

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA  
PRESIDENCIA DE LA NACION

PROGRAMA MULTINACIONAL DE METALURGIA  
(Programa Regional de Desarrollo Científico y Tecnológico-OEA)

TECNICAS EXPERIMENTALES DE DIFRACCION DE RAYOS X

"Medición de Tensiones Residuales"

Jorge D. Hermida y Rodolfo J. Acuña

Buenos Aires-Argentina  
1978

## AGRADECIMIENTOS

Al Programa Multinacional de Metalurgia (Programa Regional de Desarrollo Científico y Tecnológico, OEA) por la financiación del presente trabajo.

- Al Departamento de Materiales, Gerencia de Desarrollo, CNEA, donde se realizó este trabajo.
- Al Sr. Oscar Curotto por su apoyo y colaboración durante la impresión del mismo.

A la Sra. Alicia P. de Semino por el trabajo de tipografía.

## I. INTRODUCCION

Distintos procesos de transformación de metales y aleaciones pueden generar tensiones internas que subsisten aún después de haber desaparecido el factor externo que las produjo. La existencia de estas tensiones residuales puede influir profundamente sobre distintas propiedades del material, como el comportamiento a la fatiga, resistencia a la corrosión, dureza, resistividad eléctrica, etc., y por lo tanto resulta de gran importancia tecnológica poder detectarlas y medirlas.

Las tensiones residuales pueden clasificarse en macrotensiones y microtensiones. Las primeras son aquéllas que pueden considerarse uniformes sobre grandes distancias del cristal y están asociadas a una variación homogénea del espaciado de los planos cristalinos, en función de su orientación respecto a la superficie de la muestra. Las microtensiones, en cambio, provienen de deformaciones muy localizadas del material y están asociadas a variaciones inhomogéneas del parámetro de red dentro de un mismo grano.

Las causas que producen tensiones residuales son numerosas, pero tienen en común el mismo principio: afectan al cuerpo de manera no uniforme. Así, por ejemplo, procesos como la laminación en frío produce una deformación plástica de manera que la zona superficial se ve restringida en su movimiento por el resto del material y consecuentemente ambas partes quedan en un estado de tensiones elásticas que se equilibran entre sí.

Análogamente pueden suceder con tratamientos térmicos como el temple o tratamientos superficiales como la carburización, la nitruración, etc., que producen la aparición de una segunda fase con cambio de volumen.

Aquí nos referiremos exclusivamente al problema de la medición de macrotensiones. Esta se realiza a través de la medida experimental de las deformaciones producidas por aquéllas. En los métodos mecánicos convencionales estas deformaciones se determinan con referencia al estado libre de tensiones, por métodos de seccionamiento o taladrado. En los métodos de difracción de rayos X, en cambio, las deformaciones de un material se pueden medir con mucha precisión a partir de la variación del espaciado de los planos cristalinos sin necesidad de recurrir, en general, al estado libre de tensiones.

En este trabajo se ha realizado la puesta a punto de la técnica de medición de tensiones residuales con rayos X. Aquí se presenta un resumen de los fundamentos del método, sus propiedades, algunos ejemplos de aplicación y los resultados de las experiencias que se llevaron a cabo. No se ha pretendido presentar una revisión bibliográfica completa sobre el tema, pero el lector interesado puede consultar los trabajos de P. Macherauch (1966), J. Norton (1973) y D. Kirk (1971).

## H. EL METODO DE RAYOS X

### II.1 Fundamentos

Supongamos que  $\epsilon_1$ ,  $\epsilon_2$  y  $\epsilon_3$  son las deformaciones principales de un cuerpo isotrópico y que  $\epsilon_3$  coincide con la dirección perpendicular a la superficie del mismo. De acuerdo a la teoría clásica en la elasticidad (S. Timoshenko) la deformación normal  $\epsilon_{\phi\psi}$  en una dirección  $(\phi, \psi)$  figura 1, se expresa (H. Taylor):

$$\epsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} (a_1^2 \sigma_1 + a_2^2 \sigma_2 + a_3^2 \sigma_3) - (\nu/E) (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) \quad (1)$$

donde  $\nu$  es la relación de Poisson,  $E$  el módulo de Young,  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  y  $\sigma_3$  las tensiones principales y  $a_1$ ,  $a_2$  y  $a_3$  los cosenos directores de la dirección  $(\phi, \psi)$

En nuestras aplicaciones supondremos que los materiales policristalinos se comportan como cuerpos elásticamente isotrópicos y por lo tanto la teoría clásica de la elasticidad es aplicable.

Notemos que sobre la superficie de un cuerpo son posibles sólo tensiones tangenciales pues las tensiones perpendiculares son siempre nulas. Haciendo  $\sigma_3=0$  en la ecuación (1) se obtiene:

$$\epsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} \sin^2 \psi (\sigma_1 \cos^2 \phi + \sigma_2 \sin^2 \phi) - (\nu/E) (\sigma_1 + \sigma_2)$$

$$\epsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} \sin^2 \psi \sigma_\phi - (\nu/E) (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (2)$$

donde  $\sigma_\phi$  es la tensión superficial en la dirección determinada por el ángulo  $\phi$  respecto del eje principal 1. Por otro lado la deformación perpendicular a la superficie  $\epsilon_3 = \epsilon_\perp$  está dada por:

$$\epsilon_\perp = - (\nu/E) (\sigma_1 + \sigma_2)$$

con lo cual la ecuación (2) se puede expresar:

$$\epsilon_{\phi\psi} = \frac{1+\nu}{E} \sin^2 \psi \sigma_\phi + \epsilon_\perp \quad (3)$$

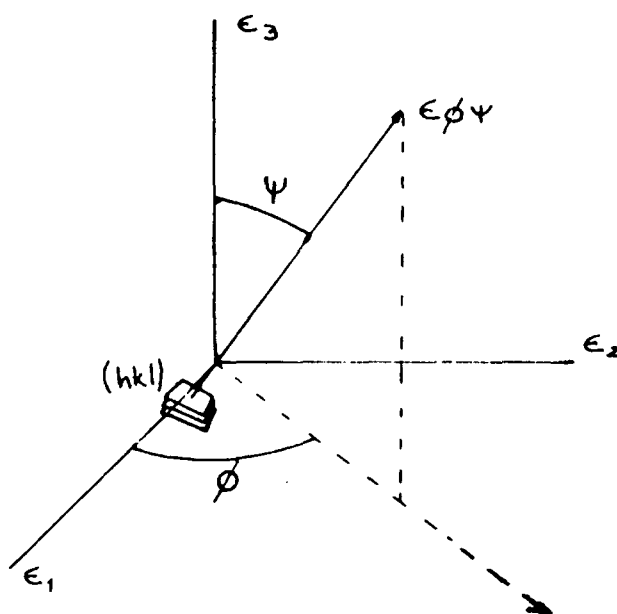


FIG. 1: Deformación normal  $\epsilon_{\phi\psi}$  de la familia de planos  $(hkl)$  referida a la terna de ejes principales. El eje 3 es perpendicular a la superficie de la muestra.

o también

$$\sigma_{\phi} = \frac{1+\nu}{E} \frac{1}{\sin^2 \psi} (\epsilon_{\phi\psi} - \epsilon_{\perp}) \quad (4)$$

Esta es la ecuación en la cual se basan los métodos de difracción de rayos X para medir tensiones residuales. Tiene como fundamento a la teoría clásica de la elasticidad una de cuyas hipótesis es la isotropía del material.

Como dijimos al principio, las técnicas de difracción permiten hacer una medida muy precisa de las deformaciones de un material policristalino a través de la variación que experimentan los parámetros de la red cristalina. La deformación  $\epsilon_{\perp}$  se puede expresar entonces en términos del espaciado de la familia de planos de índices de Miller (hkl) paralelos a la superficie, esto es:

$$\epsilon_{\perp} = \frac{d_{\perp} - d_0}{d_0}$$

siendo  $d_0$  el espaciado de los mismos planos del material libre de tensiones. De la misma manera la deformación  $\epsilon_{\phi\psi}$  se expresa:

$$\epsilon_{\phi\psi} = \frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0}$$

donde  $d_{\phi\psi}$  corresponde al espaciado de los planos (hkl) inclinados un ángulo  $\psi$  respecto de la normal a la superficie de la muestra, como se indica en la figura 2.

La diferencia de ambas deformaciones resulta:

$$\epsilon_{\phi\psi} - \epsilon_{\perp} = \frac{d_{\phi\psi} - d_{\perp}}{d_0} \approx \frac{d_{\phi\psi} - d_{\perp}}{d_{\perp}} \quad (5)$$

donde el reemplazo de  $d_0$  por  $d_{\perp}$  no introduce en general un error mayor del 0,1%. Reemplazando en la ecuación (4) resulta finalmente:

$$\sigma_{\phi} = \frac{E}{1+\nu} \frac{1}{\sin^2 \psi} \frac{d_{\phi\psi} - d_{\perp}}{d_{\perp}} \quad (6)$$

o también:

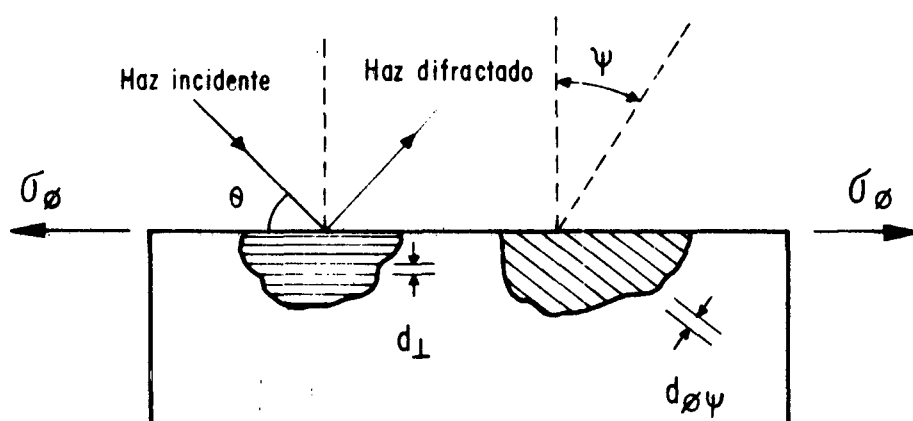


FIG. 2: Planos (hkl) con distinta orientación respecto a la superficie. El método de rayos X para medir tensiones residuales se basa en la variación del espaciado  $d_{hkl}$  en función del ángulo  $\psi$ .

$$\frac{d_{\phi\psi} - d_{\perp}}{d_{\perp}} = \frac{1+\nu}{E} \sin^2 \psi - \sigma_{\phi} \quad (7)$$

puesto que  $E$  y  $\nu$  son dos constantes del material que suponen conocidas, las expresiones (6) y (7) permiten obtener la componente  $\sigma_{\phi}$  sobre la superficie de la muestra en la dirección contenida en el plano determinado por el haz de rayos X incidente y el haz difractado.

Los espaciados interplanares se calculan fácilmente mediante la ley de Bragg:

$$2d \sin \theta = \lambda$$

donde  $\lambda$  es la longitud de onda de la radiación y  $\theta$  el ángulo de difracción. Existen dos métodos que se usan habitualmente para medir tensiones residuales: el método de doble exposición y el método del  $\sin^2 \psi$ . En el primero se realizan dos exposiciones con  $\psi = 0$  y  $\psi = 45$  ó  $60$  grados para determinar  $d_{\perp}$  y  $d_{\phi\psi}$  respectivamente. En el segundo se realiza una serie de medidas de  $d_{\phi\psi}$  con  $\psi = 0, 10, 20, 30, 40$  y  $50$  grados y se grafica  $(d_{\phi\psi} - d_{\perp})/d_{\perp}$  en función de  $\sin^2 \psi$  para obtener  $\sigma_{\phi}$  de la pendiente de la recta, de acuerdo a la fórmula (7).

La ecuación (7) se puede expresar también mediante la ley de Bragg en la forma:

$$\sigma_{\phi} = \frac{1}{1+\nu} \frac{1}{\sin^2 \psi} \frac{\sin \theta_{\perp} - \sin \theta_{\psi}}{\sin \theta_{\psi}} \quad (8)$$

o bien:

$$\frac{\sin \theta_{\perp} - \sin \theta_{\psi}}{\sin \theta_{\psi}} = \frac{1+\nu}{E} \sin^2 \psi \sigma_{\phi} \quad (9)$$

## II.2 Propiedades

- 1) Carácter no destructivo : Esta propiedad de la técnica de difracción es la ventaja más importante sobre otros métodos en la determinación de tensiones residuales. Como hemos dicho ya, el reemplazo de  $d_0$  por  $d_\perp$  en la fórmula (5) hace innecesaria la medida del material libre de tensiones y esta aproximación no introduce un error mayor que el 0,1%.
- 2) Penetración de los rayos X: La penetración de la radiación depende naturalmente de su longitud de onda y del material en estudio. En nuestro caso la radiación difractada proviene en general de una capa muy delgada en la muestra (del orden de 10 a 50 micrones) y por lo tanto puede considerarse que las tensiones medidas son siempre tensiones superficiales.
- 3) Naturaleza de las tensiones medidas: Las tensiones elásticas o macro-tensiones son las únicas detectadas por el método de rayos X pues ellas producen cambios homogéneos de los parámetros de red que se traducen en variaciones de los ángulos de difracción.
- 4) Area irradiada: La sección transversal del haz primario depende de la técnica utilizada. En el método fotográfico las mediciones se realizan sobre un área de 1 a 2 mm<sup>2</sup> aproximadamente. En el caso del difractómetro la zona irradiada es mucho mayor, del orden de 40 a 50 mm<sup>2</sup>.
- 5) Tensiones principales: La medición de  $\sigma_\phi$  no requiere el conocimiento del ángulo a azimutal  $\phi$  que forma con las tensiones principales  $\sigma_1$  y  $\sigma_2$ . El método de rayos X permite también la determinación de  $\sigma_1$  y  $\sigma_2$  separadamente, en magnitud y dirección (consultar libro de H. Taylor).

## II.3 Técnicas experimentales

### II.3.1. Método fotográfico

En la técnica fotográfica la determinación de los espaciados interplanares se realiza mediante diagramas de Debye-Scherrer obtenidos por reflexión. Un haz de rayos X, monocromático y de sección pequeña, incide sobre la superficie de la muestra y los haces difractados se registran en una película fotográfica colocada a una distancia de 3 a 5 cm. Las muestras policristalinas deben ser de grano fino (10 a 20  $\mu$ ) para evitar el efecto de punteado en los diagramas de Debye-Scherrer.

En la Fig. 3 se muestra esquemáticamente el montaje experimental. La

determinación de  $d_{\perp}$ , ésto es el espaciado de los planos paralelos a la superficie, se realiza haciendo incidir el haz de rayos X bajo un ángulo  $\theta$ . Para ello la muestra se debe rotar un ángulo  $(90-\theta)$  respecto de la vertical, como se indica en la figura 3a; de esta manera los planos paralelos a la superficie son los que contribuyen a la formación de la parte superior del anillo de difracción. En la exposición inclinada, para determinar  $d_{\phi\psi}$ , la muestra debe rotarse un ángulo  $\psi$   $(90-\theta)$  como se indica en la figura 3b.

Ahora bien, como el espaciado de una familia de planos (hkl) no es constante bajo la influencia de una tensión  $\sigma_{\phi}$ , sino que depende de la inclinación  $\psi$ , fórmula (6), el anillo de difracción aparece ligeramente decentrado puesto que los planos que contribuyen a la parte superior son afectados en magnitud diferente en comparación a los que contribuyen a la parte inferior.

En la figura 4 vemos justamente que si  $d_1$ , es mayor que  $d_2$ , de acuerdo a la ley de Bragg será:

$$2\theta_1 < 2\theta_2$$

y por lo tanto los radios correspondientes serán:

$$r_1 > r_2$$

En las experiencias el valor de  $r_1$  es justamente la cantidad que interesa conocer. El centro del diagrama debe determinarse entonces previamente, registrando un diagrama de una sustancia conocida, libre de tensiones, lo cual permite determinar también la distancia muestra-film.

Para ello se utiliza corrientemente una muestra de limaduras de Ag recocida cuyo parámetro de red se conoce con precisión.

### II.3.2. Método del difractómetro

La utilización del difractómetro de polvo ofrece algunas ventajas sobre los métodos fotográficos aunque tiene limitaciones en cuanto al tamaño de la muestra.

En condiciones normales de funcionamiento, la dirección perpendicular a la superficie de la muestra bisecta el ángulo formado por el haz incidente y el haz difractado, figura 5a. La medición del ángulo de difracción proporciona directamente el valor de  $\theta_{\perp}$  ya que los planos (hkl) que participan en la formación de una línea en el difractómetro son siempre paralelos a la superficie de la muestra.

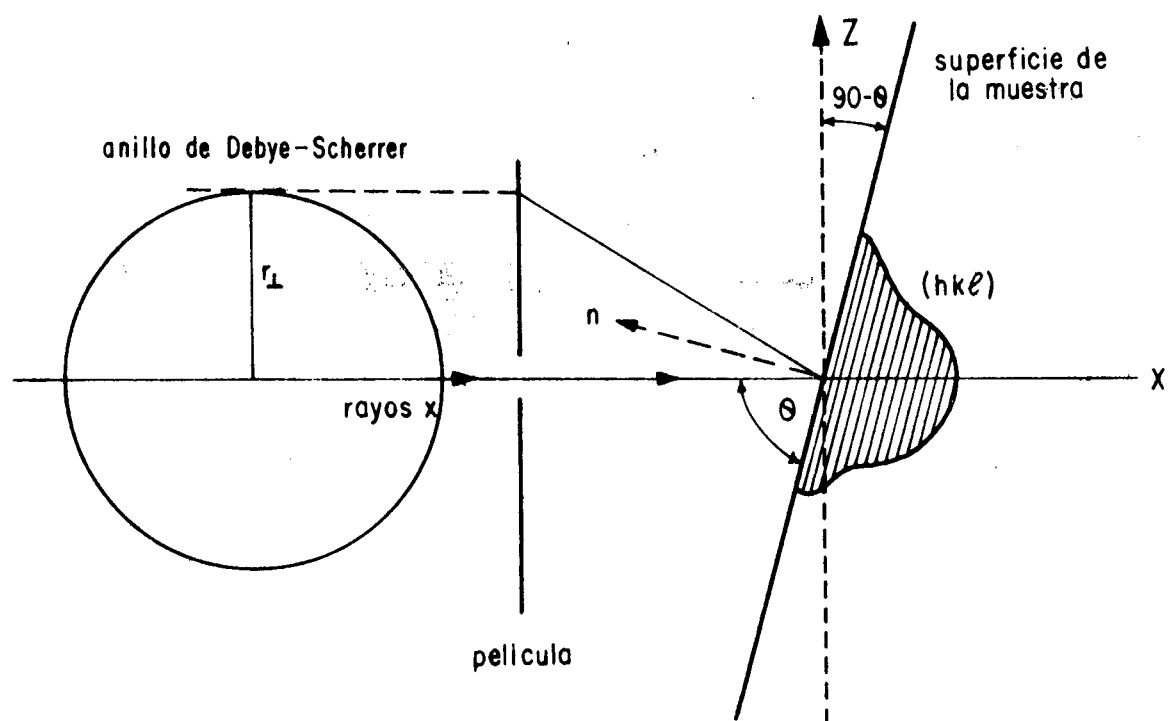


FIG. 3a: Medición del espaciado  $d_{\perp}$  de la familia de planos paralela a la superficie. El haz incidente forma un ángulo  $\theta$  con la superficie de la muestra.

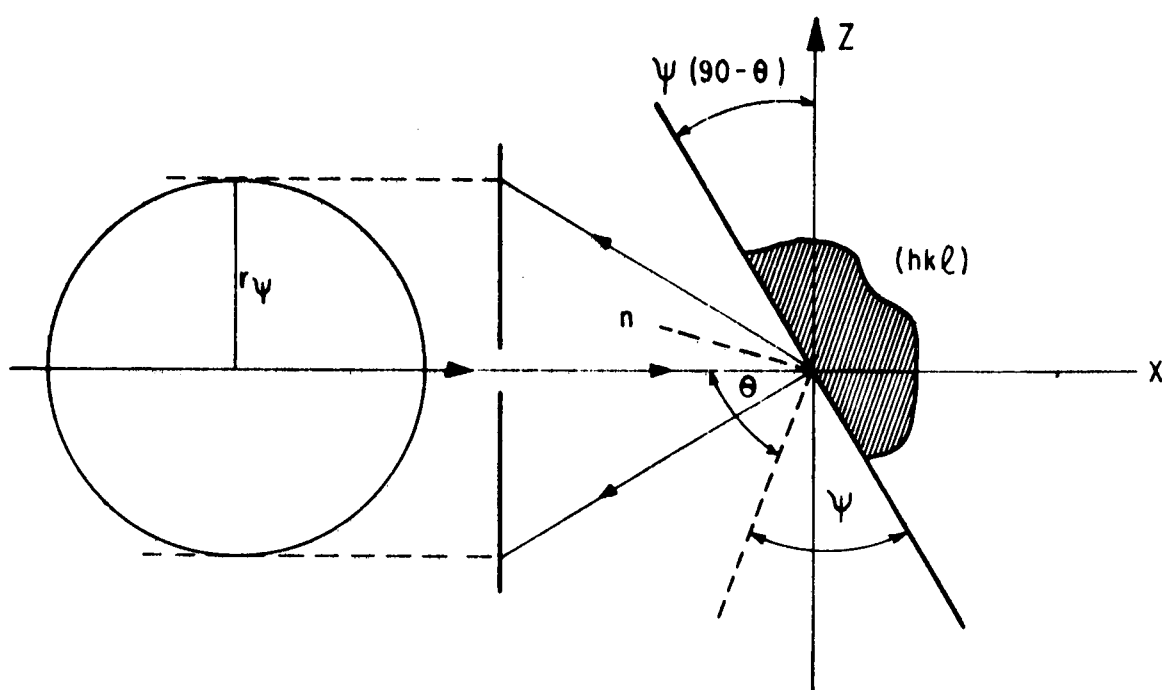


FIG. 3b: Determinación del espaciado  $d_\psi$  de la familia de planos  $(hkl)$  inclinada en ángulo  $\psi$  respecto de la superficie. El haz incidente forma un ángulo  $\theta + \psi$  con respecto a la misma.

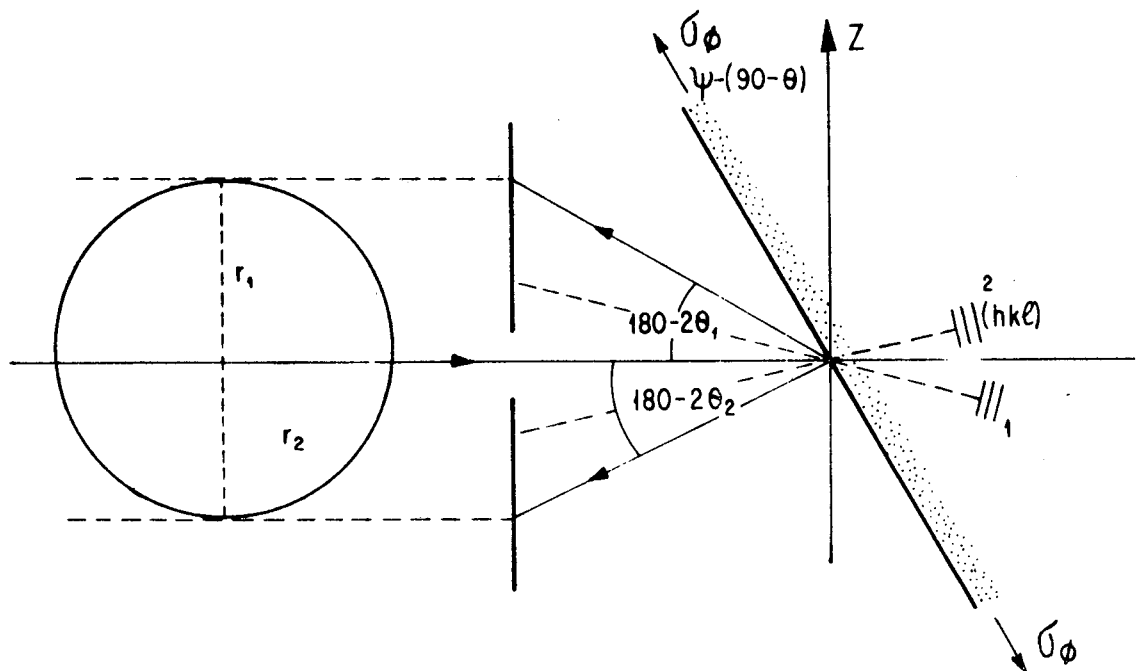


FIG. 4: En la posición inclinada el anillo de Debye Scherrer aparece ligeramente decentrado, ésto es  $r_1 > r_2$ . Los planos 1 están orientados más favorablemente a la acción de la tensión  $\sigma_\phi$  y por lo tanto su espaciado es mayor que el de los planos 2, con lo cual resulta  $2\theta_1 < 2\theta_2$ .

Para determinar el valor de  $\theta_\psi$  la muestra debe rotarse en un ángulo respecto de la posición original, figura 5b. En estas condiciones, para mantener la geometría de focalización, el contador debe acercarse hacia el centro del goniómetro una cantidad  $r$ :

$$r = R \left\{ 1 - \frac{\sin(\theta - \psi)}{\sin(\theta + \psi)} \right\} \quad (10)$$

donde  $R$  es el radio original del círculo del goniómetro.

### II.3.3. Utilización del método. Algunas aplicaciones

En los casos donde ha sido posible realizar simultáneamente mediciones con técnicas de rayos X y métodos mecánicos, el acuerdo de los resultados ha sido muy satisfactorio (M. Macherauch, 1966). El método difracción ha dado pruebas de ser una herramienta sumamente útil, tanto en la resolución de problemas metalúrgicos como así también en el desarrollo de la investigación básica.

Para elegir correctamente la técnica de rayos X a utilizar, es necesario tener en cuenta fundamentalmente el objetivo del trabajo y además el tiempo que será dedicado a las mediciones experimentales, pues del balance de estos factores dependerá la precisión de los resultados. Deberá tenerse en cuenta también el tipo de muestra, tamaño, características estructurales, dificultades de alineación, etc.

La elección de la técnica fotográfica se basa fundamentalmente en la posibilidad de estudiar probetas de cualquier tamaño. Además, como la sección del haz primario es muy pequeña ( $\approx 1 \text{ mm}^2$ ) esto permite realizar un análisis "puntual" de la probeta, que puede ser particularmente útil cuando existen fuertes gradientes de tensiones residuales.

Existen varias firmas comerciales fabricantes de unidades portátiles que permiten medir tensiones residuales "in situ". Estos equipos son también muy útiles en el laboratorio donde los tubos fijos de los equipos convencionales de difracción hacen muy difícil el estudio de piezas grandes.

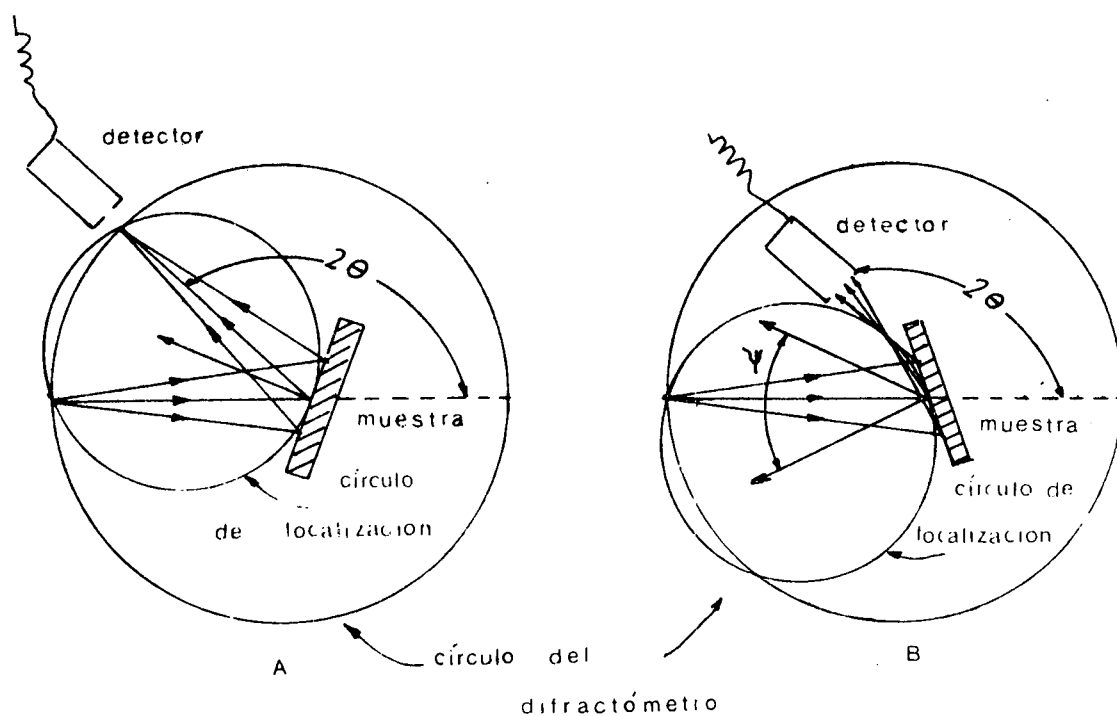


FIG. 5: Modificación de la geometría del difractómetro para la determinación de tensiones residuales.

- a) En condiciones normales de trabajo el haz difractado converge sobre un punto determinado por los círculos de focalización y del difractómetro.
- b) La muestra ha rotado un ángulo  $\psi$  respecto de la posición original. El contador debe acercarse hacia el centro del goniómetro para mantener la geometría de focalización.

Las características de estos equipos portátiles son las siguientes: Permiten girar conjuntamente el tubo de rayos X y la cámara alrededor de un eje horizontal, figura 6, de manera que no es necesario rotar la probeta para lograr el ángulo  $\psi$  elegido. Algunas de ellas permiten cambiar el film sin desalinear la cámara y hacer oscilar la película en un ángulo de 10 grados para disminuir el efecto de punteado que se presenta cuando el tamaño de grano es demasiado grande.

En general, las cámaras comerciales están diseñadas de manera que su geometría satisface condiciones en focalización. Esto significa que el haz primario que incide sobre la muestra no es un haz paralelo, figura 7a, sino con una divergencia controlada de modo que los haces difractados convergen en un foco sobre la película fotográfica, figura 7b. Esta geometría mejora sensiblemente la definición de las líneas de difracción y es especialmente aconsejable para aquellos materiales que dan líneas anchas como en el caso de los aceros templados de alta dureza. En estos materiales la existencia de microdeformaciones está asociada con una variación inhomogénea del parámetro de red que produce un efecto de ensanchamiento en línea, como se muestra esquemáticamente en la figura 8.

Un ejemplo interesante de aplicación del método fotográfico es el estudio de tensiones alrededor de un cordón de soldadura. Sabemos que las macro tensiones surgen por deformaciones plásticas no uniformes que se manifiestan por cambios inhomogéneos de forma y volumen. La soldadura es un proceso que produce estos efectos y puede introducir por lo tanto un estado de tensiones residuales. En la figura 9 se muestran los resultados obtenidos por Murakami (1964) en soldaduras de planchuelas de un acero de bajo carbono. Las medidas han sido realizadas por el método de rayos X y por el método de taladrado y puede observarse que existe un acuerdo excelente entre los resultados obtenidos por ambas técnicas.

La utilización del difractómetro a su vez impone serias limitaciones sobre el tamaño y forma de la muestra pero resulta muy útil en los trabajos donde se requiere mayor precisión. La zona irradiada es mucho mayor que en la técnica fotográfica y puede llegar a un área de 45 mm<sup>2</sup>. Por esta razón la técnica es aplicable al estudio de macro tensiones uniformes en superficies planas.

Citaremos aquí un ejemplo muy interesante que muestra las posibilidades del método de rayos X en el estudio básico de ciertos procesos. El cementado es un tratamiento térmico que introduce un estado superficial de tensiones de compresión que son las responsables del endurecimiento del material.

La medición de tensiones en función de la profundidad, (M. Miller, 1964), demostró que existe una estrecha correlación entre las tensiones residuales y el contenido de austenita no transformada y que el máximo de tensión no se produce en la superficie sino a 3/5 de la distancia adonde la austenita retenida toma su valor constante, figura 10.

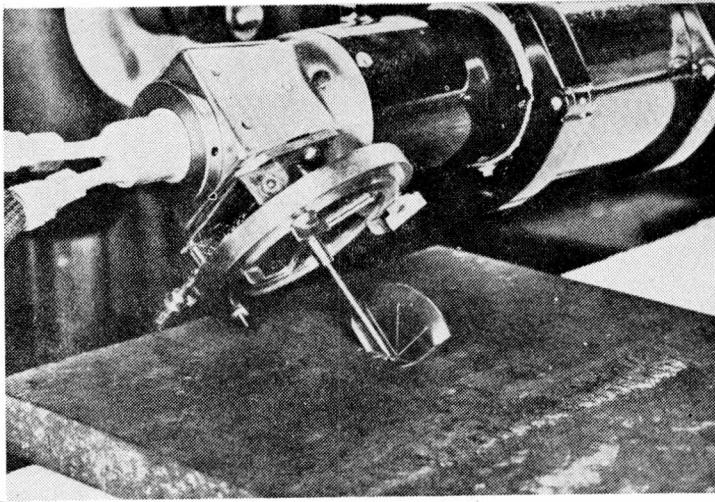


FIG. 6: (CULLITY pag. 443). Montaje para medición de tensiones residuales en piezas grandes. La cámara está adosada al tubo que gira el ángulo  $\psi$  deseado. Puede verse una prolongación que se agrega al colimador para medir la distancia muestra-film.

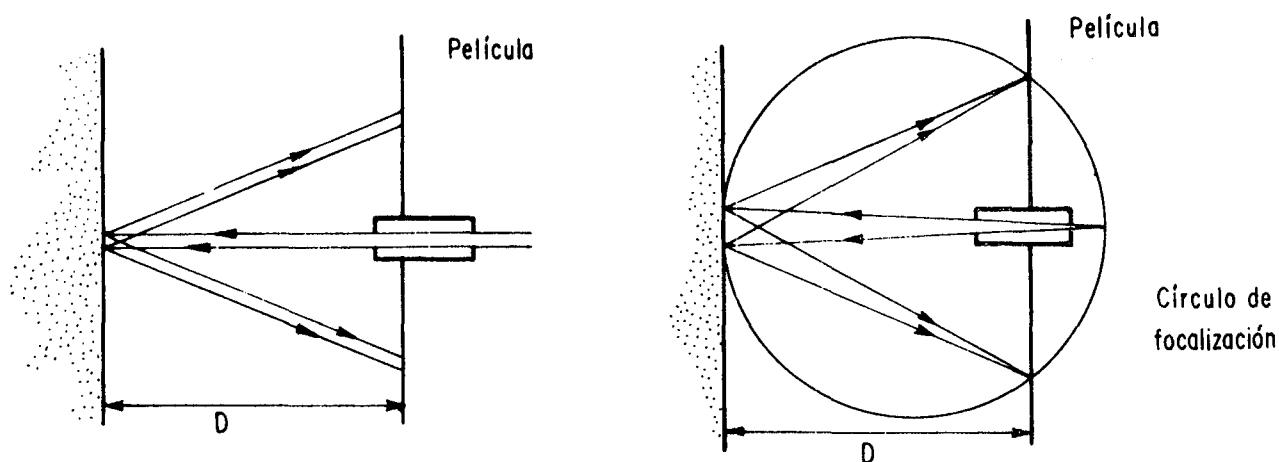


FIG. 7 : a) Montaje corriente de una cámara de difracción en reflexión.  
 El haz incidente está formado por rayos paralelos.  
 b) Geometría de focalización. El haz primario es divergente y  
 los haces difractados convergen en el círculo de focalización.

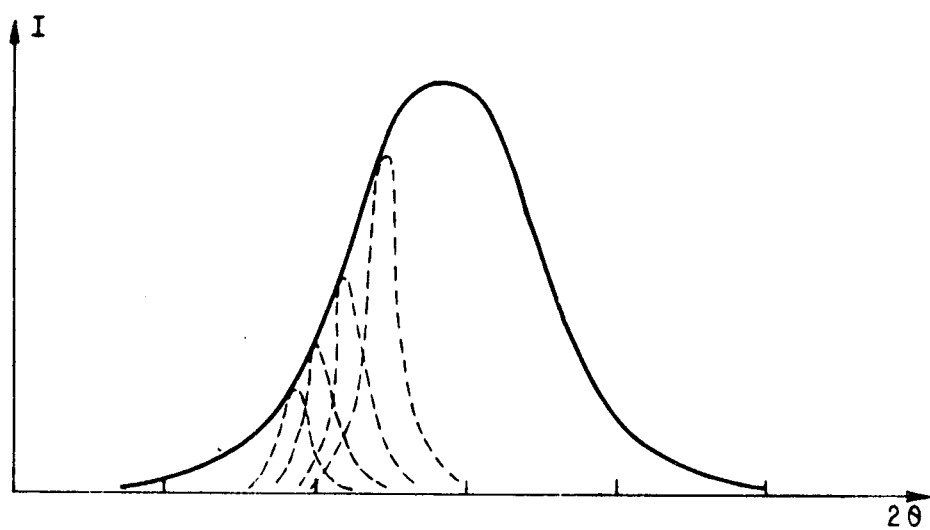


FIG. 8: Efecto de las microtensiones sobre el pico de difracción. Cada componente corresponde a conjuntos de dominios de difracción con diferente parámetro de red.

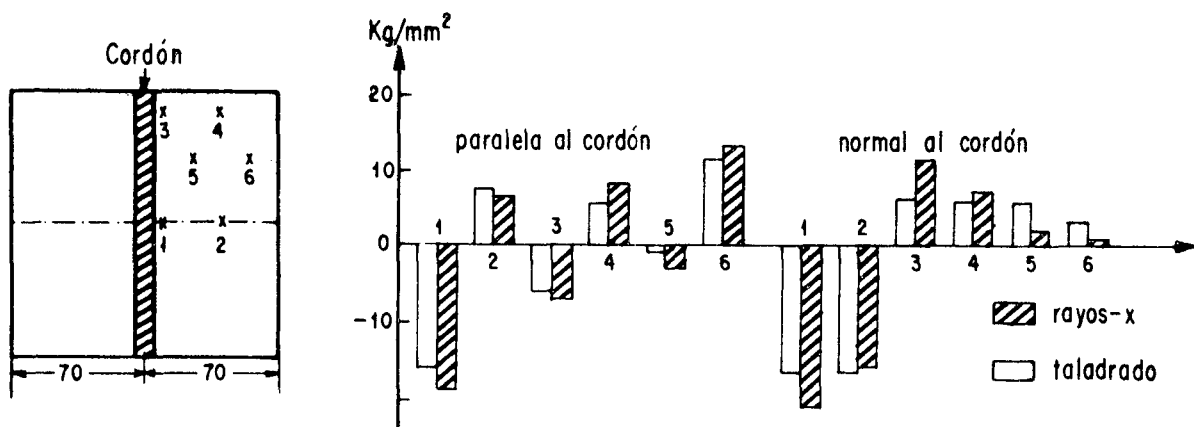


FIG. 9: Comparación de un método mecánico con el de difracción de rayos X en la medición de tensiones residuales en seis puntos cercanos a un cordón de soldadura.

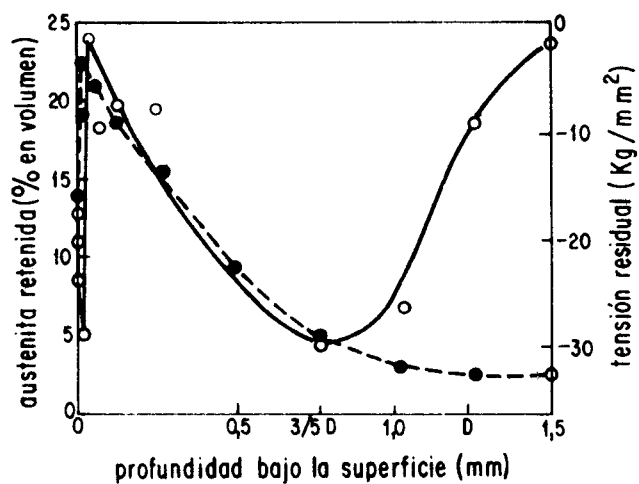


FIG. 10: Comparación de la distribución de tensiones residuales con el contenido de austenita retenida en la capa de carburización de un acero. Las curvas son muy parecidas hasta el punto de máxima tensión en compresión que corresponde a  $3/5$  de la distancia donde la austenita alcanza su valor constante. M. Miller (1964).

### III. PUESTA A PUNTO DEL METODO

#### III.1 Condiciones experimentales

En la medición de tensiones residuales mediante rayos X existe un conjunto de factores experimentales que influyen sobre la precisión de la medida y que es necesario conocer para obtener un resultado satisfactorio.

##### a) Elección de la reflexión (hkl)

La expresión (9) puede ser expresada en la forma:

$$\sigma_{\phi} = \frac{E}{1+\nu} \frac{1}{\sin^2 \psi} \cotg \theta_{\psi} \cdot (\theta_{\perp} - \theta_{\psi})$$

o también

$$\sigma_{\phi} = K_E \cdot K_G (\theta_{\perp} - \theta_{\psi})$$

donde

$$K_E = \frac{E}{1+\nu}$$

y

$$K_G = \cotg \theta_{\psi} / \sin^2 \psi$$

Si se expresa ahora el error

$$\Delta \sigma_{\phi} = K_E \cdot K_G (\Delta \theta_{\perp} + \Delta \theta_{\psi})$$

vemos que la precisión de la medida de  $\sigma_{\phi}$  será tanto mayor cuanto más pequeño sean los factores  $K_E$  y  $K_G$ .  $K_E$  depende de las constantes elásticas del material y debe tomarse como referencia para elegir la constante  $K_G$ . Esta es función del ángulo de difracción  $\theta$  correspondiente a la familia de planos elegida y del ángulo de inclinación. Para materiales de módulo elástico bajo ( $E < 10 \text{ Kg/mm}^2$ ) el valor de  $K_G$  no es crítico pero para los casos en que  $E > 20 \text{ Kg/mm}^2$  entonces es necesario elegir en lo posible una reflexión (hkl) con un ángulo de difracción mayor que 140 grados y una inclinación  $\psi$  no menor de 45 grados. Estas condiciones son en general las más favorables en todos los casos y pueden lograrse eligiendo correctamente la longitud de onda de la radiación incidente.

### Preparación de la muestra

La técnica de difracción exige no solamente que la muestra sea policristalina sino además que el tamaño de grano sea suficientemente pequeño como para evitar el efecto de puntuado en los diagramas de rayos X.

Es importante recordar también que todos los factores que producen efectos de ensanchamiento de línea, como microtensiones por ejemplo, tienden a disminuir la precisión de los ángulos de difracción y aumentan el error en las tensiones medidas. Por lo tanto, la preparación de la superficie de la muestra requiere un cuidado especial. Esta debe ser plana, lisa y en lo posible libre de microdeformaciones.

Cuando la muestra ha sido desvastada mediante un pulido mecánico, siempre es necesario un pulido químico final para eliminar la zona superficial deformada. La existencia de rugosidades en la superficie de la muestra no sólo produce pérdida de intensidad sino que puede falsear los resultados obtenidos. Como se indica en la figura 11, los puntos salientes de la superficie son los que más contribuyen al diagrama en la posición inclinada y éstos pueden tener tensiones distintas del resto del material.

### Penetración de los rayos X

Como la mayoría de las muestras metálicas absorben fuertemente la radiación X, la información de tensiones residuales corresponde en general a una capa muy delgada de la superficie de la muestra. La absorción de los rayos X depende de la naturaleza del material, de la longitud de onda de la radiación y decae exponencialmente con la distancia de penetración.

Para una experiencia por reflexión, la fracción  $G(x)$  de intensidad difractada por una muestra de espesor  $x$  en relación a una muestra masiva de espesor infinito es (B. Cullity):

$$G(x) = 1 - e^{-kx} \quad k = \mu \left( \frac{1}{\sin(\theta - \psi)} + \frac{1}{\sin(\theta + \psi)} \right)$$

donde  $\mu$  es el coeficiente lineal de absorción.

El espesor vale entonces:

$$x_p = \frac{1}{k} \ln \left( \frac{1}{1 - G(x)} \right)$$

y si definimos como espesor de penetración  $x_p$  aquél del cual proviene el 90%

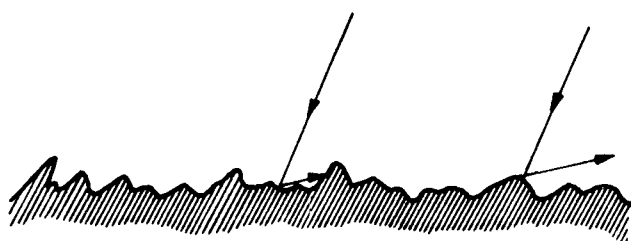


FIG. 11: La rugosidad de la superficie es un grave inconveniente. Introduce un error en la orientación de los planos con respecto a la superficie y además los efectos de sombra disminuyen la intensidad del haz difractado, especialmente en la posición inclinada.

de la intensidad difractada se obtiene:

$$x_p = \frac{1}{k} \ln \left( \frac{1}{1 - .9} \right) = \frac{2.3}{k}$$

o bien

$$x_p = \frac{2.3}{\mu \left( \frac{1}{\sec(\theta - \psi)} + \frac{1}{\sec(\theta + \psi)} \right)}$$

Vemos aquí que  $x_p$  aumenta con el ángulo  $\theta$  y disminuye con la inclinación  $\psi$  pero en todos los casos la distancia de penetración resulta muy pequeña.

En la Tabla I se muestran los valores del coeficiente lineal en absorción  $\mu$  del Al y del Fe para distintas radiaciones y el valor del ángulo de Bragg  $\theta$  de las reflexiones que aparecen en la región angular  $\theta \approx 80$  grados. En la Tabla II se muestran las distancias de penetración  $x_p$  en las condiciones experimentales que se indican.

TABLA I

| Aluminio     |                       |     |                    | Hierro       |                       |     |                    |
|--------------|-----------------------|-----|--------------------|--------------|-----------------------|-----|--------------------|
| Rad.         | $\mu(\text{mm}^{-1})$ | hkl | $\theta(^{\circ})$ | Rad.         | $\mu(\text{mm}^{-1})$ | hkl | $\theta(^{\circ})$ |
| CuK $\alpha$ | 13.15                 | 333 | 81.27              | CuK $\alpha$ | 90.5                  | 211 | 78.04              |
| CoK $\alpha$ | 19.6                  | 420 | 81.07              | CoK $\alpha$ | 46.8                  | 310 | 80.7               |

TABLA I: Coeficiente lineal de absorción de Al y Fe para radiación de Cu y Co. Posición de las líneas de difracción en la región angular  $2\theta \approx 80$  grados.

TABLA II

| $\psi$ hkl | Aluminio (CuK $\alpha$ ) |          | Hierro (CoK $\alpha$ ) |          |
|------------|--------------------------|----------|------------------------|----------|
|            | 333                      | 420      | 211                    | 310      |
| 0°         | 86 $\mu$                 | 57 $\mu$ | 12 $\mu$               | 24 $\mu$ |
| 45°        | 52 $\mu$                 | 34 $\mu$ | 7 $\mu$                | 14 $\mu$ |

TABLA II: Distancias de penetración para Al y Fe en las condiciones experimentales que se indican.

Vemos entonces efectivamente que el análisis de tensiones residuales corresponde a una capa superficial muy delgada de la muestra y puede aceptarse como válida la hipótesis de que la tensión normal a la superficie es nula.

Para los casos que presentan fuertes gradientes de tensiones hacia el interior del material se han desarrollado métodos de corrección, Moore, Evans (1958), Al Christenson (1956) que tienen en cuenta la variación de penetración en los rayos X con la inclinación de la muestra. En los ejemplos mostrados en la Tabla II vemos que estas diferencias llegan al 40%.

### Anisotropía elástica

El método de rayos X de medición de tensiones residuales está basado en la teoría elástica de la elasticidad en la cual la isotropía es una hipótesis fundamental.

Sin embargo, sabemos que los materiales cristalinos exhiben un comportamiento anisotrópico en sus propiedades físicas. En el caso de policristales en cambio estos efectos se ven muy atenuados pero siempre serán una fuente de error en nuestras medidas. Para monocristales de Fe por ejemplo el módulo elástico puede variar hasta un 50% para distintas direcciones, mientras que en policristales con tamaño de grano menor que 50  $\mu$  esta variación llega sólo a un 20%.

A pesar de la existencia de cálculos teóricos de las constantes elásticas

en función de la dirección cristalográfica, lo más conveniente es utilizar valores experimentales correspondientes a la misma familia de planos que se utilizará en las experiencias de rayos X. La determinación de la constante  $K_E$  se puede realizar de la siguiente manera:

- 1) Se tensiona la probeta en forma estrictamente uniaxial.
- 2) Se mide la deformación con strain-gage y se calcula la tensión  $\sigma$  con el valor de  $E$  que se usa habitualmente ( $E$  masivo).
- 3) Para cada valor de la tensión se determina  $d_{\perp}$  y  $d_{\psi}$  mediante rayos X.
- 4) Finalmente se grafica  $\sigma$  en función de  $(d_{\psi}-d_{\perp})/d_{\perp}$  y de acuerdo con la fórmula (6) se obtiene  $K_E$  de la pendiente de la recta.

En la Tabla III (Taylor, pág. 748) se comparan los valores de  $K_E$  (masiva) con los obtenidos mediante el método anterior para el caso del hierro, aluminio y un acero de bajo carbono.

Cuando no es posible realizar la experiencia indicada es conveniente elegir aquella familia de planos (hkl) con un valor de  $K_E$  lo más próximo posible al valor masivo, como sucede con la línea (211) para el  $Fe_{\alpha}$  y el acero SAE-1070.

TABLA III

| Material         | Método de Medida | $K_E$ ( $Kg/mm^2$ ) |
|------------------|------------------|---------------------|
| Hierro- $\alpha$ | Mecánico         | 16273               |
|                  | 310 Co $K\alpha$ | 14163               |
|                  | 211 Cr $K\alpha$ | 17762               |
| Aluminio         | Mecánico         | 4587                |
|                  | 420 Co $K\alpha$ | 4329                |
| Acero SAE 1070   | Mecánico         | 16776               |
|                  | 310 Co $K\alpha$ | 13968               |
|                  | 211 Cr $K\alpha$ | 16416               |

### III.2 Errores

La causa principal de los errores en la medición de tensiones residuales proviene de la determinación de la posición de los máximos de difracción. En general es muy frecuente que las macrotensiones se presenten superpuestas a un estado de microtensiones que provoca un ensanchamiento de línea, haciendo mucho más difícil la lectura del diagrama.

La constante  $K_E$  se conoce con un cierto error debido a la anisotropía elástica, y este factor, también contribuye a disminuir la precisión de la medida. La inclinación  $\psi$ , aunque en menor grado, también es una fuente de error.

#### Método de dos exposiciones

De acuerdo con la fórmula (6) el error de medida de la tensión se puede expresar en la forma:

$$\Delta\sigma_\phi = \frac{d_\psi - d_\perp}{d_\perp} \cdot \Delta K + K \cdot \Delta\left(\frac{d_\psi - d_\perp}{d_\perp}\right) \quad (11)$$

donde se ha llamado

$$K = K_E / \sin^2 \psi$$

Aquí vemos que la contribución de los errores asociados a la constante  $K$  (primer término) es proporcional a  $(d_\psi - d_\perp)/d_\perp$  y por lo tanto depende del nivel de tensiones existentes en el material. En consecuencia, cuando se trata de tensiones residuales altas hay que tener especial cuidado en la elección del valor de  $K$  y en particular de la constante elástica  $K_E$  pues el error asociado a la inclinación  $\psi$  es en general muy pequeño.

Por ejemplo, supongamos que para un acero SAE 1070 sea  $(d_\psi - d_\perp)/d_\perp = 0,1\%$  con  $\psi = 45^\circ$ . Esta deformación corresponde a una tensión residual

$$\sigma = 35 \text{ Kg/mm}^2$$

Si consideramos un error global del 10% para la constante  $K$ , resulta:

$$\frac{d_\psi - d_\perp}{d_\perp} \cdot \Delta K = 1.6 \text{ kg/mm}^2$$

es decir que el primer término de la fórmula (11) contribuye con un error del 4,6%.

Consideremos ahora el otro término que se puede expresar en la forma:

$$K \cdot \Delta \left( \frac{d_{\psi} - d_{\perp}}{d_{\perp}} \right) = K \cdot (d_{\perp} / d_{\psi}) \cdot \left( \frac{\Delta d_{\psi}}{d_{\psi}} + \frac{\Delta d_{\perp}}{d_{\perp}} \right)$$

En la técnica fotográfica, por ejemplo, una medición muy precisa de la posición en los anillos de difracción difícilmente conduzca a un error  $\Delta d/d$  menor que  $10^{-4}$ .

De aquí resulta:

$$K \cdot \Delta \left( \frac{d_{\psi} - d_{\perp}}{d_{\perp}} \right) \approx 6.6 \text{ kg/mm}^2$$

lo cual significa una contribución al error del 19% aproximadamente.

En cambio, en el caso del difractómetro, debido a la gran precisión de este instrumento, este error puede llegar a ser del mismo orden que el primer término de la fórmula (11), esto es  $\approx 5\%$ .

### Método del $\sin^2 \psi$

La aplicación de este método conduce sin duda a resultados más precisos pues la tensión  $\sigma_{\phi}$  se calcula a partir de la pendiente del gráfico  $(d_{\psi} - d_{\perp})/d_{\perp}$  en función de  $\sin^2 \psi$  de acuerdo a la fórmula (7). El error de la pendiente surge de la dispersión de los puntos experimentales a lo largo de la recta, más allá de los errores asociados a cada punto. Estos errores entran como pesos estadísticos de medición que deben ser tenidos en cuenta al calcular la recta que mejor ajuste los puntos experimentales.

Ahora bien, si llamamos  $m$  a esta pendiente

$$m = \sigma_{\phi} / K_E, \quad \sigma_{\phi} = m K_E$$

entonces:

$$\Delta \sigma_{\phi} = m \Delta K_E + K_E \Delta m$$

Aquí tenemos una expresión equivalente a la fórmula (11) con la diferencia que ahora los dos términos pueden ser del mismo orden. El método del  $\sin^2 \psi$  disminuye el efecto de los errores asociados a la medida de los ángulos de difracción y puede afirmarse que su aplicación con técnicas fotográficas conduce a un error de  $\sigma_{\phi}$  inferior al 10%. Con difractómetro este error puede ser sensiblemente menor.

### III.3 Experiencias realizadas

#### III.3.1. Técnica fotográfica

##### Condiciones Experimentales y Procedimiento:

El objeto de estas experiencias fué realizar una calibración del método, midiendo las tensiones residuales en una probeta con rayos X y simultáneamente por métodos mecánicos.

Como en nuestro laboratorio no se dispone de cámaras especiales para medir tensiones residuales, en este ensayo se utilizó una cámara de Laue marca General Electric que permite obtener diagramas de Debye-Scherrer en reflexión con distintas inclinaciones de la muestra. El colimador de esta cámara tiene 57 mm de largo con una apertura de 1 mm de diámetro.

Se utilizó radiación de  $\text{CuK}_\alpha$  para obtener la línea (333) del aluminio que aparece en  $\theta = 81,3^\circ$  lo cual resulta en un valor pequeño de  $K_G$ . Se operó a 40 Kv y 20 mA con filtro de Ni.

La probeta fué preparada a partir de una chapa de aluminio de pureza industrial de 1 mm de espesor. Su forma se ilustra en la figura 12. Se utilizó una pequeña máquina de tracción montada en el portamuestra de la cámara de rayos X que permite tensionar la muestra uniaxialmente y registrar al mismo tiempo los diagramas de difracción. El montaje experimental se muestra en la figura 13. La deformación de la muestra fué medida con un strain-gage pegado en la cara posterior a la de incidencia de los rayos X.

El centro de los diagramas de difracción y la distancia muestra-película fué determinada en cada caso utilizando una muestra patrón de limaduras de Ag pura (99,999%) pasadas por un tamiz de 30 micrones y recocidas 5 minutos a  $100^\circ\text{C}$ . La preparación de esta muestra se realizó esparciendo las limaduras de Ag entre dos trozos de cinta adhesiva transparente.

El análisis fué realizado registrando las reflexiones (333) tanto del aluminio como de la Ag, que para una distancia nominal muestra-film de 30 mm corresponden anillos de Debye-Scherrer de 9 y 13 mm respectivamente.

El procedimiento de medición fué el siguiente:

- 1) El anillo de Ag se registra en dos exposiciones inclinadas  $\psi = \pm 30$  grados como se muestra en la figura 14 lográndose de esta manera mejorar la definición de la línea. Esta operación se realiza cubriendo alternativamente con una máscara de plomo la mitad inferior y la mitad superior del diagrama.

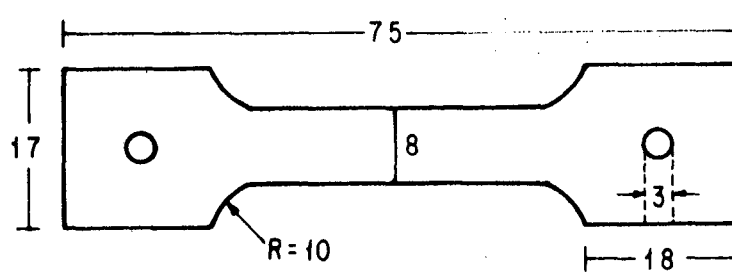


FIG. 12: Dimensiones de la probeta de Al utilizada en la técnica fotográfica

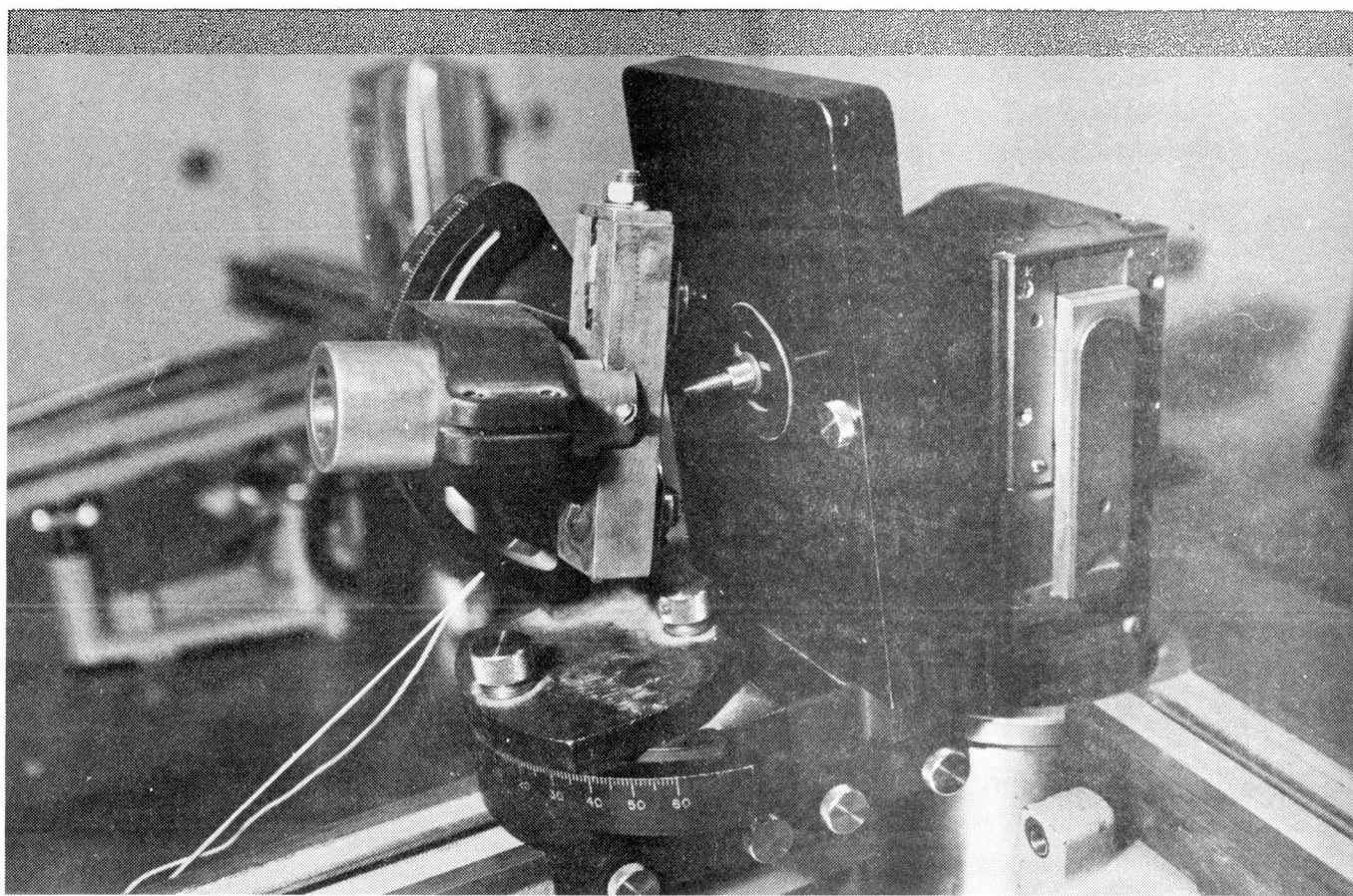
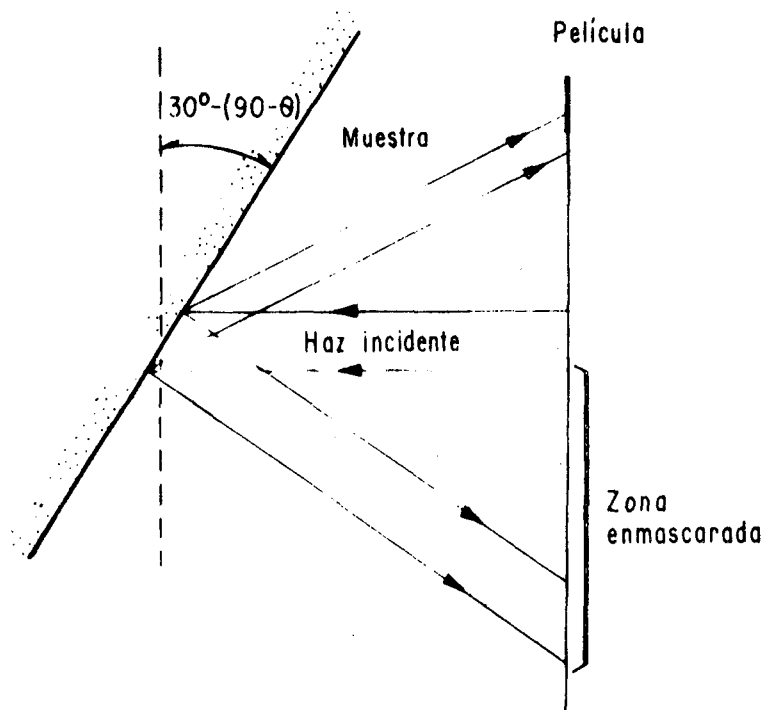
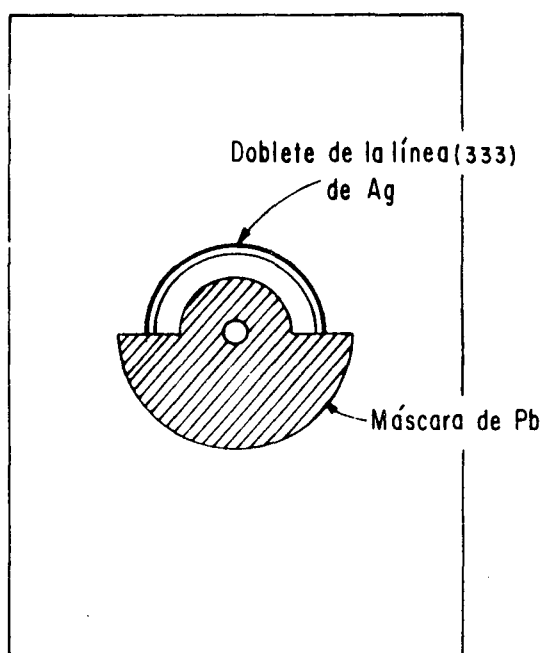


FIG. 13: Montaje utilizado en la técnica fotográfica para medir tensiones en una probeta de Al. Se puede observar la cámara de Laue con la máscara protectora de los anillos de Ag y el colimador agregado. El portamuestra tiene montado la máquina de tracción utilizada.



a



b

FIG. 14: Obtención del diagrama de la sustancia patrón mediante dos exposiciones inclinadas.

- La definición de la línea de difracción aumenta con la inclinación de la muestra.
- La máscara de plomo tapa alternativamente la mitad superior e inferior del diagrama.

- 3) Posteriormente se cubre la zona expuesta con otra máscara como se muestra en la figura 15 y se procede a registrar el diagrama de la muestra de Al.

En nuestro caso se agregó un pequeño colimador de 15 mm de largo por 0,5 mm de apertura para afinar aún más la línea, figura 13. El tiempo de exposición del anillo de Ag fué de 20 minutos.

Los diagramas fotográficos fueron analizados con un fotodensitómetro con una velocidad de barrido tal que un milímetro sobre el papel registrador equivale a 0,024 mm sobre la película, esto es 0,05° en 20.

### Resultados

En la figura 16 se muestra un diagrama tipo y se reproduce el registro obtenido con el fotodensitómetro de las partes superiores de los anillos. Se puede observar un suave punteado en el anillo de Ag debido al tamaño de las limaduras de la muestra patrón. Para evaluar la sensibilidad de la técnica se realizaron dos series de experiencias: a) sin tensión aplicada b) con una tensión aplicada de 3,6 Kg/mm<sup>2</sup>.

En las figuras 17a y 17b se muestran los gráficos  $(d_{\psi} - d_{\perp})/d_{\perp}$  en función de  $\sin^2\psi$ . La determinación de  $\sigma_{\phi}$  se realizó ajustando los puntos experimentales por cuadrados mínimos. Para ello se utilizó un programa de cálculo basado en el método de Williamson, que permite obtener la pendiente de la recta y su error en función de la dispersión de los puntos experimentales.  $\sigma_{\phi}$  fué calculada con  $K_F = 4.400 \text{ Kg/mm}^2$ , valor promedio entre los que figuran en la Tabla III.

De acuerdo a los resultados obtenidos, Tabla IV, la diferencia de tensiones residual es medida es:

$$\sigma_{\phi} = -(4.1 \pm .5) \text{ kg/mm}^2$$

Los errores  $\Delta\{d_{\psi} - d_{\perp}/d_{\perp}\}$  fueron calculados por propagación a partir del error de apreciación y resultaron aproximadamente constante en todos los puntos.

Ahora bien, como la tensión aplicada fué:

$$\sigma_a = 3.6 \text{ kg/mm}^2$$

ésto indica que existe una diferencia de 0,5 Kg/mm<sup>2</sup> entre el valor medido

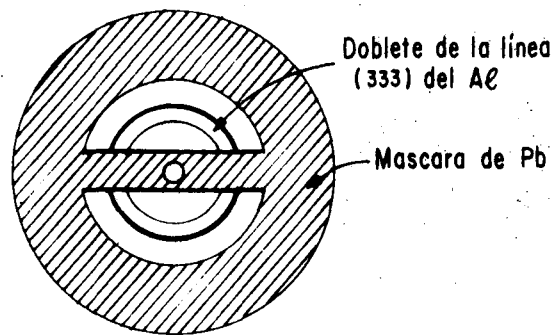


FIG. 15: Máscara de Pb utilizada durante la exposición del Al para proteger a los anillos de Ag ya registrados.

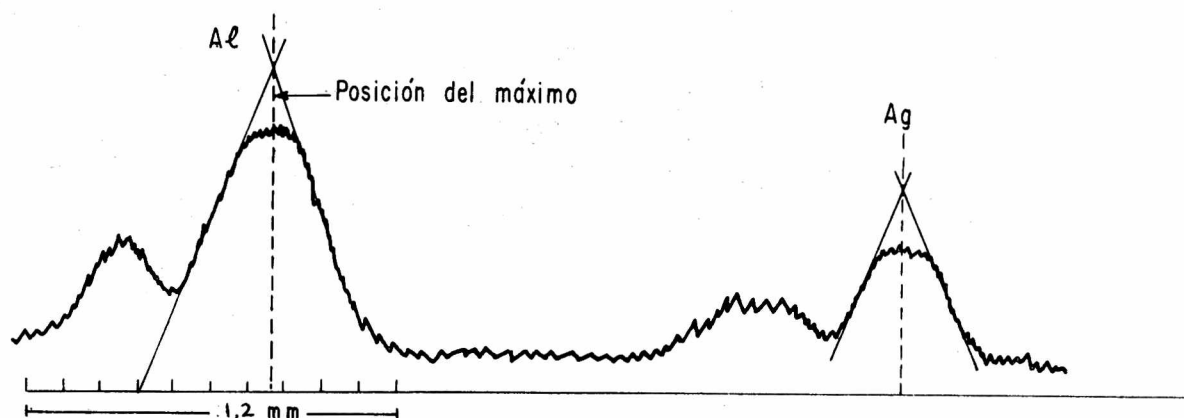
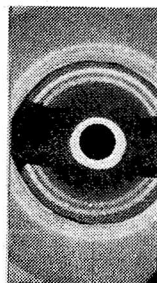


FIG. 16: Diagrama tipo y representación del registro fotodensitométrico del sector superior de los anillos. Se indica además la forma como se de terminó la posición de los máximos.

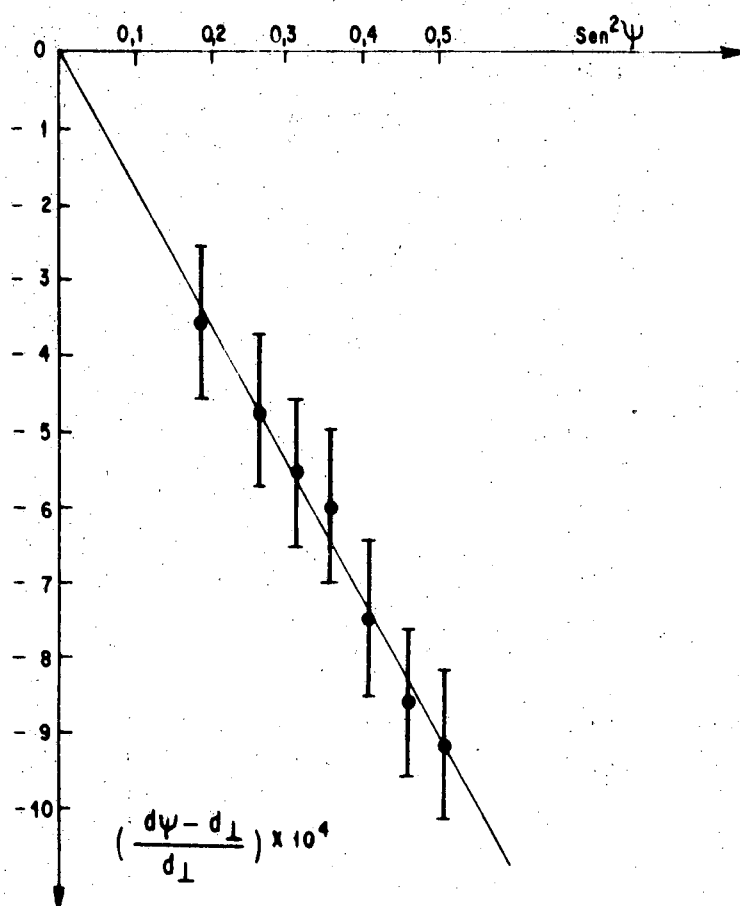


FIG. 17a: Representación de los resultados obtenidos con el método del  $\text{sen}^2 \psi$  utilizando la técnica fotográfica en la probeta de Al sin tensión aplicada.

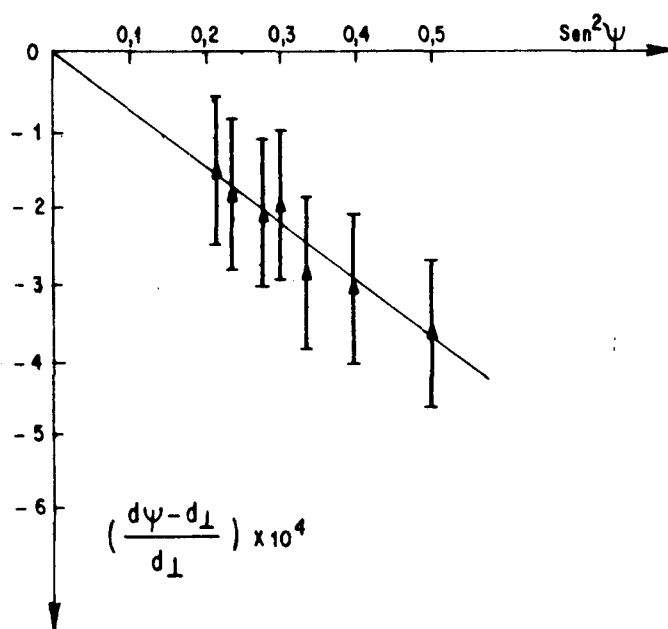


FIG. 17b: Representación de los resultados obtenidos con el método del  $\text{sen}^2 \psi$  utilizando la técnica fotográfica en la probeta de Al con tensión aplicada.

por strain-gauge y medido por rayos X. Vemos pues que el acuerdo de los resultados es muy satisfactorio sobre todo si se tiene en cuenta el error del método de difracción.

TABLA IV

|             | $\sigma_{\phi}$ Kg/mm <sup>2</sup> | $\Delta\sigma_{\phi}$ Kg/mm <sup>2</sup> |
|-------------|------------------------------------|------------------------------------------|
| Sin Tensión | - 7,5                              | 0,7                                      |
| Con Tensión | - 3,4                              | 0,8                                      |

### III.3.2. Método del difractómetro

El proceso de laminación en frío es una forma de trabajado mecánico que produce deformaciones inhomogéneas, haciendo fluir preferencialmente las capas superficiales del metal. Puesto que el interior del material se opone a dicho flujo el proceso resulta en el desarrollo de tensiones residuales en compresión en la superficie de la probeta y tensiones de tracción en el interior de la misma.

El objeto de estas experiencias fué detectar y medir las tensiones residuales superficiales en probetas de acero SAE 1008 deformadas por laminación en frío. Como en este caso se esperaban tensiones sensiblemente mayores que en el caso anterior se prefirió la utilización del difractómetro frente a la técnica fotográfica.

### Procedimiento experimental

Se prepararon siete probetas de 30x20 mm a partir de una chapa de acero SAE 1008 de 1 mm de espesor. Luego de un recocido de 30 minutos a 500°C para eliminar posibles tensiones existentes en el material original, las muestras fueron pulidas mecánicamente hasta papel 600 y terminadas con un pulido electrolítico. Una de las probetas recocidas fué reservada como material de referencia y las restantes fueron laminadas en frío con deformaciones 1.2, 3.4, 4.6, 8.1, 10.5 y 15%. Las imperfecciones superficiales introducidas por los rodillos de laminación fueron eliminadas posteriormente con un nuevo pulido.



El valor  $(2\theta)_m$  del máximo se calcula entonces

$$2\theta_m = 2\theta_0 + \frac{(I_+ - I_-) \Delta 2\theta}{2 \{2I_0 - (I_+ + I_-)\}}$$

donde el significado de los términos se muestra en la figura 18.

Las condiciones de focalización del difractómetro fueron las siguientes:

Ranura de divergencia y dispersión:  $1^\circ$

Ranura de detección: 0.1 mm

#### Resultados :

En la figura 19a se muestran los resultados obtenidos con la muestra libre de tensiones, esto es con la probeta recocida sin deformación. Los puntos experimentales han sido ajustados por cuadrados mínimos, utilizando nuevamente el método de Williamson para determinar la recta de regresión.

El error asociado a cada punto experimental fué calculado en función de las desviaciones "standard" de la posición de los máximos de difracción calculados por el método de la parábola. Para el cálculo de las tensiones residuales se utilizaron el valor de  $K_E$  que figura en la Tabla III:  $K_E = 16.400 \text{ Kg/mm}^2$ .

A partir de la pendiente del gráfico en la figura se obtuvo:

$$\sigma_\psi = 1,5 \pm 0,7 \text{ Kg/mm}^2$$

esto es, una tensión en tracción. Este valor de  $\sigma_\psi$  corresponde a un estado de tensiones muy pequeñas lo cual es razonable por tratarse de una probeta recocida. Por otra parte la posibilidad de medir tensiones tan bajas, aún con un error del 50%, es un índice de las excelentes condiciones experimentales.

En las probetas laminadas las mediciones se realizaron en todos los casos en la dirección transversal. En la figura 19b se muestran los resultados obtenidos con la probeta deformada un 15%. Se puede apreciar que a partir de  $\psi = 30$  grados existe una desviación sistemática de la linealidad mientras que para ángulos menores la correlación lineal de los puntos es sorprendente. En esta experiencia se puso de manifiesto la existencia de un gradiente muy alto en tensiones puesto que a medida que aumenta la inclinación  $\psi$  las rectas

trazadas desde el origen hasta los puntos correspondientes a  $\psi = 30$ , y  $45$  grados tienen pendientes cada vez menores; esto se verifica en una diferencia de penetración de tan solo  $10 \mu$ .

En base a estos resultados y a la baja dispersión de los puntos en la región lineal, las mediciones en las otras probetas se realizaron en base al método de dos exposiciones, con  $\psi = 0$  y  $\psi = 30$  grados.

Los resultados obtenidos se muestran en la figura 20 y comprueban la existencia de un estado de fuertes tensiones en compresión aún con deformaciones pequeñas. Se puede observar que apenas comenzada la deformación la tensión  $\sigma$  alcanza valor casi constante que aumenta lentamente con la deformación aplicada. Un comportamiento análogo, pero no en la dirección transversal sino en la dirección de laminación, ha sido observado en probetas de acero de mayor contenido de carbono (Prummer y Macherauch, 1965).

### Conclusiones:

La técnica de difracción de rayos X ofrece sin duda posibilidades excelentes para medir tensiones residuales en metales y aleaciones. Las propiedades más importantes del método son su naturaleza no destructiva, su carácter superficial y la precisión de la medida. Sin embargo, debemos señalar que las dimensiones y geometría de la muestra y su tamaño de grano pueden limitar la aplicación del método.

En nuestro caso particular, y con las facilidades que dispone nuestro laboratorio, la técnica fotográfica puede proporcionar resultados confiables si se utiliza el método del  $\text{sen}^2 \psi$  en combinación con el método de Williamson para determinar la pendiente y su error de la recta que mejor ajusta los puntos experimentales. De esta manera se ha podido comprobar que los resultados son reproducibles dentro de un error del 20%.

En el caso del difractómetro, en cambio, si bien el método del  $\text{sen}^2 \psi$  proporciona resultados más confiables, la técnica de dos exposiciones es suficiente para obtener una precisión aceptable, aparte de su mayor rapidez. En nuestras condiciones experimentales este método permite medir tensiones residuales con un error del 10% para un nivel de tensiones de  $10 \text{ Kg/mm}^2$  en un acero de bajo carbono.

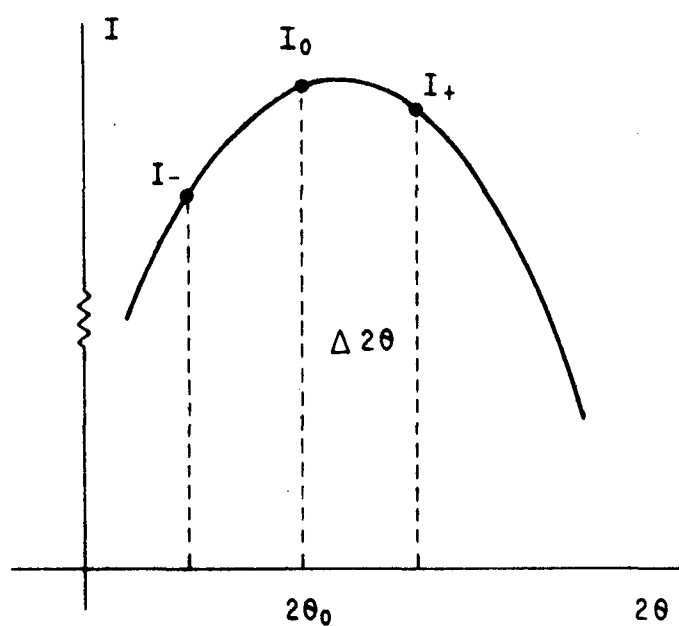


FIG. 18: Determinación del máximo de un pleo de difracción mediante el ajuste de una parábola por tres puntos que no difieren entre sí más de un 15%.

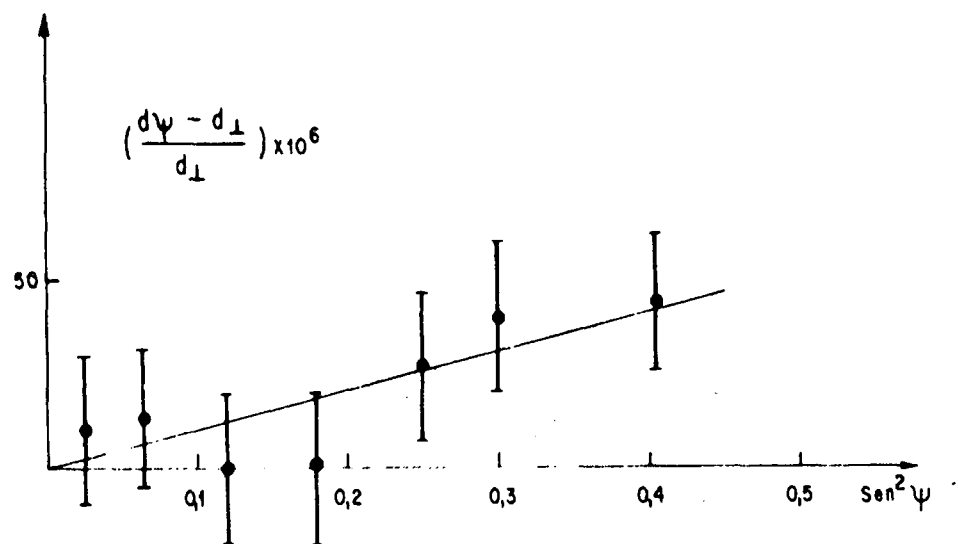


FIG. 19a: Resultados obtenidos con el difractómetro en la probeta de acero SAE 1008 recocida.

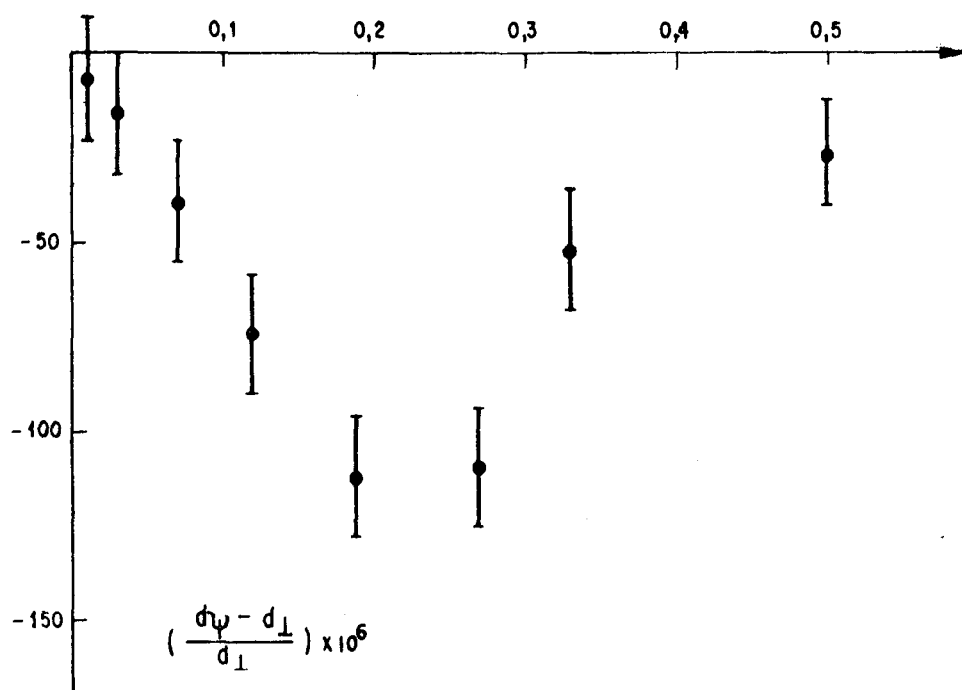


FIG. 19b: Representación de los resultados obtenidos con el método del  $\sin^2\psi$  mediante el difractómetro en la probeta de acero SAE 1008, laminada con una reducción del 15% en espesor.

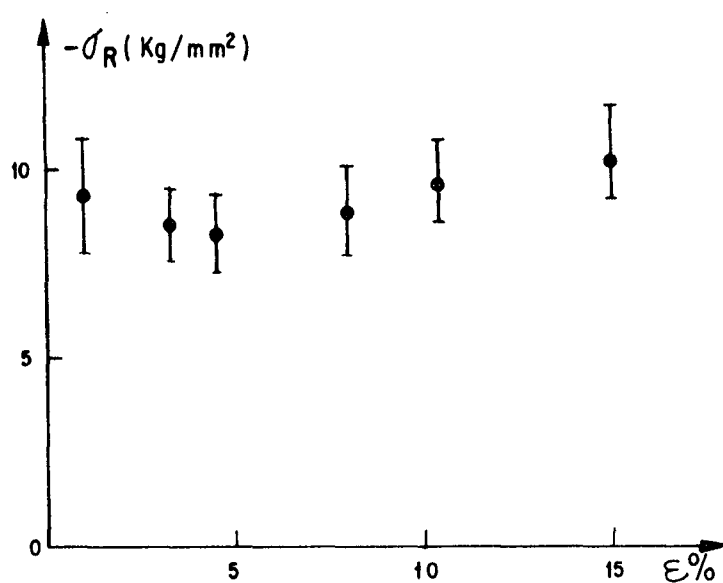


FIG. 20: Tensión residual en la dirección transversal en probetas de acero en función del porcentaje de deformación por laminación.

REFERENCIAS

- A.L. CRISTENSON, SAE TR-182 (pag. 120)
- R. CULLITY, "Elements of X Ray Diffraction", Addison Wesley, 1967.
- D. KIRK, Strain, Vol. 6 N°2 (1970).
- D. KOISTINEN, E. MARGURGER, ASM Trans. 51, 537 (1959) .
- E. MACHERAUCH, Exp. Mech., March (1966).
- M. MILLER, "Handbook of X Ray" (pág. 19-1) McGraw-Hill 1967.
- M. MOORE, W. EVANS, SAE Trans., Vol. 66 (pag. 340-345) (1958).
- K. MURAKAMI, Soc. Mat. Sec., Japan 13, 984 (1964).
- J. PRUMER, E. MACHERAUCH, Z. Naturforschg, 20 a 1369 (1965) ..
- J. NORTON, Mat. Evaluation, Feb. 1973.
- M. TAYLOR, "X Ray Metallography", J. Wiley (1961).
- S. TIMOSHENKO, T. GOODLER, "Theory of Elasticity", McGraw-Hill (1951)
- B. WARREN, "X Ray Diffraction", Addison Wesley (1968).
- J. WILLIAMSON, J. Can. Phys. 46, 1845, (1968).