



# **UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO**

**PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN INGENIERÍA  
MAESTRÍA EN INGENIERÍA QUÍMICA – METALURGIA**

**EFFECTO DE LA RELACIÓN DE ORIENTACIÓN  
MICROESTRUCTURAL EN LA PROPAGACIÓN DE GRIETAS EN  
UN LATÓN.**

**TESIS**

**QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:  
MAESTRA EN INGENIERÍA**

**PRESENTA:**

**ITZEL REYES CHAPARRO**

**TUTOR PRINCIPAL**

**DR. OSVALDO FLORES CEDILLO, ICF-UAEM**

**CIUDAD UNIVERSITARIA, CD. MX., DICIEMBRE 2018**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

**JURADO ASIGNADO:**

Presidente: Dr. Bernardo Fabian Campillo Illanes

Secretario: Dr. José Alejandro García Hinojosa

Vocal: Dr. Sergio Alejandro Serna Barquera

1<sup>er</sup>. Suplente: Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas

2<sup>d</sup>o. Suplente: Dr. Osvaldo Flores Cedillo

Departamento de Ingeniería Metalúrgica (DIM), Facultad de Química, UNAM.

**TUTOR DE TESIS:**

Dr. Osvaldo Flores Cedillo

-----  
**FIRMA**

## ÍNDICE

Resumen	1
	3
<b>CAPITULO I INTRODUCCIÓN Y ESTADO DEL ARTE</b>	
1.- Introducción	4
1.1.-Estado del Arte	6
1.2.- Objetivo General	8
1.2.1.-Objetivos Particulares	8
1.3. Hipótesis	8
	9
<b>CAPITULO II MARCO TEORICO</b>	
2.- Marco Teórico	10
2.1.-Cobre y sus Aleaciones	10
2.1.1.- Latones	10
2.1.2.-Latones Alfa	12
2.2.- Corrosión Bajo Tensión en Latones	12
2.3.- Principios de Solidificación	13
2.4.- Borde de Grano	15
2.5.- Sitios de Lattice Coincidentes	16
2.6.- Técnicas Experimentales	17
2.6.1.- Análisis Térmico	17
2.6.2.- Espectroscopía de Emisión óptica (Chispa)	18
2.6.3.- Difracción de Rayos X (DRX)	18
2.6.4.- Microscopía Electrónica de Barrido	19
2.6.5.- Difracción de Electrones Retrodispersados (EBSD)	19
2.6.6.- Ensayo de Tensión	20
2.6.7.- Ensayo de Dureza Vickers (HV)	21
2.6.8.- Ensayo de Nanoindentación	21
2.6.9.- Ensayo de Tenacidad a la Fractura	22
	23
<b>CAPITULO III EQUIPO Y DESARROLLO EXPERIMENTAL</b>	
3.- Equipo y Desarrollo Experimental	24
3.1.- Fusión del Latón	24
3.1.1.- Análisis Térmico por Curvas de Enfriamiento	27
3.2.- Caracterización del Latón	27
3.2.1.- Análisis Químico por Espectroscopia de Emisión óptica	28
3.2.2.- Análisis por Microscopia Estereoscópica (ME)	28
3.2.3.- Análisis por Microscopia Óptica (MO)	29
3.2.4.- Análisis por Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)	29
3.2.5.- Análisis por difracción de Rayos X (DRX)	30
3.3.- Evaluación de Ensayos Mecánicos	30
3.3.1.- Ensayo de Tensión	30
3.3.2.- Ensayo de Dureza Vickers (HV)	31
3.3.3.- Ensayo de Nanoindentación	31
3.3.4.- Ensayo de Tenacidad a la Fractura	32
3.4.- Estudio de Borde de Grano	32

3.4.1.- Método de Rietveld	33
3.4.2.- Técnica de EBSD	33
	35
<b>CAPÍTULO IV RESULTADOS, DISCUSIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS</b>	
4.- Resultados, Discusión y Análisis de Resultados	36
4.1.- Análisis Térmico	36
4.2.- Composición Química	38
4.3.- Caracterización por Difracción de Rayos X	40
4.4.- Análisis por Microscopía	41
4.4.1.- Análisis Macroscópico	41
4.4.2.- Análisis Microscópico	42
4.4.3.- Análisis por Microscopía de Barrido Electrónico	43
4.5.- Evaluación de Ensayos Mecánicos	49
4.5.1.- Ensayo de Tensión	49
4.5.2.- Ensayo de Dureza Vickers	50
4.5.3.- Ensayo de Nanoindentación	52
4.5.4.- Ensayo de Tenacidad a la Fractura	56
4.6.- Estudio de Borde de Grano	62
	72
<b>CAPÍTULO V CONCLUSIONES</b>	
5.- Conclusiones	73
	75
<b>CAPÍTULO VI REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS</b>	
6.- Referencias Bibliográficas	76

---

---

# Resumen

---

Las aleaciones de latón son ampliamente utilizadas en la industria mecánica y en la fabricación de objetos decorativos; principalmente por la combinación de una aceptable resistencia a la corrosión y resistencia mecánica. La combinación de estas propiedades es el resultado de la microestructura obtenida por el (los) proceso (s) de fabricación involucrados. La microestructura resultante de muestras/piezas procesadas por colada es de tipo dendrítico y sus propiedades químicas y mecánicas dependen en gran medida de la velocidad de enfriamiento durante el proceso de solidificación.

Dentro del campo de la microscopía electrónica, la técnica de microscopía de orientación de imagen (**OIM**) se puede determinar localmente las redes cristalinas con cierta facilidad mediante difracción de electrones retrodispersados (**EBSD** por sus siglas en inglés), basada en los patrones de Kikuchi. Estos patrones de difracción son característicos de la estructura del cristal y la orientación de la región de la muestra donde se generó la difracción. Entonces es posible medir la orientación espacial de los cristales, de los límites de los granos y, en general, de la información cristalina de la muestra, y así relacionar las relaciones de orientación del grano con las propiedades mecánicas.

El presente trabajo es un estudio de la susceptibilidad al agrietamiento por corrosión bajo tensión en un latón de colada, este obtenido mediante el uso de dos diferentes moldes (Acero y Cobre) para asegurar velocidades de enfriamiento distintas, en un medio corrosivo de hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) a una concentración 0.1 M. Para determinar la susceptibilidad se determinó el  $K_{IC}$  que relaciona la resistencia a la propagación de la grieta, paralelamente también se estudió el borde de grano por la técnica de OIM determinando el comportamiento del borde de grano, y que como resultado se determinó si es de alto o bajo ángulo y como favorece o no la corrosión bajo tensión

---

---

# CAPITULO I

Introducción y Estado del arte

---

## 1.-INTRODUCCIÓN

El latón es una de las aleaciones de cobre más usadas, esta aleación binaria depende del contenido de Zn (5-50 % en peso) para el mejoramiento de sus propiedades mecánicas como la resistencia a la tracción, así como, de una buena resistencia a la corrosión y la deformabilidad, eventualmente se usan elementos aleantes como: Pb, Sn, Mn, Al, Fe, Si, Ni y As, los cuales en pequeñas proporciones mejoran propiedades específicas. Actualmente estas aleaciones pertenecen al grupo de metales comerciales más usadas después del acero y del aluminio, tanto en producción como en consumo.

Los latones más comunes, denominados por la “Unified Numbering System” (**UNS** por sus siglas en inglés) son los C21000 y C28000, cada uno de estos latones son seleccionados de acuerdo a la conformabilidad, la aleación C26000 es el latón con mejores propiedades para el conformado [1].

El latón C26000 corresponde al latón de cartuchería (nombre comercial) o latón alfa (por su contenido de 30% en peso de Zn). Este latón tiene la combinación óptima de propiedades como resistencia tracción, ductilidad. Sin embargo, por las necesidades de los proveedores es común que exista la tendencia para llevar a cabo su producción por procesos de colada, que actualmente se utiliza para la producción de piezas con geometría compleja o también para generar una mayor producción de piezas; estableciendo con todo esto las propiedades físicas, mecánicas y tecnológicas requeridas de un producto para determinado servicio.

Como es conocido no todas las aleaciones de cobre se prestan para la fabricación de piezas por moldeo sino más bien por forja, esto sugiere establecer condiciones como: temperatura de colada, colabilidad, fluidez y la influencia del tipo de molde.

Los puntos de fusión de las aleaciones de base de cobre se encuentran en el intervalo de 900 °C - 1,200 °C [2]. La temperatura adecuada para latones alfa evitará grandes pérdidas de zinc en la aleación por oxidación de zinc durante la fusión. Por lo que la temperatura inferior y superior de colada es de 1050 °C y 1100 °C respectivamente [3]. El tipo de molde es una variable fundamental en el proceso de colada, siendo que la velocidad de enfriamiento del metal es función directa de la transferencia de calor del metal al molde y

---

del molde al medio ambiente, esto determina las propiedades mecánicas, influyendo directamente en el desempeño de las piezas por lo tanto en su aplicación.

De acuerdo al proceso de colada, los latones presentan por lo general un proceso de solidificación de carácter dendrítico; y sus propiedades mecánicas dependerán de la morfología, el arreglo geométrico de la estructura dendrítica y a la región interdendrítica. Para estudiar la relación entre la microestructura y las propiedades se ha estudiado la llamada "Ingeniería de borde de grano" (**GBE** por sus siglas en inglés), que comprende la clasificación de los bordes por su relación de ángulos, estudiando los bordes de alto ángulo que incluye a los bordes especiales de sitios coincidentes de la red (**CSL** por sus siglas en inglés) o bordes sigma ( $\Sigma$ ), a los bordes aleatorios y a los bordes de bajo ángulo, además de su conectividad. Esto ayudo a comprender mejor el comportamiento de los bordes y con eso poder emitir un juicio particular del comportamiento del material.

Estos estudios han sido apoyados por la técnica de OIM midiendo de forma local la orientación de las redes cristalinas por los Patrones de Difracción de Electrones Retrodispersados.

En el presente trabajo se estudia los bordes de grano en piezas de latón alfa con microestructura dendrítica, las piezas; además las piezas son pre-agrietadas para estudiar la dirección que toma la grieta de acuerdo a los CSL y el cambio de las características estructurales en las dendritas por medio de la técnica de EBSD. Siendo está técnica ideal para analizar parámetros de orientación, y que a través de ella se trate de explicar las diversas propiedades mecánicas y químicas que se obtienen en forma experimental al variar los tamaños de dendritas.

---

## 1.1.-ESTADO DEL ARTE

Los estudios del borde de grano en estructuras dendríticas en latones alfa (70/30) son muy escasos en la literatura. A continuación, se describen algunos trabajos que hablan del estado del arte en este campo de estudio.

Los bordes de grano o de fase poseen un eje de rotación, un plano de borde y un ángulo de desorientación, a partir de este ángulo de desorientación, los bordes pueden ser clasificados en bordes de bajo ángulo (hasta 14 grados de desorientación) y bordes de alto ángulo (mayores de 15 grados de desorientación) [4-5]. Los bordes de bajo ángulo poseen baja energía, y son estos los más convenientes por que poseen mejores propiedades. Por otro lado, los bordes de alto ángulo se subdividen en bordes aleatorios y bordes especiales; los bordes aleatorios son de alta energía y son débiles en conectividad, en cambio los bordes especiales poseen baja energía similar a los bordes de bajo ángulo, según fue establecido por T. Watanabe [6-8].

Los bordes de grano han sido muy poco estudiados en microestructuras dendríticas. En los estudios de J. Campbell [9], se cuestiona la relación de bordes de grano y la estructura dendrítica en metales monofásicas y afirma que durante la solidificación existen ciertas fallas de crecimiento que causan que las dendritas se desorienten entre sí. Además, postula que esta desorientación de ángulos corresponde a bordes de bajo ángulo que se relaciona con las propiedades mecánicas del material, mientras mayor sea el grado de desorientación, mayor será la resistencia para el paso de los planos de deslizamiento, ocasionando un endurecimiento tipo Hall Petch. Él considera que esta contribución a las propiedades seguramente es pequeña, sin embargo, no se han encontrado estudios experimentales que apoyen o rechacen estas afirmaciones.

Estévez-Alcázar [10], realizó un estudio en aleaciones de aluminio de colada, el análisis metalográfico, así como de textura en dendritas por figuras de polos invertidas (IPF) utilizando difracción de rayos x, aseguran que la aleación con mejores propiedades mecánicas tenía la menor textura esto es, una mayor diferencia de orientación entre las dendritas. Esto sugiere que la falta de textura entre las dendritas puede ser un mecanismo de endurecimiento como lo aseveró J. Campbell.

---

Youtang Li [11] investigó el fenómeno de la tenacidad a la fractura en latones y las probables causas que la originan, induciendo la fractura haciendo énfasis en las fracturas intergranulares. A su vez, estudios de corrosión bajo tensión (**CBT** o **SCC** por sus siglas en inglés) realizados en latones alfa con un tratamiento previo de recristalización y en un medio corrosivo la fractura es transgranular [12]. En sí, son escasos los estudios de CBT en latones alfa de colada, por lo que uno de los objetivos del presente trabajo es el de estudiar el fenómeno de CBT y la relación con la ingeniería de borde de grano.

La corrosión intergranular de los materiales se da bajo condiciones en medios corrosivos severos, lo que significa pérdida del material y de propiedades mecánicas, así como de ductilidad. Existen estudios que aseguran que los bordes de grano llamados "especiales" tienen desorientaciones con valores de  $\Sigma$  bajos ( $\Sigma < 29$ ) presentan mayor resistencia a la CBT en comparación con los bordes de grano aleatorios que tienen valores de  $\Sigma > 29$  [13-14]. Recientemente, Palumbo [13] propuso un modelo geométrico que relaciona el grado de agrietamiento intergranular con la frecuencia de los límites de grano de bajo  $\Sigma$  en función de la probabilidad de que las grietas generen una fractura en uniones triples, donde un frente de grieta avanzado encuentra dos límites de grano "especiales" resistentes.

En general es bien sabido que los bordes de grano controlan las propiedades mecánicas de los materiales policristalinos. Sin embargo, T. Watanabe. Et. al [15] demostraron la dependencia de la fractura de materiales, con lo que se le conoce como la estructura de borde de grano, y que involucra lo siguiente: bajo ángulo, alto ángulo,  $\Sigma$  y la conectividad entre ellos y la influencia que ejercen en las pendientes de la ecuación de Hall Petch [16]. Watanabe señaló que los bordes más resistentes a la fractura son los de valores bajos de  $\Sigma$  y de baja energía, que la nucleación y propagación de la grieta ocurre en los bordes aleatorios, también realizó experimentaciones para modificarlos y poder producir materiales con mayor tenacidad. Con respecto a las propiedades tensiles, hay muy poca información en la literatura. R.K. Bandari [17], encontró que un aumento en el porcentaje de elongación, es aumentado por la presencia de los bordes  $\Sigma 3$ .

---

## 1.2.- OBJETIVO GENERAL

Utilizando la técnica de Difracción de Electrones Retrodispersados se estudiará el comportamiento del borde y/o interfase de la microestructura dendrítica del latón con una grieta inducida en un medio corrosivo ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ).

### 1.2.1.- OBJETIVOS PARTICULARES

- Determinar microestructuralmente por microscopía óptica (**MO**) y microscopía electrónica de barrido (**MEB**) las aleaciones de latón.
- Caracterizar las fases de la aleación por difracción de rayos X (**DRX**), para su posterior análisis por OIM.
- Evaluar su comportamiento mecánico aplicando un ensayo de fractura en una probeta de grieta inducida, para correlacionar las propiedades mecánicas.
- Realizar nanoindentación a partir de los resultados de microscopía óptica y de OIM, antes de fracturar la probeta
- Evaluar el comportamiento de los bordes aplicando corrosión en una probeta con una grieta inducida, para correlacionar la conectividad de los bordes con el medio corrosivo.
- Caracterizar las zonas agrietadas por la técnica EBSD, los CSL, y sus relaciones de orientación en los bordes.

## 1.3.-HIPOTESIS

La orientación de los bordes de grano o de fase influyen en las propiedades mecánicas del material, ya que dependiendo de la orientación influirá en las propiedades mecánicas, por lo que la CBT nucleará y propagará por los bordes aleatorios, disminuyendo la ductilidad del material.

---

---

# CAPITULO II

Marco Teórico

---

## 2.- MARCO TEÓRICO

En este capítulo se revisarán los antecedentes teóricos a la producción del latón alfa, y los fundamentos relacionados a la CBT y a la GBE.

### 2.1.- COBRE Y SUS ALEACIONES

El cobre y sus aleaciones son los metales más usados después del acero y del aluminio. Los productos comerciales utilizan diferentes tipos de cobre puro, clasificándolos específicamente por el método de obtención tales como: electrolítico, de colada, tratado térmicamente y termo mecánicamente, y algunas veces por sus propiedades físicas y/o mecánicas etc.

Las aleaciones de cobre están constituidas por cobre como constituyente principal y dependiendo del segundo o tercer elemento químico en proporción es el nombre que recibirá la aleación citando los principales como: latones, bronces, cuproníquel y alpaca como se muestra en la siguiente tabla [18-19].

Tabla 1.- Clasificación de las aleaciones de cobre.

Elementos aleantes	Nombre de la aleación	Solubilidad en estado sólido (% atómico) a 20°C
Zn	Latones	37
Sn	Bronces al fosforo	9
Ni	Ccuproníquel	100
Ni y Zn	Alpaca	100

---

### 2.1.1.- LATONES

Los latones son aleaciones de Cobre con Zinc, contienen típicamente entre el 5 - 50 % en peso de Zn. Estas aleaciones tienen, además del Zn, pequeñas cantidades de Pb, Sn, Mn, Fe, Si, Ni o Al, elementos que tienen la finalidad de modificar algunas de sus propiedades como: resistencia mecánica, ductilidad, tenacidad, maquinabilidad, resistencia a la corrosión o una mezcla de dichas propiedades.

Los latones entre 25% y 36% de peso en Zn poseen las mejores características de ductilidad, resistencia a la tracción y el esfuerzo a la ruptura, que aumentan con el contenido de Zn, y poseen diversas aplicaciones.

Los latones con contenidos de Zn menores al 33% son monofásicos, ya que presentan solamente la fase  $\alpha$ , que es muy maleable en frío, lo cual permite grandes deformaciones por laminado, repujado, estampado, estirado y forja en frío. En cambio, los latones con contenidos mayores al 36% de Zn; los latones son bifásicos, con fases  $\alpha$  y  $\beta'$ , siendo la fase  $\beta'$  dura y frágil. Cabe señalar que su presencia es deseable cuando se buscan buenas propiedades para el mecanizado y/o maquinado. La fase  $\alpha$  tiene estructura cristalina tipo FCC, (cúbica centrada en las caras) y la fase  $\beta'$  está formada por dos redes simples cúbicas entrelazadas. En el diagrama de equilibrio Cu-Zn mostrado en la figura 2.1, se observan las regiones de las fases  $\alpha$  y  $\beta'$ , que corresponden a latones monofásicos y bifásicos respectivamente [18-20].

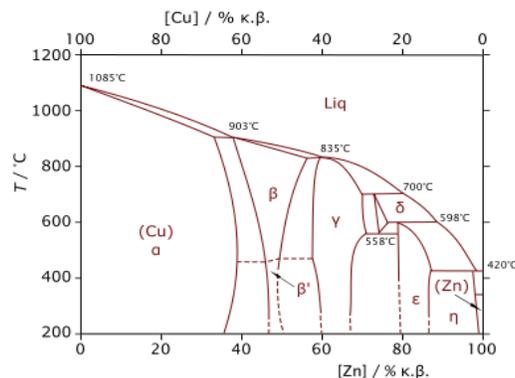


Figura 2.1.- Diagrama de fases Cu-Zn [19]

---

### **2.1.2. LATONES ALFA**

Actualmente los latones 70Cu-30Zn son los que corresponden a la fase  $\alpha$ , es una solución sólida de Zn en Cu. Su estructura cristalina es FCC, es fácilmente deformable en frío.

Las propiedades de los latones  $\alpha$  están relacionadas con el contenido de Zn. Las conductividades eléctricas y térmicas disminuyen rápidamente con las primeras adiciones de Zn, a mayor concentración disminuyen más lentamente; en el campo de la fase  $\alpha$ , la resistencia a la tracción, el límite elástico, el alargamiento y la dureza aumentan con el contenido de Zn, de modo que la maleabilidad en frío aumenta progresivamente cuando el contenido de Zn va desde 0 a 30% aproximadamente; siendo un 30% Zn, una óptima composición, que simultáneamente se pueden obtener características adecuadas de resistencia y de alargamiento [20-21].

### **2.2.- CORROSION BAJO TENSIÓN EN LATONES**

Los latones y otras aleaciones de cobre pueden experimentar un tipo de agrietamiento conocida como CBT. Particularmente, este fenómeno de corrosión ocurre en latones que contienen de 20 a 40 % de Zn [22]. La CBT es el fenómeno o falla tardía por el cual un sólido, expuesto a la acción de ciertos medios corrosivos, se fractura bajo tensiones estáticas muy inferiores a las de diseño.

Las tensiones que causan el agrietamiento pueden ser: externos o residuales, los primeros corresponden a cargas aplicadas como: corte, torsión y de tensión; en la teoría estos esfuerzos son conocidos y puede mantenerse dentro de un plan trabajo seguro. Sin embargo, las tensiones residuales provienen del método de fabricación o durante su manipulación lo que provoca cambios internos en la estructura, por lo que la intensidad y dirección de estas tensiones es algo incierto [23-24]

Los latones 70/30 son propensos a este tipo de falla en medios corrosivos que contengan amonio y sus derivados o a través de compuestos con vapores de mercurio (Hg), debido a

---

las tensiones residuales que se generan durante la conformabilidad del material y las grietas producidas pueden ser intergranulares o transgranulares.

Actualmente, hay estudios donde afirman que, con tensiones de carácter compresivo como los procesos de granallado, carbonización, etc., es posible evitar este tipo de fenómeno. Sin embargo, si alguno de los factores como el medio corrosivo, tensiones o una grieta existente la CBT no se pueda generar [25-26].

### **2.3.-PRINCIPIOS DE SOLIDIFICACIÓN.**

En la producción de piezas metálicas por colada de aleaciones eutécticas y peritéticas ocurre la formación de la red dendrítica cristalina debido a la transformación desde el estado líquido al estado sólido, siguiendo un proceso de nucleación y crecimiento, donde la nueva fase (sólido-líquido) avanza generando cambios localizados en la morfología de la intercara.

La solidificación da inicio cuando el metal líquido interacciona con el molde, debido a la nucleación heterogénea de las paredes del molde y la extracción de calor de sobrecalentamiento de la aleación que se incrementa debido a la transformación de fase, se genera una capa de sólido que incrementa el espesor rápidamente hasta que todos los frentes chocan entre sí en el centro de la pieza [27-28].

De acuerdo a la estructura de lingotes macroscópicamente como se muestra en la figura 2.2. Durante la primera etapa de solidificación el calor latente evoluciona, y la transformación está constituida por cristales de forma dendrítica al azar, a esta región se le reconoce como la zona “chill” o región celular. En la segunda etapa de solidificación el calor latente de transformación sigue evolucionando, los cristales tienen una morfología dendrítica con crecimiento en dirección perpendicular a la superficie de la extracción de calor, a esta zona se le conoce como crecimiento columnar. Por último, en el centro de la pieza el crecimiento de la estructura es de tipo equiaxial, en esta etapa el metal sólido transfiere su calor a través de las paredes del molde hacia la atmosfera hasta, que alcanza la temperatura ambiente.

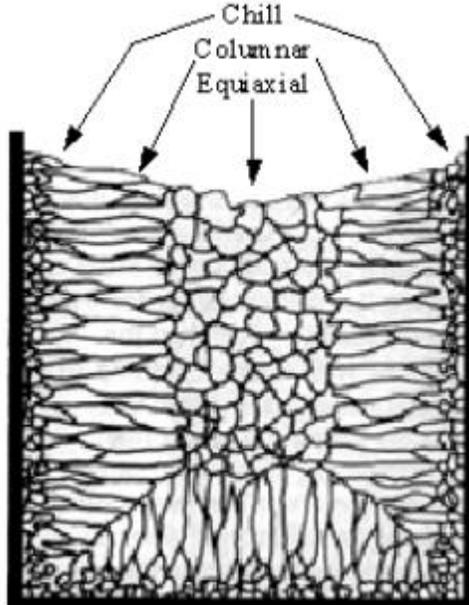


Figura 2.2 Estructura de lingote solidificado por colada [28].

Desde el punto de vista microscópico y submicroscópico, en la escala atómica se considera la intercara líquido-sólido, para que exista un avance de la intercara que se trata de un crecimiento de la fase sólida, debe encontrarse a una temperatura inicial ( $T_i$ ) menor que la temperatura de fusión ( $T_f$ ), garantizando que la velocidad de la reacción líquido - sólido sea mayor a la reacción de fusión.

Esta diferencia de temperaturas es importante en el proceso de solidificación de aleaciones y se le conoce como subenfriamiento, otro mecanismo fundamental en el crecimiento cristalino es la velocidad de enfriamiento del metal donde la transferencia de calor del metal al molde y del molde al medio ambiente debe ser removido para que suceda la solidificación, en conjunto el proceso de crecimiento es morfológicamente inestable provocando el crecimiento dendrítico característico de las piezas por colada [28].

La velocidad de enfriamiento del metal es función directa del intercambio de calor y esto determina las propiedades mecánicas, influyendo directamente en el desempeño de las piezas y por tanto en su aplicación.

---

## 2.4.- BORDE DE GRANO

Diversos estudios describen como borde de grano aquellas que existen entre la misma fase, y bordes de interfase cuando existen entre dos fases o composiciones diferentes [29,30]. Los bordes o límites de grano son defectos de la red cristalina y la mayor fuente de heterogeneidad microestructural en los materiales metálicos y cerámicos. Los bordes de grano considerando a los bordes interfaciales e interfases, son los sitios preferenciales para desarrollar y estudiar fenómenos asociados como en la fractura de los materiales policristalinos entre otros.

Los bordes de grano o de fase poseen un eje de rotación, un plano de borde y un ángulo de desorientación. A partir de este ángulo de desorientación, los bordes pueden ser clasificados en bordes de bajo ángulo (hasta 14 grados de desorientación) y bordes de alto ángulo (mayores de 15 grados de desorientación), como se observa en la figura 2.3 [31]. Los bordes de bajo ángulo son preferentes ya que poseen baja energía y por lo tanto poseen mejores propiedades.

Por otro lado, los bordes de alto ángulo se subdividen en bordes aleatorios y bordes especiales; los bordes aleatorios son de alta energía y son débiles en conectividad, en cambio los bordes especiales poseen baja energía similar a los bordes de bajo ángulo [32].

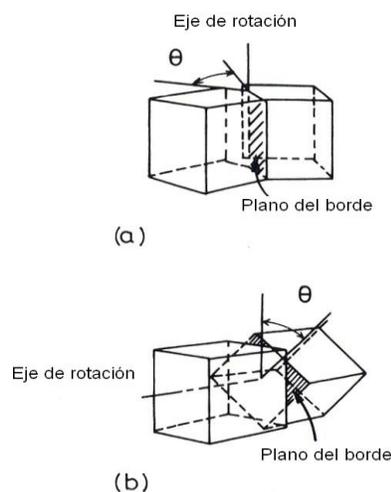


Figura 2.3. Esquema de a) bajo ángulo b) alto ángulo [31]

---

Debido a que, en la mayoría de los materiales, la densidad de bordes de bajo ángulo es mínima en comparación de los bordes de alto ángulo, por lo que en consecuencia el material no posee las mejores propiedades. Entonces, lo que se busca es modificar y controlar las variables de los procesos que permitan obtener la mayor densidad de bordes con baja energía, con el propósito de mejorar significativamente las propiedades mecánicas mediante la optimización de la estructura de las interfaces en los materiales, específicamente en metales o aleaciones.

## 2.5.- SITIOS DE RED COINCIDENTES.

El primer modelo utilizado para la identificación de límites de grano especiales, el modelo de red de sitios de coincidencia, fue propuesto en 1949 por Kronberg y Wilson. Actualmente se desarrollan estudios con el objetivo de predecir CSL. Recientemente se reportan trabajos con el objetivo de poder establecer relaciones de teórica- simuladas de CSL con el propósito de predecirlas y lo reportan no solo en metales policristalinos, también en aleaciones metálicas y cerámicos para mejorar sus propiedades mecánicas [32-34].

EL CSL es un criterio geométrico y su valor se caracteriza exclusivamente por la desviación mutua de dos cristales adyacentes. Se basa en la suposición de que un límite de grano tendrá menor energía cuando más átomos coincidan con las posiciones del cristal perfecto que en un estado no coincidente como se muestra en la figura 2.4.

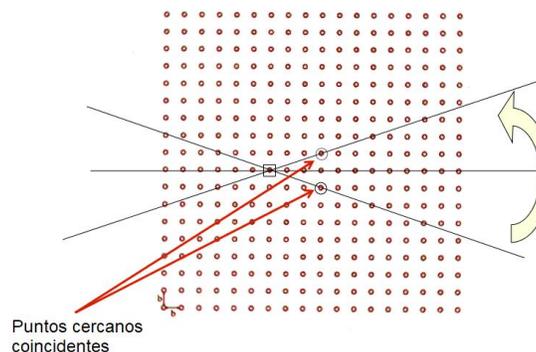


Figura 2.4.- Modelo de red de sitios coincidentes [33].

---

La GBE es una técnica para estudiar los CSL, ya sea en alineación con el límite de giro puro o inclinación que generalmente se describen por el parámetro  $\Sigma$ , donde  $\Sigma$  es un valor definido como la densidad recíproca de los sitios coincidentes en el límite de grano entre dos granos contiguos en el modelo CSL [25]. Por ejemplo, si el valor de  $\Sigma$  es 7, significa que 1/7 de los átomos de la nueva orientación coinciden con los de la orientación anterior. Se utiliza un patrón geométrico simple para describir los ángulos de rotación que conducen a la formación de los límites de torsión en la CSL [35].

Debido al carácter puramente geométrico de la CSL, está claro que cualquier pequeño cambio de la desorientación del grano desde el límite del grano da como resultado un cambio drástico en la coincidencia y, en consecuencia, en el cambio correspondiente del valor de  $\Sigma$ . Por otro lado, por lo general no produce cambios sustanciales en las propiedades del límite del grano porque su estructura se modifica mediante el movimiento de dislocaciones. Sin embargo, hay estudios que han demostrado que ciertas propiedades tales como la modificación de resistividad eléctrica, la resistencia a la fractura, las cavitaciones del límite del grano, y posiblemente hasta el inicio de la corrosión localizada están directamente relacionadas con la variación en la CSL de algunos materiales [36].

## **2.6.-TECNICAS EXPERIMENTALES.**

El propósito de esta sección es con el objetivo de establecer que en el presente trabajo de investigación se utilizaron diferentes técnicas y/o metodologías experimentales, y que a continuación se describen muy brevemente.

### **2.6.1.-ANALISIS TERMICO**

El análisis térmico es una técnica analítica que permite determinar la temperatura de cada una de las transformaciones de fase que suceden o están involucradas. Y es a través de la observación de los cambios en el contenido de calor, y en consecuencia se determinan los gradientes de temperatura en la pieza [37].

---

Con el fin de analizar la historia térmica durante la solidificación y la transformación de fase en el material, se ha implementado el análisis térmico diferencial de las curvas de enfriamiento.

Una curva de enfriamiento es la relación tiempo/temperatura en un punto específico de la pieza. En la curva de enfriamiento se señalan los puntos correspondientes al inicio de la solidificación, en donde se genera el crecimiento de la dendrita, las transformaciones de fase y el final de la solidificación. En general, las curvas de enfriamiento describen el balance que existe entre el calor generado por la masa del material que solidifica y su transporte hacia el medio que rodea a la pieza [38-40].

### **2.6.2.- ESPECTROSCOPIA DE EMISION ÓPTICA (CHISPA)**

Este tipo de herramienta analítica permite determinar cuantitativamente el porcentaje en peso de los elementos presentes en una muestra. Consiste, en detectar las longitudes de onda característica de cada elemento cuando sus electrones son excitados mediante una chispa.

El análisis químico realizado mediante esta técnica, se basa en un estándar específico para este tipo de análisis químico en materiales metálicos, bajo la norma ASTM-E415 [41], el cual es considerado como el más exacto.

### **2.6.3.-DIFRACCIÓN DE RAYOS X.**

La DRX es una de las técnicas de caracterización comúnmente utilizada para el análisis estructural de estructuras cristalinas. Se produce al interaccionar un haz de rayos x, de una determinada longitud de onda, con una sustancia cristalina. Esta se basa en la dispersión coherente del haz de rayos X por parte de la materia (se mantiene la longitud de onda de la radiación) y en la interferencia constructiva de las ondas que están en fase y que se dispersan en determinadas direcciones del espacio. Sus características principales es que

---

se trata de una “sonda” electromagnética de la materia con una longitud de onda de magnitud muy parecida al espaciado interplanar de los sólidos. Por ser los fotones partículas de masa en reposo nula y libre de carga, interactúan con la materia de una forma no invasiva, lo que resulta que la técnica de DRX sea una técnica de caracterización no destructiva. Otra ventaja importante es que no requiere ningún proceso específico de preparación de muestras para ser analizadas. [42].

#### **2.6.4.-MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO.**

El MEB permite la observación y la caracterización de materiales orgánicos, inorgánicos y metálicos. La importancia y relevancia de este tipo de microscopía se debe a su capacidad de obtener imágenes tridimensionales de las superficies de una amplia gama de materiales. Si bien el uso principal del MEB es obtener imágenes topográficas, morfológicas, así como también composicionales en el rango de ampliación 10-10,000 X. El área a examinar se irradia con un haz de electrones finamente enfocado, que puede barrerse a través de la superficie de la muestra para formar imágenes o puede ser estático para obtener un análisis en una posición específica. Los tipos de señales producidas por la interacción del haz de electrones con la muestra incluyen electrones secundarios, electrones retrodispersados, rayos X característicos y otros fotones de diversas energías. El aspecto tridimensional de las imágenes se debe a la gran profundidad de campo del MEB, así como al efecto de contraste en las imágenes generadas por los electrones secundarios y retrodispersados. El análisis de rayos X (EDS) por las muestras puede proporcionar tanto una identificación cualitativa como información elemental cuantitativa de las regiones analizadas de una muestra [43].

#### **2.6.6.- DIFRACCIÓN DE ELECTRONES RETRODISPERSADOS**

La técnica de EBSD comenzó a desarrollarse a partir de los noventa basándose en los estudios de Kikuchi, quien trabajó con patrones de difracción de electrones. Más adelante se incluyeron estudios cristalográficos de algunos materiales, actualmente es posible

---

obtener patrones de EBSD para determinar la orientación cristalina presente en los granos de un material.

La técnica de EBSD se basa en el análisis de patrones de difracción conocidos como líneas, bandas o patrones de Kikuchi (figura 2.5), las cuales están directamente relacionadas con la estructura reticular de la red cristalina en la región del material analizado. Estas líneas son bandas de alta intensidad obtenidas por la difracción de electrones que provienen de la superficie del material en estudio es impactada con un haz de electrones.

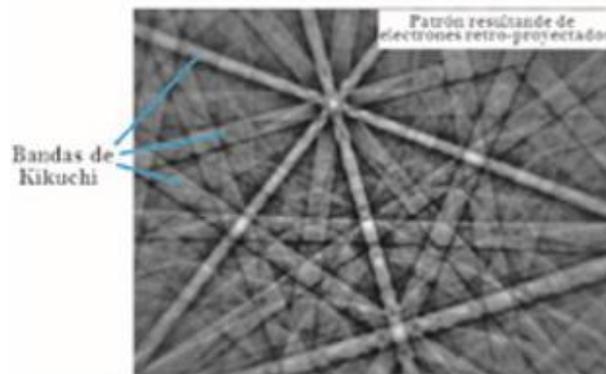


Figura 2.5. Patrones de Kikuchi [45]

Para usar la técnica EBSD en el estudio de la cristalografía de algún material de interés, se inicia colocando la muestra dentro de la cámara del MEB o MET previamente preparada, orientada hacia el detector e inclinada entre  $70^\circ$  con respecto al haz de electrones incidente, de esta forma se facilita la difracción de electrones [44].

### 2.6.7.- ENSAYO DE TENSIÓN

El ensayo de tensión es la prueba física comúnmente empleada para evaluar las propiedades mecánicas más importantes en los materiales. Mediante este ensayo podemos obtener información acerca de la plasticidad, resistencia mecánica y fractura de todo tipo de materiales que presentan cierto grado de ductilidad [46].

---

---

Una probeta de dimensiones establecidas según la Norma ASTM E8 [47], se somete a una carga uniaxial uniforme que se incrementa gradualmente, y simultáneamente, la carga aplicada y el desplazamiento, produce un alargamiento en la probeta, con esta información se construye la gráfica Esfuerzo vs Deformación.

### **2.6.8.-ENSAYO DE DUREZA VICKERS**

Este método es muy utilizado para medir dureza en prácticamente todos los materiales metálicos independientemente del estado en que se encuentren y de su espesor. En este tipo de ensayo, se utiliza un indentador de diamante muy pequeño y de geometría piramidal cuadrada de diamante. Las cargas aplicadas, son menores que en las técnicas de Brinell y Rockwell. La marca resultante se observa al microscopio y se mide la longitud de las diagonales de la huella generada; esta medida es entonces convertida en un número de dureza, mediante la expresión:

$$HV = \frac{1.85 P}{d^2} \quad \text{ec.2.1}$$

donde  $P$  es la carga en kgf y  $d$  la media de las dos diagonales de la huella, en mm. La dureza Vickers se designa por HV, y tiene muy poca variación en función de la carga aplicada. El ensayo se basa en la norma ASTM E 92-82 [48], con el uso de un micródurometro Matsuzawa MTII.

### **2.6.9.-ENSAYO DE NANOINDENTACIÓN**

En la última década se generó el interés en la caracterización mecánica localizada de materiales usando ensayos con indentadores instrumentados sensibles a las indentaciones. Existen diferentes formas de indentadores siendo el más común el de geometría piramidal. El objetivo principal de dichos ensayos es obtener principalmente los valores del módulo elástico y dureza del material.

---

La nanoindentación es simplemente un ensayo de indentación en donde la escala de longitud de la penetración es medida en nanómetros ( $10^{-9}$  m). Además de la escala de desplazamiento involucrada, otra característica particular de los ensayos de nanoindentación es la medición indirecta del área de contacto, esto es, el área de contacto entre el indentador y el material, una de las desventajas de la técnica es que requiere la menor rugosidad posible debido a la sensibilidad del indentador. [49]

### 2-6-10.-ENSAYO DE TENACIDAD A LA FRACTURA

La tenacidad a la fractura es medida por el factor de intensidad de esfuerzos  $K_{IC}$ , como comportamiento lineal elástico en los metales, el factor caracteriza la magnitud de los esfuerzos en el extremo de una grieta aguda o defecto.

La tenacidad a la fractura puede medirse experimentalmente determinando la carga a la cual se produce la inestabilidad de una fisura en una probeta de dimensiones conocidas, y con base a la norma ASTM E 399, esta propone la utilización de cierto tipo de probetas como lo muestra la figura 2.6 que se le conoce como la compacta de tensión (CT), y de flexión (SE). Todas las probetas deben tener un entalle en la que se ejerce un esfuerzo para pre-agrietar y hacer crecer la fisura [50-51].

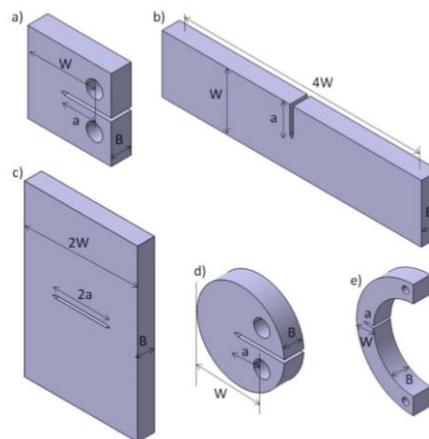


Figura 2.6. Probetas de fractura normalizada: a) Compacta, b) Flexión, c) tensión media, d) tensión en forma de disco, e) Tensión en forma de arco [50]

---

---

# CAPITULO III

Equipo y Desarrollo experimental

---

### 3. EQUIPO Y DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este capítulo se muestra paso a paso el desarrollo experimental para realizar el análisis del presente trabajo. Todos los procedimientos de las técnicas experimentales empleadas para la obtención, preparación, caracterización de las muestras, así como la evaluación de las propiedades mecánicas, son representadas de manera general por las siguientes etapas:

- Fusión del latón
- Caracterización del latón
- Evaluación de propiedades mecánicas
- Estudio de borde de grano

Se emplearon moldes metálicos para obtener latón con dos diferentes velocidades de enfriamiento. De las probetas resultantes se seccionaron piezas con diferentes dimensiones dependiendo la técnica de estudio y/o ensayo mecánico. Se obtuvo la composición química por Espectrometría de Emisión Óptica (ensayo de chispa) y Espectroscopía de Dispersión de Energía (MEB- EDS). Las propiedades mecánicas del latón que se cuantificaron fueron: dureza micro y nanoindentación (localizada), tensión y resistencia a la fractura. Para el estudio de Borde de grano se realizó la identificación de fases por DRX con lo cual se indexaron los patrones en un microscopio electrónico con detector de Difracción de Electrones Retrodispersados (EBSD).

#### 3.1.- Fusión del latón

Se fabricaron probetas cilíndricas de latón solidificadas en moldes metálicos (Cobre (**LACU**) y Acero (**LACE**)) como se muestra en la figura 3.1, esto con el objetivo de obtener diferentes velocidades de enfriamiento y a su vez diferentes tamaños de dendritas.

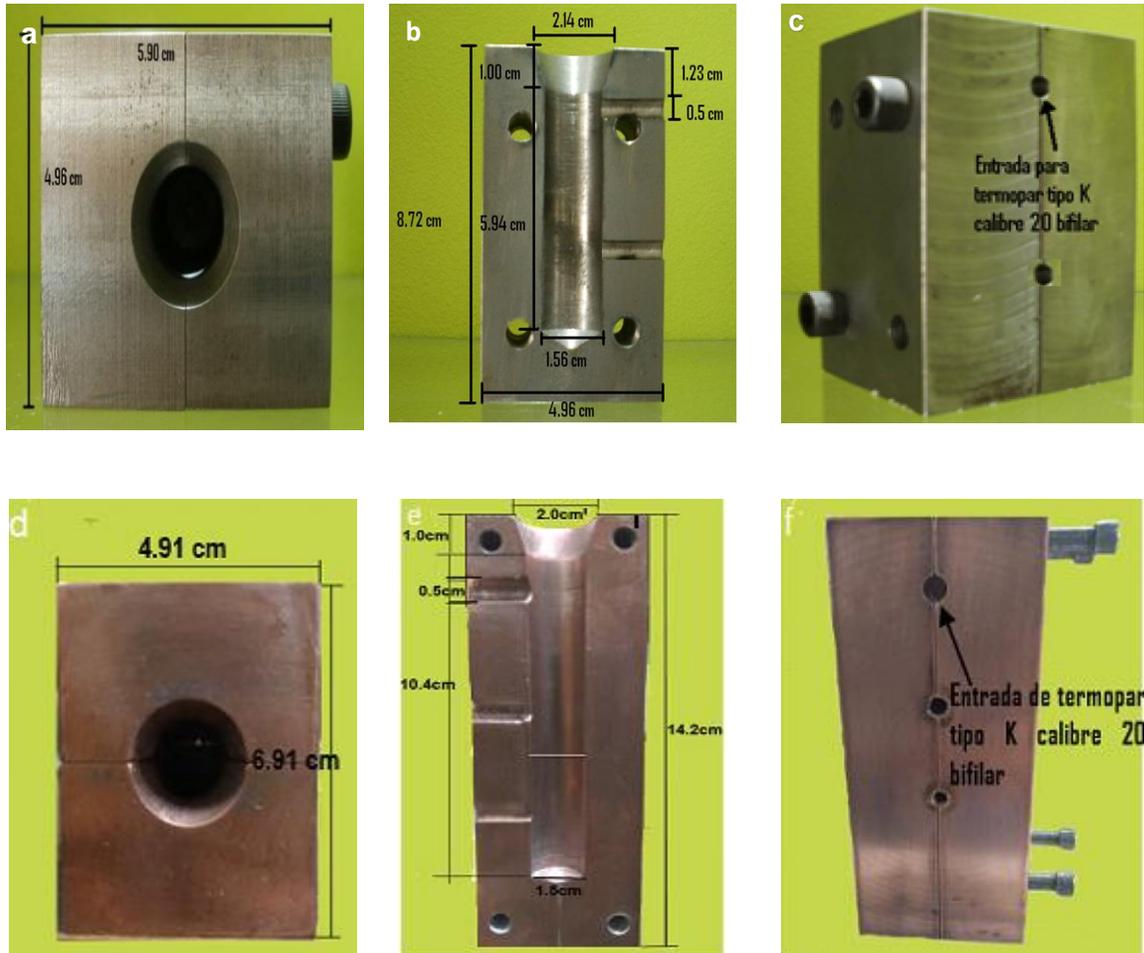


Figura 3.1. Dimensiones del molde de acero y de Cu, a y d) vista superior, b y e) parte interna del molde y c y f) vista lateral entrada de termopares.

Considerando las dimensiones de cada uno de los moldes (LACU y LACE) se calcularon las cargas de las fusiones para un latón monofásico Cu-30% Zn (fase  $\alpha$ ) utilizando las siguientes ecuaciones:

- Volumen del molde

$$V = \pi r^2 L \quad \text{ec.3.1}$$

- Densidad relativa de la aleación

$$\rho_r = \rho_{Cu} X_{Cu} + \rho_{Zn} X_{Zn} \quad \text{ec.3.2}$$

- Masa de la aleación

$$M = \rho_r V \quad \text{ec.3.3}$$

- Peso de carga por elemento

$$Carga (g) = \left[ (X_{Cu} * 100) \left( \frac{M}{100\%} \right) \right] \quad \text{ec.3.4}$$

La fusión de la aleación se llevó a cabo en un horno de piso marca Lindberg, modelo 56953, 240 de volts, con capacidad de 10 kg de metal fundido. Adicionalmente se utilizó un crisol de grafito como se observa en la figura 3.2.

En el horno se estabiliza la temperatura de sobrecalentamiento del metal líquido (1100°C), luego se procede al enfriamiento y medición de la variación de la temperatura con respecto al tiempo.



Figura 3.2. a) Crisol de grafito, b) Horno de piso.

---

### 3.1.1 Análisis térmico por curvas de enfriamiento

El análisis térmico se llevó a cabo utilizando dos termopares tipo K, uno en el centro y otro en la periferia (figura 3.4) de la pieza durante la solidificación de la pieza en los diferentes moldes metálicos. Para su adquisición se utilizó un equipo de cómputo con software para adquisición de datos DAQami versión V4.2.1 registrando 10 datos por segundo, para su posterior análisis.

### 3.2.- Caracterización del latón

A las probetas obtenidas de la fusión (de altura aproximada de 10 cm para el latón en molde de cobre y 8 cm para el latón en molde de acero y un diámetro de 1 cm para ambas piezas) se realizaron cortes transversales para la caracterización del latón. Se llevaron a cabo análisis composicionales y análisis por microscopía, para cada una de las probetas.



**Figura 3.3. Probetas de latón 70/30 por colada**

---

### **3.2.1.-Análisis químico por Espectroscopia de emisión óptica**

Para realizar el análisis químico por Espectroscopia de Emisión Óptica (ensayo de chispa), la muestra debe de tener como medidas un área mínima de 1 cm de diámetro y 1 cm de altura, así como estar libre de grasas, recubrimientos o cualquier impureza, por esta razón, se realizó un desbaste mecánico en una de las caras de la muestra con lijas de Carburo de Silicio (**SiC**) grado 240. Se realizaron tres mediciones y el resultado obtenido es el promedio de las tres lecturas. El equipo para utilizado para la realización del análisis de chispa fue un Spectrolab Spectrometer, marca Analytical Instrument, modelo LAVWA18B.

### **3.2.2.- ANÁLISIS POR MICROSCOPIA ESTEREOSCÓPICA (ME)**

La forma de realizar este análisis es con ayuda de un microscopio estereoscópico marca OLYMPUS, modelo SZ-PT logrando determinar las características macroscópicas del material, con la finalidad de recabar toda la información sobre la aleación.

Para revelar la estructura de solidificación en una sección transversal de la probeta con dimensiones de 1 cm de diámetro y 0.5 cm de altura, se realizó la preparación metalográfica de la siguiente manera:

- Realizar un desbaste mecánico en una de las caras con lijas de SiC grado 400, 600 y 1000, hasta obtener una superficie libre de óxidos e impurezas es importante cambiar de grado de lija una vez que se haya obtenido un desbaste homogéneo en toda la pieza como lo establece la norma ASTM G 131 [52].
- Llevar a cabo un pulido grueso con paño de tela de billar y microcloth y alúmina de 1 $\mu$ m como abrasivo, a manera de eliminar la mayoría de las rayas producidas durante el desbaste mecánico.
- Finalizar con un ataque químico, para lo cual se utilizó un reactivo de 40 ml de ácido Nítrico, 60 ml de agua en este caso usado para revelar la macroestructura.

---

### 3.2.3.- ANÁLISIS POR MICROSCOPIA ÓPTICA (MO)

En el análisis microscópico se estudió la microestructura transversal de cada una de las probetas con dimensiones de 1 cm de diámetro y 0.5 cm de altura, se empleó un microscopio óptico marca OLYMPUS, modelo PMG3, basándose en la amplificación de regiones específicas en las muestras, para observar las características microestructurales o defectos del material.

La preparación metalográfica que se realizó fue siguiendo los procedimientos convencionales de corte, el desbaste por abrasión con lijas de SiC como se mencionó en la preparación macroestructural, se llevó a cabo un pulido a espejo con alúmina de 1  $\mu\text{m}$  y 0.5  $\mu\text{m}$  como abrasivo, finalmente se realizó un ataque químico para revelar la microestructura utilizando 20 ml ácido sulfúrico, 5g dicromato de potasio y 2 gotas de ácido clorhídrico, con la finalidad de dar contraste a la microestructura.

A partir de las imágenes obtenidas por microscopía óptica se midió el tamaño de dendrita para cada uno de los moldes (LACE y LACU) así como el espacio dendrítico secundario (**EDS** o **DAS**), con ayuda de un analizador de imágenes Image pro-plus.

### 3.2.4.- ANÁLISIS POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

Utilizando el microscopio electrónico de barrido, se realizaron diferentes análisis por espectroscopía de energía dispersa de rayos X (**EDS**, por sus siglas en inglés), también se tomaron imágenes a detalle de la microestructura con la misma preparación que tenían las piezas analizadas previamente por microscopía óptica.

Se determinó la composición química de fases e identificación de elementos presentes por EDS. El microscopio electrónico de barrido utilizado es de presión variable marca JEOL, modelo 5900LV, con detector de microanálisis marca Oxford, se trabajó con un voltaje de aceleración 20 Kv, a alto vacío.

---

### **3.2.5.- ANÁLISIS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)**

El análisis de DRX fue empleado con la finalidad de descartar formación de fases o compuestos, estudiar la estructura cristalina identificando los parámetros de celda unitaria para su posterior análisis, utilizando piezas con dimensiones de 1 cm de diámetro y aproximadamente 3 mm de altura y un acabado espejo con la metodología explicada anteriormente.

Para realizar estos análisis se utilizó un difractómetro D8 Advance DAVINI marca Bruker AXS. Se utilizó radiación  $K\alpha$  de Cu, voltaje de 35 KV, intensidad de 25 mA, intervalo de  $2\theta$  de  $5^\circ$  a  $120^\circ$  y un paso de 0.02 a una velocidad de  $2^\circ/\text{min}$ . Las fases presentes se identificaron con el programa EVA incluido en la paquetería del equipo.

### **3.3.- EVALUACIÓN DE ENSAYOS MECÁNICOS**

El estudio metalográfico provee suficiente información, sin embargo, para relacionar la velocidad de enfriamiento en cada uno de los moldes, es necesario establecer el análisis de ensayos mecánicos que en conjunto con la caracterización de cada probeta proporcionan otro tipo de información.

#### **3.3.1.- ENSAYO DE TENSION**

Las propiedades del material se determinaron con base en los resultados obtenidos de este ensayo, evaluándose principalmente propiedades como: la resistencia a la tracción. Módulo de Young, esfuerzo de fluencia entre otras. El equipo usado fue una máquina de ensayos universales, marca Instron, modelo 4206. Las probetas para el ensayo de tensión fueron maquinadas con las dimensiones subsize establecidas en la Norma ASTM E8 [53].

---

### **3.3.2.- ENSAYO DE DUREZA VICKERS (HV)**

Para realizar este ensayo se requiere que las muestras se preparen de manera tradicional con lijas de SiC grado (240-2000) y finalmente pulidas con pasta de diamante de 1  $\mu\text{m}$  hasta obtener una superficie a espejo (libre de rayas), se realizaron 10 lecturas en cada muestra para tener un perfil de durezas.

El ensayo se realizó bajo la norma ASTM E 92-82, con el uso de una maquina calibrada. Para las mediciones estandarizadas de micro-dureza Vickers se hace penetrar un indentador piramidal de base cuadrada que tiene un ángulo entre caras específico, bajo una carga determinada (2 Newton y 15 Segundos), contra la superficie de cada una de las muestras a ser ensayadas y se mide la diagonal resultante de la huella impresa luego de remover la carga.

### **3.3.3.- ENSAYO DE NANOINDENTACIÓN**

Las muestras utilizadas en este ensayo son de 1cm de diámetro y 1 cm de altura, estas necesitan una preparación más detallada, se requiere que las piezas se trabajen mecánicamente hasta un acabado espejo con una rugosidad mínima, para dar el acabado final se utilizó una solución nanométrica de sílica coloidal. Se realizaron 100 mediciones en un área aproximada de 10 x 10  $\mu\text{m}$  en una región de la probeta.

Se realizaron las pruebas de nanoindentación antes del ensayo de fractura y posterior al ensayo. Estas pruebas se llevaron a cabo en un nanoindentador TI 750 Nanomechanical Test System marca Hysitron, con el uso de una punta Berkovich. Una vez realizadas las pruebas de nanoindentación, se adquirieron imágenes de las nanoindentaciones para determinar las zonas donde se realizó la nanoindentación.

---

### 3.3.4.- ENSAYO DE TENACIDAD A LA FRACTURA

La tenacidad a la fractura fue evaluada por modo I de fractura de acuerdo con la norma ASTM E399-90. Utilizando el tipo de probeta CT. Se modificaron las probetas, con la finalidad de aplicar una carga constante del 90% del límite elástico del material, tal y como se muestran en la figura 3.5.

Las probetas utilizadas en este ensayo se trabajaron metalográficamente hasta pulido espejo, para poder observar el inicio de grieta inducida por una fuerza de torque, posteriormente se sumergieron en una solución de  $\text{NH}_4\text{OH}$ , 0.1 M, se monitoreo y midió el crecimiento de grieta cada 24 horas hasta que el valor fuese constante.

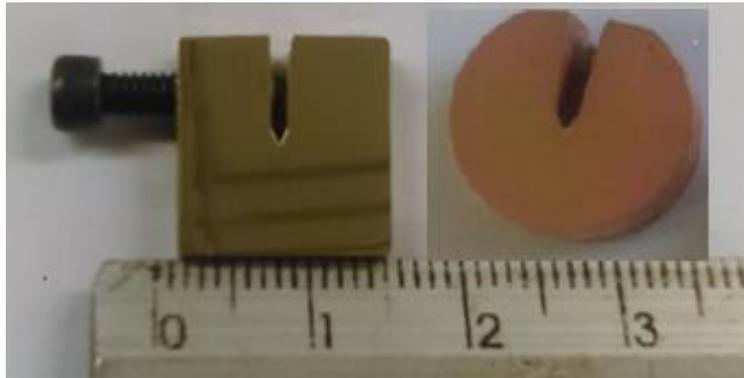


Figura 3.5. Probetas modificadas para el ensayo de tenacidad a la fractura

### 3.4.- ESTUDIO DE BORDE DE GRANO

El análisis de borde de grano se realiza por la técnica de EBSD, donde su aplicación relaciona la orientación, anisotropía y textura, donde un estudio detallado provee información sobre las propiedades y el comportamiento en general de la aleación.

---

### 3.4.1.- MÉTODO DE RIETVELD

Con la finalidad de indexar todas las fases existentes en el material y posterior al análisis por DRX, donde se permite obtener parámetros estructurales del patrón de difracción, se realizó un refinamiento a los picos principales del difractograma.

Para realizar el refinamiento por el método de Rietveld se utilizó el software libre Fullprof-Suite. Para usar este software se necesita contar con la medición de la muestra con extensión \*.raw y el modelo teórico inicial, el cual se encuentra en el archivo. De manera general, el archivo \*.PCR contiene los siguientes datos: Título de la muestra a refinar, título del fichero PCR, variables de control, datos del experimento, variables de convergencia, átomos en la celda y parámetros de microestructura, se empleó la función pseudo – Voigt modificada de Thompson – Cox – Hastings. Los criterios de ajuste obtenidos en el refinamiento son:  $R_{wp} = 19.7$ ,  $R_e = 4.60$ ,  $\chi^2 = 18.35$ ,  $R_B = 3.37$ .

### 3.4.2.-TECNICA DE EBSD

Las dimensiones de las piezas para este estudio son de 1 cm de diámetro y 0.5 cm de altura, cada muestra debe estar totalmente plana y con un acabado de ultra espejo, para este acabado final se utilizó alúmina de 0.05  $\mu\text{m}$  como abrasivo y sílica coloidal de 0.02  $\mu\text{m}$ .



Figura 3.6. Pieza agrietada, montada para el análisis por EBSD.

---

---

Las muestras fueron trabajadas por la técnica de EBSD en el microscopio electrónico de barrido (JEOL) en el laboratorio de Microscopia en el CINVESTAV de Querétaro; con un voltaje de aceleración de 25 kV. Las distancias de trabajo en los barridos fueron entre 18 a 20 mm. La colección de datos obtenidos se procesó con el software Tango de Oxford.

---

---

# CAPITULO IV

## RESULTADOS, DISCUSIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

---

#### 4.- RESULTADOS, DISCUSIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS.

A continuación, se muestran los resultados obtenidos de cada una de las técnicas experimentales empleadas para el estudio del latón alfa obtenido por colada: latón solidificado en molde de acero (LACE) y latón solidificado en molde de cobre (LACU).

##### 4.1.- ANÁLISIS TÉRMICO

En el proceso de fundición del latón la temperatura en el horno se estableció en 1100 °C, la temperatura de vaciado fue de 1000°C aproximadamente. Durante el proceso de colada se adquirieron las curvas de enfriamiento con termopares en el centro de la pieza en los moldes de acero y cobre, como se observa en la gráfica 4.1. Donde 1 y 1' corresponden al inicio de la solidificación de cada molde

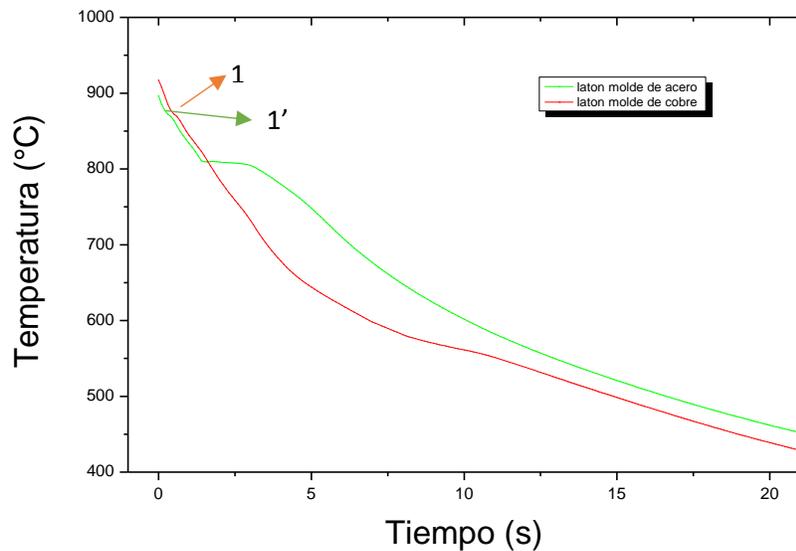


Figura 4.1.- Curvas de enfriamiento para el latón en molde de acero y cobre

Para determinar el final de la solidificación se calcularon la primera y segunda derivada de las curvas de enfriamiento en los moldes de acero y cobre, cómo se muestran en las figuras 4.2 y 4.3 respectivamente.

La figura 4.2 corresponde a la primera y segunda derivada de la curva de enfriamiento de LACE, donde la línea roja con el número 1 marca el inicio de la solidificación en 1.73 s y a 809.80°C, mientras que el número 2 corresponde al final de la solidificación en un tiempo de 5.5 s, 729.18 °C.

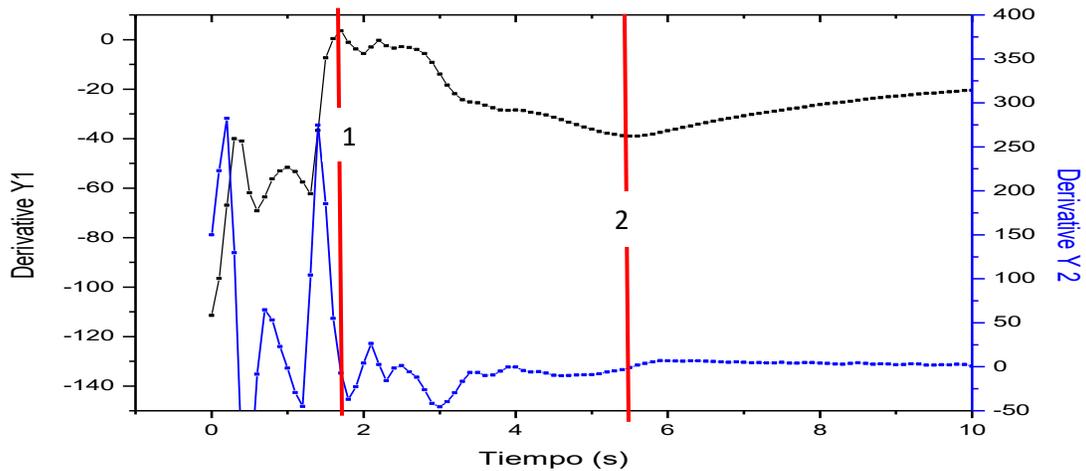


Figura 4.2.- Primera y segunda derivadas del latón solidificado en molde de acero donde:  
1) Inicio de solidificación y 2) Final de solidificación.

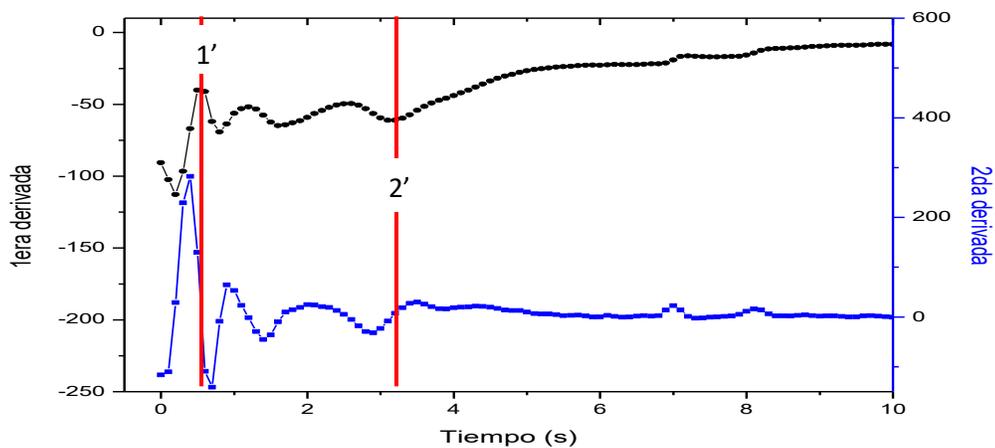


Figura 4.3.- Primera y segunda derivadas del latón solidificado en molde de cobre donde:  
1') Inicio de solidificación y 2') Final de solidificación.

La figura 4.3 corresponde a la primera y segunda derivada de la curva de enfriamiento de LACU, donde la línea roja con el número 1' marca el inicio de la solidificación en un tiempo de 0.54 s a una temperatura de 872.23°C, mientras que la línea con el número 2' corresponde al final de la solidificación en un tiempo de 3.24 s, y temperatura de 720.20 °C.

En general las curvas solo presentan dos puntos de inflexión, de acuerdo a la composición del latón 70/30 que corresponde a un latón alfa o monofásico por lo que no hay transformaciones de fase alguna, también, en el intervalo de inicio al final de la solidificación se observan cambios de pendientes en las segundas derivadas que son asociadas a la liberación del calor latente por la reacción eutéctica hasta la solidificación.

La curva de enfriamiento para LACU presenta una velocidad de enfriamiento mayor con respecto a la curva de LACE, esto debido a la diferencia en conductividad térmica de los moldes de acero y cobre.

En la tabla 4.1 se reportan los datos de inicio y final de la solidificación en cada uno de los moldes, así como el tiempo de solidificación para cada molde.

*Tabla 4.1 Temperatura, tiempo de inicio y final de solidificación para el latón en los distintos moldes de colada.*

Material del molde	Inicio de solidificación		Final de solidificación		Tiempo de solidificación (s)
	T (°C)	t (s)	T (°C)	t (s)	
Acero	809.8	1.73	729.2	5.5	3.77
Cobre	872.2	0.54	720,2	3.24	2.70

#### **4.2.- COMPOSICIÓN QUÍMICA.**

El análisis químico realizado por espectroscopia de emisión óptica (ensayo de chispa). En la tabla 4.2 se muestra la composición química correspondiente a cada molde, estas composiciones son comparadas con la composición de un latón comercial de cartuchería

debido a que la composición química corresponde a un latón alfa (Cu70Zn30), encontrando los elementos principales: Cu, Zn, Pb y Fe.

Tabla 4.2.- Composición química de acero bajo norma LACE y LACU

Elemento	% en peso		
	Norma	LACE	LACU
Cu	68.5 - 71.5	69.6	69.65
Pb	0.07 máx.	0.01	0.01
Fe	0.05 máx.	0.07	0.07
Zn	Balance	30.27	30.27

De acuerdo a la composición química, el latón bajo norma UNS corresponde a un latón 26000 y en comparación con los latones fabricados el elemento que esta fuera de norma es el Fe, que afectara a la ductilidad de la aleación. Situando la composición de LACE y LACU en el diagrama de fases (figura 4.4) están en la región alfa.

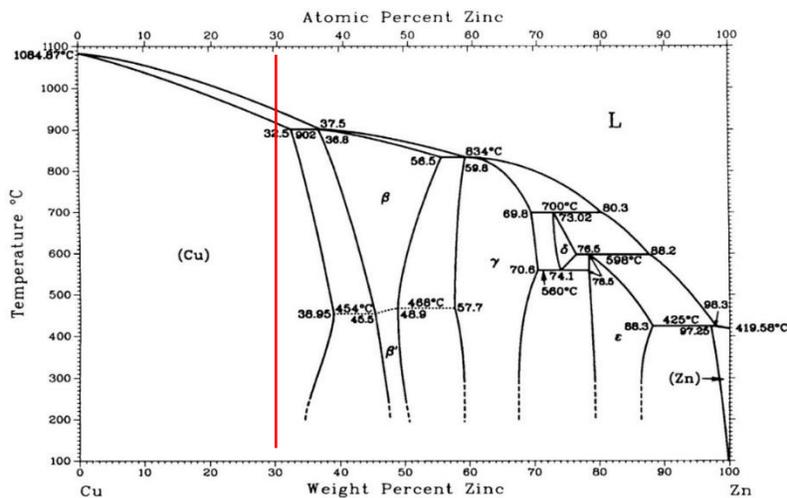


Figura 4.4.- Diagrama de fases al equilibrio de Cu-Zn.

---

### 4.3.- CARACTERIZACIÓN POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X

En la figura 4.5 se observa el difractograma de los rayos x de los compuestos de LACE y LACU, solo se observa un solo difractograma ya que ambas muestras presentaron los mismos patrones, se comprobó la presencia de CuZn y Cu<sub>0.64</sub> Zn<sub>0.36</sub> ambas tienen una estructura cristalográfica cúbica. De acuerdo al patrón de difracción tienen una orientación aleatoria, para Cu<sub>0.64</sub> Zn<sub>0.36</sub> difractan a  $2\Theta = 42.32^\circ$  el pico de mayor intensidad que pertenece al plano (111) lo que corresponde con las cartas de difracción 00-050-1333 reportadas en la literatura [54]. Otros picos característicos de este compuesto presentes en la muestra difractan a  $2\Theta = 49.27^\circ, 72.24^\circ, 87.45^\circ, 92.42^\circ$  y  $112.96^\circ$ .

El compuesto Cu-Zn presenta el pico de mayor intensidad en  $2\Theta = 43.47^\circ$  y que pertenece al plano (110) correspondiente a las cartas 00-002-1231, también hay otros picos que difractan en  $2\Theta = 63^\circ, 79.62^\circ$  y  $95.33^\circ$ .

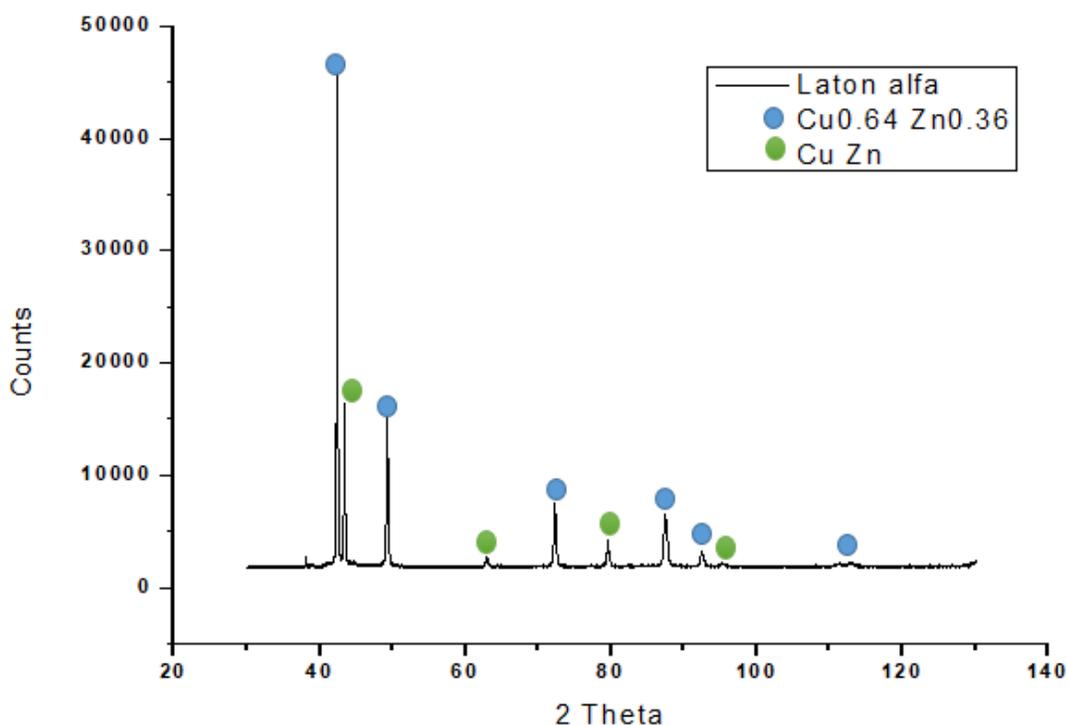


Figura 4.5.- Patrón de difracción de latón alfa.

---

De acuerdo a lo anterior no hay contaminación y/o formación de compuestos en la pieza por el proceso de fundición ya sea por la interacción con algún agente externo,

#### **4.4.-ANÁLISIS POR MICROSCOPIA**

##### **4.4.1.-ANÁLISIS MACROSCÓPICO**

Para realizar la caracterización del material es necesario conocer la estructura que presenta, definida por su proceso de fabricación y composición.

En la figura 4.6 se presentan las superficies atacadas correspondientes a la zona transversal donde hay ausencia de una estructura granular que se pueda observar a nivel macroscópico, debido a que las aleaciones de cobre solidifican rápido de acuerdo a su buena conductividad térmica [55], la temperatura de colada influye en la solidificación por lo que al solidificarse rápidamente el grano es demasiado pequeño para observarse macroscópicamente, con menor sobrecalentamiento del líquido y con mayor nivel de soluto de cobre, estas condiciones producen un refinamiento de los granos en las probetas. El menor sobrecalentamiento implica un gradiente menor de temperatura en el líquido que es enfriado, por tanto, la nucleación de granos sólidos se inicia en todas partes del lingote, lográndose así un grano final más fino.

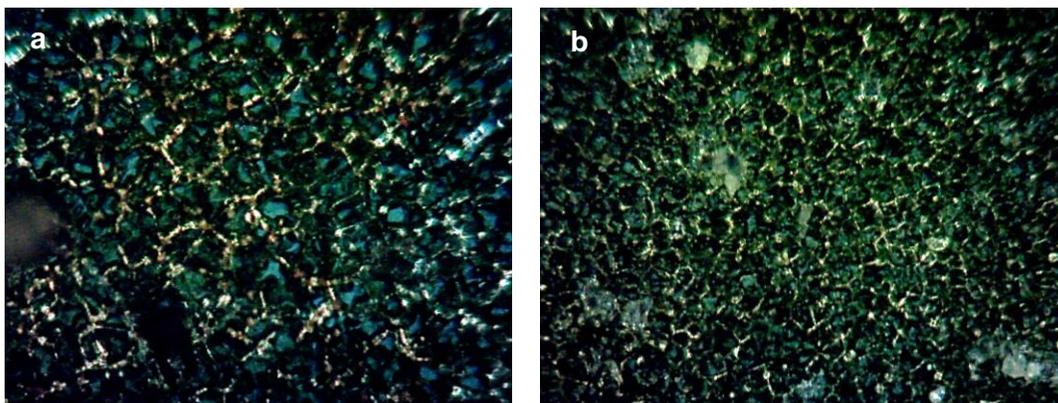


Figura 4.5.- superficies transversales atacadas para su análisis macroscópico.

---

#### 4.4.2.-ANÁLISIS MICROSCÓPICO

Se realizó un estudio microestructural para determinar el efecto de la velocidad de enfriamiento en el tamaño de la dendrita, segregaciones, porosidad o cualquier tipo de defecto que pudiera presentarse durante la solidificación.

En la figura 4.6 a) y b) se observa la microestructura dendrítica correspondiente a la muestra LACE y LACU del corte transversal respectivamente, como se mencionó anteriormente debido a la temperatura de solidificación el acomodamiento de las dendritas es aleatorio, con una morfología mixta entre dendrita y dendrita celular, esta última se tiene crecimiento cuando el gradiente es levemente menor que  $T_s$  [56].

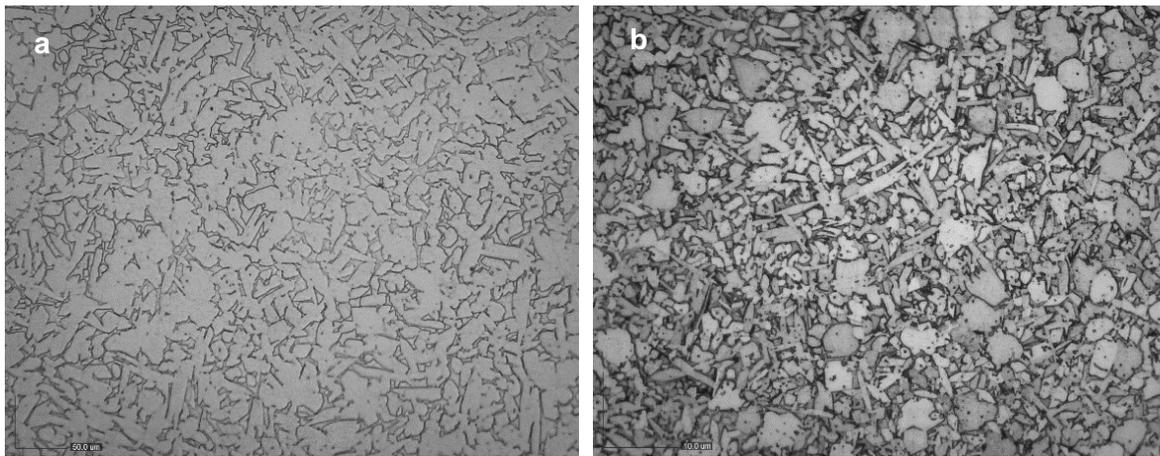


Figura 4.6.- Microestructura, a) LACE y b) LACU

Debido a la estructura mixta se utilizaron dos métodos para medir el EDS o DAS, de acuerdo a la literatura hay tres métodos para realizar esta medición [57]. En este trabajo se utilizó el área equivalente para las dendritas celulares y el espacio secundario para las dendritas en cada una de las muestras, la cuantificación y mediciones se realizaron con ayuda del software Image Pro-plus y son reportados como se muestra en la tabla 4.3.

De acuerdo a las secciones analizadas de la pieza LACE, una alta densidad de dendritas con orientaciones aleatorias en toda la pieza, el tamaño de dendrita va de 19 a 52 micras para las dendritas, con 7.5 micras de DAS. Las dendritas celulares están distribuidas

aleatoriamente con una densidad aproximado de 6% con respecto a las dendritas, el tamaño es de 33 micras promedio y 27.6 micras de DAS.

Para la muestra LACU, la densidad de dendritas con orientaciones aleatorias en toda la pieza, el tamaño de dendrita va de 18 a 30 micras y DAS de 6.48 micras. La densidad de las dendritas celulares en la pieza es de aproximadamente 20% con respecto a las dendritas, el tamaño promedio es de 33 micras y un DAS de 13.12 micras.

El tamaño promedio de la dendrita celular en LACE y LACU coinciden en el tamaño y debido a la densidad en cada muestra podrían disminuir las propiedades mecánicas, sin embargo, el área del DAS es menor en LACU que es la de mayor velocidad de enfriamiento y menor espaciamiento dendrítico, asegurando una homogenización en las propiedades mecánicas.

Tabla 4.3 Tamaño y DAS para LACE y LACU

DAS LACE		DAS LACU	
Dendrita ( $\mu$ )	D. celular ( $\mu$ )	Dendrita	D. celular
7.5 $\pm$ 3	27.6 $\pm$ 6.2	6.48 $\pm$ 0.7	13.12 $\pm$ 5.5
Tamaño LACE		Tamaño LACU	
Dendrita ( $\mu$ )	D. celular ( $\mu$ )	Dendrita	D. celular
35.5 $\pm$ 0.2	33 $\pm$ 1.5	24 $\pm$ 0.2	33 $\pm$ 0.4

#### 4.4.3.-ANÁLISIS POR MICROSCOPIA DE BARRIDO ELECTRONICO.

Siguiendo el análisis y para obtener información a detalle es necesario analizarlas en el MEB, con la finalidad de rescatar la mayor información.

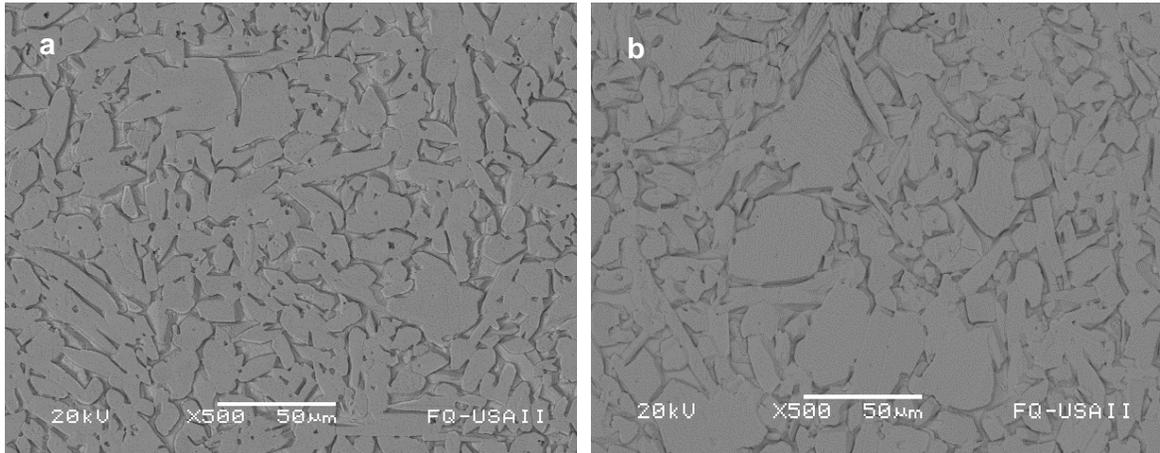


Figura 4.7. Microestructura, a) LACU, b) LACE

En la figura 4.7. se observan las microestructuras dendríticas y dendríticas celulares a mayor detalle de las muestras LACU y LACE anteriormente descritas. Las imágenes se tomaron con la señal de electrones retrodispersados que da información composicional de acuerdo a las tonalidades en la imagen, dichas tonalidades corresponden al número atómico de los elementos por lo que la distribución de los elementos es homogénea ya que no se ve variación en las tonalidades, esto se comprueba con el mapeo de los elementos Cu y Zn como se observa en la figura 4.8 de manera representativa para ambas muestras.

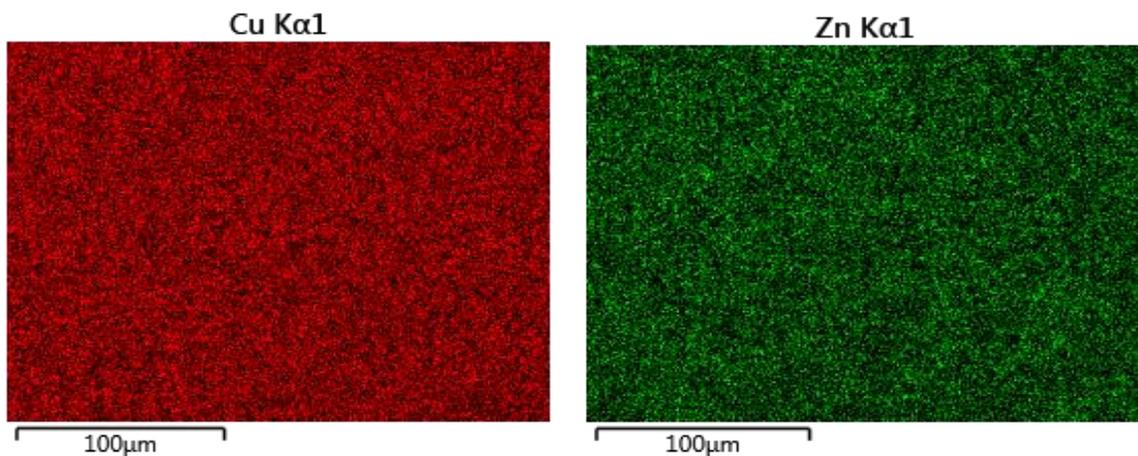


Figura 4.8.- Mapeo representativo de los elementos de Cu y Zn en el latón alfa

Con el fin de analizar posibles segregaciones en cada una de las velocidades de enfriamiento se realizaron microanálisis puntuales en las dendritas y en la fase interdendrítica, posteriormente se llevó a cabo un microanálisis lineal para estudiar la concentración de los elementos en las muestras.

En la figura 4.9 se muestran los microanálisis puntuales para la muestra LACE, el espectro 137 corresponde a una dendrita con un porcentaje en peso de 58.2% y 32.4% en Zn. El espectro 138 corresponde a la fase interdendrítica con un 48.3 % en peso de Cu y 39.2 % en peso de Zn, como consecuencia de la velocidad de enfriamiento el Zn enriquece a la fase interdendrítica que es el último líquido en solidificar, de acuerdo con la literatura al estar enriquecida esta fase algunos autores lo consideran como fase  $\beta$  en menor proporción, el latón sigue clasificado como latón alfa.

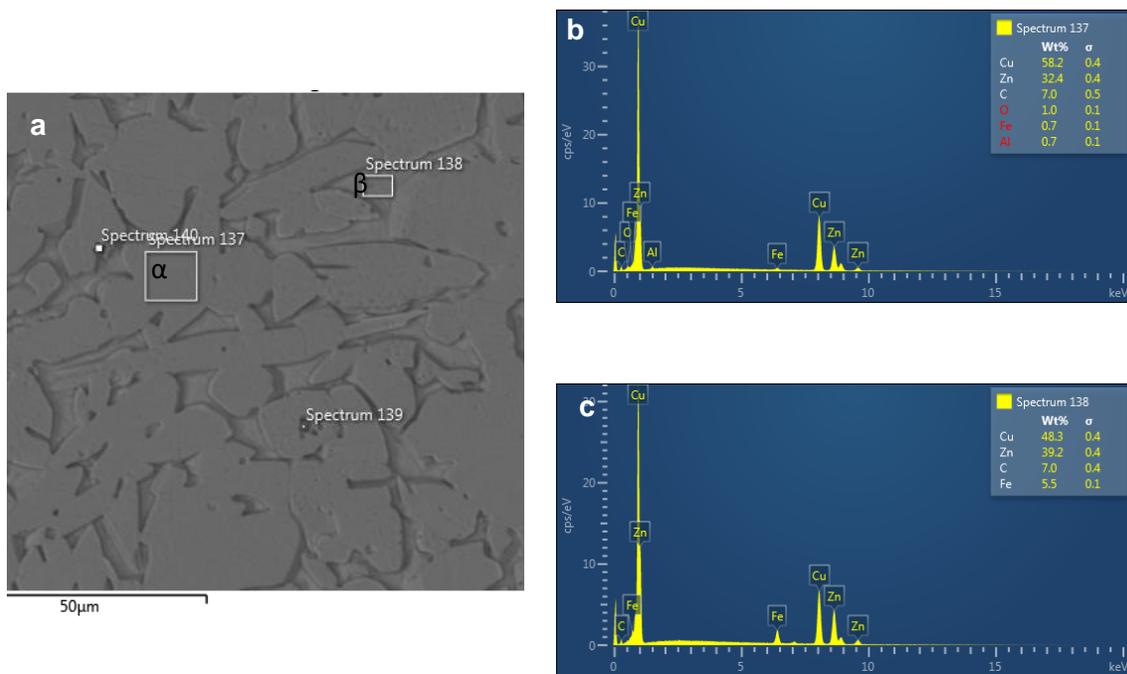


Figura 4.9. Microanálisis puntuales, a) imagen LACE, b) microanálisis en la dendrita, c) microanálisis en la fase interdendrítica.

---

Los microanálisis lineales se realizaron en el brazo primario de una dendrita (figura 4.10 a) y en un brazo secundario (figura 4.10 b) de la muestra LACE, se observó que la composición del Cu tiene un mayor porcentaje en el cuerpo de la dendrita, mientras que en la fase interdendrítica se observa un aumento en la composición del Zn, en ambos casos, en el brazo primario y en el brazo secundario.

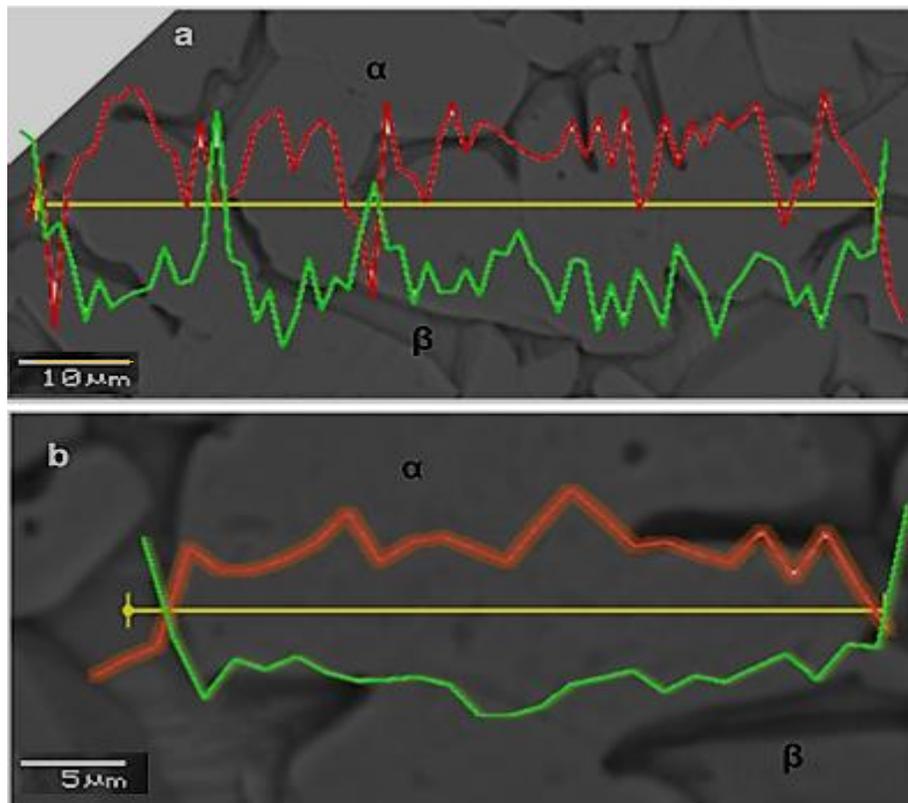


Figura 4.10.- Microanálisis lineales, a) brazo primario, b) brazo secundario.

En la tabla 4.4 se muestra la composición de las fases para la muestra LACE adquirida por el microanálisis lineal, la fase  $\beta$  corresponde a la zona interdendrítica con 44.52 % en peso de Zn, la fase alfa contiene un 34.66 % de Zn.

Tabla 4.4. Análisis de composición de las fases  $\alpha$  y  $\beta$  en LACE

Fase	%peso de Cu	%peso de Zn
$\alpha$	55.48	34.66
$\beta$	65.34	44.52

En la figura 4.11 se muestran los microanálisis puntuales para la muestra LACU, el espectro 132 corresponde a una dendrita con un porcentaje en peso de 67.3% y 24.8% en Zn. El espectro 133 corresponde a la fase interdendrítica con un 62.1 % en peso de Cu y 31.7 % en peso de Zn, como consecuencia de la velocidad de enfriamiento el Zn enriquece a la fase interdendrítica que es el último líquido en solidificar, sin embargo, los elementos para esta muestra son más homogéneos, por ejemplo, el contenido de Cu entre la dendrita y la fase interdendrítica tienen 5 unidades de diferencia.

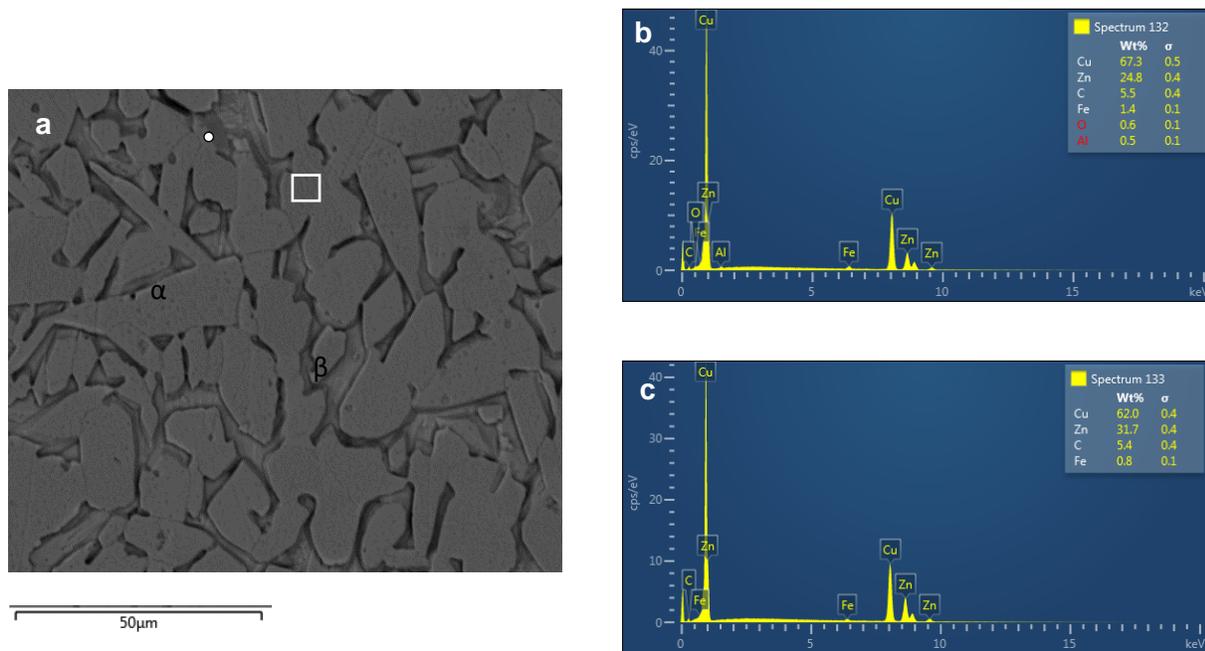


Figura 4.11. Microanálisis puntuales, a) imagen LACU, b) microanálisis en la dendrita, c) microanálisis en la fase interdendrítica.

---

Los microanálisis lineales se realizaron en el brazo primario de una dendrita (figura 4.12 a) y en un brazo secundario (figura 4.12 b) de la muestra LACU, se observó que la composición del Cu no tiene mucha variación en el cuerpo de la dendrita y fase interdendrítica, el aumento en la composición de Zn sigue la misma tendencia que la muestra LACE.

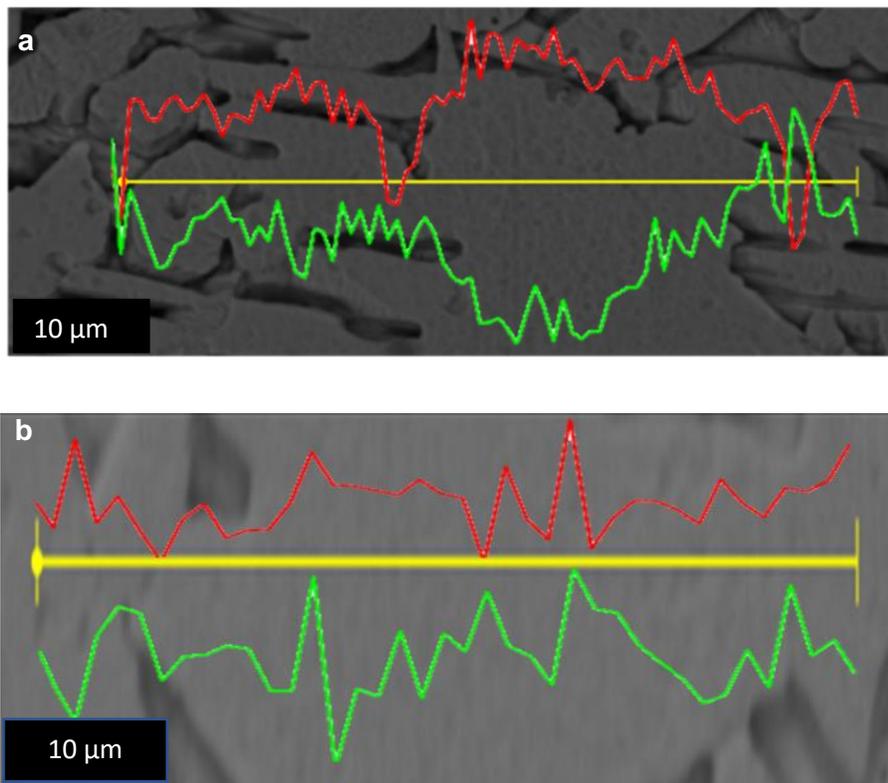


Figura 4.12.- Microanálisis lineales, a) brazo primario, b) brazo secundario.

En la tabla 4.5 se muestra la composición de las fases para la muestra LACU adquirida por el microanálisis lineal, la fase  $\beta$  corresponde a la zona interdendrítica con 43.82 % en peso de Zn y la fase alfa contiene un 36.93 % de Zn.

Tabla 4.5. Análisis de composición de las fases  $\alpha$  y  $\beta$  en LACE

Fase	%peso de Cu	%peso de Zn
$\alpha$	56.18	36.93
$\beta$	63.07	43.82

De manera general y de acuerdo a las velocidades de enfriamiento la composición en la muestra LACU es más homogénea, ambas muestras tienen segregación de Zn en la fase interdendrítica que de acuerdo a la composición esta fase se clasifica como fase  $\beta$ .

#### 4.5.-EVALUACIÓN DE ENSAYOS MECÁNICOS.

##### 4.5.1 ENSAYO DE TENSIÓN.

Las propiedades mecánicas se evaluaron en una prueba de tensión de una probeta en la máquina de ensayos universales INSTRON 4206, los valores obtenidos de la prueba de tensión se reportan en la tabla 4.6 en la que se incluyen las propiedades como especifica la norma ASTM E8M.

Tabla 4.6.- Resultados del ensayo esfuerzo-deformación

Corte	UTS (MPa)	E (GPa)	$\sigma_y$ (MPa)	$\sigma_{fractura}$ (MPa)	Deformación (%)	Reducción de área (%)
LACU	400±72.1	80.5±20.5	327±61.5	365.5±79.9	24	38
LACE	328±1.4	96.5±20.5	251.5±1.4	298.5±2.1	26	35

El latón alfa, en las dos velocidades de enfriamiento tiene una baja deformación con una reducción de área de 38% y un 35.6% para LACU y LACE respectivamente, sin embargo, el límite elástico es mayor en la muestra LACU.

---

En la figura 4.13 a) y b) se muestran las curvas de esfuerzo-deformación de las muestras LACE y LACU respectivamente, en cada una de ellas se observa la zona elástica del material, el punto de fluencia y la zona plástica del mismo. De acuerdo con la literatura [58], el latón alfa tiene una resistencia a la tensión de 300-900 MPa, el latón está dentro del rango de los valores según la norma UNS.

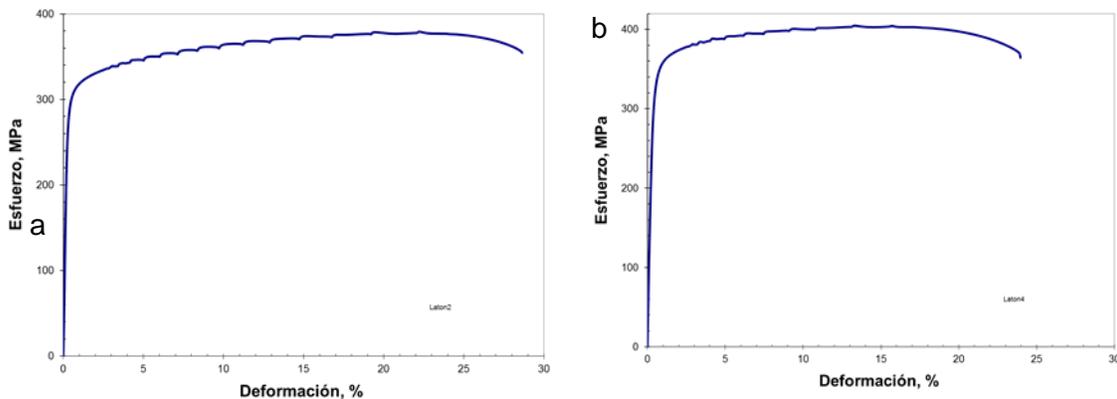


Figura 4.13.-Graficas de tensión, a) LACE b) LACU.

En la zona plástica de ambas muestras se presenta un fenómeno parecido al de Portevin-Le Chatelier [39] que ha sido reportado para las aleaciones de Cu-Zn durante la interacción de los sistemas de deslizamiento y las dislocaciones.

#### 4.5.2.-ENSAYO DE DUREZA VICKERS

Se evaluó la microdureza de las muestras en sentido transversal, realizando dos perfiles de dureza, medidas cada 100  $\mu\text{m}$  como se observa en la figura 4.14 para la muestra LACE y LACU, esta última muestra tiene un incremento de dureza en los primeros y últimos datos, de acuerdo con el esquema del lingote (figura 2.2) este incremento corresponde a la zona “chill”, en las siguientes zonas (columnar y equiaxial) la dureza es homogénea. Como se mencionó anteriormente y de acuerdo a los valores de dureza, aunque el ataque macro no reveló este esquema se asume un tamaño más fino en las orillas de la pieza.

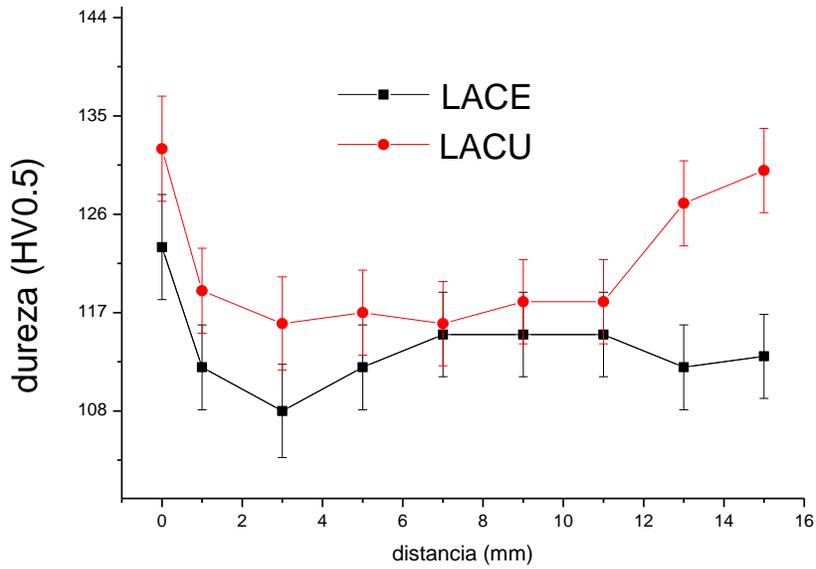


Figura 4.14. Perfiles de durezas Vickers para las muestras LACE y LACU.

El perfil de LACE presenta durezas más homogéneas, debido a que la velocidad de enfriamiento es más lenta, el grano de mayor tamaño y homogéneo.

Los valores de dureza están reportados en la tabla 4.7, los resultados obtenidos son:  $113.9 \pm 4.1$  HV<sub>0.5</sub> para el perfil de LACE y  $121.4 \pm 6.4$  HV<sub>0.5</sub> para el perfil de LACU.

Tabla 4.7. Valores de dureza para las muestras LACE y LACU.

Muestra	HV <sub>0.5</sub> promedio
LACE	$113.9 \pm 4.1$
LACU	$121.4 \pm 6.4$

De acuerdo a las propiedades reportadas en la literatura, el valor de dureza reportado es de hasta 89 HV, para un latón alfa [58].

De lo anterior se determina que existe un incremento en la dureza en aproximadamente un 9%, para LACU, la cual es homogénea en el centro de la pieza.

---

Al aumentar el contenido en Zn, aumenta la dureza de la aleación y también aumenta el contenido de la fase  $\beta$  (zona interdendrítica) que es de mayor dureza que la fase  $\alpha$ . Esto se puede interpretar basándose en los incrementos de dureza.

#### 4.5.3.- ENSAYO DE NANOINDENTACION.

Con el propósito de determinar la dureza de las fases  $\alpha$  y  $\beta$ , se han realizado ensayos de nanoindentación, Inicialmente y con objeto de distinguir fácilmente las fases  $\alpha$  y  $\beta$  se ha procedido a realizar mediciones en un área donde abarque las dos zonas (figura 4.15), los resultados de las medidas de nanodureza y módulo de elasticidad, fueron medidas con un indentador tipo Berkovich. Las propiedades mecánicas fueron evaluadas en las probetas de latón, los valores fueron obtenidos mediante el método de Oliver-Pharr a partir de las curvas de carga-desplazamiento que se muestran a continuación. Los resultados obtenidos se presentan en la Figura 4.16 y 4.17. Para evitar una gran dispersión de los resultados debido al efecto de las condiciones superficiales resultado del ataque químico (rugosidad), este análisis se realiza en las probetas pulidas a espejo.

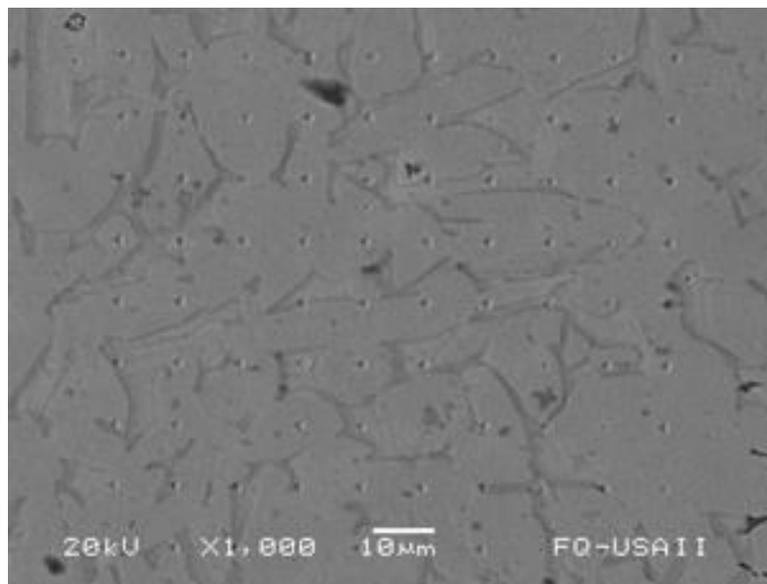


Figura 4.15.- Cuadrícula representativa de mediciones en nanoindentación.

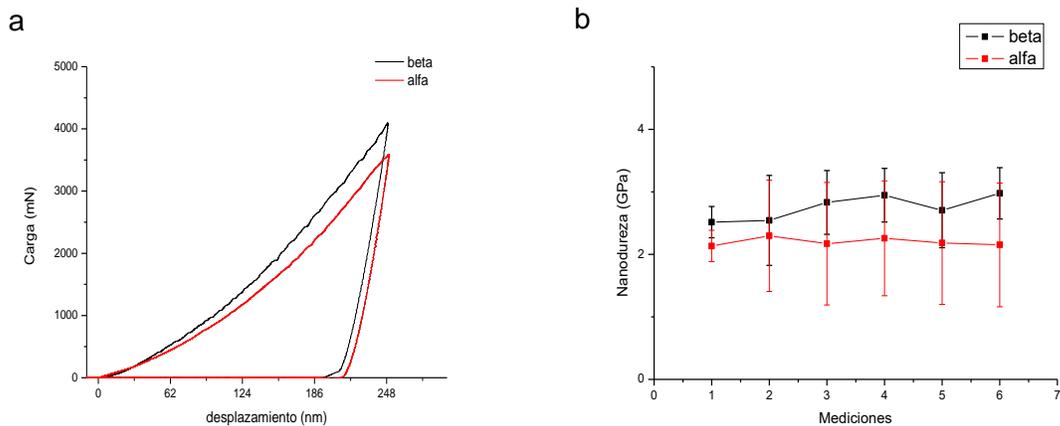


Figura 4.16.- Nanoindentación LACE, a) curvas D, b) nanodureza por fases

Las curvas de LACE son muy parecidas entre ellas, la fase alfa es la que presenta mayor ductilidad ya que la base de la curva está más pronunciada y tiene menor altura también, ambas curvas presentan ruido durante el proceso de carga y descarga, debido a la deformación del material. En la figura 4.16b se observan mediciones tomadas en las fases alfa y beta, donde las durezas entre ellas no difieren mucho ya que al tener una velocidad de enfriamiento más lenta favorece la homogenización de las propiedades incluso localmente como en este caso.

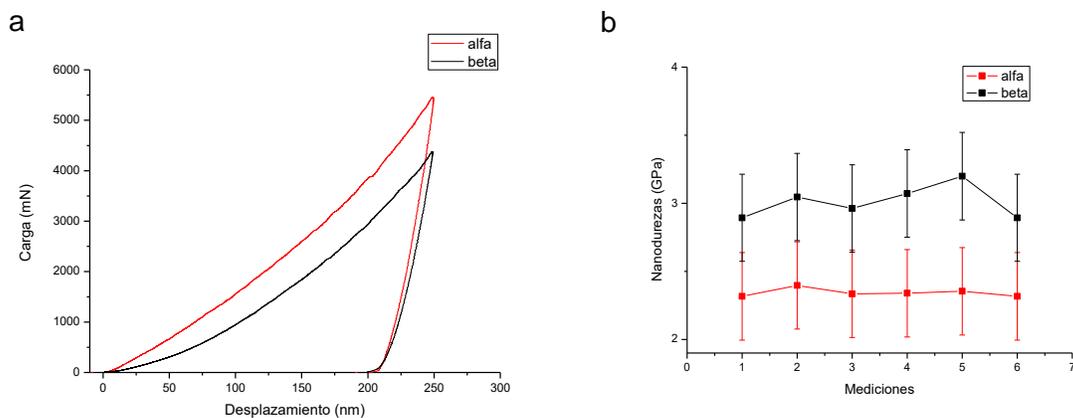


Figura 4.17.- Nanoindentación LACU, a) curvas D, b) nanodureza por fases

La figura 4.17 muestra una diferencia en las curvas donde la fase que presenta mayor ductilidad es la fase beta, sin embargo, la curva que corresponde a la fase alfa presenta el fenómeno de pop-in (cambio de rigidez en la muestra que provoca un escalón en la curva) aproximadamente a 3000  $\mu\text{N}$  para el primer escalón y cerca de los 4000  $\mu\text{N}$  para un segundo escalón asociando este fenómeno con el borde o interfase entre dendrita-fase Interdendrítica. En la figura 4.17b las durezas tomadas en las fases, estas muestran un incremento significativo en la fase beta, la segregación del Zn se ve incrementada ya que es el último líquido a solidificar.

Los resultados muestran que la fase  $\beta$  tiene una dureza mayor que la fase  $\alpha$  en todos los casos. También de manera general se muestran los resultados promedio de Nanodureza para cada una de las fases en la tabla 4.8 donde las fases presentaron mayor Nanodureza en la muestra LACU.

Para obtener el módulo de elasticidad de cada fase, se calcula el módulo elástico reducido  $E_r$  definido en función de la rigidez del contacto y la función de área de acuerdo con la ecuación 4.1 [59]:

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \beta E_r \sqrt{A} \quad \text{ec. 4.1}$$

Se utiliza el factor  $\beta=1$  para indentador Berkovich para tomar en cuenta el hecho de que se producen desplazamientos elásticos tanto en la muestra como en el indentador, esto se define como [59]:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad \text{ec. 4.2}$$

$$E = \frac{(1-\nu^2)}{\frac{1}{E_r} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i}} \quad \text{ec. 4.3}$$

Donde:

$E_r$ : Módulo elástico reducido

$E_i$ : Módulo elástico del indentador

$E$ : Módulo elástico de la muestra

---

$\nu$ : Relación de Poisson del latón

$\nu_i$ : Relación de Poisson del indentador de diamante

Por otro lado, la dureza de cada fase es definida como la relación entre la máxima carga aplicada y el área proyectada de la impresión del indentador, es decir:

$$H = \frac{P_{m\acute{a}x}}{A(H_c)} = 2.50 \text{ GPa} \quad \text{ec. 4.4}$$

Donde:

$H$ : Dureza del material

$P_{m\acute{a}x}$ : Carga máxima de indentación

$A(H_c)$ : Área de contacto

Tabla 4.8.- de valores de nanodureza para las muestras LACE y LACU

Muestra	Fase	E (GPa)	Nanodureza (GPa)
LACE	Alfa	93.3	2.25±1.92
	Beta	98.1	2.29±1.8
LACU	Alfa	102.7	2.33±0.32
	Beta	129.1	2.96±0.32

#### 4.5.4.- ENSAYO DE TENACIDAD A LA FRACTURA

Con el objetivo de estudiar la tenacidad de la fractura se realizó un ensayo de corrosión bajo tensión bajo la norma ASTM E-399, como se mencionó anteriormente se modificó la probeta CT para mantener la carga constante en probetas de corte longitudinal y transversal, se aplicó una fuerza de torque de 2.3 Nm a cada probeta para inducir el pre-agrietamiento como se muestra en la figura 4.18 y 4.19.

En la figura 4.18 se observa el pre-agrietamiento del corte longitudinal y transversal de la muestra LACE, a bajos aumentos el corte transversal fue la que opuso mayor resistencia al

---

agrietamiento, en la imagen a detalle (4.18d) no se observa ninguna grieta a diferencia del corte longitudinal que pre-agrietado con tres grietas la de mayor tamaño (círculo rojo) tiene una longitud aproximada de 60  $\mu\text{m}$  en la imagen a detalle se observa la grieta de mayor longitud y el esfuerzo plástico que se genera al aplicar la fuerza de torque, manifestándose con las líneas de deslizamiento planares correspondientes a los planos de deslizamiento característicos del latón.

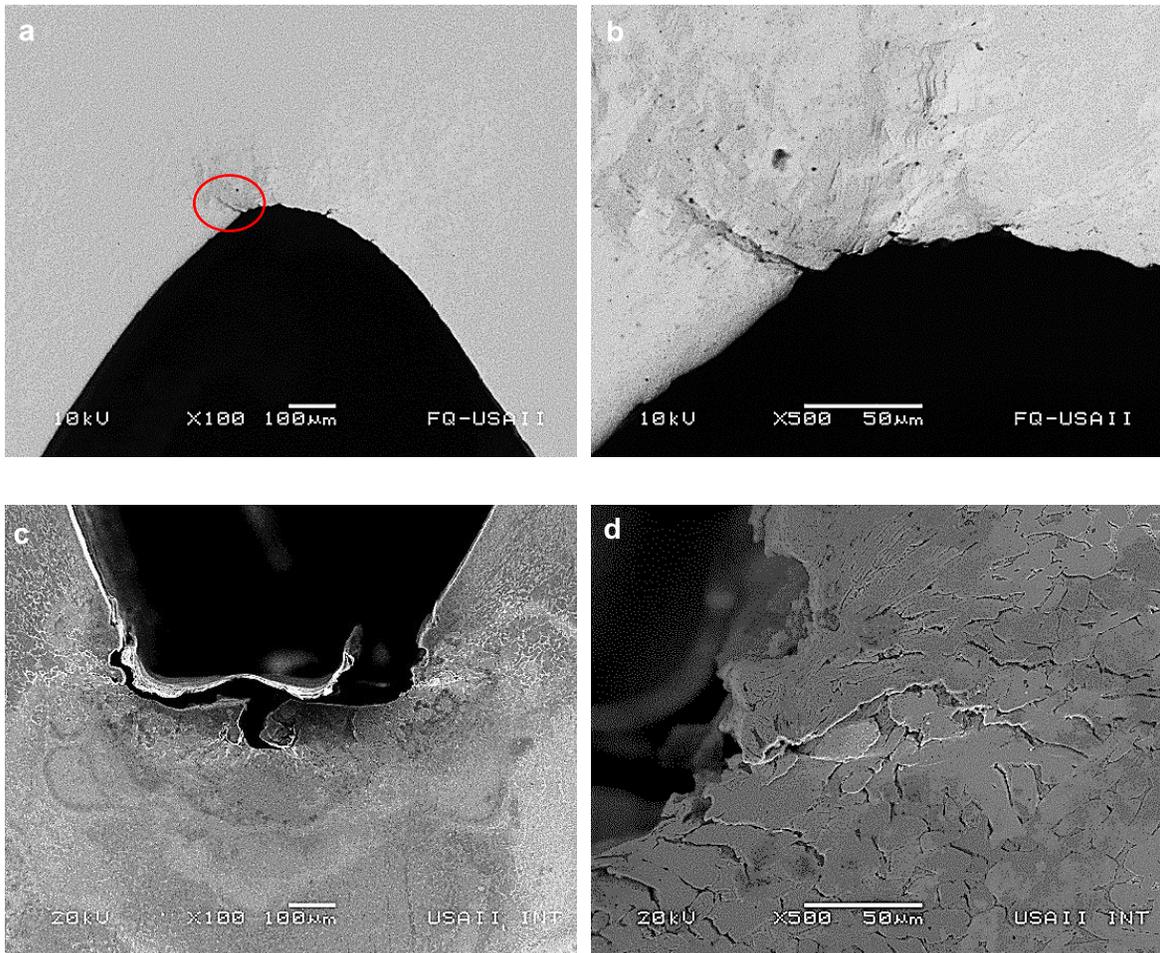


Figura 4.18.- Pre-agrietamiento, a) corte longitudinal, b) detalle de a, c) corte transversal, d) detalle de c.

De manera análoga en la figura 4.19 se observa el pre-agrietamiento del corte longitudinal y transversal de la muestra LACU, a bajos aumentos ambos cortes oponen resistencia al

---

agrietamiento, en la figura 4.19 a de acuerdo a la señal de electrones secundarios se muestran 4 posibles inicios de grieta siendo las zonas donde se ve la tonalidad más clara (ovalo rojo), la imagen a detalle (4.19b) se observa evidencia de deformación plástica que se genera al aplicar la fuerza de torque, en la figura 4.19c se observa 4 concentradores de esfuerzos que corresponden al maquinado de la muesca, aunque no hay presencia de grieta se observa el flujo plástico en cada uno de los concentradores (círculos rojos) en la imagen a detalle también se observa el flujo plástico correspondiente a los planos de deslizamiento característicos del latón.

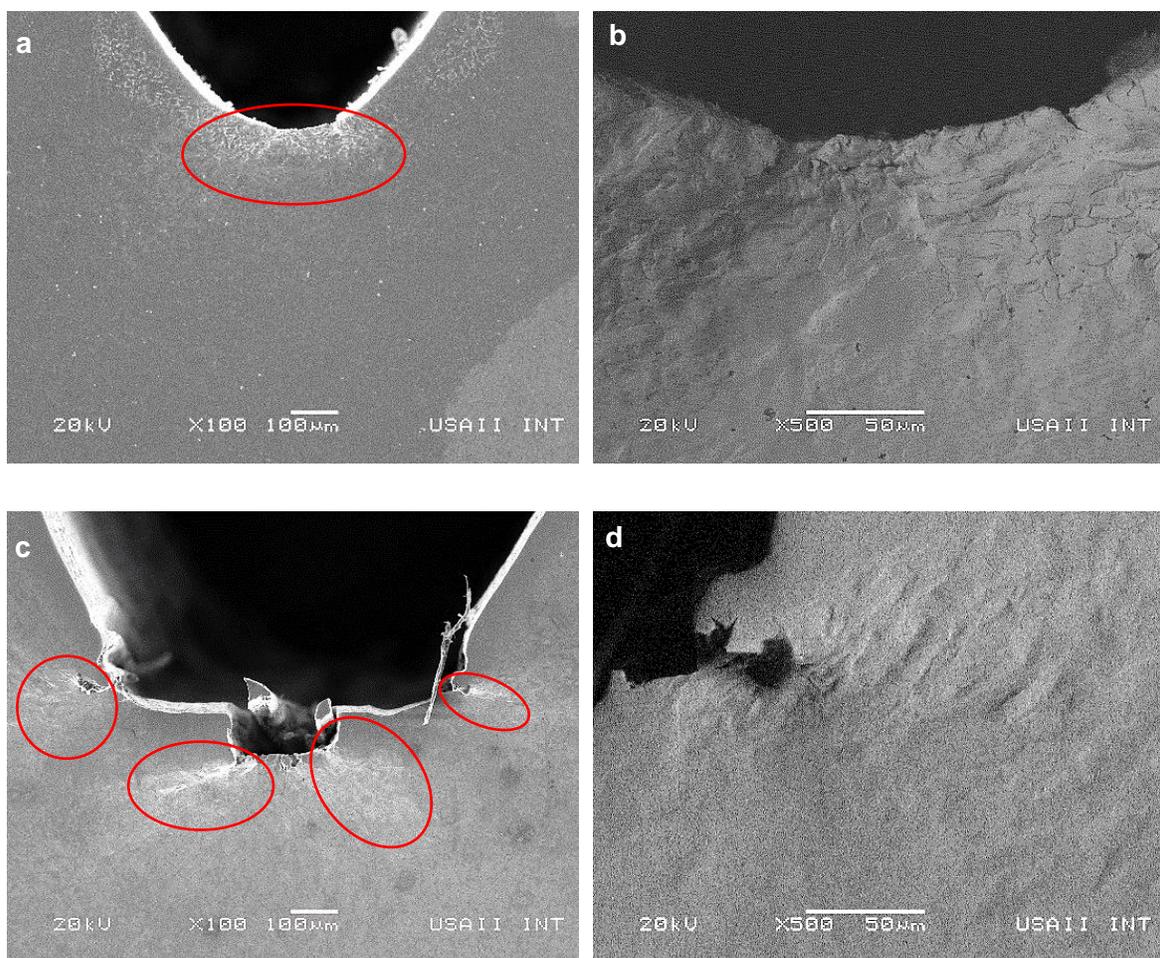


Figura 4.19.- Pre-agrietamiento, a) corte longitudinal, b) detalle de a, c) corte transversal, d) detalle de c.

---

Las muestras fueron monitoreadas hasta que el tamaño de grieta fuera constante al menos por 72 horas, los patrones finales de agrietamiento se muestran en la figura 4.20 y 4.22.

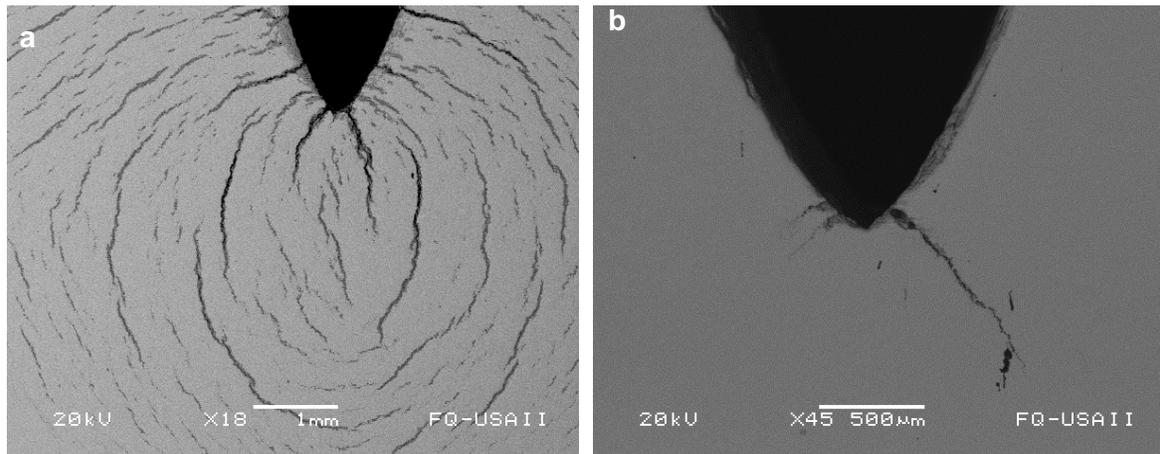


Figura 4.20 Agrietamiento final LACE, a) corte longitudinal, b) corte transversal.

En la figura 4.20 se observa el patrón de agrietamiento final que presentaron cada uno de los cortes de la muestra LACE, el corte transversal es la que opuso mayor resistencia a la tenacidad a la fractura después de estar sumergida en hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) 0.1 M por aproximadamente 15 días con una grieta de longitud de aproximadamente 2mm, sin embargo el corte longitudinal presentó un patrón circular de agrietamiento en un tiempo menor a 10 días, la norma ASTM E399 dice que la longitud de la grieta principal es la medida que se utilizara para el cálculo de  $K_{Ic}$  por lo que la longitud de la grieta para este corte fue de 1.5 mm aproximadamente. De acuerdo a la falta de orientación en el acomodamiento de las dendritas este patrón circular puede ser consecuencia del acomodamiento dendrítico, así como del borde de grano que se analizará más adelante.

El crecimiento de grieta consecuencia de la corrosión bajo tensión que sufrió el latón tiene un comportamiento tenaz, y es de tipo intergranular como se muestra en la figura 4.21.

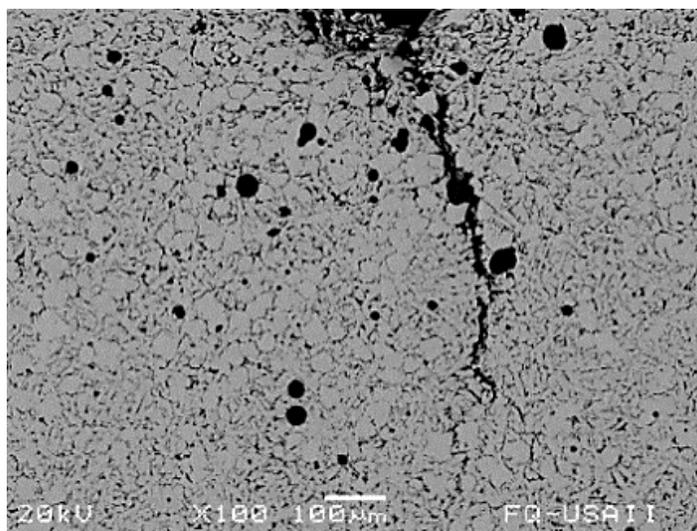


Figura 4.21.- Grieta intergranular de la muestra LACE.

En la figura 4.22 se observa el patrón de agrietamiento final que presentaron cada uno de los cortes de la muestra LACU, ambos cortes presentaron agrietamiento en un lapso de tiempo de 12 días después de estar sumergida en hidróxido de amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) 0.1 M, la longitud de la grieta para el corte longitudinal fue 1.5 mm aproximadamente y para el corte transversal la longitud es de 1.5 mm aproximadamente, también ambos cortes presentaron un patrón circular de agrietamiento en menor cantidad que la muestra LACE.

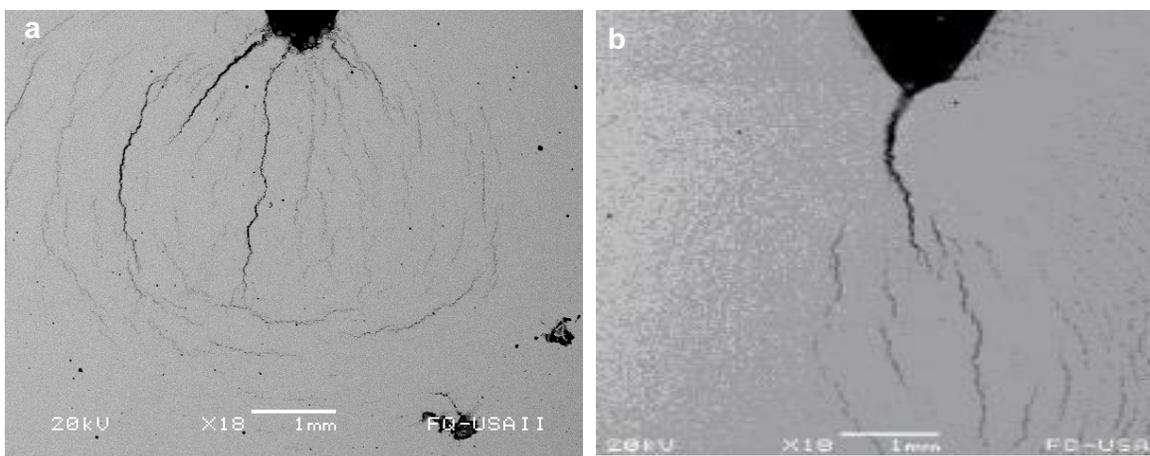


Figura 4.22 Agrietamiento final LACE, a) corte longitudinal, b) corte transversal.

En la figura 4.23 se muestra la grieta intergranular en la muestra LACU, de acuerdo a la literatura [60] la CBT en latones es intergranular de acuerdo al contenido de Zn en el latón.

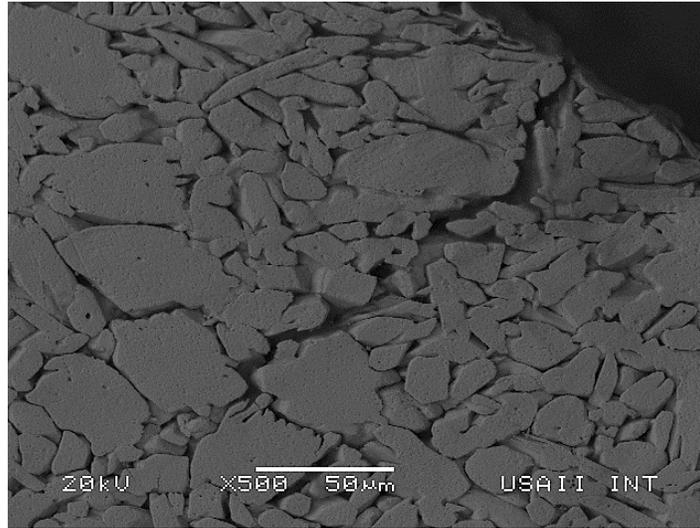


Figura 4.23.- Grieta intergranular de la muestra LACU.

Para el cálculo de  $K_{IC}$  (tenacidad a la fractura) se realizó como marca la norma ASTM E-399, para una muestra CT. Las ecuaciones utilizadas se muestran a continuación.

$$K_{IC} = \left( \frac{P_Q}{BW^2} \right) f \left( \frac{a}{W} \right) \quad \text{ec. 4.5}$$

$$\left( 2 + \frac{a}{W} \right) \left( 0.76 + \frac{4.8a}{W} - 11.58 \left( \frac{a}{W} \right)^2 \right) \quad \text{ec. 4.6}$$

$$f \left( \frac{a}{W} \right) = \frac{+ 11.43 \left( \frac{a}{W} \right)^3 - 4.08 \left( \frac{a}{W} \right)^4}{\left( 1 - \frac{a}{W} \right)^{\frac{3}{2}}} \quad \text{ec.4.7}$$

Donde:

$P_Q$  = Carga (N)

B= Espesor de la muestra (m)

---

W= Ancho de la muestra (m)

a = Longitud de la grieta (m)

Para calcular la carga aplicada a las probetas a partir del torque empleado, se utilizó la expresión de *Portland Bolt and Manufacturing Company (para tornillos)*. La cual relaciona:

$$MA = K * D * P_Q \quad , \quad P_Q = \frac{MA}{K * D} \quad \text{ec. 4.8}$$

Donde:

MA= Torque aplicado (N\*m)

D= Diámetro nominal (m)

P<sub>q</sub>= Precarga del tornillo (N)

K= Coeficiente de proporcionalidad del torque (adimensional)

A partir de las ecuaciones anteriores, se reportan los valores de K<sub>IC</sub> en la tabla 4.9 para el latón en los dos moldes de colada.

Tabla 4.9.- Valores de tenacidad a la fractura para LACE y LACU.

Concentración (M)	K <sub>IC</sub> (MPa m <sup>1/2</sup> )	
	Molde de acero	Molde de cobre
0.1	13.37	19.32

Los valores de K<sub>IC</sub> que se presentan en la tabla 1 para LACE y LACU muestran que la concentración 0.1M indica que presenta una resistencia al agrietamiento, sin embargo, en esta concentración (0.1M) el molde de cobre presenta un K<sub>IC</sub> mayor debido a la microestructura consecuencia de la solidificación.

---

#### 4.6.- ESTUDIO DE BORDE DE GRANO.

De acuerdo a estudios previos el estudio de la CBT no solo depende del medio corrosivo, las tensiones aplicadas, y el pre-agrietamiento, sino también de los defectos de la red, como los límites o bordes de los granos, actúan como barreras para el movimiento de dislocación, lo que da lugar a acumulación de dislocaciones que causan falta de homogeneidad y concentraciones locales de tensión. Para lo que se utilizó la técnica de EBSD para estudiar la orientación identificar fases etc.

De acuerdo a la literatura dependiendo del contenido de Zn el latón puede presentar diferentes fases, con características estructurales como grupo espacial, símbolo de Pearson etc., como se muestran en la tabla 4.9.

Tabla 4.9. Relación de composición-grupo espacial para el latón

<b>Fase</b>	<b>Composición at. % Zn</b>	<b>Símbolo de Pearson</b>	<b>Grupo espacial</b>
$\alpha$	0 a 38,3	cF4	Fm-3m
$\beta$	36,1 a 59,1	cI2	Im-3m
$\beta'$	44,7 a 48,2	cP2	Pm-3m
$\gamma$	57,0 a 70,0	cI52	I-43m

De acuerdo a la tabla 4.9, el latón alfa presentará un grupo espacial Fm-3m, sin embargo, para que el equipo pueda indexar las fases presentes en la aleación, y asegurar una indexación de las fases se realizó un refinamiento en el difractograma de DRX obteniendo la siguiente información. Se realizó una base de datos con todas las posibles fases en el latón alfa, después del refinamiento se agregó nuevas fases como se muestra en la figura 4.24 y en la tabla 4.10, una de las fases es la de Cu<sub>13</sub>Zn<sub>7</sub> reportada desde el 2003, la formación de esta fase se atribuye a la solidificación rápida como es el caso de este tipo de latón.

Tabla 4.10. Resultados método de Rietveld

Fórmula empírica	Estructura cristalina	Grupo espacial	Cartas cristalográficas
Cu Zn	Cubica	Pm-3m	00-002-1231
Cu <sub>0.64</sub> Zn <sub>0.36</sub>	Cubica	Fm-3m	00-050-1333
Cu <sub>13</sub> Zn <sub>7</sub>	Cubica	Fm-3m	01-077-7749
Cu <sub>0.7</sub> Zn <sub>0.3</sub>	Hexagonal	-	--

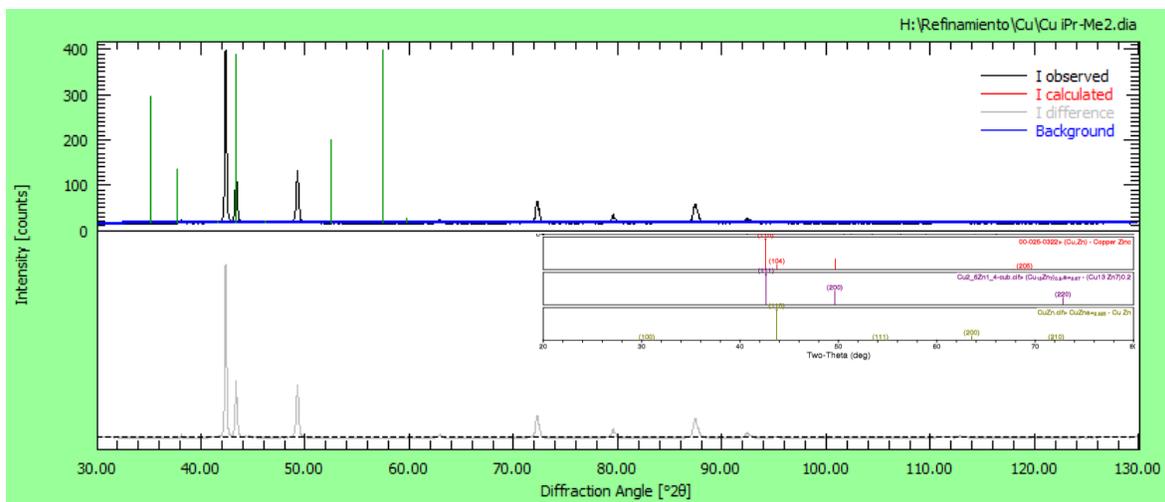


Figura 4.24.- Refinamiento por el método de Rietveld.

Estas nuevas fases se indexaron en el equipo obteniendo un índice del 95%, con esto se asegura que los patrones de kikuchi son confiables como se observa en la figura 4,25. A mayor nitidez de los patrones mejor la fiabilidad de los resultados, en la figura 4.25a se observa las bandas de kikuchi que el equipo toma como base para realizar los mapeos.

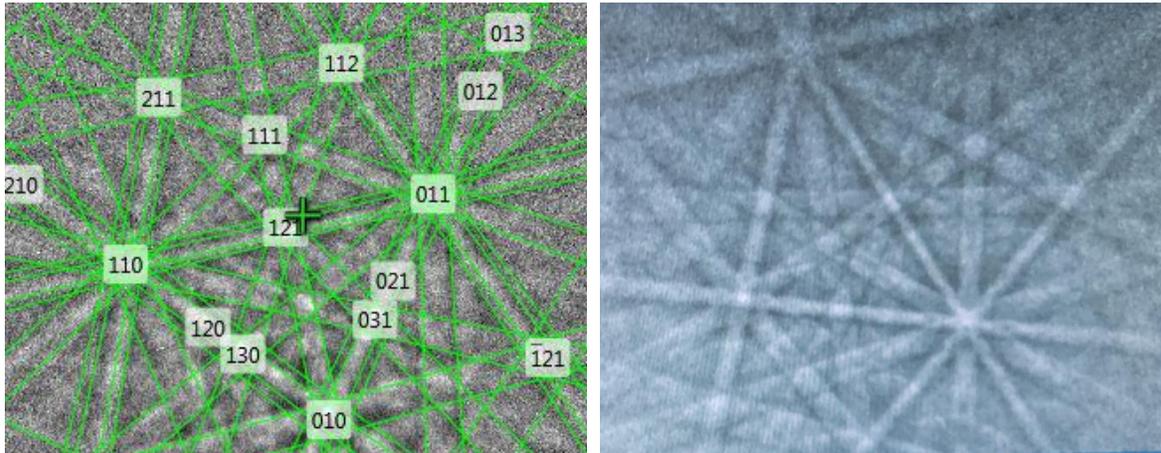


Figura 4.25. Patrones de Kikuchi para el latón alfa.

Posterior a la indexación de las fases se obtuvieron mapeos de manera representativa, se tomará el caso más extremo de agrietamiento que corresponde a la muestra LACE. El corte longitudinal que presenta el patrón de agrietamiento circular en la figura 4.26, se observa el mapeo de contraste donde se observa la estructura dendrítica con orientación aleatoria, también se observa la grieta (círculo rojo) que aparece con tonalidad negra ya que no cuenta con patrón para su adecuada indexación.

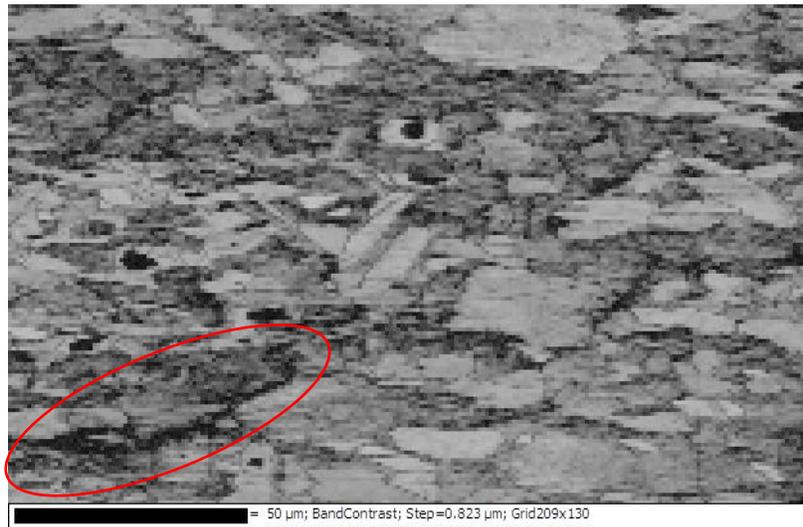


Figura 4.26.- mapeo de escala de grises muestra longitudinal LACE.

---

La figura 4.27 muestra el mapa de Figura inversa de polos (IPF) donde se observa el crecimiento de la dendrita en varias direcciones cristalográficas, como lo muestran los colores representativos para las orientaciones con respecto al eje normal (como describe la IPF) para las fases  $\text{Cu}_{13}\text{Zn}_7$  y  $\text{CuZn}$ . Esto se explica ya que no hubo una solidificación direccionada. También se observa que la grieta para este eje normal sigue la orientación cristalográfica 001- 111.

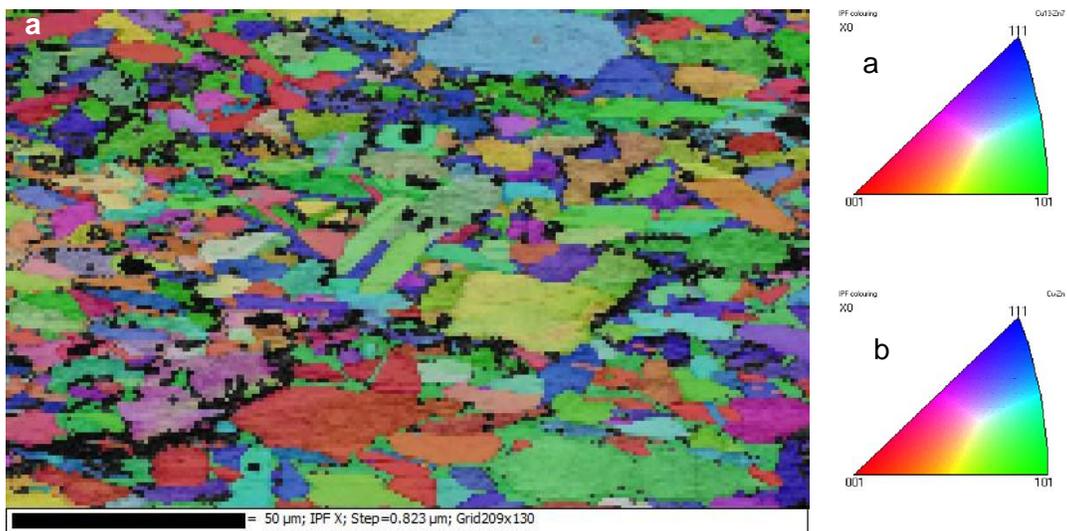


Figura 4.27.-a) Mapeo y figuras de polos, b) fase  $\text{Cu}_{13}\text{Zn}_7$ , c) fase  $\text{CuZn}$

Para identificar que fase es la que desvía la orientación de la grieta se realiza el mapeo de fases el color rojo corresponde a la fase  $\text{Cu}_{13}\text{Zn}_7$ , la fase amarilla corresponde a la fase  $\text{CuZn}$ , la falta de color rojo o amarillo en el mapeo es lo que no alcanzo a indexar el equipo. La fase que provoca el cambio de orientación es la fase de  $\text{CuZn}$  ya que cada que la grieta “topa” con esta fase cambia de dirección o para el crecimiento de grieta.

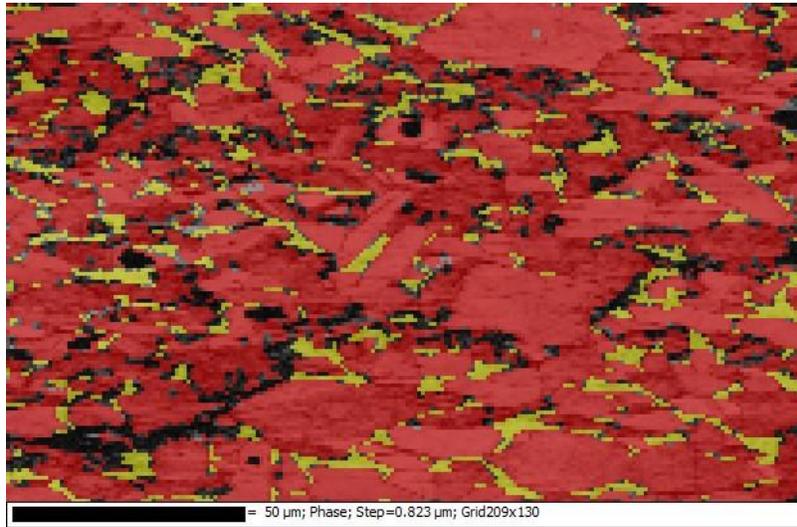


Figura 4.28.- Mapeo de fases para la muestra LACE

En la tabla 4.11 se detallan los porcentajes de cada fase del muestreo, la variación de las cantidades relativas de las fases entre los mapas analizados fue de  $\pm 28\%$ . Por último y verificando la información que proporciona el mapeo de fases, se realizaron las gráficas de orientación para verificar si son de bajo o alto ángulo para cada una de las fases (figura 4.29) la fase Cu<sub>13</sub>Zn<sub>7</sub> es de alto ángulo en su mayoría con un 80%, la fase CuZn tiene un porcentaje aproximado de 50% de alto ángulo.

Tabla 4.11. Cuantificación de Fases por EBSD

Fase	Porcentaje de Fase (%)
Cu <sub>07</sub> -Zn <sub>03</sub>	0.10
Cu <sub>13</sub> -Zn <sub>7</sub>	63.80
Cu-Zn	10.43

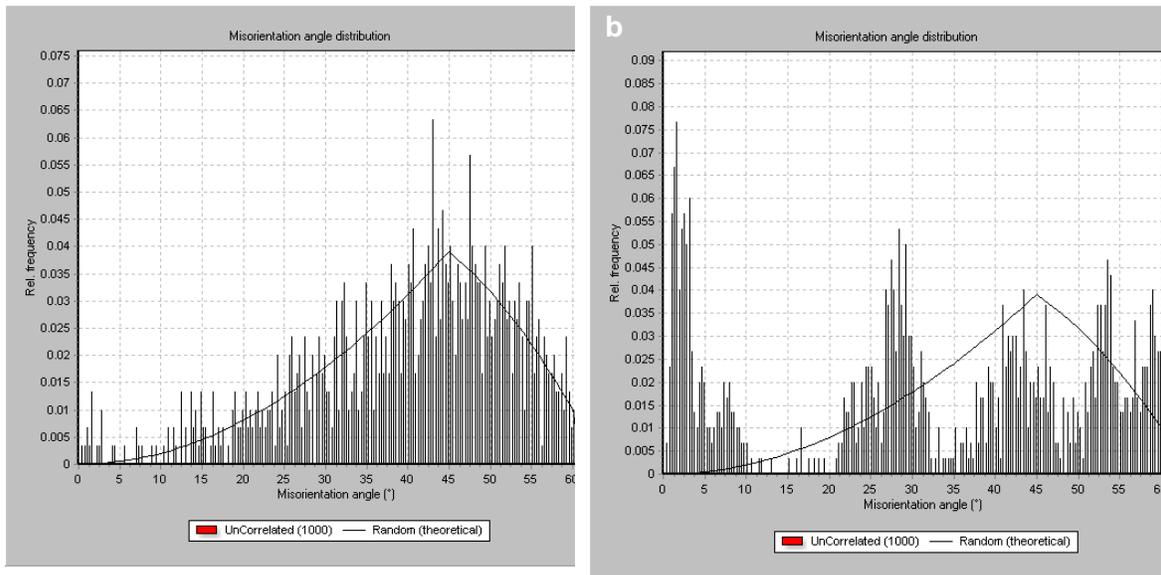


Figura 4.29.- graficas de orientación para las fases a) Cu<sub>13</sub>Zn<sub>7</sub> y b) CuZn.

El análisis de la información ya mencionada nos da permite decir que los ángulos bajos corresponden a los brazos dendríticos ya que en estudios anteriores se ha demostrado que los bordes de alto ángulo son los que oponen menor resistencia a la fractura

De manera análoga se obtuvieron mapeos de manera representativa se tomará el caso más extremo de agrietamiento que para la muestra LACU fue el corte longitudinal que presenta el patrón de agrietamiento circular en la figura 4.30 se observa el mapeo de contraste donde se observa la estructura dendrítica con orientación aleatoria, también se observa la grieta (círculo rojo) que aparece con tonalidad negra ya que no cuenta con patrón de indexación.

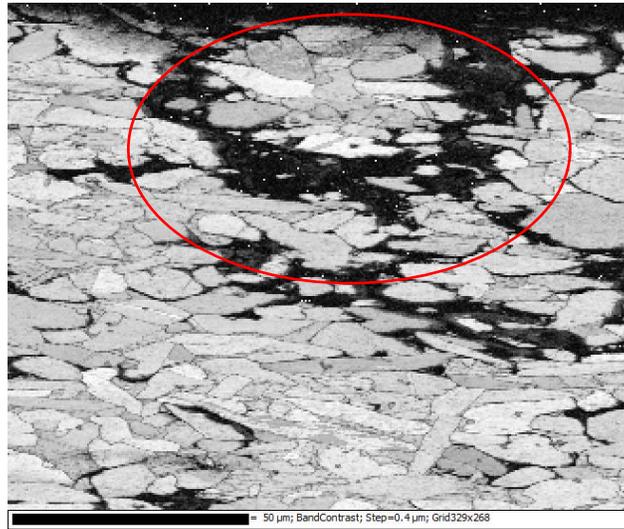


Figura 4.30.- mapeo de escala de grises muestra longitudinal LACE.

La figura 4.31 muestra el mapa de Figura inversa de polos (IPF) donde se observa el crecimiento de la dendrita en varias direcciones cristalográficas, como lo muestran los colores representativos para las orientaciones con respecto al eje normal (como describe la IPF) para las fases  $\text{Cu}_{13}\text{Zn}_7$  y  $\text{CuZn}$ . Esto se explica ya que no hubo una solidificación direccionada. También se observa que la grieta para este eje normal sigue la orientación cristalográfica 001-101 a diferencia de la muestra LACE.

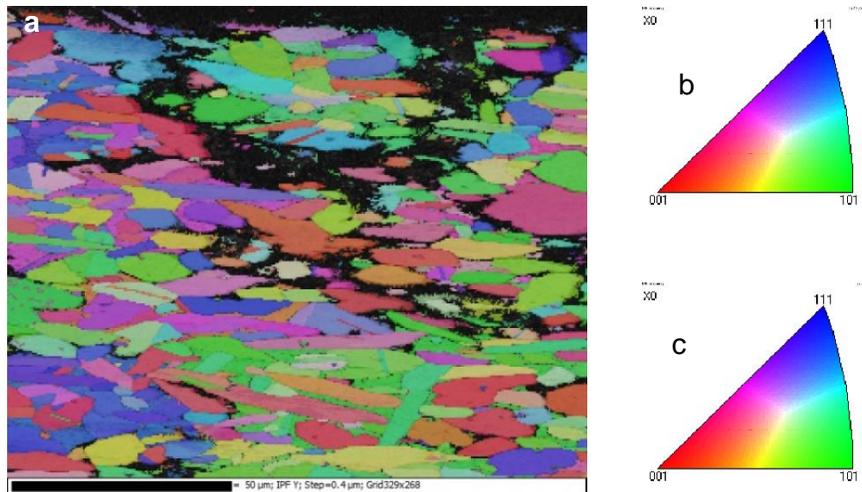


Figura 4.31.-a) Mapeo y figuras de polos, b) fase  $\text{Cu}_{13}\text{Zn}_7$ , c) fase  $\text{CuZn}$

---

Para identificar que fase es la que desvía la orientación de la grieta se realiza el mapeo de fases el color azul corresponde a la fase Cu<sub>13</sub>Zn<sub>7</sub>, la fase verde corresponde a la fase CuZn. La fase que provoca que se propague la grieta es la fase de CuZn ya que cada que la grieta “topa” con esta fase cambia de dirección o para la propagación de grieta.

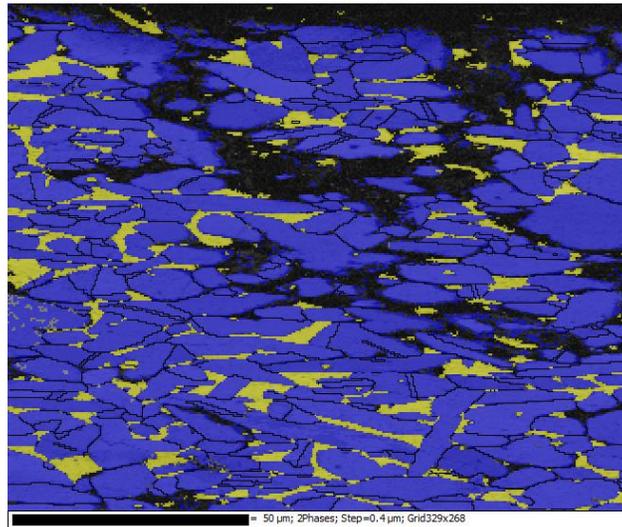


Figura 4.32.- Mapeo de fases para la muestra LACU

En la tabla 4.12 se detallan los porcentajes de cada fase del muestreo, la variación de las cantidades relativas de las fases entre los mapas analizados fue de  $\pm 15\%$ . Por último y verificando la información que proporciona el mapeo de fases, se realizaron las gráficas de orientación para verificar si son de bajo o alto ángulo para cada una de las fases (figura 4.32) la fase Cu<sub>13</sub>Zn<sub>7</sub> es de alto ángulo en su mayoría con un 80%, la fase CuZn tiene un porcentaje aproximado de 50% de alto ángulo.

Tabla 4.12. Cuantificación de Fases por EBSD

Fase	Porcentaje de Fase (%)
Cu <sub>13</sub> -Zn <sub>7</sub>	75.20
Cu-Zn	12.33

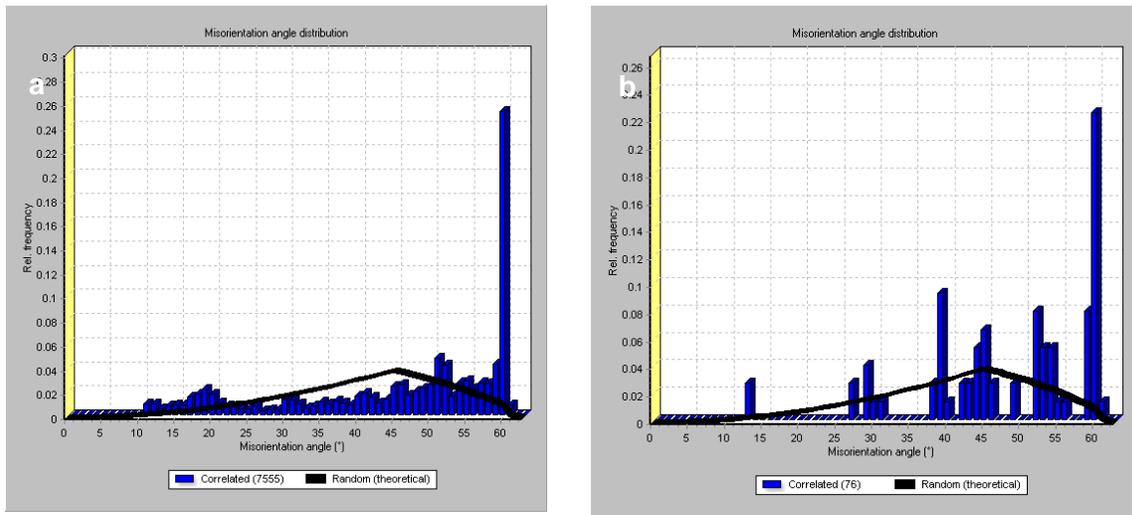


Figura 4.33.- graficas de orientación para las fases a) Cu<sub>13</sub>Zn<sub>7</sub> y b) CuZn.

Con la finalidad de corroborar que fase es de bajo o alto ángulo y que pueda favorecer o no la fractura para la muestra LACU las dos fases tienen un comportamiento de borde de alto ángulo con lo que al someterla a tensión y a un medio corrosivo se estaría favoreciendo la fractura.

De manera general la orientación de la fase Cu<sub>13</sub>Zn<sub>7</sub> cambia entre la muestra LACE y LACU como consecuencia de las diferentes velocidades de enfriamiento. Se sabe que el crecimiento dendrítico para estructuras FCC es en el plano 100 que corresponde a donde hay la mayor orientación en las muestras, la fase Cu<sub>13</sub>Zn<sub>7</sub> en ambas muestras tiene un comportamiento de alto ángulo por esta razón la propagación de la grieta rodea a esta fase y la fase CuZn al tener carácter de bajo ángulo es resistente a la fractura con lo que detiene la propagación y /o cambia la dirección.

Conforme a los resultados dados, donde la mayor parte de las dendritas dentro del grano muestra bajas desorientaciones y conforme a lo establecido por T. Watanabe, se puede predecir si la muestra fuera sometida a un proceso de fractura, esta es intergranular, ya que las bajas desorientaciones dan al material una mejor resistencia a la fractura al interior de los granos. Esto concuerda con el estudio realizado de CBT, si bien este análisis es válido

---

---

para materiales FCC, su aplicación al latón alfa es justificable ya que involucra una fractura localizada inducida y probablemente por la segregación de zinc en la fase interdendrítica.

---

---

# CAPITULO V

Conclusiones

---

## 5.- CONCLUSIONES

De acuerdo a las dos velocidades de solidificación para el latón alfa, la solidificación es lo suficientemente rápida para producir una microestructura mixta con una microestructura celular y dendrítica con un acomodamiento aleatorio.

La muestra LACE tiene propiedades homogéneas, incluso localmente con la nanodureza de la fase alfa y beta tienen un porcentaje de error menor a los valores mostrados por LACU.

De los ensayos de CBT ambas muestras presentan agrietamiento interdendrítico debido a la mayor concentración de Zn consecuencia de la segregación, en el último líquido en solidificar. Sin embargo, la muestra LACU presenta mayor resistencia al agrietamiento aun cuando tiene mayor concentración de Zn de acuerdo con los lineales en esta muestra, así como la relación de las propiedades mecánicas del latón como el límite elástico es inversamente proporcional a la tenacidad de la fractura.

Hay evidencia de direcciones cristalográficas preferenciales en las dendritas en las IPF, el latón tiene alta anisotropía como corresponde a una muestra anisotrópica no direccional.

Se identificó el parámetro de red correspondiente a la fase  $\text{Cu}_{13}\text{Zn}_7$  de alto ángulo y de bajo ángulo para la fase  $\text{CuZn}$  (50% de bajo ángulo), asociado a la mayor resistencia a la fractura y en relación a la segregación en la muestra, esto favorece la corrosión intergranular.

El modelo teórico del histograma de frecuencia de ángulo coincide con la fase  $\text{Cu}_{13}\text{Zn}_7$  con lo que su comportamiento se ajusta al de granos equiaxiales. Sin embargo, el desajuste con la fase  $\text{CuZn}$  concuerda con la estructura dendrítica.

La microestructura presente en ambas aleaciones solidificadas difiere en su orientación de crecimiento preferencial de la microestructura dendrítica de acuerdo a las IPFy, por lo tanto, en sus propiedades mecánicas.

---

---

# CAPITULO VI

## Referencias Bibliográficas

---

## 6.-REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ASTM B 601, Standard Practice for Temper Designations for Copper and Copper Alloys Wrought and Cast, 10<sup>o</sup> edition 1991.
- [2] MURPHY, A. J. Fundición de los Metales no Férreos, Madrid, Ed. Tecnos S. A., 514-516.
- [3] Edwin Ponciano Mora Pozo, Edgar Venegas Ledo, Caracterización del Latón, Revista Metalúrgica No 30, 2011.
- [4] *J. W. Christian*. The Theory of phase Transformations in metals and alloys. Pergamon Press Oxford (1975) págs 325 -374.
- [5] *D. A. Porter*, Phase Transformations in Metals and Alloys, Edi. Van Nostrand Reinhold, USA, 1981
- [6] *G. Friedel*, Grain Boundary Structure and Properties, Edi. Academic Press, USA, 1976.
- [7] *G. Hasson, C.*, Grain Boundary Structure and Properties, Edi. Academic Press, USA, 1976.
- [8] Rodolfo Mannheim, Jorge Garín Y Felipe Gutiérrez, Estudio comparativo de barras de latón al plomo para procesos de forja en válvulas de gas de 5 litros, CONAMET/SAM-2008
- [9] J. Campbell, "Castings", 1991, Butterworth Heinemann.
- [10] F. Estevez Alcaraz, A. García Hinojosa and A. Hernández García, Analysis of dendritic growth in castings alloys A356 with Cu and modified with Sn by: optical microscopy, pole figures, Supplemental Proceedings, Vol. 3, General Paper selections (2009), The Minerals, Metals and Materials Society, p.839-846.
- [11] Li Y. And Wei P., Applied research of fracture for brass in extra-low cycle rotating bending fatigue, Engineering Materials, 297-300 (2005) pp. 1139-1145.
- [12] Níco López, Daniel Reyes Benavides, Determinación de factores que generan corrosión en tubos de latón en condensadores de la Refinería, congreso La Habana 2018

- 
- [13] K.T. Aust and G. Palumbo, Trans. Japan Inst. Metals, 27,995 (1986).
- [14] T. Watanabe, Metall. Trans. "A", 14A, 531(1983).
- [15] T. Watanabe y S. Tsurekawa, "The control of brittleness and development of desirable mechanical properties in crystalline systems by grain boundary engineering", Acta Materialia, Vol 47, No. 15 (1999), p. 4171-4185
- [16] T. Watanabe and S. Tsurekawa, "Toughening of brittle materials by grain boundary engineering", Materials Science and Engineering A, Vol. 387-389 (2004), p. 447-455.
- [17] R.K. Bandari, S.G. Chowdhury, N. Narasaiah, B. Mahato and S.K. Das, Role of Grain Boundary Character Distribution on Tensile Properties of 304L Stainless Steel, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 38A, May (2007), pag. 1136-1143.
- [18] Materiales para forja, Aleaciones cobre- zinc (latones) CDU 669.35, 1971 Ed. Conseil International Pour Le Development Du Cuvier.
- [19] ASM Handbook volume 2, Properties and selection: Nonferrous Alloys and Special Purpose Materials, 10<sup>o</sup> edition 1991.
- [20] Juan César Farías Aguilar, Mejoramiento de las propiedades mecánicas del estuche de latón 70/30 empleado en cartuchería militar, Tesis, INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL 2011
- [21] *The Brasses properties and applications*. Inglaterra. Copper development asociation (2005).
- [22] Francisco Javier Merino Caballero Pilar Fuentes Castañeda, Propagación de Grietas por Corrosión Bajo Esfuerzo en Condiciones de Reactor de Agua en Ebullición (BWR). Congreso, Cancún México, July 11-14, 2004
- [23] Graciela Álvarez, Patricia Lapitz, Silvia Fernández, José R. Galvele, Efecto del Potencial Sobre la Corrosión Bajo Tensión de Latón -  $\alpha$  en Soluciones De  $\text{NaNO}_2$ , revista Materia, vol. 8, N.º 4 (2003) 321 – 331

---

[24] A. Kadłuczka, M. Mazur, The effect of deformation on stress corrosion of brass, ARCHIVES of FOUNDRY ENGINEERING ISSN (1897-3310) Volume 10 Special Issue 3/2010,141 – 144

[24] Yichsy Rivera-Beltrán, Briseida Fernández-García, Silio López-Guerra, Jorge L. Gómez-Pascual y Miguel Cabrales-Fruto, Análisis de falla en tubos de latón en contacto con gas licuado de petróleo, Revista CENIC Ciencias Químicas, Vol. 44, pp. 49-56, 2013.

[25] Christian Salles, Diego P. Delfino y Martín H. Marchena, INFLUENCIA DEL GRANALLADO EN LA RESISTENCIA A LA CORROSIÓN BAJO TENSIÓN DE TUBOS DE INCOLOY 800, SAM conamet san Carlos de Bariloche, buenos aires argentina, 2018

[26] Verhoeven., Fundamentals of physical Metallurgy, John Wiley and Son, USA

[27] Kurz, Wisner, D fundamentals of Solidification, Trans Tech Publications, Suiza,1992

[28] Martín I. Idiart, Ana E. Scarabino y Mario A. Storti, Análisis de la resistencia de una microestructura de solidificación dendrítica equiaxial Mecánica Computacional, Vol. XXXV, págs. 1905-1916 (artículo completo) (Eds.) La Plata, 7-10 noviembre 2017

[29] ASM Handbook vol.15 ASM Handbook, Volume 15, Casting was converted to electronic files in 1998. The conversion was based on the fourth printing (1998).

[30] J. W. Christian. The Theory of phase Transformations in metals and alloys. Pergamon Press Oxford (1975) págs. 325 -374

[31] D. Askeland, Ciencia e Ingeniería de los Materiales, Ed. Thomson, Cuarta edición, México, 2004.

[32] G. Friedel in P.H. Pumphrey, Grain Boundary Structure and Properties, Edi. Academic Press, USA, 1976.

[33] Shigeaki Kobayashi, Sadahiro Tsurekawa and Tadao Watanabe, A new approach to grain boundary engineering for nanocrystalline materials Beilstein J. Nanotechnol. 2016, 1829–1849.

- 
- [34] Lin, P.; Palumbo, G.; Harase, J.; Aust, K. T. Coincidence Site Lattice (CSL) Grain Boundaries and Goss Texture Development in Fe-3% Si Alloy. *Acta Mater.* 1996, 44, 4677–4683.
- [35] Gertsman, V. Y.; Bruemmer, S. M. Study of Grain Boundary Character along Intergranular Stress Corrosion Crack Paths in Austenitic Alloys. *Acta Mater.* 2001, 49, 1589–1598.
- [36] Chun, H.; Na, S. M.; Mudivarthi, C.; Flatau, A. B. The Role of Misorientation and Coincident Site Lattice Boundaries in Goss Textured Galfenol Rolled Sheet. *J. Appl. Phys.* 2010, 107, 09A960.
- [37] Diaz, Y, “evaluación de la microestructura de solidificación de la aleación multicomponente Al5.7SiCu0.47Fe”, tesis, maestría en ingeniería de materiales, universidad simón bolívar “2003
- [38] Escobedo J “computer aided cooling analysis (CA-CCA), applied to an Al-Si System”, *Light Metals* (1997)
- [39] Fredriksson, H y Rogberg, B., “thermal analysis for interpretation of solidification cycle” *Metal Science* (1979)
- [40] Méndez, L., “Diseño y construcción de un sistema enfriante para producir solidificación direccional”, tesis, Ingeniería de materiales, universidad simón Bolívar, (1999)
- [41] M. Aball, J. López Ruiz, JM. Badia y P. Adeva, “Microscopia Electrónica de Barrido y Microanálisis por Rayos X”, Consejo Superior de investigaciones científicas, Madrid, 1996
- [42] Ángel Manzuelas Esteban, Caracterización por difracción de rayos x de etéreo estructuras de semiconductores 111-y. aplicación al diseño de superredes tensadas para epitaxias de gas/si, tesis, centro nacional de microelectrónica, Madrid, 1992
- [43] *Joseph I. Goldstein, Dale E. Newbury, Patrick Echlin, David C. Joy, Charles E. Lyman, Eric Lifshin, Linda Sawyer, Linda Sawyer, third edition, Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, Kluwer Academic/Plenum Ft.t-fish”(2003)*

- 
- [44] Adam J. Schwartz Mukul Kumar Brent L. Adams David P., *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, Field Second Edition,
- [45] Dairo Hernán mesa Grajales, Principios y aplicaciones de la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD, Electron Back-Scattering diffraction, Informador Técnico (Colombia) Vol. 74, diciembre 2010, p 64 – 74
- [46] Barbra L. Gabriel, *SEM: A user's manual for materials science*, EUA, ASM, (1985).
- [47] ASTM E415-08 Standard Test Method for Atomic Emission Vacuum Spectrometric Analysis of Carbon and Low-Alloy Steel.
- [48] ASTM E 92-82 Standard Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials
- [49] Anthony C. Fischer-Cripps. (2000) *Introduction to Contact Mechanics*. Springer Verlag New York, Inc
- [50] ASTM International. (1997) *E 399-90 Standard Test Methods for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials*. Estados Unidos.
- [51] Marcos Antonio Bergant, Evaluación de tenacidad a la fractura e integridad estructural de tubos de generadores de vapores nucleares, tesis, Instituto Balseiro Universidad Nacional de cuyo Comisión Nacional de Energía Atómica, Argentina, abril 2016
- [52] ASTM G1-103 “standards practice for preparing, cleaning, a test specimen”
- [53] ASTM International. (2001) E 8-00b Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. Estados Unidos.
- [54] D. Alfredo Sanz Hervás, Desarrollo de un Modelo Teórico para la Interpretación de Difractograma de Rayos X de Alta Resolución, Tesis, Madrid, Julio de 1995.
- [55] BIRAT, J.B., MARCHIONNI, CH., Caracterización de latones obtenidos por colada continua Continuous casting: past present and future. 5th European Continuous Casting Conference, ECC2005, june 2012, Nice France

---

[56] José Roberto Benavides Treviño, Estudio de la solidificación de un hierro nodular, tesis, ciudad universitaria julio de 2011

[57] Serope Kalpakjian, Steven R. Schmid, Manufactura, ingeniería y tecnología, cuarta edición.

[58] Edwin Ponciano Mora Pozo. Ing. Edgar Venegas Ledo, Caracterización del Latón, Revista Metalúrgica No 30, 2011.

[59] M. I. Jesús Antonio Bencomo Cisneros (2014) *Análisis de la anisotropía en fibras de carburo de silicio mediante ensayos de micro tensión y nanoindentación y simulación teórica*". Tesis de Doctorado, Centro de Investigaciones en Materiales Avanzados, S.C Departamento de Posgrado.

[60] I. R. Kramer, B. Wu And C. R. Feng, Dislocation Distribution in Transgranular Stress Corrosion Cracking of Naval Brass, University of Maryland, College Park, MD 20740 (U.S.A.), (Received June 10, 1985; in revised form January 4, 1986)

[61] T.W. Caldwell, A.J. Campagna, M.C. Flemings, R. Mehrabian, Metallurgical transactions B, Vol. 8B, June (1977) pag 216-270.