



**CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DE ESTUDIOS AVANZADOS  
DEL INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**

**UNIDAD SALTILLO**

**“Evolución de la textura cristalográfica en la  
aleación Nb-1Zr procesada por ARB”**

**Tesis que presenta**

Ing. Juan Emilio Rey Castañeda

Para obtener el grado de

**Maestro en Ciencias**

en la Especialidad de

**Ingeniería Metalúrgica**

**Directores de Tesis:**

Dr. Francisco Alfredo García Pastor

Dr. Sergio Alfonso Pérez García



## **DEDICATORIA**

Con infinito amor y gratitud dedico esta tesis a quienes han sido mi gran soporte en toda mi trayectoria escolar, mis padres, Emilia y Juan.

A lo largo de este arduo y apasionante camino, su apoyo incondicional ha sido mi mayor fortaleza y fuente de inspiración. Su guía, aliento y sacrificio han sido pilares fundamentales en mi crecimiento académico y personal. Juntos, han sido mi mayor motivación y mi mayor orgullo. Cada logro que he alcanzado ha sido posible gracias a su amor incondicional y dedicación. Son mi mayor inspiración y modelo por seguir.

Esta tesis es un testimonio de nuestro trabajo en equipo y del legado que han dejado en mí. Espero que se sientan orgullosos de los frutos de su esfuerzo y amor, ya que cada paso que he dado en este camino ha sido guiado por sus valores y enseñanzas.

Gracias por creer en mí cuando dudaba de mis propias capacidades. Esta dedicación es un pequeño gesto para expresar mi eterna gratitud y amor hacia ustedes.

## AGRADECIMIENTOS

A Dios, mi guía espiritual, por permitirme seguir disfrutando la vida y por bendecirme con la oportunidad de llegar hasta donde estoy.

Al Consejo Nacional de Humanidades, Ciencias y Tecnologías (CONAHCYT) por el apoyo económico otorgado durante mi estancia en la maestría.

Al CINVESTAV Unidad Saltillo, por la oportunidad de pertenecer a esta comunidad estudiantil, por todos los conocimientos adquiridos y por ser mi hogar estos últimos dos años.

Al Dr. Francisco Alfredo García Pastor y al Dr. Sergio Alfonso Pérez García, mis directores de tesis, a quienes agradezco infinitamente por su tiempo, su dedicación y su gran conocimiento aportado en el desarrollo de esta tesis.

Al Dr. Armando Salinas Rodríguez y al Dr. Arturo Juárez Hernández, por sus acertados comentarios en las presentaciones de avances, lo que conllevó un mejor enfoque y enriquecimiento en la investigación y por su valioso tiempo dedicado a la revisión del presente documento.

A mi familia, por siempre creer en mí. Por impulsarme a seguir superándome cada día más y porque con su amor he superado cada obstáculo.

A los buenos amigos y compañeros de laboratorio que encontré en esta Unidad, los cuales hicieron que mi etapa de maestría fuera mucho más sencilla y divertida; Meritxell, Juan, Sergio, Alan, Juan Carlos, Antonia, Francisco y Javier, infinitas gracias.

Finalmente, a todos los encargados de laboratorio y personal administrativo; Teodoro, Miguel, Sergio, Rogelio, Socorro, Paula, Ma. Guadalupe, pero un especial agradecimiento a Felipe, por su paciencia y tiempo en la realización de los análisis de EBSD.

*... take the moment and taste it,  
you've got no reason to be afraid.*

# CONTENIDO

<b>CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>1</b>
1.1    Objetivo general .....	2
1.2    Objetivos específicos.....	2
<b>CAPÍTULO II. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>3</b>
2.1    Materiales biocompatibles.....	3
2.2    Niobio y sus aleaciones. ....	4
2.2.1    Generalidades.....	5
2.3    Deformación plástica severa.....	7
2.3.1    Unión por rolado acumulativo (ARB) .....	8
2.4    Microestructuras de deformación .....	10
2.5    Texturas y su representación .....	13
2.5.1    Figuras de Polos.....	14
2.5.2    Figuras de Polos Inversas .....	14
2.5.3    Distribución de densidad de orientación (ODF).....	15
2.5.4    Texturas de deformación .....	17
2.6    Difracción de Rayos X (DRX) .....	19
2.7    Difracción de electrones retrodispersados (EBSD).....	20
2.7.1    Desorientación de los límites de grano.....	20
2.8    Trabajos relacionados .....	21
<b>CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL .....</b>	<b>23</b>
3.1    Caracterización de la composición química .....	24
3.2    Seccionamiento de muestras a procesar. ....	24
3.3    Preparación superficial y procesamiento por ARB. ....	25

3.4 Caracterización microestructural .....	27
3.5 Microdureza Vickers .....	28
3.6 Macrotextura .....	29
3.7 Microtextura .....	30
<b>CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y ANÁLISIS .....</b>	<b>32</b>
4.1 Evolución de la microestructura mediante el procesamiento. ....	32
4.2 Evolución de la dureza mediante el procesamiento de ARB. ....	36
4.3 Análisis de la macrotextura superficial .....	38
4.4 Comportamiento de la anisotropía elástica. ....	45
4.5 Microtextura a través del espesor. ....	47
4.5.1 Material de llegada ( $\epsilon_{eq} = 0$ ).....	47
4.5.2 Primer paso de procesamiento ( $\epsilon_{eq} = 0.8$ ). ....	49
4.5.3 Segundo paso de ARB ( $\epsilon_{eq} = 1.6$ ). ....	54
4.5.4 Tercer paso de ARB ( $\epsilon_{eq} = 2.4$ ).....	58
4.5.5 Cuarto paso de ARB ( $\epsilon_{eq} = 3.2$ ). ....	63
4.5.5 Quinto paso de ARB ( $\epsilon_{eq} = 4$ ).....	67
<b>CAPÍTULO IV. CONCLUSIONES .....</b>	<b>74</b>
<b>BIBLIOGRAFÍA.....</b>	<b>76</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> (a) Ejemplificación de sistema de deslizamiento en estructuras BCC y (b) deslizamiento de “lápiz” en metales BCC (Suwas & Ray, 2014).....	6
<b>Figura 2.</b> Representación esquemática de los procesos de a) HPT y b) ECAP (Azushima et al., 2008). .....	8
<b>Figura 3.</b> Ilustración esquemática del proceso de ARB (Edalati et al., 2022). .....	9
<b>Figura 4.</b> Representación de dislocación y estructuras de bandas generadas durante la deformación (Suwas & Ray, 2014).....	11
<b>Figura 5.</b> Diagrama esquemático del mecanismo de deformación plástica para la nanocrystalización de un material metálico: (a) Grano inicial grueso; (b) Paredes de dislocación formadas como resultado del deslizamiento de dislocaciones; (c) Celdas de dislocación formadas como resultado del deslizamiento de dislocaciones; (d) Subgranos con límites de grano de ángulo bajo inducidos por el deslizamiento de dislocaciones; (e) Refinamiento del grano junto con la aparición de límites de grano de ángulo alto; (f) Grano nanocrystalino formado debido a la deformación plástica severa (Jiang et al., 2018).....	13
<b>Figura 6.</b> a) Figura de polos inversa 001 completo, mostrando $\langle 110 \rangle$ paralelo al plano normal de deformación, superpuesto en un estereograma estándar (001). b) Un triángulo estereográfico unitario “A” ha sido separado (Suwas & Ray, 2014). .....	15
<b>Figura 7.</b> Representación esquemática de los ángulos de Euler, definidos por Bunge (Suwas & Ray, 2014) .....	16
<b>Figura 8.</b> Representación de orientaciones en un espacio de orientación tridimensional definido por los ángulos de Euler. Cada orientación g corresponde a un punto en el espacio de Euler cuyas coordenadas están dadas por los tres ángulos de Euler $\phi_1$ , $\Phi$ , $\phi_2$ que describen la orientación (convención de Bunge) (Engler & Randle, 2010).....	17
<b>Figura 9.</b> Representación esquemática de las orientaciones más importantes en materiales BCC en la sección $\phi_2=45^\circ$ (Engler & Randle, 2010).....	18
<b>Figura 10.</b> Esquema de las diferencias entre macrotextura y microtextura (Suwas & Ray, 2014).....	20

<b>Figura 11.</b> Esquema representativo de metodología experimental realizada para el procesamiento y caracterización de la aleación Nb-1Zr. ....	23
<b>Figura 12.</b> Dimensiones de láminas utilizadas para la técnica de unión por rolado acumulativo (cotas en mm). ....	25
<b>Figura 13.</b> Molino IRM utilizado en el desarrollo de la experimentación. ....	26
<b>Figura 14.</b> Horno vertical tubular y controlador de temperatura implementados para realizar el precalentamiento de las muestras. ....	26
<b>Figura 15.</b> Laminados finales por cada ciclo. ....	27
<b>Figura 16.</b> Microscopio óptico VHX-2000E utilizado para los estudios metalográficos. ....	28
<b>Figura 17.</b> Microdurómetro Zwick/Roell. ....	29
<b>Figura 18.</b> Áreas analizadas en cada uno de los laminados. ....	31
<b>Figura 19.</b> Microestructura de llegada de Nb-1Zr ( $\epsilon_{eq}= 0$ ) a 500X. ....	33
<b>Figura 20.</b> Microestructura final después de cada procesamiento de a) ARB1 ( $\epsilon_{eq}= 0.8$ ), b) ARB2 ( $\epsilon_{eq}= 1.6$ ), c) ARB3 ( $\epsilon_{eq}= 2.4$ ) y d) ARB4 ( $\epsilon_{eq}= 3.2$ ) a 500X. ....	34
<b>Figura 21.</b> Microestructura de muestra ARB5 ( $\epsilon_{eq}= 4$ ) a a) 500X y b) 1000X. ....	35
<b>Figura 22.</b> Microdureza de las láminas de Nb-1Zr sometidas al proceso de ARB. ....	36
<b>Figura 23.</b> Figuras de polos directas de a) Nb-1Zr SP ( $\epsilon_{eq}= 0$ ), b) ARB1 ( $\epsilon_{eq}= 0.8$ ), c) ARB2 ( $\epsilon_{eq}= 1.6$ ), d) ARB3 ( $\epsilon_{eq}= 2.4$ ), e) ARB4 ( $\epsilon_{eq}= 3.2$ ), f) ARB5 ( $\epsilon_{eq}= 4$ ), en donde RD es vertical y TD es horizontal. ....	40
<b>Figura 24.</b> Figuras de polos inversas para a) Nb-1Zr SP ( $\epsilon_{eq}= 0$ ), b) ARB1 ( $\epsilon_{eq}= 0.8$ ), c) ARB2 ( $\epsilon_{eq}= 1.6$ ), d) ARB3 ( $\epsilon_{eq}= 2.4$ ), e) ARB4 ( $\epsilon_{eq}= 3.2$ ), f) ARB5 ( $\epsilon_{eq}= 4$ ). ....	42
<b>Figura 25.</b> ODF a $\phi_2= 45^\circ$ para a) Nb-1Zr SP ( $\epsilon_{eq}= 0$ ), b) ARB1 ( $\epsilon_{eq}= 0.8$ ), c) ARB2 ( $\epsilon_{eq}= 1.6$ ), d) ARB3 ( $\epsilon_{eq}= 2.4$ ), e) ARB4 ( $\epsilon_{eq}= 3.2$ ), f) ARB5 ( $\epsilon_{eq}= 4$ ), y g) esquema representativo de las fibras y componentes encontradas. ....	43
<b>Figura 26.</b> ODF a $\phi_2= 63^\circ$ para a) Nb-1Zr SP ( $\epsilon_{eq}= 0$ ), b) ARB1 ( $\epsilon_{eq}= 0.8$ ), c) ARB2 ( $\epsilon_{eq}= 1.6$ ), d) ARB3 ( $\epsilon_{eq}= 2.4$ ), e) ARB4 ( $\epsilon_{eq}= 3.2$ ), f) ARB5 ( $\epsilon_{eq}= 4$ ), y g) esquema representativo de las componentes buscadas. ....	44
<b>Figura 27.</b> Promedio de Voigt para a) Nb-1Zr SP ( $\epsilon_{eq}= 0$ ), b) ARB1 ( $\epsilon_{eq}= 0.8$ ), c) ARB2 ( $\epsilon_{eq}= 1.6$ ), d) ARB3 ( $\epsilon_{eq}= 2.4$ ), e) ARB4 ( $\epsilon_{eq}= 3.2$ ) y f) ARB5 ( $\epsilon_{eq}= 4$ ). ....	46

<b>Figura 28.</b> Promedio de Reuss para a) Nb-1Zr SP ( $\epsilon_{eq}= 0$ ), b) ARB1 ( $\epsilon_{eq}= 0.8$ ), c) ARB2 ( $\epsilon_{eq}= 1.6$ ), d) ARB3 ( $\epsilon_{eq}= 2.4$ ), e) ARB4 ( $\epsilon_{eq}= 3.2$ ) y f) ARB5 ( $\epsilon_{eq}= 4$ ). .....	46
<b>Figura 29.</b> a) Mapa de orientación obtenida por EBSD, b) mapa de límites de grano y c) gráficas de distribución de la desorientación de la muestra Nb-1Zr SP ( $\epsilon_{eq}= 0$ ). ...	48
<b>Figura 30.</b> Mapas de orientación obtenidas por EBSD para la muestra ARB1 ( $\epsilon_{eq}= 0.8$ ) en a) superficie, c) $\frac{1}{4}$ de espesor y e) centro de la lámina, y mapas de límites de grano para b) superficie, d) $\frac{1}{4}$ de espesor y f) centro de la lámina. ....	50
<b>Figura 31.</b> Histogramas de ángulos desorientación obtenidas para la muestra ARB1 ( $\epsilon_{eq}= 0.8$ ) en a) superficie, b) $\frac{1}{4}$ de espesor y c) centro de la lámina. ....	51
<b>Figura 32.</b> Figuras de polos recalculadas obtenidas en MTEX para la muestra ARB1 ( $\epsilon_{eq}= 0.8$ ) en a) superficie, b) $\frac{1}{4}$ de espesor y c) centro de la lámina. ....	51
<b>Figura 33.</b> Figuras de polos inversas obtenidas en MTEX para la muestra ARB1 ( $\epsilon_{eq}= 0.8$ ) en a) superficie, b) $\frac{1}{4}$ de espesor y c) centro de la lámina. ....	52
Figura 34. ODFs a $\phi_2= 45^\circ$ localizado en a) centro, b) $\frac{1}{4}$ de espesor, c) superficie, y a $\phi_2= 63^\circ$ en d) centro, e) $\frac{1}{4}$ de espesor, f) superficie para la muestra de ARB1 ( $\epsilon_{eq}= 0.8$ ). .....	53
<b>Figura 35.</b> Mapas de orientación obtenidas por EBSD para la muestra ARB2 ( $\epsilon_{eq}= 1.6$ ) en a) superficie, c) $\frac{1}{4}$ de espesor y e) centro de la lámina, y mapas de límites de grano para b) superficie, d) $\frac{1}{4}$ de espesor y f) centro de la lámina. ....	55
<b>Figura 36.</b> Histogramas de ángulos desorientación obtenidas para la muestra ARB2 ( $\epsilon_{eq}= 1.6$ ) en a) superficie, b) $\frac{1}{4}$ de espesor y c) centro de la lámina. ....	56
<b>Figura 37.</b> Figuras de polos recalculadas obtenidas en MTEX para la muestra ARB2 ( $\epsilon_{eq}= 1.6$ ) en a) superficie, b) $\frac{1}{4}$ de espesor y c) centro de la lámina. ....	56
<b>Figura 38.</b> Figuras de polos inversas obtenidas en MTEX para la muestra ARB2 ( $\epsilon_{eq}= 1.6$ ) en a) superficie, b) $\frac{1}{4}$ de espesor y c) centro de la lámina. ....	57
<b>Figura 39.</b> ODFs a $\phi_2= 45^\circ$ localizado en a) centro, b) $\frac{1}{4}$ de espesor, c) superficie, y a $\phi_2= 63^\circ$ en d) centro, e) $\frac{1}{4}$ de espesor, f) superficie para la muestra de ARB2 ( $\epsilon_{eq}= 1.6$ ). .....	58
<b>Figura 40.</b> Mapas de orientación obtenidas por EBSD para la muestra ARB3 ( $\epsilon_{eq}= 2.4$ ) en a) superficie, c) $\frac{1}{4}$ de espesor y e) centro de la lámina, y mapas de límites de grano para b) superficie, d) $\frac{1}{4}$ de espesor y f) centro de la lámina. ....	59

<b>Figura 41.</b> Histogramas de ángulos desorientación obtenidas para la muestra ARB3 ( $\epsilon_{eq}= 2.4$ ) en a) superficie, b) $\frac{1}{4}$ de espesor y c) centro de la lámina. ....	60
<b>Figura 42.</b> Figuras de polos recalculadas obtenidas en MTEX para la muestra ARB3 ( $\epsilon_{eq}= 2.4$ ) en a) superficie, b) $\frac{1}{4}$ de espesor y c) centro de la lámina. ....	60
<b>Figura 43.</b> Figuras de polos inversas obtenidas en MTEX para la muestra ARB3 ( $\epsilon_{eq}= 2.4$ ) en a) superficie, b) $\frac{1}{4}$ de espesor y c) centro de la lámina. ....	61
<b>Figura 44.</b> ODFs a $\phi_2= 45^\circ$ localizado en a) centro, b) $\frac{1}{4}$ de espesor, c) superficie, y a $\phi_2= 63^\circ$ en d) centro, e) $\frac{1}{4}$ de espesor, f) superficie para la muestra de ARB3 ( $\epsilon_{eq}= 2.4$ ). ....	61
<b>Figura 45.</b> Mapas de orientación obtenidas por EBSD para la muestra ARB4 ( $\epsilon_{eq}= 3.2$ ) en a) superficie, c) $\frac{1}{4}$ de espesor y e) centro de la lámina, y mapas de límites de grano para b) superficie, d) $\frac{1}{4}$ de espesor y f) centro de la lámina. ....	64
<b>Figura 46.</b> Histogramas de ángulos desorientación obtenidas para la muestra ARB4 ( $\epsilon_{eq}= 3.2$ ) en a) superficie, b) $\frac{1}{4}$ de espesor y c) centro de la lámina. ....	65
<b>Figura 47.</b> Figuras de polos recalculadas obtenidas en MTEX para la muestra ARB4 ( $\epsilon_{eq}= 3.2$ ) en a) superficie, b) $\frac{1}{4}$ de espesor y c) centro de la lámina. ....	66
<b>Figura 48.</b> Figuras de polos inversas obtenidas en MTEX para la muestra ARB4 ( $\epsilon_{eq}= 3.2$ ) en a) superficie, b) $\frac{1}{4}$ de espesor y c) centro de la lámina. ....	66
<b>Figura 49.</b> ODFs a $\phi_2= 45^\circ$ localizado en a) centro, b) $\frac{1}{4}$ de espesor, c) superficie, y a $\phi_2= 63^\circ$ en d) centro, e) $\frac{1}{4}$ de espesor, f) superficie para la muestra de ARB4 ( $\epsilon_{eq}=3.2$ ). ....	67
<b>Figura 50.</b> Mapas de orientación obtenidas por EBSD para la muestra ARB5 ( $\epsilon_{eq}= 4$ ) en a) superficie, c) $\frac{1}{4}$ de espesor y e) centro de la lámina, y mapas de límites de grano para b) superficie, d) $\frac{1}{4}$ de espesor y f) centro de la lámina.0 ....	68
<b>Figura 51.</b> Histogramas de ángulos desorientación obtenidas para la muestra ARB5 ( $\epsilon_{eq}= 4$ ) en a) superficie, b) $\frac{1}{4}$ de espesor y c) centro de la lámina. ....	69
<b>Figura 52.</b> Figuras de polos recalculadas obtenidas en MTEX para la muestra ARB5 ( $\epsilon_{eq}= 4$ ) en a) superficie, b) $\frac{1}{4}$ de espesor y c) centro de la lámina. ....	70
<b>Figura 53.</b> Figuras de polos inversas obtenidas en MTEX para la muestra ARB5 ( $\epsilon_{eq}= 4$ ) en a) superficie, b) $\frac{1}{4}$ de espesor y c) centro de la lámina. ....	71

**Figura 54.** ODFs a  $\varphi_2= 45^\circ$  localizado en a) centro, b)  $\frac{1}{4}$  de espesor, c) superficie, y a  $\varphi_2= 63^\circ$  en d) centro, e)  $\frac{1}{4}$  de espesor, f) superficie para la muestra de ARB5 ( $\varepsilon_{eq}=4$ ).

..... 73

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> Propiedades físicas y mecánicas del niobio (Brandolt et al., 2014; Habashi, 2013) .....	4
<b>Tabla 2.</b> Fibras características en metales y aleaciones BCC (Engler & Randle, 2010). .....	18
<b>Tabla 3.</b> Composición química de material de llegada. ....	24
<b>Tabla 4.</b> Condiciones para MTEX correspondientes a Nb-1Zr. ....	30
<b>Tabla 5.</b> Módulos de Voigt (límite superior) de las muestras calculadas mediante MTEX. ....	45
<b>Tabla 6.</b> Módulos de Reuss (límite inferior) de las muestras calculadas mediante MTEX. ....	46

## RESUMEN

Previos trabajos han demostrado que la aleación Nb-1Zr se muestra como un candidato prometedor para su uso en la fabricación de implantes biocompatibles gracias a la disminución del módulo elástico después de su procesamiento. En este estudio se presenta un análisis detallado de la evolución de la orientación cristalina y la microestructura de láminas de la aleación Nb-1Zr sometidas a procesos de unión por rolado acumulativo (ARB) ya que esta se muestra como una alternativa económica para la producción de materiales de grano ultrafinos.

Se llevaron a cabo estudios metalográficos para investigar los cambios en la morfología interna de los laminados, y se analizó la macro y microtextura para estudiar los cambios en la orientación cristalográfica. Además, se realizaron pruebas de microdureza superficial para evaluar el efecto de las condiciones de procesamiento. Estos análisis revelaron una refinación del grano que pasó de un valor de 40  $\mu\text{m}$  a 400 nm después de alcanzar una deformación equivalente de 4. Esto se correlacionó con el aumento de 78 unidades en la microdureza superficial en la última lámina, comenzando con un valor de 109 HV en la muestra sin procesar. Estos resultados respaldan la prometedora viabilidad de la aleación Nb-1Zr como candidato para aplicaciones que requieren materiales de grano ultrafino, como la fabricación de implantes biocompatibles. Además, este enfoque proporciona información valiosa para la optimización de los procesos de fabricación de materiales de grano ultrafino en general.

La difracción de rayos X se utilizó para obtener las Funciones de Distribución de Orientaciones (ODFs) las cuales sirvieron de apoyo para analizar la orientación cristalográfica de la aleación Nb-1Zr sometida a unión por rolado acumulativo. Se observó una evolución en las componentes presentes en las láminas a medida que se aplicaba la deformación. Inicialmente, se encontró una textura de fibra  $\gamma$ , pero a una deformación de 2,4 se detectó la componente de Goss, indicando cambios en la orientación cristalográfica. En la muestra final procesada, se encontró la presencia de la componente Goss Rotado, sugiriendo una reorientación adicional de los granos en la microestructura. Además, se realizaron cálculos de los módulos de Voigt y Reuss para

confirmar la anisotropía elástica de la aleación. Estos resultados son importantes para comprender el comportamiento mecánico del material y su respuesta a las cargas aplicadas.

Finalmente, los datos de microtextura extraídos por EBSD demostraron una heterogeneidad tanto morfológica como cristalográfica, y se descubrió que la aparición de la componente de Goss fue resultado del fenómeno de recristalización dinámica inducido por la gran cantidad de deformación aplicada, dando pie a que la microestructura del material experimentó cambios significativos a nivel de granos debido al proceso de deformación, lo que puede tener implicaciones importantes en sus propiedades y rendimiento.

## ABSTRACT

Previous studies have demonstrated that the Nb-1Zr alloy shows promise as a candidate for use in the manufacturing of biocompatible implants due to the reduction in elastic modulus after processing. This study presents a detailed analysis of the evolution of crystal orientation and microstructure of Nb-1Zr alloy sheets subjected to accumulative roll bonding (ARB) processes, as it serves as an economical alternative for producing ultrafine grain materials.

Metallographic studies were conducted to investigate changes in the internal morphology of the laminates, and macro and microtexture analyses were performed to study changes in crystallographic orientation. Additionally, surface microhardness tests were carried out to evaluate the effect of processing conditions. These analyses revealed grain refinement, reducing the grain size from 40  $\mu\text{m}$  to 400 nm after reaching an equivalent strain of 4. This correlated with a 78-unit increase in surface microhardness in the final sheet, starting from a value of 109 HV in the unprocessed sample. These results support the promising viability of the Nb-1Zr alloy as a candidate for applications requiring ultrafine grain materials, such as the fabrication of biocompatible implants. Furthermore, this approach provides valuable information for optimizing the manufacturing processes of ultrafine grain materials in general.

X-ray diffraction and Orientation Distribution Functions (ODFs) were employed to analyze the crystallographic orientation of the Nb-1Zr alloy subjected to accumulative roll bonding. An evolution in the components present in the sheets was observed as deformation was applied. Initially, a  $\gamma$ -fiber texture was found, but at a deformation of 2.4, the presence of the Goss component was detected, indicating changes in crystallographic orientation. In the final processed sample, the presence of the Goss Rotated component was found, suggesting additional grain reorientation in the microstructure. Additionally, calculations of the Voigt and Reuss moduli were performed to confirm the elastic anisotropy of the alloy. These results are important for understanding the material's mechanical behavior and its response to applied loads.

Finally, microtexture data extracted by EBSD demonstrated both morphological and crystallographic heterogeneity, and it was discovered that the appearance of the Goss component resulted from the phenomenon of dynamic recrystallization induced by the significant amount of applied deformation. This indicates that the material's microstructure underwent significant grain-level changes due to the deformation process, which may have important implications for its properties and performance.



# CAPÍTULO I

## INTRODUCCIÓN

La aleación Nb-1Zr es una excelente opción para aplicaciones biomédicas, especialmente en prótesis para huesos, debido a su biocompatibilidad y su capacidad de endurecerse por deformación. Sin embargo, estas aleaciones tienen una resistencia mecánica baja y una vida útil mediocre en fatiga. Para abordar estas limitaciones, se ha explorado la deformación plástica severa (SPD), específicamente la ruta de unión por rolado acumulativo (ARB), que permite generar una microestructura ultrafina. La técnica de ARB fue desarrollada por Saito en 1999 y consiste en apilar láminas de un material para conseguir una unión en frío mediante un proceso de rolado. El producto resultante es cortado transversalmente y las dos láminas se vuelven a apilar para conseguir una deformación equivalente de 0.8 por paso (Saito et al., 1999).

Anteriormente, esta aleación ha sido procesada en el grupo de investigación mediante unión por rolado acumulativo (ARB) hasta alcanzar una deformación equivalente de Von Mises de 4 y se ha encontrado un incremento significativo en su resistencia a la cedencia. Adicionalmente, se encontró una reducción de aproximadamente 20% en su módulo elástico, lo cual es interesante en términos de compatibilidad biomecánica en prótesis para hueso humano. Esta reducción ha sido estudiada mediante el uso del software de análisis de textura MTEX y el modelo visco-plástico autoconsistente (VPSC). Esto ha permitido definir que la textura cristalográfica dominante es el componente de Goss. La presencia del componente de Goss puede surgir de la deformación de corte redundante causada por el proceso ARB o por la recristalización

del material. Independientemente del origen de la textura de Goss, se ha calculado el efecto que esta orientación tiene sobre las respuestas elásticas y plásticas, con una aproximación adecuada a la medición experimental.

A pesar de los avances descritos líneas arriba, existen todavía varias interrogantes que este proyecto está enfocado a resolver. La principal de ellas es si la textura de Goss efectivamente surge de la deformación de corte concurrente causada por el proceso de ARB o surge a partir de bandas de corte o deformación y se propaga durante la recristalización del material.

### **1.1 Objetivo general**

Estudiar la evolución de la textura cristalográfica durante el procesamiento ARB de la aleación Nb-1Zr a través del espesor del material.

### **1.2 Objetivos específicos**

- Procesar láminas de aleación Nb-1Zr mediante la técnica de unión por rolado acumulativo (ARB), alcanzando al menos un valor de 4 de deformación equivalente.
- Caracterizar la evolución microestructural de los laminados mediante técnicas de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.
- Analizar el efecto del procesamiento por ARB sobre la microdureza de los laminados.
- Caracterizar la textura cristalográfica y anisotropía elástica de las muestras procesadas en cada paso de ARB utilizando la técnica de difracción de rayos X.
- Estudiar el gradiente de textura a través del espesor de las muestras procesadas mediante difracción de electrones retrodispersados (EBSD).

# CAPÍTULO II

## REVISIÓN BIBLOGRÁFICA

### **2.1 Materiales biocompatibles**

Los problemas degenerativos de huesos afectan a millones de personas alrededor del mundo. Estas enfermedades a menudo requieren de cirugía, en la cual se puede involucrar un remplazamiento total en casos en las que ocurra una deteriorización del sistema óseo provocada de forma natural o derivadas de fracturas u otros problemas musculoesqueléticos, como por ejemplo las infecciones (Navarro et al., 2008).

La biocompatibilidad, el diseño apropiado, la estabilidad biológica, además de propiedades mecánicas como lo son esfuerzo de tensión, esfuerzo de cedencia, módulo elástico, alta resistencia a la fatiga, entre otras, son aquellas que juegan un rol principal en la selección de materiales candidatos para la fabricación de implantes (Patel & Gohil, 2012).

Una de las consideraciones más importantes a la hora de seleccionar el material a implementar es su valor del módulo de elasticidad (E), este se espera que sea equivalente a la del hueso el cual varía de entre 4-30 GPa dependiendo del tipo de hueso y de la dirección en la cual será medida (Geetha et al., 2009).

Los aceros inoxidables, las aleaciones base Co-Cr, además del titanio y sus aleaciones fueron los primeros materiales metálicos exitosamente utilizados para aplicaciones ortopédicas durante la primera mitad del siglo XX, sin embargo, estos materiales tienen un alto módulo de elasticidad que gira alrededor de 200-230 GPa, lo que genera que,

al entrar en contacto con el hueso, estos dispositivos soportarán la mayor parte de la carga produciendo a su vez la falta de estímulos mecánicos en el hueso e induce una reabsorción, conduciendo a la eventual falla y aflojamiento del implante (Huiskes et al., 1992; Navarro et al., 2008).

## 2.2 Niobio y sus aleaciones.

El niobio es ampliamente reconocido como un material biocompatible debido a sus propiedades favorables para su uso en aplicaciones médicas y biomédicas. Su biocompatibilidad se basa en su capacidad para interactuar de manera segura con los tejidos biológicos sin causar reacciones adversas. Se muestra como un material de naturaleza refractaria, esto debido a que posee un punto de fusión alto. Sus propiedades mecánicas están influenciadas por la pureza del metal o proporción de los elementos aleantes, ya que hasta pequeñas cantidades de estos incrementan la dureza, pero disminuyen su ductilidad, esto aunado al método de producción y el tratamiento mecánico posterior (Habashi, 2013). Dichas propiedades pueden ser aproximadas y resumidas en la Tabla 1.

Además de la biocompatibilidad, el niobio se caracteriza por producir una capa de óxido pasivo estable que impide que ocurra la corrosión en muchos ambientes agresivos exceptuando el ácido fluorhídrico (HF). Sin embargo, el principal inconveniente de este elemento es su relativa baja resistencia en condiciones de tamaño de grano convencional (Rubitschek et al., 2012).

**Tabla 1.** Propiedades físicas y mecánicas del niobio (Brandolt et al., 2014; Habashi, 2013)

<i>Estructura cristalina</i>	Cubica centrada en el cuerpo ( $a=3.3 \times 10^{-10}$ m)
<i>Punto de fusión</i>	2400 °C
<i>Resistencia a la tensión (UTS) a temperatura ambiente</i>	275 MPa
<i>Módulo de elasticidad</i>	105 GPa
<i>Módulo de corte</i>	38 GPa
<i>Dureza, Vickers</i>	92

La mayor aplicación del niobio puro es como un elemento aleante para el acero, esto gracias a su significativa acción de refinamiento de grano y efectos endurecedores al actuar como un formador de carburos. Estos efectos están ligados a su baja solubilidad en las redes de austenita y ferrita (Mohrbacher, 2018).

Las aleaciones base niobio fueron desarrolladas inicialmente para propósitos aeroespaciales y para aplicaciones en reactores nucleares gracias a su refractariedad. La primera aleación de niobio disponible fue la Nb-1Zr, elaborada en 1959 como respuesta a las necesidades de la Fuerza Aérea de materiales resistentes a alta temperatura y a la oxidación para la fabricación de turbinas y estructuras de avión. El Zr actúa como un endurecedor en la solución sólida de esta aleación (Buckman, 1984; Patel & Gohil, 2012).

Actualmente se ha observado que esta aleación es adecuada para su uso en implantes en el cuerpo humano, debido a su módulo de elasticidad que es similar a las aleaciones de titanio y mucho menor que el de los aceros austeníticos, además, que puede incrementar su ductilidad y resistencia a través de un proceso de refinación de grano (Niendorf, 2007).

### **2.2.1 Generalidades**

El niobio es un elemento químico que se caracteriza por su estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (BCC), lo que significa que cada átomo de niobio está rodeado por otros ocho átomos vecinos en los vértices de un cubo. Esta organización atómica da origen a diversos caminos de deslizamiento en el material, es decir, rutas de movimiento que se desarrollan en los planos y direcciones con mayor densidad de átomos.

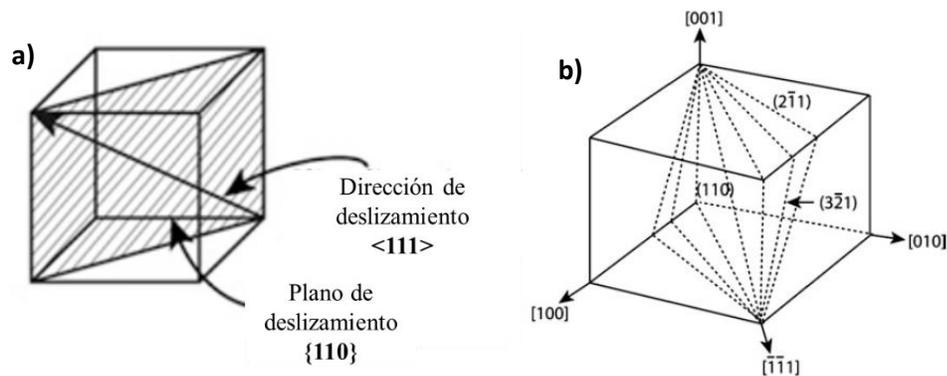
En el caso del niobio, estos sistemas de deslizamiento son los planos cristalinos  $\{110\}$ ,  $\{112\}$  y  $\{123\}$  a las direcciones  $\langle 111 \rangle$ . Los planos  $\{110\}$  y  $\{112\}$  son particularmente importantes ya que son los que tienen una mayor densidad de átomos, lo que hace que sean más propensos a la deformación plástica bajo carga. Al deslizamiento sobre este

sistema se le denomina “deslizamiento de lápiz”, mostrado en la Figura 1 (Suwas & Ray, 2014).

Cabe destacar que estos sistemas de deslizamiento no son exclusivos del niobio y se presentan en otros materiales BCC como el hierro y el tungsteno. No obstante, el estudio de estos sistemas de deslizamiento es importante en la comprensión del comportamiento mecánico del niobio y su aplicación en diversos campos como la industria aeroespacial y la medicina (M. Li et al., 2018). La selección del sistema activo es determinada esencialmente por la temperatura de deformación:

- El deslizamiento en el plano  $\{112\}$  ocurre a temperaturas por debajo de  $T_m/4$ .
- El deslizamiento en el plano  $\{110\}$  ocurre a temperaturas entre  $T_m/4$  y  $T_m/2$ .
- El deslizamiento en el plano  $\{123\}$  ocurre a temperaturas superiores de  $T_m/2$ .

En donde  $T_m$  = temperatura de fusión (en grados Kelvin) (Suwas & Ray, 2014).



**Figura 1.** (a) Ejemplificación de sistema de deslizamiento en estructuras BCC y (b) deslizamiento de “lápiz” en metales BCC (Suwas & Ray, 2014).

Otro parámetro importante para considerar de este material es la *anisotropía* de las propiedades elásticas, la cual es una propiedad significativa que se presenta en muchos materiales y que se refiere a la variación de las propiedades físicas y mecánicas en diferentes direcciones (Britannica, 2021). Esta propiedad puede ser medida utilizando el parámetro de Zener, que se calcula a partir de los coeficientes de rigidez del material.

El parámetro de Zener se utiliza como un indicador cuantitativo de la anisotropía de un material. Si el valor del parámetro es igual a 1, esto indica que el material es isotrópico, lo que significa que sus propiedades son las mismas en todas las direcciones. Por otro

lado, si el valor del parámetro de Zener es diferente a 1, esto indica que el material es anisotrópico (Zener, 1948).

$$A = \frac{2C_{44}}{C_{11} - C_{12}} \quad \text{Ecuación 1}$$

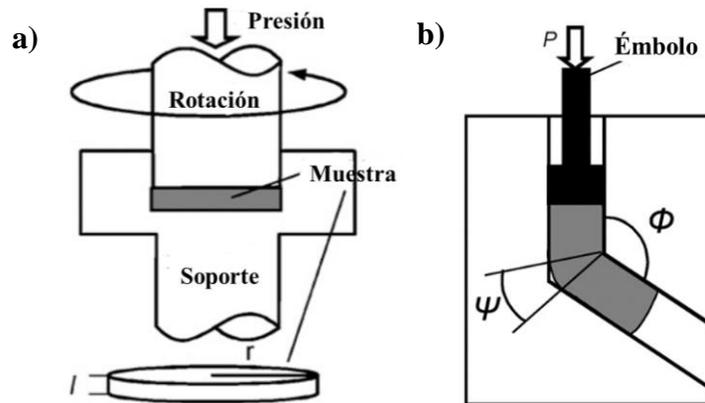
Algunos metales con estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (BCC) muestran una variación significativa en sus propiedades mecánicas según la dirección cristalina. Por ejemplo, el molibdeno tiene un valor de 0.72, el tantalio de 1.56, el titanio de 5 y el tungsteno de 1.01. Por otro lado, el niobio presenta un parámetro de anisotropía de Zener de 0.5, confirmando su naturaleza anisotrópica en términos de comportamiento mecánico. En contraste, el tungsteno podría considerarse como un material prácticamente isotrópico debido a su valor cercano a 1 en este parámetro (Qiu et al., 2019; Rodríguez et al., 2020). Específicamente, el niobio presenta una mayor resistencia mecánica y una mayor rigidez en ciertas direcciones, lo que lo hace ideal para su uso en aplicaciones de alta exigencia.

### 2.3 Deformación plástica severa

La búsqueda de nuevas alternativas de deformación para la elaboración de materiales nanoestructurados a gran escala ha encaminado a la atracción de los procesos de deformación plástica severa, esto debido a que comparados a otras técnicas de procesamiento, estos involucran una gran cantidad de deformación aplicada sobre el material lo que provoca una fragmentación del grano grueso en tamaños más pequeños denominados “*ultrafinos*” (tamaños menores a 1  $\mu\text{m}$ ) y a su vez, la mejora en las propiedades mecánicas de dichos materiales, entre ellos el límite elástico, esfuerzo límite de fractura, entre otros (Azushima et al., 2008; Valiev et al., 1999).

Las primeras técnicas de deformación plástica severa desarrolladas fueron las de torsión a alta presión (HPT) y las de prensado angular de canales iguales (ECAP). La primera de ellas fue investigada y desarrollada por Bridgman (Bridgman, 1935); consiste en comprimir un disco con medidas típicamente de 10 – 20 mm de diámetro y un espesor de entre 0.2 – 0.5 mm mediante la aplicación de presión a través de dos dados de los cuales uno de ellos estará girando para la aplicación de torque como se

muestra en la Figura 2a. Por su parte, la técnica de ECAP, desarrollada por Segal y colaboradores en los inicios de la década de los 80's (Segal et al., 1981), consiste en hacer pasar pequeños lingotes de sección cuadrada o circular con diámetro o sección diagonal no mayor a los 20 mm y con una longitud de entre 70 – 100 mm.



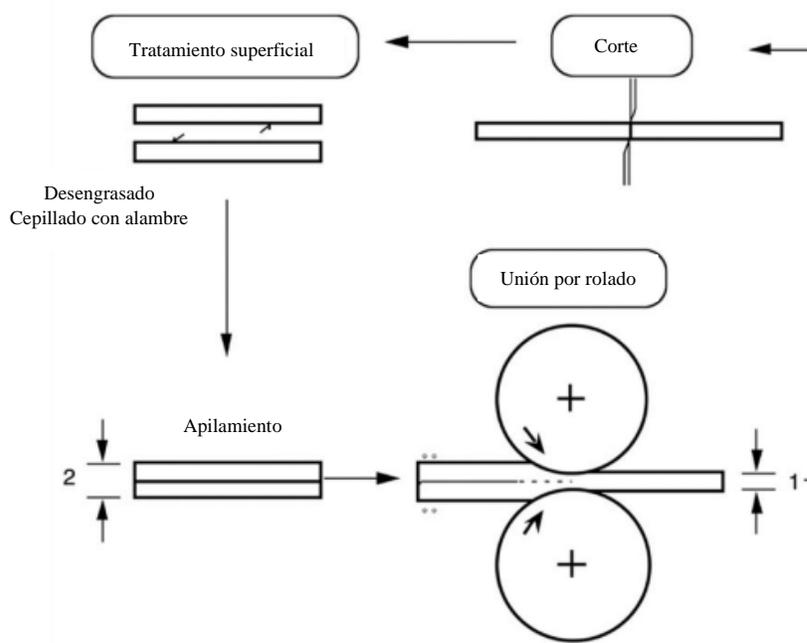
**Figura 2.** Representación esquemática de los procesos de a) HPT y b) ECAP (Azushima et al., 2008).

El ECAP consiste en presionar dicha muestra a través de un dado metálico que contiene dos canales con la misma área de sección transversal unidas por una intersección angular ( $\Phi$ ) usualmente de  $90^\circ$  y por un ángulo de curvatura en el punto de intersección ( $\Psi$ ) mismas que pueden ser observadas en la Figura 2b. Sin embargo, ambas técnicas, tanto HPT como ECAP muestran limitaciones en la dimensión de las probetas a procesar además de que el equipo a implementar es un poco más sofisticado, por lo que se muestran como procesos de baja productividad y eficiencia (Azushima et al., 2008).

### 2.3.1 Unión por rolado acumulativo (ARB)

En respuesta a las limitantes generadas por los procesos anteriormente mencionados, Saito y colaboradores desarrollaron una técnica de producción de granos ultrafinos de producción continua a finales de los años 90's (Saito et al., 1999). Este proceso se ilustra en la Figura 3, en él se observa que, partiendo de dos láminas apiladas, se aplica una reducción por medio del rolado sin lubricación (tradicionalmente del 50 %), el cual es posteriormente cortado, apilado y rolado nuevamente.

Para lograr una buena unión, las superficies de contacto de las láminas tienen que ser desengrasadas cuidadosamente y cepilladas con alambre. Este cepillado permite producir también rugosidad de escala micrométrica en las superficies, que origina una buena unión entre ambas láminas (Edalati et al., 2022).



**Figura 3.** Ilustración esquemática del proceso de ARB (Edalati et al., 2022).

La deformación equivalente de von Mises ( $\epsilon_{eq}$ ) es una medida importante que se utiliza para evaluar la deformación plástica acumulada en el material después de  $n$  ciclos de ARB y que es expresada como:

$$\epsilon_{eq} = -\frac{2n}{\sqrt{3}} \ln\left(\frac{t}{t_0}\right) = -\frac{2n}{\sqrt{3}} \ln(1 - r) \quad \text{Ecuación 2}$$

Donde  $t_0$ ,  $t$  y  $r$  son el espesor inicial de las láminas antes del apilamiento, el espesor después de la unión por rolado y la reducción en espesor por ciclo, respectivamente. Debido a que la deformación equivalente de von Mises del 50 % de rolado es de 0.80, la deformación equivalente después de  $n$  ciclos es  $0.8n$  (Edalati et al., 2022).

El ARB puede ser llevado a cabo a elevadas temperaturas, para lograr grandes deformaciones y uniones con mayor facilidad, la única condición existente es que esta temperatura debe ser menor que la temperatura de recristalización del material para evitar el engrosamiento de la microestructura durante el proceso (Azushima et al., 2008).

Tal y como se mencionó anteriormente, los procesos de deformación plástica severa (SPD) son técnicas utilizadas para generar microestructuras ultrafinas en materiales metálicos y compuestos. El ARB, por su parte, utiliza iteraciones de procesamiento para crear estructuras elongadas en la dirección de rolado y granos ultrafinos con espesores de entre 100 a 200 nm. A diferencia de otras técnicas de SPD, el ARB también puede generar heterogeneidades a través del espesor de la lámina.

Estas heterogeneidades se deben a la presencia de esfuerzos cortantes no uniformes en cada una de las capas de la lámina, lo que resulta en un mayor esfuerzo cortante en la superficie de la muestra en comparación con el centro de esta. Estas mismas se propagan a través de la lámina gracias al corte y posterior apilamiento de esta, y pueden influir significativamente en las propiedades mecánicas del material.

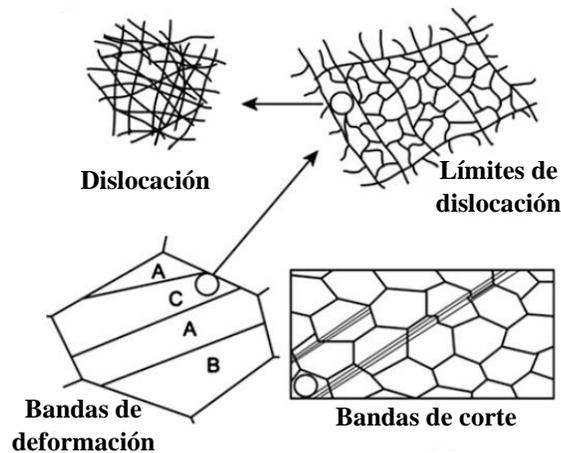
Además, la microestructura generada por ARB es diferente de aquellas formadas por otras técnicas de SPD, ya que la ARB genera una estructura laminar en la que las capas están orientadas en la dirección de rolado. Esta estructura laminar es única y puede tener implicaciones en las propiedades mecánicas del material (Lowe & Valiev, 2004).

## **2.4 Microestructuras de deformación**

La respuesta ante la aplicación de deformación plástica en los materiales metálicos en cuanto a los esfuerzos y deformaciones expuestos en dicho material está determinada por su microestructura y orientación cristalográfica inicial. A medida que la deformación incrementa, la morfología cambia, por ejemplo, el rolado es caracterizado por producir estructuras laminares (Hansen & Barlow, 2014). Sin embargo, durante este proceso también se pueden generar diversas estructuras de deformación, entre ellas:

- Dislocaciones, que son defectos lineales en la estructura cristalina del material, generados principalmente cuando los átomos de un cristal se mueven de su posición original debido a la aplicación de una fuerza externa.
- Maclas, las cuales son deformaciones cristalográficas que se forman cuando dos partes del cristal se desplazan una con respecto a la otra. Este efecto puede ocurrir cuando el material se somete a esfuerzos de corte o torsión.

Sin embargo, cuando un material se somete a un esfuerzo de corte, se produce una deformación de corte, lo que implica que las diferentes partes del material se deslicen unas sobre otras en forma de planos paralelos. Si este esfuerzo aplicado es lo suficientemente intenso, pueden formarse bandas de corte en el material (Figura 4). Estas se caracterizan por una deformación intensa además de una alta densidad de dislocaciones.

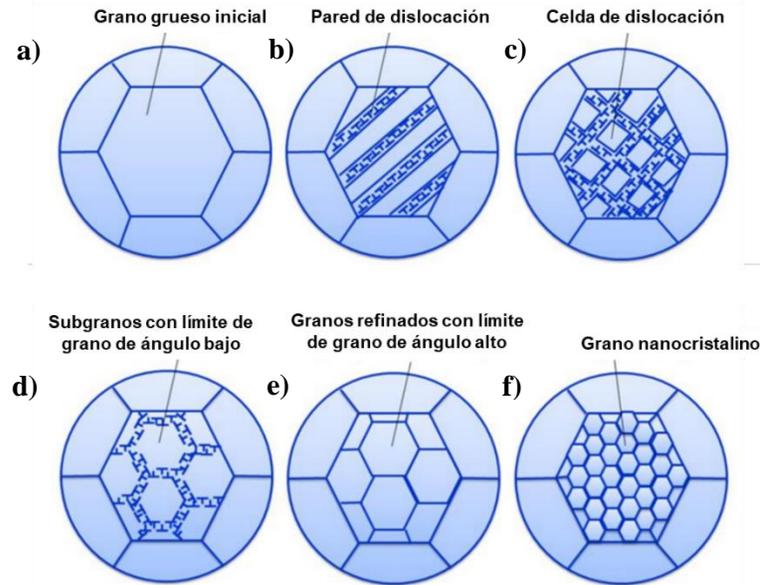


**Figura 4.** Representación de dislocación y estructuras de bandas generadas durante la deformación (Suwas & Ray, 2014).

La formación de bandas de corte está influenciada por varios factores como la orientación cristalográfica del material ya que algunos materiales son más propensos a formarlas que otros en función de su estructura cristalina. La velocidad de deformación también es otro elemento importante, ya que la formación de bandas de corte puede ser más probable a altas velocidades de deformación. Además, la temperatura también puede influir en la formación de estas, ya que a temperaturas más altas los materiales

pueden deformarse de manera más fácil y, por lo tanto, pueden ser más propensos a la formación de bandas de corte (Dieter, 1988).

La acumulación de dislocaciones dentro del material es acompañada por un refinamiento progresivo de la microestructura, el cual es visto como una reducción en el tamaño de subgranos y granos provocada por procesos de “*recuperación*”. Durante el proceso de recuperación, las dislocaciones que se forman durante la deformación plástica se mueven hacia las fronteras de los granos y se agrupan para formar celdas de dislocación, las cuales son regiones altamente deformadas que actúan como barreras para la propagación de nuevas dislocaciones, Como resultado, los granos en la región de la celda de dislocación tienen una menor densidad de dislocaciones y, por lo tanto, un tamaño de grano más pequeño. El tamaño de los granos se puede reducir aún más mediante otros mecanismos, como la nucleación y el crecimiento de nuevos granos, que pueden ocurrir después del proceso de recuperación, este proceso es mejor conocido como la “*recristalización*”. Este fenómeno ocurre cuando la densidad de dislocaciones es lo suficientemente baja y se produce un equilibrio termodinámico entre la energía libre y la energía almacenada en el material. Durante esta etapa, se forman nuevos granos con una estructura cristalina equilibrada y de menor tamaño, dando como resultado una mejora en la resistencia última, ductilidad, entre otras propiedades mecánicas (Dieter, 1988; McQueen & Jonas, 1975). El proceso puede ser observado en la Figura 5.



**Figura 5.** Diagrama esquemático del mecanismo de deformación plástica para la nanocrystalización de un material metálico: (a) Grano inicial grueso; (b) Paredes de dislocación formadas como resultado del deslizamiento de dislocaciones; (c) Celdas de dislocación formadas como resultado del deslizamiento de dislocaciones; (d) Subgranos con límites de grano de ángulo bajo inducidos por el deslizamiento de dislocaciones; (e) Refinamiento del grano junto con la aparición de límites de grano de ángulo alto; (f) Grano nanocrystalino formado debido a la deformación plástica severa (Jiang et al., 2018).

## 2.5 Texturas y su representación

Se ha mencionado que los procesos de deformación plástica severa implican una reducción del tamaño de grano sin alterar las dimensiones del material, proporcionando una alta cantidad de deformación, esto deriva en una modificación/evolución de la textura que manifiesta un rol importante en la respuesta mecánica del material deformado como por ejemplo el módulo elástico, la resistencia y ductilidad, entre otros. La definición de textura puede ser resumida como la distribución de orientación de los cristales en un material policristalino (Suwas & Mondal, 2019).

Al llevar a cabo una deformación, pequeñas regiones dentro de un grano comienzan a rotar debido a la actividad de los diferentes sistemas de deslizamiento, el cual conlleva la formación de subestructuras dentro del grano. Gradualmente, estas subestructuras rotan a orientaciones preferenciales las cuales son características a la deformación aplicada (Suwas & Mondal, 2019).

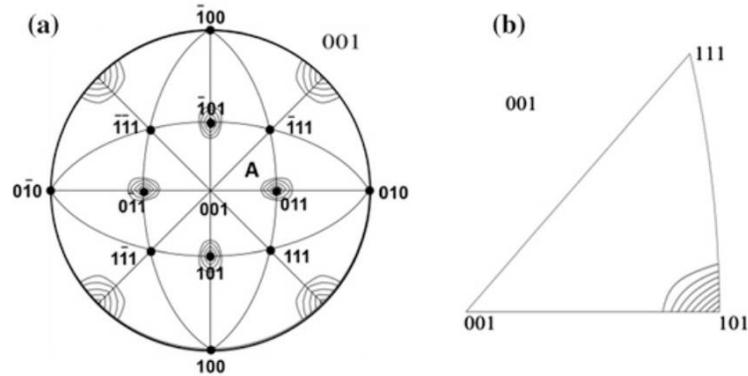
### **2.5.1 Figuras de Polos**

Las figuras de polos son una herramienta utilizada en cristalografía para visualizar y analizar la distribución de orientaciones cristalinas en un material. En particular, las figuras de polos se utilizan para determinar la orientación preferencial de un determinado conjunto de planos cristalinos o de una determinada dirección cristalográfica en un material. Estas se construyen trazando los polos de los planos cristalinos o de las direcciones cristalográficas en una proyección polar.

Estas figuras son muy útiles para comprender cómo se distribuyen las orientaciones cristalográficas en un material, especialmente en aquellos que han sido sometidos a procesos de deformación plástica, que a su vez generan texturas cristalográficas o transformación de fase. Por ejemplo, si un material ha sido sometido a un proceso de texturización, es decir, ha sido deformado de tal forma que todas sus orientaciones cristalográficas se alinean en una dirección preferencial, esto se puede visualizar claramente en una figura de polos, donde se observará una gran concentración de polos en la dirección preferencial (Suwas & Ray, 2014).

### **2.5.2 Figuras de Polos Inversas**

El método más comúnmente utilizado para representar la textura de los materiales es a través de las figuras convencionales de polos anteriormente explicadas, sin embargo, hay ocasiones en las que se puede proporcionar una descripción adecuada de la textura utilizando una figura inversa de polos, la cual representa la distribución de una dirección seleccionada en la muestra en relación con los ejes cristalinos. Estas también se conocen como gráficos de distribución de ejes (Suwas & Ray, 2014). El plano de proyección para una figura inversa de polos es una proyección estándar del cristal (Figura 6a), donde se muestra únicamente el triángulo estereográfico unitario como el que se muestra en la Figura 6b.

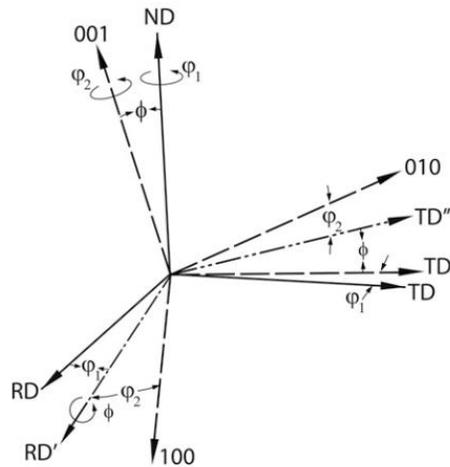


**Figura 6.** a) Figura de polos inversa 001 completo, mostrando  $\langle 110 \rangle$  paralelo al plano normal de deformación, superpuesta en un estereograma estándar (001). b) Un triángulo estereográfico unitario “A” ha sido separado (Suwas & Ray, 2014).

### 2.5.3 Distribución de densidad de orientación (ODF)

Las funciones de densidad de orientación (ODFs, por sus siglas en inglés) son una herramienta matemática utilizada en la cristalografía para describir la distribución de orientaciones cristalinas en un material policristalino. Una ODF representa la densidad de probabilidad de encontrar una determinada orientación cristalina en un material en función de la dirección de medición. En otras palabras, estas indican la probabilidad de encontrar una determinada orientación cristalina en un material en una dirección de medición específica.

A su vez, las ODFs se definen en función de los ángulos de Euler, que son tres ángulos que describen la orientación de un cristal en el espacio. Estos ángulos representan la rotación necesaria para llevar un cristal desde su orientación de referencia a una orientación dada en el espacio. La notación mayormente implementada es la rotación de Bunge que se muestra en la Figura 7.

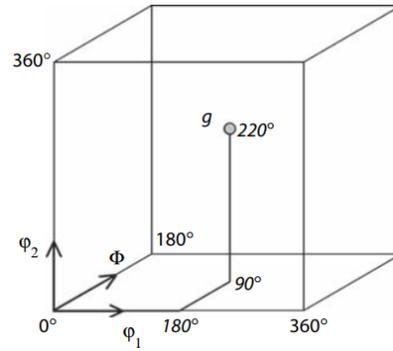


**Figura 7.** Representación esquemática de los ángulos de Euler, definidos por Bunge (Suwas & Ray, 2014)

Esta serie de rotaciones pueden se realizan como se enlistan a continuación:

1. Se debe realizar una primera rotación de un ángulo  $\phi_1$  alrededor de ND, que llevará a RD a la posición RD 'y a TD a TD'. El valor del ángulo  $\phi_1$  debe ser tal que RD' sea perpendicular al plano formado por ND y [001].
2. Se debe realizar una segunda rotación de un ángulo  $\Phi$  alrededor de RD'; la cantidad de  $\Phi$  debe ser tal que ND coincida con [001]. Por este proceso, TD' asumirá la posición TD''.
3. Se debe realizar una tercera rotación de un ángulo  $\phi_2$  alrededor de (ND = [001]), siendo la cantidad de  $\phi_2$  tal que, por esta rotación, RD' irá a [100] y TD'' a [010].

El uso de ángulos de Euler es una forma común de describir la orientación de un objeto en el espacio tridimensional. La Figura 8 muestra claramente cómo los ángulos de Euler permiten describir la orientación de un objeto de manera única. Cada combinación de estos ángulos describe una orientación diferente y puede representarse como un punto en el espacio de Euler, que es un ejemplo de un *espacio de orientación* o *espacio g* (Engler & Randle, 2010).



**Figura 8.** Representación de orientaciones en un espacio de orientación tridimensional definido por los ángulos de Euler. Cada orientación  $g$  corresponde a un punto en el espacio de Euler cuyas coordenadas están dadas por los tres ángulos de Euler  $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$  que describen la orientación (convención de Bunge) (Engler & Randle, 2010).

En la mayoría de los casos de deformación por laminación, se asume que la muestra presenta una simetría ortogonal, lo que significa que existen dos planos de espejo en la dirección de la laminación y en la dirección transversal. Por lo tanto, es posible reducir el rango de ángulo de Euler  $\varphi_1$  a un cuarto, que se encuentra en el intervalo de  $0^\circ$  a  $90^\circ$ . Esta reducción del rango se debe a la simetría de la muestra y es de gran utilidad en la representación de la orientación cristalina de la muestra en el espacio de Euler (Engler & Randle, 2010).

#### 2.5.4 Texturas de deformación

Una textura de deformación es referida a la orientación preferencial de los cristales de un material después de ser sometido a deformación plástica y que puede ser resultado de una variedad de procesos, entre ellos, la formación de bandas de corte, la recristalización y la rotación de granos.

La textura de deformación del niobio es compleja y puede variar dependiendo de la orientación cristalográfica inicial de los granos, la velocidad de deformación y la temperatura de deformación. Sin embargo, esta misma puede ser influenciada por la presencia de elementos de aleación, como el titanio y el zirconio. Estos elementos pueden modificar la textura y las propiedades mecánicas del material. La textura de deformación puede afectar significativamente las propiedades mecánicas y físicas del

niobio, por lo que es importante considerarla en la fabricación y procesamiento de este metal.

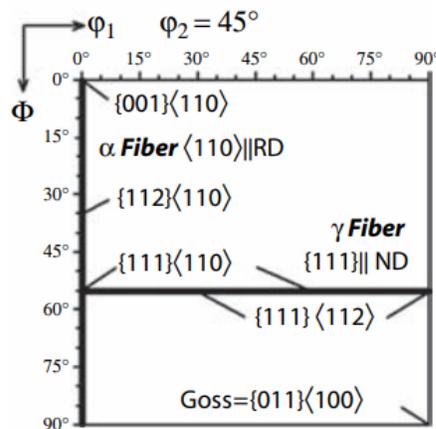
En general, cuando un material con estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (BCC) se somete a condiciones de rolado, este tiende a crear una textura de deformación principalmente por fibras  $\alpha$  ( $[110]$ //RD) y  $\gamma$  el cual tiene una componente  $[111]$  paralela a la dirección normal. Estas pueden ser mostradas mediante ODFs a un ángulo de  $\phi_2 = 45^\circ$  (Kestens & Pircgazi, 2016) y que estas pueden ser enlistadas en la Tabla 2 y representadas esquemáticamente en la Figura 9.

**Tabla 2.** Fibras características en metales y aleaciones BCC (Engler & Randle, 2010).

<i>Fibra</i>	<b>Eje de fibra</b>	<b>Ángulos de Euler utilizando la convención de Bunge (<math>\phi_1, \Phi, \phi_2</math>)*</b>
$\alpha$	$\langle 011 \rangle // RD$	$0^\circ, 0^\circ, 45^\circ - 0^\circ, 90^\circ, 45^\circ$
$\gamma$	$\langle 111 \rangle // ND$	$60^\circ, 54.7^\circ, 45^\circ - 90^\circ, 54.7^\circ, 45^\circ$
$\eta$	$\langle 001 \rangle // RD$	$0^\circ, 0^\circ, 0^\circ - 0^\circ, 45^\circ, 0^\circ$
$\zeta$	$\langle 011 \rangle // ND$	$0^\circ, 45^\circ, 0^\circ - 90^\circ, 45^\circ, 0^\circ$
$\varepsilon$	$\langle 110 \rangle // TD$	$90^\circ, 0^\circ, 45^\circ - 90^\circ, 90^\circ, 45^\circ$
$\beta$	**	$0^\circ, 35^\circ, 45^\circ - 90^\circ, 54.7^\circ, 45^\circ$

\*Valores típicos sin consideraciones simétricas.

\*\*Definidos por el máximo valor de intensidad preferentemente que la posición cristalográfica exacta.



**Figura 9.** Representación esquemática de las orientaciones más importantes en materiales BCC en la sección  $\phi_2 = 45^\circ$  (Engler & Randle, 2010).

Sin embargo, se ha encontrado que, en metales con estructura BCC, debido a condiciones de rolado los granos cerca de la superficie son deformados por corte y los

que están cerca del centro por deformación de rolado puro. Por lo tanto, la textura de corte de la superficie consiste en una fuerte textura de Goss  $\{011\}\langle 100\rangle$  y de aproximadamente  $\{112\}\langle 111\rangle$ . En el caso del centro de la muestra, la textura es similar a una textura rolada en frío con una fuerte fibra  $\alpha$  y una fibra  $\gamma$  (Lücke & Hölscher, 1991).

## 2.6 Difracción de Rayos X (DRX)

La difracción de rayos X es una técnica útil para estudiar la macrotextura de materiales metálicos. La *macrotextura* se refiere a la distribución espacial de las orientaciones cristalográficas en una muestra de metal. Esta información puede ser importante para comprender la anisotropía de las propiedades mecánicas del material.

Para medir la macrotextura de un material metálico con difracción de rayos X, se utiliza un difractómetro de rayos X que está equipado con un detector de alta resolución y un sistema de goniómetro que permite la rotación de la muestra en varios ángulos. La muestra se prepara para que tenga una superficie plana y se monta en el difractómetro (Suwas & Ray, 2014).

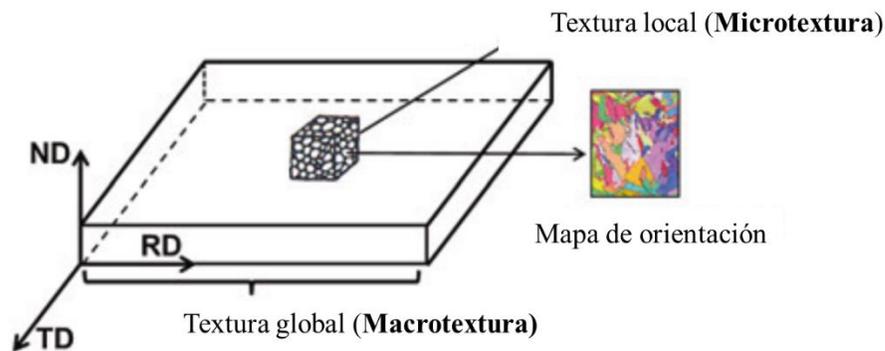
Se hace incidir un haz de rayos X sobre la superficie de la muestra, y se mide el patrón de difracción generado por los átomos en la red cristalina del material. Este patrón de difracción se compone de picos de intensidad que corresponden a las reflexiones de los planos cristalinos del material, en el cual, para el caso de los materiales cúbicos centrados en el cuerpo (BCC) estos corresponden a los planos (110), (200) y (211).

A partir de los datos obtenidos se puede construir un mapa de la distribución de las orientaciones cristalinas en la superficie de la muestra, que es lo que se conoce como macrotextura. Esta información se puede utilizar para identificar áreas de la muestra con diferentes orientaciones cristalográficas y para estudiar cómo varía la orientación cristalina a lo largo de la superficie de la muestra (Engler & Randle, 2010).

## 2.7 Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

La técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD, por sus siglas en inglés) es una técnica realizada en un microscopio electrónico de barrido (MEB) y utilizada para medir la *microtextura* o textura local de materiales metálicos. Esta técnica se basa en la difracción de electrones de alta energía, que se produce cuando los electrones inciden en la superficie del material el cual está dispuesto a un ángulo de inclinación de  $70^\circ$ . La difracción de electrones produce un patrón de difracción, que contiene información sobre la orientación cristalográfica del material, esta se recopila mediante un detector EBSD, que puede ser una cámara CCD (Suwas & Ray, 2014).

Para medir la microtextura del material, se mueve la muestra bajo el haz de electrones en un patrón rasterizado. A medida que el haz de electrones incide en diferentes partes de la muestra, se recopila información sobre la orientación cristalográfica en cada punto. La información se procesa para generar un mapa de textura, que muestra la distribución de orientaciones cristalográficas en la superficie del material como se muestra en la Figura 10.



**Figura 10.** Esquema de las diferencias entre macrotextura y microtextura (Suwas & Ray, 2014).

### 2.7.1 Desorientación de los límites de grano

En EBSD, se bombardea un material con un haz de electrones y se mide la distribución de los electrones retrodispersados. Al comparar la distribución de los electrones retrodispersados de diferentes regiones del material, es posible determinar la desorientación entre dos límites de grano adyacentes. La desorientación se mide en

términos de ángulo y puede ser utilizada para caracterizar la microestructura de un material (Randle et al., 2001).

La desorientación de los límites de grano se refiere a la diferencia en la orientación cristalina entre dos regiones adyacentes de un material separadas por un límite de grano y que puede ser causada por deformación plástica, recocido, crecimiento de grano, entre otros procesos. Estos pueden ser subdivididos en dos: límites de grano de ángulo bajo (LAGB, por sus siglas en inglés) los cuales presentan desorientaciones menores de  $15^\circ$ , y los límites de grano de ángulo alto (HAGB), siendo estos mayores a  $15^\circ$ .

Los LAGB son una estructura compleja debido a que pueden contener un gran número de dislocaciones en su estructura. Aunque estos límites de grano son menos efectivos para obstaculizar el flujo plástico en comparación con los HAGB, todavía pueden presentar cierta resistencia debido a la presencia de dislocaciones. Durante la deformación plástica, las interacciones entre estas dislocaciones y las móviles pueden conducir a cambios graduales en la estructura y desorientación de las fronteras de grano de ángulo pequeño. Esta evolución puede tener un impacto significativo en las propiedades mecánicas de los materiales policristalinos (Zaefferer et al., 2003).

## **2.8 Trabajos relacionados**

(Lee et al., 2002) En este trabajo se llevó a cabo el primer experimento de ARB en un acero libre de intersticiales con estructura BCC. El material se deformó desde 0.8 hasta 4, observando una textura de laminación RD// $\langle 110 \rangle$  cerca del centro del espesor, similar a la obtenida en un proceso de rolado convencional. Sin embargo, en la superficie de la lámina se observó una textura de corte correspondiente a la componente de Goss ( $\{110\}\langle 001 \rangle$ ).

(Hartwig, 2004) estudió el refinamiento de grano del niobio (99.7 wt %) a diferentes pasos de deformación mediante ECAP y recocido a 900, 1000, 1100 y 1200 °C. Con esto, se encontró que la recristalización completa del material ocurre al ser sometido a una deformación de 2.3 (dos pasos de deformación) y posterior recocido a 1100 °C.

(Voronova et al., 2018) procesaron por su parte, niobio (99.95 wt %) mediante la técnica de HPT a temperatura ambiente con un posterior tratamiento de recocido a diferentes temperaturas con un tiempo de permanencia de dos horas. Observaron que al tratarlo a 700 °C se encontró el tamaño de grano más pequeño, con un promedio de 10  $\mu\text{m}$ . Además, el 70 % del área analizada fue ocupada por granos con orientación {110}, correspondiente a la componente de Goss.

(Yapici, 2020) procesó mediante ECAP la aleación Nb-1Zr mediante 8 y 16 pasos de deformación demostrando la aparición de una microestructura elongada con una alta densidad de dislocaciones al llegar al octavo paso, sin embargo, en el paso número 16 fue posible encontrar la presencia de granos y subgranos cercanamente equiaxiados, con un tamaño promedio de 200 nm.

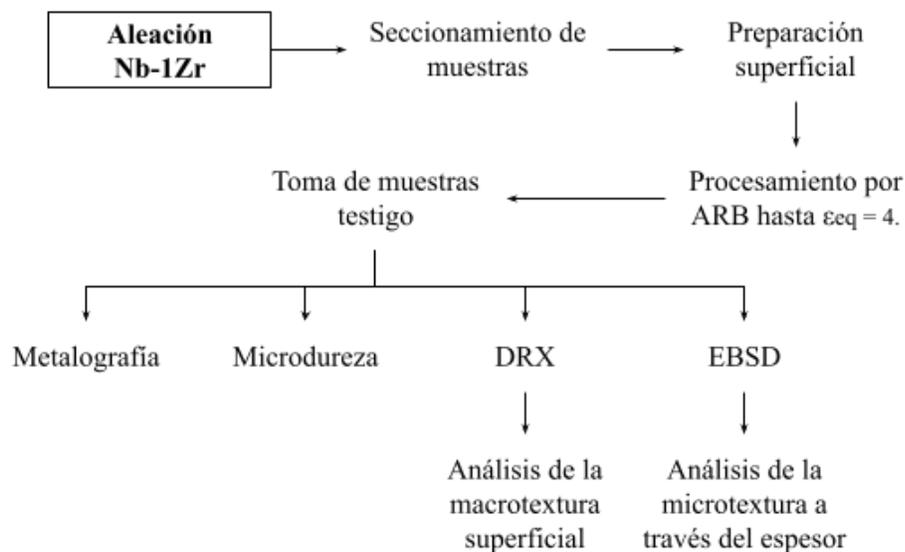
(Rodríguez et al., 2020) elaboró laminados de Nb-1Zr procesados mediante ARB hasta alcanzar una deformación de 4, encontrando así la aparición de la componente de Goss + Dillamore/Taylor encontrados en el último paso de procesamiento. Además, se localizó un importante refinamiento de grano, yendo desde los 30  $\mu\text{m}$  hasta los 800 nm, y una disminución en el módulo elástico en un 20 % con respecto a la muestra inicial. A su vez, destacó que esta técnica de deformación plástica severa puede ser utilizada como una alternativa en la producción de una aleación biocompatible.

# CAPÍTULO III

## DESARROLLO EXPERIMENTAL

En esta sección, se describen los métodos y procedimientos utilizados para llevar a cabo el experimento, presentando los detalles de las técnicas experimentales y explicando además los criterios utilizados para el procesamiento y caracterización de las muestras, incluyendo la descripción de los instrumentos utilizados y las técnicas de análisis empleadas.

En la Figura 11 se muestra un esquema general de las actividades y técnicas implementadas a lo largo del desarrollo del proyecto de investigación.



**Figura 11.** Esquema representativo de metodología experimental realizada para el procesamiento y caracterización de la aleación Nb-1Zr.

### 3.1 Caracterización de la composición química

Con el fin de verificar la composición química de la aleación Nb-1Zr utilizada en el desarrollo de la parte experimental de este trabajo de investigación, se implementaron técnicas de análisis mediante Espectrometría de Emisión Atómica por Plasma (ICP), para lo cual se utilizó un espectrómetro por plasma Marca PERKIN ELMER modelo OPTIMA 8300, las cuales pudieron demostrar que el material de llegada presenta elementos como impurezas, siendo los más importantes el Al, Si y Fe, como se muestra en la Tabla 3.

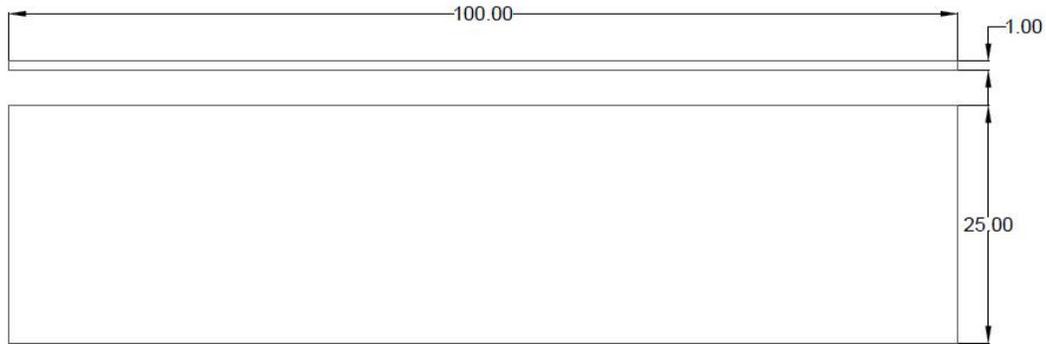
**Tabla 3.** Composición química de material de llegada.

<b>Elemento</b>	<b>Nb</b>	<b>Zr</b>	<b>Al</b>	<b>Si</b>	<b>Fe</b>
<b>% en peso</b>	99.01	0.794	0.087	0.004	0.066

### 3.2 Seccionamiento de muestras a procesar.

Una vez definida la composición química de la aleación Nb-1Zr, se procedió a la elaboración de láminas del material con el objetivo de continuar con el desarrollo del proyecto. Para ello, se empleó una máquina cortadora por cizalla, la cual permitió seccionar las láminas en dimensiones de 100 x 25 x 1 mm, según se muestra en la Figura 12.

Es importante destacar que el proceso de corte fue llevado a cabo con precisión para evitar alterar las propiedades físicas y químicas del material. Se utilizó una cortadora de alta precisión que garantizó la obtención de secciones uniformes y sin deformaciones significativas en los bordes. De esta manera, se logró obtener láminas de Nb-1Zr con dimensiones adecuadas para su posterior procesamiento mediante la técnica de unión por rolado acumulativo.



**Figura 12.** Dimensiones de láminas utilizadas para la técnica de unión por rolado acumulativo (cotas en mm).

### 3.3 Preparación superficial y procesamiento por ARB.

En primer lugar, se llevó a cabo un proceso de desbaste utilizando una lija de carburo de silicio con una granulometría de 80, esto con el objetivo de lograr la rugosidad adecuada en las superficies de las láminas a unir. Una vez completado este proceso, se procedió a realizar una limpieza por ultrasonido utilizando acetona durante 15 minutos aproximadamente, con el fin de asegurar que las superficies estuvieran completamente limpias antes de la unión.

Para la unión de las láminas, se utilizó un método que involucró la unión de las superficies rugosas mediante alambres de Nb colocados en las orillas de las láminas. Este proceso se llevó a cabo para preparar un total de 5 muestras, de manera que se pudiera obtener una muestra final por cada ciclo de rolado.

Este método de unión de las láminas resultó ser altamente efectivo para la preparación de las muestras necesarias para el estudio. Además, la rugosidad lograda en las superficies de las láminas durante el proceso de desbaste fue esencial para asegurar una unión adecuada y resistente entre las mismas. Asimismo, la limpieza por ultrasonido garantizó la eliminación de cualquier tipo de contaminante en las superficies de las láminas, lo que aseguró la calidad de las muestras obtenidas y, por tanto, la confiabilidad de los resultados del estudio.



**Figura 13.** Molino IRM utilizado en el desarrollo de la experimentación.

Con el fin de mejorar la unión entre las dos láminas, se llevó a cabo un proceso de precalentamiento en un horno tubular vertical (Figura 14). Durante este proceso, las láminas se sometieron a temperaturas cercanas a los  $700^{\circ}\text{C}$  durante 60 segundos. Posteriormente, se procedió a realizar un proceso de reducción del espesor por rolado sin lubricación en cada ciclo, con el objetivo de lograr una reducción del 50% del espesor inicial. Para ello, se utilizó un molino de laminación IRM ubicado en la Unidad Saltillo, que cuenta con un par de rodillos de acero grado herramental D2 de 10.15 cm de diámetro y un ancho de 15.24 cm, este se muestra en la Figura 13. Estos rodillos se calentaron a una temperatura aproximada de  $121.11^{\circ}\text{C}$  ( $250^{\circ}\text{F}$ ), mientras que la velocidad de laminación se mantuvo constante en 7.7 RPM, lo que equivale a una velocidad aproximada de 0.04 m/s. Con estas condiciones, se logró obtener una deformación equivalente de 0.8 por paso.



**Figura 14.** Horno vertical tubular y controlador de temperatura implementados para realizar el precalentamiento de las muestras.

Con el objetivo de obtener muestras de cada ciclo para el análisis, se realizó un corte en el centro de la lámina en las muestras que fueron sometidas a más de dos ciclos. Para ello, se llevaron a cabo los procesos de preparación de superficies, unión, precalentamiento y rolado hasta alcanzar el número de ciclo correspondiente. Como resultado, se obtuvo una muestra representativa de cada ciclo para su posterior seccionamiento y análisis. La Figura 15 muestra los laminados obtenidos a partir de este proceso.



**Figura 15.** Laminados finales por cada ciclo.

### **3.4 Caracterización microestructural.**

Para estudiar la evolución morfológica en la microestructura y con el fin de calcular los tamaños de grano finales producidos posterior a cada ciclo de rolado, se llevaron a cabo estudios metalográficos.

Las muestras fueron tomadas en cada ciclo de rolado además de la muestra sin procesar y sus medidas correspondieron a 10 x 10 x 1 mm de espesor, las cuales fueron montadas en baquelita. La cara analizada fue perpendicular a la dirección transversal de cada uno de los rolados.

Posteriormente, se llevó a cabo un desbaste por medio de lijas de carburo de silicio (SiC) con granulometrías ascendentes que van desde los 800 a 2400, con un posterior pulido con pasta de diamante de 3 y 1  $\mu\text{m}$  para finalizar con una solución de sílica coloidal de 0.04  $\mu\text{m}$ . Una vez que las superficies están libres de rayaduras y/o imperfecciones que pudieran alterar los resultados, se finalizó el proceso elaborando un ataque químico ASTM 66, compuesto por 30 mL de ácido fluorhídrico (HF), 15 mL

de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) y 30 mL de ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ ), las cuales a pesar de que en la literatura se reporta sumergir las muestras por 2 minutos, en este material únicamente fueron necesarios 30 segundos para la revelación de los límites de grano y la estructura general (American Society for Metals, 1985). Estas muestras fueron posteriormente analizadas mediante un microscopio óptico marca Keyence VHX-2000E que es mostrado en la Figura 16.



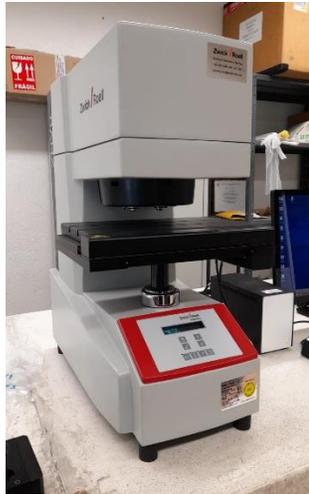
**Figura 16.** Microscopio óptico VHX-2000E utilizado para los estudios metalográficos.

### **3.5 Microdureza Vickers**

Se llevaron a cabo mediciones de microdureza en la superficie de muestras de 10 x 10 x 1 mm de espesor, las cuales correspondían tanto a las láminas sin procesar como a las deformadas a cada uno de los ciclos de rolado. Para una mejor manipulación durante la preparación superficial, las muestras se montaron en baquelita.

Se utilizó una técnica de desbaste ascendente, en la que se aplicaron lijas de carburo de silicio ( $\text{SiC}$ ) de granulometrías que aumentaban progresivamente, desde 800 hasta 2400, seguida de un pulido con pasta de diamante de tamaños de partícula de 3 y 1  $\mu\text{m}$ .

Las mediciones se llevaron a cabo en un microdurómetro Vickers de la marca Zwick/Roell modelo ZHV $\mu$  (visto en la Figura 17), utilizando un indentador piramidal de base cuadrada y ejerciendo una carga de 200 g sobre las muestras. Se realizaron 10 mediciones en cada muestra para obtener un promedio.



**Figura 17.** Microdurómetro Zwick/Roell.

### **3.6 Macrotextura**

Se tomaron muestras con medidas de 20 mm x 20 mm x 1 mm de espesor antes del procesamiento y después de cada uno de los ciclos de rolado. Con una preparación superficial similar a la descrita en la sección anterior (apartado 3.5) para los ensayos de microdureza Vickers. El equipo utilizado fue un difractor de rayos X marca Panalytical Empyrean con una cuna de Euler utilizando además radiación de Cu-K $\alpha$ , esto debido a que presenta una longitud de onda adecuada apropiada (1.5406 Å) para la difracción de cristales metálicos, incluido el niobio, además de que presenta baja absorción, lo que permite que la radiación penetre en la muestra y difracte sin disminuir la intensidad de la radiación medida que interactúa con la muestra (Engler & Randle, 2010). A partir de esto, se obtuvieron resultados en forma de figuras de polos directas (PF) en las direcciones (110), (200) y (211). Estas figuras de polos se utilizaron para recalcular las funciones de densidad de orientación (ODF) mediante la herramienta MText de Matlab. A partir de las ODF, se generaron figuras de polos en las direcciones (100), (110) y (111), mientras que también se obtuvieron figuras de polos inversas (IPF) para las direcciones principales de la muestra, incluyendo la dirección de rolado (DR), transversal (DT) y normal (DN).

Con el fin de estudiar las propiedades elásticas de los materiales cristalinos, estos mismos datos fueron utilizados para el cálculo de los módulos de Voigt y Reuss, las

cuales son aproximaciones del límite elástico superior e inferior, respectivamente. Para su obtención, fue necesario proporcionar al código de MTEX las constantes de rigidez C11, C12 y C44, además de la densidad de la aleación calculada mediante la Ecuación 3, dichos datos se muestran en la Tabla 4.

$$\frac{1}{\rho_{aleación}} = \frac{x_{Nb}}{\rho_{Nb}} + \frac{x_{Zr}}{\rho_{Zr}} + \frac{x_{Al}}{\rho_{Al}} + \frac{x_{Si}}{\rho_{Si}} + \frac{x_{Fe}}{\rho_{Fe}} \quad \text{Ecuación 3}$$

Donde  $\rho$  = densidad,  $x$ = fracción en peso del elemento.

**Tabla 4.** Condiciones para MTEX correspondientes a Nb-1Zr.

Propiedad	Condición	Referencia
<i>Constantes de rigidez</i>	C11= 228	(Wang et al., 2015)
	C12= 124	
	C44= 27	
<i>Densidad (g/cm<sup>3</sup>)</i>	8.537	

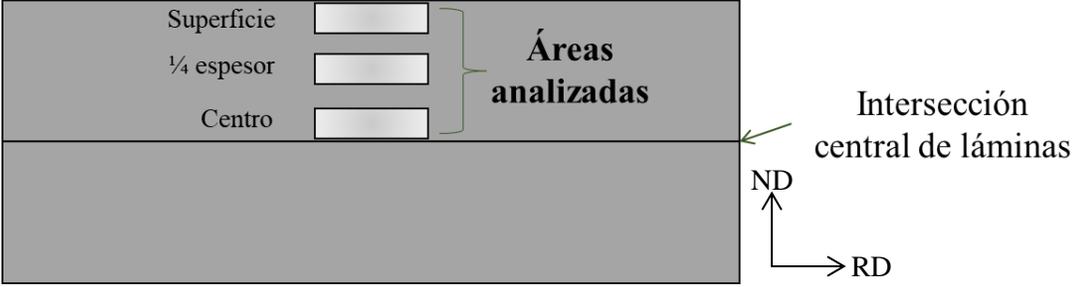
### 3.7 Microtextura

La preparación superficial es un paso crítico en el análisis de EBSD ya que una superficie mal preparada puede afectar la calidad de los datos obtenidos. A continuación. Se describe el proceso general de la preparación de las muestras en la cara transversal para llevar a cabo la técnica.

En primer lugar, se realizó un seccionamiento de 10 x 10 mm a cada una de las muestras mediante una cortadora por cizalla. Luego, se elaboró una preparación superficial similar a la realizada en el proceso de metalografía, pero sin llevar a cabo el ataque químico y prolongando por al menos 20 minutos más el pulido final con sílica coloidal. Además, se elaboró un pulido aún más fino utilizando la técnica de cross-section polishing (CP), que utiliza un haz de iones desenfocado para eliminar el material de la superficie de la muestra y lograr un pulido preciso y controlado.

Se llevaron a cabo tres mediciones para cada una de las muestras procesadas correspondientes a la superficie, ¼ del espesor y en el centro de la probeta como se muestra en la Figura 18. Para la muestra sin procesar, solo se tomó en consideración una medición en el punto central. Estos análisis fueron llevados a cabo en un

microscopio electrónico de barrido de emisión de campo de la marca JEOL 7800F. Finalmente, los datos obtenidos fueron procesados mediante MText, herramienta incorporada a MATLAB.



**Figura 18.** Áreas analizadas en cada uno de los laminados.

# CAPÍTULO IV

## RESULTADOS Y ANÁLISIS

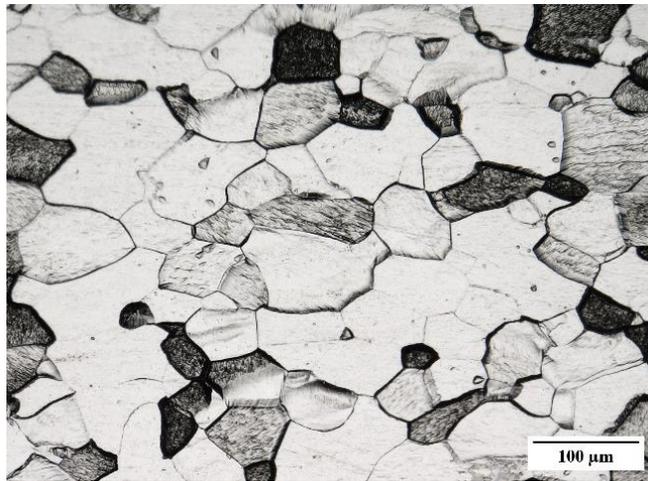
Este capítulo presenta los hallazgos y discusiones del estudio que investigó cómo la aleación Nb-1Zr se transforma en términos de textura cristalográfica cuando se somete a un proceso de unión por rolado acumulativo. El objetivo principal del estudio fue examinar cómo este proceso afecta la orientación cristalográfica preferencial del material y cómo evoluciona mediante el procesamiento, además de su microestructura mediante la aparición de un refinamiento de grano.

Para recopilar los resultados, se utilizaron diversas técnicas, incluyendo la macro y microtextura y técnicas metalográficas discutidos en el capítulo anterior. Estos resultados luego se procesaron y analizaron principalmente utilizando la herramienta MTEX en Matlab para los primeros dos análisis. Los resultados obtenidos proporcionan una comprensión más profunda del efecto que el procesamiento de unión por rolado acumulativo tiene en la aleación Nb-1Zr.

### **4.1 Evolución de la microestructura mediante el procesamiento.**

En este apartado se presentarán los resultados obtenidos a partir del análisis microestructural de las muestras mediante microscopía óptica. Se describirán las características microestructurales observadas en las diferentes muestras, así como las relaciones entre la microestructura y las condiciones de procesamiento de ARB.

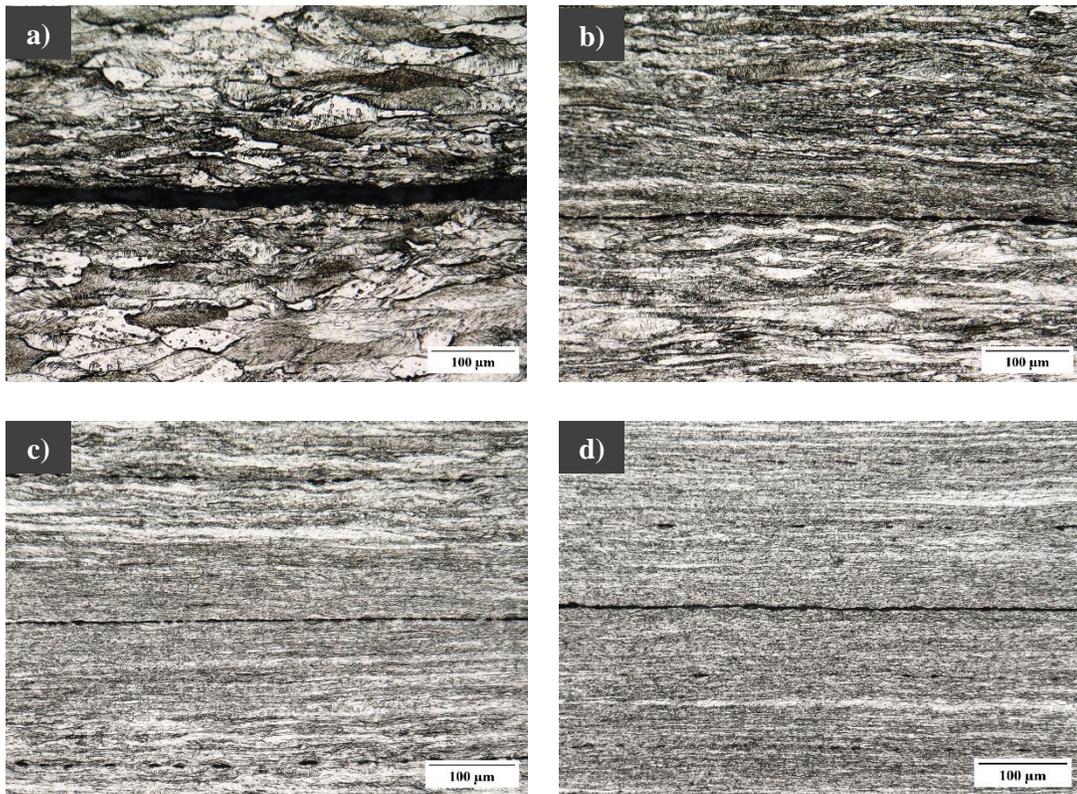
Para iniciar, se llevó a cabo un estudio de la microestructura del material de llegada mediante el uso de micrografías ópticas, lo cual permitió una visualización detallada de los granos presentes en la muestra. En la Figura 19, se puede apreciar un grano de morfología equiaxial con un tamaño promedio de 40  $\mu\text{m}$  y la presencia de la matriz metálica de niobio. Sin embargo, tras el primer pase de ARB (Figura 20a), se observó una transformación en la estructura del material, donde los granos presentaron una estructura laminar elongada en la dirección de rolado y una alta densidad de dislocaciones observadas por las bandas de corte presentes en los granos, las cuales son generadas durante el proceso de deformación. Además, se puede distinguir claramente la unión entre ambas láminas. Estos cambios en la microestructura son relevantes para comprender la evolución de la microdureza que se presentará más adelante y cómo estas varían con la deformación plástica.



**Figura 19.** Microestructura de llegada de Nb-1Zr ( $\epsilon_{eq}=0$ ) a 500X.

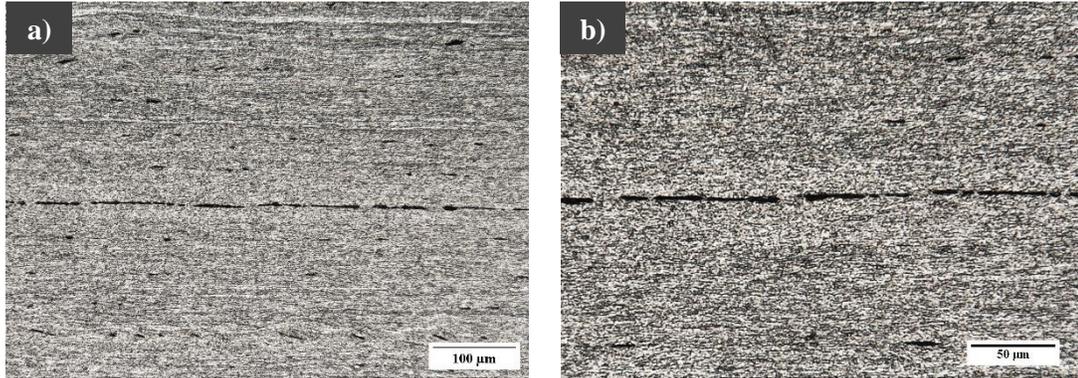
Durante el proceso de rolado acumulativo, se produce una deformación por corte en el material, lo que causa una elongación más marcada de los granos a medida que se aumenta la deformación. En la Figura 20b se muestra que a una deformación equivalente de 1.6, se puede observar una deformación heterogénea entre la superficie y el centro de las láminas. Este efecto se debe a los cambios en los modos de deformación a través de las capas de la lámina. Es decir, mientras que todas las capas presentan un plano de deformación de rolado/compresión, las dos capas externas también muestran una deformación por corte adicional, lo que se conoce como

deformación por corte redundante. La falta de lubricación en el proceso también puede contribuir a una heterogeneidad en la microestructura a través del espesor de las láminas, como se observa en las Figuras 20c y 20d, donde se tiene una deformación equivalente de 2.4 y 3.2, respectivamente. Estos hallazgos son consistentes con estudios previos realizados por Milner y colaboradores en 2013 (Milner et al., 2013).



**Figura 20.** Microestructura final después de cada procesamiento de a) ARB1 ( $\epsilon_{eq} = 0.8$ ), b) ARB2 ( $\epsilon_{eq} = 1.6$ ), c) ARB3 ( $\epsilon_{eq} = 2.4$ ) y d) ARB4 ( $\epsilon_{eq} = 3.2$ ) a 500X.

Sin embargo, al alcanzar una deformación equivalente de 4 (Figura 21), se observa un incremento notorio de la homogeneidad microestructural, con un casi nulo contraste entre las capas y un grano muy refinado, el cual será medido posteriormente mediante microscopía electrónica de barrido. Este efecto de refinamiento de grano podría ser generado también a causa de la aplicación del precalentamiento de las láminas durante el proceso, provocando así una recuperación dinámica durante la deformación, lo que lleva a cabo una disminución de las dislocaciones presentes en el material, como lo indican (Roghani et al., 2022).



**Figura 21.** Microestructura de muestra ARB5 ( $\epsilon_{eq} = 4$ ) a a) 500X y b) 1000X.

Con base en esto se puede observar que en el procesamiento de unión por rolado acumulativo la deformación plástica repetitiva que se aplica a las láminas durante cada ciclo de procesamiento puede llevar a una reducción significativa en el tamaño de grano en estas. Esto se debe a que la deformación plástica repetitiva induce una mayor densidad de dislocaciones, lo que puede llevar a una recuperación y posterior recristalización dinámica y al refinamiento del tamaño de grano en el material.

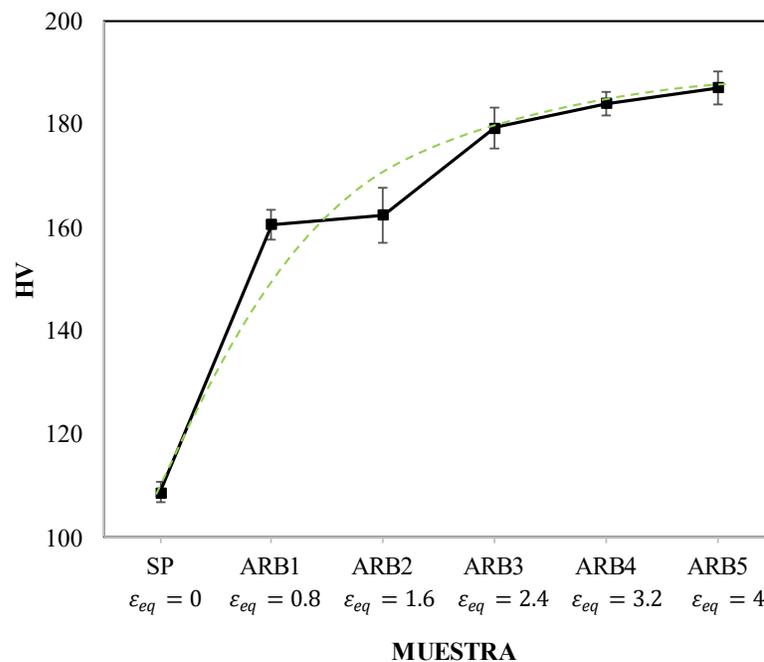
Por lo tanto, el procesamiento de unión por rolado acumulativo puede ser utilizado como una técnica para el refinamiento de grano en materiales metálicos. Además, la técnica de ARB puede ser utilizada para producir materiales con una microestructura homogénea y una distribución de tamaño de grano uniforme, lo que puede mejorar aún más las propiedades mecánicas del material.

Es evidente, además, que durante este proceso las láminas se deforman plásticamente y se produce un flujo de material en la interfase entre ellas. A medida que se aplica la fuerza de rolado y se alcanzan mayores pasos de deformación, se genera una mayor interacción entre las láminas. Esto provoca un aumento en la deformación plástica y la mezcla de los materiales en la interfase. Sin embargo, es importante destacar que la interfase menos unida se encuentra en las últimas láminas (parte central). Esto puede ocurrir debido a que las primeras láminas ya han experimentado un mayor número de pasos de deformación y, por lo tanto, han tenido más oportunidades para formar uniones sólidas en la interfase. En contraste, las últimas láminas pueden haber experimentado menos pasos de deformación y, por lo tanto, tienen una menor unión en

la interfase. Dentro de estas es posible la formación de óxidos de niobio generados por el precalentamiento de la muestra antes de ser sometido al ARB, ya que, al no ser sometido a un ambiente controlado y debido a la presencia de oxígeno en la atmósfera, es probable que se haya iniciado la oxidación del niobio en la superficie.

#### 4.2 Evolución de la dureza mediante el procesamiento de ARB.

La Figura 22 representa una comparativa de la dureza de la aleación Nb-1Zr en función de los ciclos de ARB a los que fue sometida. Los resultados demuestran que la dureza incrementa gradualmente desde el primer hasta el quinto ciclo. En el gráfico se observa un crecimiento significativo en la dureza durante el primer ciclo, pasando de un valor inicial de 109 HV a 161 HV. Luego, en el segundo ciclo, se registra un incremento adicional de 2 unidades al alcanzar una deformación equivalente de 1.6. El tercer ciclo, ARB3, muestra un segundo incremento significativo en la dureza, llegando a un valor de 179 HV, posiblemente debido a la aparición de granos refinados en la microestructura, tal y como se muestra en la Figura 20c. Finalmente, los valores de dureza alcanzan 184 y 187 HV con deformaciones equivalentes de 3.2 y 4, respectivamente.



**Figura 22.** Microdureza de las láminas de Nb-1Zr sometidas al proceso de ARB.

Estos resultados detallan que la aleación de Nb-1Zr experimenta una serie de cambios notables en su microestructura y propiedades mecánicas a medida que se somete al proceso de ARB. En el primer paso de deformación, se observa un alargamiento de los granos y un aumento en la dureza de 109 HV a 161 HV. Este aumento en la dureza se atribuye al endurecimiento por deformación, un fenómeno causado por la multiplicación y entrelazamiento de dislocaciones en la estructura cristalina del material. Esta multiplicación de dislocaciones dificulta el deslizamiento de los planos cristalinos dentro de los granos, lo que conlleva una mayor resistencia al flujo de la deformación y, por lo tanto, un aumento en la dureza del material.

En los pasos subsiguientes de deformación (segundo, tercero y cuarto), la microestructura al presentar granos laminares y una cierta falta de homogeneidad sugiere la presencia de un proceso de recuperación. La recuperación es una etapa intermedia entre la deformación y la recrystalización, donde algunas dislocaciones se anulan o agrupan, generando estos nuevos granos. En consecuencia, el aumento de la dureza en ARB2 se ve mitigado, ya que la reducción de la densidad de dislocaciones contrarresta en parte el endurecimiento por deformación inicial.

No obstante, en el quinto paso de deformación, se produce un refinamiento adicional de los granos y la dureza aumenta a 189 HV. Este aumento se debe a la recrystalización dinámica, un proceso en el cual algunos granos experimentan una transformación completa en nuevos granos sin dislocaciones. La recrystalización dinámica alivia las tensiones internas acumuladas y resulta en una microestructura más uniforme, generado por el endurecimiento por deformación. A medida que se forman nuevos granos sin dislocaciones, la densidad de dislocaciones en el material disminuye, lo que contribuye al aumento de la dureza.

El estudio realizado por (Roghani et al., 2022) destaca la importancia de alcanzar valores específicos de deformación equivalente en el procesamiento de unión por rolado acumulativo para lograr un aumento significativo en la dureza del material. Sin embargo, también se identifica un límite superior de deformación equivalente en el que la microdureza comienza a decrecer.

En particular, los autores señalan que cuando se alcanzan  $\epsilon_{eq}$  superiores a 4.8, se observa un decremento en la microdureza de hasta un 20%, especialmente cuando se aplican condiciones de precalentamiento en las muestras. Esto se debe a la activación de la recuperación dinámica en el material, lo que lleva a la disminución de las dislocaciones presentes y a una reducción en la dureza.

### 4.3 Análisis de la macrotextura superficial

Los análisis de textura realizados en el Nb1Zr sin procesar han permitido identificar una textura inicial típica en los materiales que han sido sometidos a procesos de laminación y tienen una estructura cristalina centrada en el cuerpo (BCC). Esta textura se caracteriza por tener la componente [111]//ND tal y como se presenta en la Figura 23a. Sin embargo, al elaborar el primer paso de deformación, se observa una disminución notable de esta componente y la aparición de la componente [110]//ND (Figura 23b).

Este efecto se repite en los siguientes pasos de deformación, observándose una leve aparición nuevamente de la componente [111]//ND al alcanzar a una deformación equivalente de 2.4 y 4 (Figuras 23d y 23f).

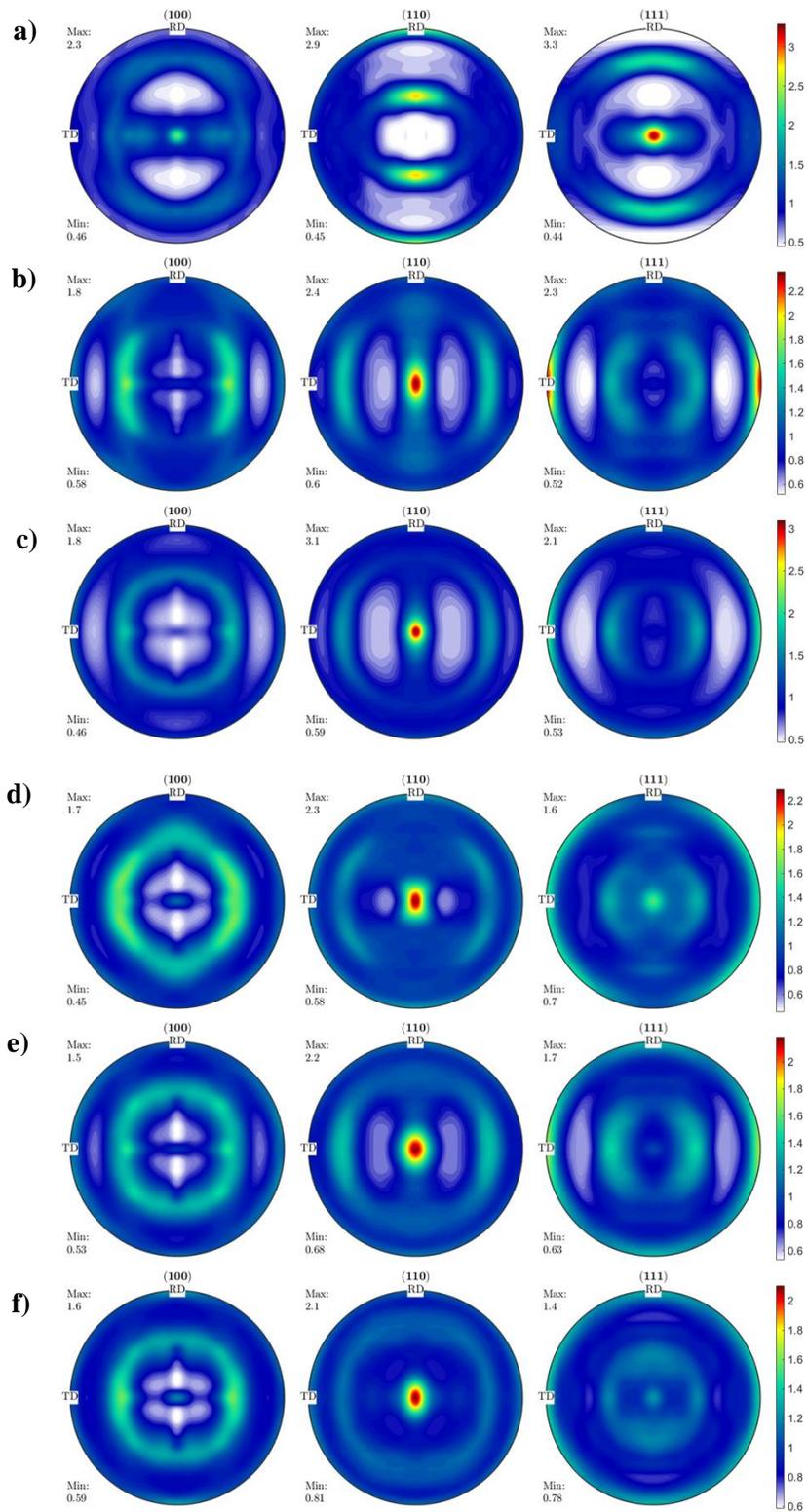
La Figura 24 proporciona una visualización detallada de los cambios mencionados anteriormente. Se puede observar cómo la orientación preferencial de los granos en la dirección normal (ND) del material evoluciona a medida que se aplica una mayor deformación. En la etapa inicial, la componente {111}//ND es la predominante en la dirección normal de la muestra, pero a medida que se somete al material a una deformación más significativa, esta componente disminuye notablemente y se da paso a la aparición de la componente {110}<001>

La Figura 25 presenta un análisis detallado de las ODFs a un ángulo de  $\varphi_2 = 45^\circ$ . En el estado inicial (Figura 25a) la muestra sin procesar muestra una textura típica de rolado, denominada fibra  $\gamma$  ( $\varphi_1 = 0^\circ - 90^\circ$ ,  $\phi = 55^\circ$ ,  $\varphi_2 = 45^\circ$ ), así como una textura de cubo ( $\varphi_1 = 45^\circ$ ,  $\phi = 0^\circ$ ,  $\varphi_2 = 45^\circ$ ), indicando una orientación preferencial de los granos debido a la historia de deformación previa.

Sin embargo, al someter la muestra al primer paso de deformación, se observa un cambio en la textura. Este cambio indica que, durante la primera etapa de deformación, los granos se están reorientando hacia una dirección más favorable desde el punto de vista de las propiedades mecánicas. Este fenómeno está relacionado con el endurecimiento por deformación, ya que la redistribución de las dislocaciones y la reorientación de los granos contribuyen a un aumento en la dureza.

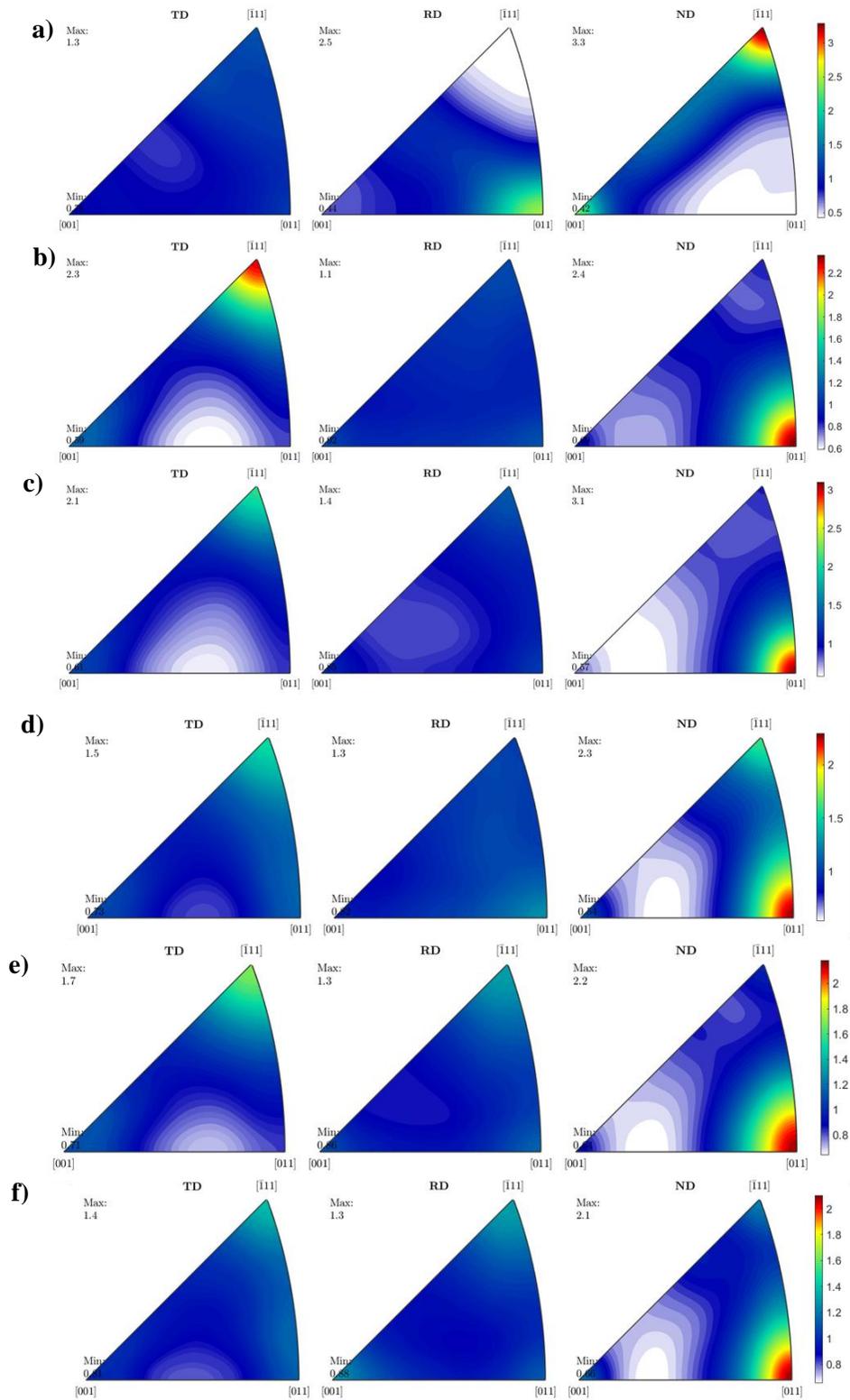
A medida que se continúa con la deformación y se alcanza el tercer paso, se encuentra la componente de Goss ( $\varphi_1= 90^\circ$ ,  $\phi= 90^\circ$ ,  $\varphi_2= 45^\circ$ ) en la textura superficial (Figura 25d). Esto sugiere que la recristalización dinámica está desempeñando un papel crucial en este punto. Durante la recristalización dinámica, algunos granos experimentan una transformación completa en nuevos granos sin dislocaciones, y estos nuevos granos pueden tener una orientación diferente. Este proceso es acompañado por un refinamiento de grano y, en este caso, una transición hacia la componente de Goss.

En el quinto paso de deformación mostrado en la Figura 25f, la textura muestra una orientación diferente, representando la componente de Goss rotado ( $\varphi_1= 0^\circ$ ,  $\phi= 90^\circ$ ,  $\varphi_2= 45^\circ$ ). Esta evolución podría estar relacionada con la continuación de la recristalización dinámica y el refinamiento de grano mencionado previamente.

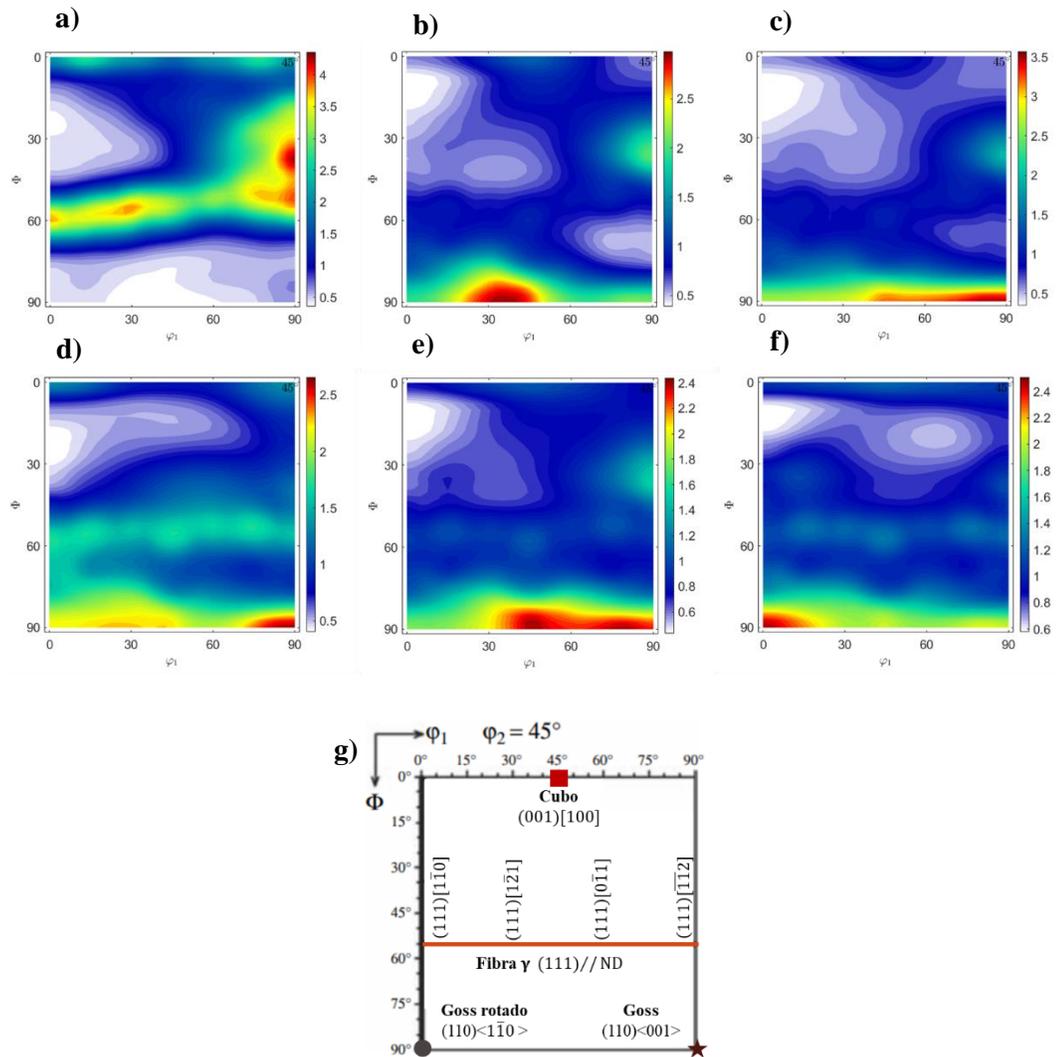


**Figura 23.** Figuras de polos directas de a) Nb-1Zr SP ( $\epsilon_{eq}=0$ ), b) ARB1 ( $\epsilon_{eq}=0.8$ ), c) ARB2 ( $\epsilon_{eq}=1.6$ ), d) ARB3 ( $\epsilon_{eq}=2.4$ ), e) ARB4 ( $\epsilon_{eq}=3.2$ ), f) ARB5 ( $\epsilon_{eq}=4$ ), en donde RD es vertical y TD es horizontal.

El fenómeno de la aparición de la componente de Goss rotado también ha sido observado en otros materiales, como las láminas de la aleación Fe-1.2 wt. %Si, donde se reportó por primera vez por Nguyen-Minh y colaboradores en 2012 (Nguyen-Minh et al., 2012). En este estudio, se encontró que la componente de Goss rotado se presentaba a bajas deformaciones equivalentes (0.2-0.8) durante el proceso de rolado convencional. Sin embargo, a medida que la deformación se incrementaba, la intensidad de la componente de Goss rotado disminuía y se incrementaba la intensidad de la componente de cubo. Además, concluyen que es más común que se formen bandas de corte con ángulos de inclinación de entre 35 y 45 grados en la orientación de Goss rotado, debido a un fenómeno conocido como ablandamiento geométrico.



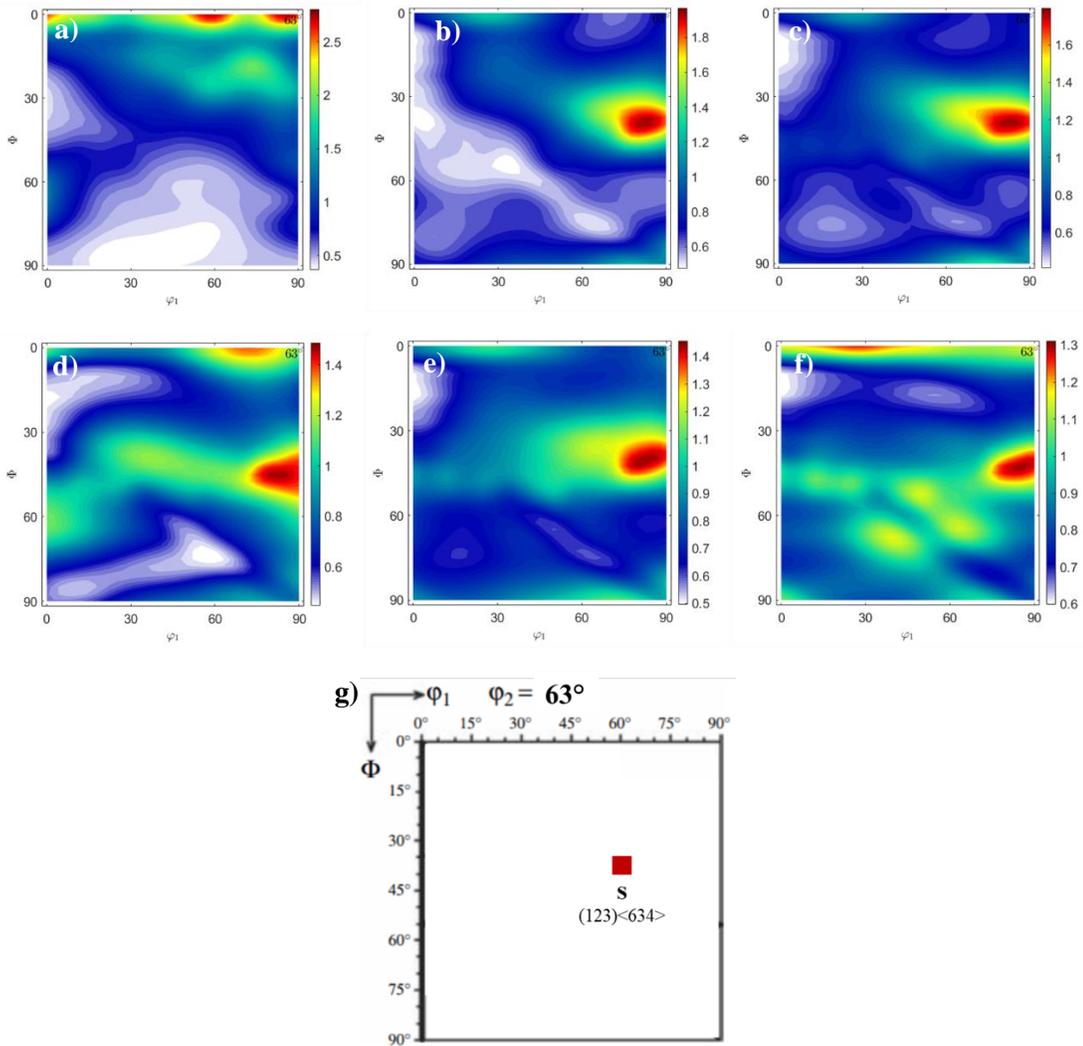
**Figura 24.** Figuras de polos inversas para a) Nb-1Zr SP ( $\epsilon_{eq}=0$ ), b) ARB1 ( $\epsilon_{eq}=0.8$ ), c) ARB2 ( $\epsilon_{eq}=1.6$ ), d) ARB3 ( $\epsilon_{eq}=2.4$ ), e) ARB4 ( $\epsilon_{eq}=3.2$ ), f) ARB5 ( $\epsilon_{eq}=4$ ).



**Figura 25.** ODF a  $\phi_2 = 45^\circ$  para a) Nb-1Zr SP ( $\epsilon_{eq} = 0$ ), b) ARB1 ( $\epsilon_{eq} = 0.8$ ), c) ARB2 ( $\epsilon_{eq} = 1.6$ ), d) ARB3 ( $\epsilon_{eq} = 2.4$ ), e) ARB4 ( $\epsilon_{eq} = 3.2$ ), f) ARB5 ( $\epsilon_{eq} = 4$ ), y g) esquema representativo de las fibras y componentes encontradas.

Finalmente, para observar si se encuentran componentes de corte se recurrió al análisis de las ODFs a un ángulo  $\phi_2 = 63^\circ$  (Figura 26). La textura de corte es una orientación preferencial de los granos en una muestra policristalina, que se caracteriza por una distribución de orientaciones que están más cerca del plano de corte. Sin embargo, no se presenta la componente de corte principal denominada “componente S” ( $\phi_1 = 64^\circ, \phi =$

37°,  $\varphi_2= 63^\circ$ ) en ninguna de las láminas deformadas. Esto podría ser causado debido a la preparación de las muestras, generando un análisis no tan superficial. Este análisis superficial será estudiado posteriormente en la sección de microtextura a través del espesor.



**Figura 26.** ODF a  $\varphi_2= 63^\circ$  para a) Nb-1Zr SP ( $\epsilon_{eq}= 0$ ), b) ARB1 ( $\epsilon_{eq}= 0.8$ ), c) ARB2 ( $\epsilon_{eq}= 1.6$ ), d) ARB3 ( $\epsilon_{eq}= 2.4$ ), e) ARB4 ( $\epsilon_{eq}= 3.2$ ), f) ARB5 ( $\epsilon_{eq}= 4$ ), y g) esquema representativo de las componentes buscadas.

#### 4.4 Comportamiento de la anisotropía elástica.

Se realizaron una serie de cálculos mediante la herramienta MTEX para evaluar el efecto del procesamiento en la respuesta elástica y obtener una idea de sus valores aproximados. Es importante destacar que el uso de herramientas de simulación y modelado es fundamental en la investigación científica, ya que permite analizar el comportamiento de los materiales y predecir su respuesta ante diferentes condiciones y procesamientos.

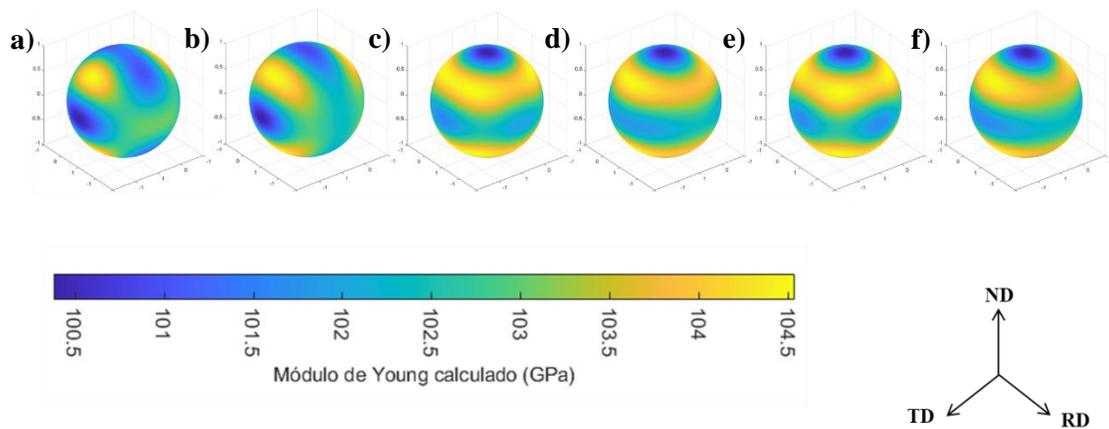
En este caso, se utilizaron los valores de la Tabla 4 y la ODF como función de peso para calcular los módulos de Voigt y Reuss, que representan los límites superior e inferior de la respuesta elástica del material, respectivamente. Esto proporciona una idea de la variabilidad de la respuesta elástica en diferentes direcciones y condiciones de procesamiento.

En la Tabla 5 y 6 se presentan los resultados obtenidos para el Módulo de Young a lo largo de las direcciones de rolado, transversal y normal para las muestras de Nb-1Zr de llegada y con posterior procesamiento de ARB. Estos valores muestran cómo el comportamiento elástico del material varía según la dirección y el grado de procesamiento al que ha sido sometido.

Para visualizar mejor estos resultados, se muestran gráficamente en las Figuras 27 y 28 los valores del módulo de Voigt y Reuss respectivamente. En estas figuras, las zonas amarillas representan los valores más altos del módulo, mientras que las zonas de color azul representan los valores más bajos.

**Tabla 5.** Módulos de Voigt (límite superior) de las muestras calculadas mediante MTEX.

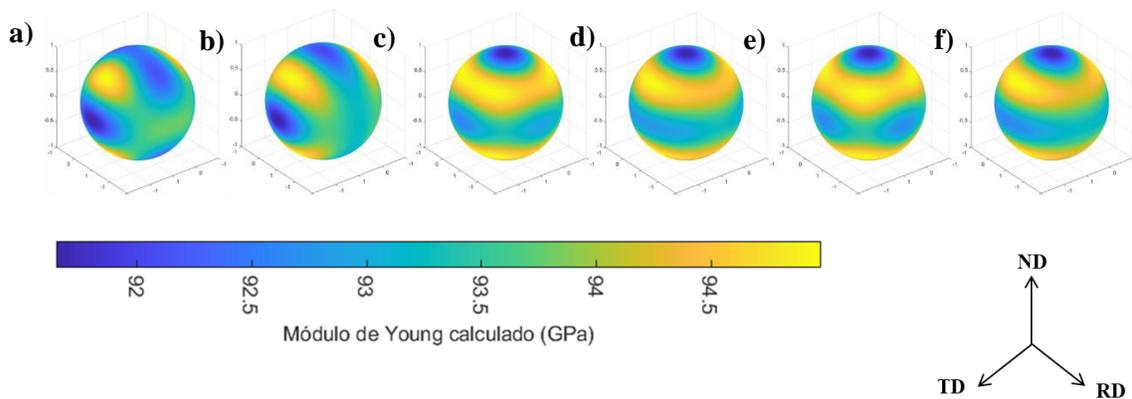
<b>DIRECCIÓN</b>	<b>SP</b>	<b>ARB1</b>	<b>ARB2</b>	<b>ARB3</b>	<b>ARB4</b>	<b>ARB5</b>
<b><i>TD</i></b>	100.9	100.42	101.03	100.99	101.54	101.600
<b><i>RD</i></b>	103.56	102.59	101.49	101.97	101.59	102.37
<b><i>ND</i></b>	101.84	100.99	99.585	98.32	100.41	100.38



**Figura 27.** Promedio de Voigt para a) Nb-1Zr SP ( $\epsilon_{eq}=0$ ), b) ARB1 ( $\epsilon_{eq}=0.8$ ), c) ARB2 ( $\epsilon_{eq}=1.6$ ), d) ARB3 ( $\epsilon_{eq}=2.4$ ), e) ARB4 ( $\epsilon_{eq}=3.2$ ) y f) ARB5 ( $\epsilon_{eq}=4$ ).

**Tabla 6.** Módulos de Reuss (límite inferior) de las muestras calculadas mediante MTEX.

DIRECCIÓN	SP	ARB1	ARB2	ARB3	ARB4	ARB5
<i>TD</i>	92.052	91.686	92.155	92.147	92.551	92.607
<i>RD</i>	94.169	93.384	92.513	92.901	92.587	93.211
<i>ND</i>	92.801	92.127	91.039	90.320	91.670	91.647



**Figura 28.** Promedio de Reuss para a) Nb-1Zr SP ( $\epsilon_{eq}=0$ ), b) ARB1 ( $\epsilon_{eq}=0.8$ ), c) ARB2 ( $\epsilon_{eq}=1.6$ ), d) ARB3 ( $\epsilon_{eq}=2.4$ ), e) ARB4 ( $\epsilon_{eq}=3.2$ ) y f) ARB5 ( $\epsilon_{eq}=4$ ).

Estos resultados demuestran la evidente anisotropía elástica del material sin procesar y la evolución de esta a través de la deformación debido al cambio de color y valor en cada una de las direcciones de la muestra, corroborando los resultados obtenidos por (Rodríguez et al., 2020).

Es importante destacar que los módulos de Voigt y Reuss son valores teóricos que se calculan a partir de modelos matemáticos y no siempre representan la respuesta elástica real del material. Sin embargo, son herramientas útiles para entender la relación entre la estructura del material y su comportamiento mecánico y para desarrollar modelos predictivos más precisos.

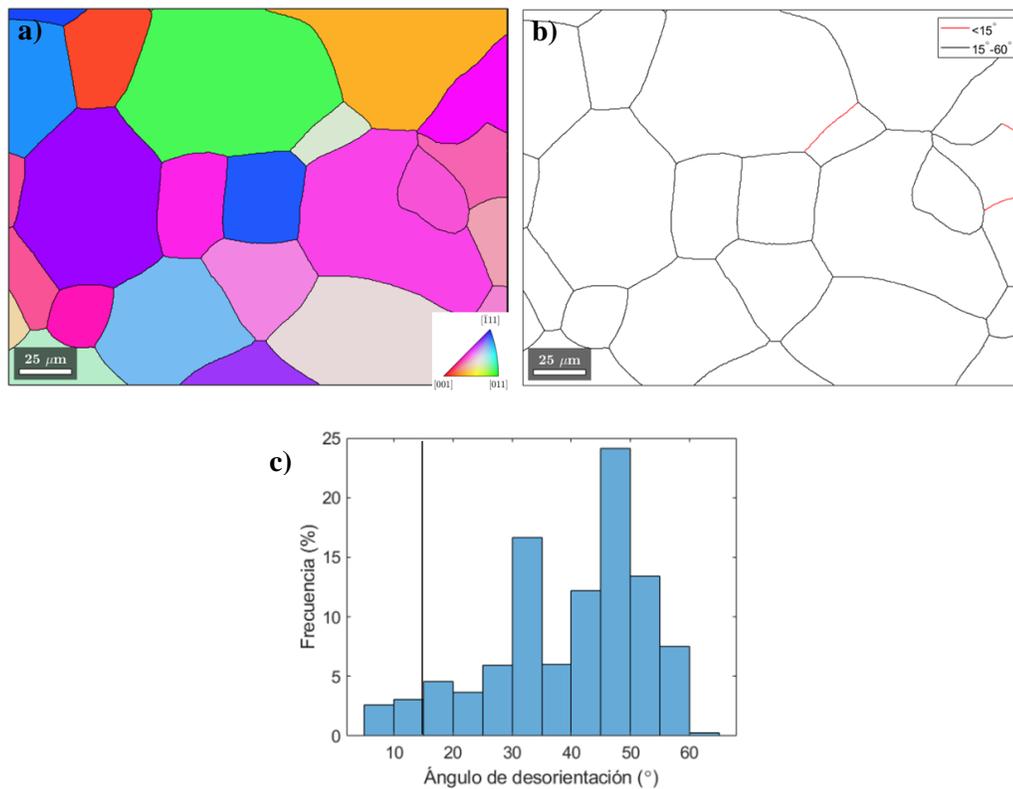
#### **4.5 Microtextura a través del espesor.**

En el siguiente apartado, se llevará a cabo el análisis de la microtextura a través del espesor de las láminas de Nb-1Zr. Para ello, se utilizó la técnica de EBSD (Electron Backscatter Diffraction), que permite obtener información sobre la orientación cristalina de los granos de un material. Con el análisis de la microtextura mediante EBSD se podrá determinar cómo se distribuyen las diferentes orientaciones cristalinas a lo largo del espesor de las láminas de Nb-1Zr y cómo influyen los procesos de deformación sobre la evolución de la microtextura.

##### **4.5.1 Material de llegada ( $\epsilon_{eq} = 0$ ).**

Para tener un punto de partida se realizó un análisis inicial a la muestra sin procesar y con el fin de corroborar la equiaxialidad de los granos como se observó en la microscopía óptica, se elaboró un mapa de orientación a la lámina y que es mostrado en la Figura 29a. Los mapas ND son herramientas utilizadas en la investigación de materiales para analizar la orientación cristalográfica de los granos. En este caso, se está hablando de una lámina procesada con ARB. Cada punto en el mapa representa un límite de grano, y el color de cada punto indica la dirección cristalográfica paralela a la dirección normal de la lámina, es decir, muestra cómo están orientados los cristales del material en relación con la dirección de laminado. Además, cada punto está

asociado al triángulo estereográfico coloreado que representa la dirección cristalográfica correspondiente. También, se puede observar que el material posee en su mayoría límites de grano de ángulo alto (Figura 29b), y que con ayuda de la Figura 29c se puede determinar que su pico máximo se encuentra en el ángulo a  $45^\circ$ , esto quiere decir que la aleación sin procesar tiene una distribución del ángulo de desorientación que muestra una mayor cantidad de límites de grano de alto ángulo, lo cual está relacionado con la distribución teórica de Mackenzie para estructuras cúbicas, donde los granos se orientan al azar y el ángulo de desorientación máximo suele estar entre  $45^\circ$  y  $60^\circ$  (Mackenzie & Thomson, 1957). Con esto, se observa entonces que los límites de grano de ángulo bajo únicamente se presentan en un valor menor a 7.5%.



**Figura 29.** a) Mapa de orientación obtenida por EBSD, b) mapa de límites de grano y c) gráficas de distribución de la desorientación de la muestra Nb-1Zr SP ( $\epsilon_{eq}=0$ ).

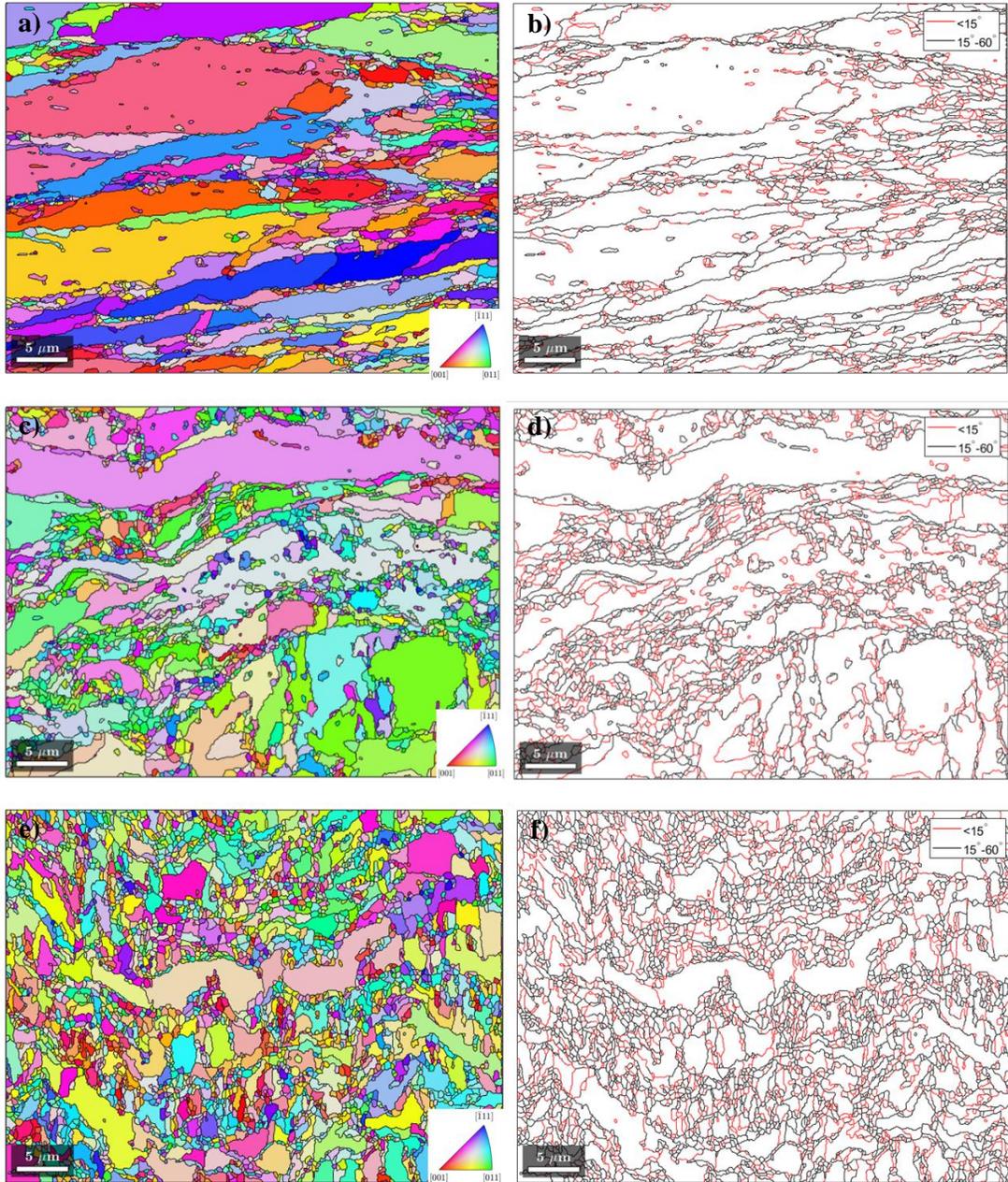
#### **4.5.2 Primer paso de procesamiento ( $\varepsilon_{eq} = 0.8$ ).**

Tras llevar a cabo el primer paso del procesamiento, se pudo observar claramente a través de las micrografías ópticas previamente mostradas, que el grano presenta una morfología laminar. La veracidad de este efecto se pudo confirmar mediante los mapas de orientación presentados en la Figura 30. A través de estos mapas, se puede observar el efecto del procesamiento de rolado a través del espesor, destacando que existe una heterogeneidad tanto en la morfología como en la cristalografía del material.

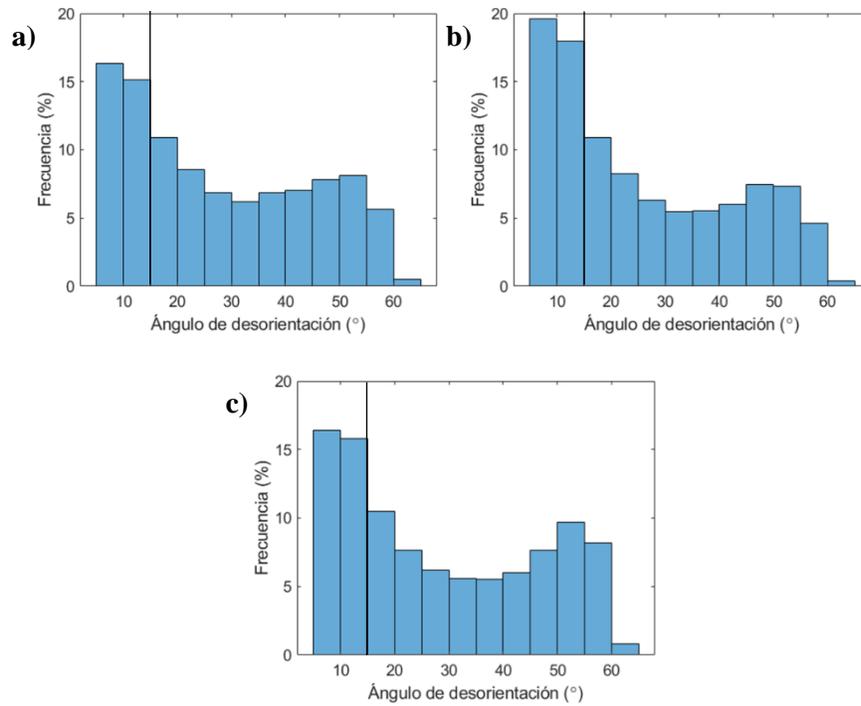
Al analizar las imágenes, se puede observar que a medida que se desplaza de la superficie (Figura 30a) hacia el centro de la pieza (Figura 30e), la muestra presenta una variación en el tamaño de grano. En particular, se puede apreciar una disminución en el tamaño del grano a medida que se localiza el centro de la muestra.

Haciendo uso de los mapas de límites de grano (Figuras 30b, d y f) y sus respectivos histogramas de distribución presentados en la Figura 31, es posible observar el efecto de la deformación en la microestructura, observando un desplazamiento de los picos hacia valores menores de  $15^\circ$ , correspondiendo ahora a un incremento de los límites de grano de ángulo bajo (LGAB). Sin embargo, la mayor distribución de LGAB es presentado a un cuarto del espesor de la muestra.

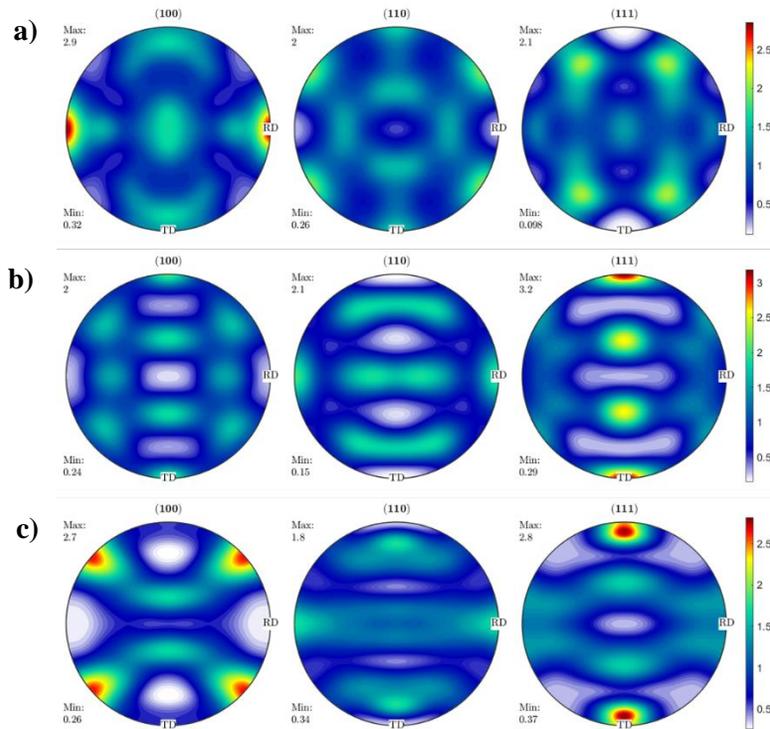
Este incremento de los LGAB se forma durante el proceso de deformación plástica de un material. Durante la deformación, las dislocaciones se mueven en el cristal y se acumulan en las fronteras de grano, lo que puede provocar la nucleación de algunos granos y la formación de nuevos. La rotura de los granos se produce cuando la deformación localizada supera la resistencia del material en esas zonas, lo que puede conducir a una redistribución de la deformación y al inicio de la formación de nuevos granos, como se observa en el área central de la muestra.



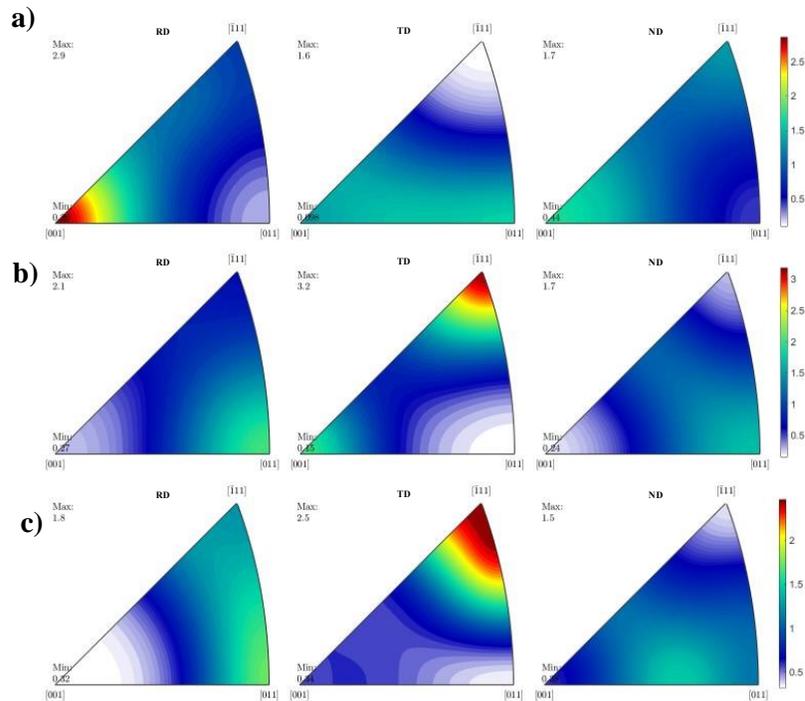
**Figura 30.** Mapas de orientación obtenidas por EBSD para la muestra ARB1 ( $\epsilon_{eq}= 0.8$ ) en a) superficie, c)  $\frac{1}{4}$  de espesor y e) centro de la lámina, y mapas de límites de grano para b) superficie, d)  $\frac{1}{4}$  de espesor y f) centro de la lámina.



**Figura 31.** Histogramas de ángulos desorientación obtenidas para la muestra ARB1 ( $\epsilon_{eq}=0.8$ ) en a) superficie, b)  $\frac{1}{4}$  de espesor y c) centro de la lámina.



**Figura 32.** Figuras de polos recalculadas obtenidas en MTEX para la muestra ARB1 ( $\epsilon_{eq}=0.8$ ) en a) superficie, b)  $\frac{1}{4}$  de espesor y c) centro de la lámina.



**Figura 33.** Figuras de polos inversas obtenidas en MTEX para la muestra ARB1 ( $\epsilon_{eq}=0.8$ ) en a) superficie, b)  $1/4$  de espesor y c) centro de la lámina.

Las Figuras 32 y 33 proporcionan información sobre el comportamiento de la textura cristalográfica del laminado ante la deformación. Para ello, se han utilizado las figuras de polos directas e inversas, que permiten visualizar la distribución de orientaciones cristalográficas y de vectores de dirección en la muestra.

En la Figura 32a de la figura de polos directa, se observa la presencia de la componente  $[100]$  en la dirección de rolado en la superficie de la muestra, lo que indica una fuerte anisotropía textural en esa dirección. A medida que se avanza hacia el centro (Figura 32c) de la muestra, esta componente disminuye y aparece la componente  $\{111\}$ //TD, lo que sugiere que la textura cristalográfica se está redistribuyendo en la muestra debido a la deformación.

Además, en la figura de polos inversa (Figura 33) se puede apreciar la aparición de la componente  $\{111\}$ //ND de la superficie, aunque con menor intensidad que la componente  $\{100\}$ //ND. Esto indica que la textura cristalográfica en la dirección normal también se está modificando, aunque no de forma tan significativa como en la dirección de rolado.

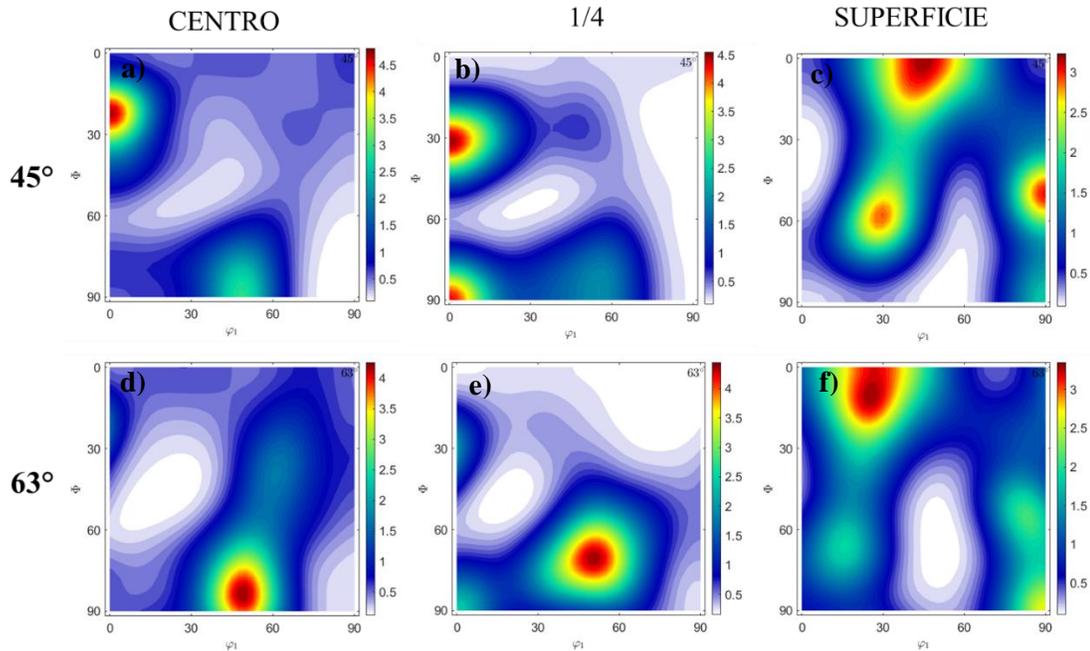


Figura 34. ODFs a  $\varphi_2= 45^\circ$  localizado en a) centro, b)  $\frac{1}{4}$  de espesor, c) superficie, y a  $\varphi_2= 63^\circ$  en d) centro, e)  $\frac{1}{4}$  de espesor, f) superficie para la muestra de ARB1 ( $\epsilon_{eq}= 0.8$ ).

Se utilizó además, el cálculo de las ODFs para representar de manera esquemática las figuras de polos, las cuales son presentadas en la Figura 34, en ellas se puede observar que a un ángulo de  $\varphi_2$  de  $45^\circ$ , fue posible determinar la aparición de la fibra  $\gamma$  (componente  $\{111\}/ND$ ) a baja intensidad en la superficie (Figura 34c), y puede observarse además que a  $\frac{1}{4}$  del espesor puede distinguirse lo que podría ser la componente de Goss rotado, como se observa en la Figura 34b, misma que fue distinguida en el análisis de la macrotextura superficial al alcanzar un valor de deformación de 4 (muestra ARB5).

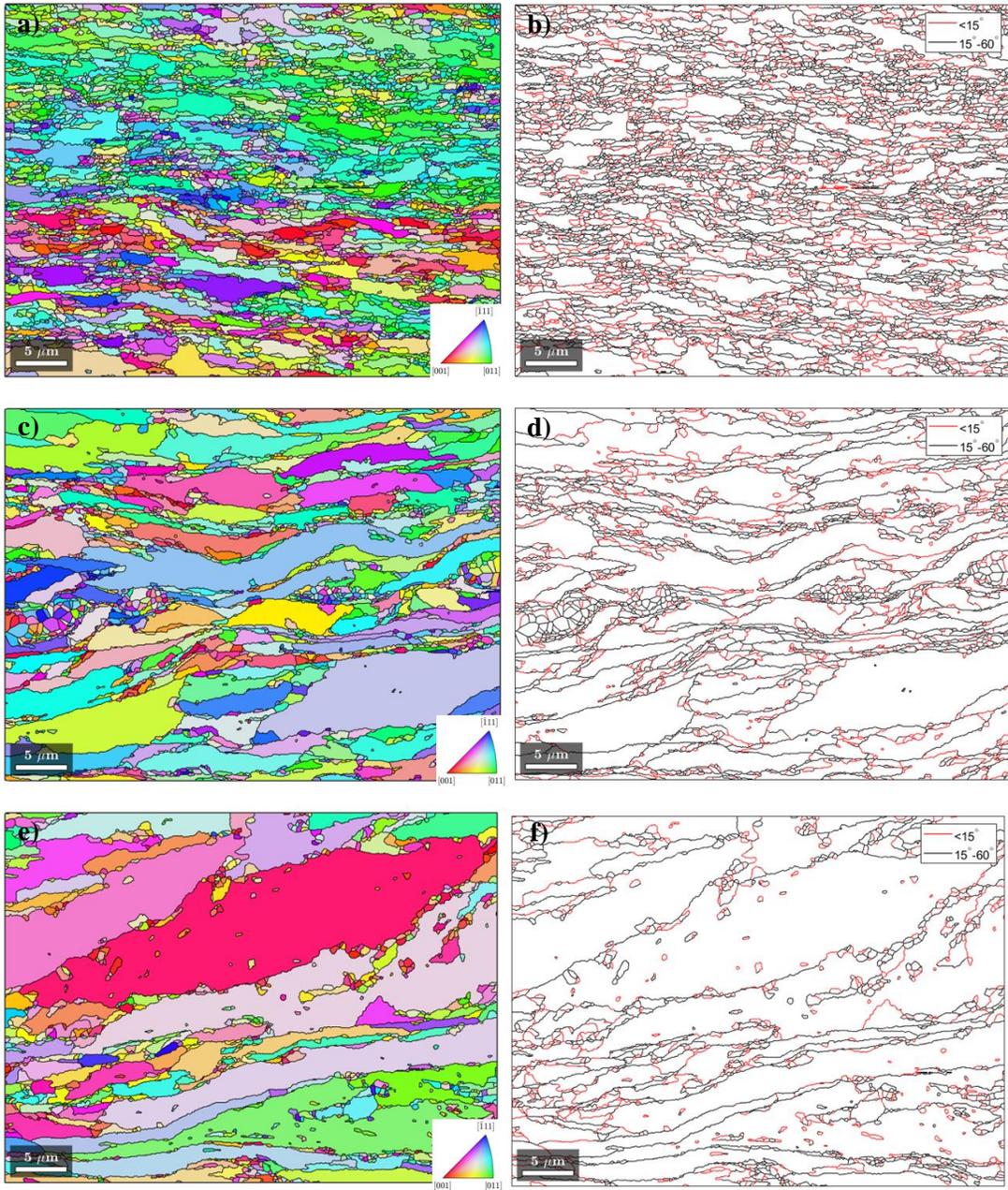
Sin embargo, no fue posible distinguir texturas de corte en ninguna de las zonas estudiadas de la muestra, ya que al hacer uso del ángulo de  $\varphi_2$  de  $63^\circ$  (Figuras 34d, e y f) no fue posible distinguir la componente S.

### 4.5.3 Segundo paso de ARB ( $\epsilon_{eq} = 1.6$ ).

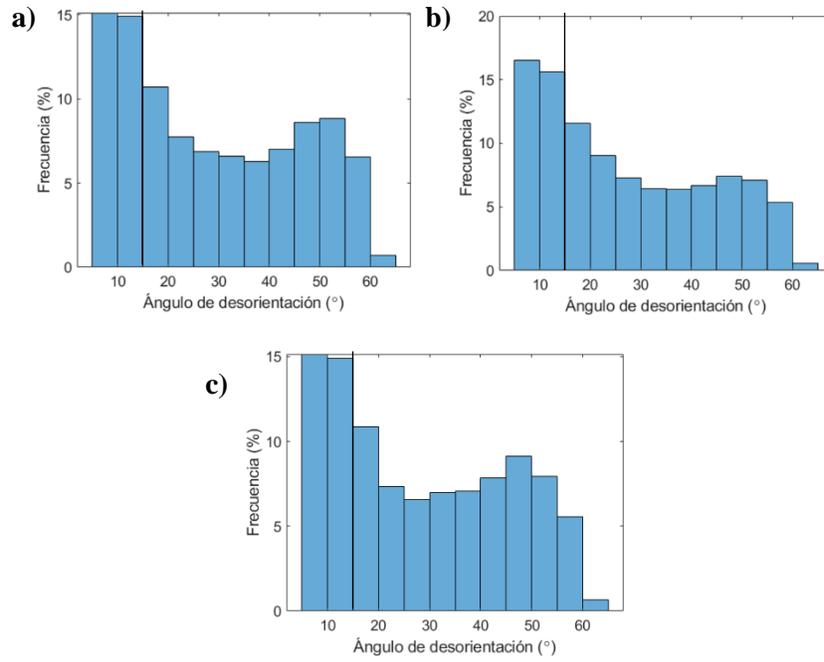
Posteriormente, al elaborar el segundo paso de procesamiento, es notorio el cambio de orientación y morfología que en el caso anterior. En la Figura 35 se observa la fragmentación del grano en la superficie de la muestra (Figura 35a) y que, debido al apilamiento de las muestras, la morfología laminar obtenida en ARB1 se encuentra ahora en la parte central de la pieza (Figura 35e), además, es posible observar que en la superficie se comienza a apreciar la componente  $\{110\}\langle 001\rangle$  correspondiente a los granos con tonalidad verde. Además, gracias a los mapas de límites de grano, es posible observar que en la zona superficial se encuentra mayoritariamente los límites de grano de ángulo bajo (Figura 35b), lo que podría ser generado debido a que, en el proceso de laminado, el material es sometido a una deformación plástica a través de la compresión y el estiramiento, lo que resulta en una reducción del espesor y una deformación en la estructura cristalina del material. Durante este proceso, la estructura cristalina original del material se fragmenta en una serie de nuevos granos con diferentes orientaciones cristalinas.

La parte superficial de un material laminado es la que se encuentra en contacto con los rodillos durante el proceso de laminado. Debido a la fricción y la deformación que ocurren en la superficie del material en contacto con los rodillos, se produce una mayor fragmentación de la estructura cristalina original, lo que da como resultado un mayor número de granos de ángulo bajo en comparación con las capas interiores del material.

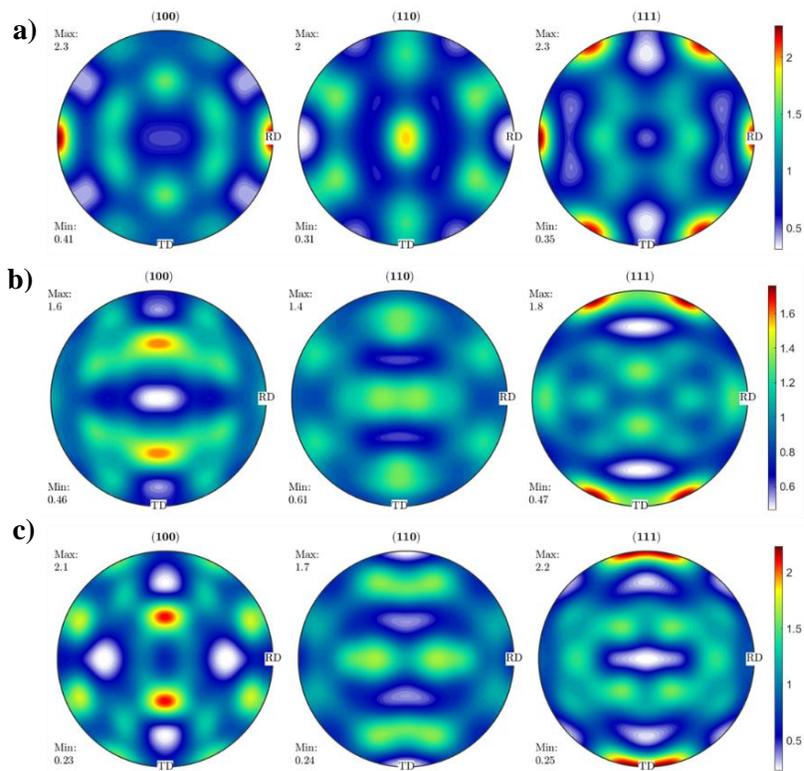
Los histogramas de desorientación representados en la Figura 36 son una herramienta útil para analizar la distribución de ángulos de desorientación en la estructura cristalina de un material. En este caso en particular, los histogramas muestran que los LAGB se mantienen presentes a través del espesor de la muestra, lo que sugiere que las dislocaciones están presentes en toda la zona analizada.



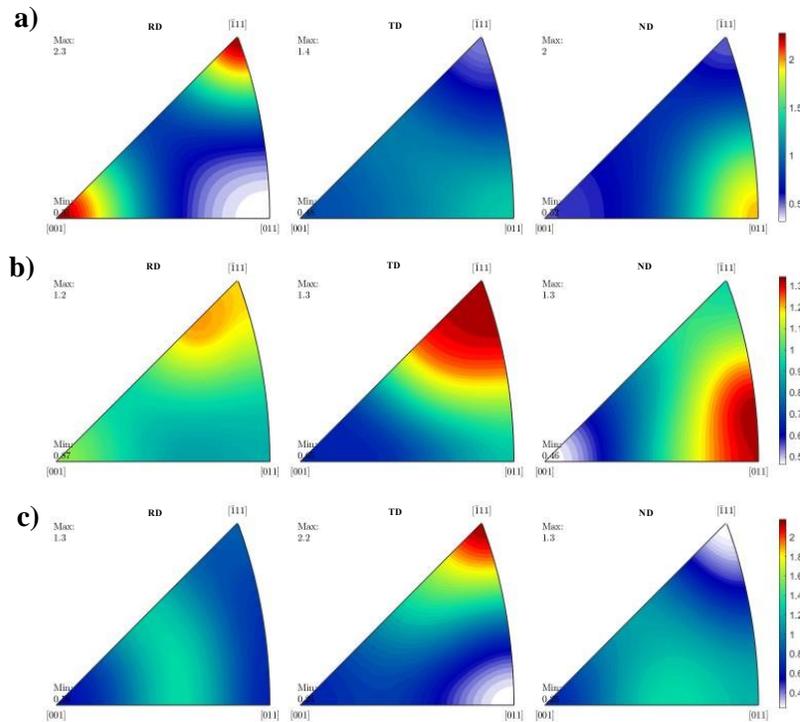
**Figura 35.** Mapas de orientación obtenidas por EBSD para la muestra ARB2 ( $\epsilon_{eq}= 1.6$ ) en a) superficie, c)  $\frac{1}{4}$  de espesor y e) centro de la lámina, y mapas de límites de grano para b) superficie, d)  $\frac{1}{4}$  de espesor y f) centro de la lámina.



**Figura 36.** Histogramas de ángulos desorientación obtenidas para la muestra ARB2 ( $\epsilon_{eq}= 1.6$ ) en a) superficie, b)  $\frac{1}{4}$  de espesor y c) centro de la lámina.

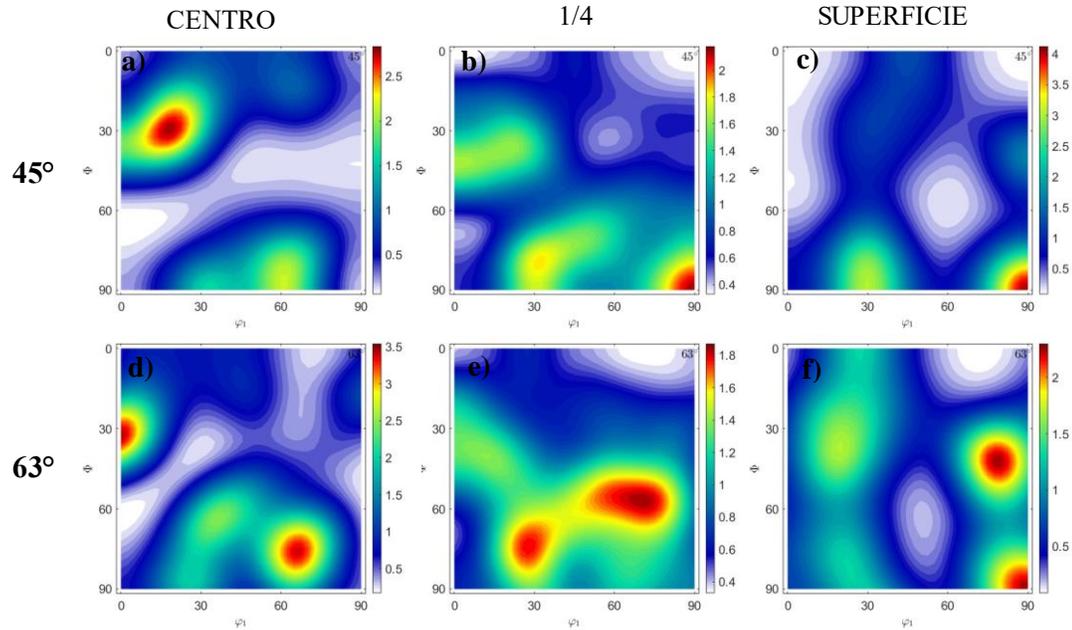


**Figura 37.** Figuras de polos recalculadas obtenidas en MTEX para la muestra ARB2 ( $\epsilon_{eq}= 1.6$ ) en a) superficie, b)  $\frac{1}{4}$  de espesor y c) centro de la lámina.



**Figura 38.** Figuras de polos inversas obtenidas en MTEX para la muestra ARB2 ( $\epsilon_{eq} = 1.6$ ) en a) superficie, b)  $1/4$  de espesor y c) centro de la lámina.

En las Figuras 37 y 38 muestran que la aparición de la componente  $\{110\}\langle 001\rangle$  es notoria en la superficie y a  $1/4$  del espesor de la lámina, por su parte, en el centro de la pieza es evidente la manifestación de la componente  $\{111\}\langle 111\rangle$ . También, se observa la permanencia de esta misma a  $1/4$  del espesor de la muestra. Esquemáticamente, la Figura 39 muestra que estas orientaciones cristalográficas corresponden a las de la componente de Goss ( $\varphi_1 = 90^\circ$ ,  $\phi = 90^\circ$ ,  $\varphi_2 = 45^\circ$ ) tanto para la superficie y  $1/4$  del espesor de la muestra, presentándose con una mayor intensidad en la capa superficial. Sin embargo, para el centro de la muestra se presenta una textura aleatoria. Por su parte, la componente de corte “S” ( $\varphi_1 = 64^\circ$ ,  $\phi = 37^\circ$ ,  $\varphi_2 = 63^\circ$ ) comienza a ser mostrada en la superficie del material, por lo que es evidente el efecto del laminado en este punto de deformación.



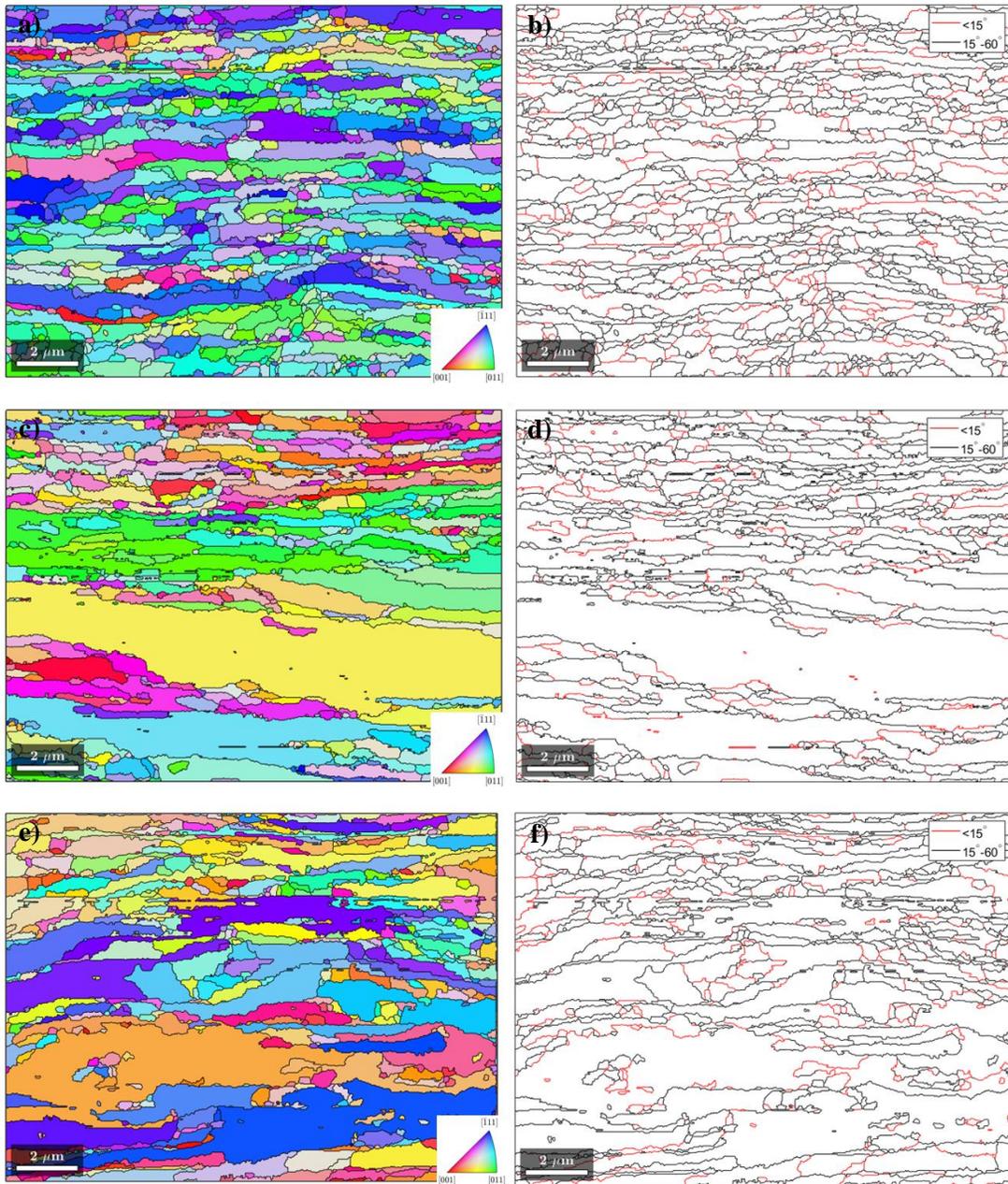
**Figura 39.** ODFs a  $\varphi_2= 45^\circ$  localizado en a) centro, b)  $\frac{1}{4}$  de espesor, c) superficie, y a  $\varphi_2= 63^\circ$  en d) centro, e)  $\frac{1}{4}$  de espesor, f) superficie para la muestra de ARB2 ( $\epsilon_{eq}= 1.6$ ).

#### 4.5.4 Tercer paso de ARB ( $\epsilon_{eq}= 2.4$ ).

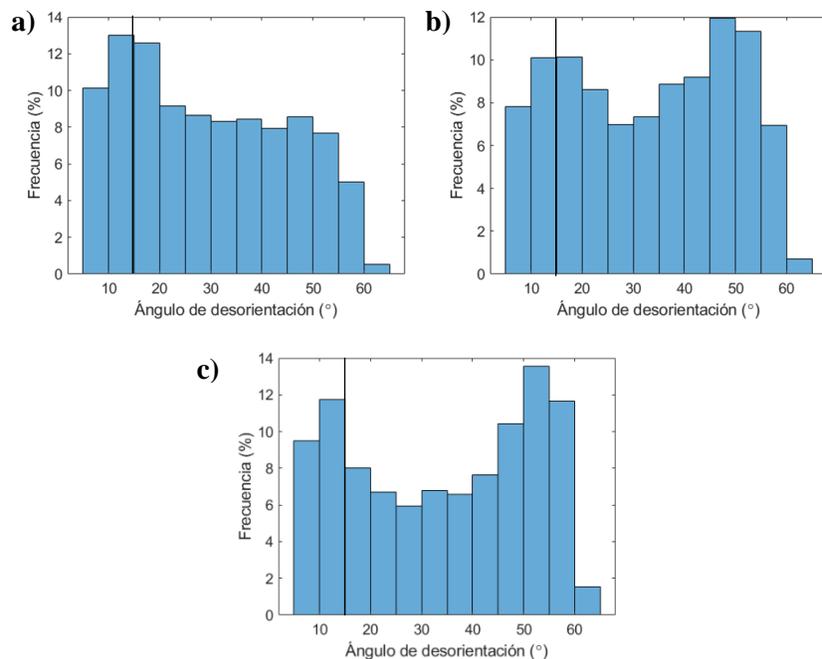
Al analizar los mapas de orientación obtenidos por EBSD en la muestra ARB3 mostrados en la Figura 40, se pudo observar una fragmentación aún más marcada en la zona superficial de la muestra, y una elongación más marcada en la parte central de la pieza. Esto se debió a los aumentos de los mapas de orientación, los cuales fueron necesarios debido al tamaño de grano que se había observado anteriormente en la zona superficial de la muestra.

Los mapas de límites de grano y los histogramas de la Figura 41 también fueron utilizados para analizar la estructura cristalina de la muestra ARB3. Se pudo observar que la zona localizada a  $\frac{1}{4}$  del espesor, así como la parte central de la muestra, presentaban una disminución de los LAGB y un incremento de los HAGB. Esto sugiere que el paso de deformación aplicado en la zona superficial de la muestra tuvo un efecto positivo en la estructura cristalina de la muestra en general, debido a que podría definirse que tanto los efectos de recuperación, así como la recristalización comienzan a ocurrir en la zona interna del material durante este paso de deformación, debido a que

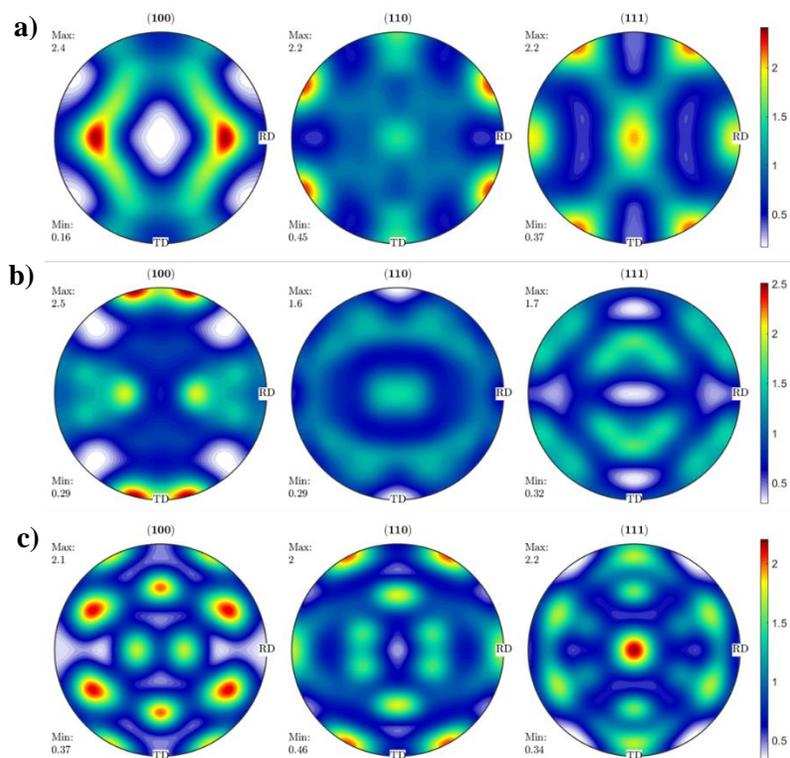
se puede considerar la disminución de las dislocaciones presentes en la estructura del material (Zhilyaev et al., 2004).



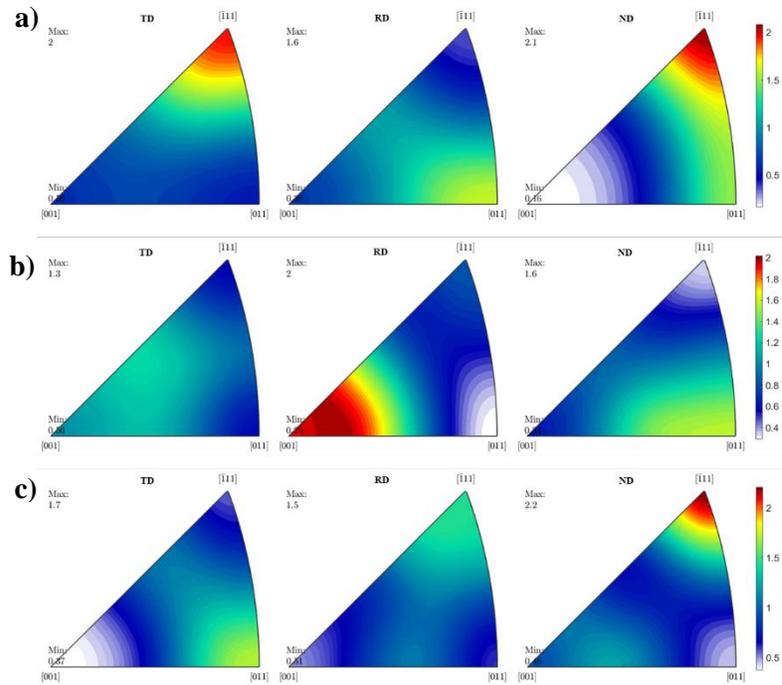
**Figura 40.** Mapas de orientación obtenidas por EBSD para la muestra ARB3 ( $\epsilon_{eq} = 2.4$ ) en a) superficie, c)  $\frac{1}{4}$  de espesor y e) centro de la lámina, y mapas de límites de grano para b) superficie, d)  $\frac{1}{4}$  de espesor y f) centro de la lámina.



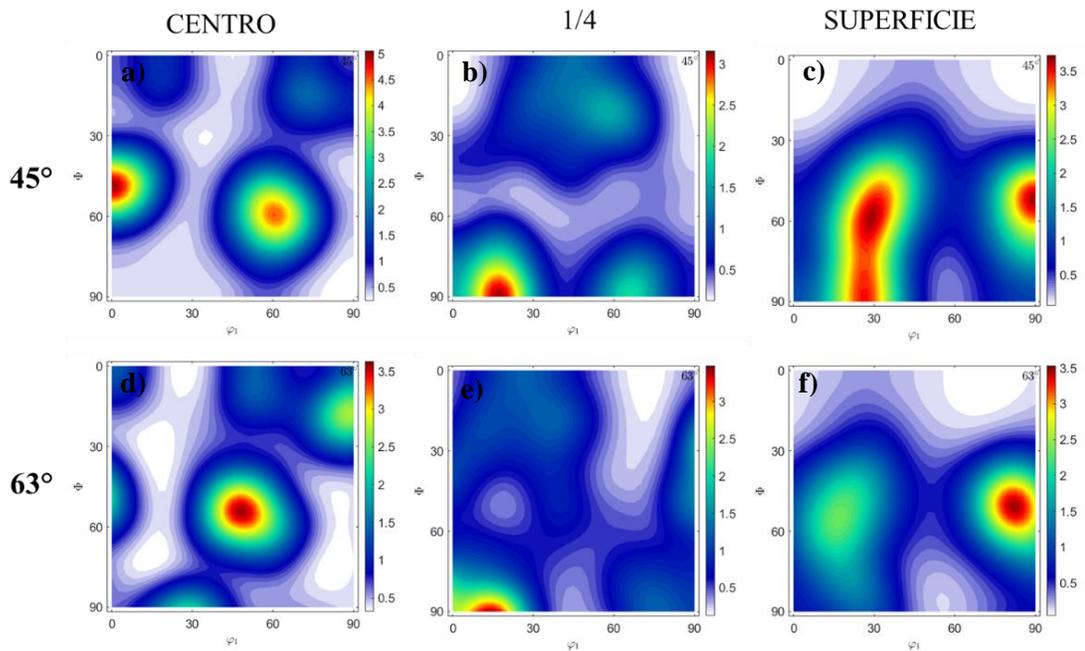
**Figura 41.** Histogramas de ángulos desorientación obtenidas para la muestra ARB3 ( $\epsilon_{eq}=2.4$ ) en a) superficie, b)  $\frac{1}{4}$  de espesor y c) centro de la lámina.



**Figura 42.** Figuras de polos recalculadas obtenidas en MTEX para la muestra ARB3 ( $\epsilon_{eq}=2.4$ ) en a) superficie, b)  $\frac{1}{4}$  de espesor y c) centro de la lámina.



**Figura 43.** Figuras de polos inversas obtenidas en MTEX para la muestra ARB3 ( $\epsilon_{eq}=2.4$ ) en a) superficie, b)  $\frac{1}{4}$  de espesor y c) centro de la lámina.



**Figura 44.** ODFs a  $\phi_2=45^\circ$  localizado en a) centro, b)  $\frac{1}{4}$  de espesor, c) superficie, y a  $\phi_2=63^\circ$  en d) centro, e)  $\frac{1}{4}$  de espesor, f) superficie para la muestra de ARB3 ( $\epsilon_{eq}=2.4$ ).

Al realizar un análisis detallado de la textura cristalográfica de la lámina, se encontró que la componente  $\{110\}\langle 001\rangle$  está presente en la superficie de la muestra. Además, se pudo observar la presencia de la componente  $[111]//ND$  en la muestra, tanto en las figuras de polos directas como en las inversas (Figuras 42 y 43).

Cabe destacar que la componente  $\{111\}//ND$  fue detectada con mayor intensidad en la parte central de la pieza, mientras que la intensidad de la componente  $\{110\}\langle 001\rangle$  disminuyó a medida que se fue avanzando hacia la zona central de la muestra. Esto sugiere una distribución heterogénea de la textura cristalográfica en la lámina.

El análisis de las figuras de polos inversas permitió detectar la presencia de la componente  $\{111\}//ND$  tanto en la zona superficial como en la central de la pieza, lo que sugiere que la textura cristalográfica de la muestra presenta un comportamiento específico debido al proceso de rolado y corte al que fue sometida.

En la superficie de la muestra, la presencia de la componente  $\{111\}//ND$  es más evidente debido al efecto combinado del rolado y corte, lo que produce una fragmentación de los granos y una distribución heterogénea de la textura cristalográfica. Por otro lado, en la parte central de la pieza, se puede observar que únicamente se logra el efecto del rolado simple, lo que da lugar a una distribución más homogénea de la textura cristalográfica.

Además, cabe destacar que la presencia de la componente  $\{111\}//ND$  en ambas zonas de la muestra sugiere una cierta anisotropía en la textura cristalográfica de la lámina, lo que puede ser atribuido a la dirección del rolado o a las condiciones específicas del proceso ARB.

El análisis de las ODFs presentadas en la Figura 44 indica claramente la presencia de la fibra  $\gamma$  en toda la muestra, tanto en la superficie como en su interior. Esta fibra se encuentra orientada en un ángulo  $\phi_1$  que varía entre  $0^\circ$  y  $90^\circ$ , con un ángulo  $\phi$  de  $55^\circ$  y una orientación  $\phi_2$  de  $45^\circ$ .

Es notoria también el comienzo de la aparición de la componente de Goss con mayor intensidad en la superficie, y esto puede ser generado gracias a la aparición de los

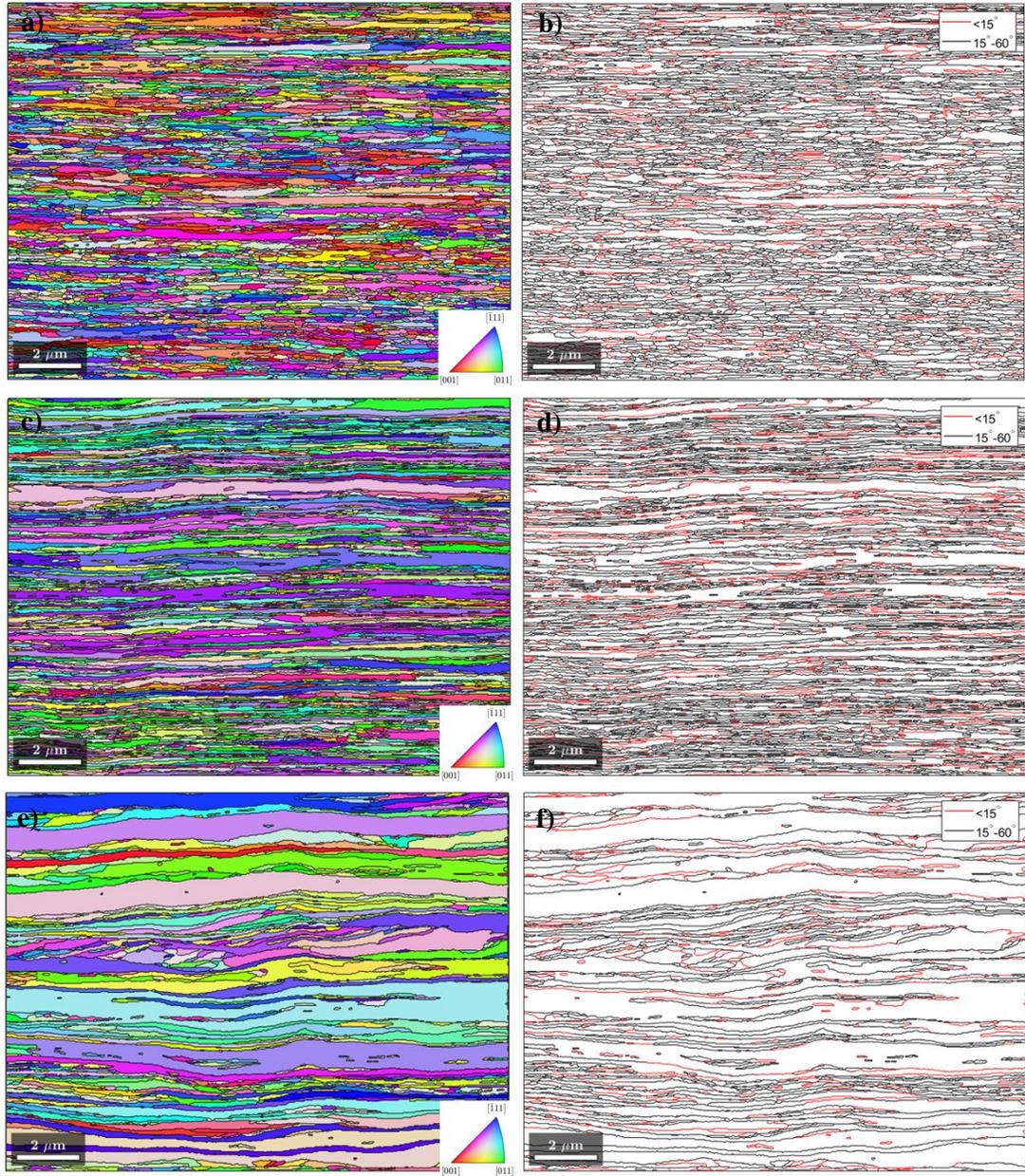
granos recristalizados. Este efecto ha sido respaldado por los estudios de (Jain et al., 2022; Kohsaku & Hutchinson, 1989), quienes observaron la aparición de granos recristalizados con tamaño reducido y una orientación preferencial de la componente de Goss a lo largo de las bandas de corte resultantes del proceso de rolado convencional, esto causado por la alta energía almacenada en la zona debido a la deformación.

Sin embargo, se observa una ausencia significativa de la componente de corte en las ODFs correspondientes a una orientación  $\varphi_2$  de  $63^\circ$ .

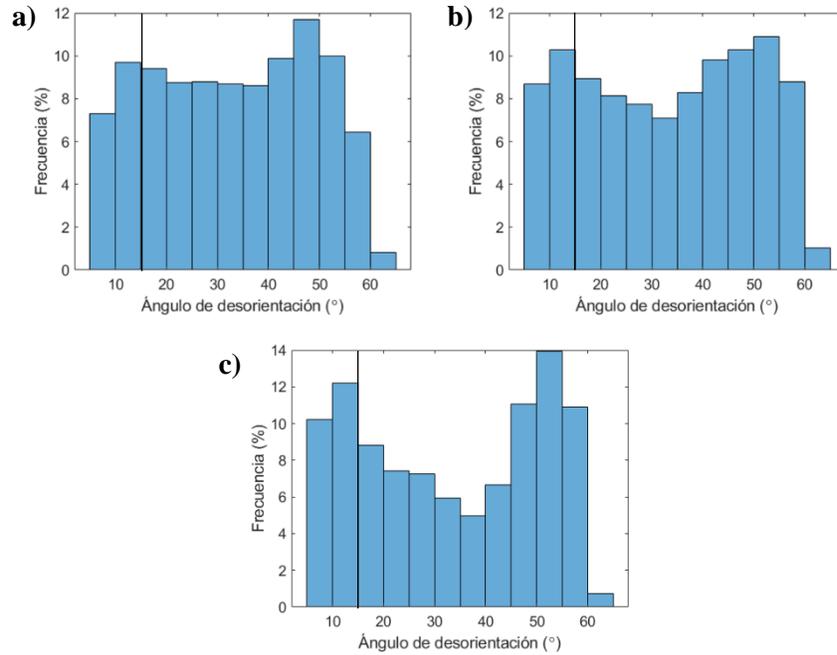
#### **4.5.5 Cuarto paso de ARB ( $\varepsilon_{eq}= 3.2$ ).**

Al efectuar el cuarto paso de deformación por ARB se demostró notoriamente una fragmentación, y, por lo tanto, una disminución de grano aún más marcada en la superficie de la muestra como lo presenta la Figura 45a. En esta misma es posible observar una evolución a una textura aleatoria, que disminuye a medida que se desplaza hacia el centro de la lámina. Además, es posible notar también la presencia de una estructura laminar muy deformada en esta misma zona (Figura 45e), por lo que es importante recalcar la heterogeneidad tanto microestructural como en la orientación cristalográfica aún presente. Sin embargo, los mapas de límites de grano muestran una mayor presencia de LAGB en la superficie que en el centro de la pieza (Figuras 45b y f, respectivamente), lo cual es generado por la morfología de los granos presentes en cada una de las zonas.

Por su parte, los histogramas mostrados en la Figura 46, muestran una forma bimodal que se marca aún más cuando se localiza el centro de la pieza. Este efecto es producido por la recuperación y recristalización dinámica como mecanismos de restauración y refinamiento del grano como lo sugieren (Kassner & Barrabes, 2005).



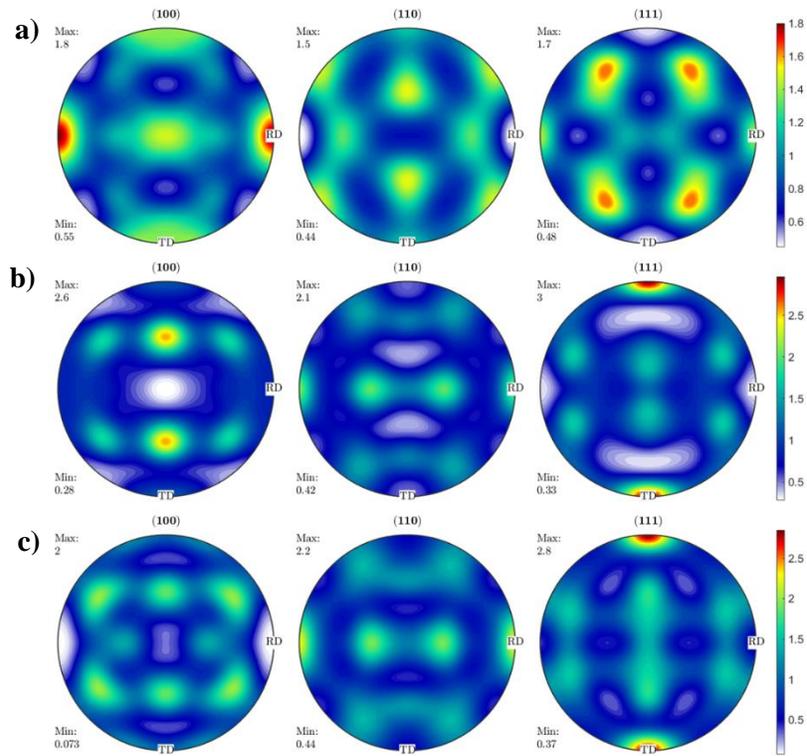
**Figura 45.** Mapas de orientación obtenidas por EBSD para la muestra ARB4 ( $\epsilon_{eq}= 3.2$ ) en a) superficie, c)  $\frac{1}{4}$  de espesor y e) centro de la lámina, y mapas de límites de grano para b) superficie, d)  $\frac{1}{4}$  de espesor y f) centro de la lámina.



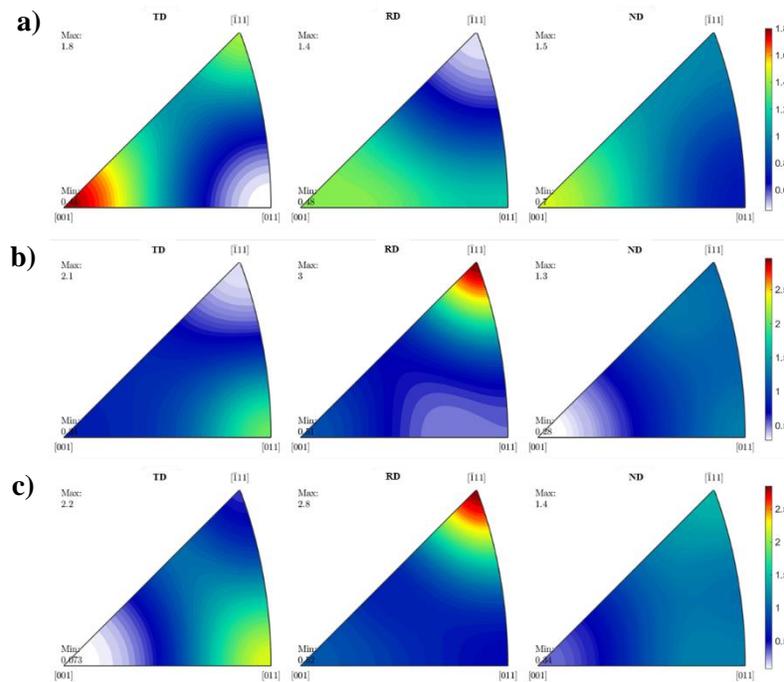
**Figura 46.** Histogramas de ángulos desorientación obtenidas para la muestra ARB4 ( $\varepsilon_{eq} = 3.2$ ) en a) superficie, b)  $1/4$  de espesor y c) centro de la lámina.

La textura de la muestra puede ser apreciada en mayor detalle en las Figuras 47 y 48. En la superficie de la muestra, se observa una predominancia de la componente  $[100]//RD$ . Sin embargo, esta componente va desapareciendo progresivamente a medida que se avanza hacia el centro de la muestra, dando paso a la aparición de la componente  $[111]//TD$ . Este cambio en la textura de la muestra se debe probablemente a la redistribución de las deformaciones durante el proceso de laminado.

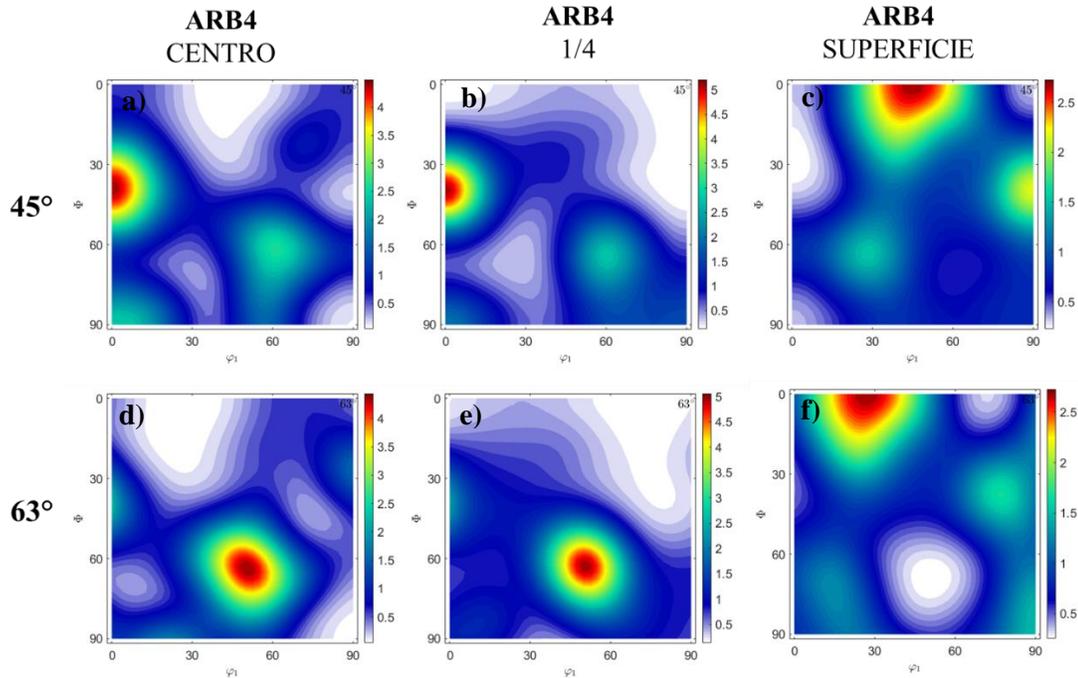
Este efecto puede verse de manera más detallada en las ODFs que se muestran en la Figura 49. En donde se demuestra que la superficie (Figura 49c) presenta una notoria componente de cubo ( $\varphi_1 = 45^\circ$ ,  $\phi = 0^\circ$ ,  $\varphi_2 = 45^\circ$ ), la cual tiene un sistema  $\{001\} \langle 100 \rangle$ . Sin embargo, en la parte central y a  $1/4$  del espesor es posible observar una fibra  $\gamma$  débil (Figuras 49a y b), demostrando una vez más que la zona interior de la muestra presenta esta fibra característica de la deformación por rolado simple.



**Figura 47.** Figuras de polos recalculadas obtenidas en MTEX para la muestra ARB4 ( $\epsilon_{eq}=3.2$ ) en a) superficie, b)  $\frac{1}{4}$  de espesor y c) centro de la lámina.



**Figura 48.** Figuras de polos inversas obtenidas en MTEX para la muestra ARB4 ( $\epsilon_{eq}=3.2$ ) en a) superficie, b)  $\frac{1}{4}$  de espesor y c) centro de la lámina.



**Figura 49.** ODFs a  $\varphi_2= 45^\circ$  localizado en a) centro, b)  $\frac{1}{4}$  de espesor, c) superficie, y a  $\varphi_2= 63^\circ$  en d) centro, e)  $\frac{1}{4}$  de espesor, f) superficie para la muestra de ARB4 ( $\varepsilon_{eq}=3.2$ ).

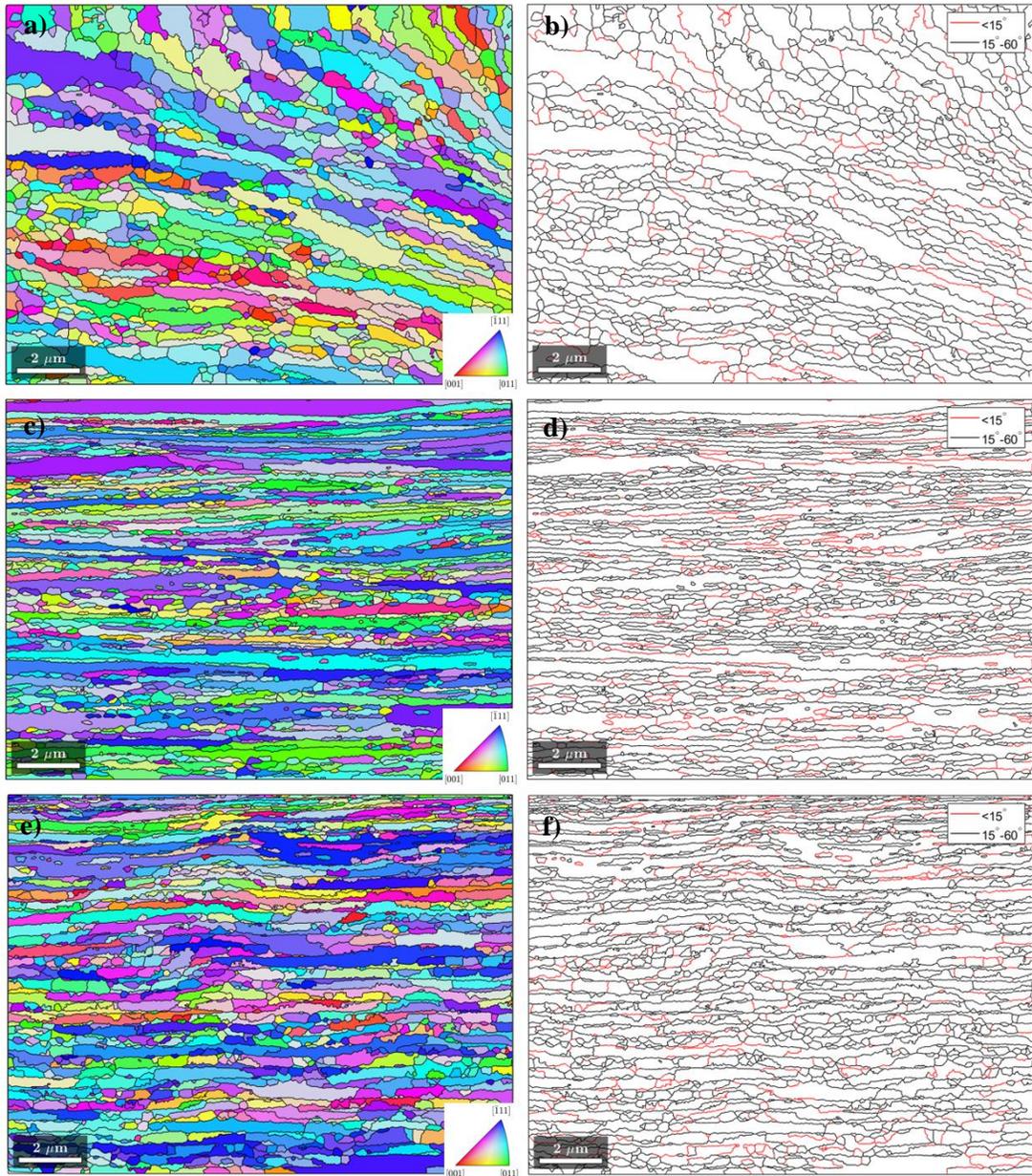
#### 4.5.5 Quinto paso de ARB ( $\varepsilon_{eq}= 4$ ).

La homogeneidad microestructural lograda en el último paso de deformación aplicado se puede apreciar claramente en los mapas de orientación mostrados en la Figura 50. En estos mapas, se observa de manera evidente la formación de granos con una morfología equiaxial en los tres puntos analizados. No obstante, se aprecia la presencia persistente de algunos granos con una morfología laminar únicamente en el centro y a  $\frac{1}{4}$  del espesor de la muestra.

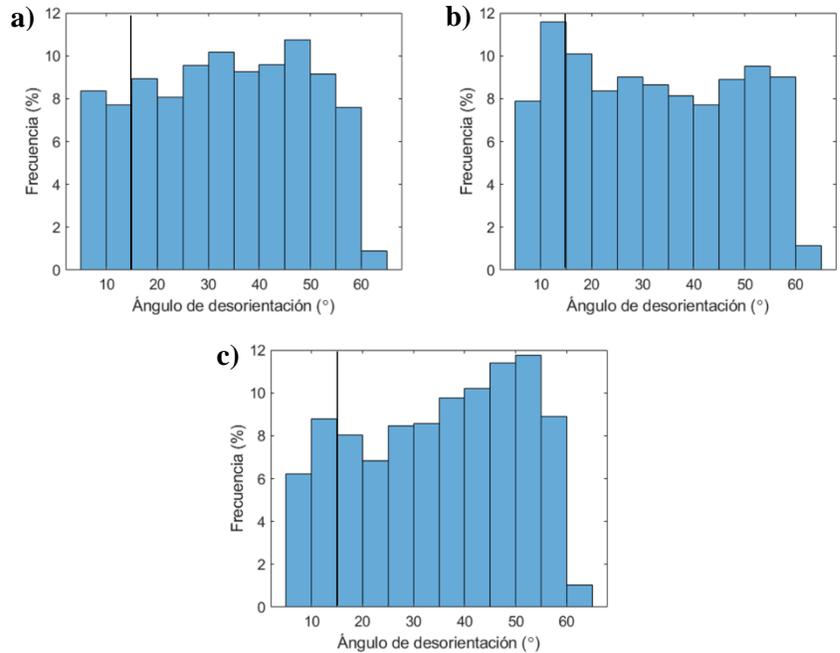
Este resultado resalta la efectividad del proceso de deformación aplicado para promover la homogeneización de la microestructura y sobre todo, el fenómeno de la recrystalización dinámica en toda la pieza debido a la aparición de granos equiaxiales en los tres puntos analizados, lo que indica una distribución más uniforme de la deformación y sugiere una mayor homogeneidad en las propiedades mecánicas del material.

Sin embargo, es importante señalar que la presencia residual de algunos granos con morfología laminar en áreas específicas de la muestra sugiere la existencia de

heterogeneidades locales. Estas heterogeneidades podrían estar relacionadas con variaciones en la velocidad de deformación o en la distribución del esfuerzo durante el proceso de deformación.



**Figura 50.** Mapas de orientación obtenidas por EBSD para la muestra ARB5 ( $\epsilon_{eq}=4$ ) en a) superficie, c)  $1/4$  de espesor y e) centro de la lámina, y mapas de límites de grano para b) superficie, d)  $1/4$  de espesor y f) centro de la lámina.0



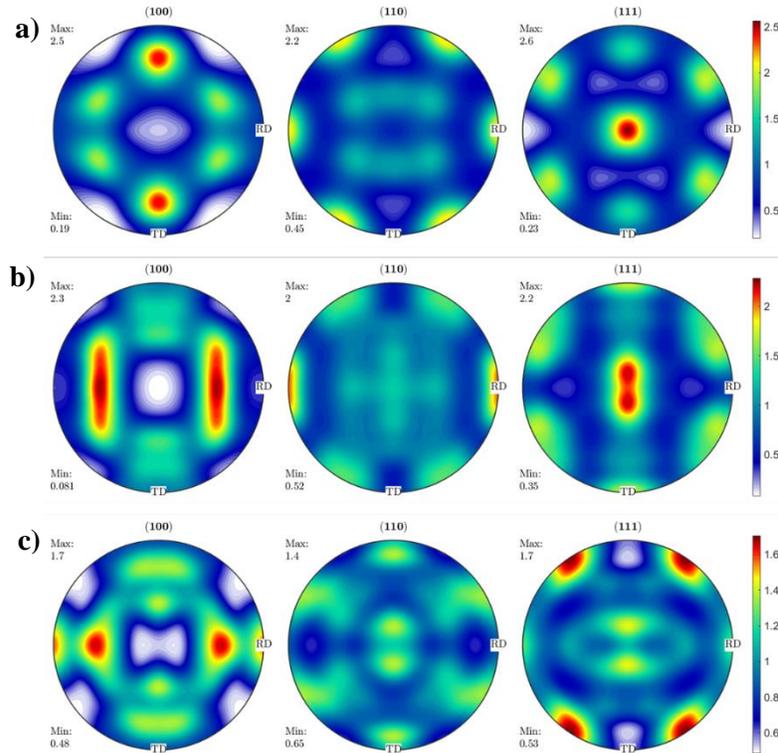
**Figura 51.** Histogramas de ángulos desorientación obtenidas para la muestra ARB5 ( $\epsilon_{eq} = 4$ ) en a) superficie, b)  $1/4$  de espesor y c) centro de la lámina.

Gracias a los mapas de desorientación (Figura 50b, d y f) y a sus respectivos histogramas mostrados en la Figura 51, se destaca que en la superficie y el centro predominan los límites de grano con ángulos altos, mientras que a  $1/4$  del espesor hay un incremento en los límites de grano con ángulos bajos.

Este comportamiento sugiere una distribución heterogénea de la deformación y la formación de diferentes estructuras microscópicas en diferentes regiones de la muestra. Los límites de grano con ángulos altos en la superficie y el centro pueden ser indicativos de una deformación más intensa en esas áreas. La alta deformación conduce a la fragmentación y refinamiento de los granos, lo que resulta en la formación de granos equiaxiales de tamaño muy fino, en este caso a tamaños promedio de 400 nm.

Por otro lado, el incremento en los límites de grano con ángulos bajos a  $1/4$  del espesor puede ser atribuido a una menor deformación en esa región. Esto podría deberse a una distribución no uniforme del esfuerzo durante el proceso de deformación o a características particulares de la muestra. Los límites de grano con ángulos bajos pueden ser indicativos de granos que han experimentado una deformación menos

intensa y, por lo tanto, pueden conservar parcialmente su morfología laminar como se demuestra en los mapas de orientación mostrados anteriormente.

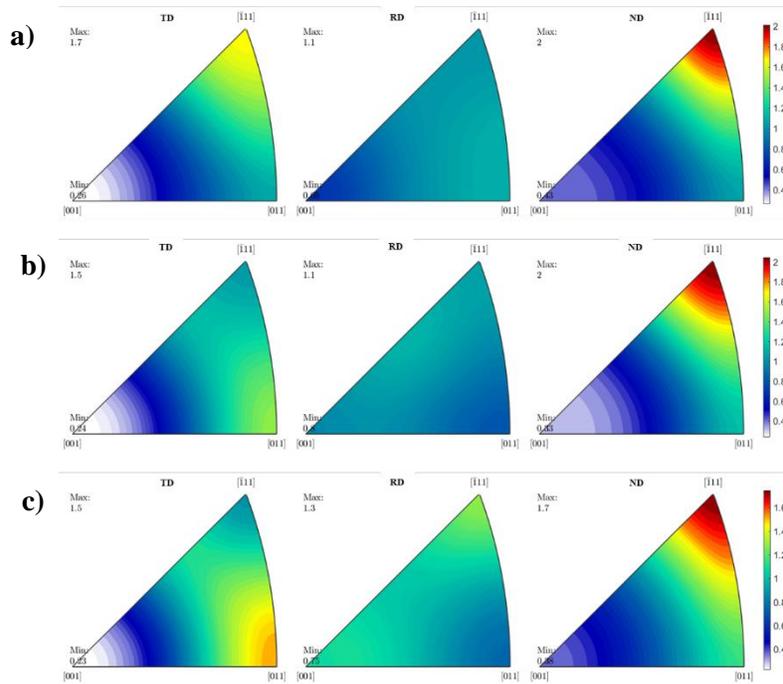


**Figura 52.** Figuras de polos recalculadas obtenidas en MTEX para la muestra ARB5 ( $\epsilon_{eq} = 4$ ) en a) superficie, b)  $1/4$  de espesor y c) centro de la lámina.

Con base en las figuras de polos recalculadas mostradas en la Figuras 52, se pueden obtener importantes conclusiones acerca de la distribución de las orientaciones cristalográficas en la muestra. Es notable que en la zona superficial de la muestra se encuentra de manera evidente la presencia de la componente  $[111]/ND$ . Esta componente se fragmenta y desplaza hacia la dirección transversal a medida que se ubica la parte central de la muestra.

Además, las figuras de polos inversas mostradas en la Figura 53 refuerzan este efecto, ya que también se observa (aunque con menor intensidad) la presencia de la componente  $\{110\}\langle 001\rangle$ .

Esto indica la presencia de una variación gradual en la orientación cristalográfica a lo largo de la muestra. En la zona superficial, la componente  $\{111\}$ //ND es dominante, lo que sugiere una alineación preferencial de los granos en esa dirección debido al proceso de deformación aplicado.



**Figura 53.** Figuras de polos inversas obtenidas en MTEX para la muestra ARB5 ( $\epsilon_{eq}=4$ ) en a) superficie, b)  $1/4$  de espesor y c) centro de la lámina.

El comportamiento mencionado previamente se puede corroborar y ampliar mediante el análisis de las ODFs presentadas en la Figura 54. Estas ODFs proporcionan información detallada sobre las orientaciones cristalográficas presentes en diferentes regiones de la muestra.

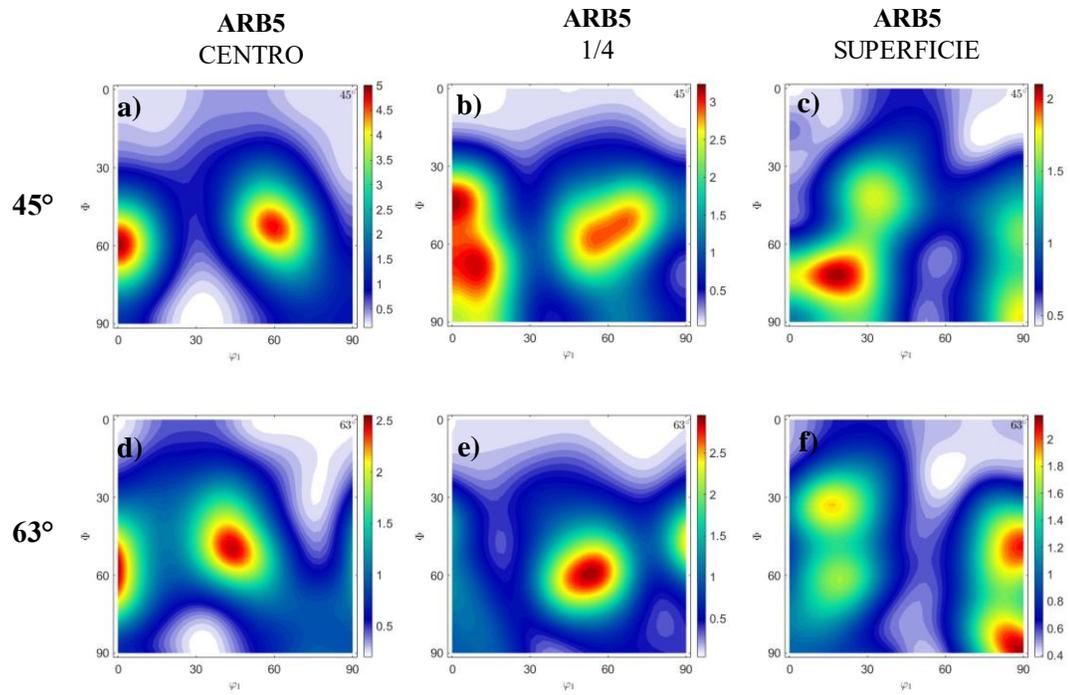
En las Figuras 54a y 54b se observa claramente la presencia de la componente  $\{111\}$ //ND, que corresponde a la fibra  $\gamma$ , tanto en el centro como a  $1/4$  del espesor de la muestra. Esto respalda la evidencia previa de que la deformación acumulativa ha llevado a una alineación preferencial de los granos en esta orientación específica. La intensidad de esta componente puede variar en diferentes regiones, lo cual puede

deberse a factores como la intensidad de la deformación aplicada o la distribución heterogénea del esfuerzo durante el procesamiento.

Además, en la superficie de la muestra (Figura 54c), se observa la presencia de la componente Goss, aunque con una intensidad relativamente baja. La presencia de esta componente indica la existencia de granos que se orientan preferentemente en la dirección Goss, que es conocida por su buena conformabilidad y textura favorable para la deformación plástica. La presencia de la componente Goss en la superficie puede ser el resultado de un procesamiento específico o un efecto localizado durante el proceso de deformación.

Por otro lado, al analizar las ODFs a un ángulo de  $63^\circ$ , se confirma nuevamente la ausencia de la componente de corte en la muestra. Esto sugiere que la deformación aplicada ha sido principalmente de tipo homogéneo, sin una deformación significativa por corte.

En resumen, el análisis de las ODFs en la Figura 54 respalda y amplía los hallazgos anteriores sobre la distribución de orientaciones cristalográficas en la muestra. Se confirma la presencia de la componente  $\{111\}$ //ND en el centro y a  $\frac{1}{4}$  del espesor, junto con la presencia de la componente Goss en la superficie, aunque en menor intensidad. Además, la ausencia de la componente de corte indica un comportamiento de deformación principalmente homogéneo.



**Figura 54.** ODFs a  $\varphi_2= 45^\circ$  localizado en a) centro, b)  $\frac{1}{4}$  de espesor, c) superficie, y a  $\varphi_2= 63^\circ$  en d) centro, e)  $\frac{1}{4}$  de espesor, f) superficie para la muestra de ARB5 ( $\epsilon_{eq}=4$ ).

# CAPÍTULO V

## CONCLUSIONES

En este apartado se analizan y evalúan los objetivos y preguntas de investigación planteadas, además se resumen los principales resultados y se explican las conclusiones que se pueden extraer de ellos.

Mediante la técnica de unión por rolado acumulativo pudieron ser obtenidos laminados con diferentes cantidades de deformación, siendo la de 4 la máxima de ellas. Con ello pudo ser verificado lo siguiente:

El proceso de ARB aplicado a la aleación Nb-1Zr ha dado lugar a una serie de cambios microestructurales y propiedades mecánicas notables. Estos cambios se observaron detenidamente a través de técnicas de microscopía óptica, lo que permitió identificar una marcada homogeneidad en la morfología a lo largo del espesor de las muestras a medida que se incrementa la deformación en los laminados. Este fenómeno se atribuye al proceso de recuperación y recristalización dinámica, que transforma una estructura laminar inicial en una morfología refinada cuando se alcanza una deformación equivalente de Von Mises de 4.

Paralelamente, se evidenció un aumento significativo en la microdureza del material, pasando de 109 HV en la muestra sin procesar a 187 HV en la última lámina procesada, resultado del refinamiento del grano a lo largo de los laminados. Esto dio lugar gracias a los procesos de endurecimiento por deformación ocurridos en los primeros pasos de deformación, continuando por una recuperación dinámica iniciada en la muestra

correspondiente a una deformación equivalente de 1.6. El inicio de la recristalización dinámica pudo ser observada en el tercer paso de deformación, mismo que continuó hasta alcanzar el último paso de procesamiento (ARB5)

El análisis de la microtextura proporcionó una comprensión adicional de la evolución de la orientación cristalográfica a gran escala ubicada en la superficie de la muestra, revelando cambios en la orientación cristalina superficial. Se observó una componente de Goss con mayor intensidad en el tercer paso de ARB, inducida por la recristalización del material en la superficie debido a la alta deformación aplicada. Esta componente de Goss disminuye hacia el centro de la muestra, donde prevalece una textura típica de rolado puro, conocida como la fibra  $\gamma$ . Esto tuvo efecto en la anisotropía elástica del material que fue obtenido mediante el cálculo de los módulos de Voigt y Reuss, en donde fue observado el cambio de las zonas de rigidez del material a medida que este era procesado.

Adicionalmente, gracias a los análisis de EBSD, se identificaron límites de granos de ángulo alto en los primeros pasos de deformación, induciendo así la predominancia del efecto de la recuperación dinámica en los pasos uno y dos de procesamiento, sin embargo, a partir del tercer paso, se observó una bimodalidad en los límites de grano, que se acentúa hacia los límites de grano de ángulo alto con el aumento de la deformación, en gran parte debido al inicio de la recristalización dinámica, en donde se puede destacar que la textura evoluciona a la componente de Goss generada por este efecto.

Destacando especialmente, la recristalización dinámica se manifiesta de manera predominante al alcanzar una deformación equivalente de 4 (ARB5), resultando en la formación de granos ultrafinos y equiaxiales en todo el espesor de la muestra.

# BIBLIOGRAFÍA

- American Society for Metals. (1985). *ASM Metals Handbook, Vol. 9 Metallography and Microstructures*. <http://es.slideshare.net/miftaAlHkiem/asm-metals-handbook-vol-09-metallography-and-microstructure>
- Azushima, A., Kopp, R., Korhonen, A., Yang, D. Y., Micari, F., Lahoti, G. D., Groche, P., Yanagimoto, J., Tsuji, N., Rosochowski, A., & Yanagida, A. (2008). *Severe plastic deformation (SPD) processes for metals*. 57, 716–735. <https://doi.org/10.1016/j.cirp.2008.09.005>
- Bridgman, P. W. (1935). *Effects of High Shearing Stress Combined with High Hydrostatic Pressure*.
- Britannica, T. E. of E. (2021). *Anisotropy*. <https://www.britannica.com/science/anisotropy>.
- Buckman, R. W. Jr. (1984). A Review of Tantalum and Niobium Alloy Production. En *Refractory Alloy Technology For Space Nuclear Power Applications* (Vol. 8308130, pp. 86–97).
- de Souza Brandolt, C., de Souza, J. G., Kunst, S. R., Vega, M. R. O., Schroeder, R. M., & de Fraga Malfatti, C. (2014). Niobium and niobium-iron coatings on API 5LX 70 steel applied with HVOF. *Materials Research*, 17(4), 866–877. <https://doi.org/10.1590/S1516-14392014005000087>
- Dieter, G. E. (1988). *Mechanical Metallurgy*. McGraw-Hill Education.
- Edalati, K., Bachmaier, A., Beloshenko, V. A., Beygelzimer, Y., Blank, V. D., Botta, W. J., Bryła, K., Čížek, J., Divinski, S., Enikeev, N. A., Estrin, Y., Faraji, G., Figueiredo, R. B., Fuji, M., Furuta, T., Grosdidier, T., Gubicza, J., Hohenwarter, A., Horita, Z., ... Zhu, X. (2022). Nanomaterials by severe plastic deformation: review of historical developments and recent advances. *Materials Research Letters*, 10(4), 163–256. <https://doi.org/10.1080/21663831.2022.2029779>

- Engler, O., & Randle, V. (2010). *Introduction to Texture Analysis. Macrotecture, Microtexture and Orientation Mapping* (Taylos & Francis Group, Ed.; Second).
- Geetha, M., Singh, A. K., Asokamani, R., & Gogia, A. K. (2009). Ti based biomaterials , the ultimate choice for orthopaedic implants – A review. *Progress in Materials Science*, 54(3), 397–425. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.06.004>
- Habashi, F. (2013). Niobium, Physical and Chemical Properties. En R. H. Kretsinger, V. N. Uversky, & E. A. Permyakov (Eds.), *Encyclopedia of Metalloproteins* (pp. 1552–1554). Springer New York. [https://doi.org/10.1007/978-1-4614-1533-6\\_384](https://doi.org/10.1007/978-1-4614-1533-6_384)
- Hansen, N., & Barlow, C. Y. (2014). Plastic Deformation of Metals and Alloys. En *Physical Metallurgy: Fifth Edition* (Vol. 1, pp. 1681–1764). Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-53770-6.00017-4>
- Hartwig, K. T. (2004). *Grain Refinement of Niobium by Severe Plastic Deformation*. 441–449. <https://doi.org/10.1063/1.1774600>
- Huiskes, R., Weinans, H., & Van Rietbergen, B. (1992). The relationship between stress shielding and bone resorption around total hip stems and the effects of flexible materials. *Clinical Orthopaedics and Related Research*, 274, 124–134. <https://doi.org/10.1097/00003086-199201000-00014>
- Jain, V., Modak, P., Patra, S., & Ghosh, A. (2022). Origin of Goss texture in grain oriented electrical steel: Role of shear bands. *Materialia*, 22. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2022.101398>
- Jiang, S., Sun, D., Zhang, Y., & Yan, B. (2018). Influence of heat treatment on microstructures and mechanical properties of NiCuCrMoTiAlNb nickel-based alloy. *Metals*, 8(4). <https://doi.org/10.3390/met8040217>
- Kassner, M. E., & Barrabes, S. R. (2005). New developments in geometric dynamic recrystallization. *Materials Science and Engineering A*, 410–411, 152–155. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.08.052>

- Kestens, L. A. I., & Pircgazi, H. (2016). *crystal structures Texture formation in metal alloys with cubic crystal structures*. 0836. <https://doi.org/10.1080/02670836.2016.1231746>
- Kohsaku, U., & Hutchinson, W. (1989). Role of shear bands in annealing texture formation in 3%Si-Fe (111)[112] single crystals. En *ISIJ International* (Vol. 29).
- Lee, S. H., Saito, Y., Tsuji, N., Utsunomiya, H., & Sakai, T. (2002). Role of shear strain in ultragrain refinement by accumulative roll-bonding (ARB) process. *Scripta Materialia*, 46(4), 281–285. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(01\)01239-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(01)01239-8)
- Li, M., Sun, F., Li, D. F., O'Donoghue, P. E., Leen, S. B., & O'Dowd, N. P. (2018). The effect of ferrite phases on the micromechanical response and crack initiation in the intercritical heat-affected zone of a welded 9Cr martensitic steel. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 41(6), 1245–1259. <https://doi.org/10.1111/ffe.12768>
- Lowe, T. C., & Valiev, R. Z. (2004). *The Use of Severe Plastic Deformation Techniques in Grain Refinement*.
- Lücke, K., & Hölscher, M. (1991). Rolling and Recrystallization Textures of BCC Steels. *Textures and Microstructures*, 585–596.
- Mackenzie, J. K., & Thomson, M. J. (1957). *Some Statistics Associated with the Random Disorientation of Cubes* (Vol. 44, Número 1).
- McQueen, H. J., & Jonas, J. J. (1975). RECOVERY AND RECRYSTALLIZATION DURING HIGH TEMPERATURE DEFORMATION. *Plast Deform of Mater*, 393–493. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-341806-7.50014-3>
- Milner, J. L., Abu-Farha, F., Bunget, C., Kurfess, T., & Hammond, V. H. (2013). Grain refinement and mechanical properties of CP-Ti processed by warm accumulative roll bonding. *Materials Science and Engineering A*, 561, 109–117. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.10.081>
- Mohrbacher, H. (2018). *On the metallurgical effects of Niobium in cast iron alloys*. <https://www.researchgate.net/publication/333652963>

- Navarro, M., Michiardi, A., Castaño, O., & Planell, J. A. (2008). Biomaterials in orthopaedics. *Journal of the Royal Society Interface*, 5(27), 1137–1158. <https://doi.org/10.1098/rsif.2008.0151>
- Nguyen-Minh, T., Sidor, J. J., Petrov, R. H., & Kestens, L. A. I. (2012). Occurrence of shear bands in rotated Goss ( $\{1\ 1\ 0\}$   $\langle 1\ 1\ 0 \rangle$ ) orientations of metals with bcc crystal structure. *Scripta Materialia*, 67(12), 935–938. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.08.017>
- Niendorf, T. (2007). *Microstructure – mechanical property relationships in ultrafine-grained NbZr*. 55, 6596–6605. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.08.015>
- Patel, N. R., & Gohil, P. P. (2012). *A Review on Biomaterials : Scope , Applications & Human Anatomy Significance*. 2(4).
- Qiu, D., Zhao, P., Shen, C., Lu, W., Zhang, D., Mrovec, M., & Wang, Y. (2019). Predicting grain boundary structure and energy in BCC metals by integrated atomistic and phase-field modeling. *Acta Materialia*, 164, 799–809. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.11.023>
- Randle, V., Davies, H., & Cross, I. (2001). Grain boundary misorientation distributions. En *Current Opinion in Solid State and Materials Science* (Vol. 5).
- Rodríguez, B. L., García, F. A., Martínez, B., & Quesada, A. R. (2020). Materials Science & Engineering A High-strength low-modulus biocompatible Nb-1Zr alloy processed by accumulative roll bonding. *Materials Science & Engineering A*, 797(September), 140226. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140226>
- Roghani, H., Borhani, E., Shams, S. A. A., Lee, C. S., & Jafarian, H. R. (2022). Effect of concurrent accumulative roll bonding (ARB) process and various heat treatment on the microstructure, texture and mechanical properties of AA1050 sheets. *Journal of Materials Research and Technology*, 18, 1295–1306. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.03.001>
- Rubitschek, F., Niendorf, T., Karaman, I., & Maier, H. J. (2012). Corrosion fatigue behavior of a biocompatible ultrafine-grained niobium alloy in simulated body

- fluid. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 5(1), 181–192. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2011.08.023>
- Saito, Y., Utsunomiya, H., Tsuji, N., & Sakai, T. (1999). Novel Ultra-High Strainig Process For Bulk Materials Development Of The Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process. *Acta Materialia*, 47(2), 579–583.
- Segal, V. M., Reznikov, V. I., Drobyshevskiy, A. E., & Kopylov, V. I. (1981). Plastic working of metals by simple shear. *Russian Metallurgy (English Translation)*, 1, 99–105.
- Suwas, S., & Mondal, S. (2019). *Texture Evolution in Severe Plastic Deformation Processes*. 60(8), 1457–1471.
- Suwas, S., & Ray, R. K. (2014). *Crystallographic Texture of Materials*. <http://www.springer.com/series/4604>
- Valiev, R. Z., Islamgaliev, R. K., & Alexandrov, I. v. (1999). Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*.
- Voronova, L. M., Chashchukhina, T. I., & Degtyarev, M. V. (2018). Recrystallization Texture of Submicrocrystalline Niobium after Annealing. *Physics of Metals and Metallography*, 119(9), 880–886. <https://doi.org/10.1134/S0031918X18090156>
- Wang, X., Liu, L. B., Wang, M. F., Shi, X., Huang, G. X., & Zhang, L. G. (2015). Computational modeling of elastic constants as a function of temperature and composition in Zr-Nb alloys. *Calphad: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry*, 48, 89–94. <https://doi.org/10.1016/j.calphad.2014.11.003>
- Yapici, G. G. (2020). Simultaneous improvement in strength and ductility of severely deformed niobium alloy. *Materials Letters*, 279. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2020.128443>
- Zaefferer, S., Kuo, J. C., Zhao, Z., Winning, M., & Raabe, D. (2003). On the influence of the grain boundary misorientation on the plastic deformation of aluminum bicrystals. *Acta Materialia*, 51(16), 4719–4735. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00259-3](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00259-3)

Zener, C. (1948). *Elasticity and Anelasticity of Metals*. University of Chicago.

Zhilyaev, A. P., Dolors Baró, M., & Szpunar, J. A. (2004). Microstructure and Grain-Boundary Spectrum of Ultrafine-Grained Nickel Produced by Severe Plastic Deformation. En *Translated from Metally* (Número 1).  
<https://www.researchgate.net/publication/242455506>