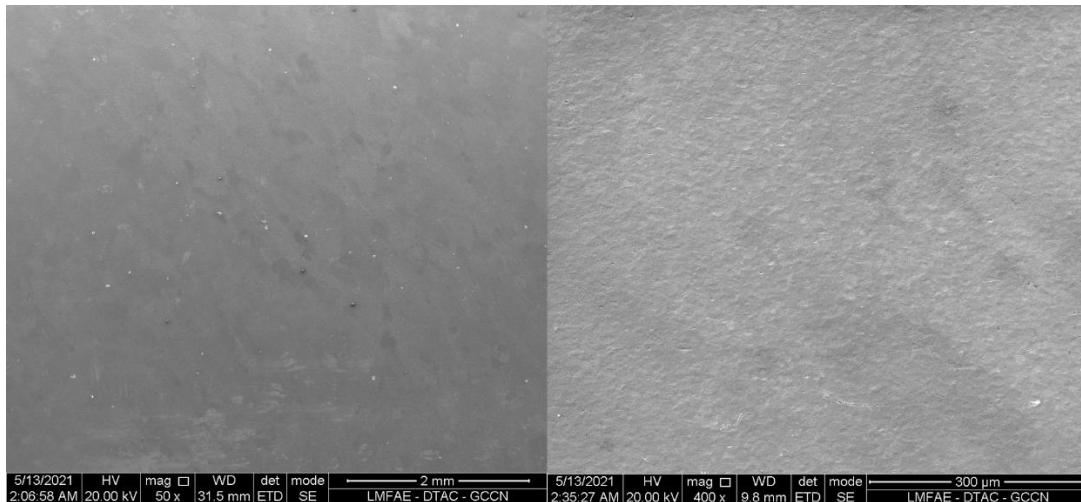


Figura 43: SEM de la superficie granallada de la probeta 12. A la izquierda magnificación x50 y a la derecha magnificación x400.

En la Figura 40 se puede ver como en la probeta 1 (sin decapar) el proceso de granallado generó un acabado superficial en el material en virtud de las huellas generadas por cada uno de los impactos las partículas.

En las figuras 41 y 42 se puede ver como el proceso de decapado que se realizó en las probetas 3 y 5 (profundidad de decapado 0.01 mm y 0.02 mm respectivamente) fue eliminando los efectos superficiales visibles del granallado a medida que se realizaban remociones superficiales cada vez más profundas.

El la Figura 43 asociada a la probeta 12 con una profundidad de decapado de 0.16 mm, ya no se observan los efectos del granallado.

Estos resultados son coherentes con los obtenidos en el estudio realizado en acero inoxidable AISI 316L (acerinox) que fue granallado y luego fue electropulido. En este trabajo se observó una disminución de la rugosidad superficial producida por el granallado gracias a la aplicación del electropulido [20].

3.3.2 SEM y microscopía óptica de la sección transversal de una probeta de Zircaloy-4 sin decapar.

A continuación se presentan los resultados obtenidos de la sección transversal (De la figura 44 a la 48):

- a) Cercanías de la superficie granallada
i) SEM

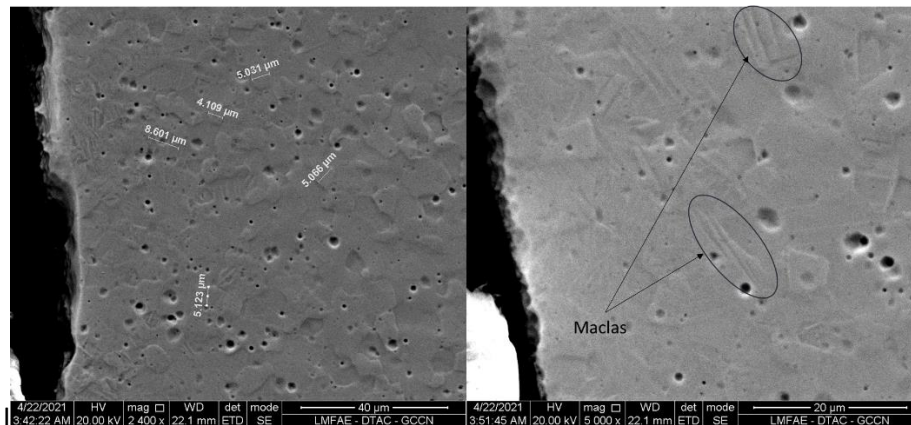


Figura 44: SEM de la sección transversal de una probeta granallada de Zircaloy-4 cerca de la superficie granallada. A la izquierda magnificación x2400 y a la derecha magnificación x5000

- ii) Microscopía óptica

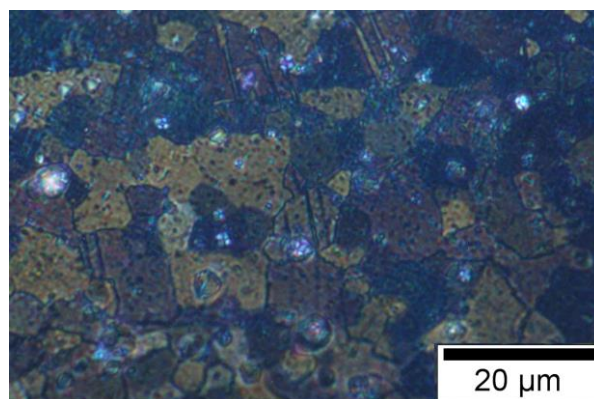


Figura 45: Microscopía óptica de la sección transversal anodizada de una probeta granallada de Zircaloy-4 cerca de la superficie granallada. Magnificación x500.

b) Zona intermedia de la sección transversal

i) SEM

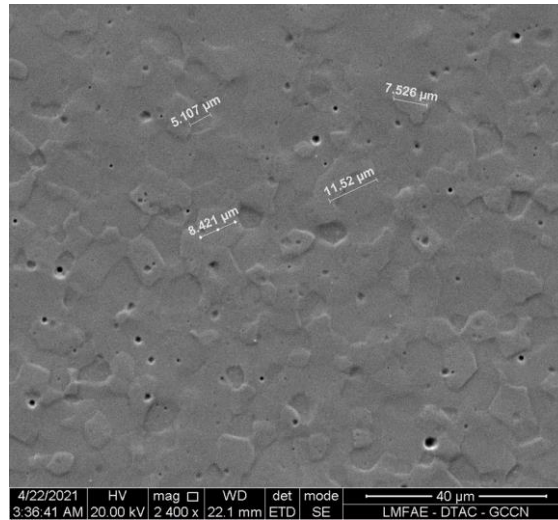


Figura 46: SEM de la sección transversal de una probeta granallada de Zircaloy-4 en una zona intermedia(alejado de la superficie granallada). Magnificación x2400.

ii) Microscopía óptica

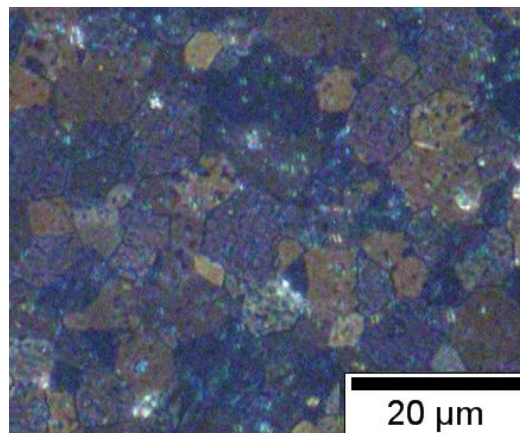


Figura 47: Microscopía óptica de la sección transversal anodizada de una probeta granallada de Zircaloy-4 en una zona intermedia(alejado de la superficie granallada). Magnificación x500.

- c) Zona alejada de la superficie granallada
i) Microscopía óptica

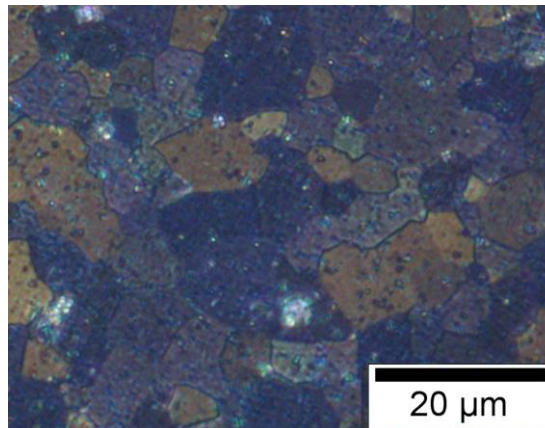


Figura 48: Microscopía óptica de la sección transversal anodizada de una probeta granallada de Zircaloy-4 en las cercanías de la superficie no granallada. Magnificación x500.

Se observa que existen efectos asociados a la deformación en la forma de maclas (como se ve en las figuras 44 y 45), las maclas se presentan hasta una profundidad de alrededor de 40 μm . Estos resultados son coherentes con lo obtenido en los ensayos de dureza y los datos obtenidos del ancho de los picos de difracción.

Se observa en las imágenes que se obtuvieron a mayores profundidades que no hay cambios significativos.

Resultados similares fueron observados en Ti-6Al-4V que fueron tratados con un proceso de granallado como se ve la figura 49 a continuación.

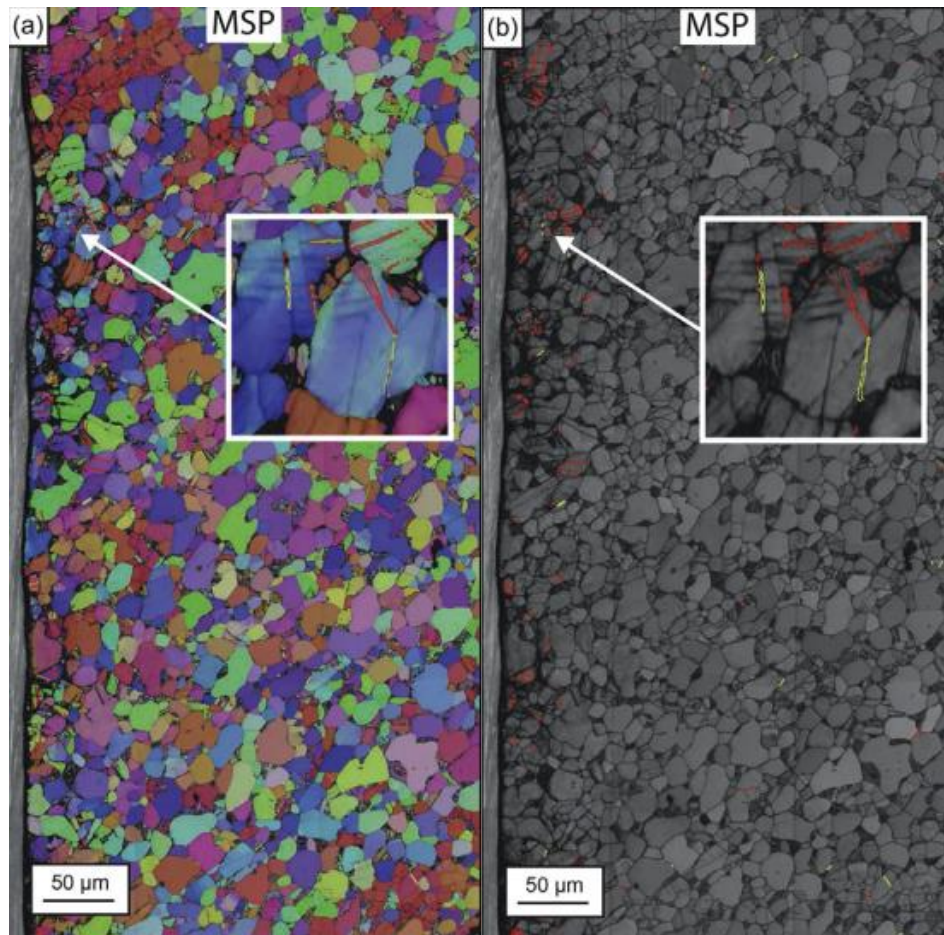


Figura 49: EBSD de la aleación de titanio con una ampliación de las maclas formadas [21].

Las maclas se observan hasta una profundidad de alrededor de $70 \mu m$.

En ambos casos (tanto en el Zircaloy analizado en este trabajo como como en la aleación de titanio) estas maclas fueron generadas por el proceso de granallado y la deformación multidireccional asociada al proceso.

Siendo el proceso de granallado un tratamiento que genera altas velocidades de deformación y al ser ambas aleaciones primariamente de estructura tipo HCP es de esperar que se lleguen a generar las maclas que se observan en ambos casos [22].

4. Conclusiones

Para asegurar que el desajustes entre, la curva obtenida experimentalmente y la curva del modelo teórico, en los ensayos de flexión pura en aluminio, no sea producido por tensiones residuales presentes en el material, se puede realizar un tratamiento térmico de relevamiento de tensiones y realizar nuevamente el ensayo.

Se pudo llegar a obtener el perfil de tensiones residuales producidas por el granallado. Los resultados fueron coherentes con otros perfiles observados en la bibliografía excepto la zona entre la profundidad de $0,004 \text{ mm}$ y $0,005 \text{ mm}$ ya que en esa zona se encuentra un máximo local que no se esperaba.

A través de microscopía electrónica de barrido y microscopía óptica pudo observarse la generación de maclas producto de la deformación plástica asociada al tratamiento de granallado. La presencia de maclas tiene una correlación con los perfiles de deformaciones plásticas medidas por difracción (ancho de los picos de difracción) y por microdureza.

Por otro lado, se pudo realizar un estudio cualitativo de la deformación plástica generada mediante el estudio del ancho de los picos de difracción y los ensayos de microdureza. Es posible la realización de un estudio cuantitativo a futuro de estas deformaciones utilizando el método de Williamson-Hall o métodos más sofisticados.

5. Referencias

- [1] GARCÍA RODERO, Gorka. Alivio de tensiones residuales: Tratamiento térmico vs. Vibración. 2014.
- [2] FITZPATRICK, Michael E., et al. Determination of residual stresses by X-ray diffraction. 2005.
- [3] CULLITY, Bernard Dennis. Elements of X-ray Diffraction. Addison-Wesley Publishing, 1956.
- [4] MARION, R. H.; COHEN, J. B. Anomalies in measurement of residual stress by X-ray diffraction. *Advances in X-ray Analysis*, 1974, vol. 18, p. 466-501.
- [5] DELHEZ, R., et al. Corrections for the angle dependence of Lorentz polarization and structure factors in X-ray diffraction line profiles. *Journal of Physics E: Scientific Instruments*, 1977, vol. 10, no 8, p. 784.
- [6] SREEMANY, M.; GHOSH, T. B. Application of Rachinger's method to separate overlapped doublets in the X-ray photoelectron spectrum. *Thin solid films*, 1996, vol. 280, no 1-2, p. 167-170.
- [7] HALL, M. M., et al. The approximation of symmetric X-ray peaks by Pearson type VII distributions. *Journal of Applied Crystallography*, 1977, vol. 10, no 1, p. 66-68.
- [8] RODRÍGUEZ GARCÍA, Eduardo, et al. Tratamiento doble de shot peening seguido de acabado por vibración con objeto de mejorar la resistencia a la fatiga de los aceros. 2014.
- [9] Manual del difractómetro marca Pananalytical modelo Empréan.
- [10] NIKL, Martin. Scintillation detectors for x-rays. *Measurement Science and Technology*, 2006, vol. 17, no 4, p. R37.
- [11] RODRÍGUEZ BALLESTEROS, Néstor Hernando. Influencia del tratamiento térmico criogénico en la microestructura y propiedades mecánicas de dureza, microdureza del aluminio 7075-O. 2017.
- [12] Metals Handbook, Vol.2 - Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, ASM International 10th Ed. 1990.
- [13] CHEADLE, B. A. The physical metallurgy of zirconium alloys. Atomic Energy of Canada Limited, 1975.

- [14] KHARE, Neelima, et al. Experimental and theoretical analysis of Zircaloy-4 and AISI 304 stainless steel material pair in water sliding conditions. *Advances in Tribology*, 2018, vol. 2018.
- [15] RUIZ, Miguel Cervera; DÍAZ, Elena Blanco. *Mecánica de estructuras: libro 1, resistencia de materiales*. Edicions UPC, 2002.
- [16] SÁNCHEZ, Yira Muñoz, et al. Ecuación de la curva elástica. *Ingenio y Conciencia Boletín Científico de la Escuela Superior Ciudad Sahagún*, 2018, vol. 5, no 9.
- [17] ASTM E1558-09(2014), Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014, www.astm.org.
- [18] ASM INTERNATIONAL HANDBOOK COMMITTEE, et al. *ASM Handbook, Vol. 9, Metallography and Microstructures*. Metals Park, OH: ASM International, 2004.
- [19] WANG, Yaomian, et al. Analysis of the residual stress in zirconium subjected to surface severe plastic deformation. *Metals and Materials International*, 2015, vol. 21, no 2, p. 260-269.
- [20] LOPEZ-RUIZ, P., et al. Obtaining tailored surface characteristics by combining shot peening and electropolishing on 316L stainless steel. *Applied Surface Science*, 2019, vol. 492, p. 1-7.
- [21] LAINÉ, Steven J., et al. Microstructural characterisation of metallic shot peened and laser shock peened Ti-6Al-4V. *Acta Materialia*, 2017, vol. 123, p. 350-361.
- [22] COURTNEY, Thomas H. *Mechanical behavior of materials*. Waveland Press, 2005.