



Efecto del Tiempo de Envejecido en la Estructura Cristalina y las Propiedades Mecánicas del Aluminio 6061

Andrés Felipe Bonilla Canizales
Lainer Fresned Gordillo Medina

Universidad Antonio Nariño
Facultad de Ingeniería Mecánica, Electrónica y Biomédica
Bogotá, Colombia
2020

Efecto del Tiempo de Envejecido en la Estructura Cristalina y las Propiedades Mecánicas del Aluminio 6061

**Andrés Felipe Bonilla Canizales
Lainer Fresned Gordillo Medina**

Proyecto de grado presentado como requisito parcial para optar al título de:
Ingeniero Mecánico

Director:

PhD Hernando Jiménez Forero

Línea de Investigación:

Ciencia y tecnología de materiales.

Semillero de Investigación:

Nanomat

Grupo de Investigación:

REM

Universidad Antonio Nariño

Facultad de Ingeniería Mecánica, Electrónica y Biomédica

Ciudad, Colombia

2020

*“Ya te lo he ordenado: ¡Sé fuerte y valiente!
¡No tengas miedo ni te desanimes! Porque el
Señor tu Dios te acompañará dondequiera
que vayas”*

Josué 1:9

Agradecimientos

Agradecer en primera instancia a Dios por bendecirnos con la oportunidad de estudiar y poder culminar la carrera.

Gracias a nuestros padres: por confiar y creer en nuestras capacidades, por los consejos y el apoyo incondicional.

Gracias a los profesores por transmitir sus conocimientos, en especial a nuestro director de proyecto de grado Hernando Jiménez por su gran aporte y compromiso al desarrollo de este proyecto de grado.

Finalmente, a todas las personas que directa o indirectamente nos ayudaron para lograr este anhelado sueño que ahora es una meta más cumplida.

Resumen

En este proyecto se realizó un análisis del efecto del tiempo de envejecido en la estructura cristalina y propiedades mecánicas de la aleación de aluminio 6061. El envejecido es una de las 3 etapas de las que consta una serie de tratamientos térmicos más complejo denominado bonificado. La secuencia que se usó en este trabajo fue: Primero, se elevó la temperatura para obtener una fase homogénea en la muestra a una temperatura de 530 °C durante 2 horas, esta etapa se denomina tratamiento de solubilización. En la segunda etapa, denominada temple, el material en estado de solución sólida se enfrió rápidamente en agua hasta la temperatura ambiente y se dejó reposar por 4 horas. En la tercera etapa, se calentó el material hasta una temperatura de 175 °C y se mantuvo a diferentes tiempos de envejecido.

Este proceso de envejecido también llamado maduración ha reportado mejorar las propiedades mecánicas del aluminio 6061 y produce cambios en su estructura cristalina. Los diferentes tiempos de maduración que se evaluaron fueron de 15 min, 90min, 8h y 18h. Los cambios en la resistencia a la tracción fueron analizados bajo la norma ASTM E8M. Así mismo se evaluó la variación de la dureza del material para diferentes tiempos de maduración, realizando ensayos de dureza de microindentación en escala Vickers bajo la norma ASTM E384. En ambas pruebas se evidenció que el máximo endurecimiento se logró a las 18 horas.

Se hizo análisis de los cambios en la estructura cristalina con la técnica de difracción de rayos X (DRX) con el que se obtuvieron los patrones de difracción, los cuales brindaron información referente al tamaño de cristalito, microdeformación de la red, parámetro de red y variación en el coeficiente de orientación cristalográfica, para cada tiempo de maduración. Para la caracterización de estos parámetros se usaron dos métodos para el análisis de los patrones de difracción: el método de Williamson-Hall y el refinamiento Rietveld. Se evidenció una tendencia a la disminución en el tamaño del cristalito, lo que sugiere un proceso de recristalización durante los tratamientos térmicos. Además, con el envejecido se redujo la microdeformación y la densidad de dislocaciones. Se realizó la simulación de la estructura cristalina del material y del patrón de difracción de la aleación a partir de sus datos cristalográficos en el software Vesta.

PALABRAS CLAVE: Aluminio (6061), propiedades mecánicas, refinamiento Rietveld, tratamientos térmicos, método Williamson-Hall, XRD.

Abstract

In this project, an analysis of the effect of aging time on the crystalline structure and mechanical properties of aluminum alloy 6061 was carried out. Aging is one of the 3 stages which is part a set of more complex heat treatments known as age hardening. The sequence used in this work was: First, the temperature was raised to obtain a homogeneous phase on the sample at a temperature of 530 °C for 2 hours, this step is called a solution treatment. In the second stage, referred as quenching the material in the solid solution state was rapidly cooled in water to room temperature and allowed to rest for 4 hours. In the third stage, the material was heated to a temperature of 175 °C and kept at different aging times.

This aging process, also called maturation, has been reported to improve the mechanical properties of 6061 aluminum and produce changes in its crystalline structure. The different maturation times evaluated were 15 min, 90 min, 8 am and 6 pm. Changes in tensile strength were evaluated under standard ASTM E8M. Likewise, the variation in the material hardness was evaluated for different maturation times, the performance of Vickers microindentation hardness tests under standard ASTM E384. In each test was evidenced the specimens got their maximum hardening at 18 hours of aging.

An analysis of changes in the crystal structure was made with the X-ray diffraction technique (XRD) with which diffraction patterns were obtained, which provided information regarding to crystallite size, lattice microstrain, lattice parameter and variation in the crystallographic orientation coefficient, for each maturation time. For the characterization of these parameters, two methods were used for the analysis of the diffraction patterns, the Williamson-Hall method and the Rietveld refinement. It was evidenced a tendence of crystallite size to decrease, this suggests a recrystallisation process during heat treatments. In addition, with the aging time it was reduce the microstrain an dislocations density. Crystal structure and diffraction pattern simulation of alloy were carried out from their crystallographic data in the software Vesta.

Keywords: Aluminum (6061), mechanical properties, Rietveld refinement, heat treatments, Williamson-Hall method, XRD.

Contenido

1. Capítulo Uno: Aspectos Generales	5
1.1 Descripción del problema.....	5
1.2 Justificación	6
1.3 Objetivos.....	7
1.3.1 Objetivo General	7
1.3.2 Objetivos Específicos	7
1.4 Alcance.....	7
2. Capítulo Dos: Marco Teórico Y Normativo.....	8
2.1 Generalidades Del Aluminio Y Sus Aleaciones	8
2.1.1 Clasificación de las Aleaciones de Aluminio y Designación	9
2.1.2 Estados de Temple de las Aleaciones.....	10
2.1.3 Aleaciones Forjadas de Aluminio y Aleación 6061	12
2.2 Tratamientos Térmicos	13
2.2.1 Diagrama De Fases Para Aleaciones Al-Mg-Si	13
2.2.2 Precipitado Coherente.....	14
2.2.3 Endurecimiento por Precipitación	15
2.3 Caracterización de Materiales.....	19
2.3.1 Difracción de Rayos X (DRX)	19
2.3.2 Refinamiento Rietveld	23
2.3.3 Dureza	25
2.3.4 Ensayo de Tensión.....	26
2.4 VESTA Y MAUD	27
3. Capítulo Tres: Procedimiento Experimental	28
4. Capítulo Cuatro: Análisis de Resultados	30
4.1 Método de Williamson-Hall	30
4.1.1 Método Lineal.....	31
4.1.2 Método Cuadrático	32
4.2 Refinamiento Rietveld.....	37
4.3 Simulación en Vesta	63
4.4 Resultados de las pruebas de dureza y tensión	65
5. Capítulo cinco: Conclusiones	70
6. Bibliografía.....	72
7. Anexos.....	80

Figura 34: Coeficientes de orientación cristalográfica	61
Figura 35: Celda unitaria de la fase de aluminio envejecida 15 minutos.....	63
Figura 36: Patrón de difracción simulado en VESTA para la aleación de aluminio envejecida 15 minutos	64
Figura 37: Efecto del tiempo de envejecido en la resistencia a la tensión	65
Figura 38: Efecto del tiempo de envejecido en la dureza	67

Lista de tablas

Tabla 1: Propiedades Generales Del Aluminio	8
Tabla 2: Grupos De Las Aleaciones De Aluminio	10
Tabla 3: Estados De Temple	11
Tabla 4: Comparación de los resultados aplicando simetría m3m y cilíndrica.....	45
Tabla 5: Resumen de resultados del refinamiento Rietveld con y sin filtrar Cu K α_2	49
Tabla 6: Valores de “zero offset” para los refinamientos	60
Tabla 7: Esfuerzos de fluencia y últimos para los estados de envejecidos evaluados	65
Tabla 8: Dureza promedio para las muestras analizadas	67
Tabla 9: Datos obtenidos del ajuste del método Cauchy-Lorentz	111
Tabla 10: Datos calculados de microdeformación y tamaño del cristalito por el método de Cauchy-Lorentz.....	112
Tabla 11: Datos calculados de microdeformación y tamaño del cristalito por el método cuadrático	112
Tabla 12: Parámetros de red a, ecuación de nelson Riley	113
Tabla 13: Datos para el cálculo de la densidad de dislocaciones	113

Introducción

Metales de baja densidad como el aluminio han tomado un rol protagónico en la actualidad, en la industria del transporte en donde materiales más livianos significan un ahorro en el combustible (Callister, 2000). La aleación aluminio 6061 es una de las aleaciones más utilizadas en el mundo gracias a su ductilidad, soldabilidad y capacidad de recibir tratamientos térmicos. Se utiliza ampliamente en estructuras que necesitan buena resistencia a la corrosión, aplicaciones marítimas, vagones, tuberías, entre otras.

Los tratamientos térmicos son el conjunto de operaciones, con las cuales se eleva y disminuye la temperatura del material para alterar las propiedades microestructurales de los metales y en consecuencia sus propiedades mecánicas (Smith, 1998). En general, los parámetros que se deben controlar en un tratamiento térmico son:

Primero, el calentamiento del metal a cierta temperatura, dicha temperatura es dictaminada por las características propias de metal, el segundo parámetro a considerar el tiempo de permanencia del calentamiento, el tercero es la velocidad de enfriamiento y, por último, pero no menos importante el medio en el cual se logra el enfriamiento del material.

En este trabajo se empleó la técnica de bonificación por maduración, la cual consiste en 3 etapas la cuales serán descritas a continuación (Askeland, Fulay, & Wright, 2012):

- Etapa 1: tratamiento por solución. En este tratamiento se lleva al aluminio a una temperatura por encima de la temperatura de solvus 530 °C (985 °F) y se mantiene durante 2 horas hasta que se produce una fase sólida homogénea la cual disuelve constituyentes endurecedores.
- Etapa 2: templado. Consiste en enfriar rápidamente el aluminio que ha sido calentado a 530 °C. Su medio de temple será agua ya que esta proporciona una tasa de enfriamiento alta para mantener el estado de solución sólida (TOTTEN,

WEBSTER, & BATES, 2003). Este procedimiento disminuye la dureza y la resistencia a la tracción.

- Etapa 3: maduración. Esta etapa, que es el núcleo de estudio de este trabajo, consiste en calentar el material por debajo de la temperatura de solvus 175 °C (350 °F) manteniéndolo a diferentes intervalos de tiempo, lo que favorece a que los átomos se difundan a corta distancia permitiendo la formación de núcleos y precipitados formando una fase theta de manera uniforme y ultrafina. De esta manera se logra aumentar la resistencia a la fluencia alta y la dureza del material.

Las temperaturas y tiempos de solubilización y de maduración han sido escogidas en base a las recomendaciones y parámetros utilizados en la literatura para este tipo de aleación (ASM INTERNATIONAL, 1992) (Ozturk, Sisman, Toros, Kilic, & Picu, 2009) (Naronikar, N, Simha, & Saikiran, 2018). El conjunto de estas 3 etapas es lo que se conoce como bonificado. Estos tratamientos térmicos son muy efectivos cuando se desea aumentar la resistencia a la tracción y la dureza, porque los precipitados que se forman en la aleación actúan como obstáculos que dificultan los deslizamientos de las dislocaciones (Shackelford, 2005).

Se debe tener en cuenta que hay 2 tipos de envejecido: el envejecido natural (NA por sus siglas en ingles) y el envejecido artificial (AA por sus siglas en ingles). El más utilizado es el AA y se produce cuando la muestra es calentada a una temperatura intermedia que motive la formación del precipitado, aproximadamente entre el 15% y 25% de la diferencia entre la temperatura ambiente y la temperatura de solubilización. El NA es el que tiene lugar a temperatura ambiente luego de que se temple la muestra (Smith, 1998). El NA se da porque el estado de solución sólida es inestable y el exceso de átomos de soluto tenderá a salir de la solución sólida, en algunas aleaciones este proceso se da a una velocidad considerable a temperatura ambiente (entre 4 a 5 días) (AVNER, 1988).

Con respecto a trabajos que se hayan realizado relacionados en esta área, se pueden hallar diferentes y numerosos estudios respecto a los tratamientos térmicos en aleaciones de aluminio y a sus precipitados. El efecto del envejecido natural sobre el envejecido artificial ha sido reportado por (Poznak, Thole, & Sanders, 2018). Ellos evaluaron su

dureza, conductividad eléctrica y se analizó su microestructura con TEM, se concluye el efecto negativo del NA sobre un posterior AA en diferentes aleaciones Al-Mg-Si. Otros trabajos relacionados en cuanto a la fabricación de aluminio se han efectuado, como el estudio reportado por (Zeren, 2007) sobre el efecto del tratamiento térmico de envejecido y la composición química sobre aleaciones de aluminio para pistones, el estudio realizado por (Mustapa, y otros, 2018), buscando los mejores parámetros de tiempo para la solubilización y envejecido en aluminio fabricado a partir de virutas recicladas comprimidas o investigaciones como las de (Kahrimanidis, Wortberg, & Merklein, 2014) sobre la técnica de fabricación THTB (tailor heat treatments blanks) que consiste de un tratamiento térmico de corto tiempo localizado para fabricar autopartes en este caso de aluminio 6014.

Trabajos realizados en cuanto a la estructura cristalina de los precipitados, su evolución y los cambios que se pueden producir por la presencia de elementos adicionales también se han efectuado para diversas aleaciones de aluminio. Esfuerzos considerables se han empleado para tratar de entender la evolución de los precipitados en aleaciones Al-Mg-Si, estudiando todos los posibles cambios que sufre la estructura cristalina de los precipitados Mg-Si durante los tratamientos térmicos. Se han usado diferentes técnicas para estudiar los cambios en los precipitados, como por ejemplo, las microscopias de transmisión electrónica (TEM) o estudio de sus entalpías de formación, tal como lo hicieron (Marioara, y otros, 2012) (Ravi & Wolverton, 2004) (Huis, Chen, Zandbergen, & Sluiter, 2006) (ZHENG, LUO, BAI, & HE, 2019). También se ha estudiado la cinética con la que se precipita la fase Mg-Si (Aouabdia, Boubertakh, & Hamamda, 2010). La microestructura de los precipitados del aluminio 6061 cuando se aplican tratamientos térmicos de corto tiempo, que representan procesos de soldadura también ha sido evaluados por medio de TEM y ensayos de tensión. En este estudio se encontró que al incrementar la temperatura máxima y disminuir la tasa de calentamiento la resistencia a la tensión disminuye por la transición de la fase de precipitado de β'' a β' y su engrosamiento (Maisonnette, Suery, Nelias, Chaudet, & Epicier, 2011). Se han estudiado los dispersiodes, que son fases pequeñas que se forman al superar el límite de solubilidad y también se pueden formar dentro del aluminio 6061. Su morfología y estructura cristalina se estudiaron por medio de TEM, EDS y SAD (Selected área diffraction) (Buchanan, Ribis, Garnier, & Colas, 2016).

Finalmente, se han encontrado estudios sobre el análisis de los picos de difracción de rayos X por el método de Williamson-Hall y refinamiento Rietveld en diferentes aleaciones.

En el trabajo de (Novelo-Peralta, González, & Lara-Rodríguez, 2008) se ha caracterizado los precipitados que genera el tratamiento de envejecido en una aleación Al-Mg-Cu, debido a que la distorsión que crean los precipitados en la matriz de aluminio genera un ensanchamiento asimétrico en los picos de difracción del aluminio. Ellos utilizaron el refinamiento Rietveld con Fullprof y el método de Williamson-Hall para encontrar parámetros como microdeformación y parámetro de red, además se evaluó su dureza y lo relacionaron con el tiempo de envejecido.

Otros estudios similares sobre una aleación de Al-Cu tratada térmicamente por solución y luego laminada en nitrógeno líquido fue llevado a cabo, en él también se analizó el ancho del pico de difracción por el método de Williamson-Hall (Krishna, Tejas, Sivaprasad, & Venkateswarlu, 2013). El refinamiento Rietveld también ha sido realizado para aleaciones de aluminio 6061 que han sufrido procesos de severa deformación plástica (SPD) (Rezaei, Toroghinejad, & Ashrafizadeh, 2011), para determinar el tamaño y la microdeformación y relacionarlos con el proceso de deformación y su resistencia a la tensión. También se llevó a cabo el refinamiento Rietveld con MAUD de una aleación de aluminio 6061 que se sometió a un tratamiento ultrasónico a diferentes amplitudes durante el proceso de fundición (Chen & Tang, 2019). En él se reportó que el tratamiento ultrasónico provocó un refinamiento de la estructura, una disminución del parámetro de red, la microdeformación y de la densidad de dislocaciones.

1. Capítulo Uno: Aspectos Generales

1.1 Descripción del problema

Se sabe que las propiedades de un material van ligadas directamente a la manera en que sus átomos se organizan, del tipo de componentes presentes en el material y la proporción en que se encuentren. El bonificado permite alterar todos estos factores y es muy utilizado en la aleación de aluminio 6061 una de las aleaciones más utilizadas, de aquí surge nuestra pregunta problema: **¿Cuál es el efecto del tiempo de maduración en las propiedades mecánicas y en la estructura cristalina del aluminio 6061?**

Como se describió en la introducción y antecedentes, los estudios respecto a tratamientos térmicos, propiedades mecánicas, el estudio de la microestructura y de la estructura cristalina del precipitado en aleaciones Al-Mg-Si y en específico, en la aleación 6061 son amplios. No todos tocan todos estos aspectos al mismo tiempo y se diferencian por las circunstancias en las que llevan a cabo los tratamientos térmicos, los procesos de deformación plástica, los métodos para caracterizar a las diferentes aleaciones de aluminio estudiadas y las diversas variables que se desean investigar.

Aun así, aunque hay varios estudios sobre aleaciones de aluminio, no se encontraron estudios en donde se analicen los cambios que sufre la estructura cristalina y las propiedades mecánicas de tensión y dureza con el tiempo de maduración en la aleación comercial 6061, empleando difracción de rayos x y utilizando el método de Williamson-Hall y el refinamiento Rietveld caracterizar su estructura cristalina. Por ende, hay un desconocimiento de como estos parámetros cristalinos cambian con el tiempo de envejecido en la aleación de aluminio 6061.

1.2 Justificación

Debido a la combinación de propiedades del aluminio la resistencia a la tracción, resistencia a la corrosión, ductilidad y baja densidad es un material que ha estado cobrando gran importancia en la industria, como en el sector automotriz que está reemplazando al acero por ser un metal más liviano y así ahorrar más en combustible, reduciendo las emisiones de CO₂ y NO_x. Por lo que encontrar maneras para mejorar el desempeño del aluminio es necesario, y para ello se pueden emplear métodos como el endurecimiento por acritud o tratamientos térmicos como el bonificado en el aluminio.

El endurecimiento por precipitación o envejecido es el tratamiento térmico más utilizado para aleaciones no ferrosas. El tiempo de envejecido es fundamental para obtener las condiciones óptimas de tamaño y cantidad del precipitado que se busca al final del tratamiento térmico. Como el aluminio 6061 es ampliamente utilizado en la industria, un conocimiento más profundo de la estructura cristalina ligada a la resistencia y a la dureza es de gran utilidad.

Debido a que el desempeño de un material se puede relacionar con su estructura cristalina, entender como la estructura cristalina de la aleación en su totalidad cambia con el tiempo de maduración es clave para comprender el efecto que tiene este tratamiento térmico sobre nuestra aleación. Es por esto que utilizar el método de Williamson and Hall, los métodos que modelan teóricamente el patrón de difracción como el refinamiento Rietveld y además la simulación de la estructura cristalina del aluminio 6061 con las condiciones de bonificado usualmente utilizadas, son las razones por las que la realización de este trabajo cobra alta importancia.

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo General

Analizar el efecto del tiempo de maduración en las propiedades mecánicas y en la estructura cristalina del aluminio 6061

1.3.2 Objetivos Específicos

- Evaluar las propiedades mecánicas mediante los ensayos de tensión y dureza.
- Analizar los cambios en la estructura cristalina en la aleación de aluminio 6061, en las muestras tratadas térmicamente a diferentes tiempos de maduración.
- Analizar los patrones de difracción de rayos x con los métodos de Williamson-Hall y el refinamiento Rietveld.
- Realizar la simulación de los patrones de difracción rayos x del aluminio 6061 por medio del software Vesta.

1.4 Alcance

Lograr una mejor comprensión de los cambios en la estructura cristalina a diferentes temperaturas de envejecido en la aleación de aluminio 6061.

2. Capítulo Dos: Marco Teórico Y Normativo

2.1 Generalidades Del Aluminio Y Sus Aleaciones

El aluminio es el metal más abundante en la corteza terrestre. Por su baja densidad con respecto a otros metales al aluminio se le denomina un metal ligero. Es bien conocido por su alta conductividad eléctrica y térmica, alta resistencia específica y excelente resistencia a la corrosión (Shackelford, 2005). En la tabla 1 se muestran varias de las propiedades de aluminio puro.

Tabla 1: Propiedades Generales Del Aluminio

PROPIEDADES GENERALES DEL ALUMINIO

<i>Densidad a 20°C</i>	2.7 g/cm ³
<i>Módulo De Elasticidad</i>	70 GPa
<i>Resistencia a la Tracción</i>	50-90 MPa
<i>Estructura Cristalina</i>	FCC
<i>Punto De Fusión</i>	660 °C
<i>Punto De Ebullición</i>	2467 °C
<i>Calor Especifico</i>	900 J/kg*K
<i>Coefficiente De Dilatación</i>	23.5 X 10 ⁶ / K
<i>Conductividad Térmica</i>	238 w/m*K
<i>Conductividad Eléctrica</i>	64% ICAS
<i>Resistencia Eléctrica</i>	2.67 μOhm*cm

Fuente: Datos tomados de (Shackelford, 2005), (GoodFellow, 2020)

De acuerdo a los datos presentados en la Tabla 1, se evidencia que el aluminio posee: una alta conductividad térmica y eléctrica, alta resistencia específica (Búa, 2020), buena resistencia a la corrosión (Autocasión, 2020) (Callister, 2000), gran ductilidad y capacidad de ser conformado. No es un material toxico, ferromagnético o pirofórico. Tiene una gran absorbanca y reflectancia de una amplia gama de longitudes de onda (ASM INTERNATIONAL, 1990) y además no posee una transición de dúctil a frágil a bajas temperaturas (arvengtraining, 2020).

La limitación más grande del aluminio es la temperatura de trabajo, debido a su punto de fusión relativamente bajo, por lo que no se puede someter a temperaturas de trabajo elevadas. Adicional a eso, el aluminio puro tiene una baja resistencia a la tracción, no tiene mucha dureza ni resistencia al desgaste por lo que se combina con diversos elementos aleantes y suele endurecerse mediante deformación plástica y tratamientos térmicos para mejorar sus propiedades mecánicas (Askeland, Fulay, & Wright, 2012). Aunque al agregar elementos aleantes al aluminio y endurecerlo por acritud se reduce su resistencia a la corrosión (Callister, 2000).

2.1.1 Clasificación de las Aleaciones de Aluminio y Designación

En general se clasifica a las aleaciones de aluminio en dos grandes grupos según su proceso de fabricación: aleaciones forjadas y aleaciones fundidas. Las aleaciones forjadas son aquellas donde la pieza recibe su forma con procesos de deformación plástica. Las aleaciones fundidas también nombradas aleaciones para moldeo, son aquellas que se funden para dar forma a la pieza. Ambas, aleaciones fundidas y forjadas tienen una composición y microestructura diferentes. También son clasificadas dividiendo cada grupo en dos subgrupos: las aleaciones tratables térmicamente y las aleaciones que no son tratables térmicamente (Askeland, Fulay, & Wright, 2012). La capacidad de la aleación para que reciba un tratamiento térmico o no dependerá de los elementos de aleación (Callister, 2000).

Según el sistema de designación para aleaciones aluminio una aleación forjada se designa de la siguiente forma (ESAB, 2020) :

- Se nombran las aleaciones forjadas por medio de un código de 4 dígitos "XXXX".
- El primer número nos indica los principales elementos de la aleación, es decir, el grupo al que pertenece la aleación. En la tabla 2 se muestran los diferentes grupos de las aleaciones de aluminio y si son tratables térmicamente o no.
- El segundo número si es diferente de 0 indica si hay una modificación en la aleación respecto de la aleación original o en los límites de pureza para los aluminios sin aleación.
- Los últimos dos dígitos nos indica la composición química específica de la aleación o el nivel de pureza.

Tabla 2: Grupos De Las Aleaciones De Aluminio

Grupo	Principal Elemento Aleante	Capacidad De Recibir Tratamiento Térmico
1xxx	Al con pureza >99%	No tratable térmicamente
2xxx	Cobre	Tratable Térmicamente
3xxx	Manganeso	No tratable térmicamente
4xxx	Silicio	Tratable térmicamente solo si hay Mg o Cu presentes
5xxx	Magnesio	No tratable térmicamente
6xxx	Magnesio y Silicio	Tratable Térmicamente
7xxx	Zinc	Tratable Térmicamente
8xxx	Litio, Estaño, Circonio o Boro	Tratable Térmicamente

Fuente: (Askeland, Fulay, & Wright, 2012) (ESAB, 2020).

Para nuestro caso de estudio, el aluminio 6061¹ es una aleación forjada del grupo 6xxx donde los principales elementos aleantes son el Magnesio y el Silicio, sin modificaciones y una porción de Magnesio entre 0.8-1.2% y de Silicio entre 0.4-0.8% (Gabrian, 2020).

2.1.2 Estados de Temple de las Aleaciones

El estado de temple nos indica si el producto viene con procesos adicionales como un tratamiento térmico, un proceso mecánico o ambos para lograr un cambio en las propiedades del producto. El estado de temple en el que pueden venir el aluminio y sus aleaciones ya sean forjadas y fundidas (excepto si viene en forma de lingote) es indicado por el sistema de designaciones temple. Las designaciones de temple básico son (ASM INTERNATIONAL, 1990):

- **F**, Sin tratamiento térmico.

¹ En el mercado se pueden encontrar aleaciones de aluminio *alclad* 6061; esto no es ningún tipo de designación especial sino una forma genérica de referirse a la marca registrada de la empresa Alcoa, que produce láminas de aleaciones de aluminio recubiertas de aluminio que las hace resistentes a la corrosión y se usan principalmente en la industria aeronáutica (Wikipedia, 2020).

- **W**, tratamiento térmico por solución. Es una designación que solo se les da a las aleaciones que envejecen espontáneamente a temperatura ambiente luego del tratamiento de solución por un periodo de meses o incluso años.
- **O**, recocido. Cuando se desean productos con la mínima resistencia para lograr máxima ductilidad y estabilidad dimensional. Pueden ir acompañadas de un dígito diferente del 0, lo cual indica condiciones especiales de recocido.
- **H**, endurecimiento por deformación. Se usa solo en aleaciones forjadas. Indica si la aleación se ha fortalecido a través del endurecimiento por deformación con o sin algún tratamiento térmico adicional (para reducir el endurecimiento).
- **T**, tratadas térmicamente. Estas aleaciones logran un endurecimiento estable en algunas semanas, a través, de un tratamiento térmico que puede ir acompañado de endurecimiento por deformación.

Las categorías básicas de temple H y T tienen subdivisiones. Estas subdivisiones señalan como es la secuencia de operaciones específica para lograr el grado de endurecimiento deseado, y están dadas por los números que acompañan a la letra (ASM INTERNATIONAL, 1990). La tabla 3 muestra las subdivisiones de H y T más importantes.

Tabla 3: Estados De Temple

Estado De Temple	Descripción
<i>H1x</i>	Solo Acritud. El Segundo dígito indica el grado de deformación medido por la reducción en su área transversal
<i>H2x</i>	Acritud y recocido parcial
<i>H3x</i>	Acritud y estabilizado para impedir envejecimiento y estabilizar propiedades mecánicas
<i>T1</i>	Enfriada desde proceso de fabricación y envejecido natural
<i>T2</i>	Enfriada desde proceso de fabricación, acritud y envejecido natural
<i>T3</i>	Tratamiento de solución, acritud y envejecido natural
<i>T4</i>	Tratada por solución y envejecido natural
<i>T5</i>	Enfriada desde proceso de fabricación y envejecido artificial
<i>T6</i>	Tratada por solución y envejecido artificial
<i>T7</i>	Tratada por solución y estabilizado por exceso de envejecido
<i>T8</i>	Tratada por solución, acritud y envejecido artificial
<i>T9</i>	Tratada por solución, envejecido artificial y acritud
<i>T10</i>	Enfriada desde proceso de fabricación, acritud y envejecido natural

Fuente: (Askeland, Fulay, & Wright, 2012) (Smith, 1998)

Las aleaciones que no son tratables térmicamente suelen endurecerse por deformación. La aleación de aluminio 6061 es una aleación tratable térmicamente, y en general esta aleación suele presentarse en los estados de temple recocido O, T4 y T6 (ALUMINIOS Y METALES UNICORNIO, 2020). El estado de temple T6 es el que logra el mayor aumento en la resistencia a la tensión del material (Gabrian, 2020).

Se debe diferenciar entre tratamiento térmico de solución y enfriar desde la temperatura de fabricación, porque, aunque ambas consisten en un enfriamiento rápido desde altas temperaturas son circunstancias diferentes. La diferencia recae en que, en el tratamiento de solución se eleva la temperatura del producto por encima de la línea de solvus y luego se temple (Smith, 1998). Mientras cuando se enfría el producto desde el conformado en caliente, no se tuvo que calentar el producto para llevarlo a altas temperaturas por lo que la secuencia de calentamientos y enfriamientos es diferente; además en esta clase de procesos el producto se deforma en caliente previo al enfriamiento (ESAB, 2020). Estos detalles son los que diferencian a los tratamientos T1 del T4 y el T5 del T6.

2.1.3 Aleaciones Forjadas de Aluminio y Aleación 6061

Las aleaciones forjadas son aquellas aleaciones cuya composición química las hace muy dúctiles, lo que las hace adecuadas para los procesos de conformado en frío o en caliente como la extrusión, el laminado, trefilado, etc. (item24, 2020). En general, la microestructura de las aleaciones forjadas de aluminio consiste de una matriz de solución sólida acompañada de fases como: las fases formadas durante la solidificación (eutécticas de bajo punto de fusión y fases intermetálicas Fe y Si), los precipitados (durante los tratamientos térmicos) y los dispersoides (precipitados pequeños formados en el interior de los cristales de aluminio, de 0.05 a 0.5 μ m constituidos principalmente por Mn, Cr y Zr). Los dispersoides se precipitan a altas temperaturas cuando se forma los lingotes, endurecen un poco, actúan como antirecristalizantes y ayudan a homogeneizar la deformación plástica (Shackelford, 2005).

Las aleaciones 6xxx son tratables térmicamente gracias a que se agregan Mg y Si en las proporciones adecuadas para formar el compuesto intermetálico Mg_2Si (siliciuro de magnesio) que se precipita para endurecer la aleación (AVNER, 1988). La cantidad de precipitación es limitada y en estado de envejecido no se usan a temperaturas superiores

a 175°C debido a que se afecta el precipitado formado (Askeland, Fulay, & Wright, 2012). Se emplea más la maduración artificial ya que, la maduración natural da un endurecimiento menor. Puede templarse en prensa (desde la extrusión). Este tipo de aleaciones tiene propiedades mecánicas intermedias que se pueden mejorar con elementos aleantes como el Cu, pero esto empeora su comportamiento a la corrosión (Shackelford, 2005).

La aleación 6061 es una de las más importantes de este grupo, tiene una composición en peso de aproximadamente 1.0% Mg, 0.6% Si, 0.3% Cu, y 0.2% Cr. Puede presentarse generalmente en estado recocido O, T4 y T6, cada uno con una resistencia a la fluencia de 55, 140 y 270 MPa (ALCERMAS, 2020). Tiene aplicaciones en la industria naval y aeronáutica por su resistencia a la corrosión y ductilidad, envases alimenticios, cuadros para bicicletas (aluminio, 2020), camiones, canoas, tuberías, carriles y en general aplicaciones donde se necesite una buena combinación de resistencia a la tensión, soldabilidad y resistencia a la corrosión.

2.2 Tratamientos Térmicos

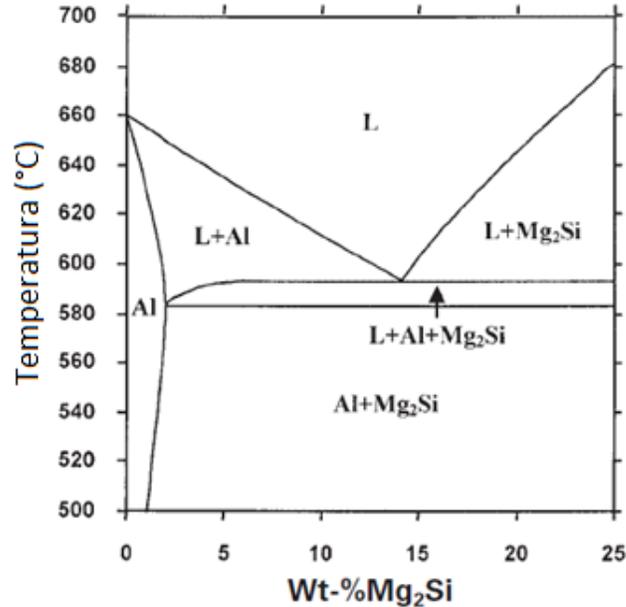
Los tratamientos térmicos permiten modificar las propiedades mecánicas de un material de acuerdo a las necesidades de su aplicación, sin modificar su composición química (ASM INTERNATIONAL, 1990). Para materiales no ferrosos como las aleaciones de aluminio y algunos aceros inoxidables, el tratamiento térmico utilizado para mejorar sus propiedades mecánicas es el endurecimiento por precipitación (Askeland, Fulay, & Wright, 2012).

2.2.1 Diagrama De Fases Para Aleaciones Al-Mg-Si

El diagrama de fases para el sistema Al-Mg-Si se ve en la Figura 1. Es un diagrama de fases pseudobinario porque surgió a partir de sistemas ternarios o de mayor orden. Se obtiene al analizar una sección de estos diagramas, variando dos componentes del sistema y el resto se mantienen constantes (MatCalc, 2020) (Jacobs, 2020). Como lo reportaron (Zhang, Fan, Wang, & Zhou, 2001) el sistema Al-Mg₂Si es un diagrama pseudobinario, ya que proviene del sistema ternario Al-Mg-Si en el cual se escoge la sección donde solo varían los componentes Al y Mg₂Si. En este diagrama se puede apreciar una zona de fases ternaria en la cual coexisten las tres fases (Liquida+Al+Mg₂Si). Entiéndase la fase Al no como aluminio puro sino como una fase de solución sólida de aluminio en el que están disueltos el silicio y el magnesio. En el punto pseudoeutectico la fase Liquida, Al y Mg₂Si

coexisten en la zona ternaria. Esta fase varía entre 583.5 °C y 594 °C, la composición de la reacción pseudoeutectica se encuentra aproximadamente en 13.9 wt%Mg₂Si y la solubilidad máxima está en 1.91 wt% a 583.5 °C.

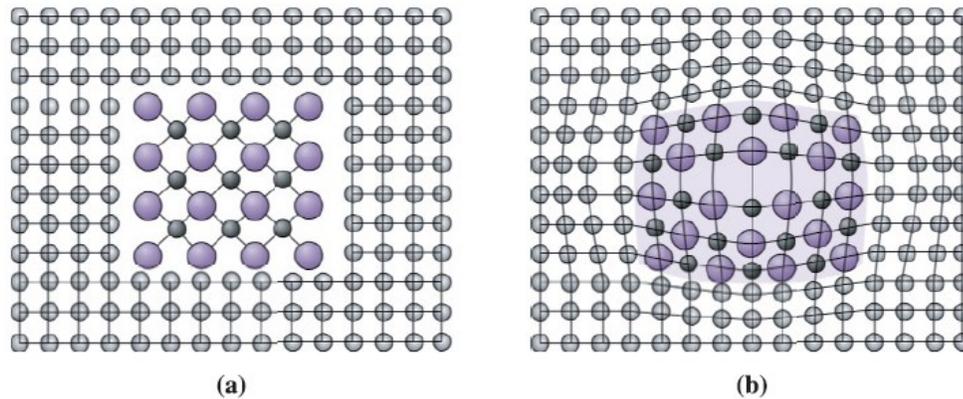
Figura 1: Diagrama de fases pseudobinario del sistema Al- Mg₂Si



Fuente: (Zhang, Fan, Wang, & Zhou, 2001).

2.2.2 Precipitado Coherente

Un precipitado coherente es aquel en el que los planos atómicos de su estructura cristalina están relacionados con los planos atómicos de la estructura cristalina de la matriz, o inclusive los planos del precipitado pueden ser continuos a los de la matriz. Dicho de otra forma, los átomos del precipitado reemplazan a los átomos de la matriz dentro en la red cristalina (Smith, 1998). En una aleación, aunque la fase dispersa cumpla con todos los requerimientos de tamaño, forma, dispersión uniforme, etc., si sus planos no están relacionados con la matriz, el precipitado no alterara de manera significativa la estructura de la matriz y solo bloqueara el deslizamiento de dislocaciones si se encuentra en trayectoria directa a la dislocación (Figura 2-a). Si el precipitado es coherente, se crea una distorsión de la estructura cristalina de la matriz e impide el movimiento de dislocaciones aun si no está en trayectoria directa y esta solo pasa cerca del precipitado (Figura 2-b) (Askeland, Fulay, & Wright, 2012).

Figura 2: Precipitado Coherente Y No Coherente

a) No coherente, b) Coherente.

Fuente: (Askeland, Fulay, & Wright, 2012).

2.2.3 Endurecimiento por Precipitación

El endurecimiento por precipitación, también llamado endurecimiento por envejecido o endurecimiento por maduración se define como: Una secuencia de calentamientos y enfriamientos a una temperatura y duración específicos para cada aleación, de tal manera que se logre la formación de una segunda fase en forma de precipitados coherentes; con el objetivo de mejorar las propiedades mecánicas de la aleación (ASM INTERNATIONAL, 1991), en especial la resistencia a la tensión y la dureza.

De aquí es importante resaltar su diferencia con el endurecimiento por dispersión; puede haber confusión porque ambas deben exceder el límite de solubilidad de una segunda fase generalmente intermetálica para que se precipite, y sus precipitados deben ser de un tamaño y ser lo suficientemente numerosos como para crear una barrera efectiva contra las dislocaciones. Pero hay dos características importantes que diferencia el endurecimiento por dispersión y precipitación: primero, en el endurecimiento por precipitación los precipitados se obtienen por medio de tratamientos térmicos y segundo los precipitados deben ser coherentes. En general, se genera una aleación endurecida por dispersión por la adición de una segunda fase dura que se genera por una transformación de fase y no se garantiza que estos precipitados sean coherentes, por lo que no se debe confundir con el endurecimiento por precipitación (Askeland, Fulay, & Wright, 2012).

El endurecimiento por precipitación se divide en tres fases²: 1) Tratamiento por solución sólida, 2) Temple y 3) Envejecido (Smith, 1998). Durante todo este proceso, la microestructura evoluciona y hay una serie de transformación de fases que generan los precipitados deseados.

- 1. Tratamiento por solución sólida:** Se eleva la aleación a una temperatura por encima de la línea de solvus y se mantiene por un tiempo para disolver cualquier fase presente en la aleación, y lograr un estado de solución sólida α homogénea en toda la pieza. Por precaución no se lleva la temperatura justo debajo de la temperatura de solidus debido a que pueden haber microconstituyentes eutécticos que pueden fusionarse por lo que se maneja un rango de temperaturas entre la línea de solvus y solidus (Shackelford, 2005) (Askeland, Fulay, & Wright, 2012).
- 2. Temple:** Luego de que la aleación alcanzó una microestructura homogénea de solución sólida α la pieza se enfría rápidamente, se temple, de modo que los átomos de soluto no tengan tiempo de difundirse para formar núcleos de la segunda fase θ (Askeland, Fulay, & Wright, 2012). Así se obtiene una solución sobresaturada α_{ss} que es metaestable. Aquí la aleación es relativamente blanda y poco resistente (Callister, 2000).
- 3. Envejecido o Maduración:** Después se lleva la solución sólida sobresaturada α a una temperatura debajo de la temperatura de solvus que permita la difusión de los átomos a cortas distancias. Debido a que la estructura es metaestable, los átomos se difundirán a sitios de formación de núcleos y formaran precipitados que crecen con el tiempo. Al dejar la aleación el tiempo suficiente a la temperatura de envejecido se formará una microestructura de dos fases $\alpha+\theta$ con precipitado coherente (Askeland, Fulay, & Wright, 2012). Por último, se deja enfriar la aleación a temperatura ambiente a una velocidad cualesquiera (Callister, 2000).

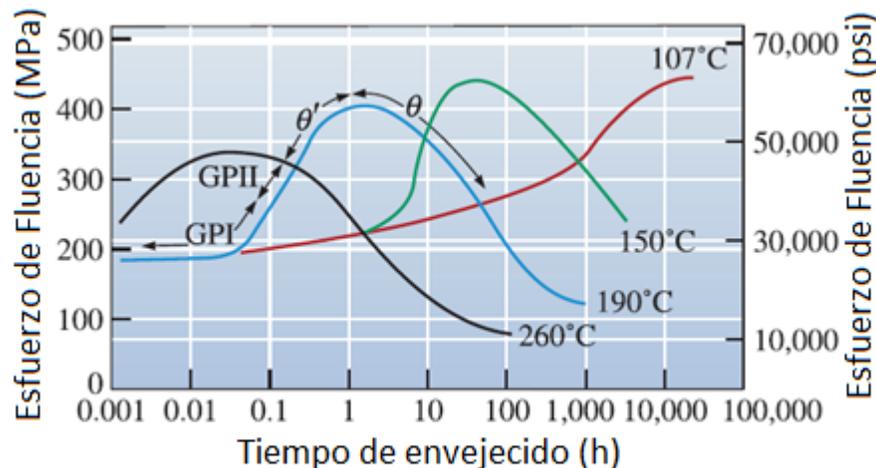
Nótese que, aunque también se hubiera obtenido una microestructura de dos fases $\alpha+\theta$ con un enfriamiento lento desde el estado de solución sólida, la morfología de las fases es distinta de las que fueron llevadas con un tratamiento de envejecido, porque se logran unos

² Al proceso solución-temple-envejecido también se le puede llamar *bonificado*.

precipitados de la segunda fase dispersa uniforme, ultra fina y coherente (Askeland, Fulay, & Wright, 2012). También se debe distinguir el envejecido del recocido, porque el recocido se lleva a cabo a temperaturas a las que solo se forma precipitado incoherente (Shackelford, 2005). Hay dos tipos de envejecido: artificial y natural. En el envejecido artificial se aumenta la temperatura para producir la precipitación. El envejecido natural se produce en algunas aleaciones en las que después del temple envejecen o maduran a temperatura ambiente luego de largos periodos de tiempo que pueden tardar incluso varios días (Askeland, Fulay, & Wright, 2012) (Callister, 2000). La aleación de aluminio 6061 es susceptible de ser envejecida tanto naturalmente como artificialmente.

Ya sea que el proceso de envejecido sea natural o artificial, el precipitado va a evolucionar de la misma manera. Por ejemplo, en una aleación de Aluminio-Cobre primero los átomos de cobre se difunden para formar precipitados muy delgados llamados zona de Guinier-Preston (GP). A medida que pasa el tiempo y la difusión continua hacia los precipitados, estas zonas GP-I crecen formando discos delgados llamados GP-II³. Luego los precipitados siguen creciendo y aumentan de orden a θ' . Finalmente crecen hasta que se formen los precipitados θ^4 (Askeland, Fulay, & Wright, 2012).

Figura 3: Efecto De La Temperatura Y El Tiempo En La Evolución Del Precipitado



Fuente: (Askeland, Fulay, & Wright, 2012).

³ Algunos autores nombran a los precipitados GP-II como fase θ' .

⁴ Debido a este proceso de formación, evolución y crecimiento del precipitado a lo largo del tiempo es que al envejecido también se le llama maduración, similar un fruto.

A las GP-I, GP-II, y θ' se les denomina precipitados sin equilibrio, ya que no son más que las fases que preceden a la fase en equilibrio θ . Las fases GP-I, GP-II, y θ' tienen en común que son coherentes. La fase θ no es coherente y por ello cuando comienza a precipitar, la resistencia del material se reduce. En general, el proceso de precipitación es un desarrollo secuencial de precipitados: 1) coherentes, 2) semicoherentes y finalmente 3) incoherentes (Shackelford, 2005).

En la Figura 3 vemos la evolución del precipitado a lo largo del tiempo a diferentes temperaturas, y como la resistencia aumenta a medida que crecen las fases coherentes en la aleación Al-Cu4%. El proceso de maduración del precipitado se acelera con la temperatura, por eso, a 260°C la aleación alcanza su resistencia máxima más rápido que a 190°C. Sin embargo, cuando el precipitado θ crece en exceso pierde coherencia con la red y es cuando se dice que está sobre envejecido; como resultado, la resistencia de la aleación disminuye. Es importante controlar que no se maduren en exceso y es por eso que se prefiere usar temperaturas relativamente bajas, porque, aunque se tarde más en madurar el precipitado no se corre el riesgo de sobre madurarlas (Askeland, Fulay, & Wright, 2012). Además, a menores temperaturas se forman resistencias más altas, esto debido a que a temperaturas más altas se acelera la difusión, pero también los efectos suavizantes (AVNER, 1988). Para que se dé el endurecimiento por precipitación en una aleación se debe cumplir que:

1. Límite de solubilidad variable con la temperatura, de tal forma que al calentarse se transforme en una solución sólida y al enfriarse se produzcan dos fases.
2. Presente una matriz blanda y dúctil, y un precipitado duro y quebradizo.
3. Debe poder templarse, que se enfié lo suficientemente rápido para impedir difusión y que se precipite. El templado puede producir esfuerzos residuales y distorsionar las piezas, por eso las aleaciones de aluminio se templan en agua a 80°C.
4. Los precipitados deben ser coherentes (Callister, 2000) (Askeland, Fulay, & Wright, 2012) (AVNER, 1988).

El aluminio 6061 cumple con todos los parámetros anteriormente mencionados, por eso se puede endurecer por precipitación siempre y cuando se garantice un precipitado coherente. La debilidad de las aleaciones envejecidas por envejecimiento son las altas

temperaturas. Cuando las temperaturas de trabajo son lo suficientemente altas como para promover la difusión de los átomos de soluto por un tiempo prolongado, los precipitados se sobreunenvejecen y reducen su efecto endurecedor (Callister, 2000). En el caso extremo, la temperatura puede ser tan alta que los precipitados se disuelvan y la aleación pase a ser una solución sólida. La soldabilidad de las aleaciones envejecidas también son problemáticas, ya que eleva la temperatura en las zonas soldadas lo cual debilita el material (Askeland, Fulay, & Wright, 2012).

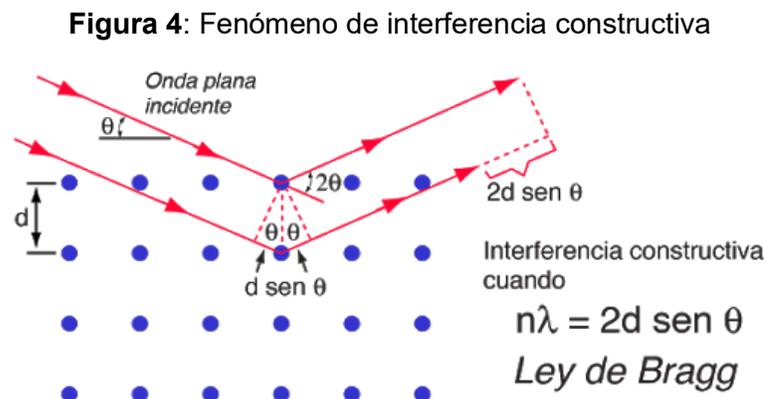
2.3 Caracterización de Materiales

2.3.1 Difracción de Rayos X (DRX)

La difracción de rayos x es una técnica de caracterización de materiales que se basa en interferencias constructivas de rayos X. Esto sucede gracias a que las longitudes de onda de los rayos X son cercanas a las distancias interplanares de los sólidos cristalinos que se evalúan, dichas interferencias constructivas producen picos de difracción de intensidades variables y los rayos son disparados hacia el material al cual se le desea hacer la caracterización, que se basa en el principio descrito en la ley de Bragg (Smith, 1998):

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

Donde n es el orden de difracción, λ es la longitud de onda, d es la distancia entre los planos de la estructura del material a caracterizar y θ es el ángulo de incidencia de los rayos x como se observa en la Figura 4.



Fuente: (Nave, 2020)

Los patrones de difracción de rayos X están conformados por unos picos de intensidad, que se generan al cumplirse la ley de Bragg a diferentes ángulos de incidencia. Estos picos de intensidad se ensanchan debido a factores instrumentales, la disminución en el tamaño del cristalito y a la microdeformación (Cullity, 1956) (Waseda, Matsubara, & Kozo, 2011).

La técnica de difracción de rayos X nos permite determinar el tamaño del cristalito del material que se está analizando, como es nombrado por (Meier, 2005) “el tamaño de los cristales determinados es un tamaño promedio encontradas en la muestra”. La ecuación de Scherrer nos brinda una relación entre el ancho del pico y el tamaño del cristalito:

$$\beta_{\text{Tamaño}} = \frac{k\lambda}{t \cos \theta_b} \quad (\text{Ec. 2})$$

Donde $\beta_{\text{tamaño}}$ es el ancho del pico de difracción en radianes, t es el tamaño promedio del cristalito, λ es la longitud de onda de rayos X ($\lambda=1.54056 \text{ \AA}$), k es el factor de forma que es aproximadamente 0.9 y θ_b es el ángulo de Bragg (Sivakami, Dhanuskodi, & Karvembu, 2015). La microdeformación es un fenómeno que se debe a las imperfecciones dentro de la red cristalina incluidas las vacancias, dislocaciones entre otras imperfecciones en red. Según el modelo de la deformación uniforme (UDM) se puede considerar la microdeformación en un nanocristal uniforme a lo largo de la dirección cristalográfica, lo que supone un comportamiento isotrópico del cristal (Nath, Singh, & Das, 2019) (Kalita & Kalita, 2017). Esta deformación provoca un ensanchamiento del pico descrita por:

$$\beta_{\text{deform}} = 4\varepsilon \tan \theta_b \quad (\text{Ec. 3})$$

Donde ε es la deformación en la red, θ_b es en ángulo de Bragg. El método Williamson-Hall (W-H) se basa en la relación que existe entre el ensanchamiento del pico con la microdeformación y el tamaño del cristalito. Este ensanchamiento se puede medir con el ancho total a media altura (FWFM por sus siglas en ingles). Pero debido a que hay un ensanchamiento del pico por factor instrumental se puede corregir este ensanchamiento por medio de la siguiente expresión cuando el perfil es gaussiano (Meier, 2005):

$$\beta_d^2 = \beta_m^2 - \beta_i^2 \quad (Ec. 4)$$

Donde β_m es el FWHM medido, β_i es el FWHM instrumental y β_d es el FWHM corregido. El β_d solo tiene en cuenta los factores físicos del tamaño del cristalito y la microdeformación, por lo que se puede aplicar el método W-H el cual dice que:

$$\beta_{Tamaño+deform} = \beta_{Tamaño} + \beta_{deform} \quad (Ec. 5)$$

Reemplazando las Ec. 2 y 3 en la Ec. 5, se obtiene la siguiente ecuación:

$$\beta_{Tamaño+deform} = \frac{k\lambda}{t \cos \theta_b} + 4\varepsilon \tan \theta_b \quad (Ec. 6)$$

Reorganizando la Ec. 6 se obtiene la expresión clásica del método W-H en la Ec. 7 (Nath, Singh, & Das, 2019):

$$\beta_{Tamaño+deform} \cos \theta_b = \frac{k\lambda}{t} + 4\varepsilon \sin \theta_b \quad (Ec. 7)$$

Retomando lo anterior, para realizar correctamente el cálculo mediante la expresión clásica del método W-H se lleva a cabo una comparación término a término a una función lineal de primer grado como se evidencia en las Ec. 8 y 9:

$$\beta = \beta_{tamaño} + \beta_{deform} \quad (Ec. 8)$$

$$y = mx + b \quad (Ec. 9)$$

Organizando y comparando los términos, se logran deducir las expresiones enunciadas en las Ec. 10, 11, 12, 13 y 14, necesarias para usar el método de W-H:

$$y = \beta \cos(\theta) \quad (Ec. 10)$$

$$m = \varepsilon \quad (Ec. 11)$$

$$x = 4 \sin(\theta) \quad (Ec. 12)$$

$$b = \frac{k\lambda}{d \cos \theta_b} \quad (Ec. 13)$$

$$\eta = 4\varepsilon \quad (Ec. 14)$$

En el procedimiento de forma cuadrática se hará uso de un cambio de variable a la Ec. 15 y 16:

$$\beta_{\text{tamaño}+deform}^2 = \beta_{\text{tamaño}}^2 + \beta_{deform}^2 + \beta_{instr}^2 \quad (Ec. 15)$$

$$\beta_{\text{tamaño}+deform}^2 = \left(\frac{k\lambda}{t * \cos \theta} \right)^2 + (4\varepsilon \tan \theta_b)^2 + c \quad (Ec. 16)$$

Realizando el cambio de variable se logran obtener los términos en las Ec. 17, 18 y 19. Con estos se puede obtener un gráfico, el cual mediante un ajuste de tipo cuadrático se consiguen los cofactores A y B, donde B es la microdeformación y A el valor del tamaño del cristalito:

$$A = \left(\frac{k\lambda}{t} \right)^2 \quad (Ec. 17)$$

$$B = (4\varepsilon)^2 \quad (Ec. 18)$$

$$c = \beta_{instru} = 3.761 * 10^{-7} \quad (Ec. 19)$$

Finalmente se organizan estos términos y reemplazándolos en la ecuación (16) da a lugar la ecuación 20:

$$Y = \left(\frac{k\lambda}{\cos \theta_b} \right)^2 + (B \tan \theta_b)^2 + c \quad (Ec. 20)$$

La Ec. 7 es una relación lineal entre $\beta_{s+c} \cos \theta_b$ y $4 \sin \theta_b$ en donde $k\lambda/t$ es la intersección con el eje y que da el tamaño del cristalito y ε es la pendiente de la línea del que se obtiene la microdeformación. A partir del tamaño del cristalito y la microdeformación se puede calcular la densidad de dislocaciones a partir de la ecuación 21 (Dini, Ueji, Najafzadeh, & Monir-Vaghefi, 2010) (Farshidi, Kazeminezhad, & b, 2013):

$$\rho = (\rho_t \times \rho_s)^{1/2} = \frac{3\sqrt{2\pi}\langle\varepsilon^2\rangle^{1/2}}{t * b} \quad (Ec. 21)$$

Donde ρ es la densidad de dislocaciones total, ρ_t es la densidad de dislocaciones relacionada al tamaño del cristalito, ρ_s es la densidad de dislocaciones relacionada con la micro deformación de la red, b es el vector de Burgers y $\langle\varepsilon^2\rangle^{1/2}$ es la raíz de la media cuadrática de la microdeformación. Se pueden encontrar los índices de Miller y el parámetro de red a partir de los patrones de difracción combinando la Ec. 1 con la ecuación de distancia interplanar y de esa manera obtener la Ec. 22 (Waseda, Matsubara, & Kozo, 2011) (Smith, 1998) (Askeland, Fulay, & Wright, 2012):

$$\frac{\sin^2\theta}{(h^2 + k^2 + l^2)} = \frac{\sin^2\theta}{S} = \frac{\lambda^2}{4a^2} \quad (Ec. 22)$$

Donde a es el parámetro de red, $(h, k \text{ y } l)$ son los índices de Miller para el pico difractado, y $S=h^2+k^2+l^2$. Esta relación es válida solo para sistemas cristalinos cúbicos.

2.3.2 Refinamiento Rietveld

El método de refinamiento Rietveld es una herramienta avanzada en el análisis de difracción de rayos X este método permite hallar con mejor precisión los parámetros de red, posiciones atómicas entre otros. Consiste en ajustar parámetros estructurales como por ejemplo tensiones de la red cristalina, deslizamientos atómicos o parámetro de red entre otras características propias de un difractograma. Este procedimiento de refinamiento se basa en el ajusté interactivo el cuál arroja un ajuste con los resultados previamente obtenidos experimentalmente (Casagrande & Blanco, 2020). Para el uso de este método caracterización de materiales existen unos requisitos previos:

- Tener una muestra cristalina
- Tener identificación previa de las fases presentes en las muestras
- Contar con software para realizar el procedimiento de refinamiento
- Disponer de los datos cristalográficos
- Contar con la función instrumental del difractómetro de rayos X

Con respecto a la función instrumental del difractómetro de rayos X hay que resaltar que esta función lo que hace es caracterizar el ancho instrumental que es propio de error de medida al realizar ensayos de difracción, existen dos formas para su determinación un método analítico el cual basándonos en los principios de funcionamiento de la técnica es necesario conocer todas las contribuciones de los componentes ópticos del difractómetro. El otro método es un método experimental donde se realiza la medida a una muestra estándar que posee ciertas características ya definidas como un tamaño de cristal de 2000 Å y que no presenta micro deformaciones esto se hace mediante la fórmula o ecuación de Caglioti (Ec. 23):

$$H_k = (U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W)^{\frac{1}{2}} \quad (Ec. 23)$$

Donde: H_k es el ancho de la altura media de k-esima reflexión, U , V , W son constantes que se determinan y θ es el ángulo de Bragg.

El paso inicial para realizar el ajuste de estos parámetros mencionados anteriormente es comenzar ajustando la ecuación propia del método Rietveld, que consiste en una función que se minimiza por mínimos cuadrados (Ec. 24):

$$S_y = \sum_i W_i (y_{i(obs)} - y_{i(calc)})^2 \quad (Ec. 24)$$

Donde $y_{i(obs)}$ y $y_{i(calc)}$ son las intensidades experimentales y calculadas en el punto i de los patrones de difracción, W_i es el peso dadas estas intensidades, esta es una función compleja que no es lineal, y que incluye todas aquellas características que pueden originar un patrón de difracción, entonces el refinamiento lo que hace es ajustar o encontrar valores óptimos para dichas características propias del patrón de difracción y que la función tome el valor mínimo posible, a continuación se realiza las descripciones las diferentes ecuaciones y consideraciones pertinentes para realizar el patrón de difracción (García, 2020).

2.3.3 Dureza

La dureza es la medida de la deformación permanente de un material o lo que es conocido como deformación plástica en su superficie. Básicamente el ensayo de dureza consiste en penetrar la superficie del material con otro de dureza elevada, por ejemplo, el carburo de tungsteno o como el diamante con una carga conocida y aplicada lentamente en la superficie del material. Existen varios métodos de aplicación de la prueba de dureza basado en estándares y sobre todo en el tipo de penetrador, en forma y tamaño los más comunes son los ensayos tipo Knoop, Brinell, Vickers y Rockwell.

Dependiendo del tamaño del indentador y la carga aplicada se distingue entre micro y macrodureza. Las pruebas dureza microdureza difieren de la macrodureza (dureza convencional) por el tamaño indentador y tamaño de la huella menor, y que la carga para la prueba de micro dureza va de 1 a 1000gf (Callister, 2000). El número de la dureza Vickers está dada por la Ec. 25:

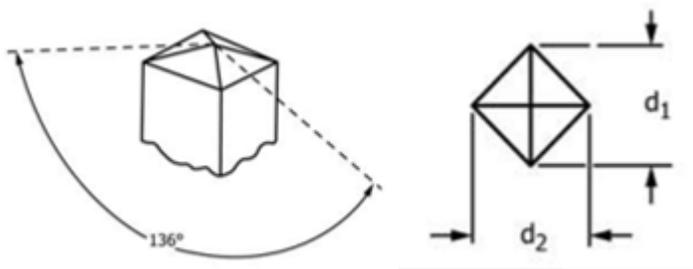
$$HV = 1854.4 \times P/d^2 \quad (Ec\ 25)$$

Donde P es la carga aplicada en gf y d es el promedio de la longitud de las diagonales en μm . Si se desea dar la dureza Vickers reportada en GPa se puede usar la Ec. 26:

$$HV = 0.0018544 \times P_1/d_1^2 \quad (Ec\ 26)$$

Donde P_1 es la carga aplicada en Newton y d_1^2 es el promedio de la longitud de las diagonales en mm. En la Figura 5 se muestra la geometría del indentador de diamante para la dureza Vickers.

Figura 5: Forma del indentador para la dureza Vickers

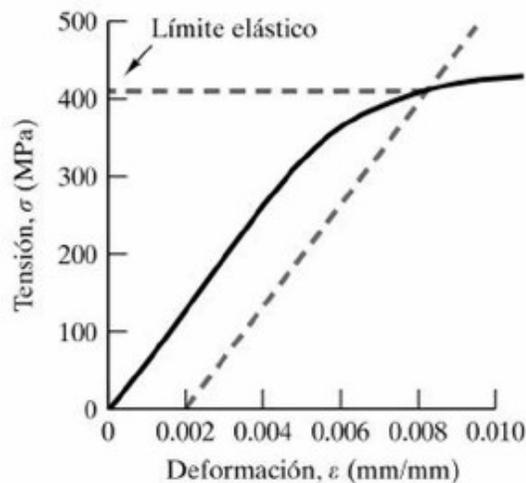


Fuente: (ASTM INTERNATIONAL, 2017)

2.3.4 Ensayo de Tensión

Cuando una pieza se somete a una fuerza de tracción uniaxial se produce una deformación de dicho material. En los materiales metálicos ferrosos y no ferrosos se presentan reacciones a estas fuerzas de tracción uniaxial como lo son las deformaciones elásticas y plásticas. Las deformaciones elásticas consisten en que el material al ser sometido a la carga y hasta cierto punto, (dado a las características propias de los metales), tiene la capacidad de retomar su forma original. En la situación donde ocurre la deformación plástica el material se deforma y dicha deformación queda permanente, esto se debe a que los átomos del material toman nuevas posiciones, y por último se puede describir la ruptura del material esto sucede cuando las capacidades de deformarse plásticamente el material son superadas entonces el material se fractura y rompe.

Figura 6: Diagrama De Esfuerzo Deformación



Fuente: (Shackelford, 2005)

En la Figura 6 se observa el diagrama de esfuerzo-deformación para una aleación de aluminio. La deformación ingenieril es una cantidad adimensional y está definida de la siguiente forma (Ec. 27):

$$Deformación = \frac{l - l_0}{l_0} = \frac{\Delta l \text{ (cambio en la longitud de la muestra)}}{l_0 \text{ (longitud inicial en la muestra)}} \quad (Ec. 27)$$

Donde L_0 es la longitud inicial de la muestra y L es la longitud de la muestra deformada por la carga axial. También es importante nombrar elementos importantes del diagrama de esfuerzo deformación que podemos observar en la Figura 6:

- Modulo elástico (Young): Es la pendiente de la curva de esfuerzo deformación en su región elástica. El módulo elástico está definido por la Ec. 28:

$$\text{Modulo de Young } E = \frac{\Delta s}{\Delta e} \quad (\text{Ec 28})$$

- Limite elástico: Es el punto a partir el cual comienza a deformación plástica. En muchas ocasiones, no hay un límite elástico definido en el diagrama tensión-deformación, por lo tanto, se determina el limite elástico convencional como el punto en el que se interceptan la curva de esfuerzo deformación con la línea paralela a la zona elástica a 0.2% de deformación.

El ensayo de tensión consiste en mecanizar probetas de acuerdo a la norma ASTM E8 y someterlas a una fuerza de tracción uniaxial a una velocidad de deformación constante, lo que determinara la deformación elástica plástica y ruptura del material arrojando información del comportamiento mecánico del material a la tensión.

2.4 VESTA Y MAUD

Para la realización de este trabajo se usarán los softwares libres para análisis de materiales VESTA y MAUD. VESTA es un software que permite crear y visualizar la estructura cristalina de un material, para ello es necesario los datos cristalográficos de la estructura que se desea simular, como la celda unitaria, simetría, los átomos dentro de la celda unitaria y sus posiciones, ocupancia y el factor térmico isotrópico. Además, permite simular el patrón de difracción de rayos X para determinado material a partir de sus datos cristalográficos. Para nuestro caso de estudio estos datos serán los que fueron refinados en MAUD. En cuanto a MAUD (Material Analysis Using Diffraction) es un programa para analizar datos de difracción/reflexión basado en el método numérico de refinamiento Rietveld. Puede trabajar con datos de difracción de rayos X, neutrones, sincrotrón, TOF y electrones, realiza el refinamiento de múltiples espectros, puede usar diferentes configuraciones de equipos y métodos para el refinamiento, entre otras prestaciones.

3. Capítulo Tres: Procedimiento Experimental

Para este trabajo se utilizó la aleación comercial de aluminio 6061 en estado de temple T6. Se adquirieron dos barras de aluminio de esta aleación: una de 0.5m de largo y 38.1 mm (1.5 pulg) de diámetro para obtener los especímenes para las pruebas de difracción y de dureza, y la otra barra de aluminio de 2.0 m de largo y 19.05 mm (0.75 pulg) de diámetro para maquinar los especímenes para los ensayos de tensión según la norma ASTM E 8M.

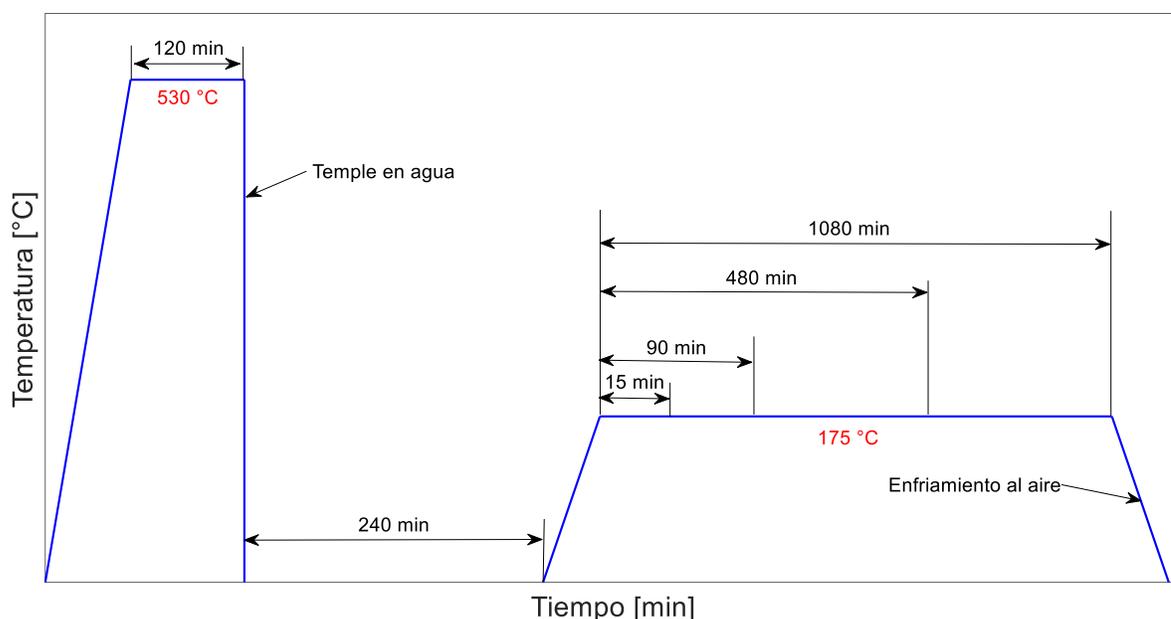
Los especímenes para las pruebas de difracción de rayos x (DRX) y dureza se prepararon en forma de disco de 38.1 mm (1.5 pulg) de diámetro y 5 mm de espesor. Para dar un buen acabado superficial a los discos, sus superficies fueron preparadas con lijas y posteriormente pulidas en paño y una solución de agua destilada con alúmina en el laboratorio de preparación de muestras, para eliminar cualquier imperfección. La Figura 7 muestra dos fotografías de los especímenes para las pruebas de DRX y dureza y el otro para las pruebas de tensión respectivamente luego de ser tratadas térmicamente.

Figura 7: Fotografías de los especímenes maquinados luego de ser tratados térmicamente



Las muestras que se sometieron a los tratamientos térmicos pasaron por un tratamiento térmico de solución a 530 °C por 2 horas (120 min) y luego fueron templadas en agua a temperatura ambiente. Se dejaron reposar por 4 horas (240 min) y posteriormente se envejecieron artificialmente a 175 °C a diferentes intervalos de tiempo: 15 min, 90 min, 480 min (8h) y 1080 min (18h). Al finalizar el envejecido, los especímenes se dejaron enfriar al aire. La Figura 8 es un esquema que ilustra el procedimiento para los tratamientos térmicos que se llevó a cabo. Todos los calentamientos se llevaron a cabo en una mufla.

Figura 8: Esquema de los tratamientos térmicos aplicados a las muestras envejecidas



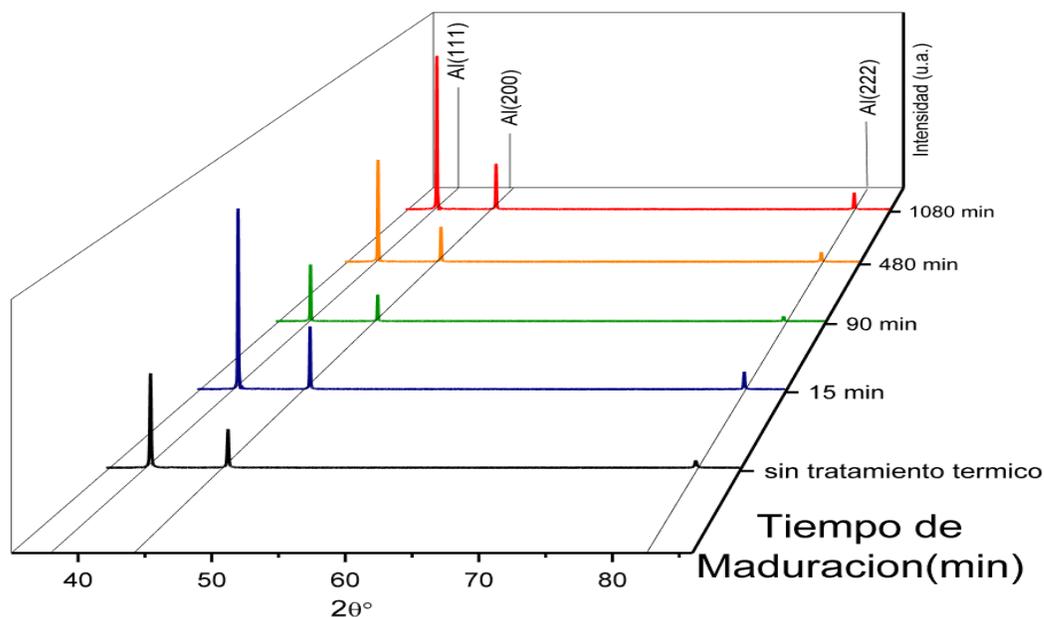
La prueba de tensión se realizó en una máquina de tensión universal bajo la norma ASTM E 8M a una tasa de separación de cabezales durante la prueba de 1.11×10^{-3} m/m/s, realizando 2 réplicas para cada estado de la aleación del aluminio estudiado. La dureza se midió en Vickers bajo la norma ASTM E384 en un durómetro de microindentación aplicando una carga de 100gf, a un tiempo de permanencia de 25 segundos y realizando 30 réplicas para cada tiempo de envejecido. La prueba de difracción de rayos X (XRD) se llevó a cabo en el difractómetro Bruker D2 PHASER con un rango de 2θ entre 10.002° y 90.022° con un paso 0.020° , cada paso con una duración de 2 segundos. Todas las pruebas se realizaron a temperatura ambiente.

4. Capítulo Cuatro: Análisis de Resultados

4.1 Método de Williamson-Hall

En el procesamiento de los datos de difracción que se obtuvieron se usaron 2 métodos, el primero de ellos es el modelo matemático de Cauchy-Lorentz, y el segundo es una función Pseudovoigt la cual teóricamente presenta un mejor ajuste ya que su modelamiento matemático proviene de una mezcla de la función Cauchy-Lorentz con una función gaussiana. Estas funciones comúnmente se usan para realizar el ajuste a los picos de difracción, en nuestro caso los difractogramas mostrados en la Figura 9. Para encontrar el tamaño del cristalito y la microdeformación se usaron los datos arrojados por los dos modelos matemáticos anteriormente mencionados y se usó el modelo matemático de Williamson-Hall que relaciona el tamaño del cristalito y la microdeformación con la posición del pico y con el ancho del pico o FWHM. Dado que se usaron estos modelos matemáticos el método de Williamson-Hall presenta una pequeña modificación, dada la naturaleza de los datos arrojados por la función Cauchy-Lorentz se hará un ajuste de tipo lineal para encontrar la microdeformación y el tamaño de cristalito y para la función Pseudovoigt se hará un ajuste de tipo cuadrático, de acuerdo a los reportes de la literatura (Fuchs, 2020).

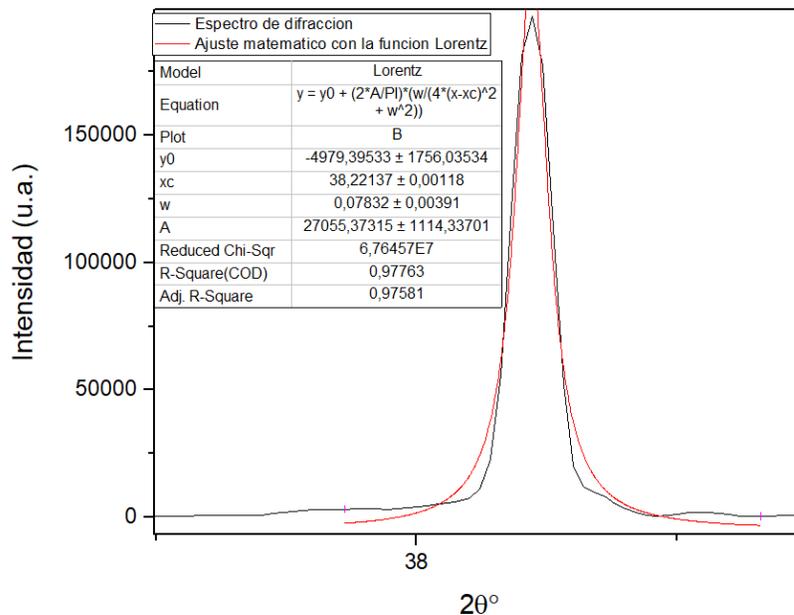
Figura 9: Grafica donde evidencian los espectros de difracción de las diferentes muestras



4.1.1 Método Lineal

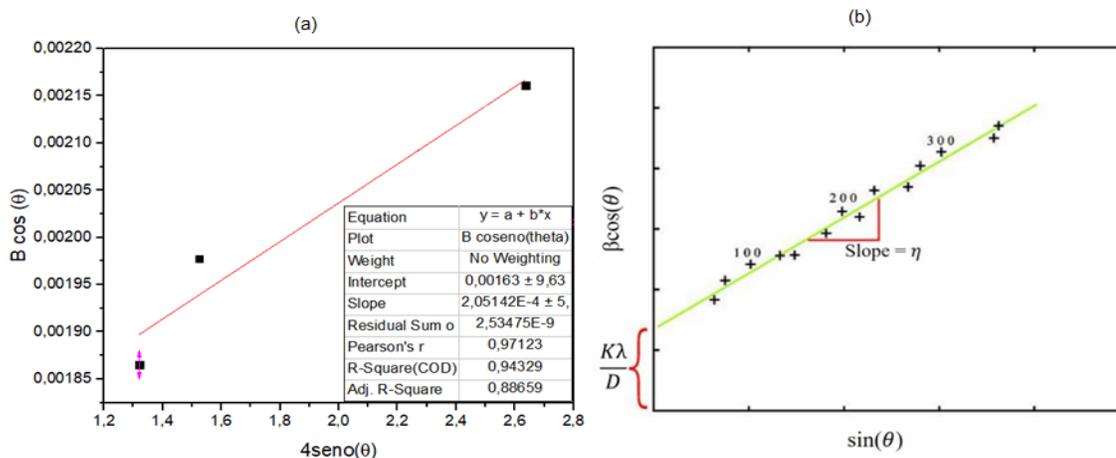
En el método lineal se ajustan los picos de los difractogramas con la función Cauchy-Lorentz. La Figura 10 muestra el ajuste de un pico de difracción con la función de Lorentz.

Figura 10: Donde se evidencia un pico de difracción y el ajuste Cauchy-Lorentz



En la Figura 11-a se muestra una de las gráficas que se construyeron por el método de Williamson-Hall con ajuste lineal para una de las muestras de aluminio analizadas. La Figura 11-b es un ejemplo que ilustra de la aplicación del método de W-H con ajuste lineal.

Figura 11: (a) Gráfica con los datos propios del método gráfico de W-H
(b) Muestra del método gráfico de W-H

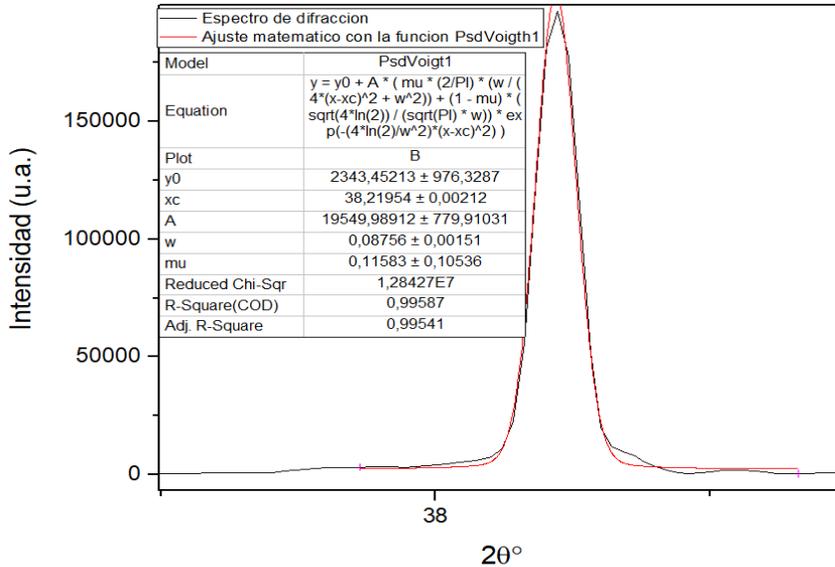


Fuente: (a) Elaboración propia (b) (Fuchs, 2020)

4.1.2 Método Cuadrático

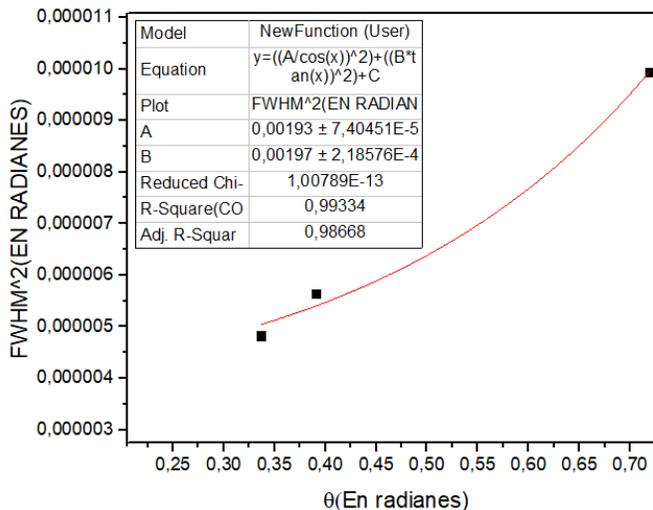
En el método cuadrático se ajustan los picos de los difractogramas con la función Pseudovoigt. La Figura 12 muestra el ajuste de un pico de difracción con la función Pseudovoigt.

Figura 12: Donde se evidencia un pico de difracción y el ajuste Pseudovoigt



En la Figura 13 se muestra una de las gráficas que se construyeron por el método de Williamson-Hall para una de las muestras de aluminio analizadas con ajuste cuadrático. También se evidencian las variables A, B y C que se usan en las Ec. 17, 18 y 19.

Figura 13: Grafica del método de W-H con ajuste cuadrático



En las Figuras 14 y 15 se grafica el tamaño del cristalito calculado para todas las muestras por medio del método de W-H con ajuste lineal y cuadrático respectivamente.

Figura 14 : Grafica de tamaño del cristalito hallado con el análisis lineal

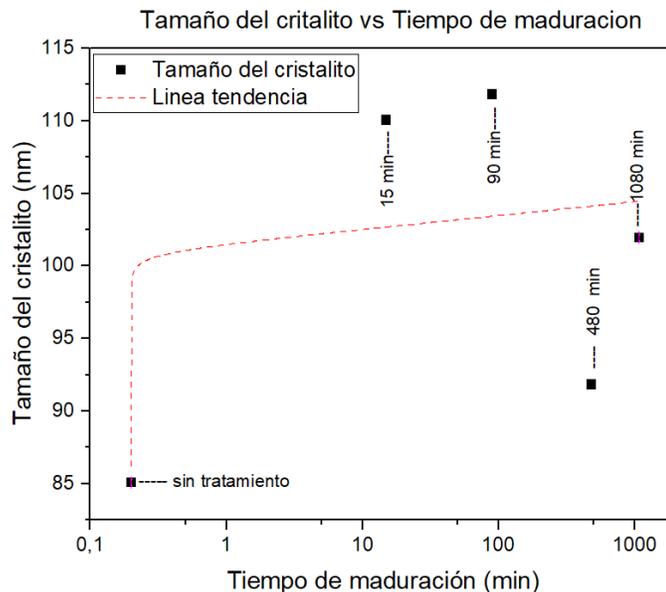
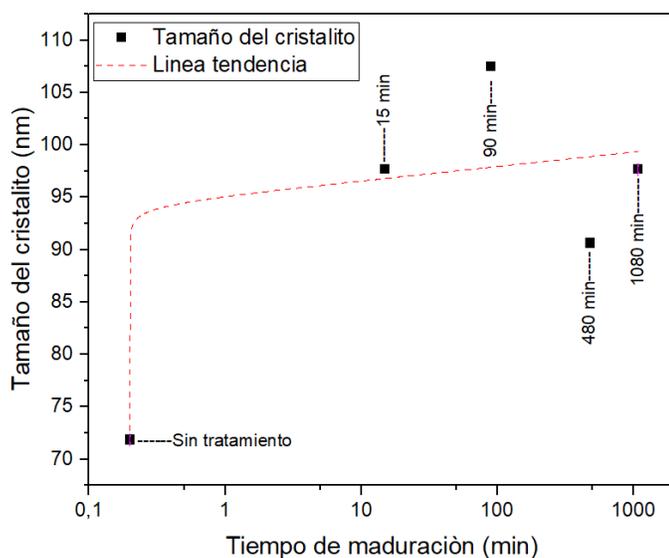


Figura 15: Grafica de tamaño del cristalito hallado con el análisis cuadrático



Sabiendo que los tratamientos térmicos pueden inducir cambios en la estructura cristalina, microestructura entre otras características del material y relacionando los efectos que se evidencian en las Figuras 14 y 15 de la tendencia del tamaño del cristalito a crecer esto se

debe al crecimiento de los precipitados, pero en la probetas de mayor tiempo de maduración disminuye, se puede decir que se presencié un proceso de recrystalización, otra consecuencia de este fenómeno es el crecimiento posterior del cristalito, esto se debe a la migración de los límites por la difusión de corto alcance que se produce durante el tratamiento. teniendo en cuenta que la recrystalización es consecuencia de someter al material a temperaturas de aproximadamente un tercio y/o un medio de la temperatura de fusión. (Callister, 2000) (Shackelford, 2005) (Askeland, Fulay, & Wright, 2012).

Figura 16: Grafica de microdeformación elaborada con el análisis lineal

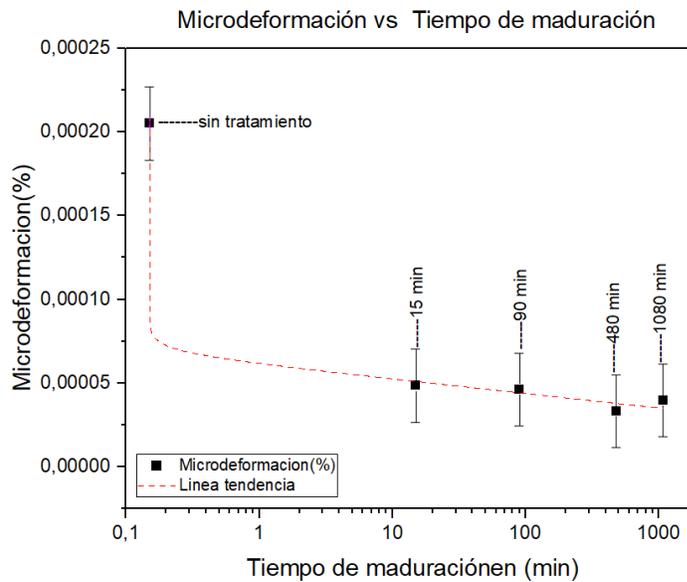
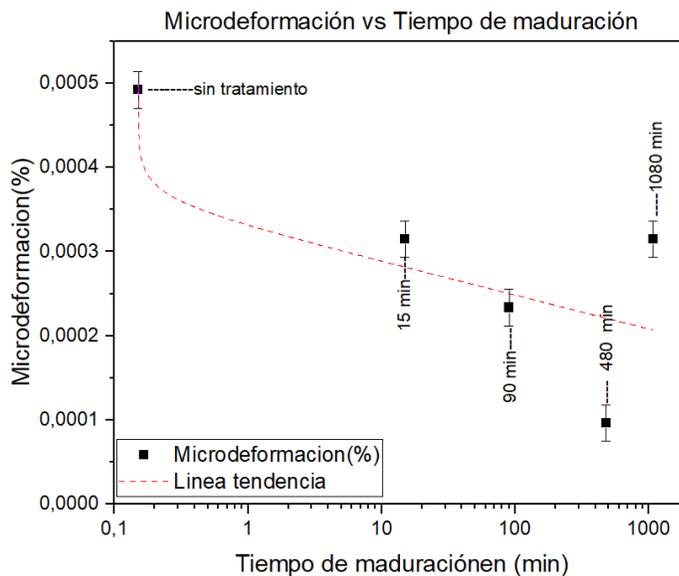


Figura 17: Grafica de microdeformación elaborada con el análisis cuadrático



De las Figuras 17 y 18 se evidencia que debido al tratamiento térmico que fue realizado en las probetas, la microdeformación de la muestra tiende a disminuir en comparación de la muestra denominada (sin tratamiento térmico), esto debido a que se liberan tensiones de red cristalina lo cual se observa en los resultados presentados. Este comportamiento se relaciona dada la similitud de los procesos de maduración y tratamiento térmico de recocido el cual tiene como finalidad liberar tensiones. Y finalmente también se observa un comportamiento de aumento en la micro deformación si se compara los tiempos de maduración 480 minutos y de 1080 minutos esto se puede deber una saturación de precipitados dentro de la red cristalina (Askeland, Fulay, & Wright, 2012) (Callister, 2000).

Figura 18: Determinación del parámetro de red mediante la función de Nelson Riley (*NRF*)

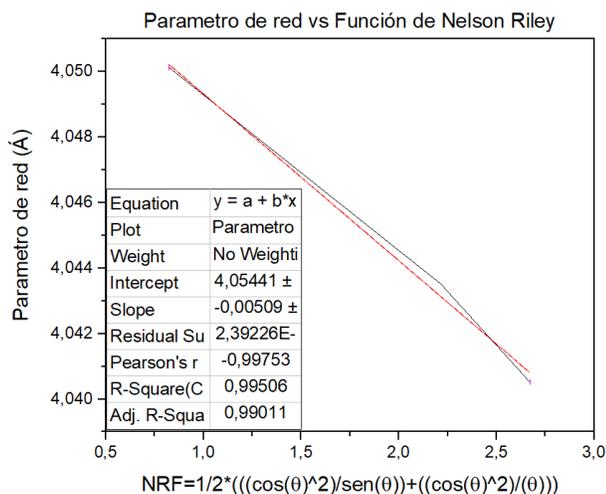


Figura 19: Parametro de red en función del tiempo de maduración

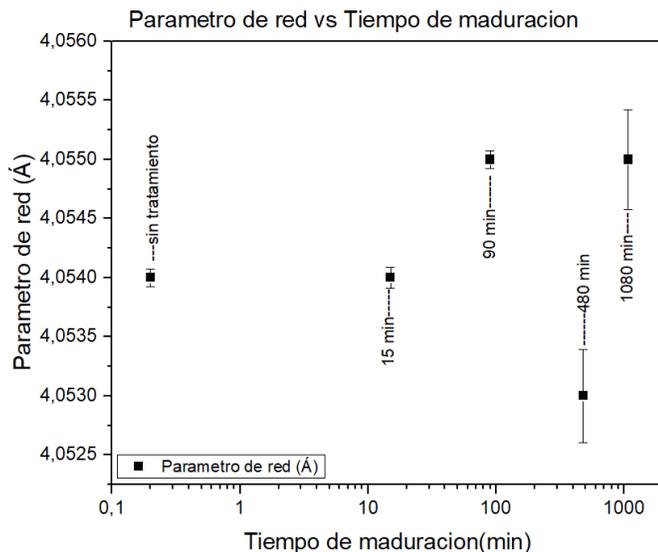
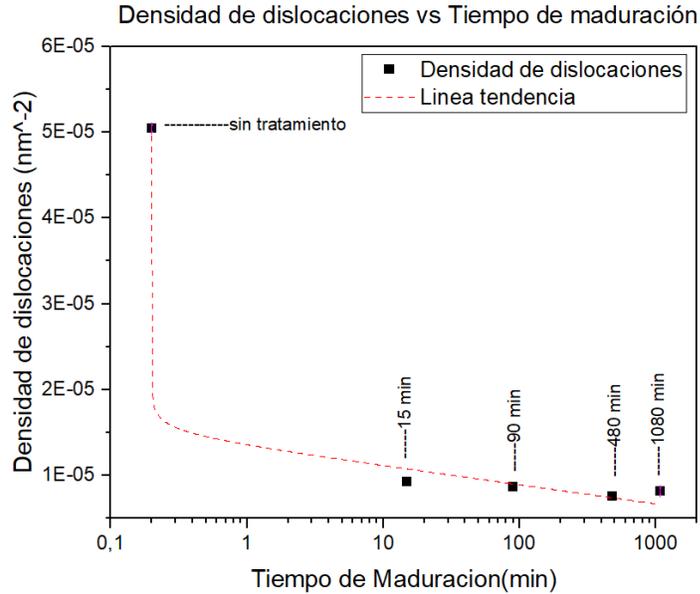


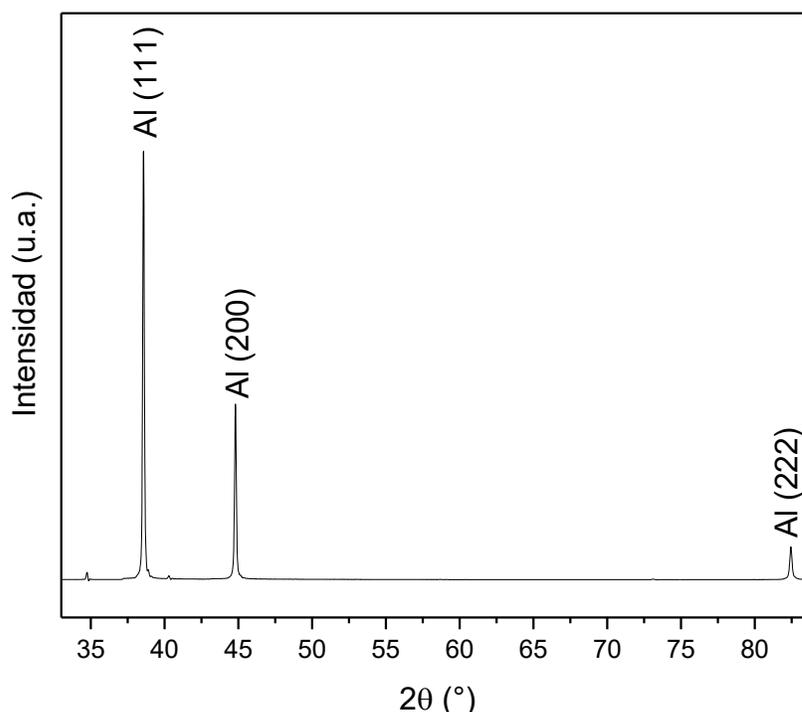
Figura 20: Densidad de dislocaciones en función del tiempo de maduración

Comparando las Figuras de micro deformación (Figura 16), (Figura 17) y de densidad de dislocaciones (Figura 20), se evidencia que presentan una relación directa frente al comportamiento que presentan. Esto es debido a que la densidad de dislocaciones es el número de dislocaciones por unidad de área lo cual es coherente debido a que anteriormente se mencionó la liberación de tensiones dentro de la red cristalina debido a la naturaleza de tratamiento térmico, asimismo haciendo mención a la (Figura 19) se contempla un comportamiento lineal lo que significa poco cambio en el parámetro de red denotando así que la red sufrió pocos cambios de expansión o contracción (Callister, 2000).

4.2 Refinamiento Rietveld

En cuanto al análisis de los patrones de difracción por medio del refinamiento Rietveld, el primer paso es identificar las fases cristalinas presentes en el material. Para ello se hizo uso del programa para análisis de patrones de difracción X' Pert HighScore Plus y de la base de datos cristalográficos gratuita American Mineralogist Crystal Structure Database que reúnen estructuras cristalinas publicadas en diferentes revistas reconocidas. En la Figura 21 se observa el patrón de difracción de rayos X del material en el estado comercial. Se identificaron los picos de difracción del aluminio correspondientes a los planos (111), (200) y (222).

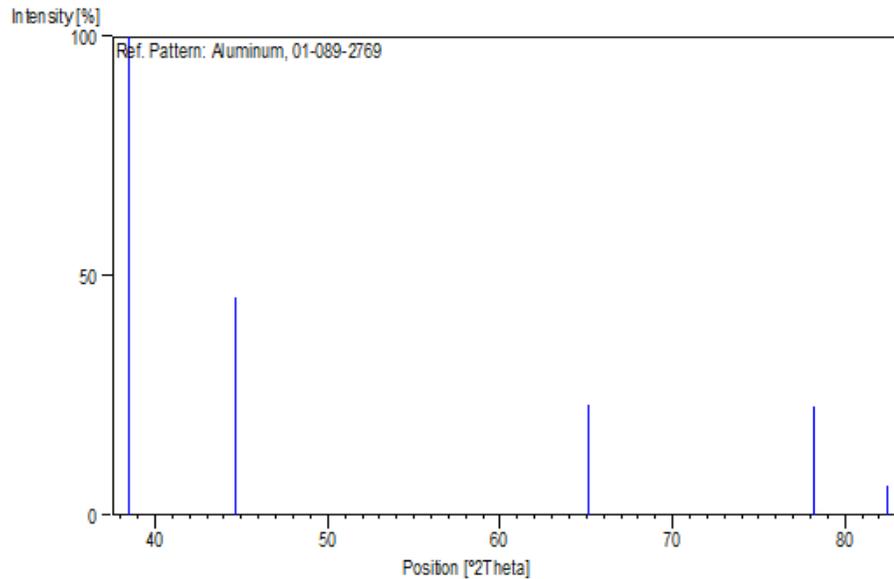
Figura 21: Patrón de difracción para la aleación 6061 en estado comercial



Cabe resaltar de la Figura 21 que el plano (111) es el plano que produce el pico más intenso. Esto se debe a que en estructuras como la del aluminio que son FCC, los planos más compactos son los pertenecientes a la familia $\{111\}$ (Askeland, Fulay, & Wright, 2012). Según (Suryanarayana & Norton, 1998) los planos con mayor densidad de átomos son los que producirán las reflexiones más intensas, de aquí que el plano (111) produzca el pico más intenso en todos los patrones registrados.

Por otra parte, al comparar el patrón de difracción obtenido con el de una muestra en polvo estándar del X'pert como se ve en la Figura 22, es evidente que los picos en la posición 65.094° y 78.226° no se registraron. Esto se explica debido a que las muestras estándar vienen en forma de polvo y sus partículas están orientadas aleatoriamente, de forma que los planos que cumplan con la condición de Bragg (en una geometría Bragg-Brentano serán los planos que sean paralelos a la superficie) difracten los rayos X. En este caso los cristales en la aleación de aluminio se orientan de tal manera solo los planos (111), (200) y (222) cumplen con la condición de difracción, esto es indicativo de que los cristales en la muestra crecieron con orientaciones cristalográficas preferenciales en estos planos. Una orientación preferencial altera la intensidad relativa de los picos y puede provocar que no se registren algunos picos, como lo mencionan (Holder & Schaak, 2019). Este fenómeno se repite para todas las muestras de aluminio, tanto para las que están en estado comercial como para las envejecidas.

Figura 22: Patrón de difracción de una muestra estándar de aluminio en polvo



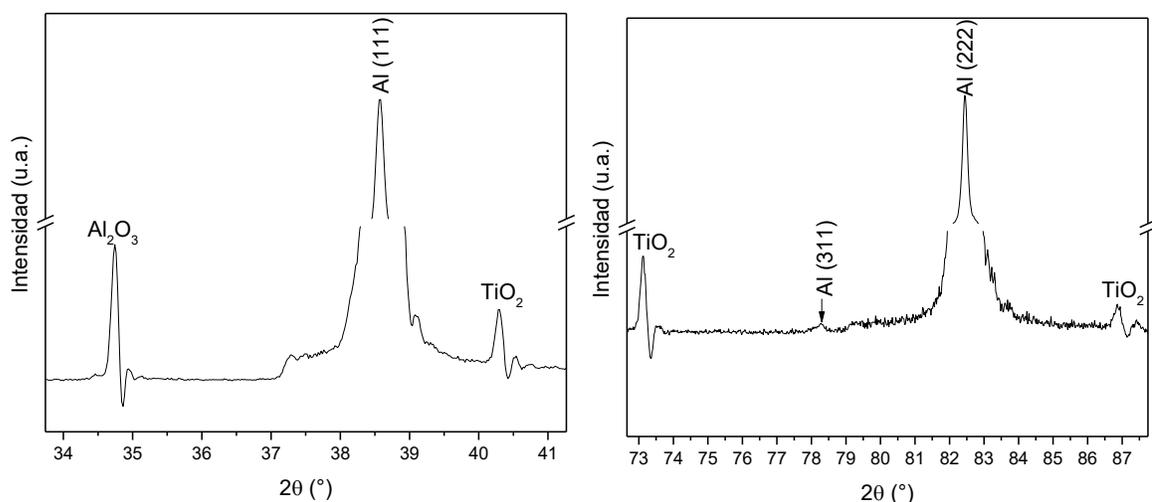
Fuente: Tomado de la carta cristalográfica del X'pert código 01-089-2769.

Al hacer un zoom a diferentes regiones del patrón, se observa la presencia de picos de difracción de menor intensidad en comparación de los picos de difracción del aluminio identificados, en la Figura 23 se ve el zoom a estos picos. Con el programa X'pert se analizó el patrón de difracción para identificar estos picos de menor intensidad y se restringió la búsqueda a los compuestos que están presentes en la aleación 6061 basados

en la composición química que certifica el fabricante⁵. Las fases que se identificaron se mencionan a continuación con el código de referencia de su carta cristalográfica:

- Aluminio (Al), Código: 01-089-2769
- Cromo (Cr), Código: 00-001-1261
- Titanio (Ti), Código: 00-044-1288
- Dióxido de titanio (TiO_2), Código: 03-065-6429
- Alúmina (Al_2O_3), Código: 00-001-1307

Figura 23: Zooms a las diferentes regiones del patrón de difracción para el aluminio 6061



En la Figura 23, se alcanza a apreciar un pico casi imperceptible, que gracias al refinamiento Rietveld fue posible identificarlo como un pico producido por el aluminio por el plano (311) y se logró ajustar.

La presencia de óxidos de aluminio como el Al_2O_3 es común en el aluminio ya que es un metal muy reactivo que reacciona espontáneamente con el oxígeno y forma una capa de óxido que recubre la pieza. Dicha capa de óxido protege la pieza de muchos ambientes corrosivos (Shackelford, 2005). En general cuando un metal es expuesto a altas temperaturas en presencia de un gas oxidante como el oxígeno, ocurre un proceso de

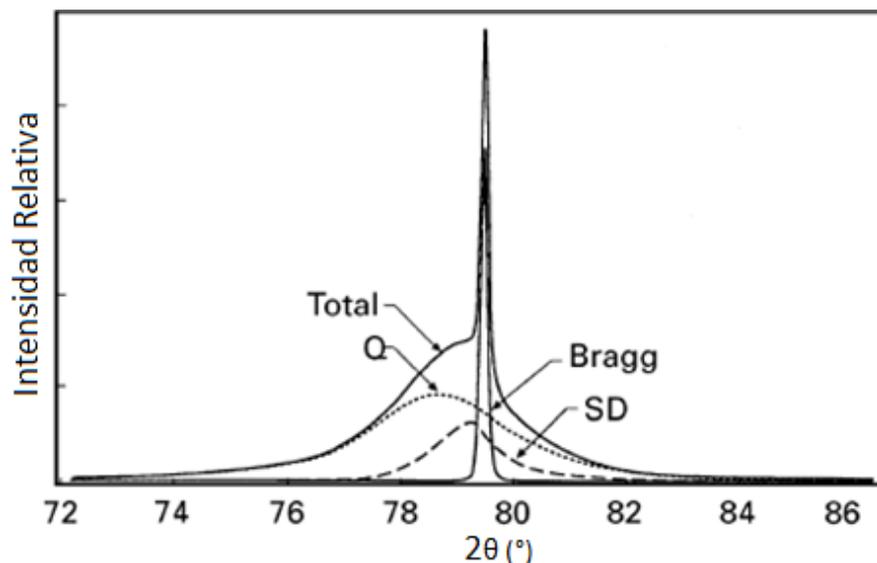
⁵ La composición química de la aleación de aluminio 6061 empleada para este estudio se incluye en el anexo B.

oxidación que se incrementa con la temperatura (Martínez Villafañe, Chacón Nava, Gaona Turbicio, Almeraya Calderón, & González Rodríguez, 2020). El aluminio sigue este comportamiento, por lo que al incrementar la temperatura el proceso de oxidación y la capa de óxidos aumentan (Shih & Liu, 2006). Por eso, al calentar las muestras se pueden formar óxidos como el Al_2O_3 y TiO_2 que se identificaron con el X'pert como los picos de menor intensidad que se muestran en la Figura 23.

Otras fases que deben estar presentes en la aleación como los precipitados de Mg-Si u otras fases que pueden estar en forma de dispersiones como lo reportan (Buchanan, Ribis, Garnier, & Colas, 2016) no se pudieron identificar. Para poder identificar una fase en los patrones de difracción, debe estar en una proporción lo suficientemente alta como para que las intensidades que difractan esta fase sean lo suficientemente fuertes para que sobresalgan del fondo y no se confundan con el ruido como lo menciona (Sitdikov, Murashkin, & Valiev, 2017). Según esta investigación, por lo general, los métodos convencionales para medir patrones de difracción presentan dificultades cuando las fases secundarias están en una cantidad en fracción de volumen debajo del 3% y el tamaño de sus constituyentes es menor que 500 nm. Los patrones fueron registrados de manera convencional sin ninguna modificación al equipo, por lo que la medición de fases secundarias está condicionada a la resolución que pueda alcanzar el equipo. Según las recomendaciones dadas por (García, 2020), los patrones se hicieron con un paso y tiempo adecuados para asegurar una buena calidad en los datos tomados, por lo que las fases que no se puedan observar en el patrón se deben a que están en una proporción muy baja como para diferenciarlos del fondo.

Sin embargo, aunque no se puedan identificar las fases secundarias en la aleación por medio de sus picos de difracción, si se logró percibir la presencia de la fase de precipitado Mg-Si por el efecto que tienen sobre los picos de difracción del aluminio. La distorsión que causan los precipitados en la matriz de aluminio tienen un efecto especial en la difracción, provocando la partición de las intensidades de los picos de difracción de rayos X de la matriz de aluminio en tres partes: el pico de Bragg, la difracción estática difusa y la quasilinea (denominadas como B, SD y Q por sus siglas en inglés) (Kužel, He, & Houska, 1997). Esto causa un cambio en la forma del pico como se ve en la Figura 24.

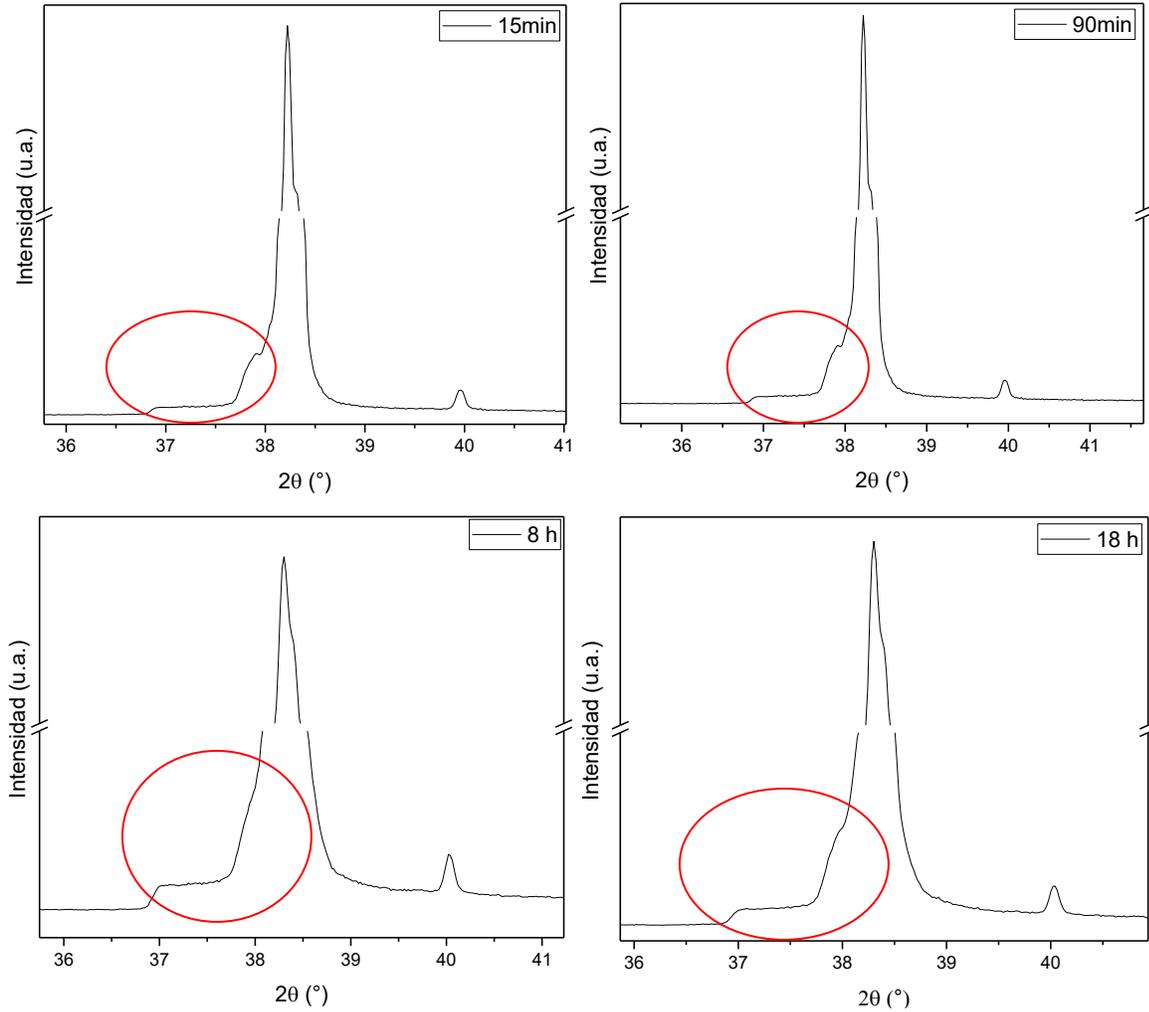
Figura 24: Partición de las intensidades de los picos de difracción en tres partes



Fuente: (Kužel, He, & Houska, 1997)

En la Figura 25 se muestra este efecto en los picos de difracción para las muestras de aluminio a diferentes tiempos de envejecido para el plano (111). Como se ve, para cada uno de los picos de difracción de aluminio en todos los tiempos de envejecido se encontró este ensanchamiento de la parte inferior izquierda de los picos. Este ensanchamiento se debe a la división de la intensidad relativa en la difracción estática difusa (SD) y en la quasilínea (Q). La difracción estática difusa es una aproximación de la difracción difusa total cuando la distorsión en la red de la matriz es pequeña y la quasilínea corresponde a la difracción debido a una zona de distorsión severa (Kuzel & Houska, 1995). Los precipitados coherentes distorsionan la matriz y crean zonas de desplazamiento atómico que son anisotrópicas en la matriz de aluminio, estas zonas de desplazamiento son usadas como parámetros iniciales para los cálculos del factor exponencial de atenuación $2M$. Este factor $2M$ determina la división de la matriz de difracción en sus tres partes: Bragg, SD y Q; donde SD y Q representan difracción difusa que se han formado en los picos de Bragg.

Figura 25: Efecto del precipitado Mg-Si sobre los picos de difracción a diferentes tiempos de envejecido



La difracción difusa es aquella que se produce por defectos estructurales en la red cristalina y provocan una redistribución de las intensidades de los picos de difracción en difracción difusa (COWLEY, 2020). El factor de atenuación $2M$ se incrementa con la zona de distorsión y a mayor distancia en el espacio recíproco (lo que se traduce como mayor ángulo 2θ), por lo que a mayor distorsión de la red y mayor ángulo de Bragg el aporte de la SD y Q a la intensidad integrada se incrementa y cambian la forma e intensidad del pico como lo reportan (Novelo-Peralta, González, & Lara-Rodríguez, 2008) y (Kužel, He, & Houska, 1997). Con un factor $2M$ cercano a cero solo las componentes de Bragg y una SD ancha son importantes, para $2M$ cercanos a 1 las 3 componentes son igual de importantes y para $2M$ mayores que 1 la contribución de Q aumenta y el aporte de la SD y de Bragg

disminuyen hasta el punto de ir ocultando la contribución de Bragg como para 2M cercanos a 5.

En las investigaciones realizadas en las referencias mencionadas anteriormente, las aleaciones usadas en sus estudios contienen una proporción de elementos aleantes más alta en comparación a la aleación de aluminio 6061 estudiada. Por ejemplo, en la investigación de (Novelo-Peralta, González, & Lara-Rodríguez, 2008) se usó una aleación de Al-4,28 %wt Mg- 0,68 %wt Cu mientras que la aleación estudiada tiene una composición aproximada de Al-1,0 %wt Mg-0,6 %wt Si. La proporción más alta de elementos aleantes usadas en estos estudios permiten que haya un mayor número de precipitados que generan una mayor distorsión en la matriz de aluminio y de esa manera aumente el aporte de la SD y Q a la matriz de intensidades. Por eso, el efecto que tienen los precipitados sobre los picos de difracción del aluminio en la aleación 6061 es menor que los efectos que se reportan en la literatura. Sin embargo, aún se puede apreciar el efecto asimétrico que tienen los precipitados de Mg-Si sobre los picos.

En la Figura 25 también se puede apreciar como para los primeros tiempos de envejecido (15 y 90 minutos) la forma de este ensanchamiento asimétrico varía ligeramente respecto a la forma del ensanchamiento para los tiempos de envejecidos tardíos (8 y 18 horas). Estos ligeros cambios se deben a que los precipitados evolucionan, el efecto de distorsión de los precipitados sobre la matriz aumenta con el tiempo como lo reportan (Novelo-Peralta, González, & Lara-Rodríguez, 2008), (Kužel, He, & Houska, 1997) y (Kuzel & Houska, 1995). Al ir creciendo la distorsión en la red, el factor 2M va ir creciendo y la proporción de los aportes en la intensidad de Bragg, SD y Q van a ir cambiando y por ello la forma del pico de difracción cambia.

Por otra parte, para realizar el refinamiento Rietveld se necesita usar un software especializado en esta tarea. Se evaluaron dos softwares libres para la ejecución del refinamiento: Fullprof y MAUD. Se decidió usar MAUD principalmente porque permite un análisis más flexible de la orientación preferencial y texturas (Lutterotti L. , 2010). En Fullprof solo se cuenta con el método clásico de Rietveld Toraya y el de March Dollase para tomar en cuenta la orientación preferencial (Gandarilla, Moreno, & Avilés, 2005), por lo que las opciones para resolver este problema son limitadas debido a que se requieren de parámetros iniciales que se obtienen a partir de Figuras de polos. En el refinamiento

Rietveld, la clave son los parámetros iniciales que se le dan al programa para comenzar el refinamiento y MAUD tiene la ventaja de hacer el refinamiento con más métodos para tomar en cuenta la orientación preferencial y algunos no necesitan de Figuras de polos o análisis de textura, además MAUD tiene una interfaz más amigable.

La corrección por orientación preferencial cristalográfica se hizo a través del método de armónicos esféricos generalizados (GSH por sus siglas en inglés)⁶. Una de las ventajas del método de GSH es que da una rápida convergencia del modelo teórico calculado sin la necesidad de escoger buenos parámetros iniciales para los coeficientes del GSH (Sitepu, Prask, & Vaudin, 2001). Para el modelo utilizado en los refinamientos de los difractogramas de este trabajo se usó un orden armónico de $L=10$, ya que este proporciona el mejor ajuste a los patrones en comparación a los órdenes de $L=8$ y 12 . Se dejaron todos los coeficientes armónicos en cero al comienzo del refinamiento.

Para la selección de la simetría de textura de la muestra se tuvo en cuenta que el grupo espacial del aluminio es $Fm-3m$ y que para diversos refinamientos reportados en la literatura se utilizó una simetría por defecto cilíndrica (fibra) (Sitepu H. , 2009) (Sitepu, Prask, & Vaudin, 2001) (Sitepu, O'Connor, & Li, 2004). Por lo que se probó con la simetría de "fiber" y "m3m" en MAUD. Se escogió la simetría $m3m$ para el factor de orientación preferencial en el refinamiento de los patrones de difracción, porque, aunque por poco la simetría $m3m$ daba mejores valores de figuras de mérito que la simetría cilíndrica. Se comparó el factor de bondad (**sig**) para ambas simetrías y como el factor de bondad para la simetría "m3m" fue mejor por estar más cercano a 1 se decidió por elegir esta simetría. Sin embargo, esta diferencia es mínima y los valores refinados a través de la simetría cilíndrica son casi idénticos a los de la simetría $m3m$. En la tabla 4 se da la comparación de las figuras de mérito, los valores refinados más importantes y los coeficientes armónicos para las dos simetrías en la muestra envejecida 15 minutos con la radiación $Cu K\alpha_2$ filtrada.

⁶ Una breve descripción del método GSH se da en el anexo C.

Tabla 4: Comparación de los resultados aplicando simetría m3m y cilíndrica

Envejecido 15 min con radiación Cu $K\alpha_2$ filtrada

Parametros	Simetria "m3m"	Simetria Cilindrica "Fiber"
<i>sig</i>	10,72	10,73
<i>Rwp (%)</i>	26,89	26,91
<i>Rb (%)</i>	12,14	12,14
<i>Rexp (%)</i>	2,51	2,51
<i>tamaño del cristalito (Å)</i>	4.452,9	4.450,4
<i>microdeformacion (ϵ_{rms})</i>	7,29E-04	7,29E-04
<i>parametro de red a (Å)</i>	4,056	4,056
<i>coeficiente 4_1_1</i>	7,67	2,95
<i>coeficiente 6_1_1</i>	2,65	-2,14
<i>coeficiente 8_1_1</i>	1,89	1,80
<i>coeficiente 10_1_1</i>	-20,80	4,96

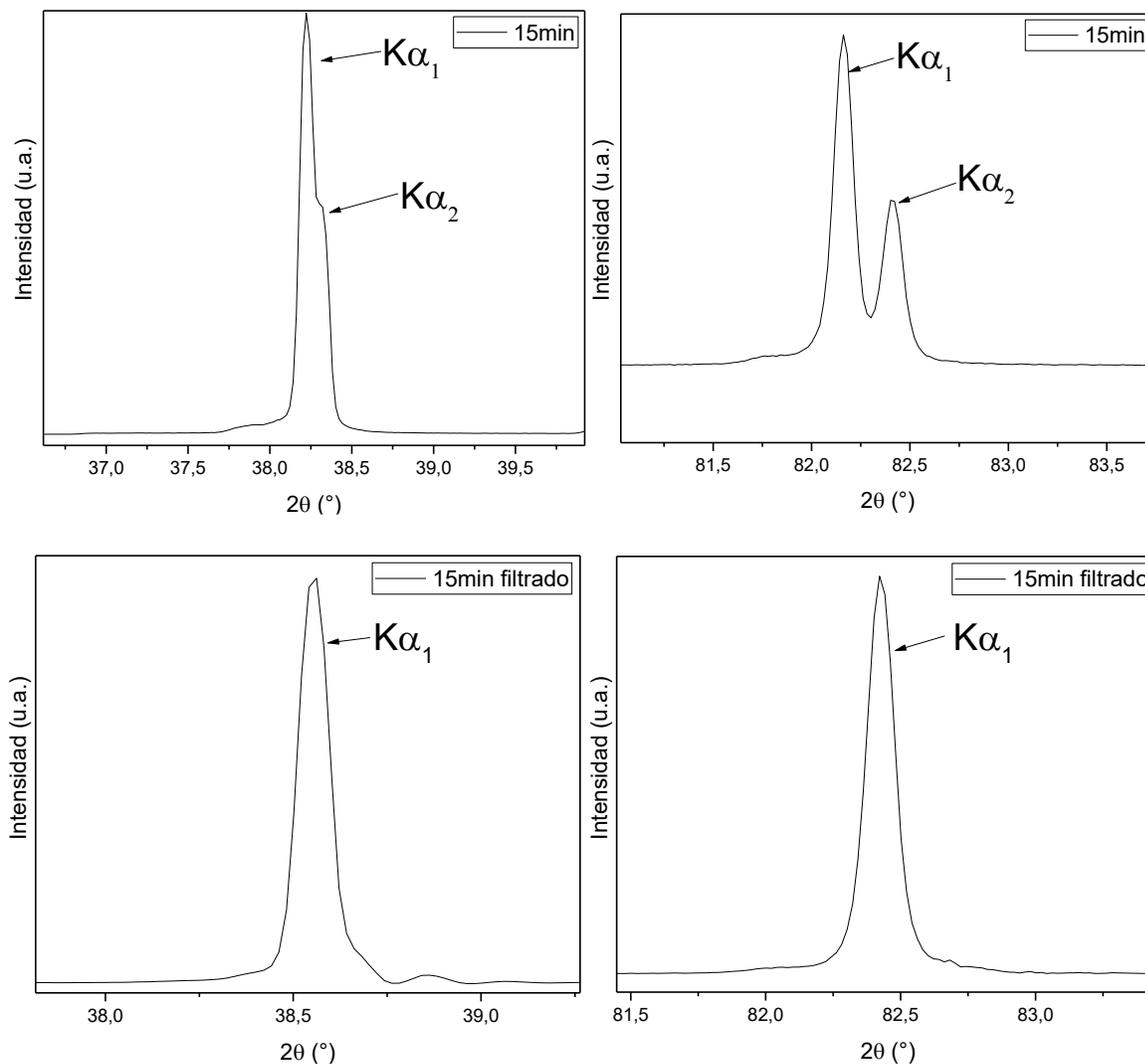
En la tabla 4 se ve como la simetría utilizada para el análisis de textura tienen gran influencia sobre los coeficientes armónicos y cambian dependiendo de la simetría utilizada. Ambas simetrías dan un ajuste casi idéntico y se diferencian en que el ajuste que se logra con la simetría m3m es un poco mejor. Esto se evalúa por medio del R_{wp} que es un poco más cercano al R_{exp} y por ello da un ajuste de bondad ligeramente mejor.

Otro paso previo al refinamiento fue el filtrado de la radiación Cu $K\alpha_2$. Las radiaciones Cu $K\alpha$ son las radiaciones que emite el cobre al ser bombardeado por electrones durante la producción de rayos X en el difractómetro. Cuando los electrones chocan con los átomos de cobre pueden expulsar electrones de las capas internas del átomo de cobre, lo que provoca la transición de los electrones desde niveles energéticos superiores a niveles inferiores y cuando un electrón viaja hacia un nivel energético inferior emite radiación que es característica de cada elemento (Hammond, 2009). La radiación $K\alpha_1$ es la transición desde L_3 a K y la radiación $K\alpha_2$ es la transición desde L_2 a K (Wikipedia, 2020).

El proceso de filtrado elimina la contribución de esta radiación al patrón de difracción que se encuentra en la mayoría de los casos. Esta contribución que se refleja como un segundo pico de menor intensidad al lado derecho del pico causado por la radiación Cu $K\alpha_1$ y que se van separando a mayores ángulos de 2θ (Speakman, Prism Web Server, 2020). El filtrado se llevó a cabo a través del programa X'pert. En la Figura 26 se comparan los

patrones de difracción para la muestra envejecida 15 minutos con y sin la radiación $\text{Cu K}\alpha_2$ en los planos (111) y (222). El refinamiento Rietveld se llevó a cabo para los patrones de difracción filtrados y sin filtrar, para comparar los cambios en el refinamiento de cada patrón filtrado con su par sin filtrar.

Figura 26: Patrones de difracción para la aleación de aluminio 6061 envejecida 15 minutos con y sin radiación $\text{Cu K}\alpha_2$ planos (111) y (222)

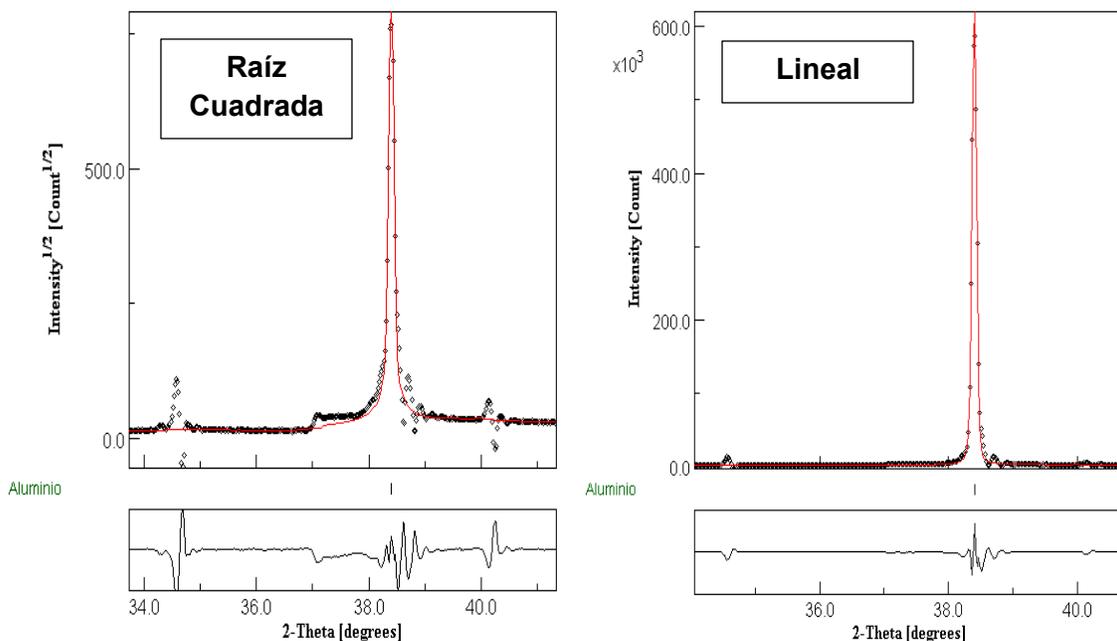


Por último, en MAUD se tiene la posibilidad de poder cambiar la escala de la intensidad en la que se grafica el patrón de difracción durante el refinamiento. Por defecto MAUD viene con la escala de raíz cuadrada para la intensidad en lugar de una escala lineal. Esto no cambiará los cálculos del refinamiento, pero si permite evaluar mejor la función residuo y

el ajuste del modelo teórico con los datos registrados, porque el error en las intensidades será proporcional a su raíz cuadrada. Esto hace que los errores pequeños sean más notorios además de que permite la mejor visualización de los picos más pequeños (Università Di Trento, 2020).

La Figura 27 compara la escala lineal y la escala de raíz cuadrada para graficar la intensidad en el refinamiento de la muestra con 15 minutos de envejecido. Como se ve en la Figura 27, cuando se utiliza una escala de raíz cuadrada los pequeños errores que en una escala lineal eran mínimos o imperceptibles ya son más notorios en una escala de raíz cuadrada. De esta manera se visualiza de manera más objetiva cómo va el ajuste del modelo teórico con el patrón de difracción experimental. Por las ventajas que trae la visualización de los refinamientos de la escala de raíz cuadrada todos los refinamientos se hicieron en esa escala.

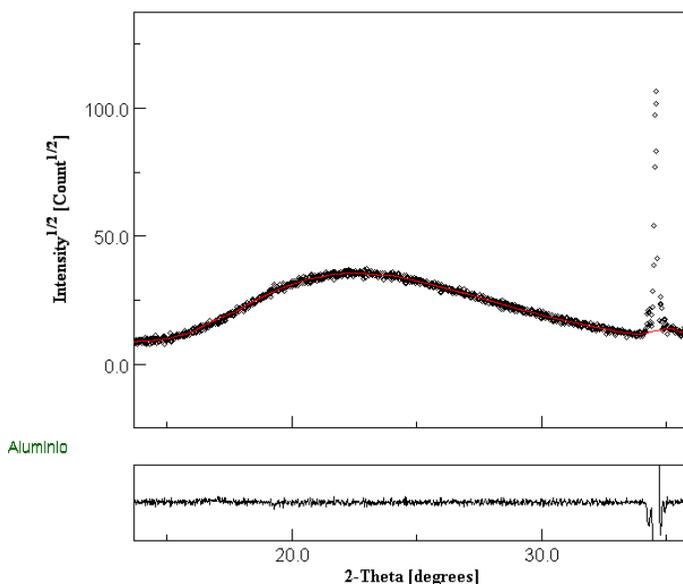
Figura 27: Escala de raíz cuadrada vs lineal para la muestra envejecida 15 min



Con la escala de raíz cuadrada también se ve como se alcanza a formar un pequeño lomo de varios grados de ancho al inicio de cada patrón. En la Figura 28 se muestra una imagen de este lomo. Como se explica en la literatura esto se debe al aporte de una fase amorfa (Cullity, 1956); pero como no se han reportado fases amorfas en la aleación de aluminio

6061 ni se tiene indicios de que haya una, el aporte de esta fase debe ser por factores externos a la muestra. La fase amorfa que se evidencia puede deberse al portamuestras que se elaboró del polímero comercial llamado EMPACK para realizar los ensayos de difracción, ya que la mayoría de los polímeros comerciales no presentan un alto grado de cristalinidad (Shackelford, 2005).

Figura 28: Fase amorfa aportada por el portamuestras



Teniendo ya las fases cristalinas identificadas, para iniciar el refinamiento Rietveld se necesita de los datos cristalográficos de cada una de las fases como: el tipo de celda unitaria, grupo espacial, la posición atómica de los átomos dentro de la celda unitaria, parámetro de red, factor térmico isotrópico de cada átomo (“Biso factor” en MAUD) y ocupancia de cada átomo. En caso de no tener el factor B y la ocupancia estas se pueden suponer como 1 para iniciar el refinamiento. Todos estos datos cristalográficos se pueden obtener de las cartas cristalográficas y las bases de datos libres como la “Crystallography Open Database” o la “American Mineralogist Crystal Structure Database”. La importancia de estos datos radica en que son los que permiten realizar el cálculo inicial del patrón de difracción que luego se irán refinando. Las posiciones atómicas del TiO₂ monoclinico identificado con el X’pert se desconocen, por eso no se incluyó esta fase en el refinamiento y como en las cartas cristalográficas no se contaba con ninguna información cristalográfica de la alúmina esta información se obtuvo en las bases de datos.

Ya teniendo en cuenta todo lo anterior se procede a realizar los refinamientos. Los pasos que se utilizaron para llevar a cabo los refinamientos de los patrones de difracción de las diferentes muestras envejecidas se describen de manera general en el anexo D. Los resultados para cada una de las muestras con radiación Cu K α_2 con y sin filtrar se incluyen en el anexo E, la cual incluye las tablas completas con todos los parámetros que se tuvieron en cuenta para cada refinamiento y la imagen que muestra el ajuste del modelo teórico con el modelo experimental para todos los refinamientos. Aquí se dará un resumen con los resultados más relevantes presentados en la tabla 5.

Tabla 5: Resumen de resultados del refinamiento Rietveld con y sin filtrar Cu K α_2

Refinamiento Rietveld Sin Filtrar Radiación Cu Kα_2					
Parametros y Figuras de Merito	Estado Comercial	15min	90min	8h	18h
<i>sig</i>	5,43	6,87	4,91	7,63	6,02
<i>Rwp (%)</i>	13,28	14,11	17,21	15,29	15,19
<i>Rb (%)</i>	7,44	8,33	10,64	9,52	9,30
<i>Rexp (%)</i>	2,45	2,05	3,50	2,00	2,52
<i>tamaño del cristalito (Å)</i>	1617,60	2626,08	2666,95	2344,42	2317,50
<i>microdeformacion (ϵ_{rms})</i>	6,59E-04	6,12E-04	5,03E-04	5,79E-04	5,42E-04
<i>microdeformacion (ϵ)</i>	8,26E-04	7,67E-04	6,30E-04	7,25E-04	6,80E-04
<i>parametro de red a (Å)</i>	4,057	4,056	4,052	4,051	4,053
Refinamiento Rietveld Con Radiación Cu Kα_2 Filtrada					
Parametros y Figuras de Merito	Estado Comercial	15min	90min	8h	18h
<i>sig</i>	5,36	10,72	5,97	11,29	11,03
<i>Rwp (%)</i>	16,06	26,89	25,55	27,66	34,11
<i>Rb (%)</i>	9,76	12,14	13,74	14,20	21,69
<i>Rexp (%)</i>	2,99	2,51	4,28	2,45	3,09
<i>tamaño del cristalito (Å)</i>	3914,30	4452,94	3035,97	3648,22	49204,24
<i>microdeformacion (ϵ_{rms})</i>	3,67E-04	7,29E-04	5,45E-04	6,73E-04	6,79E-04
<i>microdeformacion (ϵ)</i>	4,60E-04	9,13E-04	6,83E-04	8,44E-04	8,50E-04
<i>parametro de red a (Å)</i>	4,056	4,056	4,052	4,051	4,053

El primer factor se puede evaluar es el factor de bondad (en MAUD se designa el factor de bondad como **sig**). Se evidencia que para todos los patrones el factor de bondad es muy alto respecto a los valores que pueden ser esperados de un buen refinamiento que están entre 1 y 1.3 (García, 2020) o hasta 2 según (Lutterotti L. , 2020). Un valor de factor de bondad mayor a 1.5 puede indicar que: 1) el modelo usado es inadecuado (erróneo) o que 2) se llegó a un falso mínimo (Young, 1993). Un factor de bondad mucho mayor a 1 también

puede indicar que 3) el modelo es razonable pero los valores de incertidumbre (desviación estándar) están subestimados, es decir que hay una desviación estándar mayor de la esperada de los datos y por ende no se logra llegar a un mejor ajuste. También puede significar que 4) el modelo está incompleto debido a errores sistemáticos que no se incluyen en el modelo (Toby, 2020).

Para entender la razón por la cual el refinamiento dio resultados pobres debemos repasar cuales son los requisitos para llevar a cabo el refinamiento Rietveld. Según (García, 2020) los requisitos son:

- Una muestra cristalina.
- Identificar las fases cristalinas presentes.
- Software en el cual se va a realizar el refinamiento.
- Datos cristalográficos de cada una de las fases.
- Tener una buena calidad de datos que se logra con una medición lenta.
- Contar con la función instrumental del difractor.

Según lo reportado en la literatura, el aluminio y las fases presentes en una aleación Al-Mg-Si son cristalinas (Ravi & Wolverton, 2004) (Huis, Chen, Zandbergen, & Sluiter, 2006) (Novelo-Peralta, González, & Lara-Rodríguez, 2008) (Buchanan, Ribis, Garnier, & Colas, 2016). Como ya se explicó, se identificaron las fases presentes en la aleación; se eligió el software y se justificó su elección; se cuentan con los datos cristalográficos de las fases Al, Cr, Ti y Al_2O_3 ; y se hizo una medición lenta de los patrones de difracción. El único requisito con el que no se cumplió fue con la función instrumental.

La función instrumental se relaciona con los parámetros que dan forma al pico. Con ella se calcula el FWHM instrumental de los picos de difracción en función del ángulo 2θ , en otras palabras, proporciona el ensanchamiento de los picos originado por el difractor el cual varía con el ángulo. Por diversos factores el difractor genera un ensanchamiento en los picos por errores que genera cada uno de sus elementos al momento del ensayo, es decir, es el error instrumental que genera el difractor. Este error se puede cuantificar de manera experimental con la función instrumental también llamada función de Caglioti.

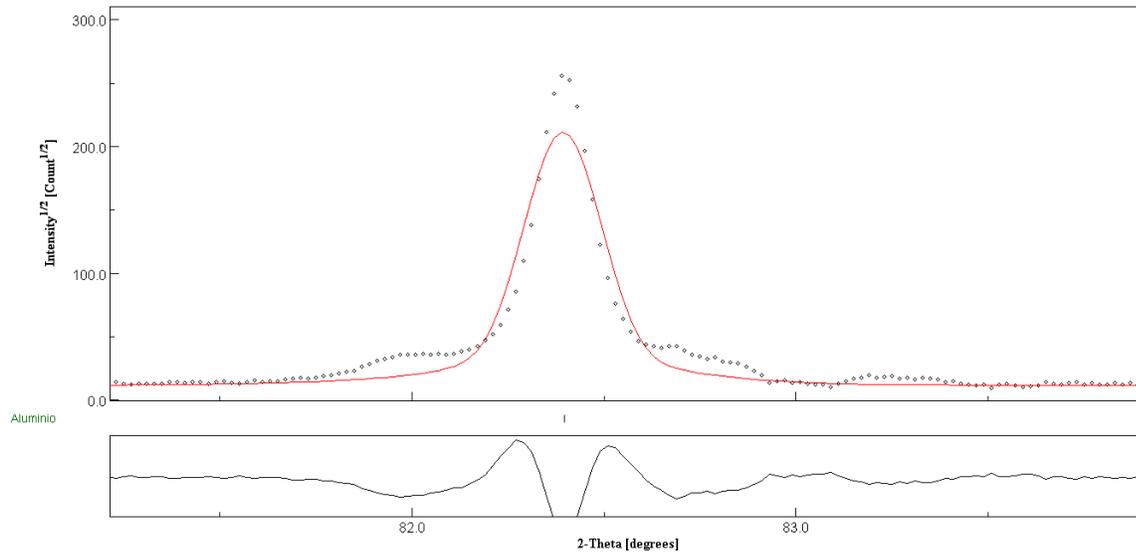
Esta función se encuentra calculando sus coeficientes 'u', 'v' y 'w' a través del refinamiento Rietveld.

Para calcular los coeficientes lo que se hace es preparar una muestra estándar, es decir, una muestra con un tamaño de cristalito mayor a 2000 Å (García, 2020) y que no presenten microdeformaciones. De esta manera cuando se obtenga el patrón de difracción de la muestra, el ensanchamiento de los picos solo se deberá a los factores instrumentales. Luego se realiza el refinamiento Rietveld al patrón de difracción obtenido fijando el tamaño del cristalito a un valor muy grande y la microdeformación en cero, y así calcular los coeficientes de la función de Caglioti. Una descripción detallada de cómo se calcula la función instrumental en MAUD se puede encontrar en la referencia (Lutterotti L. , University Of Trento, 2020). A parte de los coeficientes de Caglioti, también se calculan otros parámetros para dar forma a los picos. MAUD utiliza la función pseudo-Voigt para modelar los picos de difracción, por lo que necesita del factor η (factor de gaussianidad) para poder calcular dicha función. Este valor se calcula suponiendo que η varía linealmente en función del ángulo θ . También se calculan los coeficientes de asimetría que ayudan a ajustar la forma del pico.

Por limitaciones externas no se calculó la función instrumental para el difractómetro usado, pero MAUD tiene por defecto los valores de la función instrumental de un difractómetro Rigaku IIID max. Aunque estos valores no son los que corresponden al difractómetro utilizado en este estudio, sirven como punto de partida para empezar el refinamiento, ajustar la forma de los picos y llegar a una aproximación de los valores reales de la función instrumental del equipo utilizado. Volviendo al factor de bondad, como los valores instrumentales son de otro difractómetro, el ensanchamiento y la forma del pico no van a ser los apropiados para los patrones analizados porque los aportes del instrumento al patrón de difracción no corresponderán al difractómetro utilizado, sino que van a ser los de otra máquina. Por lo tanto, no se va a modelar de manera exacta la forma de los picos, sino que se llega a una aproximación, lo que se traduce en que el modelo calculado no se va a ajustar del todo a los valores medidos del patrón de difracción experimental y esto conlleva a valores de R_{wp} más altos respecto al R_{exp} . Como resultado, hay factores de bondad de hasta 11.29 como es el caso de la muestra envejecida 8 horas con la radiación Cu $K\alpha_2$ filtrada. En la Figura 29 se observa que el modelo calculado para el pico correspondiente al plano (222) de la muestra envejecida 8 horas no se ajusta del todo al

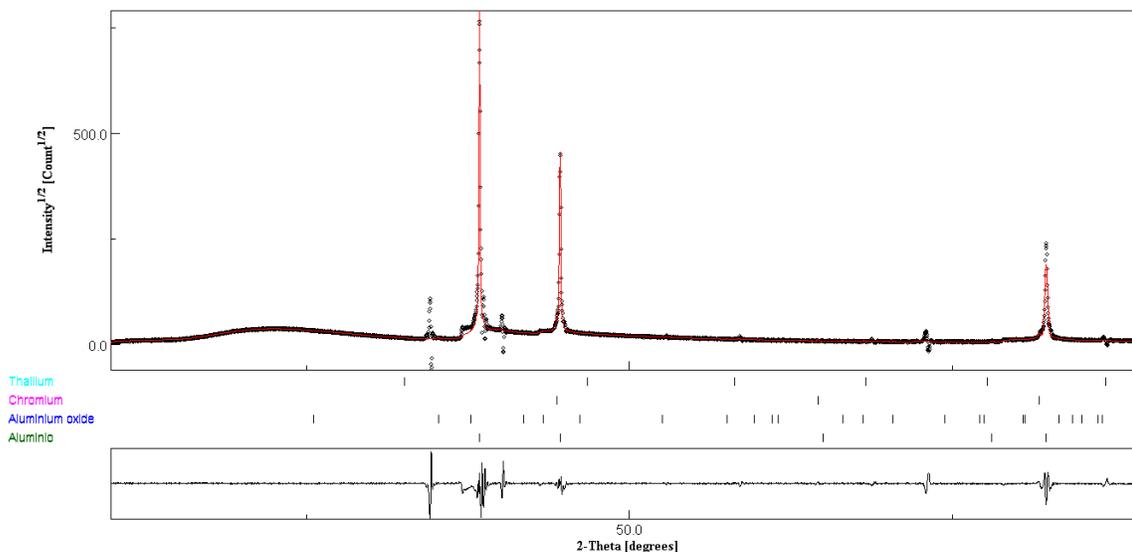
modelo experimental, pero se aproxima, consecuencia de que la función instrumental es inadecuada para analizar los datos registrados. La línea roja es el patrón calculado y los puntos negros son el patrón medido. La línea negra en la parte de abajo es la gráfica de la función residuo.

Figura 29: Ajuste al pico correspondiente al plano (222) del patrón de la muestra envejecida 8 horas con radiación Cu $K\alpha_2$ filtrada



Aunque la función instrumental no es la indicada, en general el modelo teórico logró reducir la función residuo en todos los picos de aluminio y dar una buena aproximación al modelo experimental. En cuanto a los picos menores que se identificaron con el X'pert como fases menores, ninguna se ajustó al modelo experimental excepto por el óxido de titanio (TiO_2) que no se incluyó en los refinamientos debido a que su carta cristalográfica no contaba con los datos para incluirlos en el refinamiento. Esto sugiere que o bien estos picos menores corresponden a otras fases cristalinas no identificadas o que estos picos de difracción son originados por radiación Cu $K\beta$ que se filtra a la medición de los patrones de difracción. En la Figura 30 se muestra como ninguna de las fases previamente identificadas se ajustan al patrón de difracción de la muestra envejecida 15min con radiación Cu $K\alpha_2$ filtrada. Como las Figuras de mérito no mejoraban sino empeoraban incluyendo estas fases y como estos picos son diminutos en comparación a los picos del aluminio, se decidió realizar los refinamientos solo con la fase de aluminio.

Figura 30: Refinamiento Rietveld a la muestra envejecida 15 min incluyendo fases secundarias con radiación Cu $K\alpha_2$ filtrada



En general, el factor de bondad para las muestras sin filtrar la radiación Cu $K\alpha_2$ fue mejor que para las muestras con la radiación Cu $K\alpha_2$ filtrada. Esto puede deberse a que, al refinar la función instrumental, la contribución de la radiación Cu $K\alpha_2$ ayuda a que tanto la función de Caglioti como los otros parámetros que dan forma a los picos se ajusten mejor a los picos de los patrones de difracción, mejorando los valores de R_{wp} y R_{exp} haciendo los valores refinados más confiables. El factor de bondad también es peor en los patrones filtrados debido a que, luego de que se filtra la radiación Cu $K\alpha_2$ de los patrones de difracción estos presentaban puntos negativos que no se encuentran en los patrones originales. Un punto negativo es un error en el filtrado y no tiene ningún sentido porque esto significaría que se está leyendo intensidades negativas, lo cual es algo absurdo. Como el R_{wp} tiene en cuenta la función residuo, estos puntos negativos que se desvían del modelo van a incrementar el valor del R_{wp} de las muestras con la radiación Cu $K\alpha_2$ filtrada y afectan negativamente el factor de bondad.

Analizando los parámetros calculados a través del refinamiento Rietveld presentados en la tabla 5, salta a la vista que el tamaño del cristalito es mucho más grande que el calculado por el método de Williamson-Hall. Esta discrepancia se presenta en todos los valores del tamaño del cristalito y en especial para la aleación envejecida 18 horas con radiación Cu

$K\alpha_2$ filtrada para la que se obtuvo un tamaño de 49204 \AA (4920.4 nm). Estos valores tan grandes en el tamaño del cristalito se le puede atribuir a la función instrumental. El ensanchamiento del pico se puede dividir en tres partes: la parte instrumental, el tamaño del cristalito y deformaciones no uniformes dentro del cristal (microdeformación). La función instrumental va directamente ligada a la forma de los picos porque tiene en cuenta el ensanchamiento instrumental de cada pico, la gaussianidad y la asimetría. Por eso, si el aporte instrumental que se utiliza para corregir el ancho total del pico para hallar el tamaño del cristalito y la microdeformación es incorrecto, los valores calculados para microdeformación y tamaño del cristalito van a ser incorrectos.

Lo que posiblemente esté ocurriendo es que la mayoría del ancho del pico se le esté atribuyendo al ancho instrumental y una parte a la microdeformación, haciendo que el ancho del pico debido al tamaño del cristalino sea mínimo. Por lo que si el ancho debido al cristalito es mínimo el programa calcula un tamaño de cristalito grande, porque de acuerdo a la ecuación de Scherrer el ensanchamiento del pico es inversamente proporcional al tamaño del cristalito. Este efecto de sobreestimación del tamaño del cristalito se ve más pronunciado en las muestras con la radiación $\text{Cu } K\alpha_2$ filtrada, posiblemente porque el ajuste es peor en los patrones sin la radiación $\text{Cu } K\alpha_2$ y esto hace que el ensanchamiento del pico debido al cristalito disminuya más, hasta el caso de la muestra de 18 horas de envejecido si la radiación $\text{Cu } K\alpha_2$.

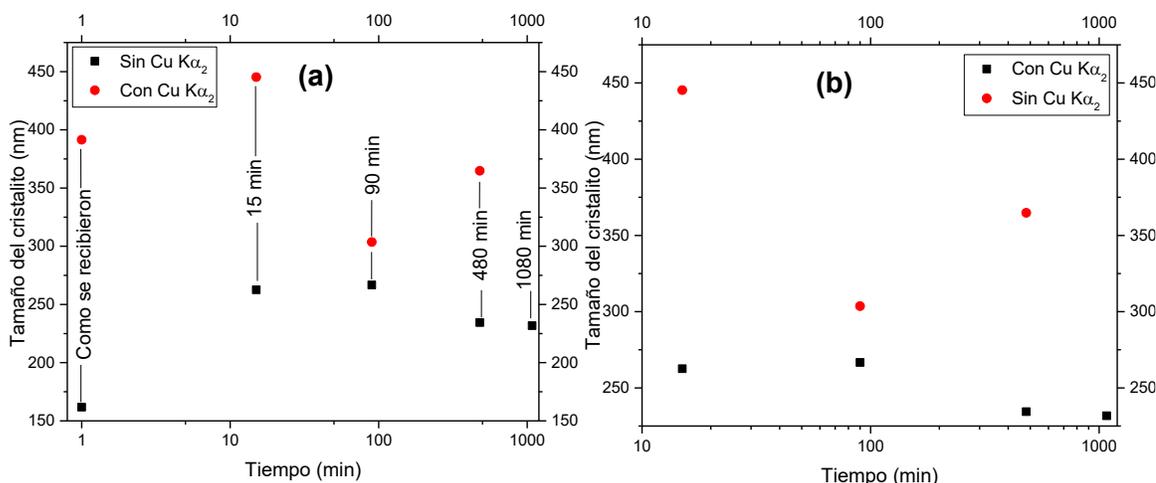
Lo anterior conlleva a que tanto los valores para el tamaño del cristalito crezcan. Se intento corregir este error fijando el tamaño del cristalito en 83 nm y refinando cada parámetro por separado y en conjunto, para tratar de obtener valores de tamaño de cristalito más cercanos a los resultados de Williamson-Hall y a lo que se encuentra en la literatura para aleaciones de aluminio. Por ejemplo, 208 nm fue el tamaño máximo reportado para muestras laminadas a temperatura ambiente (Krishna, Tejas, Sivaprasad, & Venkateswarlu, 2013) o 105 nm para muestras en polvo de una aleación de aluminio 6005A reforzada con TiC (Feijoo, y otros, 2019).

Sin embargo, en el refinamiento el tamaño del cristalito siempre se tuvo que aumentar a los valores presentados en la tabla 8 para lograr el mejor ajuste posible. No se puede estar seguro del tamaño del cristalito, es posible que se tenga tamaños de cristalito superiores

a 200 nm como los mencionados en la literatura, pero como no se logró llegar a un mejor ajuste, dada la relación que existe entre la función instrumental y el tamaño del cristalito y con valores tan altos del factor de bondad, no puede haber una confianza en los valores del cristalito y la microdeformación que también está ligado al ancho del pico. Se puede concluir que la falta de la función instrumental fue el error sistemático que conllevó a que el modelo utilizado es inadecuado para calcular el tamaño del cristalito y la microdeformación.

Pero, aunque no se tomen los valores de cristalito y microdeformación para el análisis microestructural de la aleación, si se debe notar que hay una tendencia en el tamaño del cristalito que concuerda con los obtenidos con el método de Williamson-Hall. La Figura 31-a muestra los diferentes valores para el tamaño de cristalito para todos los patrones refinados, se graficaron los valores para la muestra en estado comercial en 1 minuto solo para compararlo con los diferentes valores de envejecido. Se evidencia que el tamaño del cristalito para la muestra envejecida 15 minutos siempre es mayor que el tamaño para la muestra en estado comercial. Esto se explica por un crecimiento en el tamaño del grano que se produce luego de que es tratada por solución sólida. Según (ASM International, 1997) un tratamiento de solución a una temperatura elevada puede producir algún crecimiento del grano. Los granos en un material policristalino crecen a elevada temperatura debido a que hay una energía superficial asociada a los límites del grano, cuando el grano crece el área del grano disminuye por lo que la energía total disminuye; esta es la fuerza motriz que genera el crecimiento del grano (Callister, 2000).

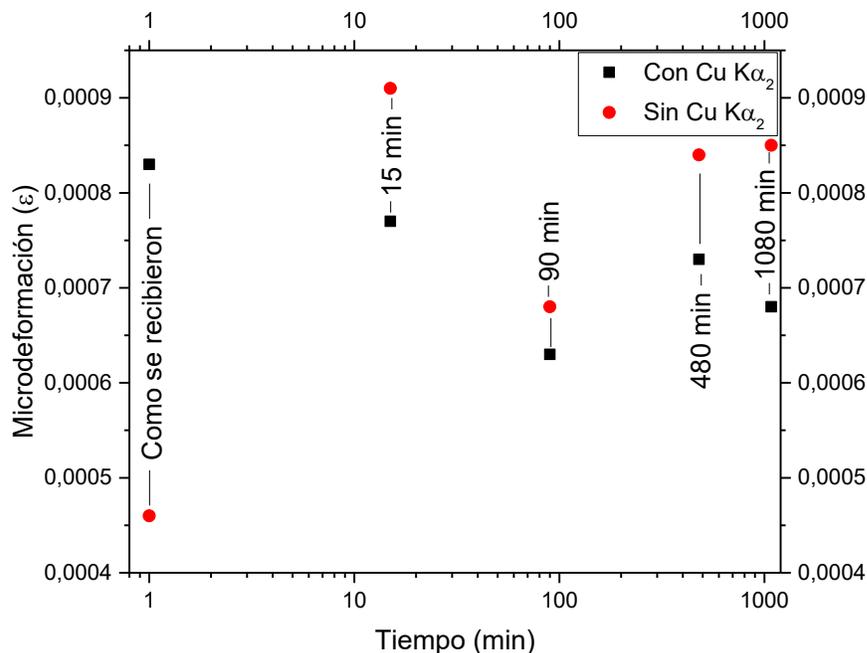
Figura 31: Tamaño del cristalito obtenido mediante el refinamiento Rietveld



En la Figura 31-b se analiza como varia el tamaño del cristalito con el tiempo de envejecido. Se nota que para los patrones con $\text{Cu K}\alpha_2$ a medida que se aumenta el tiempo de envejecido el tamaño del cristalito tiende a disminuir. Una disminución del tamaño del grano fue reportado por (WANG, HUANG, & ZHAO, 2018) en un estudio en donde se le realizó el endurecimiento por precipitación a la zona de soldadura por rayo de electrones de una aleación Al-Cu-Li, en donde hubo una disminución en el tamaño del grano luego de un doble envejecido que se explica como una recristalización que conlleva al refinamiento del grano. Por lo que la tendencia a la disminución en el tamaño del cristalito en la aleación estudiada puede ligarse a un fenómeno de recristalización similar al estudio de (WANG, HUANG, & ZHAO, 2018). Sin embargo, se necesitaría de más ensayos de difracción para más muestras envejecidas de manera que se obtenga un promedio de varios valores de cristalito para los diferentes envejecidos y así poder asegurar la tendencia de los cristalitos en la reducción de su tamaño. Note que no se tuvo en cuenta el tamaño del cristalito para la muestra envejecida 18h sin radiación $\text{Cu K}\alpha_2$, debido a que este fue el refinamiento en que el tamaño del cristalito fue de 4920,4 nm el cual es un resultado que claramente se aleja de los valores refinados y de los reportados en la literatura debido al efecto de la función instrumental sobre este patrón en particular.

Los resultados obtenidos de la microdeformación por medio del refinamiento se grafican en la Figura 32. A diferencia del tamaño del cristalito, los datos de microdeformación no siguen ninguna tendencia reportada en la literatura ni tampoco concuerdan con los resultados de Williamson-Hall. Por lo que se puede concluir que para los datos de microdeformación, el refinamiento no dio luz de los valores reales ni de su comportamiento en función del tiempo de envejecido.

Figura 32: Microdeformación obtenido mediante el refinamiento Rietveld

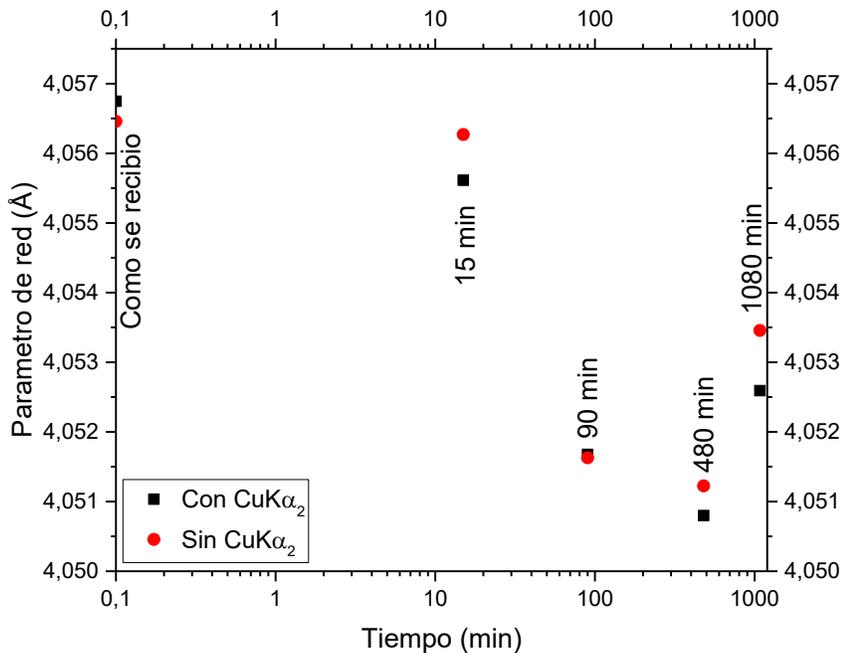


En cuanto a los valores cristalográficos, el factor de Bragg (R_b) es el que está relacionado con la confiabilidad que se tiene de los datos cristalográficos obtenidos en el refinamiento. Este factor se calcula a partir de las intensidades de las reflexiones (hkl) (Blake, y otros, 2009). En general el R_b se situó entre el R_{exp} y el R_{wp} , tendiendo a crecer en especial para los patrones de difracción sin la radiación $Cu K\alpha_2$. Aunque se dijo que el modelo escogido para realizar el refinamiento era inadecuado, se debe tener en cuenta que la forma del pico es la que se ve más afectada por la falta de la función instrumental. Las intensidades que se calculan para obtener R_b dependen del modelo estructural utilizado, es decir, los datos de la celda unitaria. La textura también afecta las intensidades calculadas, pero son las intensidades producidas por la celda unitaria las que se utilizan para el cálculo de R_b (teniendo en cuenta el factor estructural y la multiplicidad) (McCusker, Dreele, Cox, Louër, & Scardi, 1999). Por eso los altos valores de R_b no necesariamente significa que los datos cristalográficos sean errados, además R_b fue disminuyendo al avanzar el refinamiento.

Durante los refinamientos se observó que los valores cristalográficos a excepción del factor B y el parámetro de red se mantuvieron constantes. El parámetro de red va ligado directamente a la posición de los picos (Lutterotti L. , Youtube, 2020), entonces no se va

ver afectado por la función instrumental y con el factor B se tuvo cuidado de refinarlo hasta el final para asegurar que los valores que pudieran tomar no fueran negativos, lo cual no tendría ningún significado físico. Por lo tanto, se puede tener cierta seguridad sobre valores cristalográficos calculados a partir del refinamiento. En la Figura 33 se grafica como fue cambiando el parámetro de red de las muestras en función del tiempo de envejecido. Note que la escala del tiempo se graficó en escala logarítmica, esto se hace para analizar mejor los efectos que tiene el envejecido sobre las propiedades como lo hicieron (Ozturk, Sisman, Toros, Kilic, & Picu, 2009) y (Engler, Marioara, Aruga, Kozuka, & Myhr, 2019) para analizar la dureza o el parámetro de red como lo hicieron (Novelo-Peralta, González, & Lara-Rodríguez, 2008).

Figura 33: Parámetro de red en función del tiempo de envejecido



Para la muestra en estado comercial se graficó su parámetro de red en el tiempo 0,1 en aras de analizar los cambios en el parámetro de red de la muestra en estado comercial versus las muestras envejecidas. Como se observa en la Figura 33, el parámetro de red de la aleación de aluminio 6061 tiene la tendencia a disminuir a medida que el tiempo de envejecido aumenta, a excepción de los patrones filtrados para la muestra envejecida 18 horas que esta entre la muestra de 15 min y las muestras de 90 min y 8 h. Según las cartas cristalográficas el aluminio puro tiene un parámetro de red de 4,0497 Å, al compararlo con

los valores refinados de todas las muestras estudiadas cada uno de ellos tiene un parámetro de red mayor al del aluminio puro.

Esto sugiere que la red cristalina para todas las muestras de la aleación 6061 está extendida, lo que aumenta el valor del parámetro de red de la celda unitaria. Una explicación para esto es que la matriz de aluminio está sobresaturada de los átomos de aleación (Mg, Si, Ti...) y estos átomos se posicionan dentro de la celda unitaria del aluminio, lo que dilata el parámetro de red. A medida que el tiempo de envejecido avanza estos átomos de aleación se van ir precipitando como se espera que pase durante el envejecido y la matriz de aluminio deja de estar saturada y el parámetro de red disminuye como lo reporta (Novelo-Peralta, González, & Lara-Rodríguez, 2008).

Sin embargo, esta no puede ser la única razón por la que el parámetro de red cuando la muestra viene en estado comercial sea mayor ya que la aleación solo esta sobresaturada al momento de ser templada y en los inicios del proceso de envejecido, pero la muestra en estado comercial no está sobresaturada, por el contrario, ya venía en un estado de temple T6 (envejecido artificial). Por lo que debe haber otra razón por la que el parámetro de red de la muestra de aluminio T6 fuera el mayor de todos. Si los granos de un material se someten a un esfuerzo de tensión uniforme de manera que se extienda el espacio interplanar en su estructura cristalina, el parámetro de red aumenta y los picos de difracción que generen estos planos se van a ver corridos a la izquierda (ángulos más bajos) respecto a los picos de difracción para una muestra sin estrés (Cullity, 1956). Pero en nuestro caso los picos de difracción de la muestra en estado comercial no están corridos hacia la izquierda como se espera de una deformación causada por tensión, al contrario los picos de difracción están corridos ligeramente a la derecha respecto a los ángulos de los picos de difracción que se encuentran en la carta cristalográfica del aluminio, por lo que el macroestrés por tensión tampoco es un argumento que satisfaga que el parámetro de red para la muestra de aluminio en estado comercial sea mayor respecto a las demás muestras envejecidas.

Antes de que se refinen los parámetros estructurales y los parámetros de la forma del pico, se debe asegurar que las posiciones de los picos encajen. Por lo que el parámetro de red y las correcciones de 2θ se deben refinar primero. Ambos parámetros se refinaron antes que los parámetros del perfil y los estructurales. Las correcciones de 2θ que se refieren a:

(1) "zero offset" que es una compensación en la definición de la escala 2θ del difractor y (2) desviaciones de la posición de los picos debido al desplazamiento de la muestra respecto al centro del difractor (Girgsdies, 2020). Estas correcciones se deben encontrar por separado del parámetro de red porque son parámetros muy relacionados. Se pueden establecer usando una muestra estándar con los parámetros de su estructura cristalina conocida (McCusker, Dreele, Cox, Louër, & Scardi, 1999), sin embargo, estos valores no son conocidos para la máquina porque no se realizó el análisis de la muestra estándar.

En cuanto al "zero offset" este es un valor que se puede refinar en MAUD como "riet_par_2-theta_offset0", es un factor que desplaza en igual medida a todos los picos y debería ser aproximadamente igual para todos los patrones por ser un valor que depende de la configuración de la máquina, la cual fue la misma para todos los ensayos, pero no es así. En la tabla 6 se ve como para la muestra de en estado comercial y con 15 minutos de envejecido este valor es negativo y para las demás es positivo, por lo que se tiene incertidumbre acerca de cuál es el valor del "zero offset". En cuanto al desplazamiento de la muestra este genera un desplazamiento de los picos proporcionales al $\cos \theta$. Como el portamuestras fue fabricado especialmente para las muestras, puede que hubiera algún desplazamiento con respecto al centro del difractor, pero de ser así debe ser mínimo ya que se hizo con las mismas dimensiones de los portamuestras originales.

Tabla 6: Valores de "zero offset" para los refinamientos

VALORES DE "ZERO OFFSET"				
Refinamiento con radiación Cu $K\alpha_2$				
En estado comercial	15min	90min	8h	18h
-0,192	-0,145	0,224	0,158	0,137
Refinamiento sin radiación Cu $K\alpha_2$				
En estado comercial	15min	90min	8h	18h
-0,191	-0,154	0,226	0,147	0,112

Entonces, como no se sabe cuáles son las correcciones 2θ apropiadas, los parámetros que vayan ligados con la posición de los picos (que en nuestro caso sería el parámetro de red) serán errados para los refinamientos que tengan estas correcciones alejadas de la realidad. Esto es lo que probablemente pase con la muestra en estado comercial ya que no se encuentra otra razón para que una muestra con estado de temple T6 tenga un parámetro de red mayor a las muestras con 8 o 18 horas envejecidas y a las de todas en general.

En resumen, los valores de R_b parecen indicar que el refinamiento en cuanto a la parte estructural va bien y si se analiza el comportamiento del parámetro de red las muestras tratadas térmicamente por solución y luego envejecidas, estas parecen ir desde un estado sobresaturado hacia uno más estable donde se formaron los precipitados Mg-Si. Sin embargo, los resultados para la muestra de fabrica con estado de temple T6 muestra un parámetro de red mayor aun estando envejecida y como el argumento del macroestres no es coherente con el ligero desplazamiento de los picos hacia la derecha, la razón puede de nuevo atribuirse a que no se hizo el refinamiento de una muestra estándar. Esto debido a que las correcciones en 2θ para el “zero offset” no coinciden para todos los refinamientos y como esto afecta las posiciones de los picos, también afectara el parámetro de red que depende de las posiciones de los picos. Por lo tanto, no se puede concluir como varió el parámetro de red de la muestra en estado comercial respecto a los parámetros de red de las muestras envejecidas, pero si se ve como para las muestras envejecidas disminuyen sus parámetros de red desde un valor máximo por su estado sobresaturado hasta un valor estable para las muestras más envejecidas como lo reportan (Novelo-Peralta, González, & Lara-Rodríguez, 2008).

Por último, se determinó el coeficiente de orientación cristalográfica (CO) para cada uno de los patrones de difracción de las muestras con y sin radiación $\text{CuK}\alpha_2$. Los resultados se muestran en la Figura 34.

Figura 34: Coeficientes de orientación cristalográfica

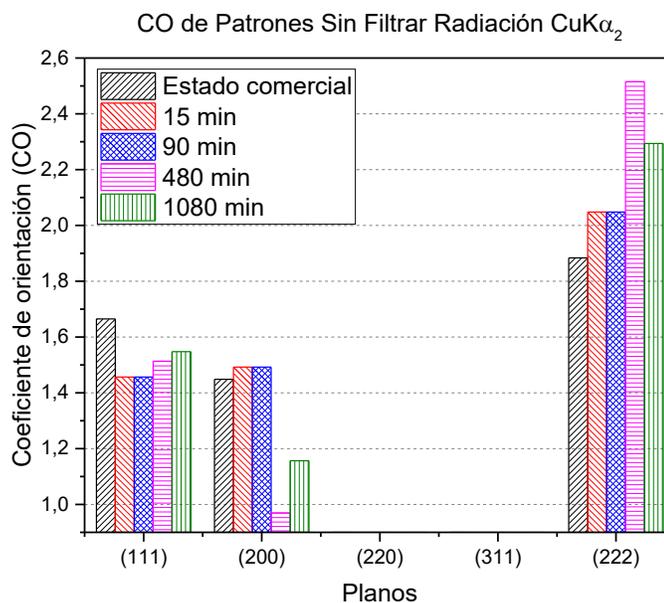
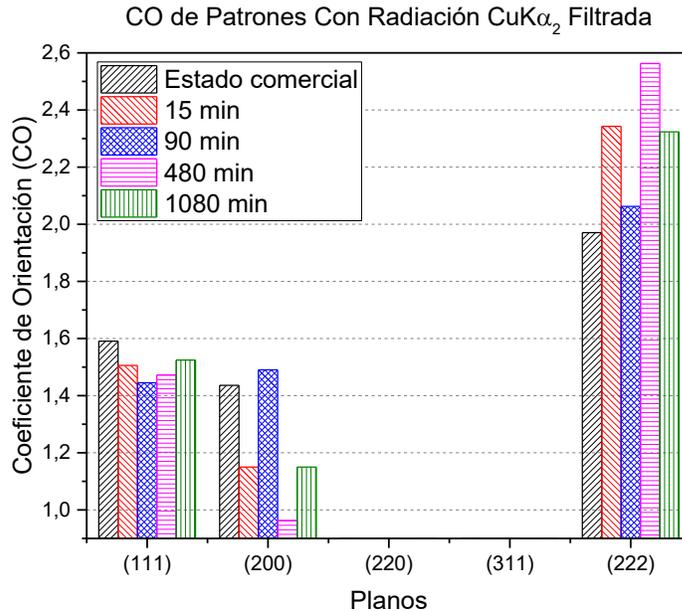


Figura 34: (Continuación)

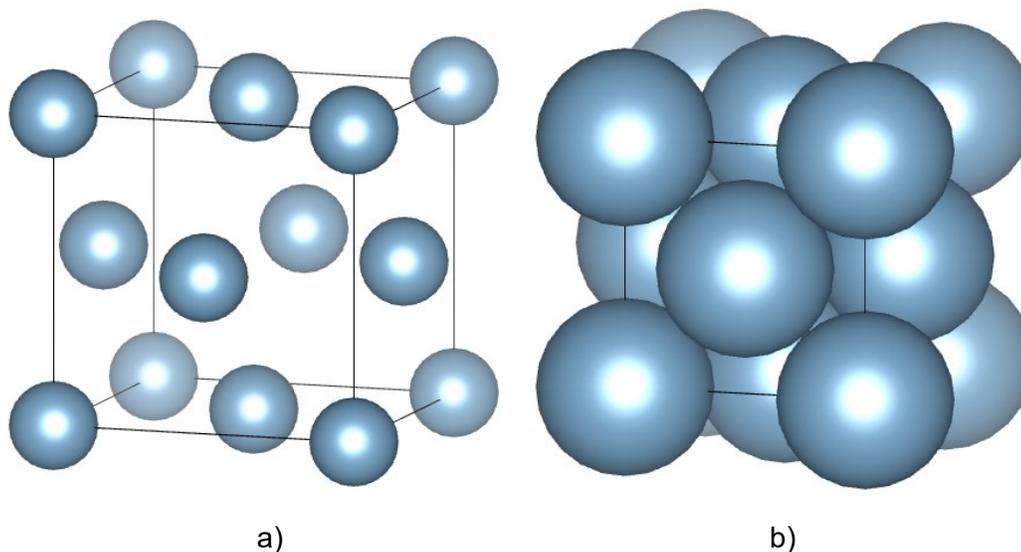
Un coeficiente de orientación cristalográfica para un plano mayor a 1 indica que hay una orientación preferencial según el plano indicado para la muestra analizada (Monsalve, López, Vargas, Gonzáles, & Benavides, 2009). Es evidente que para todas las muestras hay una orientación preferencial en la dirección cristalográfica (111) y (222) que vendrían siendo los mismos planos solo que la distancia interplanar para el plano (222) es la mitad que para el plano (111). Del mismo modo hay una fuerte orientación para el plano (200) excepto para la muestra de 8 horas.

No hay mucha diferencia entre los CO para los patrones con o sin radiación $\text{Cu K}\alpha_2$, a excepción del caso para la muestra envejecida 15 minutos en el que al parecer el proceso de filtrado afectó sus intensidades relativas. Sin embargo, las tendencias para patrones con y sin radiación $\text{Cu K}\alpha_2$ se mantuvieron para todas las muestras, por lo que se puede concluir que filtrar los patrones de difracción no tiene un efecto importante sobre el análisis de la orientación cristalográfica de los cristalitos. Como se mencionó antes, es evidente que la muestra tiene una orientación preferencial de cristalizar en los planos (111), (200) y (222). Como los cristalitos están orientados en esas direcciones, habrá ausencia de cristalitos con sus planos (220) y (311) orientados para que difracten los rayos incidentes y produzcan picos que se registren en los patrones de difracción. Esto se refleja en el CO para los planos (220) y (311), debido a que no hay picos y la intensidad en estas posiciones fue muy baja y al CO para estos planos fue de aproximadamente cero.

4.3 Simulación en Vesta

Las simulaciones de la estructura cristalina para todas las muestras se realizaron con los datos de los patrones sin filtrar la radiación $\text{Cu K}\alpha_2$ debido a que estos patrones tenían un valor de R_b más bajo, que es el relacionado con los datos cristalográficos. La Figura 35 es la simulación de la celda unitaria de la fase de aluminio envejecida 15 minutos. Como se puede apreciar en la Figura 35-a, la estructura cristalina simulada corresponde a la fase de aluminio que fue la fase que se logró refinar y tiene una estructura cubica centrada en las caras (FCC). La Figura 35-a es una visualización simplificada llamada "Ball-and-stick" con la que se puede apreciar mejor la estructura FCC, pero una visualización más realista de la estructura cristalina del aluminio la da la Figura 35-b con la visualización "Space-filling" ya que representa los átomos en su verdadera proporción. En esta visualización se aprecia mejor el apilamiento compacto de la estructura FCC del aluminio (Smith, 1998).

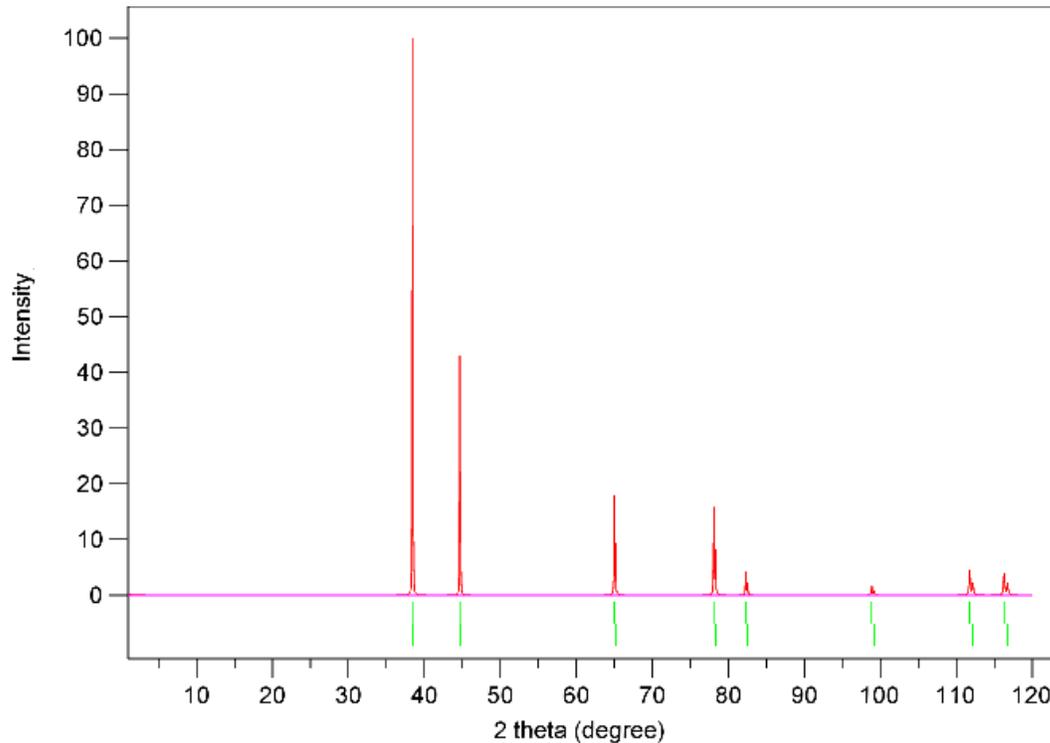
Figura 35: Celda unitaria de la fase de aluminio envejecida 15 minutos



VESTA también permite simular el patrón de difracción que generaría la estructura cristalina en estudio. Pero VESTA solo se tienen en cuenta los parámetros cristalográficos, es decir, no tiene en cuenta fenómenos al nivel microestructural como la orientación preferencial de cristalitas que cambian las intensidades relativas en nuestras muestras. Por lo que el patrón de difracción generado es para una muestra con una orientación preferencial aleatoria y no representa las intensidades relativas que tienen las muestras analizadas, pero si generara los picos pertinentes a la fase de aluminio en sus posiciones

esperadas. La Figura 36 muestra el patrón de difracción simulado en VESTA para la muestra de aluminio de envejecida 15 minutos.

Figura 36: Patrón de difracción simulado en VESTA para la aleación de aluminio envejecida 15 minutos



Como vemos, VESTA calculo los picos de difracción correspondiente a los planos (220) y (311), este sería el patrón si no hubiera orientación preferencial. Otro detalle importante es la agudeza o la forma estrecha de cada pico, como VESTA no tiene en cuenta los diversos factores que pueden cambiar la forma del pico como el cristalito, microdeformación, etc.... la forma de los picos es idealizada. Los patrones simulados para las demás muestras con sus tablas de reflexión se encuentran en el anexo F.

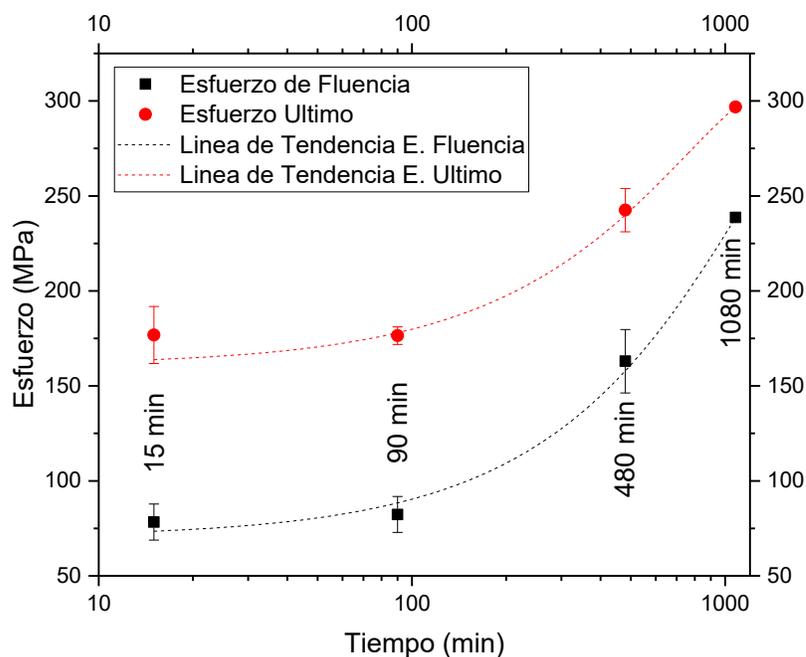
4.4 Resultados de las pruebas de dureza y tensión

Las gráficas de las pruebas de tensión se incluyen en el anexo G. En la tabla 7 se presenta un resumen del esfuerzo de fluencia y el esfuerzo ultimo obtenidos a partir de las gráficas. La Figura 37 muestra los valores promedio de estos esfuerzos en función de tiempo de envejecido.

Tabla 7: Esfuerzos de fluencia y últimos para los estados de envejecidos evaluados

CONDICIÓN	ESFUERZO DE FLUENCIA (MPa)	PROMEDIO (MPa)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR (MPa)	ESFUERZO ULTIMO (MPa)	PROMEDIO (MPa)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR (MPa)
ESTADO COMERCIAL	272,56	271,98	0,82	290,3	289,4	1,27
	271,4			288,5		
15 MIN	85,05	78,325	9,51	187,4	176,8	14,99
	71,6			166,2		
90 MIN	75,64	82,32	9,45	173,2	176,45	4,60
	89			179,7		
8 HORAS	174,8	163	16,69	250,6	242,55	11,38
	151,2			234,5		
18 HORAS	238,45	238,675	0,32	298	296,8	1,70
	238,9			295,6		

Figura 37: Efecto del tiempo de envejecido en la resistencia a la tensión



Como se observa en la Figura 37 tanto el esfuerzo último como el esfuerzo de fluencia se incrementan en función del tiempo. Este es el comportamiento que se espera, ya que la aleación pasa de ser una matriz de solución sólida blanda a una matriz con precipitados que crean distorsiones en la red que dificultan el movimiento de las dislocaciones, lo que mejora el comportamiento a la tracción de la aleación de aluminio 6061. Para los tiempos de envejecidos ejecutados se alcanza una resistencia máxima cuando la aleación es envejecida 18 horas, seguramente porque para este tiempo de envejecido se forma la fase β'' de los precipitados Mg-Si. Estos precipitados tienen la característica de que son coherentes, tienen forma de aguja y son los que proveen el pico máximo de endurecimiento para las aleaciones Al-Mg-Si (Aouabdia, Boubertakh, & Hamamda, 2010) (ZHENG, LUO, BAI, & HE, 2019).

Cabe resaltar que para las muestras envejecidas se presentan algunas discontinuidades en la zona plástica como se puede apreciar en las gráficas de esfuerzo-deformación del anexo G, en especial para la primera de 90 minutos. Este fenómeno se le puede atribuir a esfuerzos residuales que se generaron al templar las piezas cuando estaban en el estado de solución sólida en agua a temperatura ambiente, en vez de templarlo en agua a una temperatura de alrededor de 80°C (AVNER, 1988). Estos esfuerzos residuales se generan por la diferencia de temperatura entre el centro de la pieza y su superficie al momento de enfriarla a una tasa muy alta, ya que diferentes porciones de la pieza se contraen a diferente velocidad y esto genera tensiones en el material que pueden producir deformaciones o incluso microgrietas en la pieza (TOTTEN, WEBSTER, & BATES, 2003) (Kavalco, Canale, & Totten, 2020). Estas tensiones en el material pudieron haber alterado el comportamiento plástico del material y se originan cambios bruscos durante deformación plástica.

Además, se presenta que para todas las muestras analizadas incluyendo la probeta del material en estado comercial hay un módulo de Young muy bajo (el valor más elevado fue de 3.94 GPa) comparado con otros que comercialmente se reportan, como por ejemplo 68.9 GPa (Gabrian, 2020). La razón de tal discrepancia es que probablemente hubo algún error sistemático durante la medición de la deformación durante la prueba. Los valores que se utilizaron para realizar las gráficas fueron los que registró la máquina de tensión, por lo que algún error en el registro de los datos o en el cálculo que hizo la máquina de la

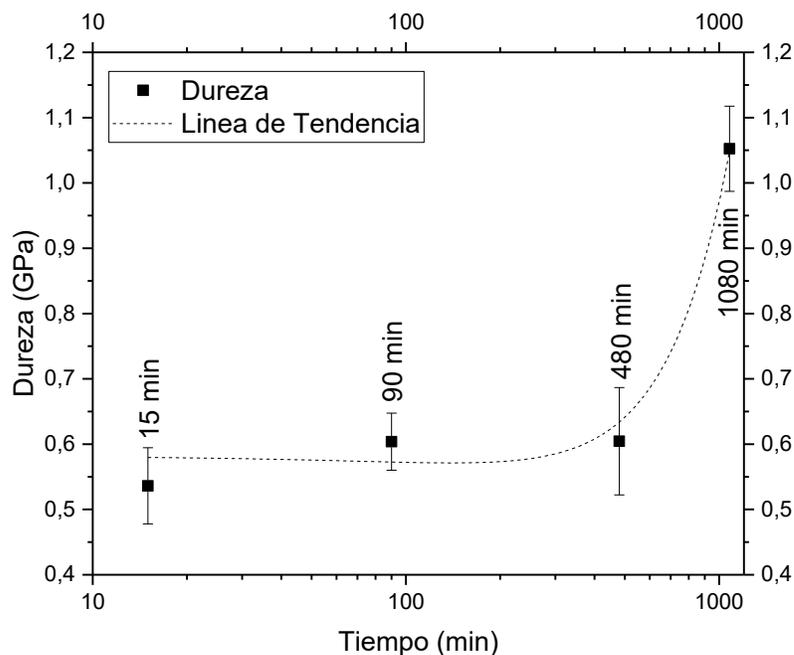
deformación del material puede ser la causa de que se calcule un módulo de Young tan bajo y elongaciones tan altas durante el proceso de deformación elástica.

En cuanto a la dureza, se realizaron 30 indentaciones por muestra y se promediaron las durezas registradas. Los resultados de dichos promedios se muestran en la tabla 8 y se reportan en dureza Vickers (HV) y en GPa. La Figura 38 muestra la variación de la dureza en función del tiempo de envejecido en GPa.

Tabla 8: Dureza promedio para las muestras analizadas

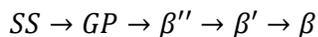
CONDICIÓN	DUREZA (HV)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR (HV)	DUREZA (GPa)	DESVIACIÓN ESTÁNDAR (GPa)
<i>Estado Comercial</i>	109,8	7,1	1,077	0,070
<i>15 min</i>	54,6	5,9	0,536	0,058
<i>90 min</i>	61,3	4,6	0,604	0,044
<i>8 horas</i>	61,8	8,0	0,604	0,082
<i>18 horas</i>	107,2	6,6	1,052	0,065

Figura 38: Efecto del tiempo de envejecido en la dureza



De igual manera que con la resistencia a la tensión, la dureza encuentra su valor máximo para los tiempos de envejecidos evaluados en 18 horas. Para el caso de la dureza su valor se incrementa levemente hasta 8 horas de envejecido, pero luego da un salto en 18 horas. Como se ha mencionado antes, el endurecimiento de la aleación le puede atribuir a la

formación de precipitados β'' . En general, para las aleaciones Al-Mg-Si se tiene reportada la siguiente secuencia de precipitación:



En donde para cada una de las distintas fases por las que evoluciona el precipitado Mg-Si se tienen distintas estructuras cristalinas y dependiendo de la relación Mg:Si se puede tener diferentes relaciones estequiométricas (Ravi & Wolverson, 2004). La fase GP se refiere a las zonas Guinier–Preston que son las precursoras de la fase endurecedora β'' . La fase β'' presenta forma de aguja, crece en las tres direcciones $\langle 100 \rangle$ del aluminio y presenta una composición Mg_5Si_6 . La formación de esta fase es la responsable de que la aleación alcance su endurecimiento máximo, por la fuerte coherencia que presenta esta fase con la matriz de Al (ZHENG, LUO, BAI, & HE, 2019).

En estudios relacionados con la aleación de aluminio 6061 se ha reportado una evolución de las propiedades mecánicas similar a como se presenta en este estudio. Según (Ozturk, Sisman, Toros, Kilic, & Picu, 2009) para las primeras etapas del envejecido no se ve una mejora notable de la dureza y la resistencia a la tensión, hasta que en la aleación se da una mejora repentina de estas propiedades que se relaciona con la formación de los precipitados β'' en el pico del envejecido. Para las muestras analizadas en este estudio también se evidencia ese comportamiento. Los bajos valores en dureza y tensión durante las primeras etapas se debe a que sus propiedades mecánicas están dominadas por la matriz de aluminio, que por ser un material dúctil su dureza y tensión será baja. El endurecimiento de la matriz dependerá del efecto de los átomos de soluto y de los primeros núcleos que se van formando del precipitado Mg-Si para impedir el movimiento de las dislocaciones, denominados endurecimiento por solución sólida y por dispersión respectivamente (Callister, 2000).

Posteriormente, al aumentar el tiempo de envejecido se forman los precipitados β'' y se da la mejora en las propiedades mecánicas que está directamente relacionado con la interacción que se hay entre las dislocaciones y la distorsión que se crea por los precipitados. Como se ha reportado ampliamente en la literatura, el comportamiento plástico se debe al movimiento de dislocaciones. La deformación plástica se produce debido al deslizamiento de planos atómicos adyacentes, donde los enlaces atómicos se distorsionan y se reconstruyen (Shackelford, 2005). La manera más fácil en la que estos

planos se deslicen es a través de una dislocación que se va moviendo a lo largo del plano de deslizamiento, ya que involucra a un pequeño número de átomos y que gradualmente generan la deformación. En general, el movimiento de las dislocaciones se produce sobre los planos cristalográficos más compactos (Smith, 1998). Este movimiento de planos resulta fácil si no hay obstáculos, sin embargo, si se encuentran con más obstáculos como otra dislocación o las distorsiones en la red causadas por los precipitados, el proceso de destrucción y reconstrucción de los enlaces atómicos que permiten el deslizamiento de la dislocación se dificulta y requiere de mayor energía. Esto significa que se requiere de mayor fuerza para deslizar las dislocaciones, es decir, se requiere de mayor fuerza para deformarlo (Askeland, Fulay, & Wright, 2012). De esta manera los precipitados β'' aumentan la resistencia del material. En el trabajo de (Ozturk, Sisman, Toros, Kilic, & Picu, 2009) la máxima resistencia se encontró a los 120 minutos a 200 °C. En las muestras analizadas en este trabajo se alcanzó la resistencia máxima a las 18 horas a 175 °C, que es muy similar a lo que sugiere (ASM INTERNATIONAL, 1990) quien propone un envejecido de 18 horas a 160 °C para muestras laminadas y trefiladas.

Al comparar los resultados de dureza y tensión de la muestra envejecida 18 horas y la muestra en estado comercial que viene con un estado de temple T6, sus valores de tensión y dureza son muy similares. Por lo que se puede concluir que a tiempos de envejecido cercanos a 18 horas se alcanza este estado de temple. La única diferencia notoria entre la muestra envejecida 18 horas y la que viene comercialmente es la resistencia a la fluencia. La muestra de 18 horas muestra una resistencia a la fluencia menor a la que viene en estado comercial. Esta diferencia se le puede atribuir de nuevo a la temperatura del medio de temple. Como la baja temperatura del agua pudo haber estresado las muestras y generado microgrietas, las deformaciones y las microgrietas pudieron haberse propagado durante el ensayo de tensión comenzando de manera prematura el movimiento de dislocaciones en el material. De esta manera el comportamiento plástico de la aleación comenzó antes en comparación de si el material no tuviera estos defectos en su microestructura, lo que redujo su límite elástico y en consecuencia el esfuerzo a la fluencia.

5. Capítulo cinco: Conclusiones

De acuerdo con lo anteriormente analizado se concluye lo siguiente:

- En este trabajo se pudo hacer evidente la variación en las propiedades mecánicas y cristalográficas del aluminio 6061, al ser sometido a tratamientos térmicos de envejecido a diferentes condiciones de tiempo.
- Mediante la técnica de difracción de rayos X, se pudo corroborar el carácter cristalino del aluminio 6061 calculando parámetros microestructurales como son tamaño de cristalito, microdeformación de la red y parámetro de red para las diferentes condiciones de tiempo de envejecido. Así mismo se pudo calcular la densidad de dislocaciones del material y evaluar su incidencia en las propiedades mecánicas del aluminio 6061 en función del tiempo de envejecido.
- Se evaluaron propiedades mecánicas de microdureza Vickers así como el comportamiento elástico-plástico para las diferentes condiciones de tratamiento térmico. Estos resultados mostraron alta correlación con los cambios microestructurales evaluados por DRX.
- Se encuentra que los resultados de tamaño del cristalito y microdeformación de la red que fueron calculados a partir de los difractogramas proceden a una disminución de la microdeformación y a un aumento del tamaño del cristalito en comparación de las muestras adquiridas comercialmente esto en consecuencia del tratamiento térmico y de los efectos que se presentan en los tiempos de maduración.
- Gracias al refinamiento Rietveld se evidenció que hay una tendencia a la disminución en el tamaño del cristalito con el tiempo de envejecido en los patrones con radiación $\text{Cu K}\alpha_2$. Esto se debe a que se da una recrystalización en la aleación que produce granos de menor tamaño después del envejecido como lo reportaron

(WANG, HUANG, & ZHAO, 2018) luego de aplicar un doble envejecido a unas muestras de aleación Al-Cu-Li soldadas por haz de electrones.

- Según el refinamiento Rietveld, el parámetro de red para las muestras envejecidas tiende a disminuir con el tiempo, lo que está acorde con los reportes realizados por (Novelo-Peralta, González, & Lara-Rodríguez, 2008). La tendencia a la disminución del parámetro de red se atribuye a que la aleación pasa del estado de solución solida sobresaturada, donde los átomos de soluto dilatan la red cristalina a estar envejecida y sin saturación porque los átomos de soluto ya se han precipitado y no dilatan la red cristalina.
- Las pruebas de tensión y dureza están acordes con lo mencionado en la literatura por autores como (Ozturk, Sisman, Toros, Kilic, & Picu, 2009), que reportan como este trabajo mejoro las propiedades mecánicas al incrementarse el tiempo de envejecido. Esto se explica por la evolución de los precipitados a la fase β'' , que es una fase que por su fuerte coherencia con la matriz de aluminio genera distorsiones que dificultan el movimiento de las dislocaciones, lo que endurece el material a las 18 horas de envejecido a 175 °C.
- Las discontinuidades en las gráficas de tensión de las muestras envejecidas puede ser indicativo de la presencia de tensiones en el material generadas al templear las muestras en agua muy fría, lo que puede producir deformaciones o incluso microgrietas en el material que generaron estas irregularidades en las gráficas.
- Se evidencio que la muestra envejecida en 18 horas a 175 °C presento valores muy similares de dureza y tensión comparado con la muestra comercial en estado de temple T6. Por lo tanto, se puede concluir que el estado de temple T6 se alcanza a las 18 horas a 175°C para la aleación 6061 analizada y que el procedimiento fue el adecuado para realizar el tratamiento térmico.
- Se registraron valores de esfuerzo de fluencia más bajos para la muestra de 18 horas respecto a la muestra en estado comercial. Esto se puede explicar por las deformaciones y microgrietas formadas en el temple, lo que resulto en una

reducción de su límite elástico al permitir que estas distorsiones iniciaran antes la deformación plástica.

6. Bibliografía

- ASM International. (1997). *ASM Specialty Handbook: Heat-Resistant Materials*. ASM International.
- ALCERMAS. (29 de Febrero de 2020). *ALCER MAS*. Obtenido de [https://www.alacermas.com/img/galeria/files/aluminio/chapa_6061_aluminio\(1\).pdf](https://www.alacermas.com/img/galeria/files/aluminio/chapa_6061_aluminio(1).pdf)
- aluminio, P. d. (22 de Febrero de 2020). *PERFILESDEALUMINIO.NET*. Obtenido de <https://perfilesdealuminio.net/articulo/icual-es-la-diferencia-entre-aluminio-6061-vs-6063/11>
- ALUMINIOS Y METALES UNICORNIO. (29 de Febrero de 2020). *ALUMINIOS Y METALES UNICORNIO*. Obtenido de <http://www.aluminiosmetalesunicornio.com.mx/6061.html>
- Aouabdia, Y., Boubertakh, A., & Hamamda, S. (2010). Precipitation kinetics of the hardening phase in two 6061 aluminium alloys. *Materials Letters*, 64(3), 353-356.
- arvengtraining. (22 de Febrero de 2020). *arveng training & engineering*. Obtenido de <https://arvengtraining.com/que-son-las-aplicaciones-criogenicas/>
- Askeland, D. R., Fulay, P. P., & Wright, W. J. (2012). *Ciencia e ingeniería de los materiales*. Mexico D.F.: Cengage Learning Editores, S.A.
- ASM INTERNATIONAL. (1990). *ASM HANDBOOK VOL 2 Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*.
- ASM INTERNATIONAL. (1991). *ASM HANDBOOK VOL 4 HEAT TREATING*.
- ASM INTERNATIONAL. (1992). *ASM HANDBOOK VOL 2 Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*.
- ASTM INTERNATIONAL. (1 de Junio de 2017). Norma E384: Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials.

- Autocasión. (22 de Febrero de 2020). *Autocasión*. Obtenido de <https://www.autocasion.com/actualidad/reportajes/la-corrosion-del-aluminio>
- AVNER, S. H. (1988). *Introduccion a la metalurgia fisica*. Mexico: Mc Graw Hill.
- Blake, A. J., Clegg, W., Cole, J. M., Evans, J. S., Main, P., Parsons, S., & Watkin, D. J. (2009). *Crystal Structure Analysis Principles and Practice*. New York: Oxford University Press Inc.
- Búa, M. T. (22 de Febrero de 2020). *edu.xunta*. Obtenido de https://www.edu.xunta.es/espazoAbalar/sites/espazoAbalar/files/datos/1464947174/contido/532_metales_ligeros.html
- Buchanan, K., Ribis, J., Garnier, J., & Colas, K. (2016). Identification of monoclinic θ -phase dispersoids in a 6061 aluminium alloy. *Philosophical Magazine Letters*, 121-131.
- Callister, W. D. (2000). *Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. Bogota: REVERTÉ, S.A.
- Casagrande, S. P., & Blanco, R. C. (20 de Mayo de 2020). *UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA SISTEMA DE BIBLIOTECAS*. Obtenido de http://www.bibliotecacentral.uni.edu.pe/pdfs/REVCUNI/1,2005/art_0001.pdf
- Chen, F., & Tang, B. (2019). X-RAY DIFFRACTION ANALYSIS OF ULTRASOUND-TREATED ALLOY 6061 BY RIETVELD METHOD. *Metal Science and Heat Treatment*, 60(9), 574-579.
- COWLEY, J. M. (03 de Mayo de 2020). *ScienceDirect*. Obtenido de <https://www.sciencedirect.com/topics/physics-and-astronomy/diffuse-scattering>
- Cullity, B. D. (1956). *ELEMENTS OF X-RAY DIFFRACTION*. United States of America: ADDISON-WESLEY PUBLISHING COMPANY.
- Dini, G., Ueji, R., Najafizadeh, A., & Monir-Vaghefi, S. (2010). Flow stress analysis of TWIP steel via the XRD measurement of dislocation density. *ELsevier*.
- Engler, O., Marioara, C., Aruga, Y., Kozuka, M., & Myhr, O. (2019). Effect of natural ageing or pre-ageing on the evolution of precipitate structure and strength during age hardening of Al–Mg–Si alloy AA 6016. *Materials Science & Engineering A*, 520–529.
- ESAB. (22 de Febrero de 2020). *ESAB*. Obtenido de <https://www.esabna.com/us/en/education/blog/understanding-the-aluminum-alloy-designation-system.cfm>

- Farshidi, M., Kazeminezhad, M., & b, H. M. (2013). On the natural aging behavior of Aluminum 6061 alloy after severe plastic deformation. *Elsevier*.
- Feijoo, I., Cabeza, M., P.Merino, Pena, G., Pérez, M., Cruz, S., & Rey, P. (2019). Estimation of crystallite size and lattice strain in nano-sized TiC particle-reinforced 6005A aluminium alloy from X-ray diffraction line broadening. *Powder Technology*, 19-28.
- Fuchs, A. (20 de Mayo de 2020). *Graz University of Technology*. Obtenido de <https://diglib.tugraz.at/download.php?id=5b6d29665ea34&location=browse>
- Gabrian. (22 de Febrero de 2020). *GABRIAN*. Obtenido de <https://www.gabrian.com/es/aluminio-6061-conozca-sus-propiedades-y-usos/>
- Gandarilla, F. C., Moreno, G. C., & Avilés, M. O. (2005). *Aplicaciones de la difracción de rayos-x a materiales policristalinos*. Mexico D.F.: Sociedad Mexicana de Cristalografía, A.C.
- García, L. R. (2 de Mayo de 2020). *Introducción al Método Rietveld*. Obtenido de http://xml.cie.unam.mx/xml/ms/Doctos/Manual_RietveldML1.pdf
- Girgsdies, F. (16 de Mayo de 2020). *Fritz Haber Institute of the Max Planck Society*. Obtenido de http://www.fhi-berlin.mpg.de/acnew/departament/pages/teaching/pages/teaching__wintersemester__2013_2014/frank_girgsdies__phase_analysis_and_structure_refinement__131129.pdf
- GISAXS Community Website. (03 de Mayo de 2020). *GISAXS*. Obtenido de http://gisaxs.com/index.php/Diffuse_scattering
- GoodFellow. (22 de Febrero de 2020). *GoodFellow*. Obtenido de <http://www.goodfellow.com/S/Aluminio.html>
- Hammond, C. (2009). *The Basics of Crystallography and Diffraction*. New York: Oxford University Press Inc.
- Holder, C. F., & Schaak, R. E. (2019). Tutorial on Powder X-ray Diffraction for Characterizing Nanoscale Materials. *ACS Nano*, 7359–7365.
- Huis, M. v., Chen, J., Zandbergen, H., & Sluiter, M. (2006). Phase stability and structural relations of nanometer-sized, matrix-embedded precipitate phases in Al–Mg–Si alloys in the late stages of evolution. *Acta Materialia*, 54(11), 2945-2955.
- item24. (22 de Febrero de 2020). *item24*. Obtenido de <https://glossar.item24.com/es/indice-de-glosario/articulo/item//aleacion-forjada-1.html>

- Jacobs, M. H. (6 de Marzo de 2020). *CORE-Materials*. Obtenido de <http://core.materials.ac.uk/repository/eaat/1203.pdf>
- Kahrimanidis, A., Wortberg, D., & Merklein, M. (2014). Influence of a short term heat treatment by conduction and induction on the mechanical properties of AA6014 alloys. *Physics Procedia*, 56, 1410 – 1418.
- Kalita, A., & Kalita, M. P. (2017). Williamson-Hall analysis and optical properties of small sized ZnO nanocrystals. *Elsevier*.
- Kavalco, P. M., Canale, L. C., & Totten, G. E. (16 de Mayo de 2020). *ASM INTERNATIONAL*. Obtenido de https://www.asminternational.org/documents/10192/17082024/HTP_Nov-2009__Quenching__00907p25.pdf/eb516c04-7ade-4163-b7ae-a4f2d9f38185
- Kawaguchi, T. (04 de Mayo de 2020). *Tomoya Kawaguchi Materials Scientist*. Obtenido de <https://tkawaguchi.com/debye-waller-factor/>
- Krishna, N. N., Tejas, R., Sivaprasad, K., & Venkateswarlu, K. (2013). Study on cryorolled Al–Cu alloy using X-ray diffraction line profile analysis and evaluation of strengthening mechanisms. *Materials & Design*, 52, 785-790.
- Kuzel, R., & Houska, C. (1995). A NEW XRD METHOD FOR STUDY OF PRECIPITATES APPLIED TO CU-BE ALLOYS. En M. Henryk, & S. Danuta, *Applied Crystallography - Proceedings Of The Xvi Conference* (págs. 28-32). Cieszyn: World Scientific. Obtenido de <https://books.google.com.co/books?id=8NBKDwAAQBAJ&pg=PA28&lpg=PA28&dq=static+diffuse+scattering+and+quasiline+xrd&source=bl&ots=0HyfvIe091&sig=ACfU3U1cNiyHZVkc7gUH5-AZ-rJEnwjQqw&hl=es-419&sa=X&ved=2ahUKEwiJiNPe1ZjpAhUBTd8KHSaRCE4Q6AEwAHoECAoQAQ#v=onepage>
- Kužel, R., He, B., & Houska, C. R. (1997). Characterization of severe matrix distortions during phase separation from the redistribution of diffracted intensities. *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE*, 2451-2467.
- Lutterotti, L. (2010). Total pattern fitting for the combined size–strain–stress–texture determination in thin film diffraction. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 334–340.
- Lutterotti, L. (5 de Mayo de 2020). *International Union of Crystallography*. Obtenido de https://www.iucr.org/_data/iucr/powder/Erice2011/day8/d1/maud.pdf
- Lutterotti, L. (5 de Mayo de 2020). *University Of Trento*. Obtenido de <http://www.ing.unitn.it/~maud/tutorial/InstrumentalBroadening.pdf>

- Lutterotti, L. (6 de Mayo de 2020). *Youtube*. Obtenido de https://www.youtube.com/watch?v=J5aP_j-3AXI
- Maissonnette, D., Suery, M., Nelias, D., Chaudet, P., & Epicier, T. (2011). Effects of heat treatments on the microstructure and mechanical properties of a 6061 aluminium alloy. *Materials Science and Engineering A*, 528(6), 2718-2724.
- Marioara, C., Nakamura, J., Matsuda, K., Andersen, S., Holmestad, R., Sato, T., . . . Ikeno, S. (2012). HAADF-STEM study of β' -type precipitates in an over-aged Al–Mg–Si–Ag alloy. *Philosophical Magazine*, 92(9), 1149–1158.
- Martínez Villafañe, A., Chacón Nava, J., Gaona Turbicio, C., Almeraya Calderón, F., & González Rodríguez, J. (5 de Junio de 2020). *Universidad Nacional Autonoma de México*. Obtenido de <http://depa.fquim.unam.mx/labcorr/libro/OXIDACION-ALTATEMPERATURA.PDF>
- MatCalc. (06 de Marzo de 2020). *MatCalc THE MATERIALS CALCULATOR*. Obtenido de http://matcalc.wkmp.tuwien.ac.at/online_help/docs/tutorial/t_09.htm
- materiales, C. d. (22 de Febrero de 2020). *Ciencia de los materiales*. Obtenido de <http://cienciaymateriales.blogspot.com/2013/04/29-que-entiende-por-solucion-solida.html>
- McCusker, L. B., Dreele, R. B., Cox, D. E., Louër, D., & Scardi, P. (1999). Rietveld refinement guidelines. *Journal of Applied Crystallography*, 36-50.
- Meier, M. (22 de 02 de 2005). *Measuring crystallite size using x ray diffraccion, the williamson technique draft*. Obtenido de <file:///C:/Users/INTEL/Desktop/XRD-CSize2.pdf>
- Monsalve, M., López, E., Vargas, F., Gonzáles, A., & Benavides, V. (2009). INFLUENCIA DEL SUSTRATO, ESPESOR DE LA CAPA Y TÉCNICA DE DEPÓSITO EN LA TEXTURA CRISTALOGRAFICA DE PELICULAS DELGADAS DE TiN. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 115-127.
- Mote, V., Purushotham, Y., & Dole, B. (2012). Williamson-Hall analysis in estimation of lattice strain in nanometer-sized ZnO particles. *Journal of Theoretical and Applied Physics*.
- Mustapa, M. S., Latif, N. A., Joharudin, N. F., Mahzan, S., Masirin, M. I., & Hamid, N. A. (2018). The Effect of Heat Treatment on Compression Strength of Recycled AA6061 Aluminium Chips. *Materials Science Forum*, 934, 124-128.
- Naronikar, A. H., N, A. J., Simha, A., & Saikiran, B. (2018). Optimizing the Heat Treatment Parameters of Al-6061 Required for Better Formability. *Materials Today : Proceedings*, 5(11), 24240–24247.

- Nath, D., Singh, F., & Das, R. (2019). X-ray diffraction analysis by Williamson-Hall, Halder-Wagner and size-strain plot methods of CdSe nanoparticles- a comparative study. *ELsevier*.
- Nave, M. O. (19 de 02 de 2020). *ley de bragg* . Obtenido de <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbasees/quantum/bragg.html>
- Novelo-Peralta, O., González, G., & Lara-Rodríguez, G. (2008). Characterization of precipitation in Al–Mg–Cu alloys by X-ray diffraction peak broadening analysis. *MATERIALS CHARACTERIZATION*, 773–780.
- Ozturk, F., Sisman, A., Toros, S., Kilic, S., & Picu, R. (2009). Influence of aging treatment on mechanical properties of 6061 aluminum alloy. *Materials and Design*, 972–975.
- Poznak, A., Thole, V., & Sanders, P. (2018). The Natural Aging Effect on Hardenability in Al-Mg-Si: A Complex Interaction between Composition and Heat Treatment Parameters. *metals*.
- Ravi, C., & Wolverton, C. (2004). First-principles study of crystal structure and stability of Al–Mg–Si–(Cu) precipitates. *Acta Materialia*, 52(14), 4213-4227.
- Rezaei, M. R., Toroghinejad, M. R., & Ashrafizadeh, F. (2011). Production of nano-grained structure in 6061 aluminum alloy strip by accumulative roll bonding. *Materials Science and Engineering A*, 529, 442-446.
- Shackelford, J. F. (2005). *Introducción a la ciencia de materiales ingenieros*. Madrid: PEARSON EDUCACIÓN, S.A.
- Shih, T.-S., & Liu, Z.-B. (2006). Thermally-Formed Oxide on Aluminum and Magnesium. *Materials Transactions*, 1347-1353.
- Sitdikov, V., Murashkin, M. Y., & Valiev, R. (2017). New X-Ray Technique to Characterize Nanoscale Precipitates in Aged Aluminum Alloys. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 4732–4737.
- Sitepu, H. (2009). Texture and structural refinement using neutron diffraction data from molybdate (MoO₃) and calcite (CaCO₃) powders and a Ni-rich Ni_{50.7} Ti_{49.30} alloy. *Powder Diffraction*, 315-326.
- Sitepu, H., O'Connor, B. H., & Li, D. (2004). Comparative evaluation of the March and generalized spherical harmonic preferred orientation models using X-ray diffraction data for molybdate and calcite powders. *Journal of Applied Crystallography*.
- Sitepu, H., Prask, H., & Vaudin, M. (2001). TEXTURE CHARACTERIZATION IN X-RAY AND NEUTRON POWDER DIFFRACTION DATA USING THE GENERALIZED SPHERICAL-HARMONIC. *Advances in X-ray Analysis*.

- Sivakami, R., Dhanuskodi, S., & Karvembu, R. (2015). Estimation of lattice strain in nanocrystalline RuO₂ by Williamson–Hall and size–strain plot methods. *Elsevier*.
- Smith, W. F. (1998). *FUNDAMENTOS DE LA CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES*. Madrid: McGraw Hill.
- Speakman, S. A. (04 de Mayo de 2020). *Prism Web Server*. Obtenido de <http://prism.mit.edu/xray/introduction%20to%20xrpd%20data%20analysis.pdf>
- Speakman, S. A. (6 de Mayo de 2020). *Prism Web Server*. Obtenido de <http://prism.mit.edu/xray/Fundamentals%20of%20Rietveld%20Refinement%20XR D%20Simulation%202011.pdf>
- Suryanarayana, C., & Norton, M. G. (1998). *X-Ray Diffraction A Practical Approach*. New York: Plenum Publishing Corporation.
- Toby, B. H. (5 de Mayo de 2020). *CambridgeCore*. Obtenido de <https://www.cambridge.org/core/journals/powder-diffraction/article/r-factors-in-rietveld-analysis-how-good-is-good-enough/17439A1F889B689C495549A234D53682/core-reader>
- TOTTEN, G. E., WEBSTER, G. M., & BATES, C. E. (2003). Quenching. En G. E. Totten, & D. S. MacKenzie, *Handbook of Aluminum: Vol. 1: Physical Metallurgy and Processes* (págs. 971-1063). CRC Press.
- Università Di Trento*. (04 de Mayo de 2020). Obtenido de <http://www.ing.unitn.it/~maud/tutorial/QPA.pdf>
- WANG, S., HUANG, Y., & ZHAO, L. (2018). Effects of different aging treatments on microstructures and mechanical properties of Al-Cu-Li alloy joints welded by electron beam welding. *Chinese Journal of Aeronautics*, 363–369.
- Waseda, Y., Matsubara, E., & Kozo, S. (2011). *X-Ray Diffraction Crystallography Introduction, Examples and Solved Problems*. New York: Springer.
- Wikipedia. (04 de Mayo de 2020). *Wikipedia*. Obtenido de https://es.wikipedia.org/wiki/Factor_de_Debye-Waller
- Wikipedia. (9 de Junio de 2020). *Wikipedia*. Obtenido de https://en.wikipedia.org/wiki/Siegbahn_notation
- Wikipedia. (22 de Febrero de 2020). *Wikipedia*. Obtenido de <https://es.wikipedia.org/wiki/Alclad>
- Young, R. (1993). *The Rietveld Method*. New York: Oxford University Press Inc.
- Zeren, M. (2007). The effect of heat-treatment on aluminum-based piston alloys. *Materials and Design*, 28(9), 2511-2517.

Zhang, J., Fan, Z., Wang, Y., & Zhou, B. (2001). Equilibrium pseudobinary Al–Mg₂Si phase diagram. *Taylor & Francis Online*.

ZHENG, Y., LUO, B., BAI, Z., & HE, C. (2019). Evolution of the Initial Precipitation and Strengthening Mechanism of Al-Mg-Si alloys. *The Minerals, Metals & Materials Society*, 71(12), 4737-4745.

7. Anexos

A. Glosario

Aleación: Es un material metálico compuesto de dos o más elementos donde al menos uno de ellos es un metal y puede tener una o más fases.

Componente: Es un elemento y/o un compuesto que conforman la fase.

Compuesto Intermetálico: Combinación de dos o más elementos metálicos, que da lugar a una nueva fase que posee propiedades mecánicas similares a los materiales cerámicos.

Diagrama de Fases: Es una representación gráfica de la relación entre la estructura, la composición y la cantidad de fases para cualquier combinación de temperatura y composición química de un sistema

Difracción Difusa: Es aquella intensidad de difracción que se debe a imperfecciones en la red cristalina producidas por vacancias, deformación, impurezas, etc... que provoca una reducción en la intensidad de los picos de Bragg y se redistribuye en difracción difusa (COWLEY, 2020) (GISAXS Community Website, 2020).

Factor Térmico Isotrópico: Conocido también como factor B, es el factor de Debye-Waller. Este parámetro está relacionado con el desplazamiento de los átomos debido las vibraciones térmicas, pero también puede relacionar los desplazamientos estáticos o dinámicos de los átomos cualquiera que sea su causa. Este factor tiene el efecto de atenuar el haz difractado debido a la ambigüedad en su posición atómica (Kawaguchi, 2020) (Wikipedia, 2020) (Speakman, Prism Web Server, 2020).

Fase: Es una porción de un sistema que es uniforme en su composición química, microestructura y que tiene una interfaz definida entre la fase y otra fase adjunta (Smith, 1998).

Límite De Solubilidad: Es la concentración máxima de átomos de soluto que se pueden disolver en el solvente a una temperatura dada para formar una solución en la aleación.

Metaestable: Se dice que un sistema es metaestable cuando este no alcanza el equilibrio, pero sus cambios en la microestructura son tan lentos que permanece casi inalterada a lo largo del tiempo. Para las aleaciones de aluminio los sistemas metaestables son de gran interés porque mediante tratamientos térmicos se alcanzan estados metaestables que fortalecen la aleación.

Microconstituyente: Fase o mezcla de fases con un aspecto único y distintivo.

Microestructura: Se refiere a la cantidad, la proporción y a la manera en la que las fases están distribuidas en un material.

Raíz de la media cuadrática de la microdeformación: De forma abreviada ϵ_{rms} . Se relaciona con el promedio en la variación del espacio interplanar (Mote, Purushotham, & Dole, 2012).

Sistema: Se refiere a una serie de aleaciones formadas por los mismos componentes, pero sin indicar las proporciones de cada componente ej. sistema hierro-carbono.

Solución Solida: Es un tipo de solución en el cual uno o más elementos o compuestos sólidos (soluto) se disuelven de manera homogénea en un material (Solvente). Hay dos tipos de soluciones sólidas: sustituciones e intersticiales (materiales, 2020).

B. Anexo: Composición química



Construcción · Industria · Conservación & Organización



Santiago de Cali, Marzo 10 de 2020.

Señores.

MUNDIAL DE ALUMINIOS S. A.
SANTAFÉ DE BOGOTÁ.

ALUMINA certifica que la Aleación AA6061, Temple T-6 fue utilizada para la extrusión de perfilería estructural de referencia **BR0018, R024** correspondiente a la Factura N° 51700, 101495 Pedido N° 1253622, 1273462 Lote N° 980724, 995570 Orden de Compra N° 23302, 23642; cumple con los siguientes rangos de propiedades mecánicas y composición química de acuerdo a los estándares de ALUMINUM ASSOCIATION basado en la norma Internacional UNE-EN 573-3 y ASTM B221.

Propiedades Mecánicas

RFT (MPa)	RPC (MPa)	% E	DUREZA WEBSTER ALUMINA	DUREZA R.F.
Min 259,89	Min 240,27	Min 8	15 - 17	85 - 91

Composición Química.

Aleación	% Si	% Fe	% Cu	% Mn	% Mg	% Cr	% Zn	% Ti	% Al
AA6061	Min - Max 0.40 - 0.8	Max 0,7	Min - Max 0.15 - 0.40	Max 0.15	Min - Max 0.8 - 1,2	Min - Max 0.04 - 0.35	Max 0.25	Max 0.15	Restante

Atentamente;

Elisa Galeano.
Directora Aseguramiento de la Calidad e Ingeniería.
Alumina S.A.



Grupo ALUMINA - Colombia

Oficina y Sala de ventas Bogotá: Cra. 19A N° 77-29, Local 73 y 75 C.C. Los Héroes Tel: 57 (3) 795 34 10
Oficina y Planta EMMA & Cia S.A.-Medellín: Cra. 64A N° 33-40, Itagüí Tel: (4) 370 56 90
Oficina y Planta ALUMINA S.A.-Cali: Cra. 32 N° 9-101, Acopí - Yumbo Tel: 57 (2) 651 04 00
Oficina Barranquilla: Via 40 N° 71-997, C1 Marisol Bodega 207 Tel: 57 (5) 388 55 90

Grupo ALUMINA - Ecuador

Oficina Quito-Norte: Av. 6 de diciembre N° 51-53 José Rafael Bustamante Tel: 593 (2) 240 19 58

Grupo ALUMINA - USA

Oficina Estados Unidos:
Centro de Distribución Opalocka, Florida 33054 - 34475 NW, 26 Av/Tel/Mono: 1 (305) 444 11 98

C. Anexo: Método de los esféricos armónicos generalizado (GSH)

La descripción de los esféricos armónicos generalizados (GSH) usa la distribución general de ejes A ($\varphi, \beta, \psi, \gamma$) dada por la siguiente expresión:

$$A(\varphi, \beta, \psi, \gamma) = 1 + \sum_{l=2}^L \left(\frac{4\pi}{2l+1} \right) \sum_{m=-l}^{+l} \sum_{n=-l}^{+l} C_l^{mn} K_l^m(\varphi, \beta) K_l^n(\psi, \gamma)$$

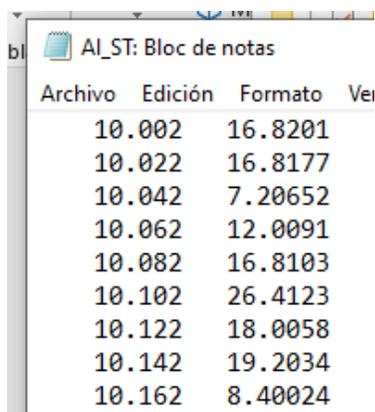
La expresión anterior es generada hasta un cierto orden máximo n y/o a partir de reglas de selección dependiendo de la simetría cristalina de la fase en consideración. Los términos armónicos $K_l^m(\varphi, \beta)$ y $K_l^n(\psi, \gamma)$ toman valores de acuerdo a la simetría del cristal y de la muestra. La simetría del cristal (φ, β) se establecen por la elección de los índices de reflexión (hkl) y las coordenadas de la muestra (ψ, γ) se obtienen de la orientación que tenga la muestra en el difractómetro.

Debido a la ley de Friedel solo los términos de los órdenes pares comenzando desde el dos contribuyen con la distribución general de ejes A ($\varphi, \beta, \psi, \gamma$) (Sitepu, O'Connor, & Li, 2004). Los coeficientes C_1^{mn} son los coeficientes armónicos que se obtienen por medio del refinamiento Rietveld. En el caso de una muestra con una orientación aleatoria, los coeficientes armónicos C_1^{mn} valen cero y en consecuencia la distribución general de ejes A ($\varphi, \beta, \psi, \gamma$) vale 1. La elección de la simetría de textura de la muestra tiene gran influencia sobre los coeficientes C_1^{mn} . El orden armónico está determinado por la magnitud de la textura como la calidad de los datos (Sitepu H. , 2009).

D. Anexo: Procedimiento general para el refinamiento Rietveld en MAUD

Los pasos que se mencionan a continuación son una guía general de cómo se procedió a refinar los patrones de difracción utilizados en este trabajo. De ninguna manera pueden tomarse como una regla estricta para refinar estos u otros patrones ya que cada patrón de difracción es la “huella” que diferencia a cada material. No hay dos materiales exactamente iguales, por lo que el refinamiento dependerá de los parámetros que se refinan, el orden en el que se hagan y la pericia para realizar el refinamiento. Por lo que el usuario que lleve a cabo el refinamiento debe tener conocimiento de cada uno de los parámetros que refina y como ellos se relacionan entre sí. Los pasos que se siguieron fueron los siguientes:

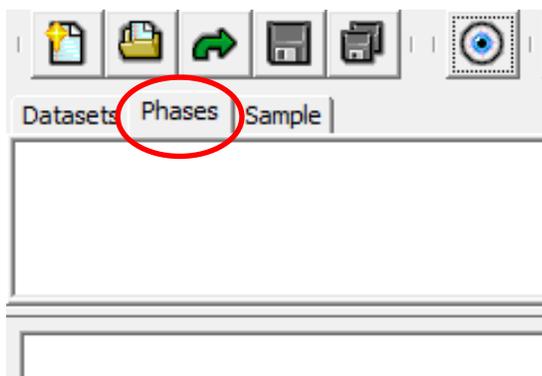
1. Subir los datos a MAUD. Hay varios formatos que MAUD puede leer, en general lee todos los formatos propios de las marcas de los difractómetros (.raw-Rigaku, .uxd-Siemens...) y formatos de otros programas de refinamiento (.dbw-DBWS, .fpr-Fullprof...), sin embargo no lee los formatos que da el difractómetro Bruker. Por lo que la forma más fácil de que MAUD pueda leer los datos es guardarlos como .txt en formato de 2 columnas (2θ , intensidad).



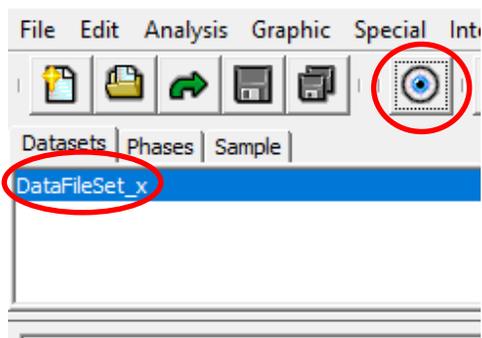
Archivo	Edición	Formato	Ver
	10.002	16.8201	
	10.022	16.8177	
	10.042	7.20652	
	10.062	12.0091	
	10.082	16.8103	
	10.102	26.4123	
	10.122	18.0058	
	10.142	19.2034	
	10.162	8.40024	

Luego simplemente se puede arrastrar el txt sobre la interfaz de MAUD para cargar el patrón o haciéndolo desde la pestaña file. Para subir los datos cristalográficos de cada

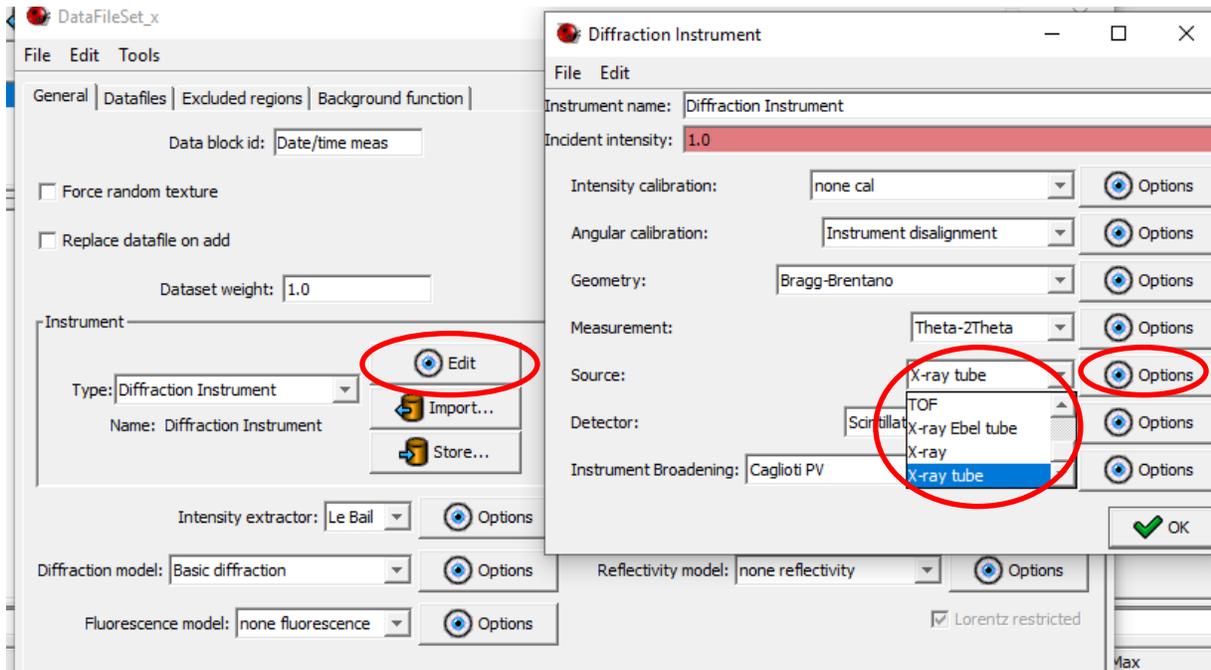
fase de manera sencilla se descargan en formato CIF de las bases de datos y se arrastran al panel superior izquierdo teniendo la pestaña “phases” seleccionada.



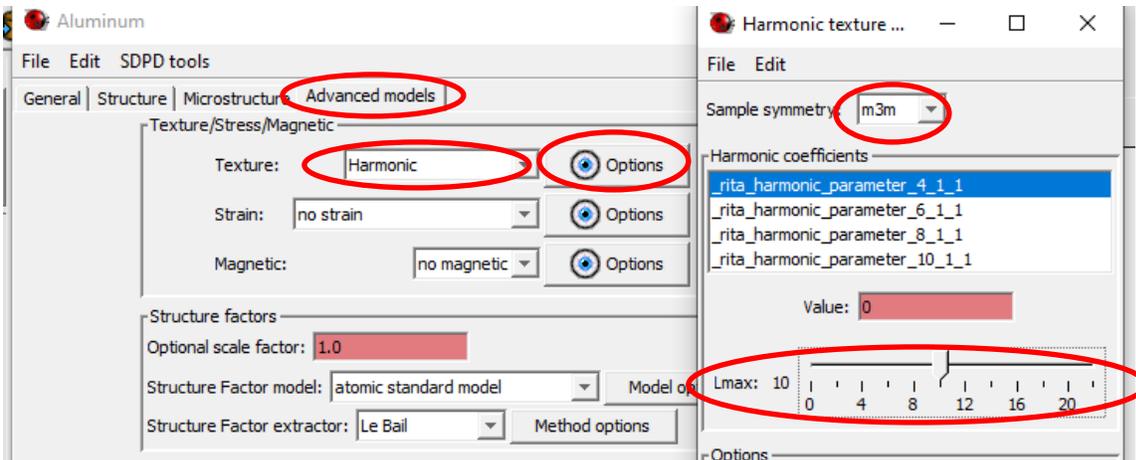
2. Luego se configura la parte instrumental para analizar los patrones según las longitudes de onda utilizadas ($K\alpha_1$, $K\alpha_2$). Para ello, se va a la pestaña Datasets donde se almacenan los patrones de difracción, selecciona el patrón que se está utilizando y se observa sus opciones dándole al icono del ojo.



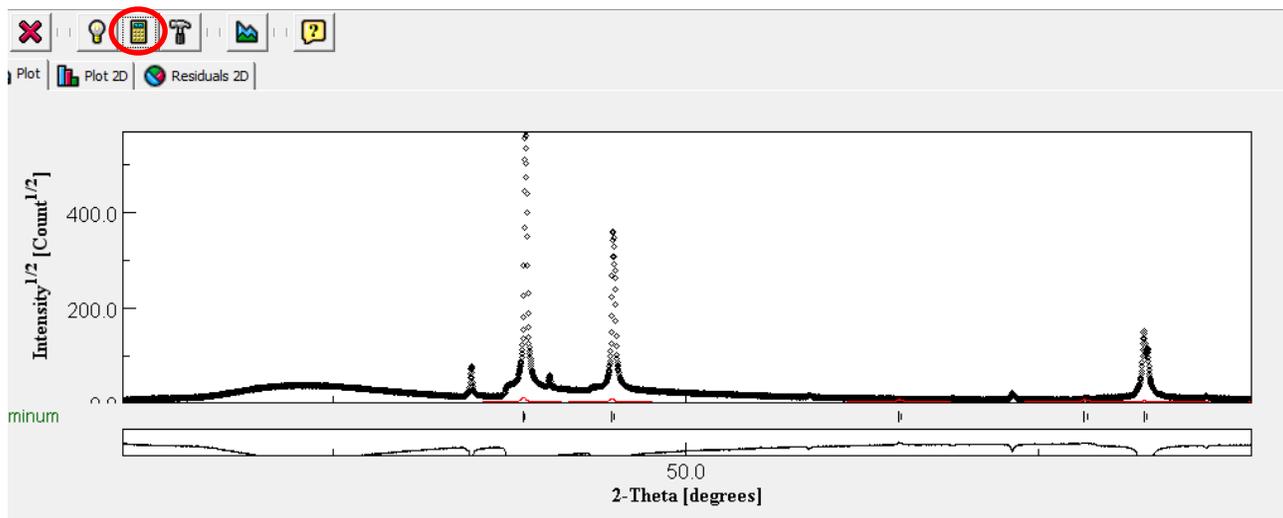
Ahí se abre la ventana de opciones para modificar en el patrón. Se selecciona Edit en la sección de Instruments y se abrirá la ventana para modificar el instrumento, ahí se puede escoger X-Ray tube para usar la configuración predeterminada de $K\alpha_1/K\alpha_2$ para diferentes materiales como Cu, Mo, Fe... o se puede configurar con longitudes de onda especificadas por el usuario seleccionando la opción X-Ray. Luego se da Ok a todas las ventanas.



3. Se configura la opción de textura para la fase de aluminio. Para ello se selecciona la fase -> se da clic al icono del ojo -> cuando se abra la ventana se le da la pestaña de "Advance Models" -> se selecciona la opción "Harmonic" -> se abre la ventana de "options" para la textura -> se configura la simetría de la muestra y se configura el orden de la textura a L=10 -> Ok a las ventanas.



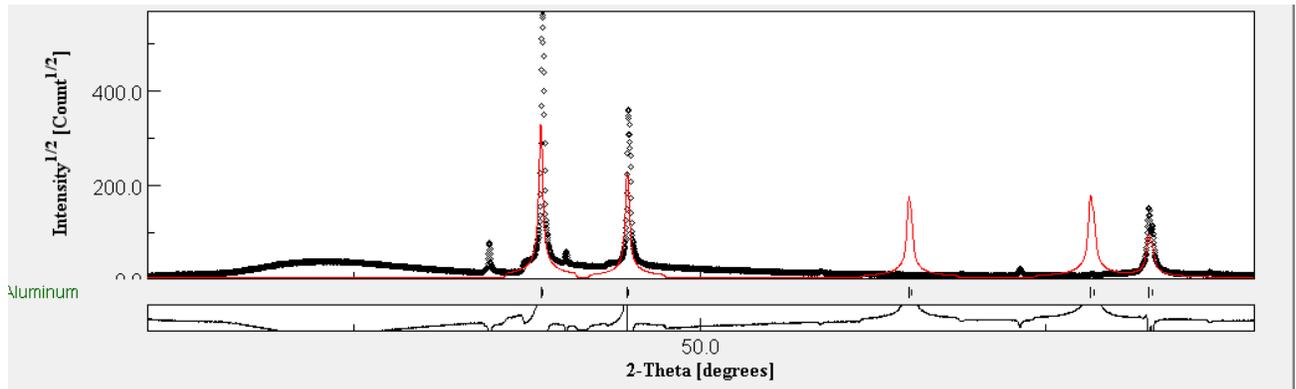
4. Se calcula el modelo teórico con el icono de la calculadora para dar una primera evaluación del modelo usado.



Como la intensidad de los picos calculados es mínima se ajusta manualmente la intensidad del haz de rayos x. Para cambiar cualquier parámetro manualmente, puede hacerse abriendo las ventanas de opciones como se hizo en los pasos anteriores. Una manera más directa es navegando a través de las carpetas que se encuentran en la parte inferior de del programa. Abriendo la carpeta con el nombre que se puso al patrón de difracción (DataFileSet_x por defecto) -> Diffraction Instrument -> y en `_pd_proc_intensity_incident` se puede configurar la intensidad a 1000.

Name	Value	Value
net_par_background_pos	0	0.0
Diffraction Instrument	-	-
pd_proc_intensity_incident	1.0	0.0
Instrument disalignment	-	-
Bragg-Brentano	-	-
X-ray tube	-	-
Caglioti PV	-	-
Al_ST.txt	-	-
Aluminum	-	-

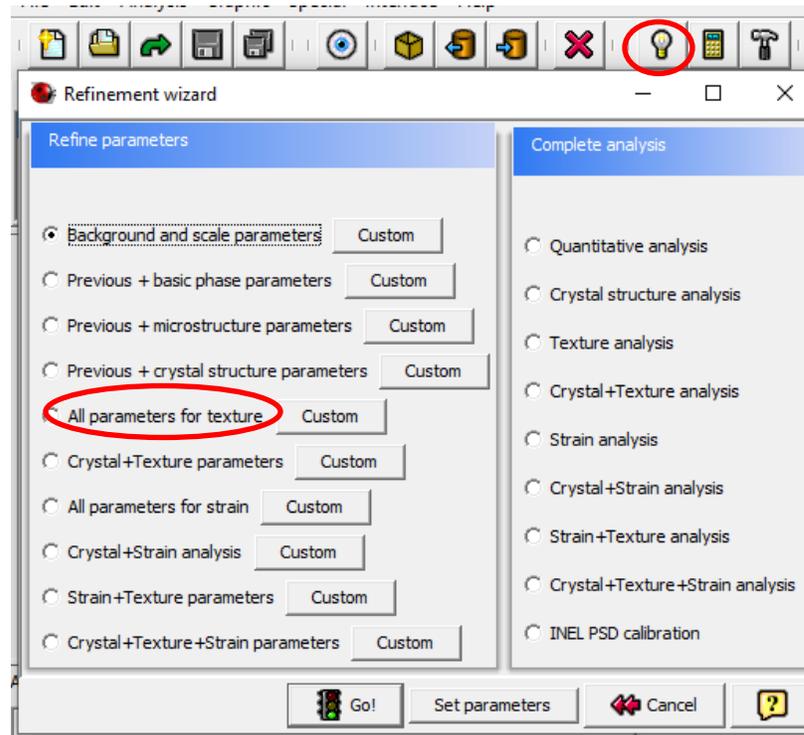
Al darle en calcular de nuevo se obtiene el siguiente resultado:



De ser necesario se puede modificar el parámetro de red para lograr un mejor ajuste. En este caso parece ajustarse bien.

5. Comenzamos refinando primero los parámetros de textura. Como la textura es tan pronunciada, cualquier otro parámetro que sea refinado o bien no cambiara o tendera a divergir debido a que el programa trata de ajustar el modelo a los dos picos fantasma, por lo que luego de ajustar intensidad y parámetro de red se procede con los parámetros de textura.

Hay dos maneras de llevar a cabo el refinamiento, la primera es con el uso del “wizard” (asistente). Por medio del asistente, el programa refinara todos los parámetros que por defecto se le relacionaron con la textura. Esta opción es buena para empezar a entender que parámetros se relacionan con la textura, para ello se le da clic al icono del bombillo donde aparecerá una ventana con las diferentes opciones de refinamiento, se selecciona “All texture parameters” y luego Go.



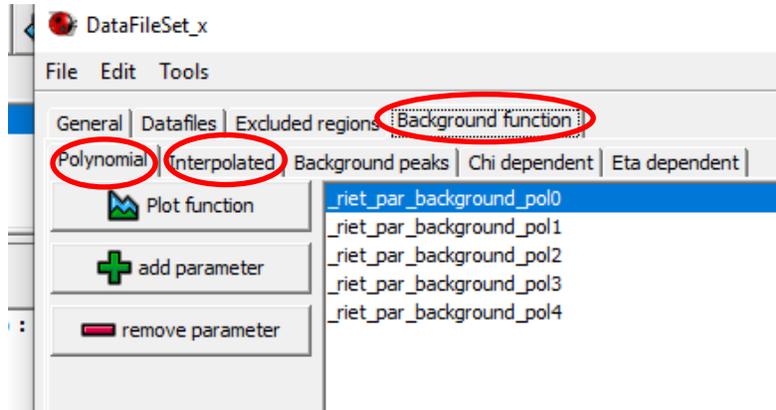
El uso del asistente ahorra tiempo y es de bastante utilidad cuando se es principiante, pero cuando se adquiere experiencia y se quiere ser cuidadoso y controlar más el refinamiento para mejores resultados se puede hacer el refinamiento de forma manual. Para ello, manualmente se van fijando o refinando cada parámetro cambiando su estatus con la pestaña asociada a él.

Parameter	Value	Min	Max	Status	Fixed
rita_harmonic_parameter_4_1_1	0	0	-1.0	1.0	Fixed
rita_harmonic_parameter_6_1_1	0	0	-1.0	1.0	Fixed
rita_harmonic_parameter_8_1_1	0	0	-1.0	1.0	Fixed
rita_harmonic_parameter_10_1_1	0	0	-1.0	1.0	Fixed

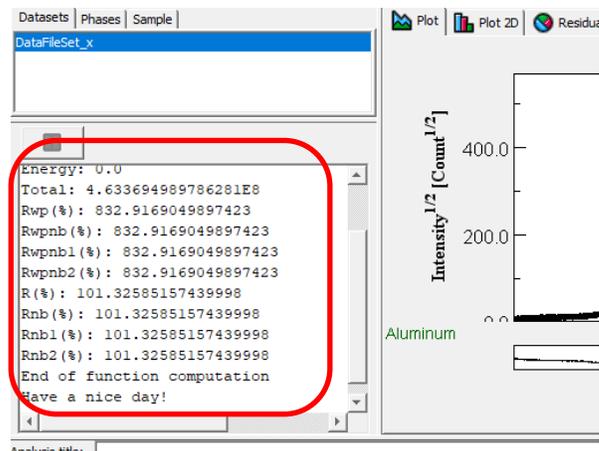
Luego le damos al icono de refinar, este icono puede aparecer como un martillo o una máquina de casino de forma aleatoria.



6. Luego podemos cambiar las opciones de calcular “Background” (fondo) agregando más términos a la función polinomial o cambiando la opción a interpolar. Para ello accedemos a la ventana de opciones del patrón -> “Background function” y luego se selecciona y/o modifica si el fondo se modela con una función polinomial o interpolando puntos.



7. Se refina manualmente solo los parámetros de la función instrumental que se encuentran en la carpeta Caglioti PV.
8. Se vuelven a refinar los parámetros de textura, parámetro de red, intensidad del rayo incidente.... De acuerdo al criterio del usuario.
9. Por último, se dejan los parámetros microestructurales y estructurales como la microdeformación, tamaño del cristalito, posiciones atómicas, factor B y ocupancia.
10. Se vuelve a repetir el proceso las veces que sea necesarias hasta que los resultados sean aceptables. Para seguir el progreso del refinamiento se mira el panel izquierdo central donde aparecen parámetros como: factor de bondad (sig), R_{wp} , R_{exp} y R_b .



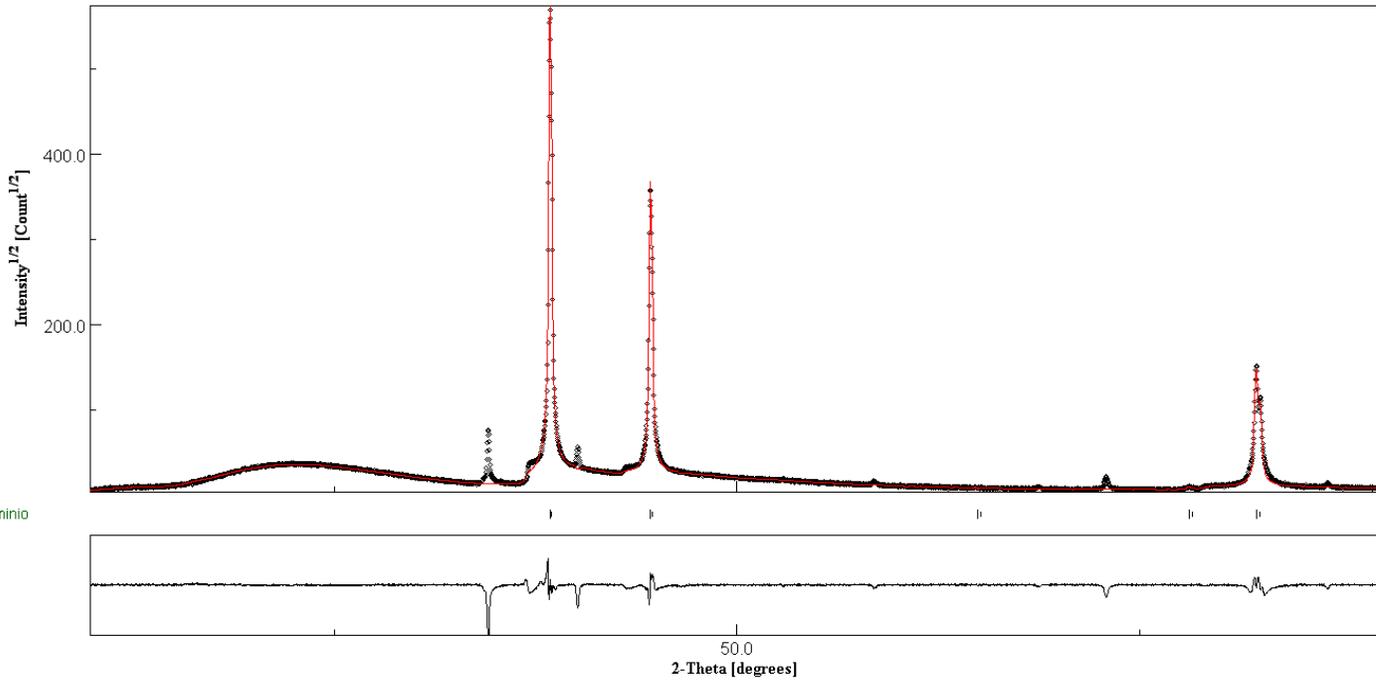
E. Resultados del refinamiento Rietveld

Se presentarán los resultados del refinamiento Rietveld para cada uno de los patrones de difracción con y sin radiación Cu $K\alpha_2$ y las imágenes respectivas de cada refinamiento.

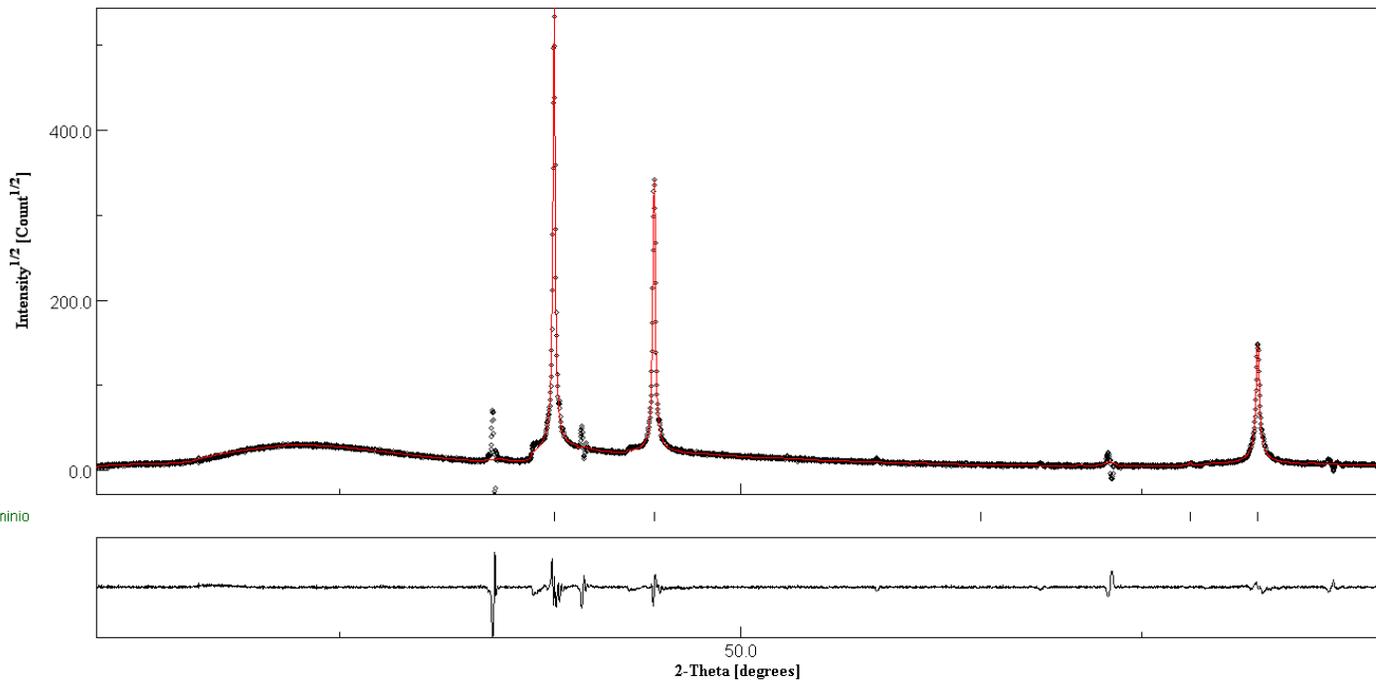
1. Estado comercial

SIN FILTRAR CU $K\alpha_2$		CON CU $K\alpha_2$ FILTRADA	
DE FABRICA		DE FABRICA	
sig	5,43	sig	5,36
Rwp (%)	13,28	Rwp (%)	16,06
Rwpnb (% , no bkg)	14,86	Rwpnb (% , no bkg)	17,97
Rwpnb1 (% , no bkg rescaled)	13,68	Rwpnb1 (% , no bkg rescaled)	17,95
Rwpnb2 (% , no bkg rescaled^2)	13,02	Rwpnb2 (% , no bkg rescaled^2)	23,85
Rb (%)	7,44	Rb (%)	9,76
Rexp (%)	2,45	Rexp (%)	2,99
Intencidad incidente	520,92	Intencidad incidente	503,02
"Offset zero" 2 theta	-0,192	"Offset zero" 2 theta	-0,191
Par. Asimetrico 0	106,36	Par. Asimetrico 0	105,82
Par. Asimetrico 1	-0,46	Par. Asimetrico 1	-0,70
Par. Caglioti 0 (W)	-0,0926	Par. Caglioti 0 (W)	-0,015
Par. Caglioti 1 (V)	-0,0743	Par. Caglioti 1 (V)	0,076
Par. Caglioti 2 (U)	-0,0823	Par. Caglioti 2 (U)	-0,055
Par. Gaussiano 0 (intercepto)	0	Par. Gaussiano 0 (intercepto)	-0,049
Par. Gaussiano 1 (pendiente)	0,012	Par. Gaussiano 1 (pendiente)	0,013
tamaño del cristalito (Å)	1617,60	tamaño del cristalito (Å)	3914,30
microdeformacion (ϵ_{rms})	6,59E-04	microdeformacion (ϵ_{rms})	3,67E-04
microdeformacion (ϵ)	8,26E-04	microdeformacion (ϵ)	4,60E-04
parametro de red a (Å)	4,057	parametro de red a (Å)	4,056
Co. Armonico 4	4,94	Co. Armonico 4	4,04
Co. Armonico 6	5,55	Co. Armonico 6	6,36
Co. Armonico 8	2,67	Co. Armonico 8	2,83
Co. Armonico 10	-13,16	Co. Armonico 10	-11,05
Ocupancia Al	1	Ocupancia Al	1
Frac. sitio atomico Al x	0	Frac. sitio atomico Al x	0
Frac. sitio atomico Al y	0	Frac. sitio atomico Al y	0
Frac. sitio atomico Al z	0	Frac. sitio atomico Al z	0
Factor B isotropico	0,727	Factor B isotropico	0,489

ESTADO COMERCIAL: SIN FILTRAR RADIACIÓN CU $K\alpha_2$



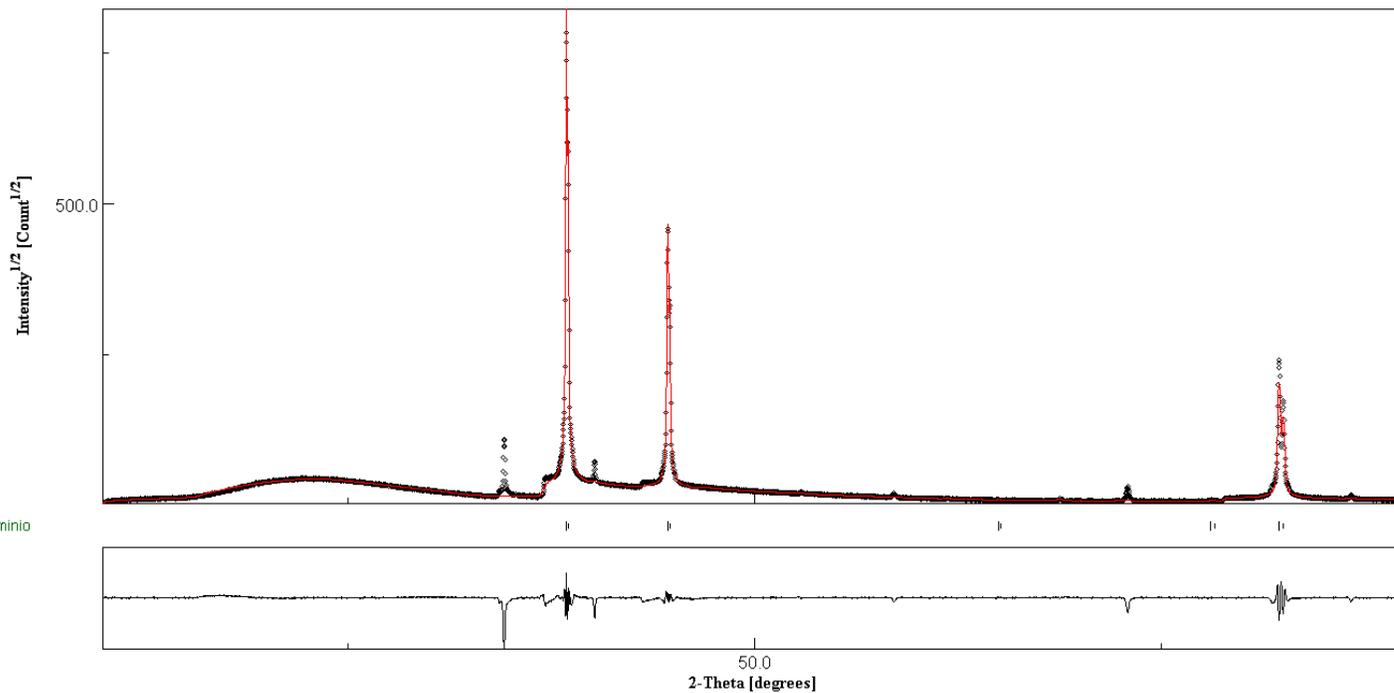
ESTADO COMERCIAL: CON RADIACIÓN CU $K\alpha_2$ FILTRADA



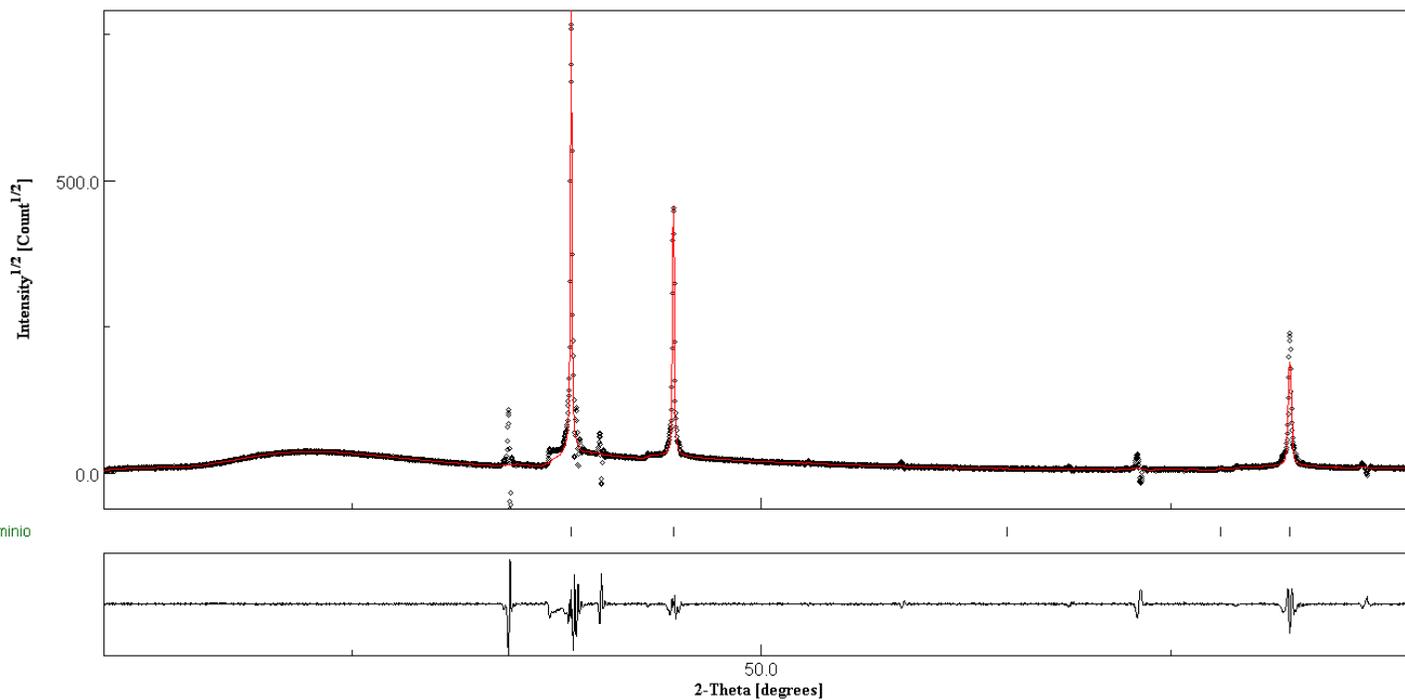
2. Envejecido 15 minutos

SIN FILTRAR CU $K\alpha_2$		CON CU $K\alpha_2$ FILTRADA	
ENVEJECIDO 15 MINUTOS		ENVEJECIDO 15 MINUTOS	
sig	6,87	sig	10,72
Rwp (%)	14,11	Rwp (%)	26,89
Rwpcb (% , no bkg)	15,88	Rwpcb (% , no bkg)	30,07
Rwpcb1 (% , no bkg rescaled)	14,75	Rwpcb1 (% , no bkg rescaled)	34,22
Rwpcb2 (% , no bkg rescaled^2)	14,16	Rwpcb2 (% , no bkg rescaled^2)	59,42
Rb (%)	8,33	Rb (%)	12,14
Rexp (%)	2,05	Rexp (%)	2,51
Intencidad incidente	703,35	Intencidad incidente	674,62
"Offset zero" 2 theta	-0,145	"Offset zero" 2 theta	-0,154
Par. Asimetrico 0	185,13	Par. Asimetrico 0	37,33
Par. Asimetrico 1	159,21	Par. Asimetrico 1	4,35
Par. Caglioti 0 (W)	-0,05	Par. Caglioti 0 (W)	-0,017
Par. Caglioti 1 (V)	-0,03	Par. Caglioti 1 (V)	0,040
Par. Caglioti 2 (U)	0,02	Par. Caglioti 2 (U)	-0,028
Par. Gausiano 0 (intercepto)	0,00	Par. Gausiano 0 (intercepto)	-0,82
Par. Gausiano 1 (pendiente)	0,01	Par. Gausiano 1 (pendiente)	0,027
tamaño del cristalito (Å)	2.626,08	tamaño del cristalito (Å)	4.452,94
microdeformacion (ϵ_{rms})	6,12E-04	microdeformacion (ϵ_{rms})	7,29E-04
microdeformacion (ϵ)	7,67E-04	microdeformacion (ϵ)	9,13E-04
parametro de red a (Å)	4,06	parametro de red a (Å)	4,056
Co. Armonico 4	7,62	Co. Armonico 4	7,68
Co. Armonico 6	2,63	Co. Armonico 6	2,64
Co. Armonico 8	1,85	Co. Armonico 8	1,88
Co. Armonico 10	-20,84	Co. Armonico 10	-20,80
Ocupancia Al	1	Ocupancia Al	1
Frac. sitio atomico Al x	0	Frac. sitio atomico Al x	0
Frac. sitio atomico Al y	0	Frac. sitio atomico Al y	0
Frac. sitio atomico Al z	0	Frac. sitio atomico Al z	0
Factor B isotropico	0,498	Factor B isotropico	0,605

15 MINUTOS ENVEJECIDO: SIN FILTRAR RADIACIÓN CU $K\alpha_2$



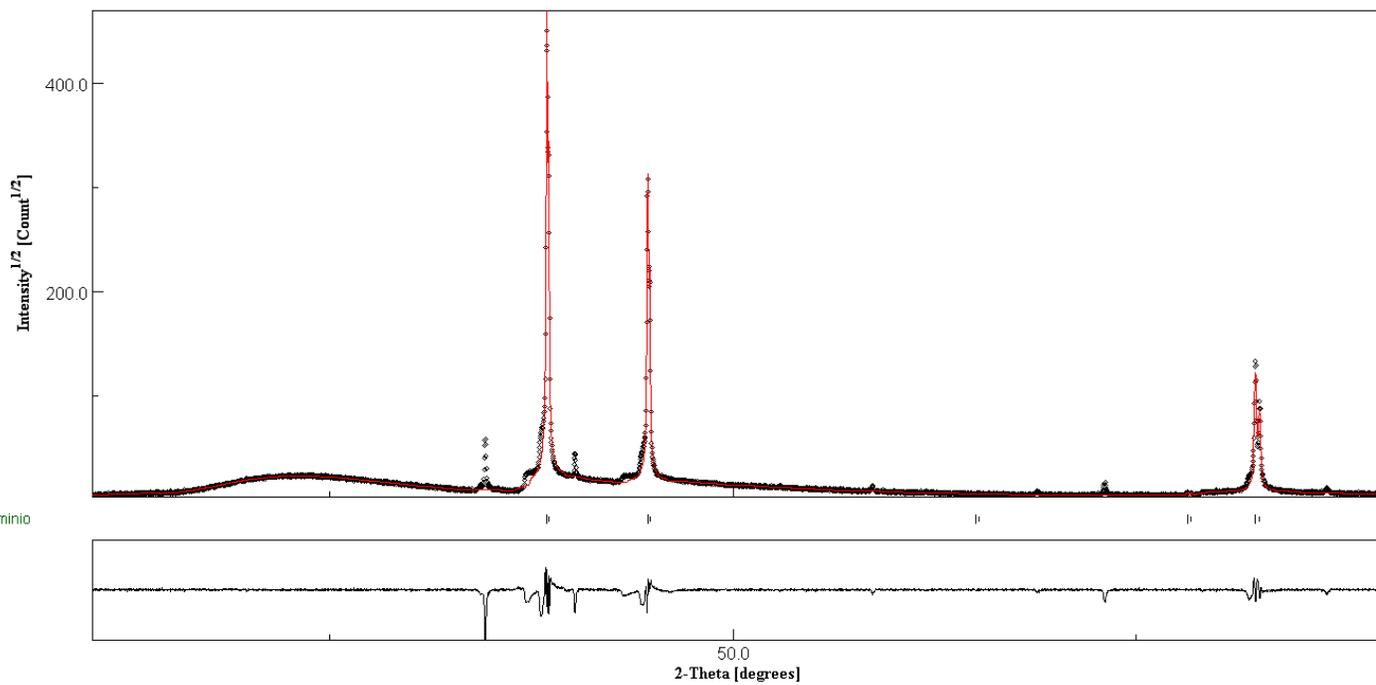
15 MINUTOS ENVEJECIDO: CON RADIACIÓN CU $K\alpha_2$ FILTRADA



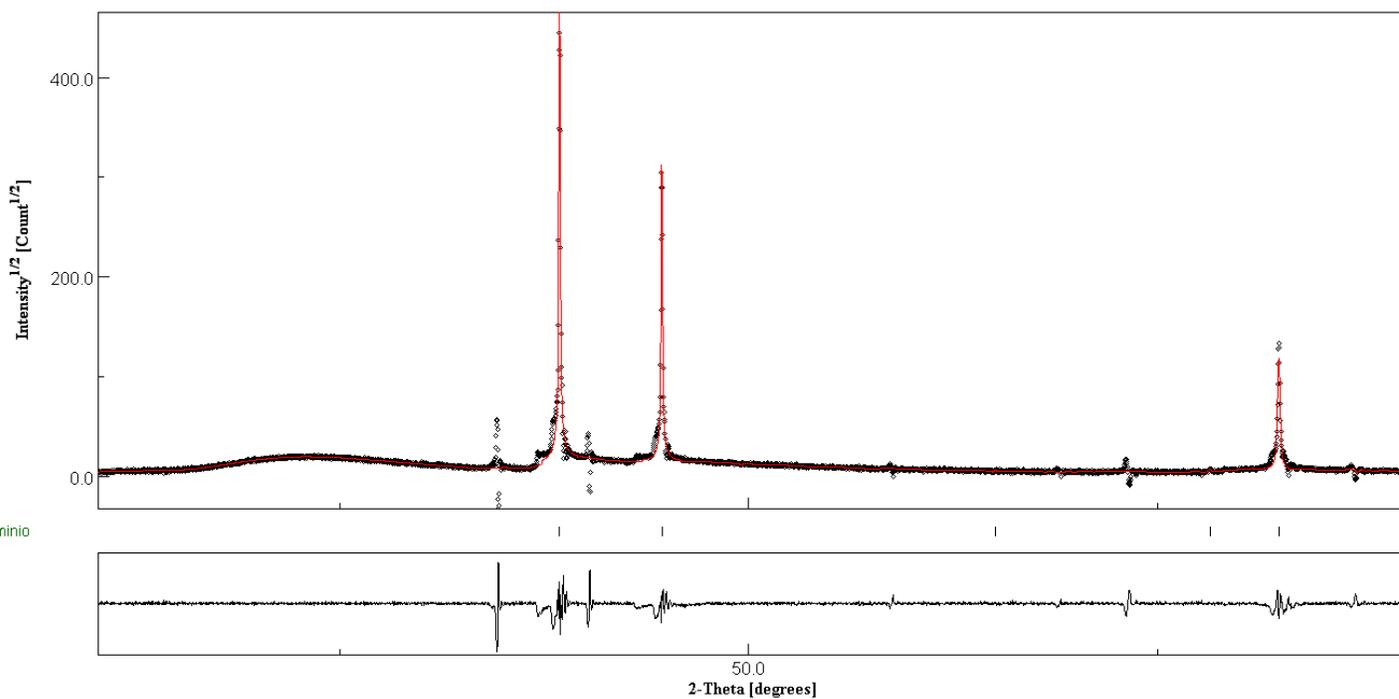
3. Envejecido 90 minutos

SIN FILTRAR CU $K\alpha_2$		CON CU $K\alpha_2$ FILTRADA	
ENVEJECIDO 90 MINUTOS		ENVEJECIDO 90 MINUTOS	
sig	4,91	sig	5,97
Rwp (%)	17,21	Rwp (%)	25,55
Rwpcb (% , no bkg)	19,23	Rwpcb (% , no bkg)	28,22
Rwpcb1 (% , no bkg rescaled)	17,70	Rwpcb1 (% , no bkg rescaled)	60,38
Rwpcb2 (% , no bkg rescaled^2)	16,76	Rwpcb2 (% , no bkg rescaled^2)	360,57
Rb (%)	10,64	Rb (%)	13,74
Rexp (%)	3,50	Rexp (%)	4,28
Intencidad incidente	244,40	Intencidad incidente	239,72
"Offset zero" 2 theta	0,224	"Offset zero" 2 theta	0,226
Par. Asimetrico 0	193,53	Par. Asimetrico 0	244,19
Par. Asimetrico 1	-0,71	Par. Asimetrico 1	-1,33
Par. Caglioti 0 (W)	-0,0012	Par. Caglioti 0 (W)	-0,107
Par. Caglioti 1 (V)	-0,0079	Par. Caglioti 1 (V)	-0,079
Par. Caglioti 2 (U)	0,0014	Par. Caglioti 2 (U)	-0,064
Par. Gaussiano 0 (intercepto)	-0,40	Par. Gaussiano 0 (intercepto)	0
Par. Gaussiano 1 (pendiente)	0,029	Par. Gaussiano 1 (pendiente)	0,012
tamaño del cristalito (Å)	2666,95	tamaño del cristalito (Å)	3035,97
microdeformacion (ϵ_{rms})	5,03E-04	microdeformacion (ϵ_{rms})	5,45E-04
microdeformacion (ϵ)	6,30E-04	microdeformacion (ϵ)	6,83E-04
parametro de red a (Å)	4,05	parametro de red a (Å)	4,052
Co. Armonico 4	5,62	Co. Armonico 4	5,60
Co. Armonico 6	5,18	Co. Armonico 6	5,22
Co. Armonico 8	2,75	Co. Armonico 8	2,78
Co. Armonico 10	-13,97	Co. Armonico 10	-13,83
Ocupancia Al	1	Ocupancia Al	1
Frac. sitio atomico Al x	0	Frac. sitio atomico Al x	0
Frac. sitio atomico Al y	0	Frac. sitio atomico Al y	0
Frac. sitio atomico Al z	0	Frac. sitio atomico Al z	0
Factor B isotropico	0,551	Factor B isotropico	0,581

90 MINUTOS ENVEJECIDO: SIN FILTRAR RADIACIÓN CU $K\alpha_2$



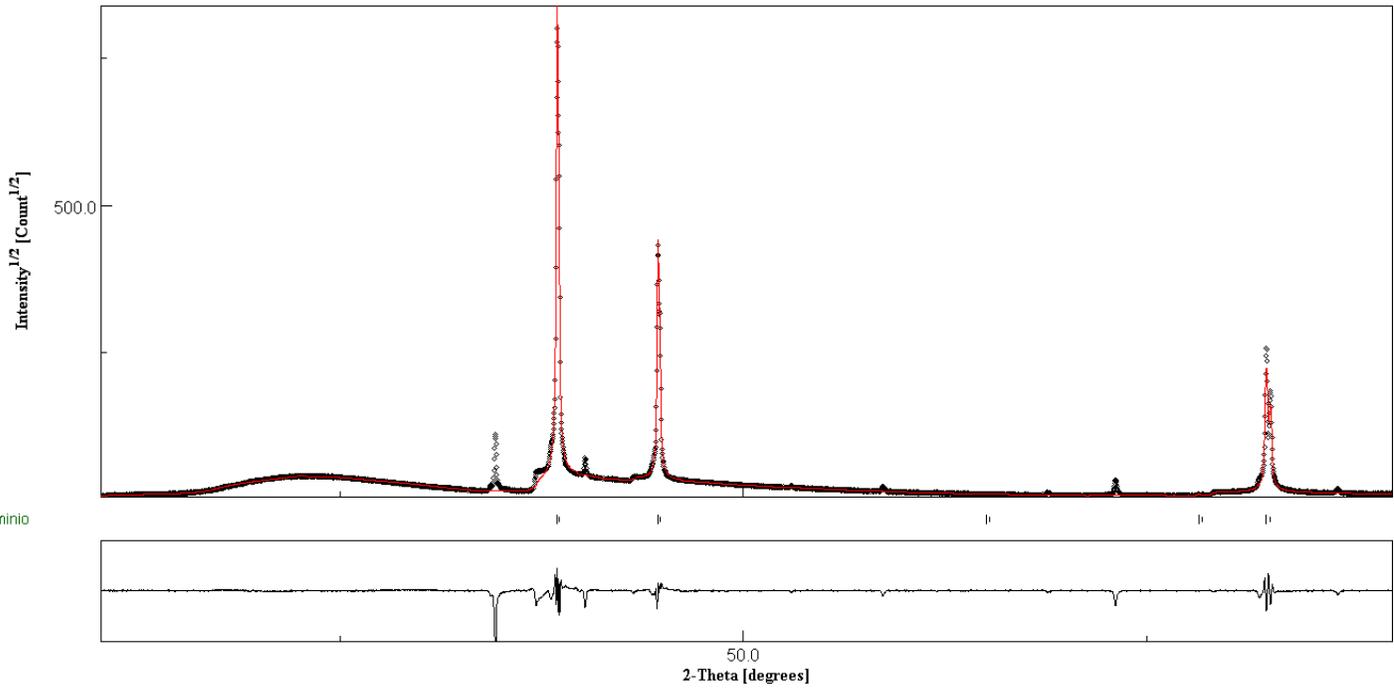
90 MINUTOS ENVEJECIDO: CON RADIACIÓN CU $K\alpha_2$ FILTRADA



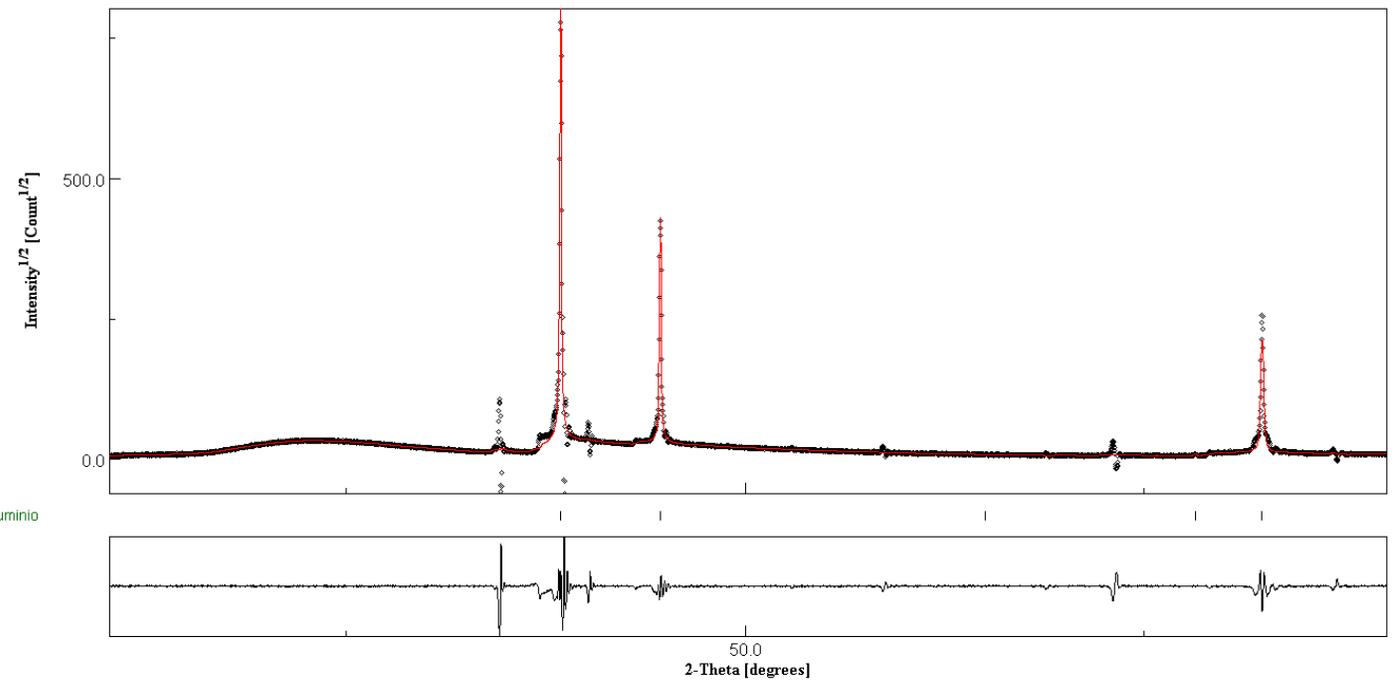
4. Envejecido 8 horas

SIN FILTRAR CU $K\alpha_2$		CON CU $K\alpha_2$ FILTRADA	
ENVEJECIDO 8 HORAS		ENVEJECIDO 8 HORAS	
sig	7,63	sig	11,29
Rwp (%)	15,29	Rwp (%)	27,66
Rwpnb (% , no bkg)	16,96	Rwpnb (% , no bkg)	30,46
Rwpnb1 (% , no bkg rescaled)	15,95	Rwpnb1 (% , no bkg rescaled)	52,11
Rwpnb2 (% , no bkg rescaled^2)	15,36	Rwpnb2 (% , no bkg rescaled^2)	234,85
Rb (%)	9,52	Rb (%)	14,20
Rexp (%)	2,00	Rexp (%)	2,45
Intencidad incidente	733,44	Intencidad incidente	703,03
"Offset zero" 2 theta	0,158	"Offset zero" 2 theta	0,147
Par. Asimetrico 0	175,32	Par. Asimetrico 0	130,00
Par. Asimetrico 1	0,12	Par. Asimetrico 1	-0,32
Par. Caglioti 0 (W)	-0,0192	Par. Caglioti 0 (W)	-0,1221
Par. Caglioti 1 (V)	-0,0175	Par. Caglioti 1 (V)	-0,1365
Par. Caglioti 2 (U)	0,0266	Par. Caglioti 2 (U)	-0,0595
Par. Gaussiano 0 (intercepto)	0	Par. Gaussiano 0 (intercepto)	0
Par. Gaussiano 1 (pendiente)	0,012	Par. Gaussiano 1 (pendiente)	0,031
tamaño del cristalito (Å)	2.344,42	tamaño del cristalito (Å)	3.648,22
microdeformacion (ϵ_{rms})	5,79E-04	microdeformacion (ϵ_{rms})	6,73E-04
microdeformacion (ϵ)	7,25E-04	microdeformacion (ϵ)	8,44E-04
parametro de red a (Å)	4,05	parametro de red a (Å)	4,051
Co. Armonico 4	8,07	Co. Armonico 4	3,69
Co. Armonico 6	1,80	Co. Armonico 6	5,77
Co. Armonico 8	1,45	Co. Armonico 8	2,21
Co. Armonico 10	-23,15	Co. Armonico 10	-12,94
Ocupancia Al	1	Ocupancia Al	1
Frac. sitio atomico Al x	0	Frac. sitio atomico Al x	0
Frac. sitio atomico Al y	0	Frac. sitio atomico Al y	0
Frac. sitio atomico Al z	0	Frac. sitio atomico Al z	0
Factor B isotropico	0,228	Factor B isotropico	0,293

8 HORAS ENVEJECIDO: SIN FILTRAR RADIACIÓN CU $K\alpha_2$

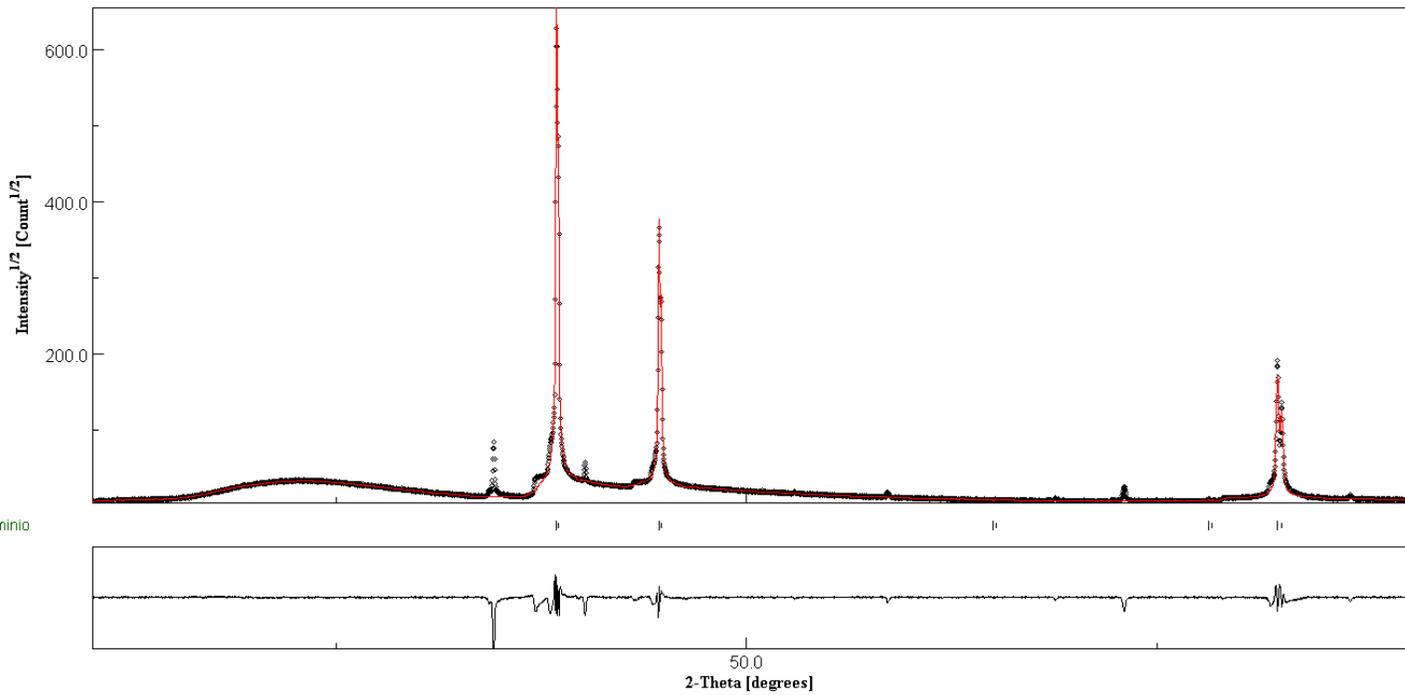
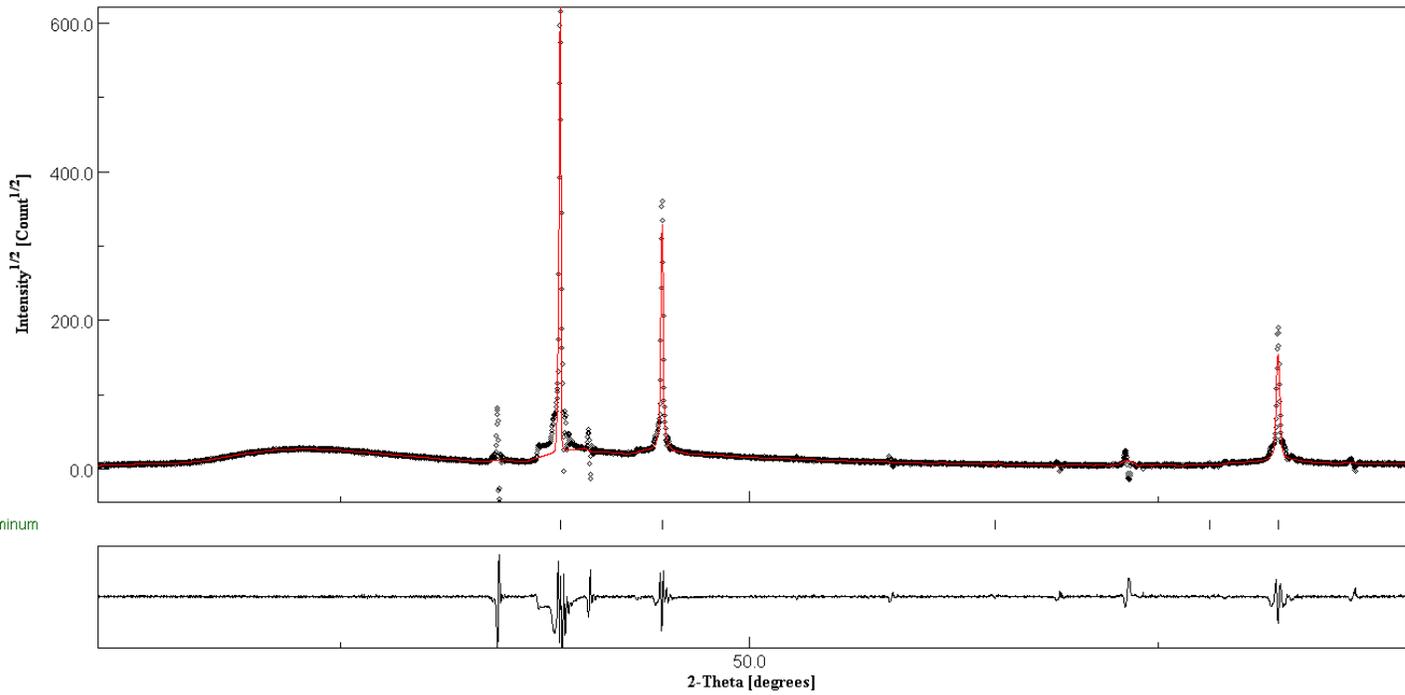


8 HORAS ENVEJECIDO: CON RADIACIÓN CU $K\alpha_2$ FILTRADA



5. Envejecido 18 horas

SIN FILTRAR CU $K\alpha_2$		CON CU $K\alpha_2$ FILTRADA	
ENVEJECIDO 18 HORAS		ENVEJECIDO 18 HORAS	
sig	6,02	sig	11,03
Rwp (%)	15,19	Rwp (%)	34,11
Rwpcb (% , no bkg)	16,98	Rwpcb (% , no bkg)	37,83
Rwpcb1 (% , no bkg rescaled)	15,84	Rwpcb1 (% , no bkg rescaled)	39,68
Rwpcb2 (% , no bkg rescaled^2)	15,14	Rwpcb2 (% , no bkg rescaled^2)	65,41
Rb (%)	9,30	Rb (%)	21,69
Rexp (%)	2,52	Rexp (%)	3,09
Intencidad incidente	465,69	Intencidad incidente	404,09
"Offset zero" 2 theta	0,137	"Offset zero" 2 theta	0,112
Par. Asimetrico 0	199,14	Par. Asimetrico 0	71,63
Par. Asimetrico 1	-0,67	Par. Asimetrico 1	0,01
Par. Caglioti 0 (W)	-0,0283	Par. Caglioti 0 (W)	-0,0521
Par. Caglioti 1 (V)	-0,0042	Par. Caglioti 1 (V)	0,1906
Par. Caglioti 2 (U)	0,0163	Par. Caglioti 2 (U)	-0,1474
Par. Gaussiano 0 (intercepto)	0	Par. Gaussiano 0 (intercepto)	0,219
Par. Gaussiano 1 (pendiente)	0,012	Par. Gaussiano 1 (pendiente)	0,018
tamaño del cristalito (Å)	2317,50	tamaño del cristalito (Å)	49204,24
microdeformacion (ϵ_{rms})	5,42E-04	microdeformacion (ϵ_{rms})	6,79E-04
microdeformacion (ϵ)	6,80E-04	microdeformacion (ϵ)	8,50E-04
parametro de red a (Å)	4,053	parametro de red a (Å)	4,053
Co. Armonico 4	-0,62	Co. Armonico 4	2,67
Co. Armonico 6	9,97	Co. Armonico 6	7,28
Co. Armonico 8	3,18	Co. Armonico 8	2,81
Co. Armonico 10	-2,06	Co. Armonico 10	-8,91
Ocupancia Al	1	Ocupancia Al	1
Frac. sitio atomico Al x	0	Frac. sitio atomico Al x	0
Frac. sitio atomico Al y	0	Frac. sitio atomico Al y	0
Frac. sitio atomico Al z	0	Frac. sitio atomico Al z	0
Factor B isotropico	0,401	Factor B isotropico	0,226

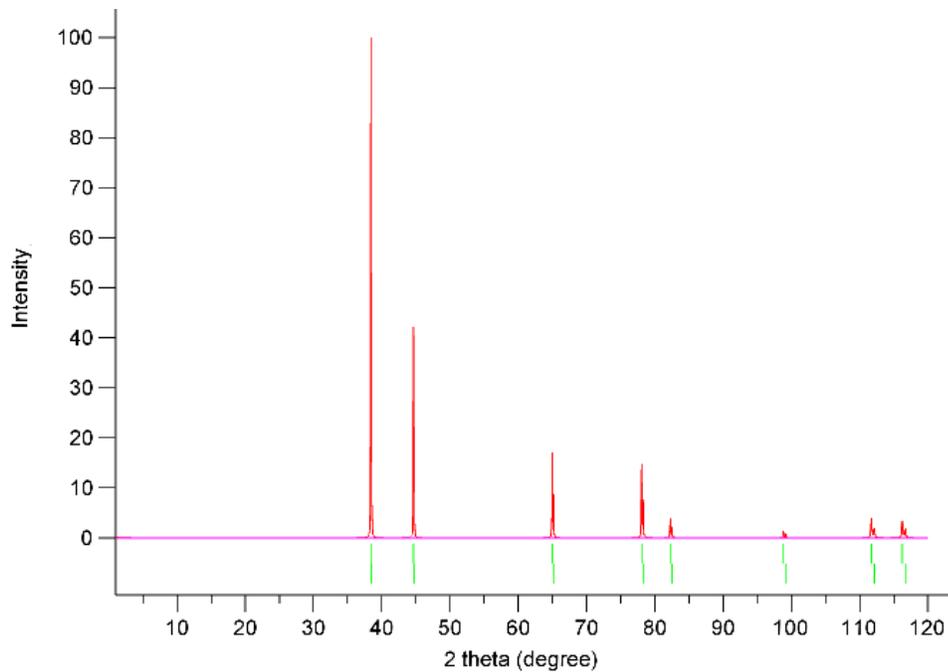
18 HORAS ENVEJECIDO: SIN FILTRAR RADIACIÓN CU $K\alpha_2$ **18 HORAS ENVEJECIDO: CON RADIACIÓN CU $K\alpha_2$ FILTRADA**

F. Patrones de difracción simulados en VESTA

A continuación, se anexan los patrones de difracción simulados para las diferentes muestras de aleación de aluminio 6061 a partir de los datos refinados de los patrones con radiación $\text{Cu K}\alpha_2$:

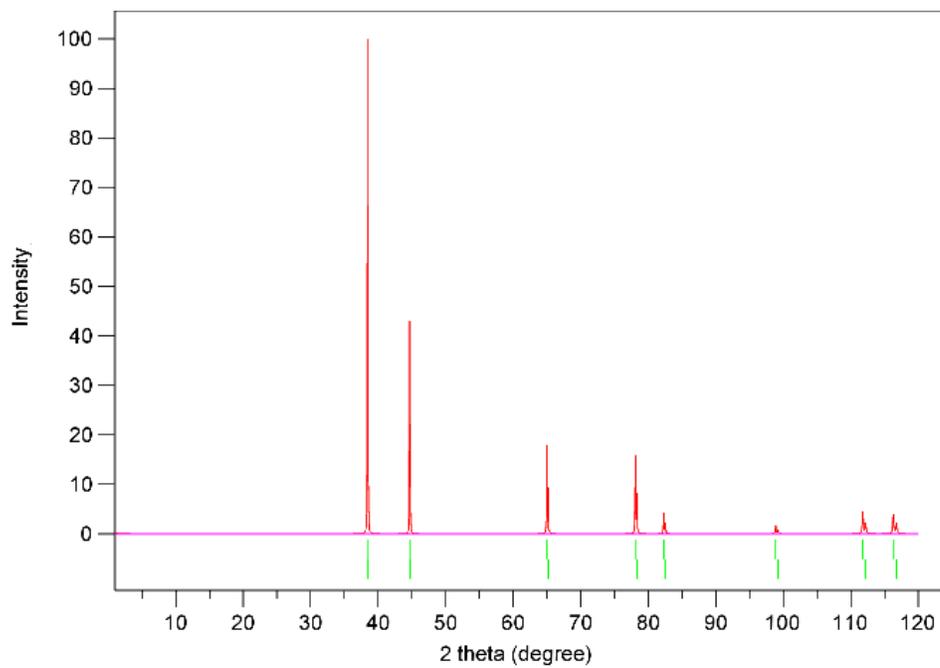
1. De Fabrica

No.	h	k	l	d (Å)	F(real)	F(imag)	F	2 θ	I	M	λ	Phase
1	1	1	1	2.34217	35.459	0.950262	35.4717	38.4019	100.0000	8	1	1
2	1	1	1	2.34217	35.4614	0.95449	35.4742	38.4986	49.7296	8	2	1
3	2	0	0	2.02837	33.3534	0.939823	33.3666	44.6377	47.4153	6	1	1
4	2	0	0	2.02837	33.3557	0.944005	33.3691	44.7516	23.5752	6	2	1
5	2	2	0	1.43428	27.6019	0.899201	27.6165	64.9678	27.8815	12	1	1
6	2	2	0	1.43428	27.6041	0.903202	27.6189	65.1446	13.8617	12	2	1
7	3	1	1	1.22316	24.3643	0.869892	24.3799	78.0651	30.3551	24	1	1
8	3	1	1	1.22316	24.3665	0.873762	24.3822	78.2902	15.1084	24	2	1
9	2	2	2	1.17108	23.4022	0.860335	23.418	82.2592	8.6171	8	1	1
10	2	2	2	1.17108	23.4044	0.864163	23.4203	82.5018	4.2918	8	2	1
11	4	0	0	1.01419	20.0206	0.823149	20.0375	98.844	4.1314	6	1	1
12	4	0	0	1.01419	20.0226	0.826812	20.0397	99.1686	2.0665	6	2	1
13	3	3	1	0.93068	17.8988	0.796318	17.9165	111.72	14.3232	24	1	1
14	3	3	1	0.93068	17.9008	0.799861	17.9186	112.13	7.1979	24	2	1
15	4	2	0	0.90712	17.2588	0.787571	17.2767	116.243	14.1383	24	1	1
16	4	2	0	0.90712	17.2607	0.791075	17.2789	116.691	7.1182	24	2	1



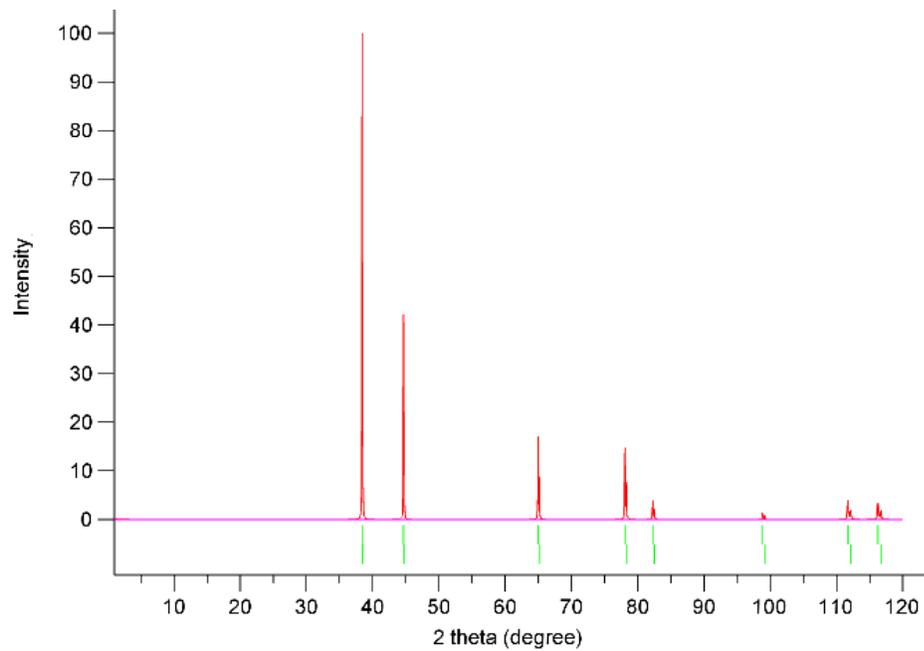
2. Envejecida 15 minutos

No.	h	k	l	d (Å)	F(real)	F(imag)	F	2θ	I	M	λ	Phase
1	1	1	1	2.34151	35.8271	0.960218	35.84	38.4131	100.0000	8	1	1
2	1	1	1	2.34151	35.8295	0.96449	35.8425	38.5098	49.7296	8	2	1
3	2	0	0	2.02781	33.8167	0.952975	33.8301	44.6509	47.7443	6	1	1
4	2	0	0	2.02781	33.8191	0.957215	33.8326	44.7649	23.7388	6	2	1
5	2	2	0	1.43387	28.3757	0.924544	28.3908	64.9883	28.8634	12	1	1
6	2	2	0	1.43387	28.378	0.928657	28.3932	65.1651	14.3499	12	2	1
7	3	1	1	1.22281	25.3088	0.903778	25.325	78.0911	32.0876	24	1	1
8	3	1	1	1.22281	25.3111	0.907799	25.3274	78.3164	15.9708	24	2	1
9	2	2	2	1.17075	24.3937	0.896961	24.4102	82.2873	9.1729	8	1	1
10	2	2	2	1.17075	24.3959	0.900951	24.4126	82.53	4.5687	8	2	1
11	4	0	0	1.01390	21.1598	0.870201	21.1777	98.8815	4.5236	6	1	1
12	4	0	0	1.01390	21.162	0.874072	21.18	99.2063	2.2627	6	2	1
13	3	3	1	0.93042	19.1149	0.850656	19.1338	111.767	16.0209	24	1	1
14	3	3	1	0.93042	19.117	0.854441	19.1361	112.178	8.0512	24	2	1
15	4	2	0	0.90686	18.4954	0.844239	18.5147	116.295	15.9275	24	1	1
16	4	2	0	0.90686	18.4975	0.847995	18.5169	116.743	8.0192	24	2	1



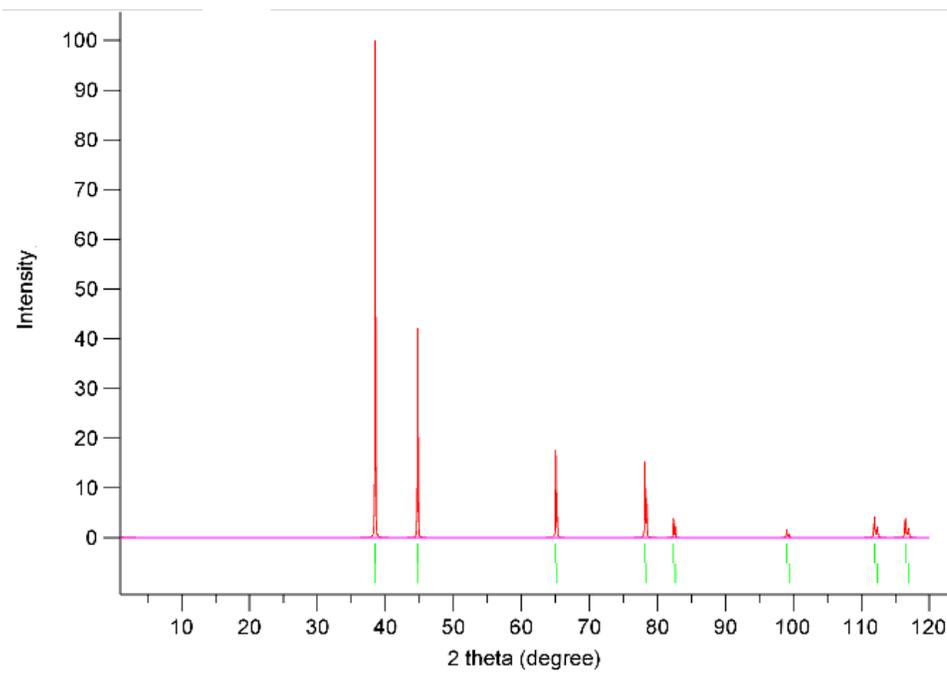
3. Envejecida 90 minutos

No.	h	k	l	d (Å)	F(real)	F(imag)	F	2θ	I	M	λ	Phase
1	1	1	1	2.33924	35.728	0.957878	35.7409	38.4519	100.0000	8	1	1
2	1	1	1	2.33924	35.7304	0.96214	35.7434	38.5487	49.7296	8	2	1
3	2	0	0	2.02584	33.6951	0.94988	33.7085	44.6966	47.6612	6	1	1
4	2	0	0	2.02584	33.6975	0.954106	33.711	44.8107	23.6974	6	2	1
5	2	2	0	1.43248	28.1778	0.918549	28.1928	65.0591	28.6168	12	1	1
6	2	2	0	1.43248	28.1801	0.922635	28.1952	65.2362	14.2273	12	2	1
7	3	1	1	1.22163	25.0676	0.89573	25.0836	78.1814	31.6639	24	1	1
8	3	1	1	1.22163	25.0699	0.899715	25.086	78.4071	15.7601	24	2	1
9	2	2	2	1.16962	24.1405	0.888251	24.1568	82.3846	9.0387	8	1	1
10	2	2	2	1.16962	24.1427	0.892202	24.1592	82.6277	4.5019	8	2	1
11	4	0	0	1.01292	20.8687	0.858952	20.8864	99.0116	4.4346	6	1	1
12	4	0	0	1.01292	20.8709	0.862773	20.8887	99.3372	2.2183	6	2	1
13	3	3	1	0.92952	18.804	0.837614	18.8227	111.932	15.6551	24	1	1
14	3	3	1	0.92952	18.8061	0.84134	18.8249	112.344	7.8679	24	2	1
15	4	2	0	0.90598	18.1793	0.83062	18.1982	116.474	15.5491	24	1	1
16	4	2	0	0.90598	18.1813	0.834315	18.2005	116.924	7.8293	24	2	1



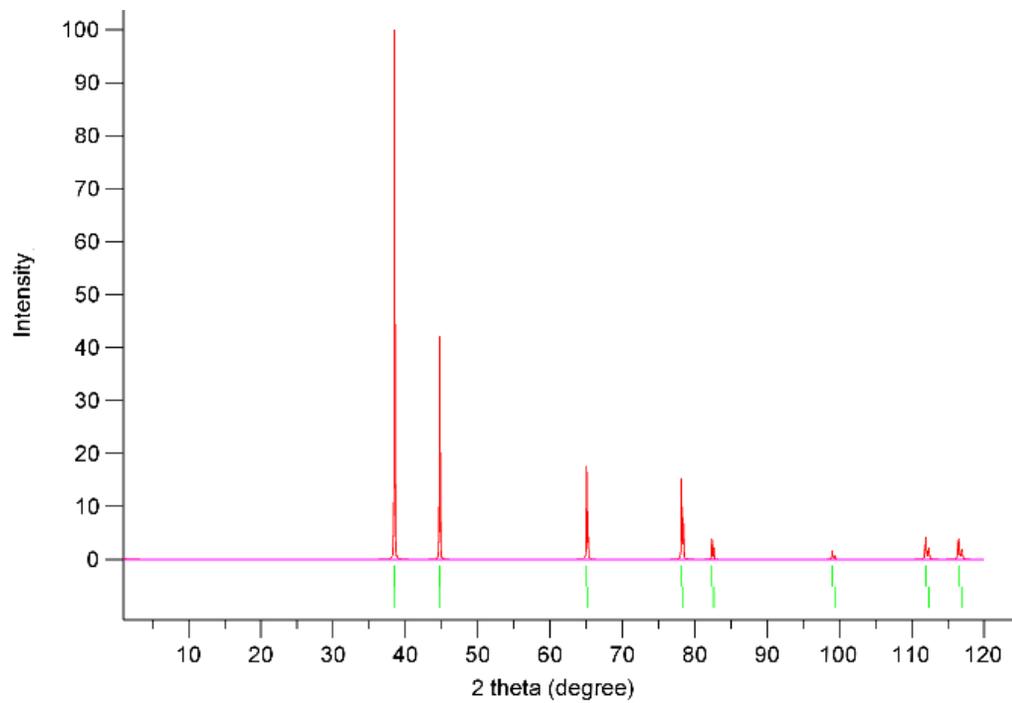
4. Envejecida 8 horas

No.	h	k	l	d (Å)	F(real)	F(imag)	F	2θ	I	M	λ	Phase
1	1	1	1	2.33873	36.255	0.972078	36.268	38.4605	100.0000	8	1	1
2	1	1	1	2.33873	36.2574	0.976403	36.2706	38.5573	49.7295	8	2	1
3	2	0	0	2.02540	34.36	0.968701	34.3737	44.7068	48.1299	6	1	1
4	2	0	0	2.02540	34.3625	0.973011	34.3762	44.8209	23.9304	6	2	1
5	2	2	0	1.43217	29.3022	0.955309	29.3178	65.075	30.0525	12	1	1
6	2	2	0	1.43217	29.3046	0.959559	29.3203	65.2521	14.9411	12	2	1
7	3	1	1	1.22136	26.4536	0.945387	26.4705	78.2016	34.2469	24	1	1
8	3	1	1	1.22136	26.456	0.949593	26.473	78.4273	17.0458	24	2	1
9	2	2	2	1.16936	25.6002	0.942103	25.6175	82.4063	9.8728	8	1	1
10	2	2	2	1.16936	25.6026	0.946294	25.62	82.6495	4.9174	8	2	1
11	4	0	0	1.01270	22.5683	0.929079	22.5874	99.0407	5.0393	6	1	1
12	4	0	0	1.01270	22.5706	0.933212	22.5899	99.3664	2.5208	6	2	1
13	3	3	1	0.92932	20.6364	0.919429	20.6569	111.969	18.3278	24	1	1
14	3	3	1	0.92932	20.6387	0.92352	20.6593	112.381	9.2113	24	2	1
15	4	2	0	0.90579	20.0487	0.916235	20.0696	116.514	18.3858	24	1	1
16	4	2	0	0.90579	20.051	0.920311	20.0721	116.964	9.2578	24	2	1



5. Envejecida 18 horas

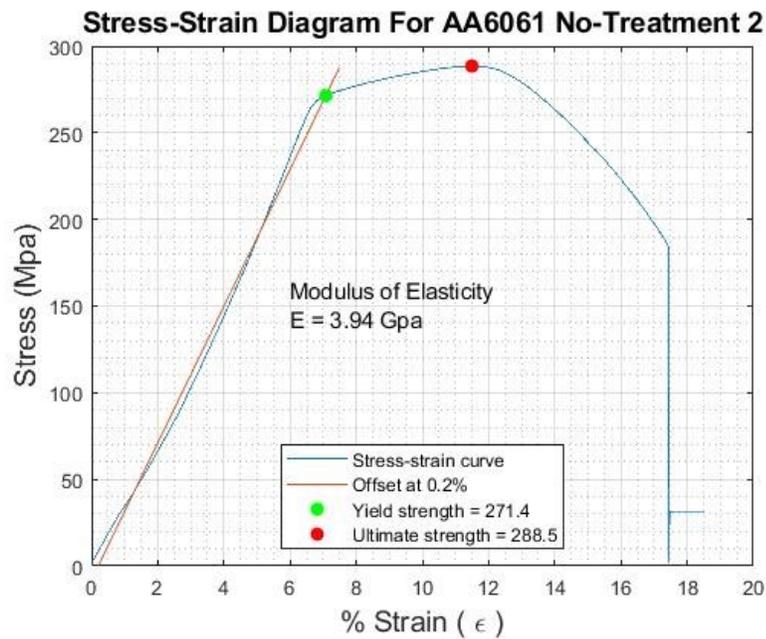
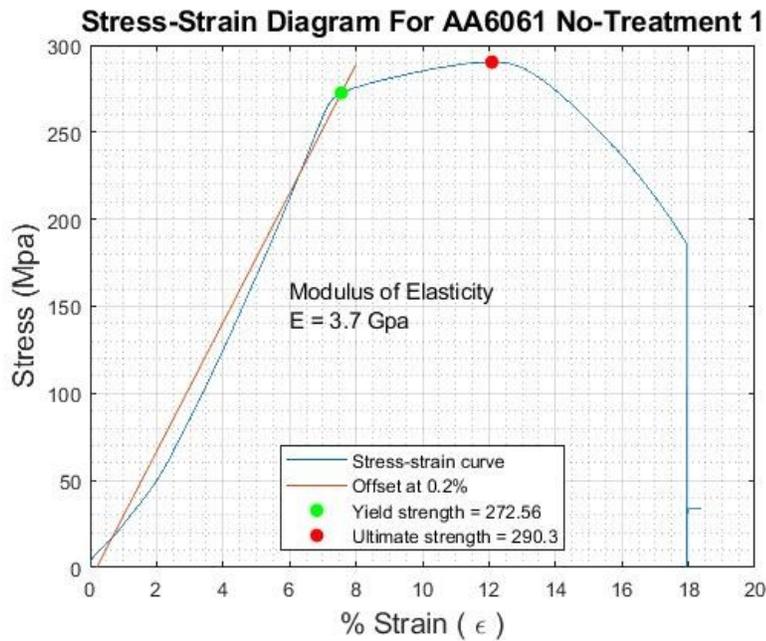
No.	h	k	l	d (Å)	F(real)	F(imag)	F	2θ	I	M	λ	Phase
1	1	1	1	2.33976	35.9755	0.96444	35.9884	38.4428	100.0000	8	1	1
2	1	1	1	2.33976	35.9779	0.968731	35.991	38.5396	49.7296	8	2	1
3	2	0	0	2.02629	34.0059	0.958565	34.0194	44.686	47.8799	6	1	1
4	2	0	0	2.02629	34.0083	0.96283	34.022	44.8001	23.8062	6	2	1
5	2	2	0	1.43281	28.6987	0.935423	28.714	65.0427	29.2785	12	1	1
6	2	2	0	1.43281	28.7011	0.939595	28.7164	65.2197	14.5563	12	2	1
7	3	1	1	1.22190	25.7068	0.918433	25.7232	78.1604	32.8401	24	1	1
8	3	1	1	1.22190	25.7091	0.92252	25.7256	78.386	16.3455	24	2	1
9	2	2	2	1.16988	24.8126	0.912839	24.8294	82.3619	9.4168	8	1	1
10	2	2	2	1.16988	24.8149	0.9169	24.8319	82.605	4.6902	8	2	1
11	4	0	0	1.01315	21.6467	0.890801	21.6651	98.9814	4.7035	6	1	1
12	4	0	0	1.01315	21.649	0.894764	21.6675	99.3068	2.3528	6	2	1
13	3	3	1	0.92973	19.6392	0.874622	19.6586	111.894	16.8261	24	1	1
14	3	3	1	0.92973	19.6413	0.878513	19.661	112.305	8.4563	24	2	1
15	4	2	0	0.90619	19.03	0.869294	19.0499	116.432	16.7857	24	1	1
16	4	2	0	0.90619	19.0322	0.873162	19.0522	116.882	8.4518	24	2	1



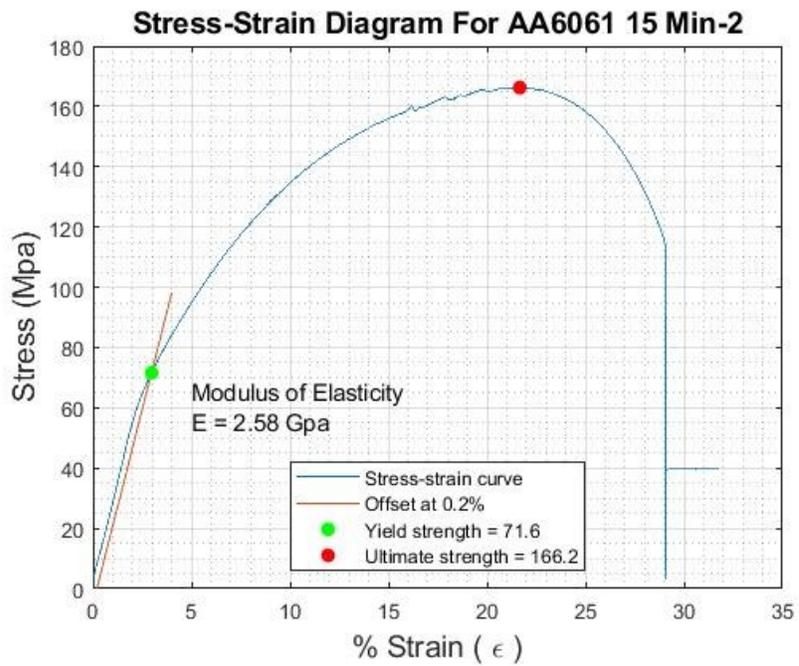
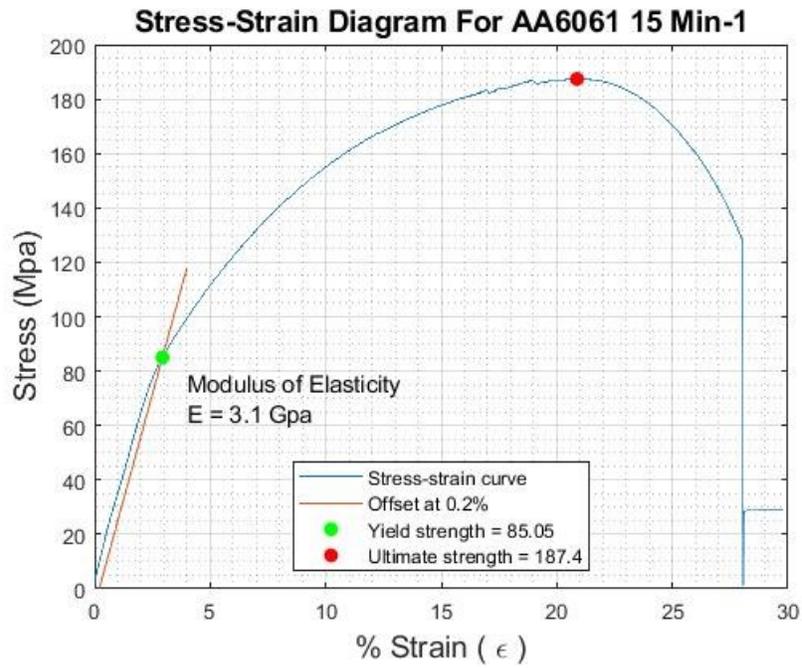
G. Graficas Esfuerzo-Deformación

A continuación, se anexan las gráficas esfuerzo deformación para cada una de las muestras probadas. Se ejecutaron dos pruebas de tensión por cada tiempo de envejecido y el material que viene de fábrica. Las Figuras fueron elaboradas en Matlab.

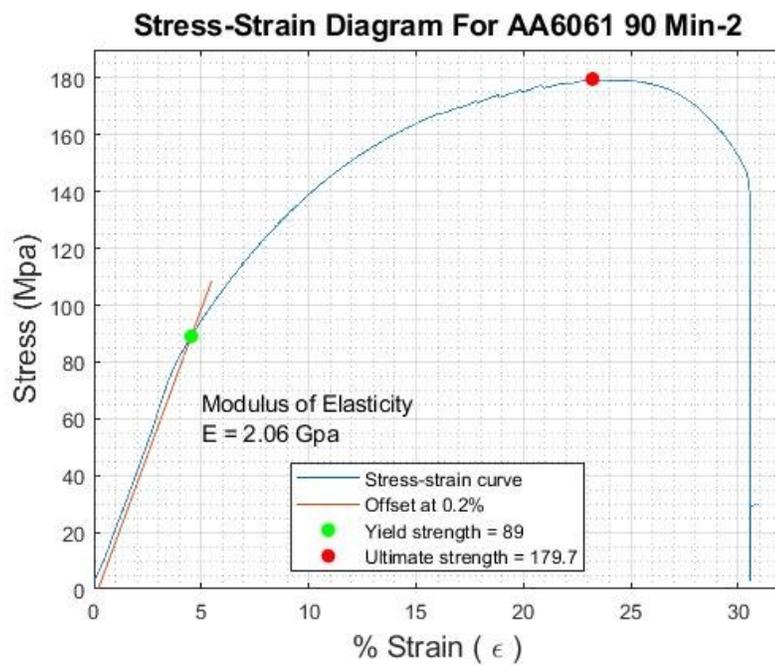
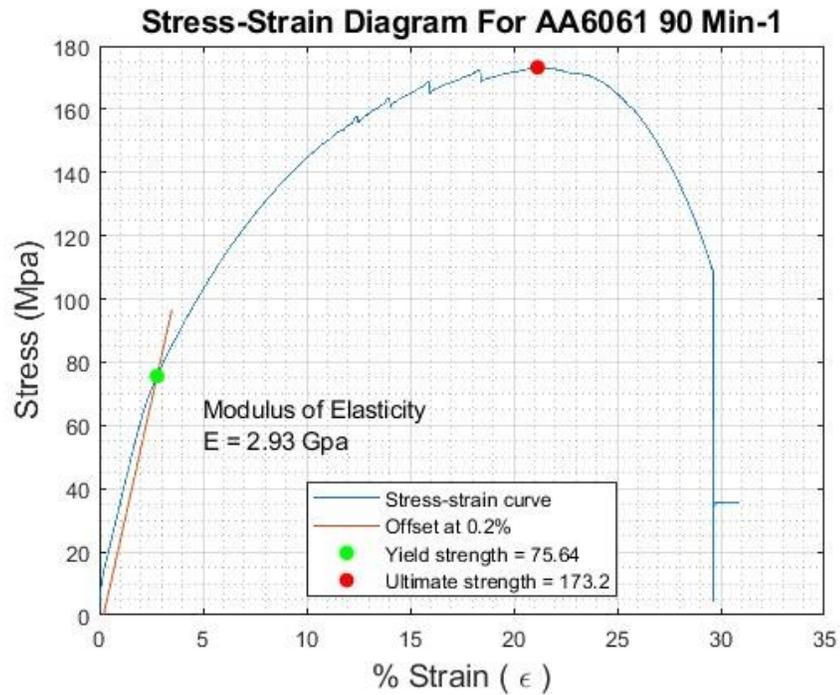
1. De fabrica



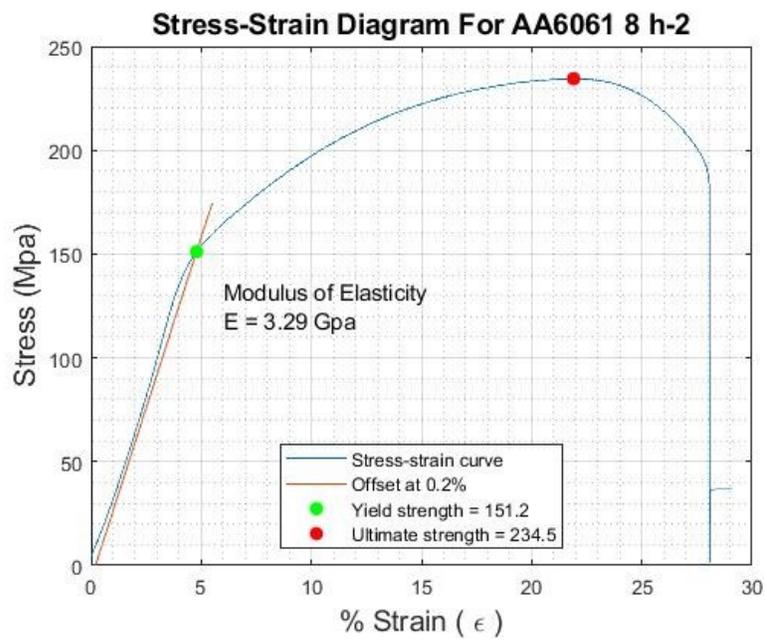
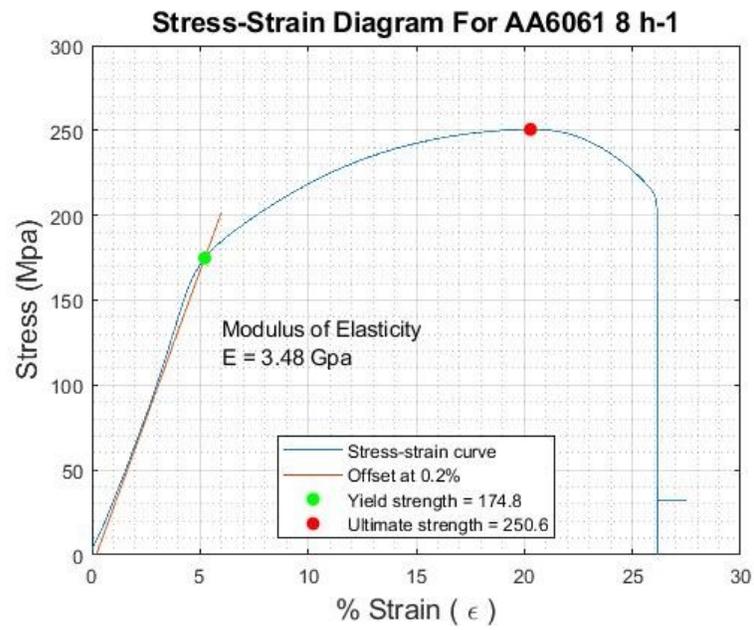
2. Envejecido 15 minutos



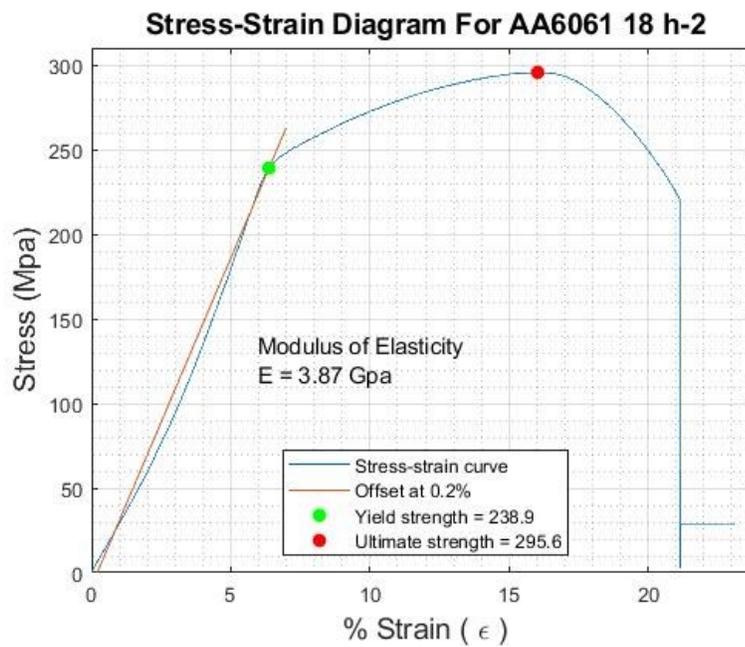
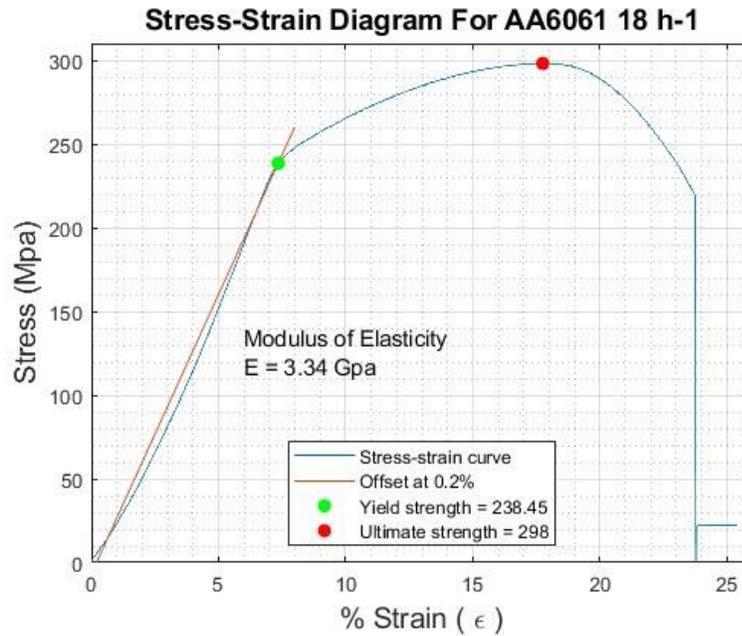
3. Envejecido 90 minutos



4. Envejecido 8 horas



5. Envejecido 18 horas



H. Elección del método de ajuste de los picos y datos del método

Debido a la naturaleza de los datos arrojados por el difractograma se escogieron los métodos de las funciones Voigtiana y las de Cauchy-Lorentz ya que presentaban mayor ajuste de los picos como se evidencia en las siguientes Figuras.

Model	PsdVoigt1	Model	Lorentz
Equation	$y = y_0 + A * (\mu * (2/\pi) * (w / (4*(x-xc)^2 + w^2)) + (1 - \mu) * (\text{sqrt}(4*\ln(2)) / (\text{sqrt}(\pi) * w)) * \exp(-(4*\ln(2)/w^2)*(x-xc)^2))$	Equation	$y = y_0 + (2*A/\pi)*(w/(4*(x-xc)^2 + w^2))$
Plot	B	Plot	B
y0	928,64133 ± 783,21925	y0	-7184,20287 ± 1603,200
xc	38,57508 ± 0,00121	xc	38,57285 ± 9,7208E-4
A	45767,28425 ± 838,08029	w	0,11558 ± 0,00334
w	0,12588 ± 0,00123	A	56479,46043 ± 1380,922
mu	0,46195 ± 0,04775	Reduced Chi-S	6,21465E7
Reduced Chi-Sqr	9,43418E6	R-Square(COD)	0,9905
R-Square(COD)	0,99859	Adj. R-Square	0,9899
Adj. R-Square	0,99847		

Tabla 9: Datos obtenidos del ajuste del método Cauchy-Lorentz

espectros	2θ (Deg)	θ (Rad)	FWHM (Deg)	FWHM (Rad)
sin tratamiento	38,572	0,3366	0,1132	0,00197
	44,804	0,3909	0,1225	0,00213
	82,448	0,7194	0,1646	0,00287
15 minutos	38,554	0,3364	0,0806	0,00140
	44,793	0,3908	0,0828	0,00144
	82,426	0,7193	0,1060	0,00185
90 minutos	38,221	0,3335	0,0765	0,00133
	44,462	0,3880	0,0834	0,00145
	82,162	0,7170	0,1027	0,00179
8 horas	38,296	0,3341	0,0873	0,00152
	44,538	0,3886	0,0922	0,00161
	82,247	0,7177	0,1078	0,00188
18 horas	38,298	0,3342	0,0833	0,00145
	44,536	0,3886	0,0909	0,00158
	82,223	0,7175	0,1109	0,00193

Tabla 10: Datos calculados de microdeformación y tamaño del cristalito por el método de Cauchy-Lorentz

espectros	β corregido	$4 \cdot \sin(\theta)$	$\beta \cdot \cos(\theta)$	Microdeformación (ϵ)	Tamaño del cristalito (nm)
sin tratamiento	0,00197	1,3211	0,0018	2,05E-04	85,064
	0,00213	1,5244	0,0019		
	0,00287	2,6360	0,0021		
15 minutos	0,00140	1,3205	0,0013	4,85E-05	110,043
	0,00144	1,5240	0,0013		
	0,00185	2,6354	0,0013		
90 minutos	0,00133	1,3095	0,0012	4,63E-05	111,818
	0,00145	1,5133	0,0013		
	0,00179	2,6285	0,0013		
8 horas	0,00152	1,3120	0,0014	3,32E-05	91,824
	0,00161	1,5158	0,0014		
	0,00188	2,6307	0,0014		
18 horas	0,00145	1,3121	0,0013	3,97E-05	101,951
	0,00158	1,5157	0,0014		
	0,00193	2,6301	0,0014		

Tabla 11: Datos calculados de microdeformación y tamaño del cristalito por el método cuadrático

Espectros	2θ (Deg)	FWHM (Deg)	FWHM ² (Rad)	Microdeformación (ϵ)	Tamaño del cristalito (nm)
sin tratamiento	38,575	0,1258	4,83E-06	4,93E-04	71,841
	44,804	0,1360	5,64E-06		
	82,449	0,1806	9,94E-06		
15 minutos	38,554	0,0917	2,56E-06	3,15E-04	97,644
	44,793	0,0939	2,69E-06		
	82,426	0,119	4,31E-06		
90 minutos	38,221	0,0873	2,33E-06	2,34E-04	107,484
	44,458	0,0907	2,51E-06		
	82,1602	0,1143	3,98E-06		
8 horas	38,294	0,0988	2,98E-06	9,65E-05	90,624
	44,537	0,1016	3,15E-06		
	82,247	0,1227	4,59E-06		
18 horas	38,296	0,0960	2,81E-06	3,15E-04	97,644
	44,536	0,0998	3,04E-06		
	82,226	0,1300	5,16E-06		

Tabla 12: Parámetros de red a, ecuación de nelson Riley

Tiempo de maduración	Parámetro de red de todo el espectro (Å)	Distancia interplanar (Å)	Parámetro de red (Å)	<i>NRF</i>
Sin Tratamiento	4.054 +- 0.001	2,3326	4,0405	2,6720
		2,0217	4,0435	2,2144
		1,1691	4,0501	0,8223
15MIN	4.054+- 0.001	2,3338	4,0423	2,6735
		2,0222	4,0444	2,2151
		1,1694	4,0510	0,8228
90 MIN	4.055+-0.001	2,3534	4,0762	2,7018
		2,0366	4,0733	2,2365
		1,1725	4,0618	0,8285
8H	4.053+-0.001	2,3491	4,0687	2,6954
		2,0332	4,0665	2,2316
		1,1715	4,0582	0,8266
18h	4.055+-0.001	2,3489	4,0685	2,6953
		2,0332	4,0665	2,2317
		1,1717	4,0591	0,8272

Tabla 13: Datos para el cálculo de la densidad de dislocaciones

Tiempo de maduración	Parámetro de red (nm)	Vector de burgers	Tamaño del cristalito (nm)	Microdeformación (ϵ_{rms})	Densidad de dislocaciones (nm^{-2})
Sin tratamiento	0,4054	0,2866	85,064	2,05E-04	5,05E-05
15	0,4054	0,2866	110,043	4,85E-05	9,23E-06
90	0,4055	0,2867	111,818	4,63E-05	8,66E-06
480	0,4053	0,2865	91,824	3,32E-05	7,56E-06
1080	0,4055	0,2867	101,951	3,97E-05	8,15E-06